

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.

8-POSADA EN MARXA DE LA PLANTA

CAPÍTOL 8: POSADA EN MARXA DE LA PLANTA

8.1.	Introducció	1
8.2.	Comprovacions generals prèvies a l'arrancada de la planta	1
8.2.1.	Serveis generals	1
8.2.1.1.	Inspecció del subministrament elèctric	1
8.2.1.2.	Aigua de procés	1
8.2.2.	Seguretat	2
8.2.3.	Equips de procés	3
8.2.3.1.	Proves hidràuliques	3
8.2.3.2.	Encebat de les bombes	3
8.2.3.3.	Comprovació de les vàlvules	3
8.2.3.4.	Comprovació dels instruments elèctrics	4
8.3.	Arrancada des de zero	4
8.3.1.	Posada en marxa dels serveis	4
8.3.1.1.	Vapor d'aigua	4
8.3.1.2.	Aigua de refrigeració	4
8.3.1.3.	Aire comprimit	5
8.3.1.4.	Nitrogen	5
8.3.2.	Posada en marxa dels tancs d'emmagatzematge de reactius	5
8.3.2.1.	Arrancada parc de tancs d'àcid nítric	6
8.3.3.	Posada en marxa de la zona d'oximació (procés HPO)	6
8.3.4.	Posada en marxa de la zona de formació de caprolactama (Beckmann)	10
8.3.5.	Posada en marxa de la zona de neutralització	12
8.3.6.	Posada en marxa de la zona de purificació de caprolactama	13
8.3.7.	Posada en marxa de la zona de purificació de sulfat amònic	14
8.4.	Parada total	15

8.4.1.	Parada dels tancs d'emmagatzematge de reactius	16
8.4.2.	Parada de la zona d'oximació (procés HPO)	16
8.4.3.	Parada de la zona de formació de caprolactama (Beckmann)	17
8.4.4.	Parada de la zona de neutralització	18
8.4.5.	Parada de la zona de purificació de caprolactama	19
8.4.6.	Parada de la zona de purificació de sulfat amònic	20

8.1. Introducció

La posada en marxa de la planta té com a objectiu assolir l'estat estacionari, és a dir, es vol arribar a un estat on les composicions i el mateix sistema es mantingui estable. Aquesta operació inclou una sèrie d'accions prèvies per assegurar el correcte funcionament del sistema:

- Inspecció dels serveis generals (energia elèctrica i aigua de procés).
- Comprovació dels sistemes de seguretat.
- Inspecció dels equips de procés (proves hidràuliques, encebat de bombes i comprovació de les vàlvules i instruments elèctrics).
- Neteja de la instal·lació.

Durant la posada en marxa el control es dur a terme de forma manual fins assolir unes condicions d'operació constants en el temps, moment en el qual el funcionament de la planta passa a controlar-se de forma automàtica.

8.2. Comprovacions generals prèvies a l'arrancada de la planta

A continuació es detallen les comprovacions prèvies a la posada en marxa, introduïdes a l'apartat anterior.

8.2.1. Serveis generals

8.2.1.1. Inspecció del subministrament elèctric

Es comprova el correcte funcionament del subministrament elèctric en tots els equips i instruments que el requereixin. Revisió del grup electrogen i revisió dels nivells de fuel.

8.2.1.2. Aigua de procés

Es comprova que no hi ha cap problema en el subministrament de l'aigua de procés.

8.2.2. Seguretat

En aquest subapartat s'inclouen totes les comprovacions i consideracions prèvies relacionades amb la seguretat de la planta.

- Comprovar la instal·lació i el funcionament de les dutxes d'emergència i dels rentauells.
- Calibrar i comprovar el bon funcionament dels sensors i alarmes de màxima i mínima en planta.
- Assegurar-se de que els extintors estan plens. També han d'estar degudament senyalitzats i col·locats en els corresponents emplaçaments. Cal també que revisin que hagin passat totes les revisions.
- S'emplena la bassa contra incendis, en cas que el nivell no sigui el suficient i es comprova que les bombes del sistema contra incendis estan encesades.
- El circuit d'aigua contra incendis també ha d'estar correctament senyalitzat i s'ha de comprovar que no presenta fugues (prova hidràulica). També es verifica que els equips de protecció contra incendis (BIE) estiguin connectats correctament a la xarxa d'abastiment d'aigua.
- Prendre les mesures necessàries perquè el personal d'extinció intern, juntament amb el de primers auxilis, estigui especialment alerta durant la posada en marxa de la planta.
- Dur a terme un inventari per verificar la disponibilitat i bon estat dels equips de protecció individuals (EPI).
- Comprovar que les farmacioles tinguin el material necessari per cada zona.
- Tarar les vàlvules de seguretat i inspeccionar els discs de ruptura.
- Comprovar la senyalització de seguretat en la planta i que les sortides d'emergència estiguin lliures en tot moment.
- Dur a terme proves de pressió en tots els equips de la planta.
- Assegurar-se que les alarmes d'emergència i d'evacuació del personal és troben connectades.

Tot el personal de planta es coneixedor d'aquestes consideracions de seguretat i de les actuacions pertinents en cas d'emergència. Per tal de garantir que els empleats estan al corrent del pla d'evacuació, del perill inherent a cada zona del procés i dels EPIs corresponents, es duen a terme assemblees i xarrades periòdiques. També es realitzen cursos de formació específics per als nous empleats i cursos de reciclatge per als empleats amb més de dos anys d'antiguitat.

8.2.3. Equips de procés

8.2.3.1. Proves hidràuliques

Consisteixen en fer circular aigua de distribució de la planta, a la qual s'ha afegit un pigment per poder localitzar amb major facilitat la presència de fugues en equips, canonades i accessoris. D'aquesta manera, es comprova que les soldadures es troben en bon estat i que la unió entre els trams amb brides es correcte. En definitiva, es pretén comprovar l'estanqueïtat del circuit, descartant qualsevol fuga al llarg de la instal·lació.

Alhora, s'eliminen les restes de llimadures metàl·liques, olis i altres substàncies que poden estar presents després de la instal·lació dels equips i canonades.

Així es realitzen proves hidràuliques en les següents àrees:

- Parcs de tancs d'emmagatzematge de matèries primes (àcid nítric, àcid fosfòric, amoníac, hidrogen i ciclohexanona).
- Zones de reacció (àrea procés HPO i Beckmann)
- Zona de neutralització.
- Zona de separació i purificació de la caprolactama.
- Zona de separació i purificació del sulfat amònic .

8.2.3.2. Encebat de les bombes

Consisteix en engegar la bomba i tancar-li la sortida del líquid. S'omple de líquid la canonada d'aspiració i la carcassa de la bomba, per facilitar-ne la succió i evitar que quedin bosses d'aire en l'interior de la bomba. Amb aquesta operativa s'evita el funcionament en sec i la possible cavitació de la bomba durant els seu funcionament.

8.2.3.3. Comprovació de les vàlvules

Abans de la posada en marxa de la planta totes les vàlvules, tant manuals com automàtiques, han d'estar completament tancades. Aquesta comprovació s'ha de dur a terme de forma acurada i metòdica de vàlvula en vàlvula.

8.2.3.4. Comprovació dels instruments elèctrics

Es verifica que tots els instruments elèctrics que s'activen des de la sala de control funcionen correctament. També es revisaran els armaris de control així com totes les targetes, PLCs, borns i connexions que inclouen. A més, cal comprovar que el sistema SCADA funciona correctament ja que s'han de poder visualitzar totes les dades adquirides per el sistema de control de la planta.

8.3. Arrancada des de cero

Un cop dutes a terme totes les comprovacions necessàries, es procedeix a l'arrancada de la planta. L'explicació de la posada en marxa de la planta, es detalla individualment per cada una de les zones.

8.3.1. **Posada en marxa dels serveis**

8.3.1.1. Vapor d'aigua

Tal i com s'ha esmentat anteriorment en l'Apartat 1.8. del Capítol 1 a la hora de posar en marxa aquest servei es requereix el subministrament de una quantitat important de gas natural ja que el sistema encara no esta generant els gasos combustibles provinents de la columna de bombolleig CB-101.

El primer pas per posar en marxa aquest servei és omplir tres quartes parts del volum de la caldera amb aigua descalcificada que es troba a una temperatura de 25°C. A continuació, cal engegar el compressor que injecta aire a la cambra de combustió i, seguidament, connectar l'entrada de gas. Un cop s'assoleix la pressió i temperatura desitjades (250°C i 39.8 atm) s'obre la vàlvula que abasteix de vapor tota la planta i alhora s'engega el sistema de cogeneració elèctrica que incorpora la caldera. Un cop la planta es troba en funcionament només caldrà anar afegint aigua per suplir les pèrdues d'aquesta en el sistema i substituir l'entrada de gas natural per la dels gasos de la CB-101.

8.3.1.2. Aigua de refrigeració

El circuit de refrigeració es posa en funcionament abans de iniciar la posada en marxa per tal de garantir el servei de aigua de refrigeració en cas de que alguna de les instal·lacions requerís aquest servei. A més, cal encendre el circuit de refrigeració abans de l'inici de la resta

d'operacions i un cop s'ha comprovat que tant la canonada de distribució com les diferents vàlvules i connexions no presenten fugues.

El primer pas a dur a terme es omplir el dipòsit pulmó i seguidament engegar les bombes que impulsen l'aigua fins la torre. Aquest dipòsit s'omple amb l'aigua descalcificada provinent del descalcificador i que és impulsada per la bomba BO-904A/B. Un cop s'inicia la refrigeració s'obren les vàlvules d'entrada al tanc TK-502 on s'emmagatzemarà l'aigua freda i, sobretot, es connecten els tancs TK-501 i TK-502 fent un circuit tancat fins que el sistema de refrigeració assoleixi un estat estacionari. En aquest punt les temperatures tant d'entrada com de sortida de la torre es mantenen més o menys estables fent que ja es pugui obrir la vàlvula que alimentarà el distribuïdor d'aigua de refrigeració permeten el seu ús en els següents passos de la posada en marxa.

8.3.1.3. Aire comprimit

Engegar tots els compressors de 22kW per tal de que aquests equipstornin a omplir l'anell amb aire comprimit a la pressió necessària. Posar en marxa també el compressor de reforç de 7kW per tal d'assegurar el funcionament de totes les vàlvules de control durant la arrancada de la planta ja que és en aquesta operació on és poden produir les simultaneïtats més elevades.

8.3.1.4. Nitrogen

Per tal de posar en marxa aquest servei és necessari realitzar una revisió prèvia del tanc criogènic que l'emmagatzema, un cop es comprova el correcte estat del tanc aquest s'omple amb el nitrogen i es pressuritza per tal de mantenir-lo líquid. Si es volen assolir aquestes condicions d'emmagatzematge és imprescindible connectar el sistema de refrigeració d'aquests tancs per tal de disminuir la temperatura fins al valor requerit. Un cop omplert el tanc s'obre la vàlvula de distribució per tal de realitzar una comprovació de la estanqueïtat de la instal·lació per a que es pugui operar amb normalitat sense pèrdues quan es requereixi aquest servei.

8.3.2. **Posada en marxa dels tancs d'emmagatzematge de reactius**

Un cop s'han realitzat les proves hidràuliques corresponents es podrà procedir a omplir els diferents tanc d'emmagatzematge de matèries primes. S'ha cregut convenient disposar de com a mínim un 50 per cent de la capacitat dels diferents compostos que es consumeixen de manera contínua abans de iniciar la arrancada de la instal·lació. A continuació es detalla específicament, per a cada compost, les accions que cal realitzar per tal d'iniciar l'operació en el parc de tancs.

8.3.2.1. Arrancada parc de tancs d'àcid nítric

A la hora de iniciar la càrrega dels tancs TK-801/5 cal tenir present les propietats d'aquesta substància, és a dir, no es pot menysprear la capacitat de formar vapors que poden generar mescles explosives amb l'aire. És per aquest motiu que cal injectar nitrogen en aquests tancs a mesura que s'omplin. El nitrogen entrarà fred fent que es condensi l'àcid nítric a més de desplaçar l'oxigen i per tant evitar que es tingui una barreja dins dels límits d'inflamabilitat.

8.3.3. **Posada en marxa de la zona d'oximació (procés HPO)**

A la hora de posar en funcionament els equips de la zona 100 cal tenir present l'alt grau d'interconnexió i dependència d'aquests. El circuit s'ha de posar en marxa equip per equip, començant per la columna de bombolleig fins assolir un estat estacionari a tota la planta. S'escull aquest equip com el primer a posar en marxa degut a que es tracta d'un punt crític dins el procés HPO.

S'ha cregut convenient iniciar aquesta operació en la columna CB-101 degut a que és un punt crític dins la zona 100. En aquest equip per tal de posar en funcionament la instal·lació s'hi introduirà contínuament una solució de nitrat d'amoni i àcid fosfòric. Aquesta solució es prepara a l'interior del tanc de mescla TM-101 on inicialment s'omplirà amb aigua de procés fins a un volum de 2.5 metres cúbics i es connectarà l'agitació a partir d'aquest moment les accions que cal dur a terme són:

1. Aturar l'entrada d'aigua. Començar la descarrega de nitrat d'amoni, òxid de germani i catalitzador mitjançant les tolves dosificadores del TM-101 un cop s'ha afegit la quantitat necessària per tal de assolir la concentració desitjada s'obre l'entrada de àcid fosfòric fins a omplir un volum de 3 metres cúbics. Durant la càrrega del TM-101 cal anar introduint nitrogen gas per evitar generar mescles explosives.
2. Un cop assolit aquest nivell s'obren les vàlvules A-187/189/190 i es comença a omplir la columna de bombolleig comprovant prèviament que la resta de vàlvules romanen tancades. Abans però, cal tornar a connectar la entrada d'aigua, nitrat d'amoni, òxid de germani i catalitzador. Quan el líquid ha assolit una alçada suficient dins la columna es connecta l'entrada d'hidrogen, aquest volum correspon a un volum superior al d'operació (36m^3). Cal esperar a que el líquid tingui una alçada suficient com per a que aquest pugui reaccionar amb una conversió prou elevada com per justificar el consum d' H_2 . Quan es comença a bombollejar l'hidrogen cal esperar com a mínim un temps equivalent al temps de residència hidràulic (45 minuts) però per tal d'afegir un factor de seguretat es recomana esperar una hora. Quan s'inicia el bombolleig es tanca l'entrada de reactius, s'obren les vàlvules A-101/102/104 i es comença a operar amb el filtre

membrana FM-101 i els compressors CM-101 i CM-102. Quan es tanca l'entrada de reactius s'atura l'addició d'aquests en el TM-101, és tanca la sortida (vàlvula 6-FTF-B-A190) i es continua agitant per tal de mantenir la homogeneïtzació de la barreja. Durant aquest bombolleig es va controlant la temperatura del reactor ja que es produeix una reacció exotèrmica i cal evitar que la temperatura superi els 85 graus. És per aquest motiu que es connecta la línia de sortida 8-FTF-11-MO-125 amb la línia 6-FTF-11-MO-127 per tal de fer circular aquesta mescla de reacció a través del BE-106 i mantenir una temperatura d'operació de 68°C.

A mesura que es van separant el metà, nitrogen i diòxid de nitrogen de l'hidrogen en el filtre membra aquests s'envien a la caldera on s'utilitzaran per a la generació del vapor de caldera necessari. Així doncs a partir d'aquest instant s'anirà reduint la quantitat de gas natural introduïda al VB-901.

3. Un cop transcorreguts els seixanta minuts es tornen a connectar les entrades i sortides del TM-101 i la CB-101. En el cas de la CB-101 s'obre la vàlvula 8-FTF-B-176 per tal de que s'iniciï la operació en continu, alhora, es comença a operar amb el filtre d'espelma (FI-101/2). Tal i com s'ha esmentat, és imprescindible anar monitoritzant la temperatura en la columna i quan aquesta s'apropi als 60 °C s'ha de connectar l'aigua de refrigeració del BE-106 per tal de que la calor generada en la reacció no faci augmentar massa la temperatura de la columna.
4. Connectar les bombes 108A/B i 109A/B per tal d'iniciar l'operació en el FI-101/2. Un cop es comença a separar la hidroxilamina formada del catalitzador cal obrir les vàlvules 173,174 i 175 i començar a introduir-la en el reactor RE-101.

Així doncs, el següent equip a posar en marxa és el primer reactor d'oximació on s'introduirà ciclohexanona i toluè directament enlloc de ser vehiculats des del decantador DE-102. A més, s'hi introduirà contínuament la solució d'hidroxilamina provinent del FI-101 encara que aquesta es trobi a una temperatura menor a la d'operació (68°C enlloc de 95°C) ja que encara no s'ha iniciat la operació del BE-105. Seguidament, es numeraran els passos a seguir que són:

1. Comprovar que la sortida del reactor estigui totalment tancada. Un cop arriba el nivell de líquid a superar el valor mínim de 1.5 mes connecta l'agitació, a una velocitat lenta,

- i, en funció del valor de temperatura en el reactor, s'engega el sistema de refrigeració mitjançant una mitja canya.
2. Connectar l'entrada de toluè i ciclohexanona a través de la línia 2-FTF-11-MO-105 que entra en el RE-101. Abans d'introduir la ciclohexanona cal engegar el BE-801 per tal de que aquest reactiu assoleixi la temperatura de 95 °C.
 3. Cal tenir en compte que la temperatura a la que entra el toluè es la d'emmagatzematge (al voltant dels 25°C) i que, només la ciclohexanona entrarà a la temperatura d'operació (95°C) ja que, tal i com s'ha dit la ciclohexanona ho fa a 68°C . Per tant, tot i tenir una reacció fortament exotèrmica caldrà esperar un cert temps fins que s'asoleixi la temperatura d'operació.
 4. Quan s'arriba al nivell normal d'operació , 24.15 m³, s'obren les vàlvules de descarrega, vàlvules 114-117, i s'engega la bomba BO-103A/B per tal de començar a omplir el DE-101. En aquest equip es comprova que totes les sortides romanen tancades. Es mantindrà aquest règim d'operació fins que el decantador s'ompli i es pugui començar a descarregar la fase lleugera. El temps que es trigarà fins a omplir el decantador és de mitja hora. Cal doncs, obrir les vàlvules 2-FTF-B-130 i 3-FTF-B-123 i engegar les bombes BO-104A/B i BO-105A/B per fer que es comenci a omplir el RE-102 i el tanc pulmó TK-101 que alimentarà a la torre de destil·lació durant la seva posada en marxa.

Per tal d'optimitzar l'operativa de l'arrancada de la planta paral·lelament al punt 3 s'iniciarà la posada en marxa del RE-102. El primer pas a seguir es omplir l'equip fins a un volum de 5 metres cúbics, un cop assolit aquest nivell es connecta l'agitació. Des de aquest instant l'operativa a seguir és:

1. Obrir la vàlvula d'entrada de la mescla provinent del DE-101 i aturar l'entrada de ciclohexanona i toluè per tal de controlar les condicions de reacció. Un cop la mescla a l'interior del reactor tingui la composició similar a la de treball en continu, és a dir, que les proporcions dels diferents reactius siguin les d'operació (cal esperar aproximadament uns trenta minuts) es torna a connectar la entrada de ciclohexanona. A partir d'aquest instant ja es pot connectar la sortida cap al DE-102 i començar a omplir aquest equip. Cal tenir present que el toluè segueix entrant al reactor a una temperatura menor a la d'operació també i que, per tant, el sistema de refrigeració es connectarà un cop la temperatura del reactor arribi a un valor proper als 85°C.

Simultàniament, s'iniciarà la posada en marxa de la torre de destil·lació TD-101. La operativa de treball a seguir es treballar a reflux total fins assolir la temperatura d'operació i que aquesta es mantingui constant. El conjunt d'accions que cal realitzar són:

1. Obrir l'entrada de vapor d'aigua al reboiler BE-102 obrir les vàlvules d'entrada a la torre (vàlvules 131-6) i tancar la vàlvula A-155 per tal de treballar a reflux total. A més, cal tancar la vàlvula de sortida del bullidor (vàlvula 146) fins que la temperatura d'operació es mantingui constant. Un cop assolida aquesta condició d'operació cal prendre mostres del destil·lat i del "residu" o fracció pesada a intervals de temps regulars fins que s'arribi a tenir una concentració constant.
2. Connectar la línia de sortida del BE-102 que enviarà la ciclohexanona oxima destil·lada al tanc pulmó TK-202 des de on es conduirà cap al reactor RE-201. Obrir la vàlvula A-155 i fixar la relació de reflux d'operació normal. Connectar l'entrada de la mescla a destil·lar que prové del DE-101. A partir d'aquest instant caldrà aturar l'entrada de toluè utilitzat durant l'arrancada un cop s'arribi a tenir la quantitat requerida en el sistema (aproximadament 19 metres cúbics). En el cas de que s'excedís aquesta quantitat és podria realitzar una purga mitjançant el drenatge de la línia 1^{1/2}-FTF-11-MO-102.

Per acabar d'arrancar els reactors d'oximació cal que el decantador DE-102 s'ompli fins a arribar al nivell d'operació punt en el qual es connecten les vàlvules de descarrega d'aquest equip. Es connecten les bombes BO-102A/B i BO-106A/B que envien la fase lleugera al RE-101 i la fase aquosa o pesada cap a columna de stripping ST-101. A partir d'aquest instant els reactors 101 i 102 ja operaran contínuament.

Per a la posada en marxa de la columna de desabsorció ST-101 cal omplir aquest equip amb aigua, tancar les vàlvules de sortida (vàlvules 165 i A184-6) del reboiler BE-101 i connectar la línia 1^{1/2}-FTF-11-MO-118 i la 4-FTF-11-MO-116 per tal de treballar amb un reflux total i assolir les condicions d'operació. Aquesta operació s'ha d'iniciar un cop és comença a introduir hidroxilamina al RE-101 per tal de tenir temps suficient d'aconseguir les condicions d'operació abans que es connecti la bomba BO-106A/B i comenci a arribar el corrent provinent del DE-102 amb la hidroxilamina, ciclohexanona i ciclohexanona oxima que es vol eliminar. Un cop comença a arribar aquest corrent s'atura el reflux total i es connecta la sortida del BE-101 que condueix el corrent del que s'han eliminat els components abans esmentats cap el RE-103.

Finalment, per acabar de posar en marxa la zona 100 cal iniciar la operació en continu del reactor RE-103. El conjunt d'accions que cal dur a terme són:

1. Comprovar que totes les vàlvules del reactor estan completament tancades.
2. Obrir la vàlvula d'entrada al reactor 4-FTF-B-170 per tal de que el corrent provinent del ST-101 entri en el reactor. Aquesta línia passa per el BE-105 disminuït la temperatura de 133 a 96°C, a partir d'aquest instant la hidroxilamina provinent de la CB-101 ja entra al reactor 101 a la temperatura de treball.
3. Omplir l'equip amb la mescla d'oximació fins a un volum de 8 metres cúbics (13.5 minuts) i engegar el sistema de refrigeració de l'equip.
4. Engegar la bomba BO-701A/B i obrir la vàlvula d'entrada d'àcid nítric al reactor. Alhora connectar l'agitació a una velocitat baixa i augmentar el cabal d'entrada d'àcid fins a 8 m³/h per tal de mantenir les proporcions d'operació d'ambdós corrents a l'interior del reactor.
5. Un cop transcorreguts 5 minuts disminuir el cabal d'àcid nítric fins a 4.97 m³/h i continuar omplint el reactor. Un cop s'arriba al volum d'operació, 40 metres cúbics, al cap d'uns 40 minuts, s'obren les vàlvules per a la descarrega 189, 191 i 192.
6. Engegar la bomba BO-111A/B, obrir la vàlvula d'entrada a la columna de bombolleig (197,199 i A100).
7. Aturar l'entrada de nitrat d'amoni i àcid fosfòric al TM-101.
8. Comprovar que les condicions d'operació de tots els equips de la zona 100 són les previstes en el disseny.

8.3.4. Posada en marxa de la zona de formació de caprolactama (Beckmann)

Per tal de realitzar una correcta posada en marxa de la zona 200 s'ha de tenir en compte que les reaccions que tenen lloc dins dels reactors són exotèrmiques i perilloses. Aquest fet genera un problema addicional a la hora de posar en funcionament la instal·lació però que es pot solucionar emprant alhora les mitges canyes i els bescanviadors que incorporen els reactors 201, 202 i 203.

La posada en marxa d'aquesta zona es realitza conjuntament amb la zona 100 ja que d'aquesta zona prové la ciclohexanona oxima que es requereix per a formar la caprolactama. El primer pas en la posada en marxa es omplir el reactor RE-201 amb caprolactama, cal que un 50 per cent del reactor estigui ple amb aquest component. L'objectiu d'aquesta acció és disminuir la quantitat de massa reactiva i així evitar que la mínima addició de catalitzador generi una reacció fora de control. Per tant, durant l'arrancada de la planta caldrà comprar aquesta substància per a poder omplir el primer reactor.

Seguidament, es comença a afegir la oxima fins que s'arriba a omplir el seixanta per cent del tanc. Un cop s'assoleix aquest nivell es comença a introduir l'òleum en el reactor però la dosificació es farà discontinuament per tal de controlar les condicions d'operació en tot moment. La quantitat de oxima que entra en cada reactor es regula mitjançant un tanc pulmó disposat en la zona 200, TK-202, que es troba connectat a la línia de distribució dels tres reactors. A partir de l'addició d'òleum es connecta la recirculació del reactor per tal de disminuir la temperatura al passar pel bescanviador BE-202, alhora també es connecta la mitja canya del reactor. Fins que el nivell del tanc arribi al setanta cinc per cent (aproximadament 10 metres cúbics) la recirculació és total.

A continuació, es redueix la raó de recirculació per tal de començar a omplir el reactor RE-202 amb caprolactama i òleum, tota la oxima introduïda haurà reaccionat. A mesura que es va omplint el tanc cal connectar la mitja canya de refrigeració i un cop es sobrepassa el nivell mínim per a connectar l'agitació (3 metres) s'engega l'agitador AG-202 que treballarà a una freqüència de gir menor. Arribats a aquest estat s'inicia la introducció de la oxima en el reactor mitjançant petites dosificacions i connectant la recirculació total per tal de que el BE-203 i la mitja canya puguin disminuir la temperatura fins a la d'operació. Un cop transcorregut un temps suficient per a que el nivell assoleixi aproximadament el seixanta per cent de la capacitat, és a dir, que la mescla de reactor tingui un volum de quatre metres cúbics es disminueix la raó de recirculació i s'inicia la posada en marxa del reactor RE-203.

Tal i com es realitza en el reactor RE-202 es va omplint el tanc i es connecten els sistemes de refrigeració, quan s'arriba a omplir 3 metres cúbics s'inicia l'agitació per tal de homogeneïtzar la mescla i millorar la transferència de calor. És en aquest moment on es comença a afegir la oxima en petites quantitats i on s'inicia la recirculació total. Quan el nivell del tercer reactor arriba als 4 metres cúbics s'atura la recirculació total i es connecta la canonada de sortida al tanc pulmó TK-201. Llavors, es fixen els valors de cabal d'òleum i d'oxima als valors de disseny i es connecta el TK-201 a l'entrada del reactor RE-201 per tal de donar més temps de residència a la barreja resultant en petites dosificacions i així no generar una gran pertorbació en el sistema.

És important ressaltar que en aquesta zona no es parla de conversió ja que al tenir una cinètica de reacció extremadament ràpida qualsevol petita quantitat d'òleum afegida amb els nivells d'oxima que presenten els reactors es suficient com per a convertir-la totalment a caprolactama.

Per altra banda, un cop el sistema funcioni correctament s'anirà introduint poc a poc la oxima restant en el tanc pulmó TK-202 vigilant sempre que no es produeixi un gran increment en la temperatura d'operació. Teòricament, no es necessari incrementar la quantitat d'òleum ja que el nombre de mols present en el sistema es suficient per a catalitzar la reacció.

Proteccions durant la posada en marxa:

- En el cas que la temperatura augmenti considerablement s'aturarà l'entrada de reactius i es connectaran les recirculacions totals als tres reactors i alhora s'obriran totes les mitges canyes fins que la temperatura disminueixi a deu graus per sota de la temperatura d'operació. S'escullen aquestes temperatures (100 i 95 °C) per tal d'evitar que al tornar a connectar l'entrada de reactius es repeteixi l'augment sobtat de la temperatura.
- Si en el transcurs de la posada en marxa de la zona 200 el nivell d'algun dels tancs supera el valor màxim establert s'obrirà la vàlvula de connexió al tanc pulmó de la zona TK-201.

Si és volgués optimitzar la posada en marxa d'aquesta es podrien omplir els tres reactors amb caprolactama i connectar l'entrada d'oxima i òleum. En aquest cas es podria afegir l'àcid en els reactors 202 i 203 i així accelerar l'assoliment de l'estat estacionari. Ara bé, es recomana realitzar l'operativa explicada anteriorment per tal de reduir els costos de les matèries primes en l'arrancada i per tal de controlar millor les condicions d'operació.

8.3.5. Posada en marxa de la zona de neutralització

A l'hora de posar en marxa la zona de neutralització les accions que cal realitzar s'especifiquen a continuació:

1. Omplir el reactor 301 amb aigua de procés fins a arribar al 55% de la capacitat (11 m³). S'engega el sistema d'agitació es connecta la recirculació total i per últim es connecta l'entrada de la barreja de Beckmann provinent del RE-203.
Paral·lelament s'omple el RE-303 d'aigua injectant l'amoníac perquè es dissolgui fins que el líquid estigui saturat. Conforme es va omplint el reactor, es dona potència a l'agitació i des de l'inici es connecta la recirculació per a eliminar la calor generada. Quan el reactor està ple i l'aigua saturada d'amoníac, es tanquen les vàlvules corresponents parant així el cabal d'entrada fins que s'inicia el procés de posada en marxa del RE-302 i es requereixi més solució.
2. Un cop el RE-301 estigui ple i treballant amb les condicions esperades, s'obrirà la vàlvula per a que la solució resultant accedeixi al RE-302 que alhora l'hi anirà entrant la solució del RE-303 proporcionalment. L'agitació augmenta en funció del nivell del reactor i la recirculació per l'intercanvi de calor funciona a cabal màxim des de l'inici fent que el reactor operi a la temperatura de procés.

Els reactor RE-301 i RE-303 operaran normalment utilitzant aigua de xarxa.

Cal esmentar que al ser reaccions irreversibles i al començar operant d'aquesta manera, el temps de residència inicial serà major que el de disseny i això farà que les conversions siguin majors pel que no hi haurà problemes de qualitat del producte.

3. Quan el RE-302 s'hagi omplert, es deixarà que la barreja d'aigua, sulfat amònic i caprolactama accedeixi al decantador DE-301 i es deixarà que aquest s'ompli fins als nivells òptims d'operació. A l'arribada d'aquest punt, les vàlvules s'obriran deixant passar els caudals decantats cap a les columnes.
4. Quan els cabals 56 i 59 comencin a entrar als extractors EX-401 i EX-402 respectivament, s'obriran les entrades dels extractes i amb dos corrents s'aniran omplint. L'extracte en els dos casos és toluè pur que s'anirà injectant amb la bomba BO-404 fins que l'EX-403 comenci a sortir el mateix toluè lliure de caprolactama i es pugui reutilitzar.
5. Al sortir el corrent 57 del EX-401, aquest s'introduirà a l'EX-402 i en el moment en el que el 61 comenci a entrar al EX-403, s'introduirà aigua de xarxa i entre els dos cabals s'omplirà la columna. Un cop plenes, s'obriran les vàlvules de sortida i de l'extractor es passarà cap a les escamadores i residu, en aquest cas el toluè, serà impulsat per la BO-404 per ser reutilitzat als EX-401 i EX-402. En aquest moment es deixa d'injectar toluè pur.

8.3.6. Posada en marxa de la zona de purificació de caprolactama

1. El cabal de la línia 74 s'anirà introduint directament en el ET-401 que se li connectarà el sistema de buit quan l'equip estigui al 50% de la seva capacitat. D'aquesta manera s'evitarà que la caprolactama es solidifiqui dins l'evaporador. El serpentí funcionarà de manera que dins el fluid es mantingui la temperatura d'operació constant, i a l'agitador se li anirà donant velocitat a mesura que pugui el nivell de l'equip. En activar el buit l'aigua extreta es recircularà a l'EX-403 essent menor la necessitat d'aigua de xarxa fins a arribar a l'estat estacionari on serà innecessària aquesta aigua.

Quan els nivells ho exigeixin, s'obrirà la vàlvula deixant pas la caprolactama líquida per la línia 77.

Fins que no s'arribi a l'estat estacionari, el cabal 74 no passarà per l'intercanvi iònic. Això es deu al fet que al no operar correctament les columnes d'extracció, és possible que la caprolactama estigui acompanyada per una quantitat molt elevada de sulfat amònic. Si els nivells d'aquesta sal són molt elevats, la resina que efectua l'intercanvi iònic no tindrà capacitat d'intercanviar-la tota i causa de l'excés es podrà veure

perjudicada, pel que s'esperarà que s'estigui treballant en estat estacionari per activar-lo i es pugui obtenir caprolactama pura.

2. Des de la línia 77 s'arriba a l'escamadora ES-401 que es començarà a omplir i a posar-se en marxa des del moment que el nivell ho permeti. Quan això passi, el cabal d'entrada passarà a dividir-se de manera que entri un 80% a l'ES-402 i el 20% restant continuï entrant a l'ES-401. Quan els dos estiguin al mateix nivell, el cabal s'igualarà passant al 50% a cada escamadora.
3. Prèviament al fet que la caprolactama entri a les escamadors, aquests equips hauran d'estar inertitzats amb una atmòsfera de nitrogen, i en el moment en el que comencen a treure el producte final, la inertització es torna a activar deixant pas a un cabal continu de nitrogen.
4. En el moment que l'ES-401 ha començat a escamar, el producte es transporta a la zona de sitges on s'emmagatzema.

Tot el producte que s'ha anat formant fins que no s'ha arribat a l'estat estacionari és emmagatzemat, però no serà comercialitzat a causa de la seva baixa qualitat. El producte no desitjat i ja emmagatzemat s'ha de fondre quan tota la producció està funcionant amb normalitat, d'aquesta manera es pot anar afegint en poques quantitats al decantador DE-401 permetent que aquest procedeixi a realitzar tot el procés de purificació de manera normal.

8.3.7. Posada en marxa de la zona de purificació de sulfat amònic

1. Conforme van sortint els cabals d'aigua i sulfat amònic de les torres EX-401 i EX-402, es va omplint el CR-401 que tindrà el sistema de buit apagat fins que no s'arribi al 50% del seu volum d'operació. El serpentí estarà operant de manera que el llit es mantingui a la temperatura d'operació. Un cop el CR-401 està proper al nivell d'operació, s'obre la vàlvula que permet la sortida dels cristalls i les aigües mare cap a les centrífugues, i també ho farà la sortida superior d'aigües mare ("D" especificada en el full d'especificació de l'equip).

L'aigua que s'extreu mitjançant el buit es recircularà al RE-303 i s'anirà disminuint la quantitat d'aigua de xarxa necessària en el procés fins que arribi a l'estat estacionari i es mantingui un equilibri entre l'aigua de xarxa i la recirculada mitjançant el buit.

2. La sortida dels cristalls juntament amb part de la solució mare sortirà en direcció a la CE-401, que operarà amb total normalitat des del moment que entrin els primers cristalls.

A l'hora de centrifugar, s'obtenen els cristalls desitjats per una banda, i les aigües mare per l'altra. Un cop això, el líquid (juntament amb el fluid de la sortida "D" del CR-401 i amb una mateixa composició) es dirigeix al CR-402 on es deixarà omplir tenint en funcionament del serpentí i així aconseguir la temperatura adequada d'operació.

3. Un cop que el CR-402 arribi al seu nivell d'operació òptim, s'obriran les vàlvules de sortida "A" i "D" perquè aquest operi en continu. Igual que al cristal·litzador anterior, els cristalls amb aigües mare aniran dirigits a la centrifuga CE-402 on s'han de separar. Aquest fluid juntament amb el seu igual resultant de la connexió "D" es recirculen al RE-301, i l'entrada d'aigua de xarxa anirà disminuint fins arribar a un estat estacionari on la necessitat d'aquesta serà nul·la cobrint així la necessitat d'utilitzar aigües mare provinents de la recirculació.
4. A la posada en marxa és normal que les torres d'extracció no treballin com s'espera, pel que és fàcil que es trobi més concentració de l'esperada de caprolactama en el cabal que entra als cristal·litzadors. Això implica que a les aigües mare que es recirculen al RE-301 entra més caprolactama, cosa que no és cap problema, però a l'hora d'obtenir el producte final, és possible que es trobin traces de caprolactama al sulfat amònic sòlid. Igual que en el cas de la caprolactama sòlida, s'anirà emmagatzemant i quan tot el sistema operi en estat estacionari s'afegirà el producte al CR-401, el qual farà que es dissolgui el monòmer enlloc de la sal.

8.4. Parada total

La parada total de la planta és dur a terme un cop a l'any, durant el període estival (aproximadament 2 mesos), després de 300 dies continuats d'operació. En aquesta parada es duena terme les tasques de neteja, revisió i manteniment dels equips i instal·lacions. També es substitueixen els equips, vàlvules, canonades i instrumentació en mal estat i en cas d'ampliació de la planta, s'instal·len els equips corresponents.

De la mateixa manera que en la posada en marxa, en la parada total de la planta es passarà de control automàtic a manual. També es realitzen les corresponents proves hidràuliques en les mateixes zones que en l'arrancada de la planta.

A continuació es detallen individualment aquestes parades.

8.4.1. Parada dels tancs d'emmagatzematge de reactius

L'aturada de la entrada o reposició de matèries primes és el primer pas a dur a terme en l'operativa de parada de la planta. Així doncs, en els dies previs a la parada cal deixar de omplir els tancs, més concretament, tres dies abans de la parada s'atura l'entrada de matèries primes. A continuació es detallarà l'aturada dels diferents reactius ja que cada component presenta les seves peculiaritats.

8.4.2. Parada de la zona d'oximació (procés HPO)

Degut a les característiques que presenta el procés HPO la millor manera de realitzar l'aturada és tancant l'entrada de la corrent que prové de l'stripping (ST-101) i l'entrada d'àcid nítric al reactor R-103. Tal i com succeïa a la posada en funcionament hi ha un gran nombre de accions a realitzar simultàniament en els diferents equips ja que menysprear la possible acumulació que pot generar el tancament d'una vàlvula pot suposar un perill important. A partir d'aquest punt, les operacions que cal realitzar són les següents:

1. Tancar la vàlvula de sortida de reactius 4-FTF-B-109 i 4-FTF-E-190. En un cas normal es realitzaria el buidatge del contingut del tanc cap al següent equip per tal de generar la màxima quantitat de producte possible i reduir el volum a emmagatzemar o gestionar. En aquest equip, en canvi, es decideix que el seu contingut s'enviarà cap a un dels tancs d'emmagatzematge d'àcid nítric ja que la mescla de reacció de l'interior del RE-103 es un punt crític en la posada en marxa del procés HPO. Així doncs, en la propera posada en marxa s'omplirà aquest equip amb aquesta barreja i s'iniciarà la operació d'aquesta zona enviant aquesta mescla cap a la CB-101 on es començarà a generar hidroxilamina.
2. Buidar el tanc a través del drenatge i enviar el seu contingut al tanc TK-701/4.
3. Tancar l'entrada provinent del RE-103 de la CB-101, vàlvula 4-FTF-B-A100, a partir d'aquest instant mantenir l'entrada d'hidrogen durant un temps de residència per tal de que tot el volum restant en la columna reaccioni. La conversió segurament no serà total ja que el nivell de líquid anirà disminuït i per tant el temps de contacte entre l'hidrogen i la solució amb nitrat amoni disminuirà però gran part del volum segueix sent útil per a generar hidroxilamina. També cal aturar els sistema de dosificació de catalitzador i promotor del TM-101.
4. Un cop el nivell de la columna disminueix per sota de la vàlvula 8-FTF-B-176 la descarrega es realitzarà a través de la 4-FTF-11-MO-129 (línia provinent del RE-103) i que es connectarà al FI-101/2 per tal d'anar separant la hidroxilamina del catalitzador.
5. Quan el nivell de la CB-101 es inferior a la línia d'entrada del RE-103 es tanca la vàlvula que envia el catalitzador separat del filtre d'espelma cap al TM-101 i es

- descarrega la resta de mescla de reacció a través del drenatge. Aquest líquid s'ha d'enviar cap al RE-101 per a que reaccioni amb la ciclohexanona per a generar la oxima.
6. Tancar les entrades i sortides del tanc de mescla TM-101 i buidar el contingut a través del la línia 6-FTF-11-MO-127 aturant prèviament l'agitació. Tal i com s'ha fet amb la columna s'envia aquest líquid cap el RE-101. La descarrega és realitza a través de la línia i no del drenatge per tal de poder separar el catalitzador del líquid fàcilment sense problemes d'obstrucció o tamponament de la sortida.. Un cop el nivell es menor al de la línia s'acabarà de descarregar el tanc a traves del drenatge obtenint una mescla de catalitzador i líquid que caldrà separar.
 7. Així doncs, un cop s'atura l'entrada de hidroxilamina al reactor 101 es deixa d'entrar ciclohexanona i toluè al reactor 202. Des de aquest moment tot el toluè s'enviarà a un dels dos tanc d'emmagatzematge TK-806/7 i l resta de contingut dels dos reactors s'enviarà cap els decantadors.
 8. Connectar les línies de descarrega de fase lleugera dels dos decantadors a l'entrada de la torre de destil·lació on es separarà el toluè i la ciclohexanona de la oxima.
 9. Un cop la fracció lleugera ja no pugui se extreta degut a que el nivell de líquid es massa baix s'enviarà el contingut dels dos decantadors al tanc pulmó TK-101 per tal de reduir el temps requerit en la següent posada en funcionament de la instal·lació.
 10. Tancar l'entrada a la torre de destil·lació i començar l'operació en discontinu. Aquest tipus d'operació es caracteritza per tenir el reboiler treballant a reflux total. Es mantenen aquestes condicions fins que la temperatura de la torre comenci a augmentar degut a que ja no es destil·la toluè i ciclohexanona sinó que es comença a separar una fracció important d'oxima. En aquest instant s'atura la sortida de destil·lat i s'envia el contingut restant al tanc pulmó de la zona 200, TK-202.
 11. Per tal d'aturar la operació en l'stripping cal iniciar-la un cop es tenca l'entrada d'àcid nítric al RE-103 a partir d'aquest instant es segueix operant amb reflux total en el bullidor per tal de seguir descomposant la hidroxilamina. El corrent de sortida per caps es segueix enviant al digestor anaerobi fins que s'atura l'alimentació provinent del DE-102 moment en el qual es tanquen les entrades, és mesura la composició de la mescla i es decideix si aquesta es pot enviar al digestor, si cal tractar-la externament o si es pot emmagatzemar per a la propera posada en marxa.

8.4.3. Parada de la zona de formació de caprolactama (Beckmann)

Per tal de realitzar la parada de la zona 200 cal aturar l'entrada d'òleum i oxima a partir d'aquest instant les accions a realitzar son les següents:

1. Mantenir les relacions de reflux constant per tal de garantir que tota la oxima introduïda fins el sistema tingui temps suficient per a reaccionar. Així doncs, a mesura que avanci el temps el volum dels tres reactors anirà disminuint progressivament permetent que la mescla resultant de la transposició de Beckmann sigui neutralitzada i que la caprolactama formada pugui ser separada. Cal aturar la recirculació quan la temperatura del reactor comenci a disminuir dràsticament degut a que ja no s'ha aturat la reacció.
2. Aturar l'agitació quan el nivell de líquid s'apropa a la hèlix més baixa.
3. Un cop els nivells dels diferents tancs siguin inferiors a les sortides es tancaran les vàlvules de sortida de les diferents línies i es realitzarà un buidatge dels equips a través dels diferents drenatges. Aquest líquid drenat s'enviarà al RE-301 per tal de que sigui neutralitzat.

En aquesta zona no es requereix un emmagatzematge de líquid dels reactors ja que en la posada en funcionament aquests equips s'ompliran de caprolactama i se'ls introduirà la oxima emmagatzemada en el tanc TK-202 fins que es pugui començar a introduir la oxima generada en la zona 100.

8.4.4. Parada de la zona de neutralització

1. El reactor RE-301 no es pot aturar fins que la zona 200 aturi el subministrament de la barreja de caprolactama i Oleum. Un cop es fa reaccionar tot es subministra al RE-302. A mesura que es va buidant, la recirculació de refrigeració va disminuint en funció de la necessitat alhora d'extraure l'exotèrmia generada, i l'agitador redueix les seves revolucions a mesura que el nivell del reactor disminueix. Un cop que tot el fluid ha sortit del RE-301 i ha arribat al RE-302, es neteja i es realitzen les tasques de manteniment oportunes. Un cop això, el subministrament d'oleum al reactor a l'entrada de les aigües mares es talla i el producte s'emmagatzema al TK-407 amb l'objectiu d'una posterior al CR-401.
2. Tenint en compte el moment en què la zona 200 ha deixat de subministrar la barreja oleum i caprolactama, es realitzen els càlculs necessaris per determinar quanta aigua amb amoníac serà necessària per poder neutralitzar tot el sulfúric que pugui contenir el monòmer. L'objectiu d'aquesta acció és decidir quan deixar de dissoldre amoníac en el RE-303. Per poder aturar l'equip és necessari tallar el subministrament d'amoníac, i tota l'aigua provinent de l'equip de buit del cristal·litzador CR-401 s'ha d'emmagatzemar fins que aquest equip deixi d'operar. Aquesta aigua s'utilitza posteriorment per a realitzar treballs de

neteja o altres utilitats diverses que se li vulgui donar. Cal recordar que és una aigua que ha estat evaporada i condensada posteriorment, el que la fa de gran puresa.

3. Igual que en el cas del RE-301 el RE-302, es deixa d'operar quan no arriba més producte per neutralitzar, i ho fa de la mateixa manera que el reactor que el precedeix. En aquest cas no es talla el subministrament d'aigua amb amoníac ja que d'aquesta hi haurà la quantitat necessària per neutralitzar l'àcid sulfúric quedant així un petit excés. Com és normal, tot el producte resultant fins al seu buidatge serà conduït al DE-401.

8.4.5. Parada de la zona de purificació de caprolactama

1. Un cop s'ha tallat l'entrada bifàsica del decantador, s'han de tallar les sortides i deixar-lo ple. La barreja s'envia al TK-409 amb l'objectiu de ser netejat i se li puguin fer els treballs de manteniment requerits.
2. Al mateix temps de tancar les sortides del decantador, també s'han de tancar les entrades de l'extracte a les dues columnes EX-401 i EX-402, i les entrades i sortides de l'EX-403 també es tancaran. S'ha de deixar un temps de residència a les dues fases de les tres torres perquè es separin per diferència de densitats.
3. Un cop s'han decantat els fluids de les dues torres (EX-401 i EX-402) s'ha d'obrir la vàlvula inferior deixant sortir l'aigua amb el sulfat amònic cap als cristal·litzadors perquè la màxima quantitat possible de sòlids. Després de sortir la fase aquosa de les dues torres, la fase orgànica va a un dels tancs d'emmagatzematge de toluè TK-806 o TK-807 on s'ajunta amb el toluè de l'EX-403. Tot aquest toluè que és ric en caprolactama i impureses que s'han anat acumulant al llarg dels tres-cents dies de producció ha d'esser destilat a la TD-101 per separar-lo del monòmer i poder eliminar les impureses. El toluè serà novament emmagatzemat en un dels tancs de toluè de la zona 800 i estarà llest per a la seva nova utilització.
4. La fase aquosa de la torre EX-403 segueix el seu procés al TE-401 passant pels corresponents intercanvis iònics. Tot i això, l'evaporador segueix la seva rutina fins al moment en el que deixi de rebre el cabal, llavors és quan es transbasa el seu contingut al TK-408 perquè se li puguin realitzar les corresponents tasques de manteniment a l'equip. En deixar de rebre l'aliment, l'agitador es parerà i el sistema de buit deixarà de fer la seva funció.
5. Fins ara pel que s'ha pogut comprovar és que al tancar les sortides del decantador DE-401, les tres torres i l'evaporador deixaran d'operar simultàniament.
6. La escamació de la caprolactama continuarà fins que els cabals ho permetin, en el moment que l'ES-401 i l'ES-402 deixin de fer la seva funció s'han d'aturar i depenent de

l'enginyeria de l'equip: es pot obrir per treure la caprolactama emmagatzemada i així netejar-la per fer el manteniment o, si no, és possible treure-la manualment injectant aigua per retirar-la. En cas d'haver extret sòlida, aquesta es guardarà en un Big-Bag per utilitzar-la en el RE-201, quan es vagi a tornar a posar la plata en marxa. Si s'hagués extret una fase aquosa aquest aniria al TK-408 juntament amb el contingut del ET-401.

8.4.6. Parada de la zona de purificació de sulfat amònic

Fins que les dues torres EX-401 i EX-402 no s'aturen, el CR-401 opera amb normalitat. Un cop deixa d'arribar-li aigües mares s'han de tancar les sortides "E", "B" i "D", deixant l'equip i el sistema de buit en stand-by. S'ha de mantenir l'agitació activada i la temperatura d'operació constant de manera que la necessitat de vapor de la caldera disminueixi però sense arribar a ser nul·la.

Quan es tanquen les entrades als extractors, aquests passen a actuar com decantadors. Per tant, per la sortida inferior surt la fase aquosa. Quan s'hagin separat les dues fases, s'envien al cristal·litzador CR-401, perquè continuï operant amb normalitat.

En el moment en que l'aliment sigui nul, tot el producte contingut en cristal·litzador es passarà per la centrifugadora per separar els sòlids en suspensió i que les aigües mares passin al CR-402. Un cop buit, es procedirà a les tasques de manteniment de l'equip.

Arriba un moment en què el subministrament d'aigües mares al RE-301 no és necessari i s'ha de manar el fluid al TK-407. A partir d'un temps determinat, que hauria de ser calculat (la suma dels temps de residència dels reactors RE-301 i RE-302), el cristal·litzador seguirà operant amb normalitat però després passat aquest temps l'entrada d'aliment es tallarà. En aquest instant es tancaran les sortides "B" i "D" i s'apagarà l'intercanvi de calor i l'agitació. Transcorregut el temps necessari per a la decantació de les dues fases de les dues primeres torres d'extracció es tornaran a rebre aigües mares i tornarà a operar amb normalitat fins que es deixi de rebre novament aigües mares de forma definitiva ara. En aquest moment es tancaran les sortides i el fluid que queda emmagatzemat es farà passar per la centrifugadora per separar el líquid dels cristalls en suspensió. Tot el fluid ja separat s'emmagatzemarà al TK-407. Un cop buit l'equip, es procedirà als treballs de manteniment. En l'instant en què les aigües mares són enviades al TK-407 la temperatura d'operació del CR-402 baixa a 20°C. El motiu d'operar en aquests moments d'aturada a una temperatura inferior és perquè cristal·litzi més sòlid en el cristal·litzador i no pugui fer-ho al tanc.