



Planta química per a la producció de FREÓ-13

**Autors:**

Caterina Bartomeu García
Diego Chipantasi Quispe
Anabel Romero Jimenez
Manel Rovira Blanco
Alberto Sánchez Rodríguez

Tutor:

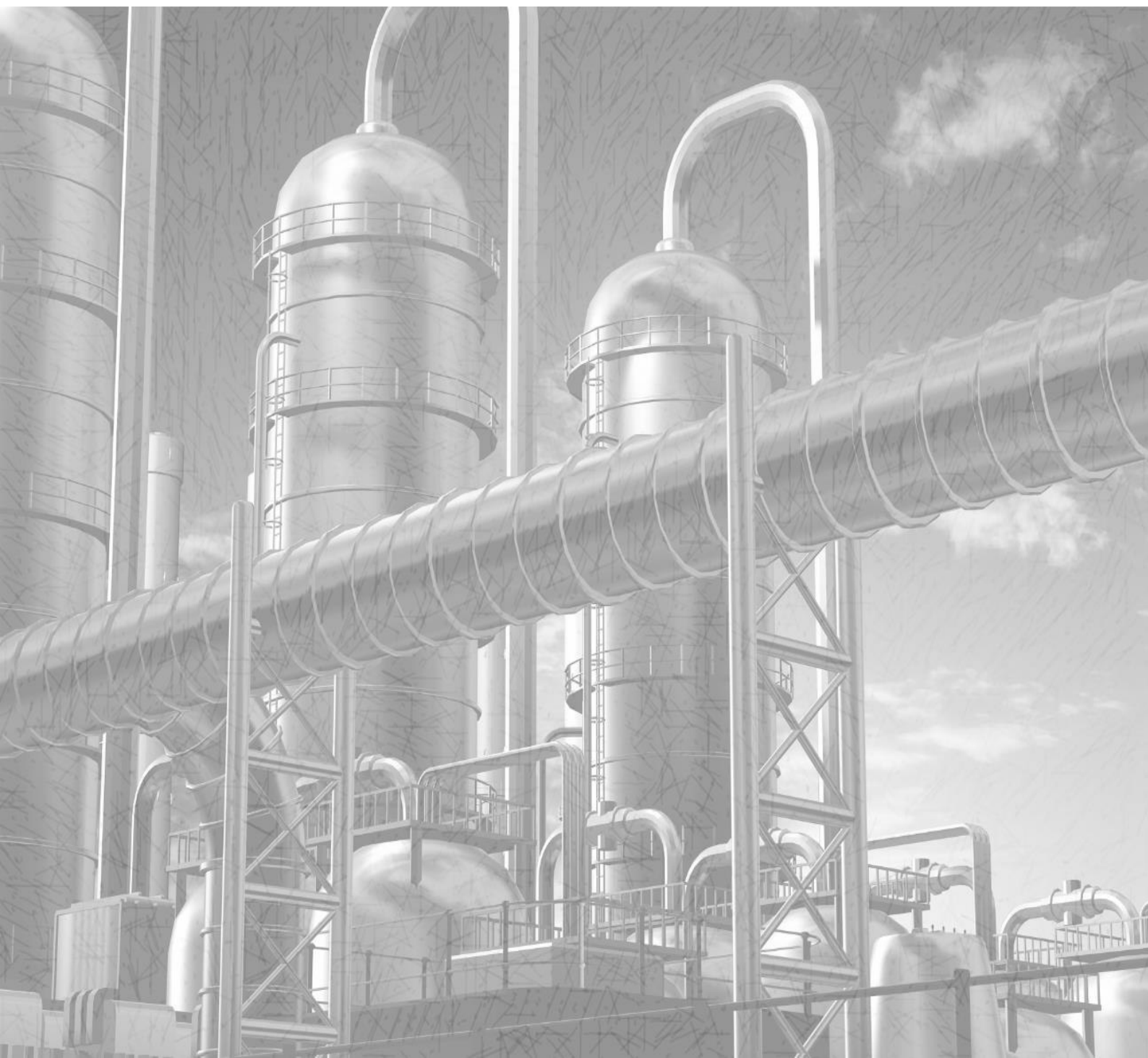
Carles Solà i Ferrando

Titulació:

Grau en Enginyeria Química

5 de Juny de 2015

8. POSADA EN MARXA



ÍNDEX

8.1.	Tasques prèvies a la posada en marxa.....	3
8.2.	Posada en marxa dels serveis.....	5
8.3.	Posada en marxa inicial de la planta	6
8.4.	Aturada de la planta.....	10

8.1. Tasques prèvies a la posada en marxa

En aquest apartat es mostren les diferents tasques prèvies a la posada en marxa de la planta que s'han de tenir en compte. Aquestes tasques es divideixen en diferents blocs:

- **Manteniment**

- Disposició de rebliments i lubricants.
- Procediments d'inspecció d'equips establerts.
- Eines especials i procediments.
- Materials i equips de reposició al magatzem.
- Personal organitzat.

- **Inspeccions**

- Disposició dels equips per accedir i operar.
- Xarxa de canonades i instrumentació d'acord amb els diagrames d'Enginyeria.
- Interior de recipients.
- Rebliment de recipients.

- **Test de pressió, purga i neteja**

- Expansió de canonades i equips.
- Test de buit.
- Test de continuïtat amb aire.
- Bufat de les línies d'instrumentació.
- Neteja de canonades i equips.
- Test de pressió a canonades i equips.

- **Equipament**

- Motors elèctrics.
- Rotació.
- Test sense càrrega.
- Compressors centrífugs.
- Instrumentació i controls comprovats.
- Operacions preliminars de lubricació.

- Equipament de buit.
 - Test de funcionament.
 - Bombes.
 - Calibratge de bombes.
 - Instruments.
 - Bufat amb aire net.
 - Assecat.
 - Calibratge.
- **Laboratori de control de qualitat**
 - Especificacions per a productes, subproductes i matèries primes.
 - Horari de mostreig organitzat.
 - Personal.
 - Equips i material necessaris.
- **Preparacions d'operació**
 - Material de producte acabat disponible (Containers, sacs..)
 - Disponibilitat efectiva d'eines de mà, escales i mànegues.
- **Protecció contra incendis**
 - Disponibilitat d'extintors i elements contra incendis
 - Brigada contra incendis organitzada.
 - Procediment d'actuació en cas d'incendis, fruites o explosions.
 - Procediment d'extinció d'incendis disponible.
- **Seguretat**
 - Material de primers auxilis i assistència mèdica a l'abast.
 - EPI'S i SOCO'S disponible.

8.2. Posada en marxa dels serveis

Per a un correcte funcionament de la planta és imprescindible, en primer lloc, posar en marxa els serveis. Aquests abastiran tota la instal·lació amb electricitat, aigua, nitrogen, gas comprimit, etc. Tots aquests elements són essencials no només per a dur a terme tot el procés de producció sinó per mantenir totes les instal·lacions en marxa.

S'aniran activant els diferents equips que formen la zona de serveis (zona 700) en el següent ordre:

- 1) Torre de transformació: és el primer element que es ficarà en marxa per així poder subministrar tota l'energia elèctrica que necessiti la planta.
- 2) Sistemes contra incendis, d'aigua, i gas: es comprovarà que tot el sistema d'hidrants funciona correctament; s'obriran totes les vàlvules manualment fins que el sistema d'aire estigui disponible a tota la planta. Es comprovarà que no hi hagi cap fuga en les canonades
- 3) Torres de refrigeració: la planta disposa de cinc torres de refrigeració que serveixen per a refredar els fluids refrigerants que entren i surten del procés sempre tenint en compte que aquests equips poden disminuir la temperatura del fluid que els hi entra fins com a molt a uns 25°C aprox.
- 4) En cas que es necessiti refredar el fluid fins a una temperatura inferior a la temperatura ambient es fan servir els chillers, els quals són aparells que funcionen per a mecanismes de compressió i descompressió, és a dir, aparells que requereixen aire comprimit.
- 5) Sistema d'aire comprimit: aquest servei és imprescindible no només pels chillers sinó perquè la gran majoria de les vàlvules que s'utilitzen en la planta són de tipus pneumàtic, així doncs és imprescindible disposar d'aire comprimit per a fer-les funcionar
- 6) Enviar als descalcificadors tota l'aigua que sigui necessària a la planta, de tal manera que aquesta ja pugui ser utilitzada al llarg del procés.
- 7) S'escalfa l'oli tèrmic mitjançant gas natural en les calderes per a ser enviat cap a les zones 200 i 300 on la gran majoria de bescanviadors requereixen aquest fluid tèrmic.

8.3. Posada en marxa inicial de la planta

El fet de haver de realitzar una posada en marxa de la planta pot ser degut a dues causes: la primera, que sigui el primer dia de funcionament de la planta, és a dir, el dia en què la indústria està preparada per a posar-se en funcionament per primer cop i la segona seria després de realitzar una de les dues parades que es fan durant l'any per manteniment i seguretat.

En aquest apartat s'explicarà la posada en marxa en el cas de ser el dia que s'inaugura la planta, per tant, se'ls hi haurà de realitzar proves hidràuliques a tots els equips i per tot el procés per verificar el seu correcte estat. Aquestes proves tenen com a objectiu assegurar que totes les unions de canonades i equips, ja siguin soldadures o brides, funcionin correctament i assegurar-se que no hi ha cap fuga en el circuit. En treballar amb substàncies altament corrosives i tòxiques, és d'alta importància assegurar que no hi hagi cap fuga al llarg del procés, ja que això suposaria un gran problema per a la salut dels treballadors i de la mateixa planta. En un cas normal, per a fer les proves hidràuliques es fa servir aigua, però en aquesta planta es treballa amb àcids anhídrids, els quals si es troben en contacte amb aigua, són altament corrosius. Per tant es farà servir un altre producte, un dissolvent orgànic.

També s'hauran d'ençar totes les bombes per a què funcionin correctament. Aquest procés consisteix en encendre cada una de les bombes i tancar-ne la sortida. Aquest procés és imprescindible per a les bombes centrífugues i donat que la gran majoria de les bombes que hi ha al llarg del procés ho són, és molt important ençar-les a totes.

Per últim, i molt important, hi haurà d'inertitzar tot el procés fent passar nitrogen per tots els equips i canonades. Així s'assegura de què no hi ha cap resta d'aigua ni de cap substància que pugui alterar les diverses reaccions i etapes del procés, ja que com s'ha dit anteriorment, en aquesta planta es treballa amb compostos molt perillosos.

- **Àrea 100: Emmagatzemen matèries primes**

La posada en marxa de l'àrea 100 segueix l'ordre següent:

- 1) Serveis activats: disponibilitat d'aire comprimit per a les vàlvules de control pneumàtiques.

- 2) Les vàlvules automàtiques de descàrrega dels cinc tancs d'emmagatzematge situats en aquesta planta es trobaran tancades (OFF)
- 3) S'ompliran primerament els tres tancs d'àcid fluorhídric de tal manera que el camió cisterna que transporta la matèria prima descarregarà en el primer tanc en el qual estarà activat els sensor de nivell, per tal de que quan l'alçada de líquid dins del tanc arribi al nivell màxim es tanqui la vàlvula d'entrada d'aquell tanc i s'obri la del següent . Aquest procés es repetirà consecutivament fins al tercer tanc.
- 4) Seguidament s'omplirà el tanc del tetraclorur de carboni de la mateixa manera que s'han explicat els tancs d'àcid fluorhídric.

- **Àrea 200a: Primer reactor**

La posada en marxa de l'àrea 200a segueix l'ordre següent:

- 1) Es parteix que el primer reactor (R201) té la vàlvula del corrent de sortida tancada i es troba en unes condicions d'operació de 1 atm i uns 20°C aprox.
- 2) En el reactor (R201) se l'hi introdueix una càrrega del catalitzador SbCl_5 mitjançant la vàlvula situada al corrent d'entrada del tetraclorur de carboni.
- 3) Un cop s'ha realitzat la càrrega del catalitzador, s'introdueix la quantitat necessària d'àcid fluorhídric per a què aquest reaccioni amb el catalitzador i l'activi. Mentre s'estan introduint aquests dos productes la pressió dins del tanc va augmentant, i es pot fer un seguiment mitjançant el sensor de pressió situat a la part superior del reactor. A mida que augmenta la pressió, des del panell de control s'augmenta també el cabal d'oli tèrmic.
- 4) Un cop s'ha activat el catalitzador, s'obren les vàlvules de descàrrega dels tancs TE-101 (àcid fluorhídric) i TE-104 (tetraclorur de carboni) i es bombegen els dos corrents amb les proporcions estequiomètriques requerides i a les condicions d'operació cap al reactor. També es bombeja un tercer corrent format de FREÓ-11 comprat, que simularà la recirculació que arribarà al reactor quan la planta estigui totalment operativa
- 5) Un cop dins del reactor, s'activa l'agitador i es comencen a formar els productes de les reaccions que es duen a terme.
- 6) La pressió va augmentant i per tant el cabal d'oli tèrmic també, fins que a poc a poc el reactor assoleixi les condicions d'operació (10atm i 95°C).

- 7) Un cop assolides aquestes condicions, es tanquen els cabals d'entrada dels reactius i s'esperen unes dues hores donat que és el temps requerit perquè se'ns formin els productes en la quantitat i composició desitjats.
- 8) Passat aquest temps s'extreuen mostres del reactor fins que s'observa que la conversió respecte el CCl_4 és del 50%.
- 9) En aquest punt, la vàlvula del corrent de sortida del reactor s'obre i els productes i els reactius que no han reaccionat a la reacció passen al següent equip, la torre CD301.

- **Àrea 200b: Segon reactor**

La posada en marxa de l'àrea 200b segueix l'ordre següent:

- 1) El segon reactor (R202) és un reactor multitubular. Dins dels tubs, els operaris amb la formació adient, dispositen i fixen el catalitzador, triclorur d'alumini, en una posició exacte a cada tub perquè es dugui a terme la reacció correctament.
- 2) Abans de què arribi cap corrent d'entrada al reactor R202, aquest s'escalfa mitjançant una camisa amb oli tèrmic fins a aconseguir les condicions d'operació desitjades (128°C).
- 3) En el reactor ja preparat com s'indica en els punts anteriors, arriba un corrent de FREÓ-12 que prové de la columna CD302, aquest entra dins del reactor i passa a través reaccionant amb el catalitzador i obtenint com a producte el desitjat FREÓ-13.
- 4) Del segon reactor surt un corrent amb FREÓ-13, FREÓ-12 que no ha reaccionat i CCl_4 que s'ha format. Tot va a parar a la següent columna, la CD303.

- **Zona 300a: columnes destil·lació**

La posada en marxa de l'àrea 300 segueix l'ordre següent:

En totes les columnes de destil·lació la posada en marxa es dur a terme de la mateixa manera, i sempre interessa que el destil·lat surti amb una composició fixada, el més pur possible.

Aquests són els passos a seguir:

- 1) S'obra la vàlvula del corrent procedent de l'equip anterior a la columna en qüestió i va entrant un cabal de fluid (líquid o parcialment líquid, parcialment gas) dins la columna.
- 2) La columna es troba inicialment a reflux total, és a dir, tot el que surt com a destil·lat es condensa i es retorna a la columna per així anar desplaçant l'equilibri.

- 3) A la sortida del condensador hi ha un tanc pulmó on s'acumula el destil·lat i d'allà es van treient mostres fins que s'arriba a la composició requerida de puresa.
- 4) A la sortida del rebuig es troba el calderí que retorna part del rebuig evaporat a la columna i l'altre part és impulsada fins a un tanc pulmó el qual té el corrent de sortida tancat per una vàlvula. També es van prenent mostres de la composició dels productes dins del tanc.
- 5) Un cop el destil·lat té la composició adequada, es passa de reflux total a reflux parcial i el destil·lat que s'obté passa al següent equip.
- 6) Respecte el cabal de rebuig, es buida el tanc pulmó mitjançant la purga i el fluid que s'obté s'envia a tractament. Seguidament es tanca la vàlvula de purga i es deixa que el tanc s'ompli fins a cert nivell, en aquest punt és quan s'obra la vàlvula del corrent de sortida i el fluid passa al següent equip.
- 7) La composició de cada destil·lat que es requereix a cada columna és la següent:
 - CD301: destil·lat 100% HCl
 - CD302: destil·lat 100% FREÓ-12
 - CD303: destil·lat 100% FREÓ-13
 - CD304: destil·lat 99.99% FREÓ-12

- **Zona 400: Acondicionament HCl**

- 1) Gràcies al sistema de control de la columna d'adsorció, la posada en marxa d'aquesta columna no requereix cap actuació en especial.
- 2) La columna disposa d'un control de cabal que mesura el corrent d'àcid clorhídric provinent de la columna CD301, i segons aquest regula el cabal d'aire amb el que es mescla. També hi ha un altre control per aquest corrent de mescla, que mesura el seu cabal i actua sobre el cabal d'aigua que entra en la torre, amb el que s'absorbirà l'àcid clorhídric per a obtenir una concentració del 30% en pes.
- 3) Per aquest motiu alhora de posar en marxa la torre els mateixos controls regulen els cabals d'entrada de tots els efluents a la torre. Per tant a la que entri un cabal d'àcid clorhídric, tot i que no sigui gaire alt, els mateixos llaços de control ja s'encarregaran d'actuar sobre els diferents cabals d'entrada d'aigua i aire.

- **Zona 500: Emmagatzematge productes**

- 1) Les vàlvules de descàrrega dels 6 tancs d'emmagatzematge de productes es trobaran tancades (OFF)

Tancs d'àcid clorhídric:

- 2) El HCl procedent de la columna d'adsorció va parar a través de les canonades al primer tanc d'emmagatzematge, on aquest, que estarà dotat d'un llaç de control de nivell, s'omplirà fins que el sensor detecti que l'alçada del líquid dins del tanc ha arribat al seu nivell màxim.
- 3) En aquest punt, es tancarà la vàlvula d'entrada d'aquest tanc i s'obrirà la del següent.

Tancs de FREÓ-13:

- 4) Aquests tancs són més especials ja que es tracta de tancs criogènics, però tot i així la posada en marxa no difereix de la dels altres tancs d'emmagatzematge.
- 5) Aquests tancs estan recoberts d'un aïllant molt gruixut per a que el FREÓ-13 es mantingui líquid a -90°C en el seu interior.
- 6) El FREÓ-13 que ha estat separat d'altres components en la columna CD303 arriba a una temperatura criogènica dins del tanc, i aquest es va omplint fins que el control de nivell que té incorporat detecta que l'alçada del líquid és superior al punt de consigna i per conseqüència, tanca la vàlvula del corrent d'entrada i s'obre la vàlvula del següent tanc.

8.4. Aturada de la planta

L'aturada de la planta també és un procediment d'alta important que s'ha de fer amb molta cura, perquè tota la instal·lació quedi totalment parada i tots els equips deixin de funcionar de tal manera que cap resulti malmès.

Alhora de dur a terme aquest procediment no només s'han de tenir en compte els equips grans, sinó també cada vàlvula, canonada, bombes, compressors i altres elements que formen la planta.

Es realitzaran dues parades a l'any per a raons de seguretat, al treballar amb productes tan corrosius és imprescindible tenir la certesa que tota la instal·lació està en les condicions òptimes i que no hi ha cap canonada, junta o brida malmesa que pugui provocar un vessament

d'aquestes substàncies. En aquestes parades es revisaran cada un dels equips que treballen durant el procés, des de l'àrea 100 a la 500 ambdues incloses, per a confirmar que tota la zona de producció i magatzems per on passen els reactius i productes estan en les condicions adequades per a seguir treballant, i no s'han produït fuites pels efectes de la corrosió.

També, durant les parades, es realitzarà la neteja de tots els equips i el manteniment, se substituiran les peces que s'hagin de canviar i es regeneraran els catalitzadors.

És molt important fer un estudi previ que permeti anar disminuint l'entrada de reactius al procés de forma progressiva, per a que en el moment de la parada els equips puguin quedar totalment buits sense necessitat de perdre reactius ni productes. El proveïdors dels reactius seran avisats per a que subministrin a la planta les quantitats justes de reactius que siguin necessaris.

L'aturada es durà a terme seguint el següents passos:

- 1) Primer de tot es tanquen les vàlvules de descarrega dels tancs d'emmagatzematge de la zona 100, matèries primes, al mateix temps que es paren les bomba que impulsen cada un dels corrents d'entrada cap al reactor.
- 2) Es comprova el nivell dels tancs d'àcid fluorhídric i en cas que continguin fluid es buiden per el corrent de purga.
- 3) Es fa el mateix amb els tancs de tetraclorur de carboni, en cas que els hi quedi fluid, es descarreguen mitjançant el corrent de purga.
- 4) També es tanquen els corrents de recirculació del tetraclorur de carboni procedent de la darrera columna i de l'àcid fluorhídric més FREÓ-11 provinents de la segona columna. Cada un d'aquests corrents de recirculat disposa d'un tanc pulmó on s'hi pot anar acumulant la poca quantitat que encara s'estigui formant dels productes ja esmentats. Tenint en compte que prèviament s'ha anat reduint l'entrada de productes al procés i per tant la producció ha disminuït
- 5) Un cop es tenen tots els corrents d'entrada al primer reactor (R-201) parats es prossegueix a tancar la vàlvula del corrent de sortida del reactor cap a la columna CD-301, a la vegada també es para la bomba que impulsa aquest mateix corrent.
- 6) Seguidament es para el bescanviador situat a la sortida del reactor, és a dir, es para el corrent d'oli tèrmic.

- 7) Es procedeix a buidar el reactor mitjançant la vàlvula de purga i també la canonada el corrent de sortida.
- 8) També es buida el corrent de refrigerant de la mitja canya del reactor.
- 9) A continuació es tanquen els corrents de sortida del destil·lat i del residu de la primera columna. També es para el condensador i el calderí.
- 10) En el corrent del condensat i en el del residu es troben dos tancs pulmó, un a cada corrent, que seran buidats mitjançant els corrents de purga. També s'obrirà el corrent de purga de la torre per a què aquesta es buidi per complet. Totes les línies del procés hauran de ser buidades.
- 11) Es repetiran els passos 9 o 10 per a l'aturada de la següent columna, CD-302.
- 12) El destil·lat de la columna CD-301 va a parar com a aliment a la columna d'adsorció CA401 que s'encarrega de baixar la concentració de l'àcid. D'aquesta última columna, primer de tot es paren els corrents d'aire i d'aigua que hi entren.
- 13) A la vegada també es tanquen les vàlvules dels dos corrents de sortida, el del producte que surt per cues i el corrent de vapor que surt per caps, el qual està format bàsicament d'aigua amb baix contingut d'àcid clorhídric.
- 14) A continuació es buidaran totes les línies del procés mitjançant les purgues, igual que la mateixa columna d'adsorció.
- 15) En el cas de la columna CD-302, el que surt com a rebuig va a parar com a recirculat al primer reactor (R-201), però abans d'arribar-hi passa per un tanc pulmó. Aquest tindrà la vàlvula de sortida tancada i s'acumularà tot el líquid recirculat, posteriorment es buidarà mitjançant la vàlvula de purga.
- 16) Seguidament en la zona del segon reactor (R-202), es tancarà la vàlvula del corrent de sortida d'aquest i alhora també el cabal de refrigerant que passa a través de la malla del reactor.
- 17) A l'estar format per components en fase gas, s'obrirà la vàlvula d'alleujament per a alliberar el reactor de tots aquests gasos.
- 18) Un cop tota la zona del reactor està parada, es passa a la tercera columna, i d'aquesta a la quarta. Aquestes dues columnes es paren seguint el passos descrits per la columna CD-301 (passos 9 i 10)
- 19) Els corrents de recirculat quedaran acumulats en els seus tancs pulmó i seran buidats mitjançant els corrents de purga.
- 20) Per últim toca encarregar-se de buidar tots els tancs d'emmagatzematge de productes mitjançant camions que vindran a recollir-los. Es comprovaran els nivells dels tancs, i

en el cas que quedi part del líquid en el seu interior, es buidaran els tancs mitjançant els corrents de purga.