

Diseño y construcción de una columna con empaque estructurado catalítico

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO
EN CIENCIAS (INGENIERÍA QUÍMICA)

presenta

I.Q. Juan José Cabello Robles

Asesor:

Dr. Ricardo A. Lobo Oehmichen

Asesor

México D. F., 24 de Octubre de 2007

Universidad Autónoma Metropolitana - Iztapalapa

División de Ciencias Básicas e Ingeniería

Quisiera agradecer al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por la beca de estudios otorgada para la realización de esta tesis y a la Universidad Autónoma Metropolitana



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ACTA DE IDÓNEA COMUNICACIÓN DE RESULTADOS

No. 00039

DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UNA COLUMNA CON EMPAQUE ESTRUCTURADO CATALITICO.

En México, D.F., se presentaron a las 11:00 horas del día 18 del mes de abril del año 2008 en la Unidad Iztapalapa de la Universidad Autónoma Metropolitana, los suscritos miembros del jurado:

- DR. MARIO GONZALO VIZCARRA MENDOZA
- M. EN C. JOSE CARLOS CARDENAS RIVERA
- DR. JESUS OBET MARROQUIN DE LA ROSA
- DR. RICARDO ALBERTO LOBO OEHMICHEN

Bajo la Presidencia del primero y con carácter de Secretario el último, se reunieron a la presentación de la comunicación de Resultados cuya denominación aparece para la obtención del grado de:

MAESTRO EN CIENCIAS (INGENIERIA QUIMICA)

DR. JUAN JOSE CABELLO ROBLES

y de acuerdo con el artículo 78 fracción III del Reglamento de Estudios Superiores de la Universidad Autónoma Metropolitana, los miembros del jurado resolvieron:

Aprobar

Acto continuo, el presidente del jurado comunicó al interesado el resultado de la evaluación y, en caso aprobatorio, le fue tomada la protesta.



Juan José Cabello R.
JUAN JOSE CABELLO ROBLES
FIRMA DEL ALUMNO

REVISÓ

[Signature]
LIC. JULIO CESAR DE LARA ISASSI
DIRECTOR DE SISTEMAS ESCOLARES

DIRECTORA DE LA DIVISIÓN DE CBI

[Signature]

DRA. VERONICA MEDINA BAÑUELOS

PRESIDENTE

[Signature]

DR. MARIO GONZALO VIZCARRA MENDOZA

VOCAL

[Signature]

M. EN C. JOSE CARLOS CARDENAS RIVERA

VOCAL

[Signature]

DR. JESUS OBET MARROQUIN DE LA ROSA

SECRETARIO

[Signature]

DR. RICARDO ALBERTO LOBO OEHMICHEN

Resumen

En este trabajo se presenta el diseño y la construcción de una columna de destilación para determinar los parámetros hidrodinámicos de las fases gas y líquido en contracorriente, y la eficiencia de separación como características impuestas por la configuración interna de un empaque estructurado catalítico que se usa en columnas de destilación reactiva heterogénea. Las variables de diseño de la columna empacada son: (a) la máxima capacidad de carga en el punto de inundación a la velocidad de gas de $u_{v,I} = 0.345$ m/s, y (b) la altura equivalente por plato teórico con valor de HETP = 0.33 m para un sistema binario de ciclohexano/n-octano, como mezcla modelo, con volatilidad relativa de $\alpha = 1.556$. Las dimensiones de la columna son de 50 mm de diámetro interno y una altura de 1.6 m. El soporte para empacar la columna se diseñó y construyó en este trabajo de tesis, se obtuvieron arreglos modulares que conforman una estructura interna que permite alta flexibilidad con respecto a la carga del catalizador dentro de la columna y hace posible que la reacción y separación ocurran en forma simultánea con una mínima caída de presión a lo largo del lecho. El empaque alterna bolsas llenas con partículas esféricas como sección de reacción y láminas corrugadas como sección de separación. La configuración del empaque puede ser ajustada en función de las necesidades de un sistema químico en particular.

Indice

Resumen	iv
CAPITULO 1. Introducción	1
1.1 Destilación catalítica	3
CAPITULO 2. Sistemas experimentales para estudios hidrodinámicos y de eficiencia de separación en columnas de destilación catalítica	9
CAPITULO 3. Descripción de la geometría de empaques estructurados catalíticos	13
3.1 Empaques estructurados catalíticos	13
3.2 Bolsas llenas con partículas catalíticas	20
3.3 Láminas corrugadas	22
3.4 Elemento de empaque estructurado catalítico	26
CAPITULO 4. Justificación y objetivos	30
CAPITULO 5. Resultados y discusión	32
5.1 A Bases y criterios de diseño de la columna empacada	32
5.1 B Diseño y construcción de la columna empacada	42
5.2 Diseño y construcción del empaque estructurado catalítico	60
5.3 Trabajo a futuro	69
CONCLUSIONES	71
NOMENCLATURA	72
REFERENCIAS	75
APENDICE	80

CAPITULO 1

Introducción

La competencia y la internacionalización empujan a fabricar de forma más eficiente y flexible y a reducir los tiempos de puesta en el mercado de nuevos productos. Una alternativa es la intensificación de procesos donde se reemplaza procesos grandes, caros e intensivos en energía, por procesos de tamaños substancialmente más pequeños, más eficaces, menos costosos y amigables con el medio ambiente. Se puede mencionar una serie de tecnologías incipientes, pero en claro desarrollo en la industria de procesos, en los cuales previsiblemente se apoyarán las exigencias antes mencionadas. Desde el punto de vista de los procesos de fabricación, buena parte del desarrollo futuro se centrará en nuevas tecnologías, nuevos catalizadores, bioprocesos, membranas para separación de productos, microreactores, etc., que sin duda alterarán la forma de fabricación de muchos compuestos químicos. La combinación, integración, flexibilidad y optimización de los procesos llevara a nuevos diseños donde las unidades estarán muy interconectadas con múltiples caminos de alimentación de masa y energía. El resultado de todo ello es que los procesos involucrados dejan de ser independientes y se vuelven acoplados, creando dinámicas más complejas que en procesos individuales.

La destilación reactiva heterogénea (DRH) es una tecnología donde se integran la reacción y la separación dentro de un solo dispositivo, para intensificar un proceso químico. Para ajustar las necesidades del proceso de DRH se requieren arreglos modulares de empaques estructurados que permitan alta flexibilidad con respecto a la carga del catalizador dentro de la columna. La aplicación exitosa de esta tecnología requiere de contar con una visión lo mas precisa posible de la hidrodinámica y la eficiencia de transferencia de masa como características impuestas por la configuración interna del empaque. Los parámetros hidrodinámicos; régimen de flujo, caída de presión y el volumen de retención de líquido son importantes en el diseño y afectan en la demanda energética del proceso, el tamaño y dimensiones de la columna de DRH, por ello es recomendable su determinación experimental.

El propósito de este trabajo es diseñar y construir en las instalaciones de la UAM-I una unidad experimental a escala laboratorio que permitirá obtener en un futuro pruebas experimentales de hidrodinámica y de eficiencia de separación, operando en contracorriente las fases gas y líquido. Sin embargo, el estudio solo muestra el diseño de un proceso que no considera la reacción y los efectos de la transferencia de calor. En este mismo proyecto se diseña un soporte para empacar la columna y se basa en el concepto de empaques estructurados convencionales usados en procesos de destilación, y en el concepto de reactores de tres niveles de porosidad, donde las partículas catalíticas son empacadas en canastas de malla de alambre. Esto lleva a un único diseño y construcción de un contactor de tres fases gas-líquido-sólido para sistemas de destilación reactiva heterogénea, flexible a diferentes configuraciones de secciones de reacción y de separación. En el argot de la DRH se denominan empaques estructurados catalíticos, y esto es independiente si las partículas dentro de las secciones reactivas contienen material activo (resinas de intercambio iónico Amberlyst 15) o solo partículas esféricas de vidrio (Ellenberger y col., 1999). Por ello, el soporte que se diseña en el presente trabajo se denota como empaque estructurado catalítico y es construido con secciones de reacción, aunque no catalíticas, consisten de bolsas verticales llenas con partículas esféricas de vidrio que emulan en forma y dimensiones a las del catalizador heterogéneo, y las secciones de destilación son ajustadas con láminas corrugadas con un cierto tamaño y tipo de superficie. Se espera que los resultados de este proyecto contribuyan en la parte de un proyecto global de destilación reactiva.

A continuación se expone la revisión de la literatura de una clase de columna multifuncional, basada en el método de separación reactiva, donde se integran dos o más unidades de operación dentro de un solo dispositivo, en la tecnología denominada destilación catalítica. Esto con el objeto de describir los principales problemas que se presentan en columnas con operación a contracorriente de las fases gas y líquido usando empaques estructurados catalíticos.

1.1 Destilación catalítica

La destilación reactiva (DR) es una tecnología para intensificar un proceso que en años recientes ha crecido en importancia al demostrarse y operarse en nuevas aplicaciones de procesos químicos. En esta técnica, el catalizador se localiza en una zona determinada dentro de una columna de destilación, de tal manera que la reacción y separación ocurran simultáneamente. En consecuencia, el diseño apropiado del equipo debe hacerse considerando la velocidad de reacción y la volatilidad relativa del sistema (Subawalla y col., 1999).

Las ventajas que ofrece el proceso de destilación reactiva han causado un crecimiento significativo de su uso. El primer proceso comercializado en los años 80's es el del MTBE (Metil TerButil Eter) desarrollado por CD Tech. Inc.(Houston) y el proceso Eastman para la producción de Acetato de Metilo. Recientemente, Neste Oy (Finlandia) ha comercializado un proceso para la producción de Ter Amil Metil Eter (TAME) usando la destilación reactiva heterogénea (DRH). Esta técnica ha permitido elevar la producción del éter en un 60% comparado con los procesos que utilizan la fracción C₅ solamente, y ha permitido lograr conversiones superiores al 90% para el TAME. Se ha registrado en el Engineering Index, un total de 562 publicaciones para el periodo 1970-1999 y un total de 571 patentes para el periodo de 1971-2000 (Safinski, 2005).

Las industrias que han sustituido sus procesos convencionales por procesos de destilación reactiva homogénea y heterogénea han logrado mejoras dentro de las que se destacan:

- Reducción en costos de inversión de entre un 30-40%.
- Los requerimientos en columnas de destilación han logrado reducirse en algunos casos de 8 a 1.

La ventaja más importante de la destilación reactiva es un aumento en la conversión. Sin embargo, además de los beneficios generales del proceso, la intensificación del proceso de destilación reactiva heterogénea (DRH) tiene beneficios adicionales como:

- Mejor selectividad del producto.
- Disminución en la formación de puntos calientes en la zona reactiva.
- Mayor tiempo de vida del catalizador heterogéneo.
- Eliminación eficiente de productos secundarios que inhiben la reacción.

Como resultado de una alta selectividad de la reacción en columnas de DRH existe una reducción significativa de compuestos secundarios o contaminantes. La seguridad de la planta se incrementa, debido a que el disparo de reacciones secundarias se reduce significativamente. Algunos procesos, como la hidrogenación, pueden operarse a más bajas presiones debido a que la transferencia de masa en la columna de DRH es mas eficiente que en un reactor convencional. Con la tecnología de DRH el calor de reacción exotérmico se usa directamente para el proceso de vaporización; este efecto aumenta la vida del catalizador debido a la disminución de puntos calientes que se generan en la superficie del catalizador. Con frecuencia el proceso de DRH se denomina destilación catalítica (DC), esto para diferenciar entre el proceso homogéneo y heterogéneo (Subawalla y col., 1999).

Actualmente, la tecnología de destilación catalítica se ha extendido ampliamente para una gran variedad de aplicaciones, que incluyen la desulfuración de gasolinas, dimerización, hidrogenaciones, y varias otras reacciones, como se muestra en la Figura 1.1. Algunas de estas aplicaciones usan soportes estructurados que se empacan con partículas catalíticas, como el elemento clave dentro de la columna (Caetano y col., 2004).

Destilación Catalítica

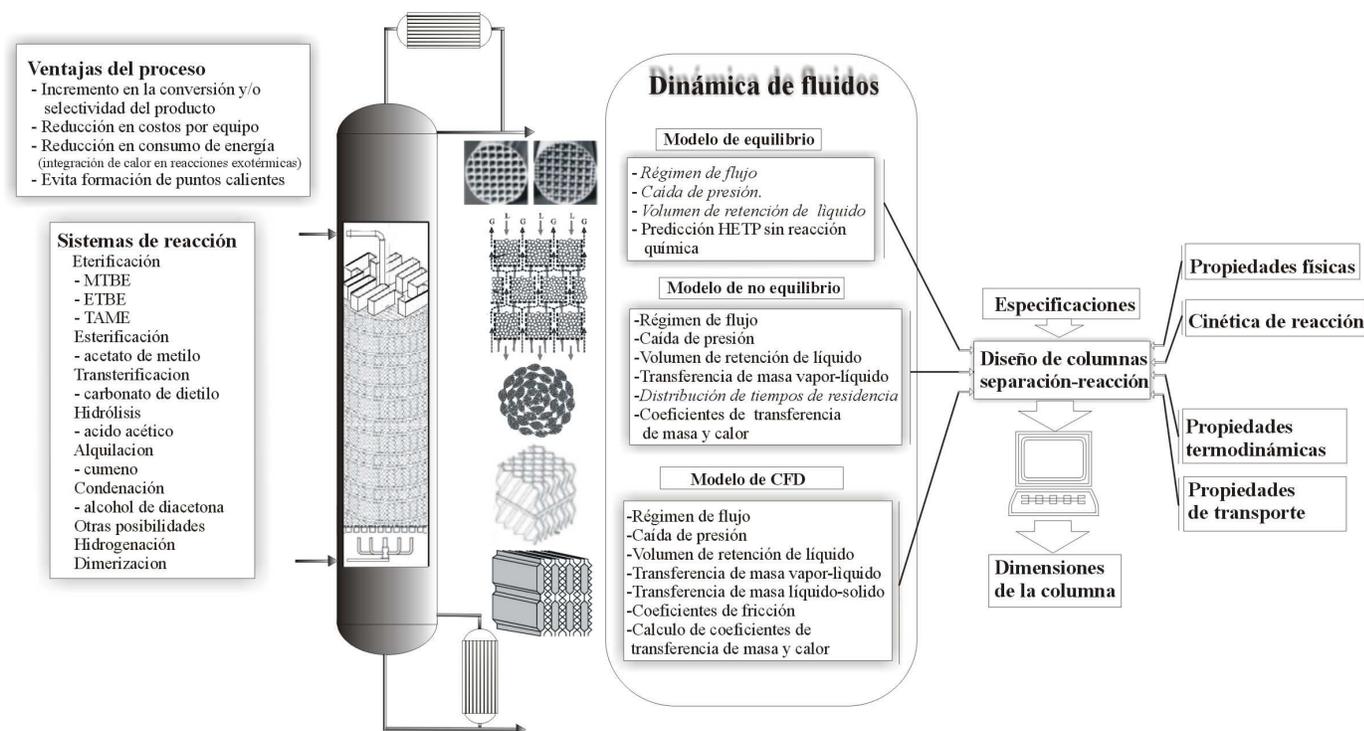


Figura 1.1. Esquema de diseño para un proceso de destilación catalítica (Noeres y col., 2003; Beherens, 2006).

Los principales problemas que enfrenta en la actualidad la tecnología de destilación catalítica es el complejo modelamiento matemático, la búsqueda de *soportes internos* que optimicen la reacción-separación, y el diseño (Figura 1.1) y escalamiento propio del proceso. Para ello, se debe considerar no sólo la hidrodinámica y la eficiencia de separación como en las columnas convencionales de destilación, sino también condiciones que permitan velocidades de reacción significativas y altas selectividades. Además, el control del proceso de DC es difícil, por la presencia de múltiples estados estacionarios, ya que la intensificación de la unidad reduce los grados de libertad y puede ser difícil mantener el rendimiento y pureza debido a las restricciones del control (Safinski, 2005).

El uso de catalizadores heterogéneos en la columna de destilación catalítica conduce a un extenso mejoramiento del proceso pero también a una gran complejidad debido a la existencia de una tercera fase (Kolodziej y col., 2004b). Estas columnas requieren combinar una gran área de contacto con una cantidad significativa de catalizador y/o tiempo de residencia para obtener una velocidad de reacción efectiva. El comportamiento de los flujos a contracorriente gas y líquido es fundamental en reactores multifásicos, lo cual influye fuertemente en la operación del reactor. El retromezclado de ambas fases puede afectar apreciablemente las velocidades de reacción y la selectividad de los productos, así como la transferencia de masa. Los parámetros importantes que se deben evaluar experimentalmente son: el régimen de flujo, la caída de presión, el volumen de retención del líquido, la área interfacial y la determinación de la eficiencia de separación (HETP).

A pesar de los amplios beneficios que se obtienen en esta integración de tecnología, la implementación a nivel industrial es aún limitada por la naturaleza del proceso gas-líquido a contracorriente, que reduce los rangos de operación debidos al fenómeno de inundación. Por esta razón, el equipo que se usa en la tecnología de DC consiste principalmente de empaques internos que contienen el catalizador y permiten que la reacción y la transferencia de masa ocurran de forma simultánea y que las fases tengan alta capacidad de carga con mínima transferencia de momentum, por lo que se alcanzan mayores límites de inundación. El diseño de platos y empaques internos para DC es geoméricamente diferente de los usados en procesos convencionales. Los nuevos diseños procuran maximizar la eficiencia de la reacción y proporcionar un íntimo contacto entre el vapor y el líquido, y entre el sólido y el líquido, minimizando la caída de presión a través del lecho catalítico.

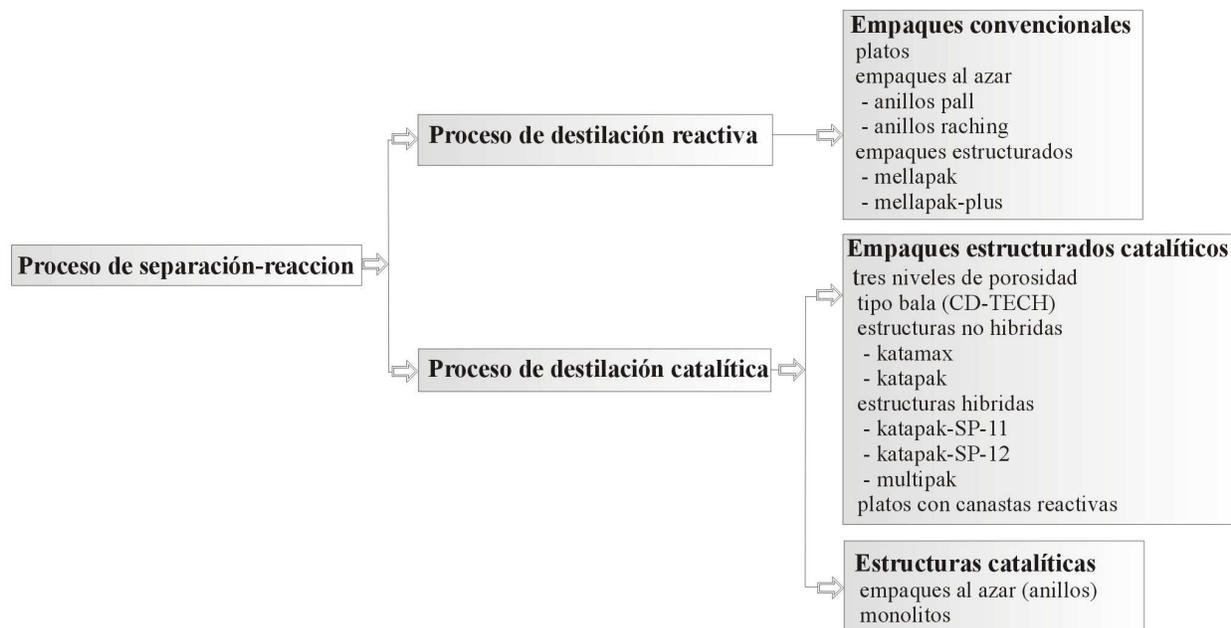


Figura 1.2. Tipos de dispositivos internos para el proceso de separación-reacción (Noeres y col., 2003).

Se han propuesto una diversidad de morfologías para empaques internos dentro de columnas de DC, como los descritos en la Figura 1.2. Entre las que tienen las diferentes morfologías, hay varias que se han evaluado como promisorias tales como las estructuras tipo monolito, tres niveles de porosidad, tipo bala, Katapak-S®, Katamax®, Katapak-SP® y Multipak® que son eficientes y permiten el diseño de una columna con menores dimensiones (Sulzer Chemtech y Koch fabrican las estructuras de tipo híbrido para procesos de eterificación y esterificación, con alta eficiencia de separación y de reacción). *La geometría de estos empaques es un aspecto crítico para la operación de columnas de DC, ya que de ella depende que se evite la canalización del líquido, que exista un buen contacto gas-líquido en la zona reactiva y en la de separación, aumentando la eficiencia de reacción, de transferencia de masa, además de modificar los límites de inundación.*

El trabajo en esta tesis se dirige al diseño y construcción de una columna de destilación y de un soporte interno para empacarla, de escala laboratorio. La idea del diseño es determinar en un trabajo a futuro los principales parámetros hidrodinámicos y de eficiencia de separación de las fases fluidas a contracorriente, para sistemas acuosos y orgánicos a condiciones ambiente y de destilación.

En el Capítulo 2 se describen las principales características de funcionamiento, acerca de la operación, que tienen los sistemas experimentales para determinar la hidrodinámica y la eficiencia de separación en empaques internos. En el Capítulo 3 se presentan las configuraciones geométricas de los diferentes empaques internos que existen en el mercado para procesos de destilación reactiva heterogénea. En el Capítulo 4 se plantean los objetivos de la presente investigación. En el Capítulo 5 se reportan las bases de diseño y los resultados de diseño de la columna experimental y del empaque estructurado catalítico, así como los dibujos técnicos y los detalles de construcción. Finalmente, en las Conclusiones se resume la aportación del presente trabajo.

CAPITULO 2

Sistemas experimentales para estudios hidrodinámicos y de eficiencia de separación en columnas de destilación catalítica

La hidrodinámica y la eficiencia de separación en columnas de DC son específicas para cada empaque interno. Por tal razón, lo recomendable es determinar experimentalmente los principales parámetros físicos que dependen del comportamiento de los flujos, la forma geométrica del empaque y de las propiedades físicas de las fases fluidas. Estas características son necesarias para conocer y describir estos sistemas. Existen varios parámetros que permiten caracterizar la hidrodinámica de estas columnas: comportamiento de los flujos, régimen de flujo, caída de presión gas-líquido, volumen de retención de las fases gas y líquido, y la eficiencia de mojado del catalizador. Si bien existen correlaciones que permiten estimar algunos de estos parámetros hidrodinámicos, su aplicabilidad para condiciones de reacción de alta temperatura y presión presenta una alta incertidumbre. Si bien idealmente sería deseable caracterizar experimentalmente la hidrodinámica bajo condiciones reales de operación del sistema químico, esto pudiera no ser viable por diversas circunstancias. La alternativa en estos últimos casos es realizar la caracterización en un sistema a temperatura ambiente y presión atmosférica usando compuestos cuyas propiedades sean semejantes a las del sistema de interés a condiciones industriales (Van Hasselt y col, 1997; Lebens y col., 1999b).

Existen pocos modelos reportados en la literatura (Ellenberger y col., 1999; Kolodziej y col., 2004a; Kolodziej y col., 2001; Hoffmann y col., 2004; Behrens y col., 2006b; Noeres y col., 2002) para determinar la caída de presión gas-líquido y el volumen de retención del líquido para empaques estructurados catalíticos. Actualmente sólo se tiene una estimación de las características hidrodinámicas (aire-agua) y eficiencia de separación para sistemas específicos.

En estudios realizados por Hoffmann y col., (2004), se llevaron a cabo experimentos a condiciones de destilación para un sistema de prueba de clorobenceno/etilbenceno, con el objeto de determinar la eficiencia de separación. Estos autores equiparon una columna convencional de

destilación con empaque estructurado catalítico tipo Multipak y la operaron a reflujo total. Las dimensiones corresponden a la columna a nivel planta piloto que se usa para la reacción de síntesis de acetato de metilo vía DC con diámetro interno de 50 mm y una altura efectiva de empaque de 4 m seccionada con 2 m de zona reactiva (Multipak) y 2 m de zona no reactiva con empaque estructurado tipo Sulzer BX. Los parámetros hidrodinámicos se obtienen en columnas de acrílico empacada con soporte tipo Multipak, operadas a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica en un sistema aire-agua. Ambos esquemas son representados en las siguientes Figuras 2.1 y 2.2.

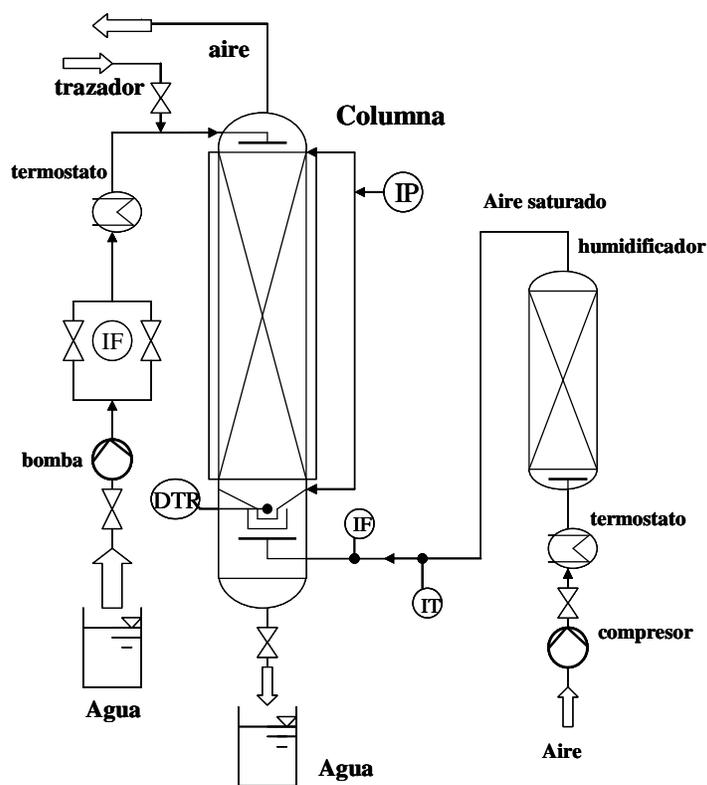


Figura 2.1. Esquema de una columna empacada con empaque estructurado catalítico operada a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, para la obtención de parámetros hidrodinámicos (Hoffmann y col., 2004). (IP) indicador de presión, (IT) indicador de temperatura, (IF) indicador de flujo, (DTR) distribución de tiempos de residencia.

La Figura 2.1 representa de manera esquemática una columna experimental en acrílico para determinar los regímenes de flujo, la caída de presión, los volúmenes de retención de líquido y la distribución de tiempos de residencia para sistemas a contracorriente agua-aire. La columna cuenta con un sistema de bombeo, controladores de flujo másico para la fase gas, rotámetros para la fase líquida, un mecanismo para recolectar el líquido drenado y obtener el volumen de retención, un mecanismo para detectar por conductividad eléctrica el pulso de trazador inyectado; esto para determinar la curva de distribución de tiempos de residencia, un transductor de presión diferencial que mide la caída de presión gas y gas-líquido a lo largo del lecho catalítico. Los datos de la presión y la conductividad eléctrica son monitoreados continuamente a través de una PC.

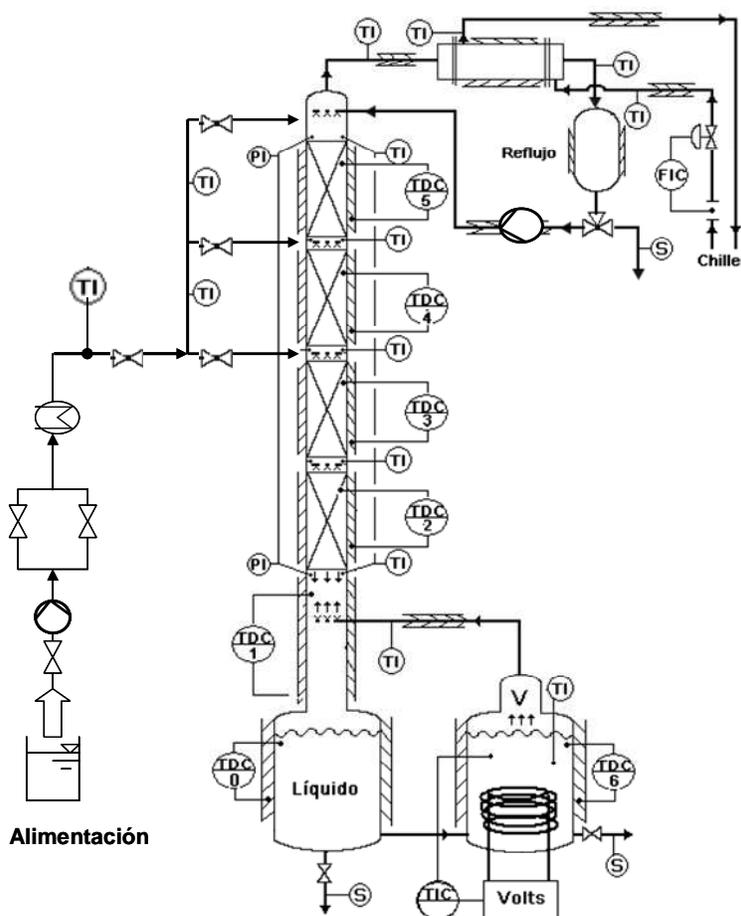


Figura 2.2 Esquema representativo de una columna de destilación empacada con soporte estructurado catalítico para estudios de eficiencia de separación de mezclas modelo (Hoffmann y col., 2004). (TDC) control diferencial de temperatura, (TIC) control indicador de temperatura, (FIC) control indicador de flujo.

En la Figura 2.2 se representa un sistema experimental para determinar la eficiencia de separación de empaques estructurados catalíticos, para lo cual la columna se opera como una columna de destilación a reflujo total. La columna cuenta con: (a) un hervidor, donde el nivel de líquido se controla por un sistema de presión diferencial; de esta forma no se tienen perturbaciones por las burbujas generadas por la ebullición; (b) un sistema de reflujo externo a la columna, donde el líquido condensado pasa a través de una bomba especial para líquidos inflamables y posteriormente a un medidor de flujo masico de tipo coriolis, para su recirculación dentro de la columna. El equipo está totalmente enchaquetado para evitar pérdidas de calor y poder determinar con menor incertidumbre el parámetro de eficiencia de separación. El material de la columna es vidrio y las partes auxiliares son de acero inoxidable

Considerando el funcionamiento de los sistemas experimentales en las Figuras 2.1 y 2.2 se puede construir una unidad experimental a escala laboratorio con el objeto de determinar la hidrodinámica a condiciones de ebullición de las fases fluidas gas y líquido. En el siguiente capítulo se describen las bases teóricas para desarrollar un soporte estructurado catalítico para empacar columnas de DC.

CAPITULO 3

Descripción de la geometría de empaques estructurados catalíticos

La finalidad de este capítulo es exponer los antecedentes más relevantes en el desarrollo de empaques estructurados catalíticos para la tecnología de DC, particular énfasis en las características geométricas y mecánicas de cada empaque. Con esta base será posible discutir otros aspectos como la capacidad de carga, la densidad de catalizador por volumen de reactor y la transferencia de masa vapor-líquido y líquido-sólido. Para con ello, construir un soporte estructurado catalítico y determinar en un trabajo a futuro sus características hidráulicas en una columna experimental que se construirá en este mismo proyecto.

3.1 Empaques estructurados catalíticos

El interés general en la industria de procesos para integrar la separación y reacción exige el desarrollo de una nueva generación de soportes para los contactos gas-líquido y líquido-sólido, que faciliten el funcionamiento de esta operación en un solo dispositivo. De acuerdo a Lebens y col., (1999a), una columna de destilación catalítica debe tener un empaque en el cual se alcancen capacidades de líquido por arriba de $50 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ y capacidades de gas con un factor de fricción cerca de $2.5 \text{ Pa}^{0.5}$. Considerando algunas aplicaciones industriales, estas capacidades pueden estar sobre especificadas.

Van Hasselt y col., (1999) desarrollaron un modelo con el fin de comparar la operación de un reactor convencional de lecho escurrido en cocorriente con dos nuevos reactores de tres fases en contracorriente gas-líquido; un reactor con tres niveles de porosidad y un reactor con estructuras catalíticas tipo monolito, tomando como caso base la hidrodesulfuración (HDS) de gasolina. Estos autores obtuvieron mayores conversiones en los reactores con operación a contracorriente, debido a la eliminación eficiente de los subproductos que inhiben la reacción química de desulfuración. La operación en reactores con empaques al azar en operación a contracorriente es

prácticamente imposible, debido al fenómeno de inundación que ocurre a velocidades superficiales por debajo de las condiciones de operación industrial para la HDS. La tecnología desarrollada por ABB Lumus, ha mostrado que en flujos a contracorriente se puede incrementar el grado de conversión en la hidrogenación de compuestos aromáticos. Basados únicamente en la cinética y consideraciones termodinámicas, el flujo en contracorriente da como resultado un óptimo en la presión parcial de hidrogeno y en el perfil de temperaturas dentro de la columna. Los requerimientos para el flujo escurrido en contracorriente imponen condiciones extras al empaque. Si se usan formas de monolitos como catalizador, o bien arreglos geométricos del empaque estructurado catalítico, es posible crear diferentes caminos preferenciales para el gas y el líquido, reducir la transferencia de momentum entre ambas fases y, en consecuencia, alcanzar una alta capacidad de carga. La Figura 3.1.1 muestra el concepto de tres niveles de porosidad, donde el catalizador es depositado en canastas de malla, este principio teórico es la base del desarrollo de nuevas configuraciones de empaques internos usados en procesos a contracorriente de las fases fluidas gas y líquido para procesos de DC.

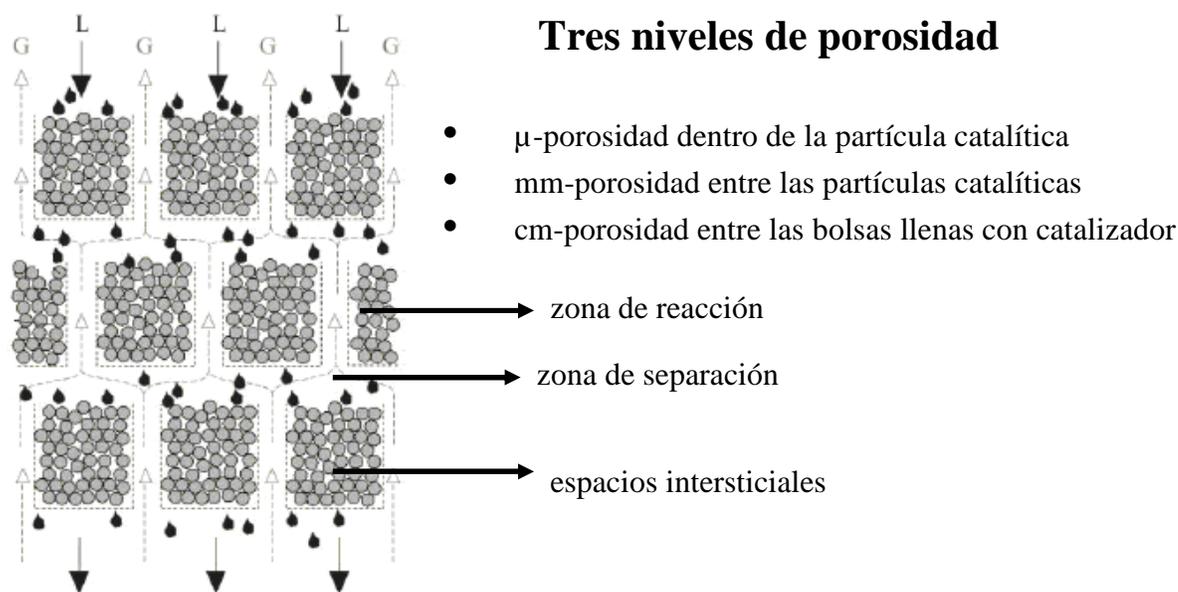


Figura 3.1.1. Empaque de tres niveles de porosidad para reactores trifásicos con operación a contracorriente de las fases gas y líquido (van Hasselt y col., 1999).

Lebens y col., (1999a) mostraron la factibilidad de utilizar monolitos como empaques internos en reactores multifuncionales, evaluando los parámetros más importantes para un diseño de columnas de DC. La comparación se hizo con empaques tipo bala y Katapak-S, obteniendo mayor caída de presión por longitud de lecho para el caso de los monolitos, en comparación con el tipo bala y Katapak-S, donde la caída de presión fue un orden de magnitud menor. Estos mismos autores evaluaron experimentalmente un nuevo tipo de monolito con aletas internas especialmente diseñado para operaciones a contracorriente, como se muestra en la Figura 3.1.2. Esta estructura, basada en un monolito de cerámica convencional que tiene aletas longitudinales incorporadas en las paredes de los canales, puede proporcionar una alta área superficial con una alta carga de catalizador y una mayor velocidad de transferencia de masa y de reacción.

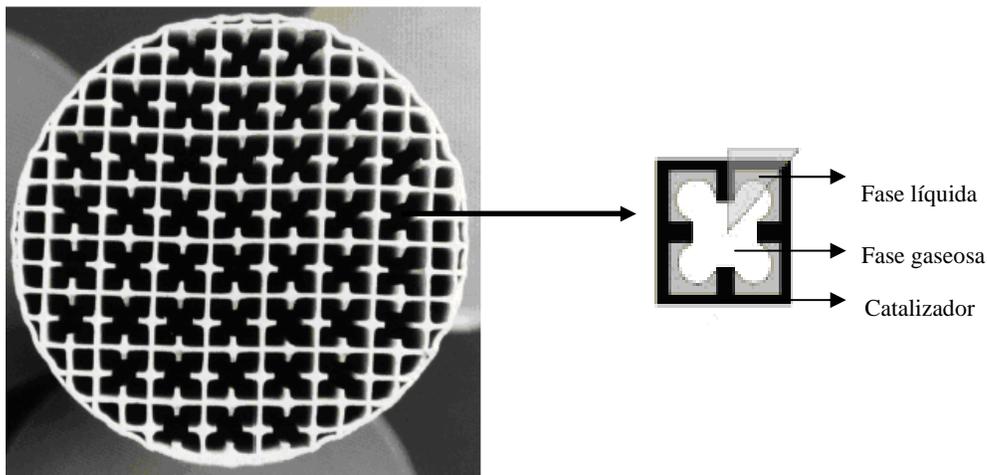


Figura 3.1.2 Estructura de tipo monolito con aletas internas para reactores trifásicos con operación a contracorriente de las fases gas y líquido (Lebens y col., 1999b).

Lebens y col., (1999b) y van Hasselt y col., (1999), a partir de experimentos realizados cerca del límite de inundación, concluyeron que la operación a contracorriente es posible a velocidades de flujo a nivel industrial y que las limitaciones por inundación se originan principalmente por efectos de entrada y salida de líquido de cada elemento de empaque tipo monolito, y solo ligeramente determinadas por las interacciones en la interfase gas-líquido.

En el empaque bala (Figura 3.1.3) el catalizador está contenido en bolsas de tela de fibra de vidrio, formando un cinturón que se ajusta con una malla de alambre de acero inoxidable (Subawalla y col., 1997). La malla proporciona la fuerza estructural y los espacios vacíos permiten el flujo a contracorriente de las fases gas y líquido, en tanto que la tela de fibra de vidrio proporciona el área de superficie geométrica. Los cinturones se enrollan con capas alternas de malla para formar las balas cilíndricas. Se han construido balas comerciales con diámetros de 20-35 cm y una altura de 50 cm. Las balas se empaican dentro de una sección apropiada de la columna para favorecer la reacción. Las principales propiedades hidráulicas del empaque bala pueden ajustarse dependiendo de: (a) la cantidad de tela de fibra de vidrio usada por unidad de volumen de la columna, la cual fija el área superficial del empaque; (b) la cantidad de catalizador, que determina la fracción volumen del catalizador en la columna (Caetano y col., 2004). Los empaques estructurados catalíticos tipo bala se aplican actualmente a nivel industrial en columnas de destilación catalítica (Ojeda y col., 2004), a diferencia de los empaques tipo Katapak-SP y Multipak, cuyo uso se reporta principalmente a escala planta piloto (Safinski, 2005).

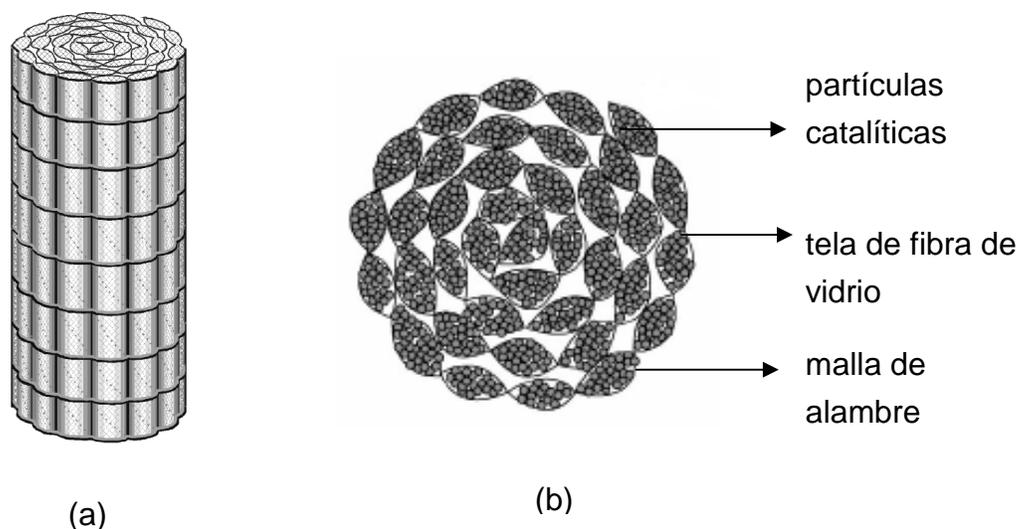


Figura 3.1.3 Catalizador envuelto con tela de fibra de vidrio en forma de balas, (a) vista frontal, (b) vista superior (Subawalla y col., 1999).

En otro tipo de empaques, el catalizador se encuentra prensado entre láminas corrugadas de malla de alambre, y se denominan comercialmente como Katamax® y Katapak-S®; el primero es fabricado por Koch-Glitsch y el segundo por Sulzer Chemtech. Un esquema de estos empaques se muestra en la Figura 3.1.4 y combinan las ventajas de los soportes catalíticos y de los empaques estructurados de láminas corrugadas, empleados en procesos de destilación convencional (Moritz y col., 1999 y Gotze y col., 2001). Al combinar estas ventajas, el empaque proporciona canales empacados con partículas catalíticas y canales abiertos, ambos con un ángulo de inclinación y un diámetro hidráulico definido. El gas fluye por los canales abiertos, mientras que la fase líquida escurre a través de los canales empacados. Este arreglo mejora la velocidad de reacción, la velocidad de transferencia de masa y los límites de inundación para tamaños de partícula de 0.8-1.2 mm (Ellenberger y col., 1999). En DC estas estructuras muestran una caída de presión que es 3 órdenes de magnitud menor que en reactores de lecho fijo (Ellenberger y col., 1999).

La estructura Katapak-S® muestra ventajas sobre otros tipos de empaques estructurados catalíticos porque casi no hay posibilidad de canalamiento en la configuración del empaque; el catalizador está envuelto en láminas de malla de alambre y cada elemento ésta sobrepuesto uno con el otro en un ángulo de 90°, como lo muestra la Figura 3.1.4. Este arreglo provoca que el líquido dentro de los canales empacados cambie de dirección frecuentemente, asegurando la contribución por distribución radial de las fases gas y líquido. Los estudios de dinámica de fluidos computacional confirman que la distribución radial es significativamente más alta que en un reactor de lecho escurrido a las mismas condiciones de operación (Moritz y col., 1999). Esta ventaja asegura el uso eficiente del catalizador y, en el caso donde los efectos de calor juegan un papel importante, puede evitar la formación de puntos calientes y el disparo del sistema dentro de la columna de destilación catalítica. Por consiguiente, se asegura una distribución uniforme del líquido sobre la fase sólida y un eficiente uso del catalizador, el buen mezclado modifica los perfiles de temperatura que se generan debido a los efectos de calor en una reacción exotérmica. Los empaques Katapak-S muestran una caída de presión a lo largo del lecho 2 órdenes de magnitud menor que la observada en un empaque tipo monolito.

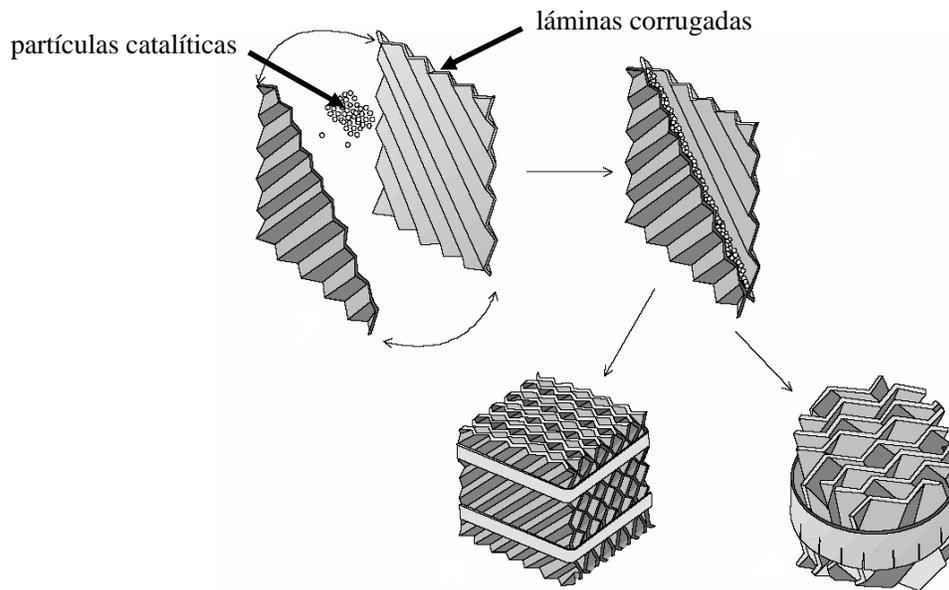


Figura 3.1.4. Estructura catalítica tipo “sándwich” Katapak-S para empacar columnas de DC (Taylor y Krishna, 2000).

La última generación de empaques se desarrollaron en forma híbrida y se denominan empaques estructurados catalíticos modulares, tales como el Multipak® y Katapak-SP® (Noeres y col., 2003). Estas estructuras combinan bolsas verticales llenas de partículas catalíticas (fabricadas con malla de alambre) con láminas corrugadas que se usan en procesos de destilación (Figura 3.1.6). Las láminas corrugadas pueden ser perforadas o texturizadas con el objetivo de mejorar las propiedades de distribución de líquido y alcanzan mayor capacidad de carga de las fases gas y líquido (Kister, 1992) y son fabricados por Sulzer Chemtech y Koch-Glitsch.

Los empaques estructurados tipo Katapak-SP cubren un amplio rango de operación y combinan de manera flexible el tamaño de las zonas de reacción y separación. Los empaques con estas características son el Katapak-SP-11 y Katapak-SP-12, donde SP, se refiere a la función de separación. La diferencia entre los dos tipos son el número de láminas corrugadas que se alternan entre las bolsas llenas con partículas catalíticas, dependiendo del sistema reactivo y la eficiencia de separación que se requiera del proceso. Estos empaques se muestran en las Figura 3.1.5 y 3.1.6. Debido a su funcionalidad múltiple, los empaques estructurados catalíticos son costosos.

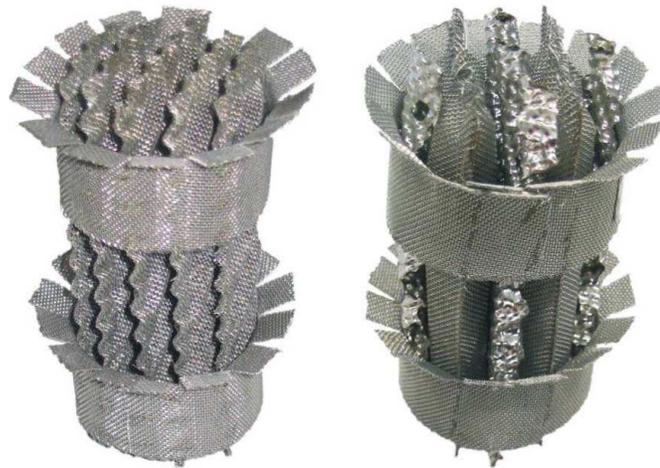


Figura 3.1.5 Empaques estructurados catalíticos de tipo Katapak-S (izquierda) y Katapak-SP-11 (derecha).

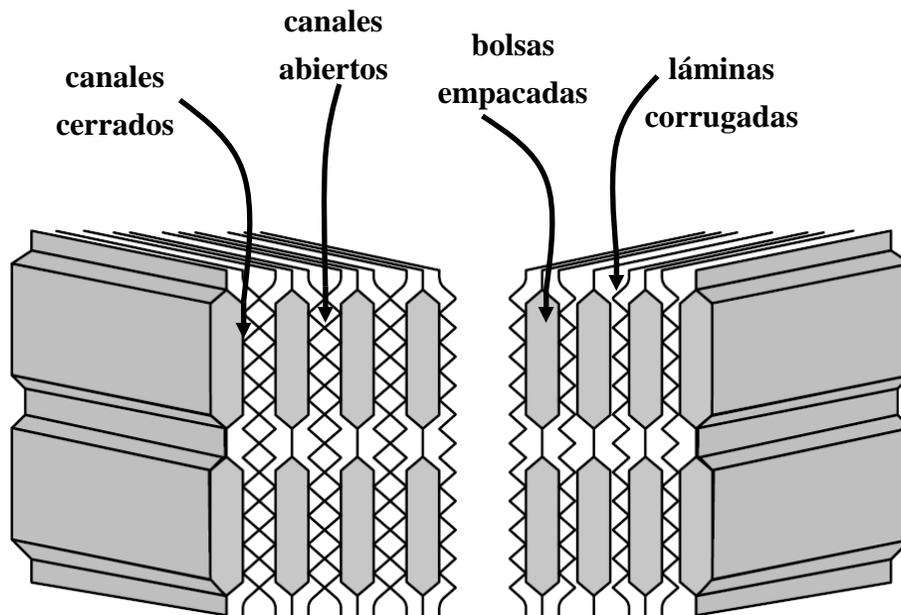


Figura 3.1.6 Empaques estructurados catalíticos de tipo Katapak-SP-12 (izquierda) y Katapak-SP-11 (derecha).

En resumen los empaques con mayor eficiencia de separación, más alta capacidad de carga para las fases gas y líquido en operación a contracorriente y mayor flexibilidad de carga catalítica son del tipo modular o híbrido Multipak y Katapak-SP. El tamaño de las partículas en estos empaques están en el rango de 0.8-1.2 mm, con el objeto de evitar las limitaciones de transporte intrapartícula. El empaque interno debe reunir los siguientes requerimientos:

- Flujo uniforme de líquido sobre la zona reactiva del empaque sin ocasionar la formación de zonas estancadas.
- Alta capacidad de carga para las fases gas-líquido.
- Alta densidad de catalizador por unidad de volumen total de la columna.
- Fácil renovación de las partículas catalíticas

El empaque estructurado catalítico considerado para su construcción en esta tesis debe cumplir con la mayoría de los puntos anteriores. Por esta razón, el tipo de empaques Multipak® y Katapak-SP® son las estructuras consideradas en detalle en este trabajo (Figura 3.1.6). En lo que sigue se describe la teoría necesaria para el diseño y la construcción de un tipo de empaque estructurado catalítico del tipo Katapak-SP.

3.2 Bolsas empacadas con partículas catalíticas

La sección de reacción esta formada por bolsas empacadas con partículas catalíticas (Figura 3.1.6), que se fabrican con malla de acero inoxidable 316 para asegurar un rápido acceso de líquido al catalizador y buenas propiedades de mojado. La malla de metal tiene un tamaño de mesh de 0.46 mm y un diámetro de alambre de 0.254 mm (Beherens, 2006a). La geometría diagonal h_d de las bolsas asegura la distribución radial del líquido, lo cual conduce a un mojado más eficiente del catalizador. La superficie de la malla de alambre proporciona el área de superficie geométrica, y la zona intermedia h_s entre cada bolsa de un elemento proporciona una fracción de espacio para el transporte de masa gas-líquido. Como se muestra en la Figura 3.2.1, hay tres bolsas h_b por altura de cada elemento reactivo. La geometría general y sus respectivas dimensiones de las bolsas para la zona de reacción se resumen en la Tabla 3.2.1. En este trabajo

de tesis el diseño de las bolsas se ajusta a los empaques tipo Katapak-SP (Beherens, 2006a), con algunos cambios en las dimensiones geométricas. Las partículas esféricas de vidrio usadas para empaquetar las bolsas tienen un diámetro promedio entre 0.8-1 mm y emulan en forma y dimensiones a las del catalizador heterogéneo.

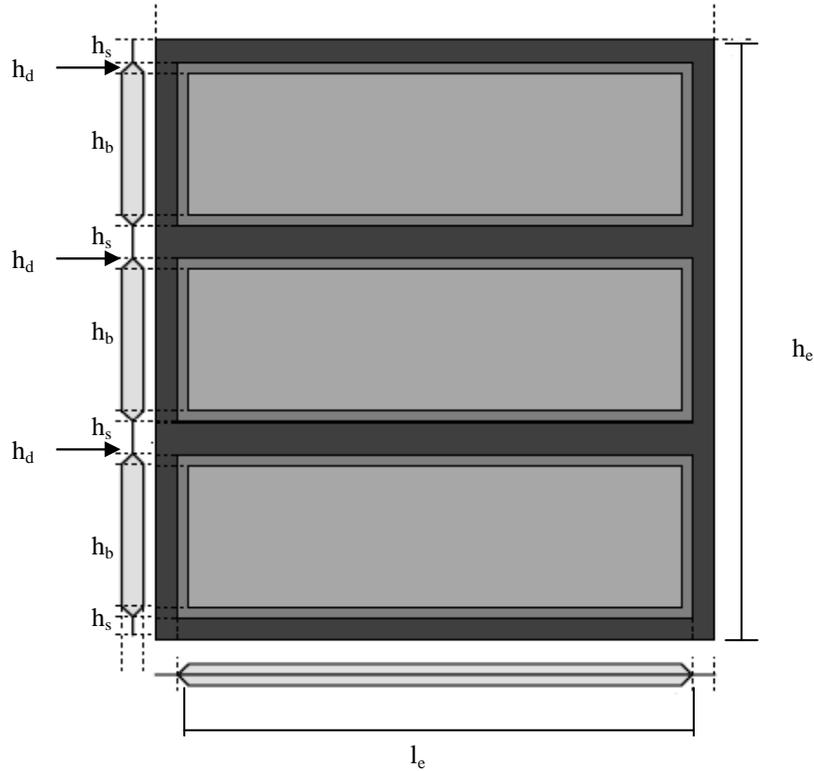


Figura 3.2.1. Bolsas llenas con partículas esféricas de vidrio de un elemento de empaque estructurado catalítico.

Tabla 3.2.1. Datos geométricos de las bolsas en un elemento de empaque estructurado catalítico.

Parámetro geométrico	Símbolo del parámetro	Valor del parámetro
altura de la parte soldada	h_s	5 mm
altura de la diagonal	h_d	5 mm
altura de la bolsa llena con catalizador	h_b	30 mm
altura efectiva del lecho catalítico	h_{ef}	90 mm
altura total del elemento	h_e	110 mm
espesor de las bolsas llenas con catalizador	z_e	9 mm
longitud del lecho catalítico	l_e	25 mm, 35 mm, 45 mm

3.3 Láminas corrugadas

La sección de destilación en los empaques estructurados catalíticos facilita el contacto vapor-líquido, y se ajusta con láminas corrugadas con un cierto tamaño y tipo de superficie, dependiendo del requerimiento de distribución de las fases en el sistema. La eficiencia de mojado es mayor si las láminas corrugadas son de malla y es menor en empaques con láminas corrugadas de metal sólido. Un buen mojado permite una operación eficiente en cargas de líquido por debajo de $1.21 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ para empaques con malla de alambre y de $2.41 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ para empaques con laminas corrugadas de metal sólido (Kister, 1992). *Estas velocidades de carga son de 5 a 10 veces más bajas que la velocidad mínima de mojado en empaques al azar, dando una ventaja importante en la capacidad de carga y en la operación de la columna.* El material usado en las zonas de destilación, son láminas de malla corrugadas de acero inoxidable 316, que proporcionan alta capacidad de carga, una alta eficiencia de separación (Fair y Bravo, 1990), y una menor velocidad mínima de mojado de la fase líquida. La geometría de las láminas asegura una transición suave entre las fases vapor y líquido y da como resultado una baja caída de presión por altura de lecho y una alta capacidad de carga en comparación al proceso convencional de destilación, donde se emplean platos o empaques al azar como contactores de las fases. Un esquema de las láminas corrugadas se muestra en la Figura 3.3.1. El ángulo global de inclinación del canal de flujo con respecto a la horizontal es de 45° (Fair y Bravo, 1990), lo que ocasiona un buen drenado de la fase líquida sobre las láminas.

La construcción mecánica de las láminas corrugadas consiste en delgadas hojas metálicas o de malla con un ángulo de corrugación de 45° o 60° y una superficie texturizada y/o perforada. Las láminas se rotan una respecto a otra en un ángulo de 90° . Las láminas de metal fabricadas por Sulzer Chemtech son de un espesor típico entre 0.1 y 0.2 mm. La textura promueve la distribución de la fase líquida sobre la superficie del metal y las perforaciones permiten una igualdad de flujos y de presión entre las láminas.

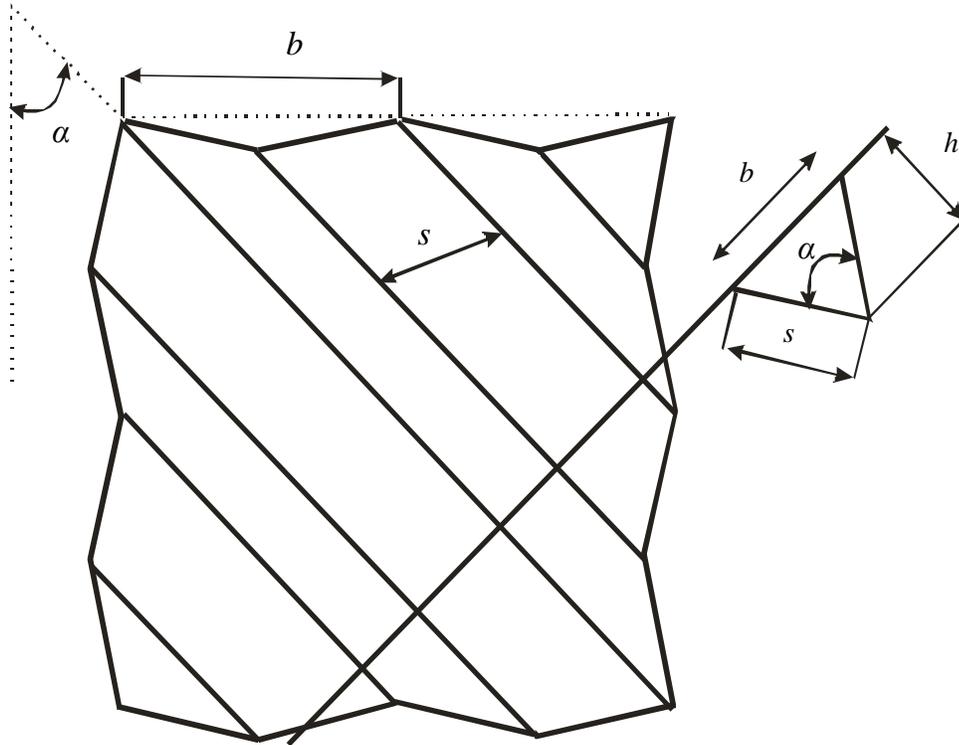


Figura 3.3.1. Lámina corrugada para la sección de destilación del elemento de empaque estructurado catalítico.

Las características geométricas de las láminas corrugadas en la zona de separación son:

La longitud del ángulo de corrugación, s , se determina con:

$$s = \sqrt{(b^2 / 4) + h^2} \quad (3-1)$$

donde b es la base de corrugación de la lamina y h es la altura (Beherens, 2006a). El área de superficie geométrica a_s del empaque estructurado se calcula con:

$$a_s = \frac{4s}{bh} \quad (3-2)$$

El objetivo de usar este tipo de empaques estructurados es maximizar el área superficial y el área por unidad de volumen, maximizando el área de contacto vapor-líquido y la eficiencia de separación. Los siguientes puntos se consideran para el diseño y construcción de láminas corrugadas en empaques estructurados usados en columnas de destilación (Kister, 1992).

- La eficiencia generalmente se incrementa conforme el espacio entre las capas adyacentes disminuye.
- La distribución uniforme de vapor y líquido proporciona una alta eficiencia de separación en el empaque.
- El ángulo de corrugación proporciona un buen drenado libre de la fase líquida disminuyendo la generación de bolsas estancadas. El líquido estancado poco contribuye a la transferencia de masa, a parte de desgastar la superficie del metal o la malla.
- Para tener buenas características hidrodinámicas se debe minimizar la fricción. Por ejemplo, en láminas corrugadas con perforaciones se tiene más área abierta para el flujo de gas comparado con las láminas sin perforaciones, y por lo tanto, se tiene una mayor capacidad de carga. Además, se debe considerar tener canales con geometría más suave para permitir que el flujo de gas ascienda sin ocasionar pérdidas significativas de presión debidas a la fricción con la superficie de metal y a posibles efectos de transición entre cada elemento de empaque.

El tamaño en la ondulación define la apertura entre las capas adyacentes de las láminas corrugadas. Cuando las dimensiones de, b , h , s , son pequeñas (Figura 3.3.1), la apertura es estrecha y se puede tener una mayor cantidad de láminas (mayor área superficial) por unidad de volumen de la columna y una mayor eficiencia de separación. Por el otro lado, a mayor cantidad de láminas o un espacio más estrecho entre las láminas, se reduce la fracción vacía incrementando las resistencias al flujo de gas, originando una baja capacidad de carga y desde el punto de vista operacional la columna es más sensible e inestable al fenómeno de inundación.

La proporción relativa entre, b , h , s y el ángulo de ondulación definen la geometría del canal de flujo y la zona de contacto vapor-líquido. Esta geometría permanece relativamente uniforme dentro de una sola familia de empaques. Las proporciones entre la base y altura de un canal del

empaques es de 2:1 a 4:1 (Kister, 1992). En algunos empaques estructurados, la parte superior de los canales tienen una geometría en forma de arco. Esto reduce la fricción y la acumulación de líquido, por lo que se tiene un empaque con mayor capacidad de carga y más efectivo en el proceso de transferencia de masa entre las fases gas-líquido.

En resumen, la geometría de los empaques estructurados respecto al ángulo de rotación entre las láminas corrugadas y la altura del elemento afecta el grado de distribución de las fases en un empaque estructurado. Por esta razón, la altura del elemento es relativamente corta (10-20 cm) y el ángulo de rotación es de 90°. En cada elemento de empaque los canales tienen una inclinación cerca de 45° con respecto a la vertical de la columna. Este ángulo es bastante grande para un buen drenado de la fase líquida, evitando zonas estancadas, regiones de acumulación y desviación del gas debido a la superficie metálica. Cada vez más empaques estructurados tienen superficies rugosas o texturizadas para asegurar de forma mecánica una mejor distribución del líquido, promoviendo la turbulencia en la película de líquido que desciende y asegurando una mayor área disponible para la transferencia de masa.

Las dimensiones básicas para la construcción de las láminas corrugadas para la zona de destilación se resumen en la Tabla 3.3.2.

Tabla 3.3.2. Datos geométricos de las láminas de malla corrugadas en un elemento de empaque estructurado catalítico.

Parámetro geométrico	Símbolo del parámetro	Valor del parámetro
longitud de la base de la corrugación	b	8 mm
altura de la corrugación	h	4 mm
longitud del lado de la corrugación	s	5.7 mm
área específica	a_s	\mathcal{E} (750 m ² /m ³)
fracción vacía	\mathcal{E}	(a)
altura de la lamina corrugada	h_l	11 cm
ángulo de la ondulación	α	45 °

^(a)La fracción vacía es un dato que debe obtenerse experimentalmente.

3.4 Elemento de empaque estructurado catalítico

Las bolsas llenas con partículas de vidrio se alternan con las láminas corrugadas para formar un elemento modular de empaque, como se muestra en la Figura 3.4.1. Debido a la combinación de las partes de destilación y reacción, se consideran tres tipos de fracciones de volumen. La fracción de volumen de catalizador Λ es el volumen de lecho por volumen total ocupado por el elemento de empaque estructurado. Esta razón determina la función de reacción-separación y es definida como:

$$\Lambda = \frac{\text{volumen ocupado por el catalizador}}{\text{volumen ocupado por el elemento de empaque estructurado catalítico}} \quad (3-3)$$

El vapor no es capaz de fluir dentro de las bolsas del empaque debido a la densidad de la estructura. Esto reduce la área de sección transversal disponible para el vapor y es considerada por la razón de sección transversal, Γ :

$$\Gamma = \frac{\text{área de la sección transversal ocupada por las láminas corrugadas}}{\text{área total de la sección transversal de la columna}} \quad (3-4)$$

En configuraciones de empaques estructurados catalíticos, donde por cada dos láminas corrugadas se alterna una bolsa, se definen dos tipos de canales de flujo en la sección de separación (Figura 3.4.1). Los canales que están directamente en contacto con la superficie de la malla de las bolsas se llaman canales cerrados. Los canales que están en medio de las dos láminas corrugadas se identifican como canales abiertos y son iguales a los canales de flujo de los empaques estructurados usados en procesos convencionales. La consideración de esta razón X se define como:

$$X = \frac{\text{número de canales abiertos por capa de empaque}}{\text{número total de canales por capa de empaque}} \quad (3-5)$$

Cuando la configuración corresponde a una lámina de metal corrugada por bolsa, los canales de flujo son sólo canales cerrados en la sección de destilación y la fracción X es cero.

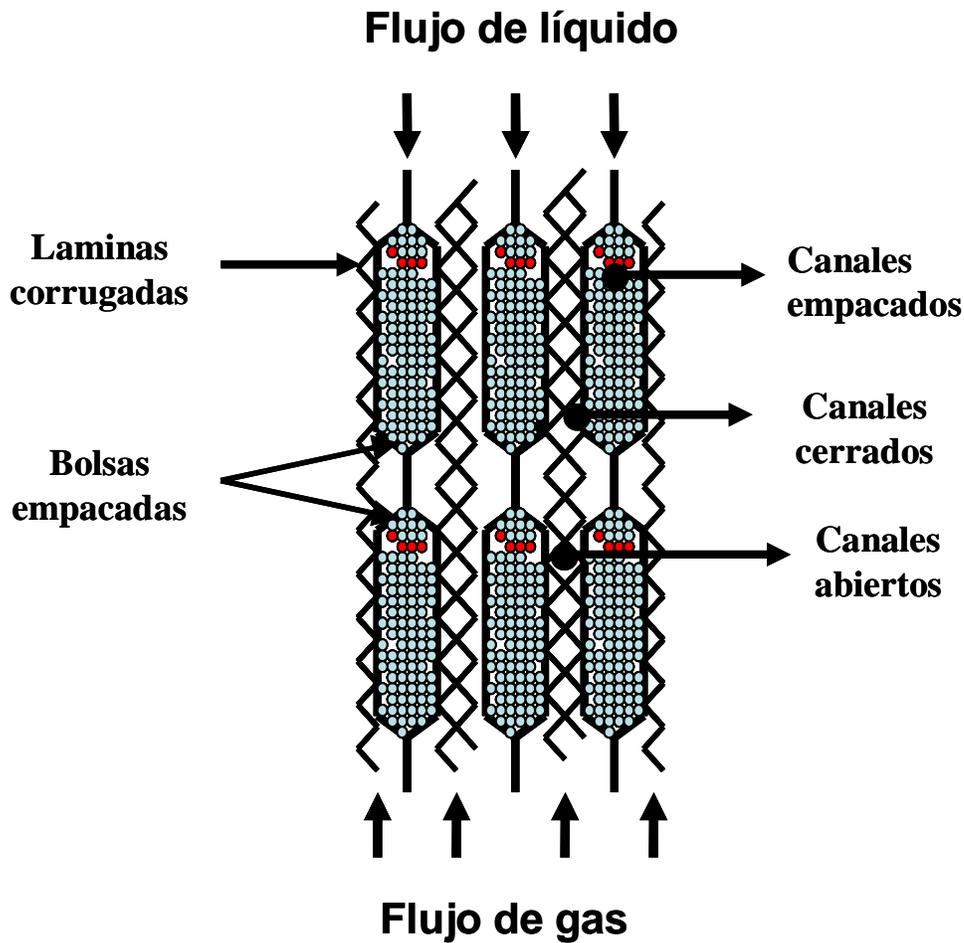


Figura 3.4.1. Configuración de un empaque estructurado catalítico

El área específica en cada tipo de canal es diferente. En los canales cerrados la área, $a_{s,cc}$, se determina por las dimensiones de la corrugación de las láminas y la superficie externa de las bolsas empacadas, y se define como:

$$a_s = \frac{a_{s,cc}}{\Gamma(1-X)} \quad (3.6)$$

En los canales abiertos el área $a_{s,ca}$ se determina en función de las dimensiones de la corrugación de las láminas, y se obtiene con la siguiente expresión:

$$a_s = \frac{a_{s,ca}}{\Gamma \cdot X} \quad (3.7)$$

La forma modular del empaque estructurado catalítico permite una descripción de la función de la hidrodinámica mediante una aproximación de canales paralelos (Baherens, 2006a). Los tipos de canal de flujo se identifican como la base del modelo en los empaques estructurados catalíticos híbridos: canales llenos con partículas de vidrio, canales abiertos y canales cerrados. Cada canal contribuye a la hidráulica del empaque e involucra a los parámetros de operación volumen de retención de líquido dinámico, caída de presión y eficiencia de la transferencia de masa. En el caso de los empaques donde se alterna una bolsa por lámina corrugada, el número de canales de flujo se reduce a dos: los canales con partículas y los cerrados que están en contacto íntimo con la superficie de la zona reactiva. En la Figura 3.4.2, se muestra el marco de referencia del modelo Delft de canales paralelos (Beherens, 2006a). *En este modelo el parámetro de flujo básico es el volumen de retención de líquido, que determina la eficiencia de la reacción dentro de zona reactiva, y la caída de presión y la eficiencia de separación en la zona de destilación.*

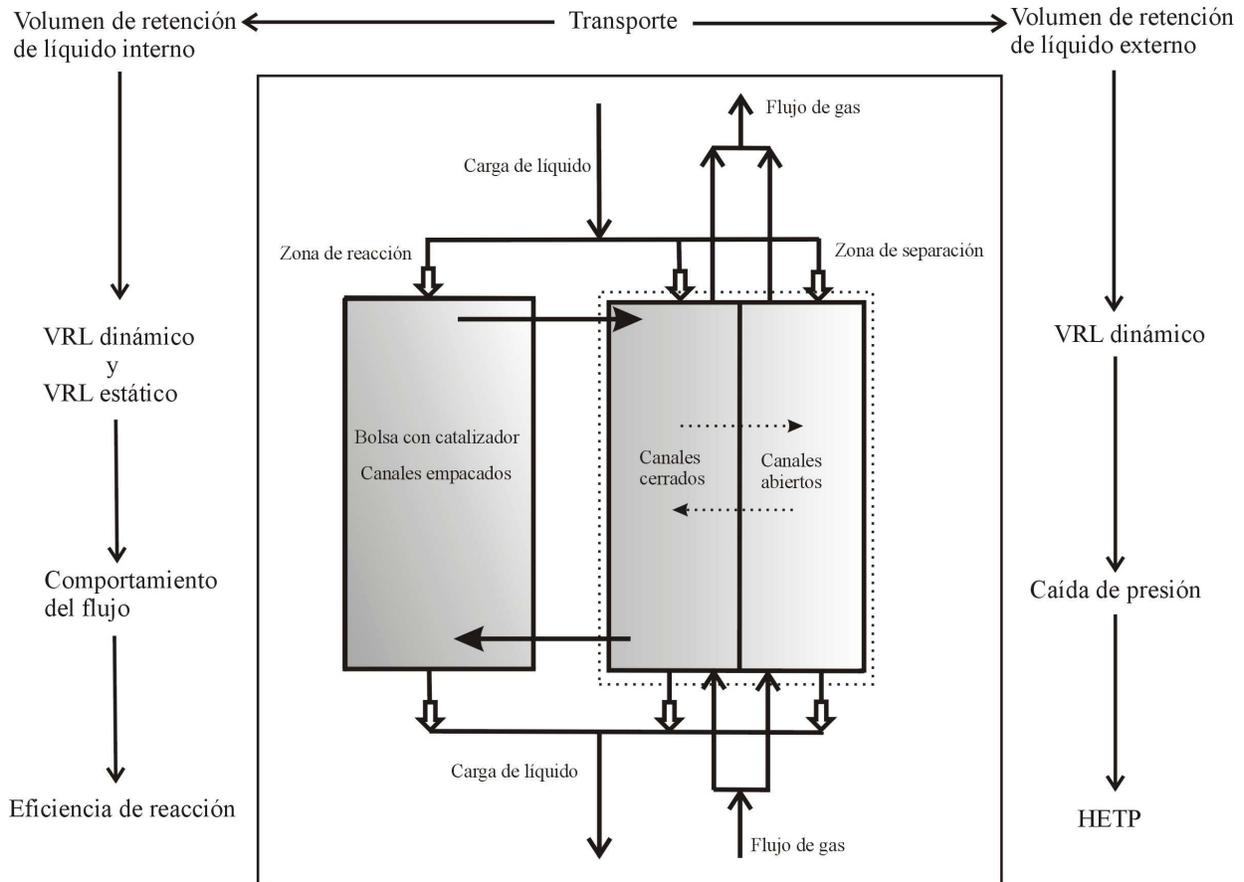


Figura. 3.4.2. Modelo aproximado de un elemento de empaque estructurado (Behrens, 2006a)

Actualmente, se considera como marco de referencia el modelo de Behrens, (2006a) para expresar los parámetros hidráulicos más relevantes en el diseño de columnas de DC, usando empaques tipo Multipak y Katapak-SP.

Con base en la descripción del funcionamiento de los sistemas experimentales del Capítulo 2 y las características geométricas que se presentaron en las secciones 3.2, 3.3 y 3.4, para configurar un elemento de empaque modular, en el siguiente capítulo se plantean los objetivos del presente trabajo de tesis.

CAPITULO 4

Justificación y objetivos

En los capítulos anteriores se procuró describir los fenómenos más importantes que se presentan en columnas con operación a contracorriente de las fases gas y líquido usando empaques estructurados catalíticos. Así mismo, se discutió cómo los parámetros hidrodinámicos afectan de manera directa la capacidad de carga, la eficiencia de separación y en consecuencia la velocidad de reacción en columnas de DC. La hidrodinámica es específica de cada soporte estructurado. Por ello, los parámetros hidráulicos presentes en las columnas de DC dependen fuertemente de la geometría del empaque y propiedades de las fases, y es por ello que es recomendable su determinación experimental en condiciones que mejor aproximen la complejidad real del proceso.

Actualmente la investigación de nuevas formas de empaques estructurados catalíticos para obtener mejores propiedades hidrodinámicas, mayor eficiencia de separación y operación del sistema más estable, así como altas conversiones y/o selectividades, justifica la determinación experimental en condiciones ambiente y de destilación de la hidrodinámica y la transferencia de masa en empaques internos usados en columnas de destilación catalítica.

De acuerdo a lo anterior, se proponen los siguientes objetivos para este proyecto:

Objetivos generales

1. Diseñar y construir una columna experimental para la obtención de parámetros hidrodinámicos a condiciones ambiente y de destilación, operando en contracorriente las fases gas y líquido.
2. Diseñar y construir un soporte estructurado catalítico para empacar la columna experimental.

El propósito de este trabajo es contribuir en la parte de un proyecto global de destilación reactiva, que proporcionará en un futuro parámetros experimentales de la hidrodinámica y de la transferencia de masa en una columna con empaque estructurado interno, con aplicación a sistemas de destilación catalítica.

La columna experimental deberá operar a temperatura ambiente y presión atmosférica, para observar de manera visual el comportamiento de las fases fluidas sobre el empaque interno y obtener información experimental para determinar los parámetros hidrodinámicos más representativos del sistema. Dicha unidad deberá ser versátil y mostrar flexibilidad para ser equipada y operada a condiciones de destilación, con el objetivo de obtener la eficiencia de separación de diferentes mezclas modelo, y la hidrodinámica bajo condiciones de ebullición, esto podrá dar una representación más real de la compleja fenomenología en sistemas de DC. La eficiencia de separación, la caída de presión, el volumen de retención del líquido y la capacidad de carga proporcionaran una descripción importante de la configuración interna y funcionalidad del empaque estructurado catalítico que se construirá como parte de este trabajo de tesis.

CAPITULO 5

Resultados y discusión

En este capítulo se describen las bases y los resultados del diseño de la columna experimental para operar en contracorriente las fases fluidas gas y líquido a condiciones ambiente y de destilación. El diámetro de la columna es determinado considerando como variable de diseño la máxima capacidad de carga en el punto de inundación en columnas empacadas. La altura se determina con base en el concepto de altura equivalente de plato teórico (HETP) para empaques estructurados catalíticos. El diseño presenta la descripción general de la columna y los esquemas en detalle de la construcción de cada una de las partes que integran el sistema. También se exponen los dibujos del diseño mecánico que se consideran para la construcción del soporte estructurado catalítico.

5.1 A. Bases y criterios de diseño de la columna empacada

De acuerdo a la revisión presentada en los capítulos anteriores, casi no existen criterios y parámetros establecidos que permitan diseñar columnas de destilación catalítica. Tomando en consideración esto, a continuación se presentan los criterios relacionados con el diseño de columnas convencionales de destilación, sin considerar la densidad del lecho catalítico.

Kister (1992) menciona que una aproximación en el diseño de columnas empacadas es usar la velocidad de inundación como límite máximo en la capacidad de carga. La correlación generalizada de Billet y Schultes (Kister, 1992) calcula el punto de inundación en columnas empacadas con láminas corrugadas. Los datos requeridos por esta correlación se muestran en la Tabla 5.1.1. El sistema aire-agua se considera para la obtención de la máxima capacidad de carga a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica.

Tabla 5.1.1. Datos para calcular la velocidad de inundación.

Propiedades físicas y geométricas	Valor
velocidad superficial del gas, G ($\text{Pa}^{0.5}$)	1.7
velocidad superficial del líquido, L ($\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$)	20
densidad del agua, ρ_L (Kg/m^3)	1000
densidad del aire, ρ_G (Kg/m^3)	1.2
viscosidad del agua, μ_L (cP)	1
viscosidad del aire, μ_G (cP)	0.017
fracción vacía del lecho, ε (m^3/m^3)	0.7
área de superficie específica, a_p (m^2/m^3)	300
aceleración de la gravedad, g (m/s^2)	9.8

Las velocidades superficiales del gas ($G = 1.7 \text{ Pa}^{0.5}$) y líquido ($L = 20 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$) son las máximas en el rango de operación en estudios experimentales de hidrodinámica de empaques estructurados en sistemas a contracorriente aire-agua (Ratheesh y Kannan, 2004; Higler y col., 1999; Hoffmann y col., 2004). El diámetro de la columna se determina suponiendo una operación convencional de destilación, donde el empaque estructurado son láminas corrugadas de acero inoxidable de tipo Mellapak como contactores de las fases líquido y gas.

Cálculo del diámetro de la columna empacada (Kister 1992)

La siguiente ecuación calcula la velocidad superficial de vapor $u_{v,i}$ en el punto de inundación:

$$u_{v,i}^2 \frac{\rho_G}{\rho_L} = \frac{2}{0.3048} \frac{(\varepsilon - h_{L,i})^3}{\varepsilon} \frac{h_{L,i}}{a_p} C_{i,i}^2 \left[F_{LG} \left(\frac{\mu_L}{\mu_G} \right)^{0.2} \right]^{-n_1} \quad (5.1)$$

donde n_1 y $C_{i,i}$ en el punto de inundación son determinados en función de la geometría del empaque estructurado y son:

$$\left\{ \begin{array}{l} C_{i,i} = C_{i,i} \\ n_1 = 0.388 \end{array} \right\} \quad \text{para} \quad F_{LG} \leq 0.4 \quad (5.2)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} C_{i,I} = C_{2,I} \\ n_1 = 1.416 \end{array} \right\} \quad \text{para } F_{LG} > 0.4 \quad (5.3)$$

El parámetro de flujo F_{LG} es calculado por la siguiente expresión:

$$F_{LG} = \frac{L}{G} \left(\frac{\rho_G}{\rho_L} \right) \quad (5.4)$$

El volumen de retención de líquido total $h_{L,I}$ en el punto de inundación es calculado por la siguiente ecuación algebraica de cuarto orden:

$$h_{L,I}^3 (3h_{L,I} - \varepsilon) = 6\varepsilon \frac{Re_L}{Ga_L} \quad (5.5)$$

La solución física de la ecuación (5.5) para obtener el volumen de retención de líquido en el punto de inundación esta dentro del intervalo:

$$\frac{\varepsilon}{3} \leq h_{L,I} \leq \varepsilon \quad (5.6)$$

El número de Reynolds y de Galileo están definidos como sigue:

$$Re_L = \frac{\rho_L u_L}{0.000672 a_p \mu_L} \quad (5.7)$$

$$Ga_L = \frac{g \rho_L^2}{(0.000672 \mu_L)^2 a_p^3} \quad (5.8)$$

Los resultados de las ecuaciones (5.1) a (5.8) para calcular la máxima velocidad superficial de vapor se muestran en la Tabla 5.1.2.

Tabla 5.1.2. Resultados del calculo de la velocidad de inundación.

Parámetro	Valor
factor de empaque, F_{LG}	0.094
constante para empaque Mellapak, $C_{1,I}$	2.464
constante para empaque Mellapak, $C_{2,I}$	2.034
constante n_1 para $F_{LG} \leq 0.4$	0.388
constante n_1 para $F_{LG} > 0.4$	1.416
VRL en el punto de inundación, $h_{L,I}$ (m ³ /m ³)	0.238
velocidad de inundación, $u_{v,I}$ (m/s)	0.345

Algunas columnas empacadas (Kister, 1992) se diseñan considerando un factor de seguridad de 75% el valor de la velocidad de inundación, esto para considerar la incertidumbre en el cálculo. En este trabajo el criterio para obtener la variable de diseño es:

$$u_{v,diseño} = 0.7(u_{v,I}) = 0.2420 \text{ m/s}$$

En estudios realizados por Subawalla y col., (1997) para determinar la capacidad y la eficiencia de separación en empaques tipo bala consideran el valor de $4.75 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ como el máximo flujo volumétrico para la fase gas. Este dato es tomado como referencia para diseñar la columna en este trabajo de tesis.

El área de sección transversal de la columna se obtiene del cociente del flujo volumétrico de la fase gas y de la variable de diseño.

$$a_c = \frac{V_G}{u_{v,diseño}} = \frac{4.75 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}}{0.2420 \text{ m/s}} = 1.963 \times 10^{-3} \text{ m}^2$$

El diámetro de la columna empacada es:

$$d_c = \sqrt{\frac{4a_c}{\pi}} = 0.05 \text{ m}$$

Y depende únicamente de la máxima velocidad de vapor como en columnas convencionales de destilación. En columnas de DC dependería también de la densidad del empaque catalítico.

Kister (1992) menciona que para disminuir los efectos de la mala distribución del líquido (en empaques estructurados) y, en consecuencia, obtener una operación más estable en la eficiencia de separación se deben considerar razones de diámetro de columna a diámetro hidráulico de empaque d_c/d_h entre 10 y 30. Valores de d_c/d_h debajo de 10 ocasionan efectos de pared significativos y por encima de 30 se tienen efectos de mala distribución de las fases fluidas. Con el objeto de minimizar la mala distribución del líquido y determinar la eficiencia de separación en función de la geometría del empaque interno, se supone una relación de diámetro de columna a diámetro hidráulico de $d_c/d_h = 8.9$, como se considera en el trabajo de Hoffmann y col., (2004) para empaques tipo Multipak. Por ello, el valor del diámetro de empaque hidráulico es:

$$d_h = \frac{0.05 \text{ m}}{8.9} = 0.00561 \text{ m}$$

De acuerdo a Rocha y Bravo, (1993) el d_h en columnas empacadas con láminas corrugadas es igual al lado de corrugación s . Este dato se usa en el diseño y construcción del empaque estructurado, de acuerdo al Capítulo 3 (sección 3.3).

Cálculo de la altura de la columna empacada (Kister 1992)

La altura de la columna se determinó con el concepto de altura equivalente por plato teórico (HETP) con la siguiente expresión:

$$\text{HETP} = H/n \quad (5.9)$$

Donde H es la altura y n es el número mínimo de etapas teóricas por metro de empaque que se requiere para la separación específica de una mezcla binaria. Suponiendo condiciones de reflujo total el número de etapas teóricas se puede calcular de la ecuación de Fenske (Hoffmann y Gorak, 2004).

$$n = \frac{1}{\ln \alpha} \ln \left(\frac{x_D (1-x_B)}{x_B (1-x_D)} \right) \quad (5.10)$$

De acuerdo a Hoffmann y Gorak, (2004) el sistema de clorobenceno/etilbenceno puede usarse como mezcla de prueba en empaques internos, para determinar la eficiencia de separación en función de la geometría del soporte, a reflujo total y presión atmosférica. En este trabajo se usa un sistema de prueba ciclohexano/n-octano con volatilidad relativa de $\alpha = 1.556$, fracción mol en el destilado de $x_D = 0.65$ y una fracción mol en el fondo de la columna de $x_B = 0.165$ como variables de diseño.

$$n = \frac{1}{\ln(1.556)} \ln \left(\frac{0.65 (1-0.169)}{0.169 (1-0.65)} \right) = 5 \text{ etapas teóricas}$$

El mínimo número de etapas teóricas para el sistema ciclohexano/n-octano (5 etapas teóricas) es menor al reportado por Kister (1992), donde se especifica que abajo de 10 etapas teóricas el lecho empacado casi no es perturbado por la mala distribución de las fases y en consecuencia el cálculo de la eficiencia de separación es función solo de la geometría del empaque estructurado.

El valor de la HETP en columnas empacadas se puede estimar por la altura global de la unidad de transferencia de masa de la fase gas, suponiendo que es despreciable la resistencia a la transferencia de masa en la fase líquida en procesos de destilación. En este trabajo se usa las correlaciones obtenidas por Kolodziej y col., (2004b) para calcular el valor de la HETP en empaques Multipak, en función del factor de carga de la fase gas F-factor[Pa^{0.5}].

El factor de carga se calcula para la máxima carga de gas permisible en la columna empacada.

$$\text{F-factor} = 0.2420 \text{ m/s} (\rho_G^{0.5}) = 0.2650 \text{ Pa}^{0.5}$$

Usando la correlación de Kolodziej y col., (2004b) para el rango de carga de gas de F-factor = 0.2 - 1.1 Pa^{0.5} se obtiene un valor de HETP.

$$\text{HETP} = 0.233 \cdot F^{-0.249} = 0.233(0.2650Pa^{0.5})^{-0.249} = 0.3243 \text{ m}$$

El valor de 0.233 tiene las unidades que hacen consistente la correlación para calcular el valor de la HETP. El valor de la altura equivalente por plato teórico es una medida de la eficiencia de la columna, en valores de HETP cercanos a cero la eficiencia es máxima y en valores grandes la eficiencia de separación es cercana a cero

Con el valor del número mínimo de etapas teóricas a reflujo total y el valor de la HETP se obtiene la altura de la columna:

$$H = \text{HETP} \cdot n = 1.6 \text{ m}$$

En resumen, los datos del diseño para la construcción de la columna empacada se muestran en Tabla 5.1.3.

Tabla 5.1.3. Resultados de las bases de diseño de la columna.

Parámetro de diseño	Valor
velocidad de diseño, $u_{v,\text{diseño}}$ (m/s)	0.242
área de sección transversal, a_c (m ²)	1.96×10^{-3}
diámetro de la columna, d_c (m)	0.05
diámetro hidráulico del empaque, d_h (mm)	51.6
número de etapas teóricas, n	5
altura equivalente de plato teórico, HETP (m)	0.324
altura de la columna, H (m)	1.6

El rango de operación para la fase líquida en la columna diseñada en este trabajo es para cargas de 2 a 15 m³/m² h y velocidades de la fase gas menores a 0.26 Pa^{0.5}; estos valores corresponden a los reportados por de Hoffmann y Gorak, (2004) para estudios hidrodinámicos. Este rango es amplio para determinar los diferentes regímenes de flujo; abajo del punto de carga, punto de carga y arriba del punto de carga. En trabajos realizados por estos autores el punto de carga para

sistemas de aire-agua se alcanza en cargas de líquido de $10 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$, arriba de este valor se tiene alta inestabilidad de operación y posible inundación de la columna, y por consiguiente baja eficiencia de separación. La zona de operación más estable y con mayor eficiencia de operación es en cargas de líquido cercanas a $10 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$ y un factor de F-factor $=0.2 \text{ Pa}^{0.5}$ en sistemas de aire-agua.

Fijando la velocidad de la fase gas en un valor que esté por debajo del límite de inundación, los rangos de operación de la fase líquida que se proponen para un trabajo a futuro se muestran en la Tabla 5.1.4.

Tabla 5.1.4. Rangos de operación propuestos para estudios hidrodinámicos.

Cargas de líquido ($\text{m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$)	Flujo volumétricos (ml/min)	Regimenes de flujo
2.2 ^a	71.9	abajo del punto de carga
4.2	137.4	abajo del punto de carga
10	327.1	punto de carga
12	392.6	arriba del punto de carga
14	458.03	arriba del punto de carga

^(a)La carga de líquido de $2.2 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$ está por arriba de la velocidad mínima de mojado en empaques estructurados (Kister 1992).

De esta forma, la columna empacada diseñada cumple con los criterios de funcionalidad que se presentan a continuación.

Criterios de funcionalidad de la columna

- a) El diseño de una columna debe facilitar la obtención de los parámetros hidrodinámicos en condiciones de ebullición, incluyendo ensamble, metodología experimental de arranque, de paro, de manejo del dispositivo, toma de muestras de concentración en la fase gas y líquida, extracción de productos (líquido y gas), medición de temperatura y presión a lo largo del lecho, adaptación de esquemas de control, mantenimiento del dispositivo, inspección, limpieza y fácil reemplazo de los empaques estructurados catalíticos.

- b) El diseño en su conjunto debe contemplar elementos que permitan controlar el mayor número de variables (temperatura, carga de calor, presión y nivel de líquido en el hervidor) del sistema en estudio mediante su monitoreo en una PC.
- c) El diseño debe facilitar el control visual de los cambios que puedan presentarse durante el proceso de cambio de régimen de flujo, comportamiento del flujo y de la hidráulica del empaque estructurado catalítico.
- d) El diseño debe incluir un dispositivo mecánico que permita la obtención del volumen de retención de líquido (VRL) mediante la técnica de drenado; las curvas de distribución de tiempos de residencia (DTR) mediante la técnica de estímulo-respuesta, y la alimentación de la fase gas que permita la operación a contracorriente de la fase gaseosa sobre el lecho empacado, a condiciones ambiente y de ebullición de sistemas acuosos y orgánicos. La selección de los materiales es un aspecto importante para la construcción de las partes de la columna.
- e) El diseño debe ser versátil para permitir la adaptación del dispositivo a los cambios e innovaciones requeridas por el investigador. La columna experimental, para este caso de estudio, tolera la instalación de equipo auxiliar y nuevas configuraciones de la misma.

Criterios para seleccionar la geometría de la columna

La geometría empleada para el diseño de la columna cumple con los siguientes criterios:

- La geometría de la columna debe permitir ajustar fácilmente el empaque estructurado catalítico permitiendo una fácil implantación y renovación del mismo.
- La capacidad del hervidor debe tener un volumen mayor al ocupado por la columna para evitar problemas de inundación del recipiente en operaciones anormales como un corte de energía eléctrica o una inestabilidad en el flujo de alimentación.

- Se debe tener una construcción detallada de los segmentos de vidrio, para evitar perturbaciones de la fase líquida que desciende sobre la pared de la columna.
- La geometría de la columna debe estimular los aspectos hidrodinámicos y evitar efectos de borde, así como la acumulación de contaminantes dentro la columna y del empaque estructurado.
- La geometría de la columna debe ser flexible a innovaciones y adaptaciones para aumentar la eficiencia del sistema.

Criterios para seleccionar los materiales de la columna

Existen diversos factores que se consideraron para la selección de los materiales de construcción de las partes que integran la columna, dentro de las cuales destacan:

- Durabilidad
- Resistencia mecánica
- Resistencia química
- Resistencia térmica
- Disponibilidad del material
- Facilidad de fabricación de la forma requerida para el proceso
- No interferencia y/o reacción química con los componentes en estudio y los fenómenos relacionados con el proceso hidrodinámico.

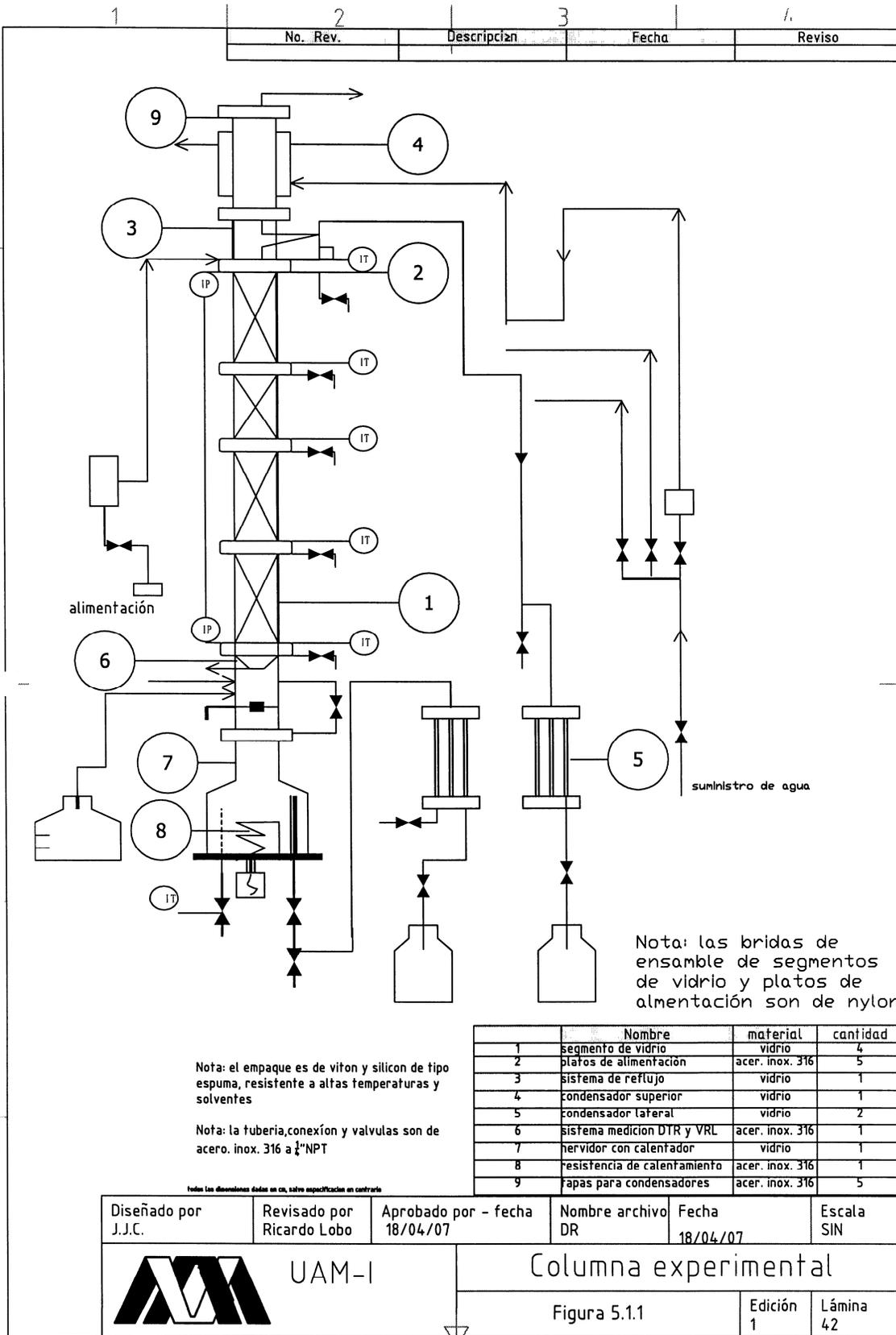
Los dispositivos mecánicos que integran la columna son de acero inoxidable 316. Este material presenta ventajas tales como resistencia a la corrosión y por ende mayor durabilidad; superficie lisa, lo cual ayuda a que las partículas no se adhieran y tenga una mejor apariencia e higiene.

Los materiales de la columna son variados, de acuerdo a su función. Los segmentos empacados son de vidrio, para poder observar de forma visual los fenómenos hidráulicos sobre el empaque estructurado y los posibles cambios de régimen de flujo; los platos de alimentación son de acero inoxidable 316 con alta resistencia química y durabilidad; la tubería, conexiones y válvulas de tipo bola son de acero inoxidable 316; la bomba de alimentación de la fase líquida es a prueba de explosión, para reducir riesgos de seguridad al usar compuestos inflamables. Todas las partes mojadas dentro de la columna son de material en vidrio con espesor de pared de 3.5 mm y de acero inoxidable de calibre 316. El material de las bridas para ensamblar las piezas de la columna es de nylon resistente a temperaturas debajo de 90°C y alta resistencia a la ruptura. Los empaques para unir las piezas de acero inoxidable con los segmentos de vidrio son de viton, ya que es un polímero altamente resistente a solventes y altas temperaturas.

5.1 B. Diseño y construcción de la columna empacada

Descripción general de la columna

Las características que hacen de esta columna un diseño novedoso, son la simplicidad y facilidad de ensamble, una sencilla manipulación del dispositivo, el control visual sobre los cambios que se presentarían durante el arranque hasta un estado estacionario, y la resistencia de los materiales empleados a las condiciones de operación. En la Figura 5.1.1 se muestra un esquema del sistema construido como resultado de esta tesis, la integración de cada una de las partes diseñadas como una unidad de proceso, resultando en la columna experimental donde se podrá obtener en trabajo a futuro la hidrodinámica y transferencia de masa de empaques estructurados catalíticos.



En resumen, la columna (Figura 5.1.1) está hecha de vidrio, con diámetro interno de 50 mm y una altura efectiva de 1.6 m, seccionada en cuatro partes empacadas con un soporte estructurado catalítico, también diseñado y construido como resultado de esta tesis. A lo largo del lecho catalítico se tienen platos de alimentación con puertos para toma de muestra de concentración de la fase líquida, registro de la presión mediante transductores marca Winters PT-200 con 0.25% de precisión, medición de la temperatura por termopares, y entrada de alimentación. En columnas con diámetro pequeño, las pérdidas de calor pueden causar una película de líquido que desciende por la pared. Este fenómeno debe evitarse en condiciones de destilación. Por ello, la columna está encaquetada para evitar pérdidas de calor significativas y tener un mejor control en la operación de la columna. La fase líquida se distribuye por la parte superior del lecho mediante un distribuidor ubicado a 40 mm encima del empaque. La fase gas ascendente se enfría en un condensador de vidrio con chaqueta externa y serpentín interno; el sistema se enfría con agua sub-enfriada.

En la parte inferior de la columna, de acuerdo a la Figura 5.1.1, se tiene un dispositivo en acero inoxidable 316 para tomar muestras del trazador para los experimentos que determinan las curvas de distribución de tiempos de residencia. Este equipo tiene una válvula de cierre total para obtener el volumen de retención de líquido dinámico, mediante la técnica de drenado, y una entrada de alimentación de la fase gas. En la parte más inferior, se tiene un hervidor y una resistencia de calentamiento en acero inoxidable.

El sistema de la Figura 5.1.1 tiene dos condensadores laterales, para enfriar las corrientes de salida del destilado y de los fondos de la columna. La fase líquida se circula dentro de la columna bombeándola desde un tanque de alimentación y se circula a través de un rotámetro hacia el distribuidor, del cual fluye irrigando el lecho empacado. El aire se suministra en la parte inferior de la columna a través de un tanque desde donde se envía a un controlador de flujo másico.

A continuación se describen las piezas en detalle que integran el sistema experimental de acuerdo a la Figura 5.1.1.

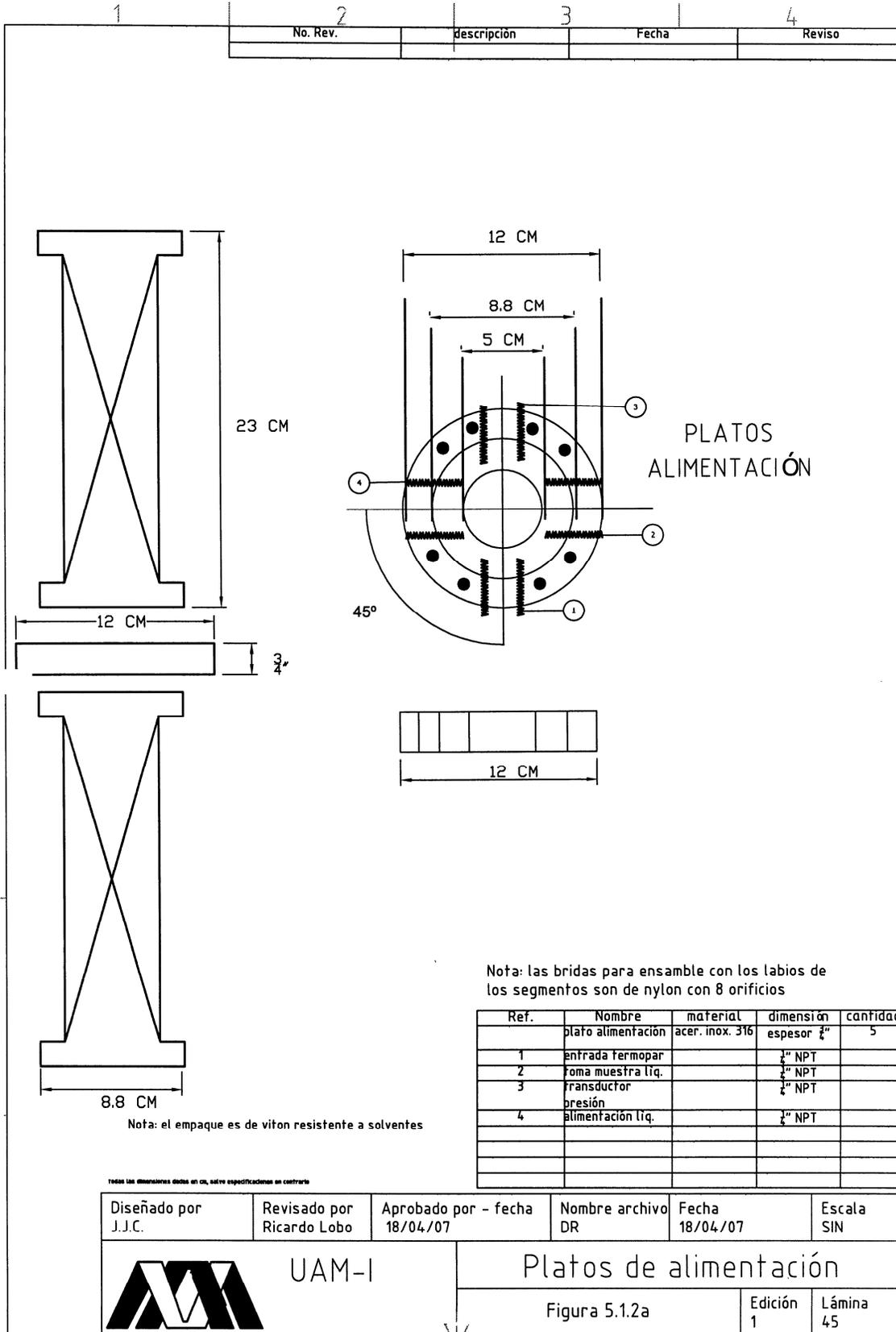
Platos de alimentación y condensadores

En la Figura 5.1.2a se presenta el dibujo técnico de los platos de alimentación que integran el sistema de medición a lo largo del lecho empacado. El material de las piezas es de acero inoxidable 316 con un diámetro externo de 12 cm y entradas a un 1/4" NPT para alimentación de líquido, entrada de termopar con parte mojada en acero inoxidable, transductor de presión PT-200 con salida a 4-20 mA, y toma de muestra de la fase líquida. La Figura 5.1.2b muestra la fotografía de un plato de alimentación.



Figura 5.1.2b. Fotografía del palto de alimentación con bridas en nylon.

El ensamble de estas piezas con los segmentos de vidrio es a través de bridas en nylon con 8 orificios para subensamble con tornillos rectos de 2" de longitud con mariposa.



En la Figura 5.1.3a se muestra el dibujo del condensador superior en vidrio con espesor en pared de 3.5 mm y doble sistema de enfriamiento; en serpentín y de chaqueta, este dispositivo fue diseñado con sistema de enfriamiento en chaqueta para condensar el flujo ascendente de vapor en las paredes debido al pequeño diámetro de la columna. En la Figura 5.1.4a se muestra el dibujo de diseño de los condensadores laterales que sirven para enfriar el flujo de los fondos y del destilado, cuentan con solo un sistema de enfriamiento de tipo serpentín. La Figura 5.1.3b muestra la fotografía de los condensadores laterales y del superior.

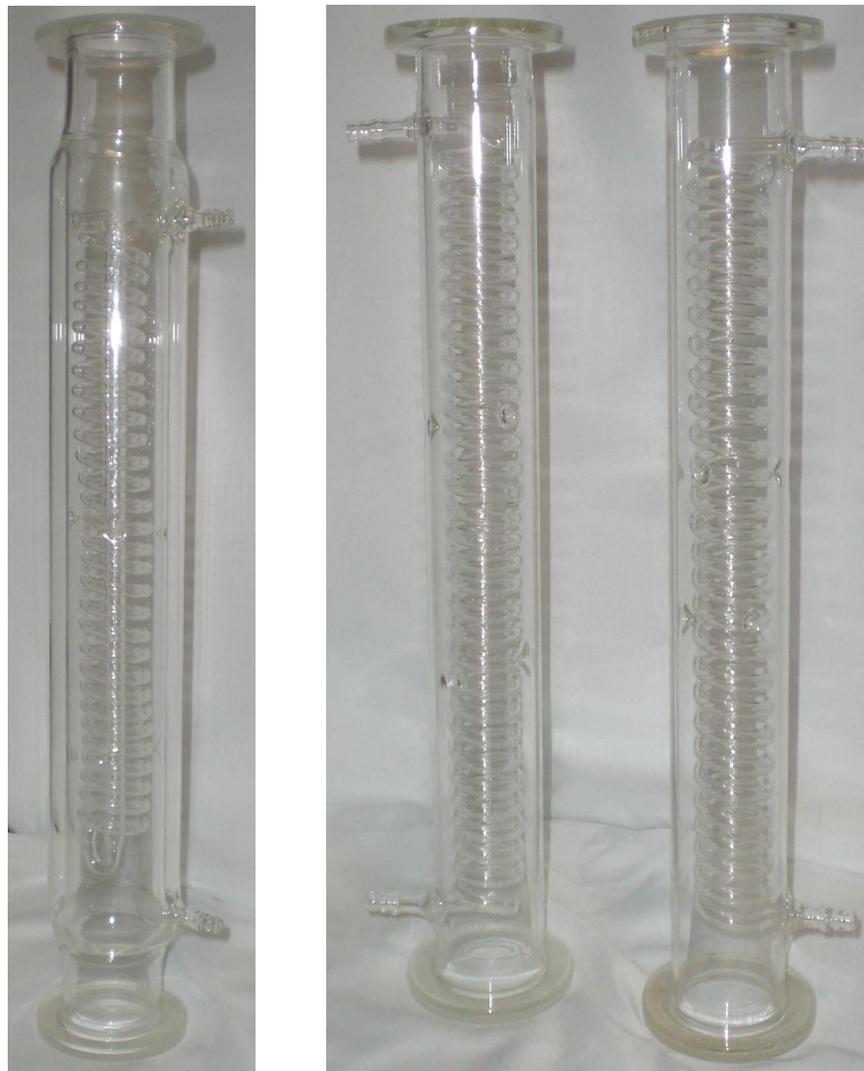
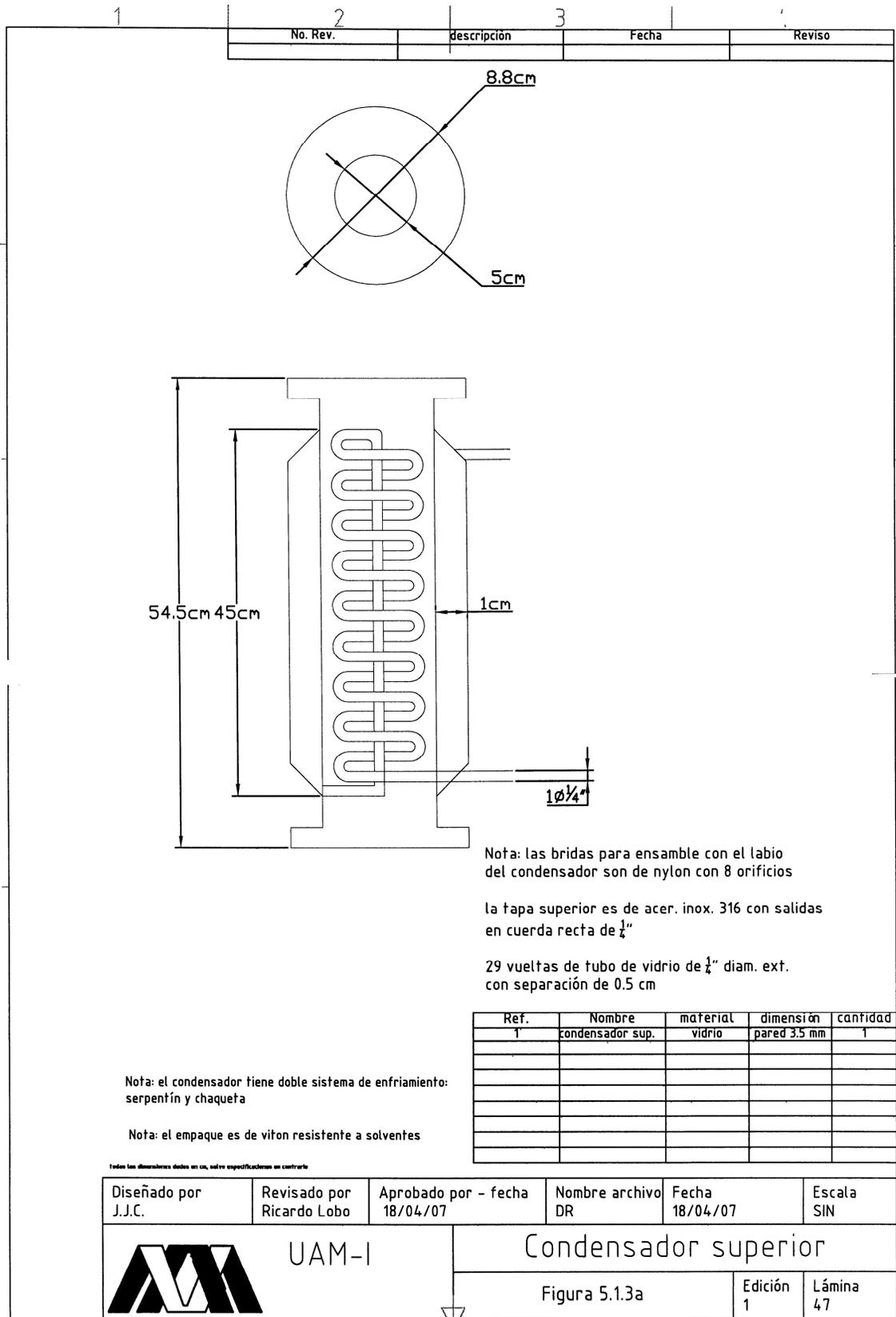
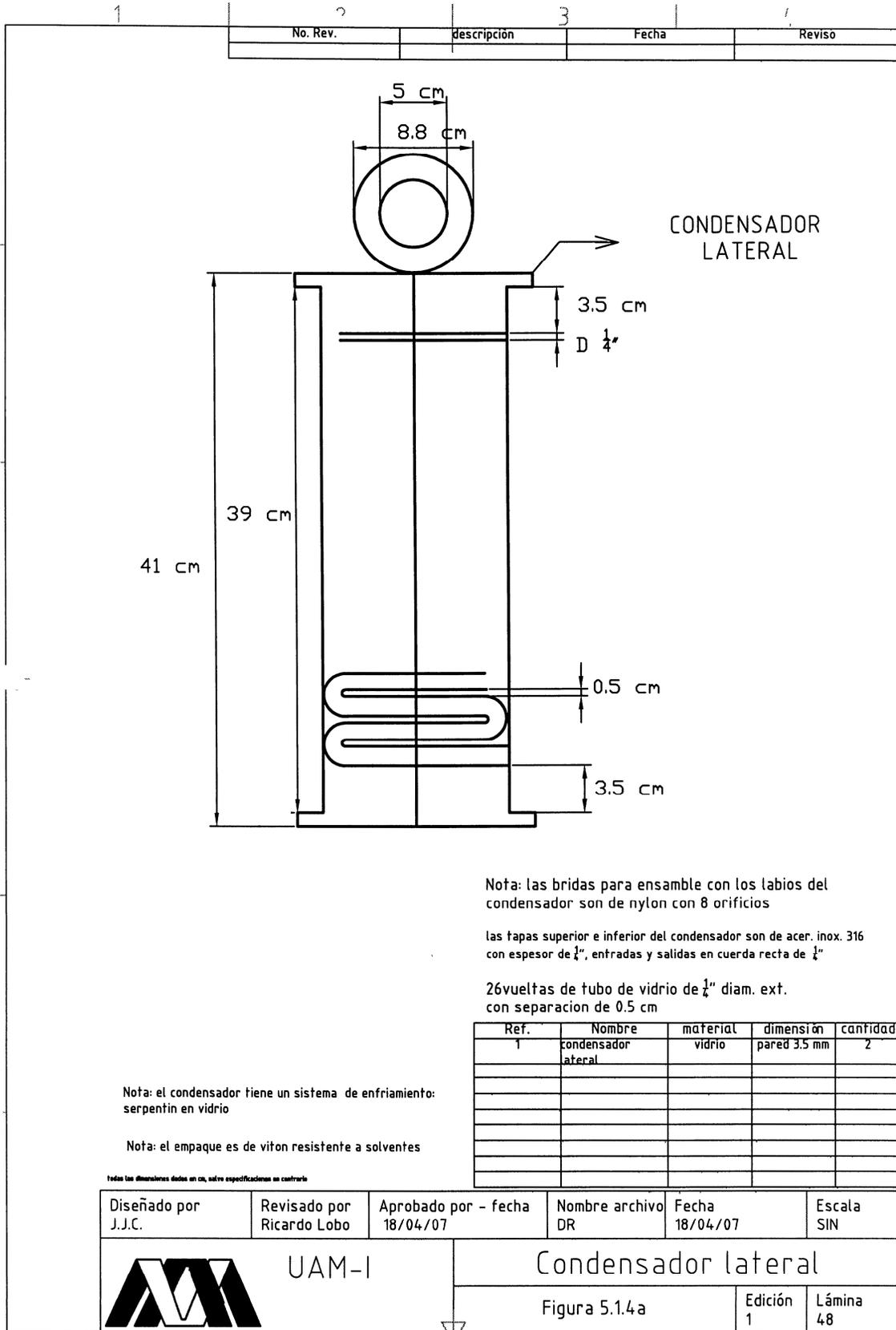


Figura 5.1.3b. Fotografía de los condensadores laterales (lado derecho) y condensador superior (lado izquierdo).





Dispositivo de medición de VRL y DTR

Este equipo permitirá caracterizar los parámetros hidrodinámicos en condiciones de ebullición, considerando los fenómenos a condiciones mas cercanas a la realidad de operación de una columna de destilación reactiva. El dispositivo mecánico para la medición experimental de las curvas de los tiempos de residencia y del volumen de retención de líquido es de forma cilíndrica con dimensiones especificadas en el dibujo de diseño original de la Figura 5.1.5a. Para su construcción se coloco una válvula de 2 pulg. de diámetro interno y un segmento cilíndrico de acero inoxidable 316, estas partes se soldaron para obtener la forma y tamaño requerido para un buen funcionamiento. En la parte superior se soldó un plato de alimentación con entradas para un termopar, un transductor de presión, y toma de muestra de líquido, en la parte inferior se soldó una brida en acero inoxidable 316 para ensamblar con el hervidor de la columna. El tamaño de esta pieza mecánica debe ser lo mas corto posible para no afectar con las mediciones de detección del trazador en la parte inferior del lecho y así obtener una muestra promedio del trazador que fluye sobre el empaque estructurado catalítico. La Figura 5.1.5b muestra una representación fotográfica del dispositivo de medición del VRL y DTR.

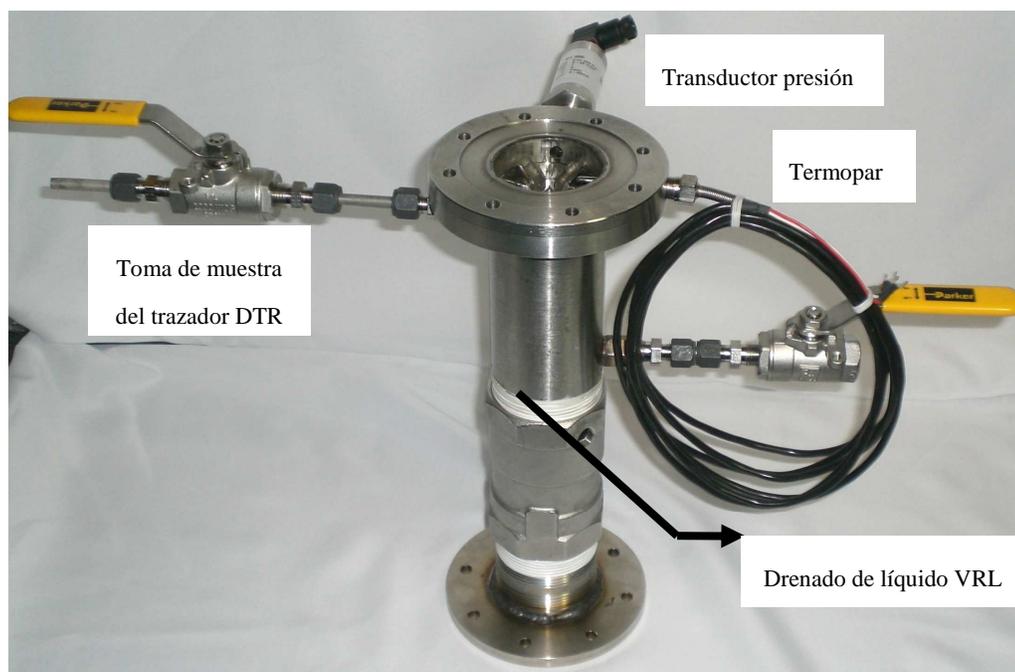
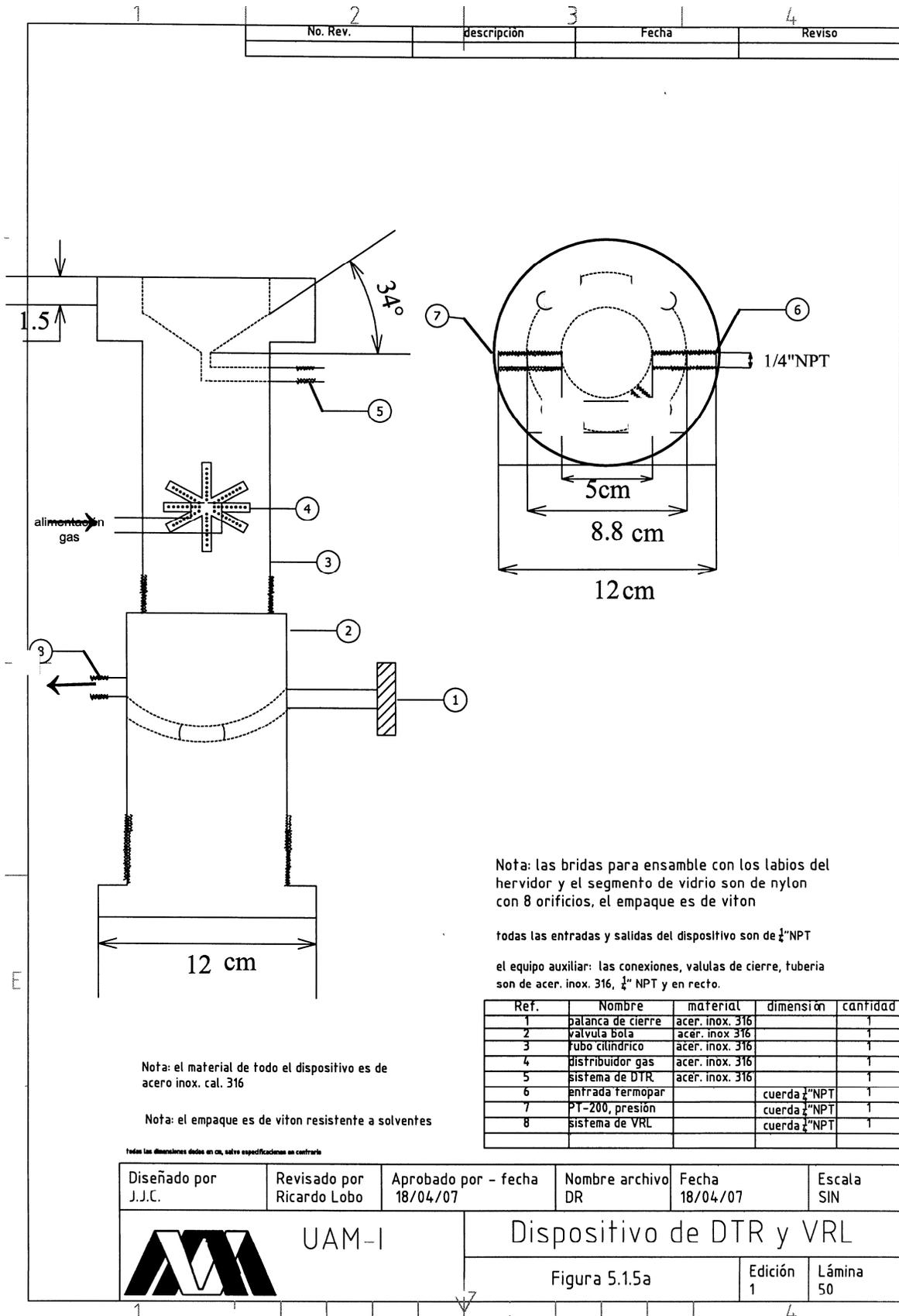


Figura 5.1.5b. Dispositivo mecánico para medir el VRL y la DTR.

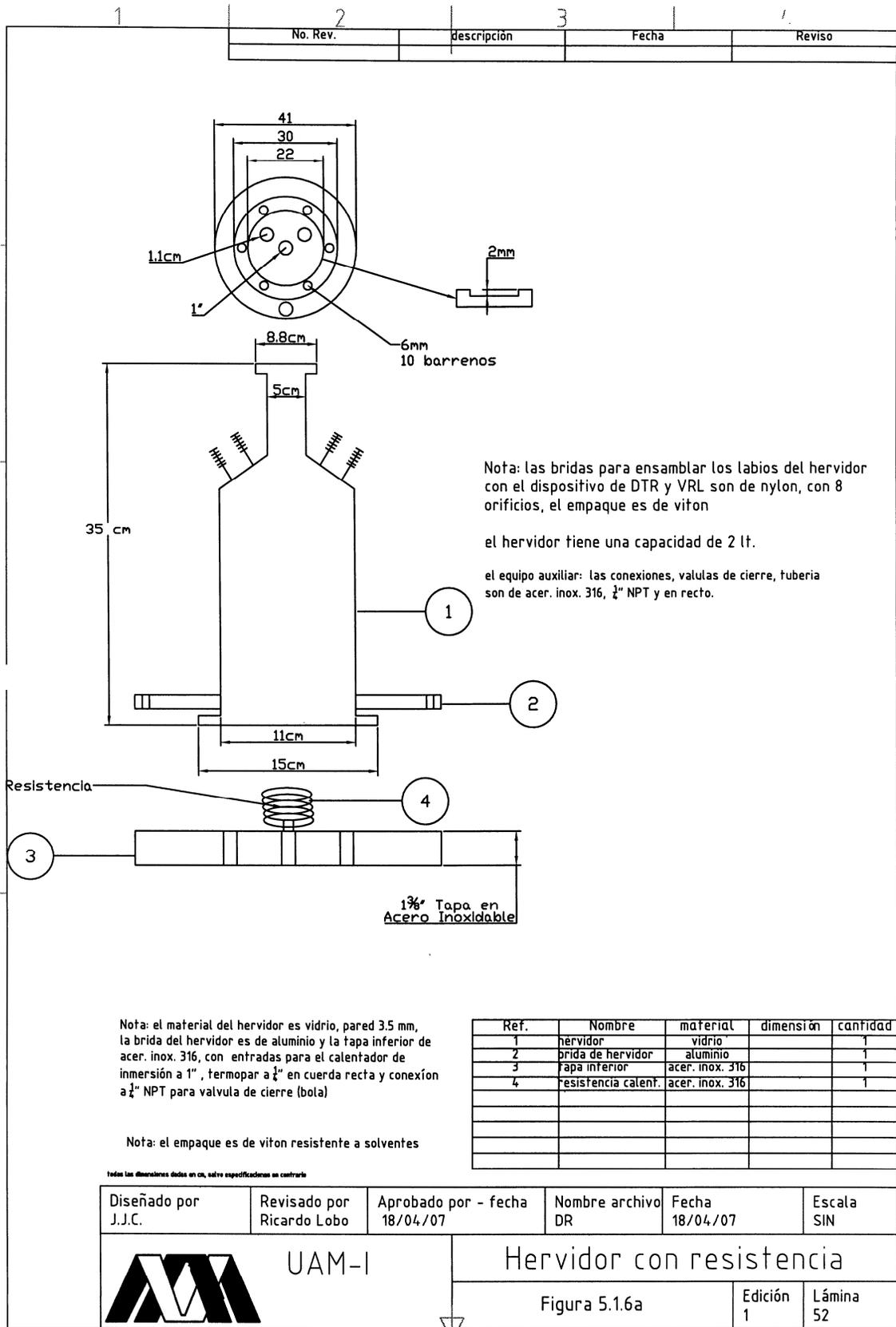


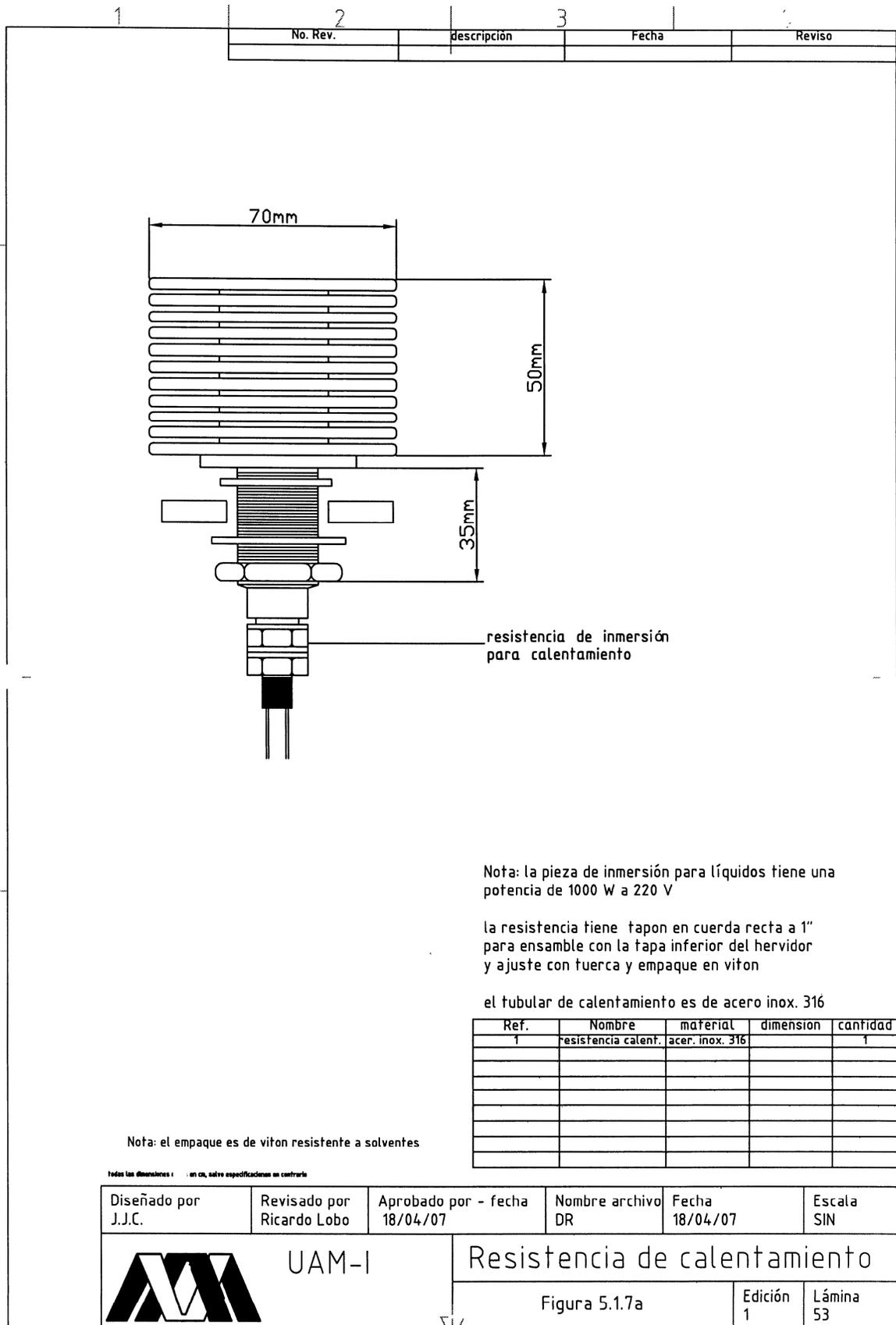
Hervidor y resistencia de calentamiento

En la Figura 5.1.6a se muestra el dibujo técnico del hervidor con capacidad para 2 lt de líquido, cuenta con un sistema de bridas en aluminio y una tapa inferior en acero inoxidable con tres entradas: resistencia de calentamiento, termopar y salida de líquido al condensador lateral. La Figura 5.1.7a muestra la resistencia de calentamiento a inmersión con una potencia de 1000 W y corriente de 220 V. La Figura 5.1.6b muestra la fotografía del hervidor y la resistencia de calentamiento.



Figura 5.1.6b. Hervidor y resistencia de calentamiento para la columna experimental.





Distribuidores de la fase líquida y gaseosa

La Figura 5.1.8a muestra los dibujos de diseño y las características mecánicas de los distribuidores para la fase líquida y gaseosa en acero inoxidable 316 y entradas a 1/4" NPT. El distribuidor de la fase líquida tiene 21 hoyos y el de la fase gas 48 hoyos. La Figura 5.1.8b muestra el distribuidor de la fase líquida y de la fase gas. La figura 5.1.8c muestra la foto de ensamble del distribuidor con un plato de alimentación.

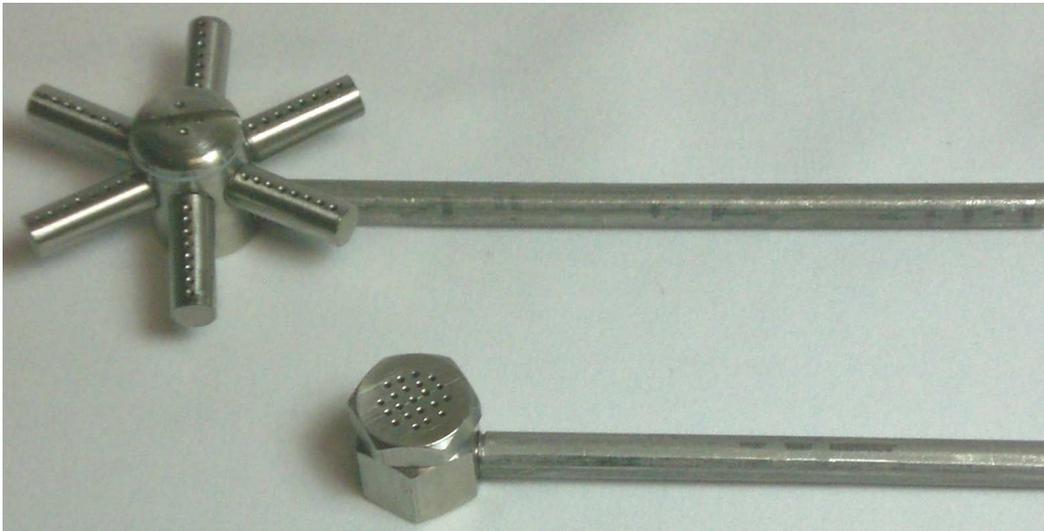
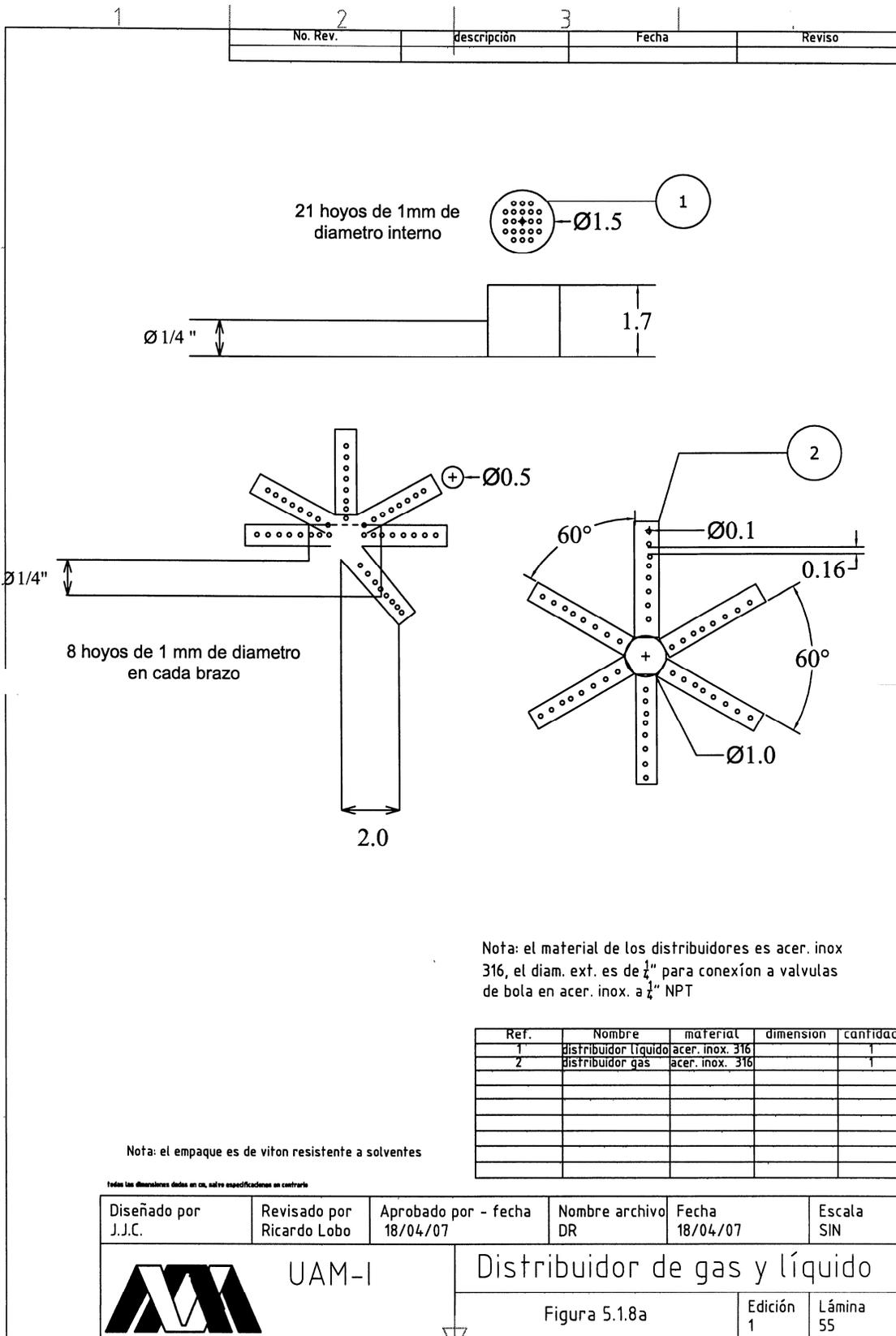


Figura 5.1.8b. Fotografía del distribuidor de la fase líquida (inferior) y de la fase gaseosa (superior).



Figura 5.1.8c. Ensamble del plato de alimentación y el distribuidor para la fase líquida.



Los resultados presentados en este capítulo son consecuencia de la aplicación del proceso de diseño en columnas convencionales de destilación y del diseño original del dispositivo de medición de DTR y VRL. En lo que corresponde a la primera fase del proyecto de destilación reactiva, el presente trabajo incorpora una opción de diseño y construcción que permitirá obtener parámetros hidrodinámicos y de transferencia de masa.

Uno de los beneficios que presenta la construcción de la columna, es la obtención de parámetros hidrodinámicos a condiciones de ebullición, y la deducción de los valores de HETP experimentales para diferentes tipos de mezcla modelo. Esto en función de la geometría del empaque que se diseñó y construyó en este trabajo de tesis, y así se podrá contrastar con datos proporcionados por fabricantes extranjeros en esta tecnología.

La Tabla 5.1.5 muestra las partes, los componentes auxiliares y los equipos de medición que integran el sistema experimental de acuerdo al diseño planteado en este trabajo.

Tabla 5.1.5 Componentes que integran la columna experimental y equipo de medición.

Descripción	Característica generales	Cantidad	Figura
Segmentos de vidrio con labio para bridas	cilindros de vidrio con 3.5 mm en pared, diam. int. 5cm, long. 22 cm, diam.labio 8.8 cm	4	
Platos de alimentación con 4 entradas para medición	acero inoxidable cal. 316, diam. ext. 12cm, diam. int. 5cm, long. 2cm, con 4 entradas de 1/4" NPT	5	5.1.2a
Tapas para condensadores	acero inoxidable cal. 316, diam. ext. 12cm, con orificios roscados para entradas y salidas de 1/4" NPT	7	
Bridas para segmentos de vidrio y condensadores	nylon, diam. ext. 12cm	16	
Condensador superior con doble sistema de enfriamiento	cilindro de vidrio con chaqueta y serpentín de enfriamiento, 3.5mm en pared, long. 56cm, diam. int. 5cm	1	5.1.3a
Condensadores laterales con simple sistema de enfriamiento	cilindro de vidrio con serpentín de enfriamiento, 3.5 mm en pared, long. 40cm, diam. int. 5cm	2	5.1.4a
Hervidor con calentador de inmersión para líquidos	cilindro con capacidad de 2 lt	1	5.1.6a
Bridas superior para hervidor	acero inoxidable cal. 316, diam. ext. 17.5cm	1	
Tapa inferior para hervidor	acero inoxidable cal. 316, diam. ext. 21cm, con entrada para calentador 1", temperatura y salida de liquido 1/4"	1	
Sistema de reflujo con capucha	Vidrio, long. 17.5cm	1	
Sistema para medir DTR, VRL y alimentación de gas	acero inoxidable 316, diam. int. 5cm, bridas de diam. ext. 12cm, entradas de 1/4"NPT, válvula de bola 2", long. 30cm	1	5.1.5a
Distribuidor para gas	acero inoxidable 316, 52 hoyos	1	5.1.8a
Distribuido para líquido	acero inoxidable 316, 21 hoyos	1	5.1.8a
Transductores de presión	partes mojadas acero inox. 316 con salida a digitalizador 4-20mA, PT-200	2	
Empaques para bridas	Material viton resistente a solventes	1 m ²	

Resistencia de calentamiento a inmersión	acero inoxidable 316, 1000 W, 220 V, con rosca recta diam. ext. 1"	1	5.1.7a
Termopares	partes mojadas acero inoxidable 316, con rosca de 1/4"NPT	8	
Conexiones	acero inoxidable 316, para 1/4" NPT marca parker	50	
Válvulas de paso (bola)	acero inoxidable 316, 1/4" NPT	13	
Válvula solenoide de tres vías	partes mojadas acero inox. 316, entrada a 1/2" NPT	1	
Bombas dosificadores electromagnéticas	a prueba de explosión para manejo de hexano a 110 V 60 Hz, parte mojada acero inox.316 conex. 1/4" NPT, cap. 30L/hr, presión iny. 60psi. y 15 L/hr presión iny. 100psia	2	
Digitalizador de temperatura	poder 115 V 60Hz, con 12 entradas para termopares	1	
Rotametros para líquido	para líquido inflamables, a prueba de explosio, 3.56 GPM	1	
Controlador de flujo másico	para N ₂ y aire 0-5 L/min. Y 0-100 L/min. con fuente de poder	2	

5.2 Diseño y construcción del empaque estructurado catalítico

En nuestro país, no se diseñan ni se construyen actualmente empaques estructurados catalíticos, ni se dispone de la información en la literatura abierta, por ser productos patentados. Esto limita su diseño y construcción, por lo que se deben comprar en el extranjero con un incremento en gastos de inversión de tecnología. Por esta razón, se propone un diseño que está basado en los antecedentes del Capítulo 3.

El diseño del soporte para empacar la columna se basa en el concepto teórico de empaques estructurados convencionales usados en procesos de destilación, y en el concepto de reactores de tres niveles de porosidad, donde las partículas catalíticas son empacadas en canastas de malla de alambre. Esto lleva a un único diseño y construcción de un contactor de tres fases gas-líquido-sólido para sistemas de destilación reactiva heterogénea, flexible a diferentes configuraciones de secciones de reacción y separación.

Las bases y dimensiones del diseño, que se usaron para la construcción de las láminas corrugadas y de las bolsas empacadas con partículas esféricas de vidrio se describieron en las secciones 3.2, 3.3 y 3.4. Por ello, se presenta a continuación sólo los resultados en la construcción del empaque.

Los factores que se consideraron para la selección de los materiales en la construcción del empaque estructurado catalítico, dentro de las cuales destacan:

- Resistencia mecánica a la fabricación de la forma geométrica, requerida en las bolsas y en las láminas corrugadas.
- Resistencia química a la corrosión de solventes.
- Disponibilidad del material en las dimensiones que se requieren en tamaño de malla.
- No interferencia y/o reacción química con los componentes en estudio y los fenómenos hidrodinámicos y de eficiencia de separación.

Laminas corrugadas

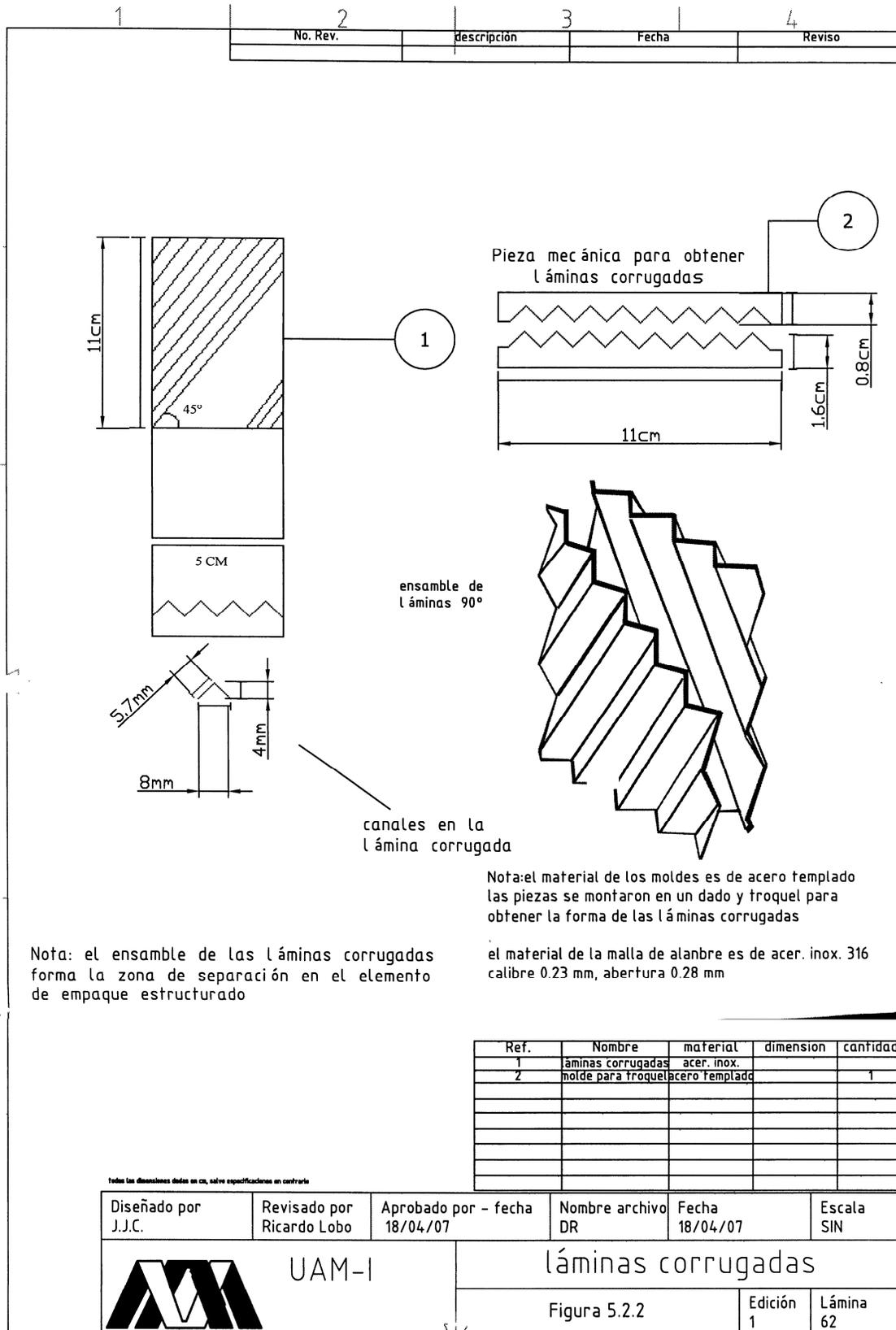
Los empaques estructurados fueron construidos en acero inoxidable 316 para tener alta resistencia química y buenas características de mojado sobre la superficie de la malla de alambre. La construcción de los empaques se realizó en dos partes; láminas corrugadas para la sección de destilación y bolsas de malla para la zona reactiva. Las láminas corrugadas fueron obtenidas con moldes en acero tratado montados en un troquel, para obtener la forma geométrica de los canales, con un ángulo de inclinación de 45° y así tener un buen drenado de la fase líquida sobre el lecho empacado, la suavidad en los picos de los canales disminuirá la fricción del flujo de vapor ascendente y aumentará la capacidad de carga de las fases.

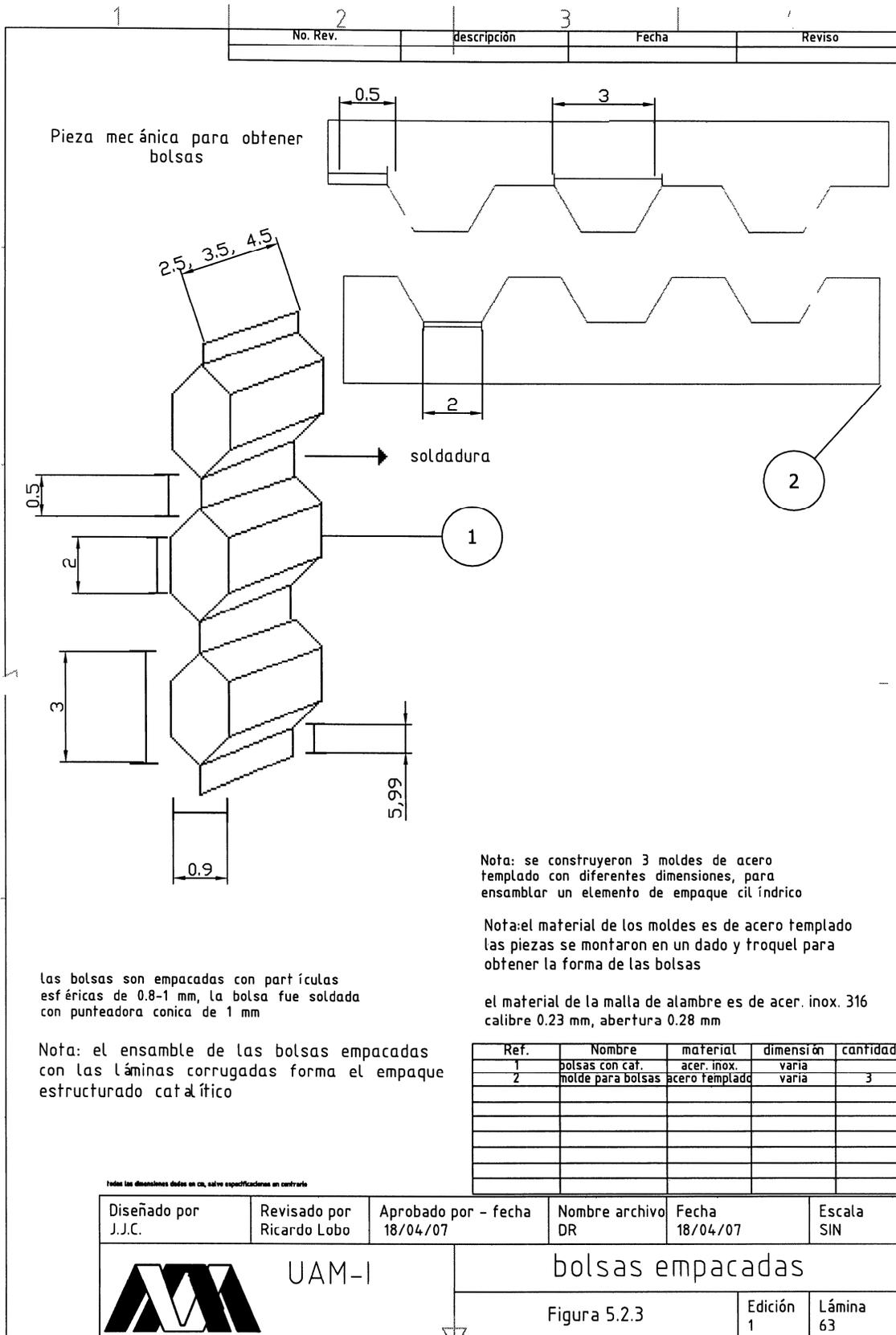
Bolsas de malla de alambre

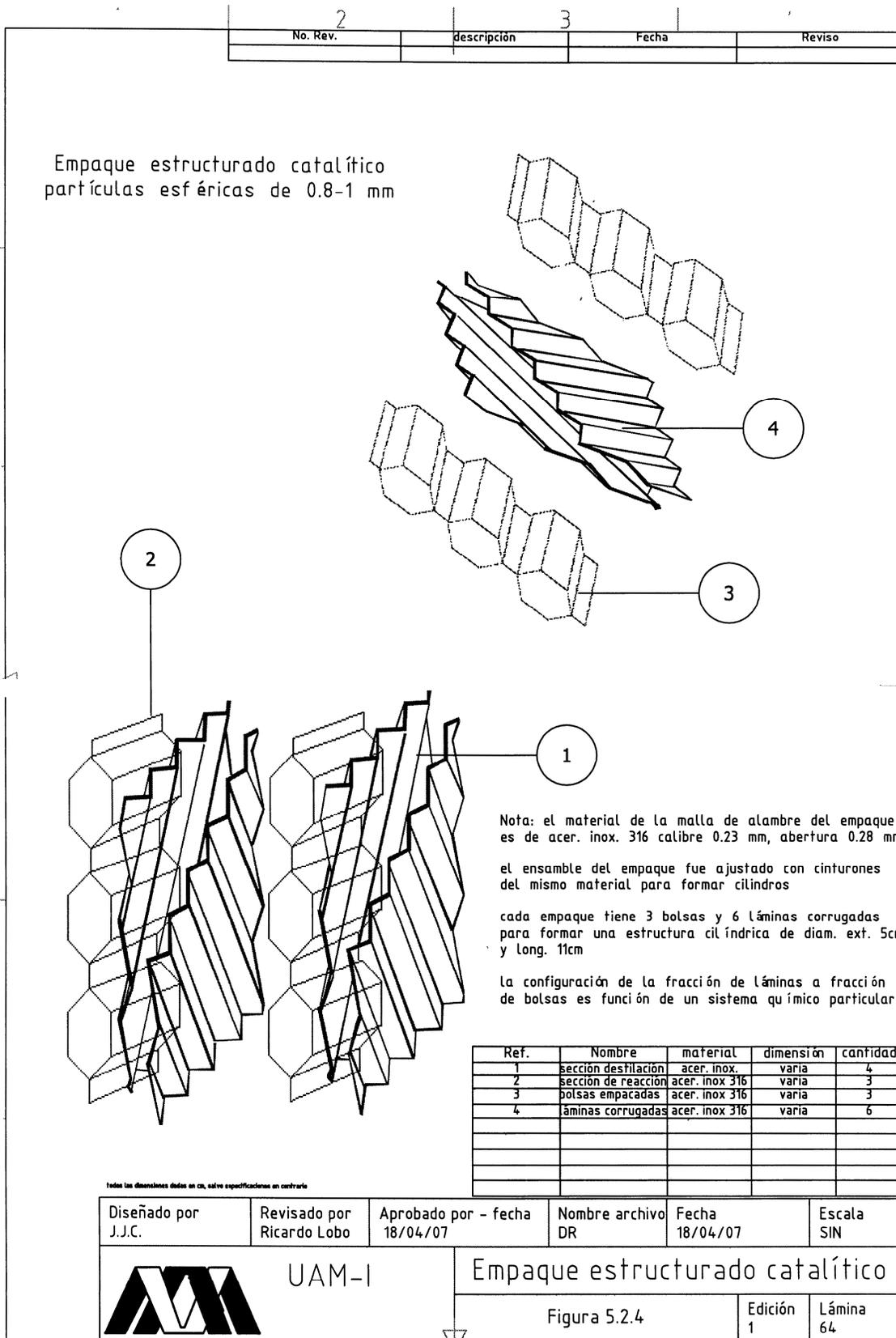
Las bolsas del elemento de empaque son de malla de alambre en acero inoxidable 316 y son obtenidas con 3 moldes de diferentes dimensiones, que se construyeron en acero tratado y posteriormente se montaron en un troquel para obtener la forma geométrica, como se especificó en la Figura 3.2.1. Los moldes consisten en dos compartimentos y tres canales que se empacan con partículas de vidrio. Para ensamblar las bolsas empacadas se soldó la periferia de estas, con una máquina punteadora cuyos electrodos se diseñaron de forma especial por Industrias electromagnéticas MAC'S. El elemento de empaque estructurado catalítico fue finalmente ensamblado en las instalaciones de la UAM-I para una configuración que conforma dos láminas corrugadas por bolsa empacada. La Figura 5.2.1 muestra los moldes en acero tratado que se diseñaron para obtener las láminas corrugadas y las bolsas para empacar las partículas de vidrio. De igual forma, en las Figuras 5.2.2, 5.2.3 y 5.2.4 se presentan los dibujos técnicos del diseño de los empaques internos que se construyeron en este trabajo de tesis. Finalmente, una representación fotográfica del empaque estructurado catalítico es presentada en la Figura 5.2.4a, 5.2.4b y 5.2.4c.



Figura 5.2.1. Moldes en acero tratado para la construcción de láminas corrugadas y bolsas para empacar partículas esféricas.







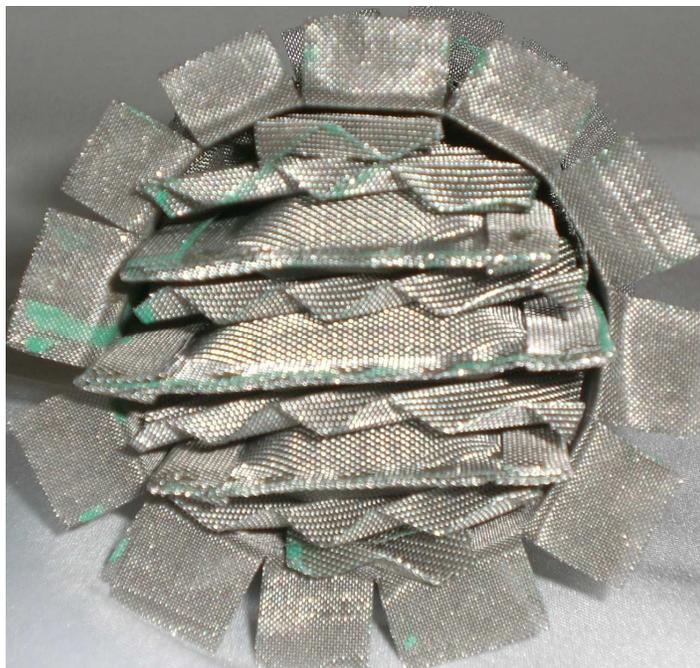


Figura 5.2.4a. Representación fotográfica del empaque estructurado catalítico que se construyó en este proyecto para empacar la columna experimental (vista superior).



Figura 5.2.4b. Representación fotográfica del empaque estructurado catalítico que se construyó en este proyecto para empacar la columna experimental (vista lateral).

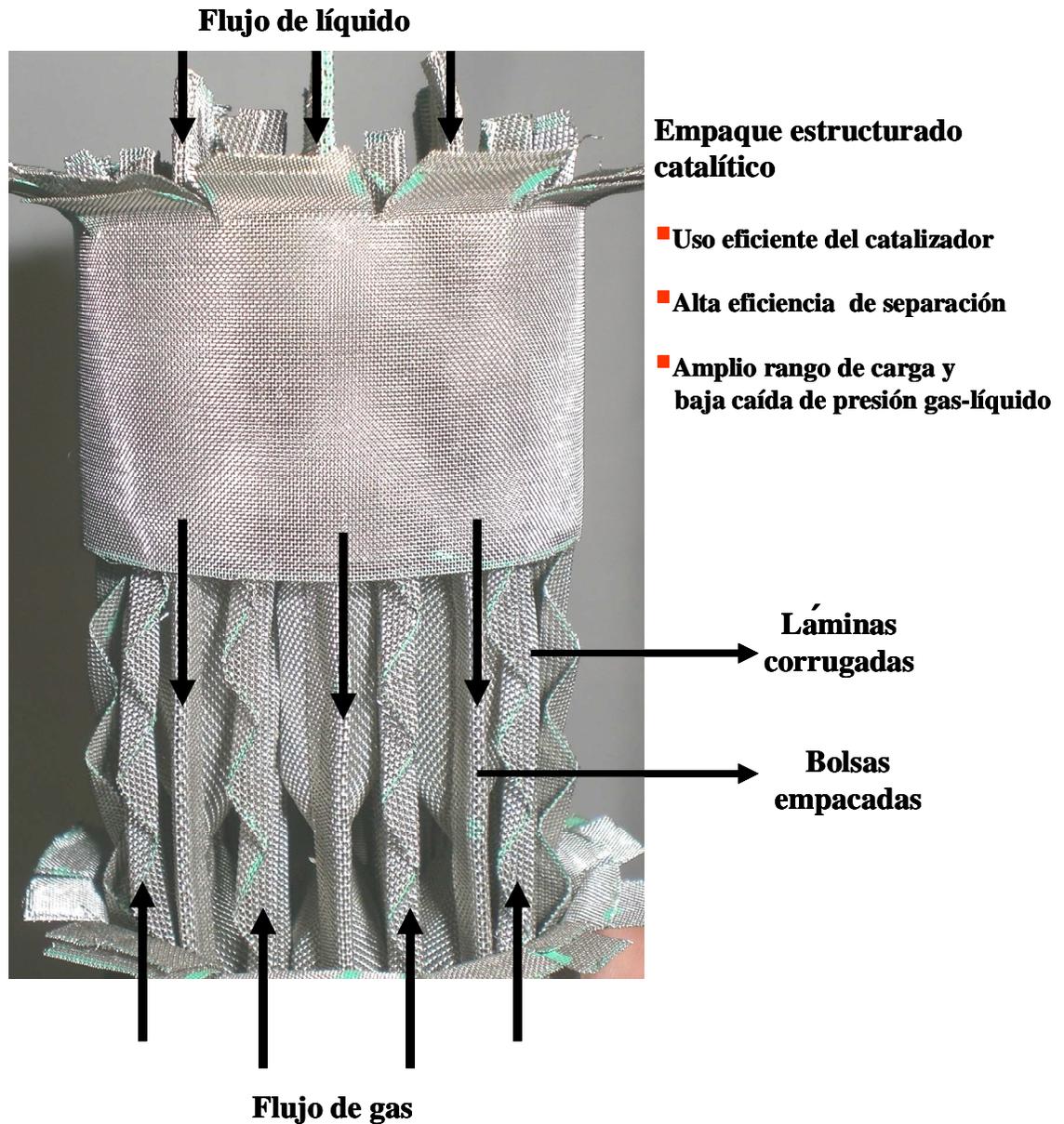


Figura 5.2.4b. Representación fotográfica del empaque estructurado catalítico (vista lateral)

Después de haber obtenido los resultados anteriormente descritos en la sección 5.1A, 5.1B y 5.2 se da por terminado el diseño de la columna y del empaque estructurado catalítico. Existen piezas auxiliares que conforme se fue detallando los elementos o conjuntos de ensamble se llegó a la necesidad de ellos, estas piezas cumplen funciones específicas consideradas como secundarias; debido a esto no considera pertinente mencionarlas.

La Tabla 5.2.1 resume las propiedades geométricas del empaque estructurado catalítico que se construyó en este trabajo de tesis.

Tabla 5.2.1. Datos geométricos y de propiedades de las partes que integran el empaque estructurado catalítico.

Parámetro de diseño	Valor
Altura de la zona reactiva en un elemento de empaque, cm	11
Altura efectiva del lecho catalítico en un elemento de empaque, cm	9
Espesor de la zona reactiva en un elemento de empaque, cm	0.9
Longitud de las zonas reactivas, cm	2.5, 3.5, 4.5
Número de zonas reactivas en un elemento de empaque	3
Altura de las láminas corrugadas, cm	10
Área geométrica específica, m^2/m^3	ε (712.5)
Altura total de un elemento de empaque, cm	11
Diámetro del elemento de empaque, cm	5
Ángulo de corrugación	45°
Fracción vacía del elemento de empaque, m^3/m^3	(a)
Diámetro hidráulico, mm	5.61
Diámetro de partículas esféricas, mm	0.8-1
Densidad del lecho catalítico, Kg/m^3	217.51 (\mathcal{E})

^(a)La fracción vacía del empaque se debe determinar experimentalmente.

Es importante señalar que el diseño está orientado a las necesidades y requerimientos de nuestros propósitos y que la estructura del sistema no será permanente por lo que será indispensable hacer uso de innovaciones que permitan extender su aplicación y operación de la columna empacada.

Por último, se mencionan los beneficios que se pueden obtener en futuras aplicaciones experimentales del trabajo de esta tesis.

5.3 Trabajo a futuro en la columna experimental

Este proyecto fue desarrollado de acuerdo a los objetivos que se plantearon, por lo que se hacen las siguientes recomendaciones:

- Proponer una metodología de arranque y de paro de la columna, una metodología para la obtención de los parámetros hidrodinámicos y de transferencia de masa a condiciones de ebullición.
- Obtener los parámetros hidrodinámicos a condiciones ambiente para sistemas orgánicos y acuosos, variando para un amplio rango de velocidades los flujos gas y líquido, con el objetivo de observar los distintos regímenes de flujo y obtener el punto de inundación como parámetro de diseño en columnas empacadas, este será específico del empaque estructurado catalítico que se construyó en este trabajo de tesis.
- La operación de la columna permitirá determinar las propiedades de transferencia de masa de los distintos tipos de empaques estructurados catalíticos que se ofrecen en el mercado y los fabricados en este proyecto, para la separación de distintas mezclas químicas. Se podrán generar graficas hidrodinámicas y se definirán regímenes de operación, para diseños de columnas de máxima separación, alta capacidad de carga, carga eficiente de catalizador y de alta estabilidad en la operación.

- Obtener experimentalmente la eficiencia de separación de diferentes mezclas modelo para un amplio rango de carga de gas en función de la geometría del empaque estructurado catalítico.
- Los parámetros hidrodinámicos y de eficiencia de transferencia de masa podrán ser implementados en un ambiente matemático de modelamiento riguroso que ayude a superar algunas incertidumbres asociadas con el diseño del proceso y escalamiento de columnas de destilación catalítica.
- Utilizar el método de dinámica de fluidos computacional para realizar un estudio más detallado en el análisis de la geometría del empaque estructurado. Esto con el objetivo de obtener un empaque más funcional y óptimo. Para con ello, mejorar las propiedades hidrodinámicas, alcanzar mayores límites de inundación y aumentar la transferencia de masa mediante un mejor diseño mecánico y geométrico de los elementos de empaque.

Cabe hacer mención que la presente investigación forma parte de un proyecto que permitirá obtener pruebas experimentales de hidrodinámica y eficiencia de separación para empaques estructurados catalíticos, esto pretende contribuir en la comprensión de fenómenos físicos (comportamiento de flujo) en columnas de destilación reactiva, esto se construirá y montara en una planta piloto de UAM-I. Sin embargo, el estudio solo muestra el diseño y construcción de un proceso que no considera la reacción y los efectos de la transferencia de calor, por lo que lo consecutivo es generar las condiciones para implementar los servicios auxiliares para el dispositivo experimental y llevar acabo procesos de síntesis de sistemas químicos bajo condiciones de reacción, ebullición y presiones moderadas como en el caso de la producción de MTBE mediante la tecnología de destilación reactiva heterogénea, así como también es conveniente trabajar en un análisis mas extenso de la metodología de arranque a estas condiciones y el control para la estabilidad en estos tipos de sistemas.

CONCLUSIONES

Al proponer el diseño y construcción de la columna experimental, como parte de un proyecto global de destilación reactiva heterogénea, se pretende aportar una posible solución que representa la escasa información abierta en hidrodinámica y en transferencia de masa de empaques estructurados catalíticos. El diseño de la columna facilitara la obtención de parámetros hidrodinámicos en condiciones ambiente y de ebullición, operando en contracorriente las fases gas y líquido. Así mismo, la columna podrá ser operada a condiciones de destilación, para determinar la eficiencia de separación de distintos tipos de empaques internos que se ofrecen en el mercado y el que se construyó en este trabajo de tesis, el cual, permite flexibilidad con respecto a la carga del catalizador dentro de la columna y su configuración interna podrá ser ajustada en función de las necesidades de un sistema químico particular.

NOMENCLATURA

a	área específica de superficie, m^2/m^3
a_p	área específica del empaque por unidad de volumen de la columna, m^2/m^3
$a_{s,cc}$	área específica de los canales cerrados en el empaque, m^2/m^3
$a_{s,ca}$	área específica de los canales abiertos en el empaque, m^2/m^3
b	base de corrugación, m
C	concentración másica del trazador, g/m^3
CFD	dinámica de fluidos computacional
d_c	diámetro de la columna, m
d_{eq}	diámetro equivalente, m
d_h	diámetro hidráulico, m
d_p	diámetro de partícula, m
D_{ax}	coeficiente de dispersión, m^2/s
Fr	numero de Froude
F_{LG}	parámetro de flujo
F-factor	factor de fricción, $Pa^{0.5} = u_v \rho^{0.5}$
g	aceleración de la gravedad, m/s^2
H	altura de la columna, m
HETP	altura equivalente a un plato teórico, m
h	altura de corrugación, m
h_d	volumen de retención de líquido dinámico, m^3 líquido/ m^3 columna
h_e	volumen de retención de líquido estático, m^3 líquido/ m^3 columna
h_L	volumen de retención de líquido, m^3 líquido/ m^3 columna
$h_{L,I}$	volumen de retención, m^3 líquido/ m^3 columna
K	factor de pared
L_p	altura del lecho empacado, m

n	mínimo de etapas teóricas
N	numero de unidades de transferencia de masa
Pe	numero de Peclet
ΔP	caída de presión, Pa
$(\Delta P / \Delta z)_G$	caída de presión de gas por longitud de lecho, Pa/m
$(\Delta P / \Delta z)_{GL}$	caída de presión gas-líquido por longitud de lecho, Pa/m
Re_G	numero de Reynolds para la fase gas
Re_L	numero de Reynolds para la fase líquida
s	longitud del lado de la corrugación, m
t	tiempo, s
u_L	velocidad superficial de líquido, m/s
u_{Le}	velocidad efectiva de líquido, m/s
$u_{v,I}$	velocidad superficial de vapor en el punto de inundación, m/s
x_B	fracción mol en el fondo de la columna
x_D	fracción mol en el destilado

Símbolos griegos

α	ángulo de las corrugaciones del empaque
γ	parámetro de distribución de flujo de líquido
Γ	fracción de área ocupada por las laminas corrugadas, m ² /m ²
ε	fracción de huecos o porosidad del lecho, m ³ hueco/m ³ lecho
ε_r	fracción vacía dentro de las bolsas, m ³ /m ³
ε_s	fracción vacía en la zona de separación, m ³ /m ³
ζ_{CD}	perdidas relacionadas a los cambios de dirección
ζ_{GG}	interacción gas-gas en los canales transversales
ζ_{GL}	interacción gas-líquido a lo largo de la interfase del canal
η_G	viscosidad de la fase gas, cP

η_L	viscosidad de la fase líquida, cP
Λ	fracción de volumen de catalizador, m ³ /m ³
ξ	factor de fricción
ρ_G	densidad de gas, Kg/m ³
ρ_L	densidad de líquido, Kg/m ³
φ	fracción de dinámica de líquido
X	fracción de números de canales abiertos por empaque
ψ	fracción de volumen de catalizador, m ³ /m ³

Subíndices

<i>ac</i>	abajo del punto de carga
<i>ca</i>	canales abiertos
<i>cc</i>	canales cerrados
<i>ce</i>	canales empacados
<i>d</i>	dinámica
<i>dc</i>	después del punto de carga
<i>e</i>	estática
<i>G</i>	gas
<i>GL</i>	gas-líquido
<i>L</i>	líquido
<i>m</i>	malla de alambre
<i>max</i>	máxima
<i>pc</i>	punto de carga
<i>w</i>	pared

parámetros

A, C, D	parámetros de ajuste
B, m, D, a, b	parámetros de ajuste

REFERENCIAS

Akbarnejad M. M., Safekordi A. A., (2000), A study on the capacity of reactive distillation bale packings: experimental measurements, evaluation of the existing models, and preparation of a new model, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 39, 3051-3058.

Behrens M., (2006a), Hydrodynamics and mass transfer of modular catalytic structured packing, Ter verkrijging van de graad van doctor aan de Technische Universiteit Delft.

Behrens M., Olujic Z., Jansens P. J., (2006b), Combining reaction whit distillation hydrodynamic and mass transfer performance of modular catalytic structured packings, *Chemical Engineering Research and Design*, 84 (A5), 381-389.

Bravo J. L., Rocha J. A., Fair J. R., (1986), Pressure drop in structured packings, *Hydrocarbon Processing*, 45-49.

Bravo J. L., Pyhalahti A., (1993), Investigations in a catalytic distillation pilot plant: vapor/liquid equilibrium, kinetics, and mass-transfer issues, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 32, 2220-2225.

Brinkmann U., Shilkin A., Modeling of separation processes in structured packed columns with the hydrodynamic analogy approach, University of Dortmund,

Caetano M. G., González J. C., (2004), Flowdynamic modeling of bale-type catalytic distillation packings, *Separation Science and Technology*, Vol. 39, No. 4, 855-877.

Ellenberger J., Krishna R., (1999), Counter-current operation of structured catalytically packed distillation columns: pressure drop, holdup and mixing, *Chemical Engineering Science*, 54, 1339-1345.

Fair J. R., Seibert A. F., Behrens M., (2000), Structured packing performance-experimental evaluation of two predictive models, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 39, 1788-1796.

Fair J. R., Bravo J. L., (1990), Distillation columns containing structured packing, *Chemical Engineering Progress*, 19-29.

Gianetto A. y Specchia V., (1992), Trickle bed reactors: State of the art and perspectives, *Chemical Engineering Science*, 47, 3197-3213.

Gotze L., Bailer O., Moritz P., (2001), Reactive distillation with Katapak, *Catalysis Today*, 69, 201-208.

Higler A. P., Krishna R., Ellenberger J., Taylor R., (1999), Counter-current operation of a structured catalytically packed phase mixing and mass transfer, *Chemical Engineering Science*, 54, 5145-5152.

Hoffmann A., Noeres C., Gørak A., (2004), Scale-up of reactive distillation columns with catalytic packings, *Chemical Engineering and processing*, 43, 383-395.

Henry Z. Kister, (1992), *Distillation Design*, MacGraw-Hill, Inc. New York.

Iliuta I., Larachi F., Grandjean B.P.A., (1999), Residence time, mass transfer and back-mixing of the liquid in trickle flow reactors containing porous particles, *Chemical Engineering Science*, 54, 4099-4109.

Iliuta I., Larachi F., (2001), Mechanistic model for structure packing containing columns: irrigated pressure drop, liquid holdup, and packing fractional wetted area, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 40, 5140-5146.

Kolodziej A., Hoffmann A., Gørak A., (2001), Determination of catalytic packing characteristics for reactive distillation, *Catalysis Today*, 69, 75-85.

Kolodziej A., Bylica I., (2004a), Mass Transfer and hydraulics for Katapak-S, *Chemical Engineering and Processing*, 43, 457-464.

Kolodziej A., Jaroszynski M., Salacki W., (2004b), Catalytic distillation for tame synthesis with structured catalytic packings, *Chemical Engineering research and Design*, 82(A2), 175-184.

Krishna R., Sie T. S., (1994), Strategies for multiphase reactor selection, *Chemical Engineering Science*, 49, 4029-4065.

Kundu A. Nigam K. D. P., Verma R. P., (2002), Modeling hydrodynamics of trickle-bed reactors at high pressure, *AIChE Journal*, 48, No. 11.

Lebens P.J.M., Kapteijn F., Moulijn J.A., (1999a), Potentials of finned monoliths as a packing for multifunctional reactors, *Chemical Engineering Science*, 54, 1359-1365.

Lebens P. J. M., Stork M. M., Kapteijn F., (1999b), Hydrodynamics and mass transfer issues in a countercurrent gas-liquid internally finned monolith reactor, *Chemical Engineering Science*, 54, 2381-2389.

Moritz P., Hasse H., (1999), Fluid dynamics in reactive distillation packing katapak-S, *Chemical Engineering Science*, 54, 1367-1374.

Manduca E., González C. J., (2003), Mass transfer characteristics of bale-type catalytic distillation packing, *Separation Science and Technology*, 38, 14, 3535-3552.

Marchot P., Crine M., Toye D., (2005), Imaging of liquid distribution in reactive distillation packings with a new high-energy x-ray tomograph, *Measurement Science and Technology*, 16, 2213-2220.

Noeres C., Dadhe K., Gørak A., (2004), Model-based design, control and optimisation of catalytic distillation processes, *Chemical Engineering and Processing*, 43, 421-434.

Noeres C., Hoffmann A., Gørak A., (2002), Reactive distillation: Non-ideal flow behaviour of the liquid phase in structured catalytic packings, *Chemical Engineering Science*, 57, 1545-1549.

Noeres C., Kenig E. Y., Gorak A., (2003), Modelling of reactive separation processes: reactive absorption and reactive distillation, *Chemical Engineering and Processing*, 42, 157-178.

Ojeda J. A., Krishna R., (2004), In-situ stripping of H₂S in gasoil hydrodesulphurization: reactor design consideration, *Chemical Engineering Research and Design*, 82(A2), 208-214.

Ratheesh S., Kannan A., (2004), Holdup and pressure drop studies in structured whit catalysts, *Chemical Engineering Journal*, 104, 45-54.

Reinecke N., Meyer D., (1997), Investigation of the two-phase flow in trickle-bed reactors using capacitance tomography, *Chemical Engineering Science*, 52, 2114-2127.

Rocha Antonio J., Bravo L. J., Fair R. James, (1993), Distillation columns containing structured packings: A comprehensive model for their performance. 1. Hydraulic models, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 32, 641-651.

Rocha J. A., Bravo J. L., Fair J. R., (1999), Rebuttal to the comments of Dr. Jun-Hong Qiu on "Distillation columns containing structured packings: a comprehensive model for their performance. 1. hydraulic models, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 38, 3188-3189.

Sàez A. E., Yèpez M. M., (1991), Volumen de retención estático en lechos empacados de partículas esféricas, *AICHE Journal*, 37, 11.

Safinski T., (2005), Catalytic distillation for the synthesis of tertiary butyl alcohol, Thesis for the degree of Doctor of Philosophy in Chemical Engineering and Industrial Chemistry, University of New South Wales.

Soare G., Bozga G., Dima R., Experimental study of solid-liquid mass transfer in column with structure packing, University Politehnică of Bucharest, Departament of Chemical Engineering, Polizu 1, 78126, Bucharest, Romania

Shilkin A., Kenig E. Y., (2005), A new approach to fluid modeling in the columns equipped with structured packings, *Chemical Engineering Journal*, 110, 87-100.

Subawalla H., Fair J. R., (1999), Design guidelines for solid-catalyzed reactive distillation systems, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 38, 3696-3709.

Subawalla H., Gonzalez C. J., Fair R. J., (1997), Capacity and efficiency of reactive distillation bale packing: modeling and experimental validation, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 36, 3821-3832.

Swaij W. P. M. V., Charpentier J. C., Villiermaux J., (1969), Residence time distribution in the liquid phase of trickled flow in packed columns, *Chemical Engineering Science*, 24, 1083-1095.

Stankiewicz A., (2003), Reactive separations for process intensification: an industrial perspective, *Chemical Engineering and Processing*, 42, 137-144.

Taylor R., Krishna R., (2000), Modelling reactive distillation, *Chemical Engineering Science*, 55, 5183-5229.

Van Hasselt B.W., Lindenbergh D. J., Calis H. P., Sie S. T., Van Den Bleek C. M., (1997), The three-levels-of-porosity reactor. A novel reactor for countercurrent trickle-flow processes, *Chemical Engineering Science*, 52, 3901-3907.

Van Hasselt B.W., Lebens P.J.M., Calis H.P.A., Kapteijn, (1999), A numerical comparison of alternative three phase reactors with a conventional trickle-bed reactor. The advantages of countercurrent flow for hydrodesulfurization, *Chemical Engineering Science* 54, 4791-4799.

APENDICE

Hidrodinámica de empaques estructurados catalíticos

Con el objetivo de desarrollar una metodología experimental, en un trabajo a futuro, para la columna que se diseñó y construyó como parte de este trabajo de tesis se exponen algunos conceptos teóricos sobre la hidrodinámica y las características del mezclado de las fases fluidas en columnas empacadas con soportes estructurados catalíticos. La hidrodinámica de las fases fluidas se expresa en parámetros como: los regímenes de flujo, el volumen de retención del líquido, la caída de presión y el comportamiento del flujo. Estas características hidráulicas son importantes en el diseño y afectan en la demanda energética del proceso, el tamaño y dimensiones de la columna de DC. Por lo que se describen a continuación.

Importancia de la fenomenología en reactores trifásicos

El comportamiento del flujo de las fases individuales (su grado de mezclado) en un reactor trifásico influye apreciablemente en el rendimiento y/o selectividad de la reacción. Dependiendo de la escala del mezclado a considerar, el fenómeno puede dividirse en micromezclado y macromezclado. El macromezclado informa sobre los tiempos de retención dentro de un equipo de elementos de volumen de fluido, en tanto que el micromezclado describe la "comunicación" entre estos elementos de volumen. En el modelado es importante el grado de mezclado (macromezclado) de las fases individuales, el cual puede representarse por alguno de los límites ideales (flujo pistón, mezclado completo) o modelos de flujo no ideales. El modelo de flujo más cercano a la realidad se infiere del comportamiento de la distribución de tiempos de residencia (DTR) de las fases dentro del reactor. La DTR depende del tipo de equipo, geometría, dirección del flujo de las fases (cocorriente, contracorriente, flujo cruzado), las magnitudes de los flujos y su cociente, las propiedades de las fases, la naturaleza de la distribución del gas y del líquido, la geometría del soporte y el tamaño de empaque.

En los reactores trifásicos, la consideración del régimen de flujo es de primordial importancia, ya que de éste dependen: la caída de presión; las magnitudes de los coeficientes de masa interfacial; las áreas de contacto fluido-fluido y fluido-sólido; y los volúmenes de retención de las fases fluidas (Gianetto y Specchia, 1992). El régimen de flujo depende de las velocidades superficiales gas-líquido y de su orientación (contracorriente, cocorriente). Los regímenes de flujo pueden ser: flujo escurrido (baja interacción gas-líquido), flujo pulsante y burbujeante (alta interacción gas-líquido). La falta de caracterización del régimen de flujo puede conducir a interpretaciones incorrectas de la cinética, diseño y escalamiento del reactor.

Puesto que la hidrodinámica y los coeficientes de transporte son dependientes de los patrones de flujo, es importante identificar y predecir los regímenes de flujo prevalecientes como una función de las variables de operación y propiedades físicas del sistema de interés.

Safinski, (2005) analiza la capacidad de las columnas empacadas para un proceso convencional de destilación usando empaques al azar o estructurados para la zona de separación, sin considerar la zona reactiva, y encuentra cuatro regimenes de flujo hidrodinámicos, a saber:

- *Régimen de mala distribución.* Bajo una cierta influencia del líquido, se da una velocidad de mojado mínima, el descenso de líquido es interrumpido, algunas superficies del empaque permanecen secas y la eficiencia es muy pobre. En este caso, las resistencias al mojado son la gravedad y la viscosidad.
- *Régimen de precarga.* La mayoría de columnas empacadas se diseñan para operar en este régimen, el cual está por debajo del 70% de la velocidad de inundación (las columnas de platos se operan arriba del punto de carga). En este régimen la eficiencia en la columna es independiente de la velocidad de flujo y la caída de presión de la columna se incrementa con la velocidad de vapor. Un incremento en las cargas de vapor y líquido mejora los coeficientes de transferencia de masa y el área interfacial, disminuyendo el tiempo de residencia. Los empaques estructurados permiten menos el movimiento lateral del fluido que los empaques al azar y mayor cantidad de vapor se transporta en forma ascendente dentro de la columna.

- *Régimen de carga.* La velocidad de flujo en el punto de carga se alcanza cuando la velocidad del gas empieza a interferir con el drenado libre del líquido. Kister (1992) argumenta que en la región del punto de carga, el efecto de retromezclado de la fase líquida afecta la eficiencia de transferencia de masa, debido a la reducción de la fuerza motriz del gradiente de concentraciones dentro de la columna empacada.
- *Régimen de inundación o arriba del punto de carga.* Este régimen se caracteriza por una alta inestabilidad y una pobre eficiencia de separación, por lo que esta operación debe evitarse. El punto de inundación puede ser subjetivo e incluir características como: aparición de zonas estancadas de líquido en los fondos del lecho y un incremento en la caída de presión, un incremento en el volumen de retención de líquido y una notable caída en la eficiencia de separación. Un efecto del fenómeno de inundación puede representarse por la inclinación al infinito de los puntos experimentales en una grafica de caída de presión vs velocidad de flujo y la velocidad del gas, donde la eficiencia de separación llega a ser cero o el valor de HETP (altura equivalente de plato teórico) es infinito.

Los parámetros hidrodinámicos que deseablemente deben evaluarse experimentalmente son: el régimen de flujo, la distribución de tiempos de residencia, las caídas de presión, la eficiencia de mojado y el volumen de retención del líquido. En lo que sigue, se definen conceptos teóricos de algunos parámetros hidrodinámicos, los cuales podrán obtenerse en la columna empacada que se construyo en este trabajo de tesis.

Hidráulica de los flujos gas y líquido en empaques estructurados catalíticos

Regímenes de flujo

Hoffmann y col., (2004) identificaron tres tipos de regímenes de flujo para empaques estructurados catalíticos tipo Katapak-S en función de la carga de líquido. Estos autores definieron una velocidad máxima de líquido $u_{L,max}$ dentro de las bolsas con catalizador, que depende de las propiedades físicas del líquido y de las propiedades hidráulicas del lecho

catalítico, del tamaño de partícula d_p y la fracción vacía, ε_r , dentro de las bolsas (espacios interpartícula). En cargas de líquido arriba del valor máximo, las bolsas empacadas están completamente llenas con líquido y un exceso de la fase se desvía fuera de las bolsas hacia la zona de separación, donde ε_s , representa la fracción ocupada por láminas corrugadas.

Aunque la estructura tipo Katapak-SP difiere significativamente de la Katapak-S, estos regímenes de flujo también se observan experimentalmente (Hoffmann y col., 2004). Debido a la forma modular de la zona de separación y reacción, el empaque estructurado catalítico Katapak-SP garantiza un frecuente mezclado de líquido y un alto contacto entre las fases, incluso en bajas cargas de líquido. Las observaciones experimentales muestran que el líquido desciende sobre un elemento de empaque estructurado catalítico en tres tipos de regímenes de flujo que dependen de la carga de líquido (Moritz y col., 1999).

Régimen de flujo abajo del punto de carga

Cuando la carga de líquido u_L está por debajo del punto de carga ($u_L < u_{L,max}$), las partículas se mojan completamente debido a su pequeño tamaño de diámetro. Sin embargo, el espacio interpartícula no está completamente ocupado por la fase líquida. La presencia del líquido dentro de las bolsas empacadas es fenómeno capilar. Una vez que el líquido está dentro de las bolsas continúa descendiendo hasta que escurre al final del elemento de empaque. Debido a las pequeñas cargas de líquido se generan zonas estancadas (Figura A1-1) con un alto tiempo de residencia provocando el disparo de reacciones indeseables dentro del empaque estructurado catalítico en columnas de DC.

Régimen de flujo en el punto de carga

En el punto de carga ($u_L = u_{L,max}$) el espacio intersticial entre partículas es ocupado totalmente por la fase móvil de líquido. La tensión superficial entre el líquido y la malla de alambre evita que el líquido se desvíe a la zona de separación del empaque estructurado catalítico. La región de operación alrededor del punto de carga es la más favorable para la reacción en una columna de destilación catalítica con empaques internos, aunque es también la más inestable desde el punto de vista operacional. Para un sistema aire-agua el punto de carga se encuentra aproximadamente en cargas del líquido $u_L = 11 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$, para una capacidad de gas de F-factor = $1.5 \text{ Pa}^{0.5}$ en empaques Katapak-SP (Moritz y col., 1999).

Régimen de flujo arriba del punto de carga

En velocidades de flujo de líquido arriba del punto de carga ($u_L > u_{L,max}$) los espacios intersticiales entre partículas en la zona reactiva están completamente ocupados por la fase líquida y un exceso fluye sobre la superficie de las laminas corrugadas en la zona de separación. Esto efectos conducen a una mala distribución del flujo dentro de la columna. En estas cargas el líquido desviado ocupa un espacio de la superficie de la malla del empaque, y por lo tanto, el área transversal de los canales abiertos y el espacio disponible para el flujo del gas disminuye. Como resultado la caída de presión por longitud de lecho se incrementa, promoviendo el fenómeno de inundación.

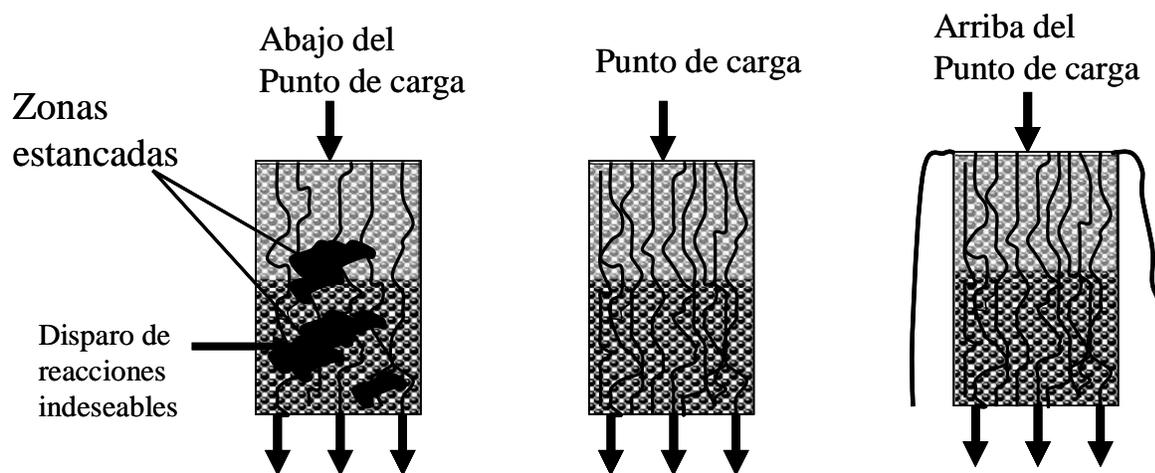


Figura A1-1 Regímenes de flujo en bolsas dentro de empaques estructurados catalíticos.

Fenómeno de inundación en columnas empacadas

Algunos autores como Kister (1992) identificaron la inundación como un incremento en la caída de presión, un incremento en el volumen de retención de líquido y una rápida disminución en la eficiencia de separación. *Algunos diseñadores argumentan que la aproximación tradicional es usar el punto de inundación como el límite máximo de la capacidad de carga en una columna empacada.* Un criterio alternativo es considerar la capacidad máxima de operación o mínima permisible a la caída de presión. Bravo y col., (1993) definen el punto de inundación como: “Una región de rápido incremento en la caída de presión, pérdidas simultáneas de la eficiencia de transferencia de masa, y fuertes efectos de entrada”.

Una buena regla de dedo que se usa en la práctica supone que (Subawalla, 1997) la columna está cerca del punto de inundación cuando el volumen de retención de líquido se aproxima al valor que corresponde a la tercera parte de la fracción vacía de la columna:

$$h_L = \varepsilon / 3 \quad (\text{A1-1})$$

Volumen de retención de líquido

El volumen de retención de líquido (VRL) es un parámetro básico de flujo. El VRL total en los empaques estructurados catalíticos es determinado por dos contribuciones: el volumen de retención de líquido interno y el externo (Figura A1-2). El volumen de retención interno es la cantidad de líquido que fluye dentro de las bolsas que contienen las partículas catalíticas, con contribución estática h_e y dinámica h_d ; está limitado entre el volumen de retención de líquido estático y el volumen de retención de líquido en el régimen de punto de carga, es decir, donde la saturación de esta fase es total dentro de la sección reactiva y los espacios interpartícula están completamente ocupados por la fase líquida. El requerimiento básico es que el catalizador esté totalmente mojado y que la fase descendente se aproxime a un flujo tapón a través del lecho catalítico. Esto es posible con cargas de líquido cerca del punto de carga y se determina con base en las distribuciones del tiempo de residencia obtenidas experimentalmente dentro de las bolsas empacadas con catalizador (Behrens, 2006a). A bajo del punto de carga el volumen de retención

interno es independiente del flujo de gas y depende de la velocidad del flujo de líquido y la geometría del empaque. El volumen de retención externo es el líquido contenido en la sección de destilación del empaque estructurado.

Arriba del punto de carga, el líquido se desvía de las bolsas de catalizador, y el exceso fluye a través de la sección de destilación. Ello origina una contribución extra al volumen de retención dinámico externo e influye en la caída de presión, reduciendo el diámetro hidráulico disponible para la fase gas. Este efecto contribuye a un incremento en la caída de presión, promoviendo el fenómeno de inundación.

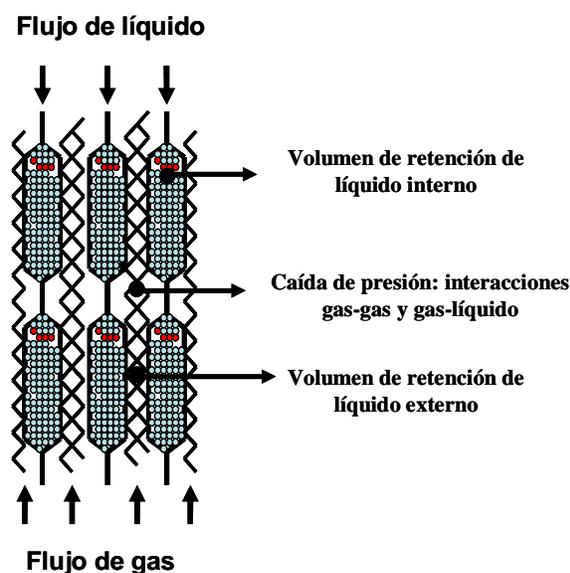


Figura A1-2. Parámetros hidrodinámicos en un elemento de empaque estructurado catalítico Katapak-SP.

Caída de presión

La baja fracción vacía en los empaques estructurados catalíticos contribuye en una baja capacidad de carga y altas caídas de presión, en comparación con empaques estructurados convencionales usados en el proceso de destilación. En los empaques estructurados catalíticos (Figura A1-2) la caída de presión en los canales abiertos (espacio entre cada lámina corrugada) es determinada por: las interacciones gas-gas en las zonas perpendiculares a los canales de flujo; la interacción

gas-líquido en la interfase a lo largo del canal y las pérdidas por fricción en los cambios de dirección entre cada canal y en la transición de los elementos de empaque. En los canales cerrados (entre la superficie de la bolsa y la lámina corrugada) no hay interacción gas-gas, sin embargo, debido a la geometría de la sección de reacción existe una zona donde el flujo diverge y converge esto es causado por las variaciones en la velocidad de vapor y se asocia con considerables pérdidas de presión a lo largo del lecho (Berherens, 2006a).

Comportamiento del flujo de líquido en empaques estructurados catalíticos

En este estudio la distribución del tiempo de residencia de la fase líquida en las bolsas llenas con catalizador puede ser determinada como una función de la carga de líquido superficial. La carga de líquido que corresponde a la saturación total de líquido dentro de las bolsas corresponde a la mejor condición para el modelo de flujo dentro de las bolsas y por consiguiente la reacción ocurre en mejores condiciones. El líquido en exceso es retenido y desciende en la sección de separación de un elemento de empaque. Debido a la diferencia entre las fracciones vacías (zona de separación y de reacción) el tiempo de residencia en la parte reactiva y de separación del empaque estructurado catalítico difiere significativamente (Behrens, 2006a).

El comportamiento del flujo, distribución del tiempo de residencia, tiempo de residencia medio y el volumen de retención de líquido (dinámico) son de gran importancia para determinar la conversión y selectividad del proceso de destilación catalítica. Existe un número limitado de referencias acerca de la interacción entre la geometría del empaque, comportamiento del flujo y características de transferencia de masa. Behrens, (2006a), Ellenberg y col., (1999), Noeres y col., (2002) reportaron estudios experimentales del comportamiento de flujo no ideal de la fase líquida, mediante la obtención de curvas de distribución de tiempos de residencia del líquido y gas, evaluaron y documentaron indicando que el flujo del gas no influye en la distribución del tiempo de residencia del líquido en el régimen cerca del punto de carga.

La distribución de tiempos de residencia es el dato experimental más común para caracterizar los efectos de mezclado no ideal. El método aplicado está basado en un punto de inyección/ a un punto de detección (técnica de estímulo-respuesta). El comportamiento de flujo no ideal puede ser causado por diferentes fenómenos, como fluctuaciones del perfil de velocidades, difusión turbulenta y molecular, canalamiento e incluso zonas estancadas. Investigaciones de distribuciones de líquido local en empaques fueron llevadas a cabo por Reinecke y Meyer, (1997) donde se midieron perfiles de velocidad precisos usando métodos de tomografía computacional. Sin embargo, debido a la complejidad de los experimentos, modelos integrales de macro mezclado son todavía comunes en el diseño y análisis de reactores. En general, modelos de macromezclado pueden ser divididos en etapas y diferenciales. El modelo de dispersión axial (MDA), el cual describe el mezclado axial basado en el coeficiente de dispersión axial. Swaaij, Charpentier, y Villermaux (1969) introdujeron el llamado modelo de flujo pistón con dispersión axial e intercambio de masa entre la zona estancada y dinámica del líquido (PDE). Además, Illuta, Larachi y Grandjean (1999) publicaron un modelo incluyendo difusión intrapartícula para sistemas porosos.