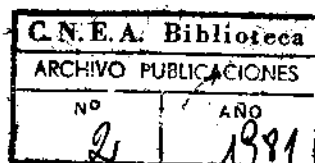


Lazo experimental para circulación de sulfuro de hidrógeno (LECS) I.

Descripción y ensayos preliminares

N. R. Strehar¹, J. J. Moras², E. O. Cogozzo² y P. Bruzzoni¹.



1. INTRODUCCION

Uno de los procedimientos para producir agua pesada utiliza el proceso de intercambio isotópico "GS" (Girdler-Sulfide). Este se basa en el intercambio de deuterio entre agua y sulfuro de hidrógeno disuelto, por medio de la reacción:



Esta reacción es reversible y no requiere catalizadores. A temperaturas del orden de 33°C, la reacción está desplazada hacia la derecha, disminuyendo esta tendencia a mayores temperaturas. Este efecto es la base del proceso, cuyos elementos básicos son pares de columnas de contacto gas-líquido que operan, una a 33°C y otra a 130°C, ambas a una presión de 2MPa.

El agua obtenida a la salida del proceso contiene alrededor de 15% de deuterio. El producto de grado reactor (99,8%) se alcanza con una destilación posterior.

En las columnas mencionadas la transferencia de átomos de hidrógeno y deuterio entre el agua y el sulfuro de hidrógeno, se lleva a cabo en platos perforados. El agua pasa a través de los platos en contracorriente con el sulfuro de hidrógeno, que es impulsado por medio de un soplador.

Mientras el gas atraviesa la masa de agua, se forma una "zona de burbujas" turbulenta, en donde el líquido y el gas entran en contacto íntimo en una gran área de transferencia, y se produce el intercambio hidrógeno-deuterio.

Por lo tanto, la eficiencia de dicha transferencia, es decir, la aproximación al equilibrio dinámico, dependerá de la naturaleza de esta zona de burbujas.

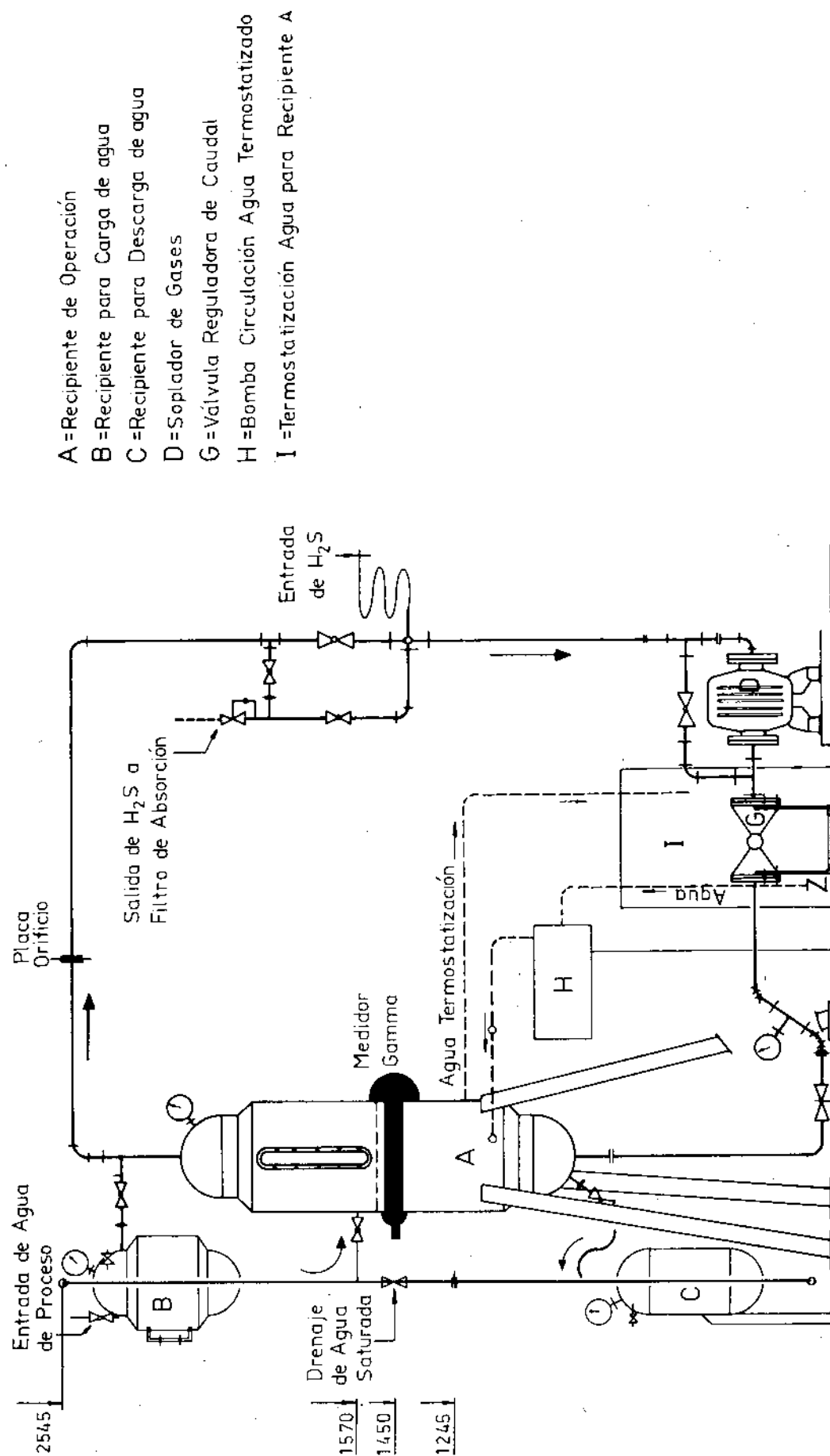
Se sabe que el sistema binario sulfuro de hidrógeno-agua es intrínsecamente espumígeno en las condiciones de torre fría. En esta situación, las burbujas se encuentran separadas por una delgada película de líquido, y alcanzan un tiempo de vida que va desde segundos a muchos minutos.

Esto ocasiona una inestabilidad hidráulica en los platos que obliga a reducir el caudal de gas con la consecuente disminución en el rendimiento de la planta, para mantener la relación líquido-gas óptima.

Usualmente se asocia la formación de espuma en las torres de intercambio con impurezas del agua de proceso, aunque existe posibilidad de otras causales, entre ellas impurezas en el gas, productos de reacción con materiales componentes de la planta, aditivos agregados y sus

1) Dirección Investigación y Desarrollo. Gerencia Procesos Químicos. Departamento Química. División Físicoquímica. (C.N.E.A.).

2) Proyectos Agua Pesada. Gerencia Planta Experimental Agua Pesada - (C.N.E.A.).



- A = Recipiente de Operación
 B = Recipiente para Carga de agua
 C = Recipiente para Descarga de agua
 D = Soplador de Gases
 G = Válvula Reguladora de Caudal
 H = Bomba Circulación Agua Termostatzado
 I = Termostatzación Agua para Recipiente A



Figura 1: Vista general del LECS.

productos de reacción y, posiblemente, la cercanía del punto de licuefacción del sulfuro de hidrógeno con el punto de operación (p, T) de la torre fría.

Está comprobado que el diseño inadecuado de los platos (bandejas perforadas) de torre fría es un factor más que influye en la formación de espuma. La influencia de esto puede minimizarse o eliminarse optimizando la altura de los rebosaderos.

La información disponible sobre estos casos prácticos no es completa y, por otra parte, cada planta en particular puede presentar características propias derivadas de las materias primas usadas y de su diseño y construcción.

Sobre la base de lo expuesto, se originaron dos líneas de acción abocadas al estudio del problema desde diferentes perspectivas. Una de ellas lo enfoca con un estudio teórico de la fisicoquímica del sistema binario sulfuro de hidrógeno-agua. La otra (el área de trabajo de los autores), estudia experimentalmente el fenómeno, para lo cual se diseñó el denominado Lazo Experimental para Circulación de Sulfuro de Hidrógeno (LECS). Este equipo, además de

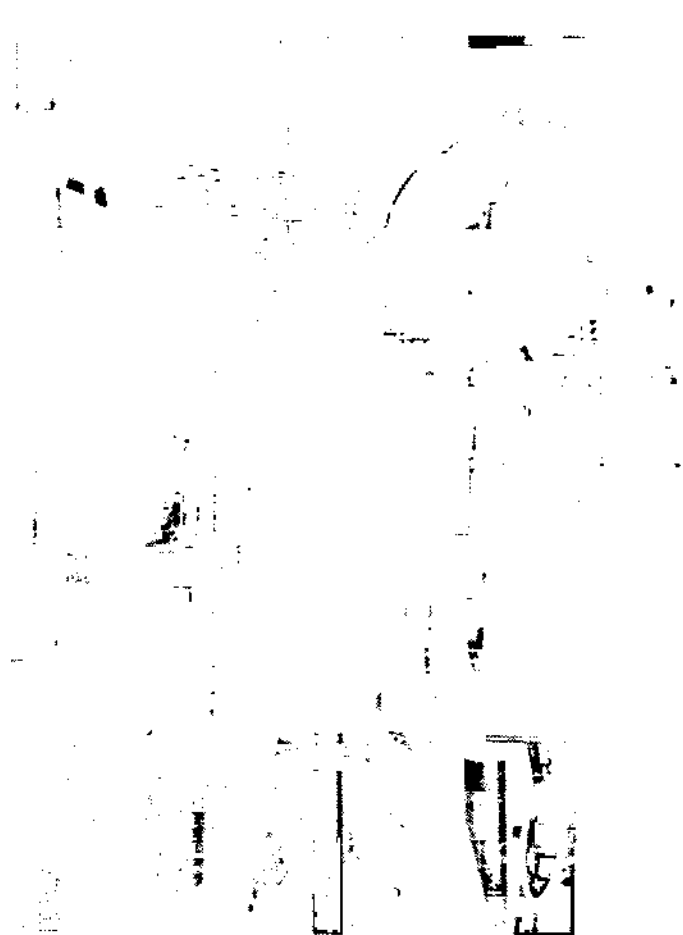


Figura 2: Primer plano del recipiente de operación "A". Se aprecia el soporte del sistema barredor con radiación gamma.

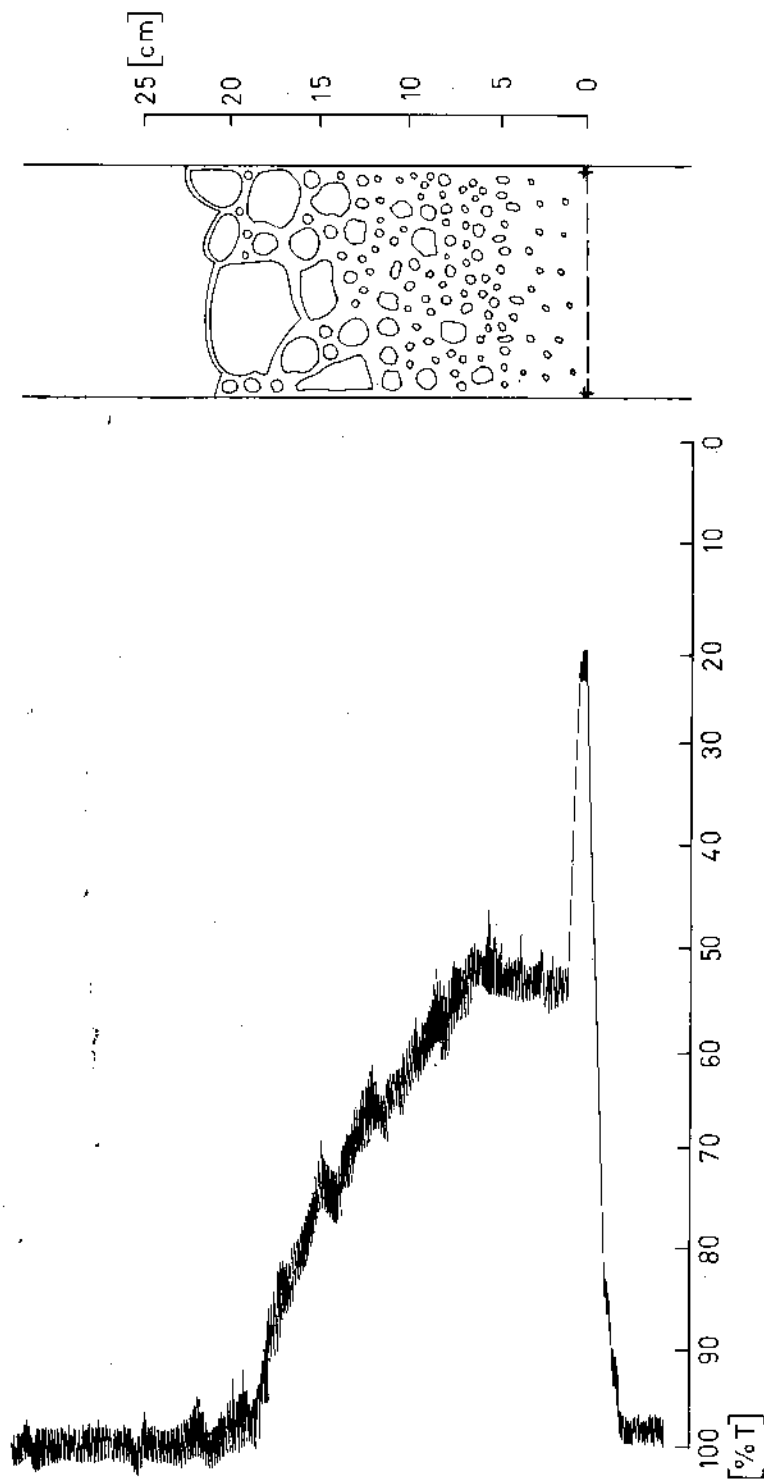
permitir estudiar el fenómeno de formación de espumas ya explicado, faculta disponer un sistema que reproduce, en escala reducida, las condiciones de la torre fría de planta para el estudio del comportamiento de materiales y de algunos parámetros fisiocoquímicos, que son tema de trabajo de otros grupos de desarrollo de la CNEA.

2. DESCRIPCION DEL EQUIPO

En la Fig. 1 se aprecia un esquema del LECS. Básicamente consiste en dos circuitos, comunicados con el recipiente principal, denominado recipiente de operación (A). Esta es una columna de contacto gas-líquido, de 1200 mm de altura y 260 mm de diámetro. Sus extremos son casquetes bridados semiesféricos, que permiten tener acceso al interior de la columna para realizar tareas de limpieza y cambio del plato bajo estudio.

La columna posee tres platos perforados: el inferior, de distribución de gas, el superior, de retención de líquido, y el de estudio, intermedio entre los dos primeros, donde efectivamen-

Señal típica del medidor de densidad por barrido y su correspondencia en la columna de burbujeo



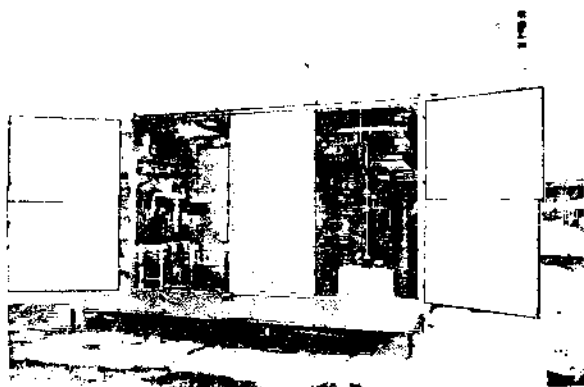


Figura 3: Vista panorámica de la cabina metálica transportable.



Figura 4: Gabinete de control y comando. Se pueden apreciar la consola de comando eléctrico y algunos equipos de medición.

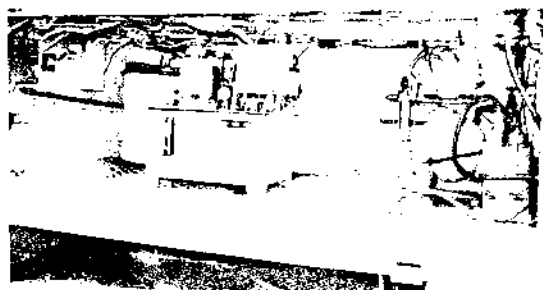


Figura 5: Recinto de equipos auxiliares. Se observa en primer plano la bomba hidráulica del sistema barredor con radiación gamma.

te se realiza el contacto de los reactivos. La distancia entre las bandejas es de 450 mm, igual a la de las torres frías de la PLANTA EXPERIMENTAL DE AGUA PESADA (actualmente en construcción por la CNEA).

En este recipiente existen dos ventanas longitudinales codiametrales, una de las cuales se utiliza para iluminación y la otra para el relevamiento visual y fotográfico del interior de la

columna, por encima del plato de estudio.

La columna posee una camisa de termostatación, necesaria para alcanzar la temperatura de proceso (330°C). También se indican en la figura algunos de los instrumentos principales de control de proceso (placa orificio, manómetros, etcétera) y de estudio (medidor por barrido gamma).

El circuito ilustrado a la derecha es el de circulación de gas (2" de diámetro, material: acero inoxidable AISI 304-L). El gas circula impulsado por un soplador continuo, tipo Roots, y el caudal se mide con una placa orificio instalada en la línea. En este circuito se encuentran la entrada de H_2S y su salida a los sistemas de absorción.

El circuito de circulación de líquidos consta de dos recipientes, cada uno de 16 litros de capacidad, vinculados por una cañería de 3/4" de diámetro, de acero inoxidable AISI 304-L. El recipiente B almacena el agua a ensayar, y está encamisado para termostatar a la misma temperatura que el recipiente A. Un indicador magnético de nivel, colocado en este recipiente, permite conocer la cantidad de agua disponible. El recipiente C se utiliza para almacenar el agua ya usada.

Para posibilitar el traslado y conexión de este lazo a la PLANTA EXPERIMENTAL DE AGUA PESADA y a otras futuras plantas que utilicen el método GS, el lazo fue instalado en una cabina metálica transportable especialmente diseñada. Sus dimensiones son 3 x 5 x 3 metros, y las paredes están revestidas interiormente con poliestireno expandido y fibra de vidrio para obtener una buena aislación térmica y acústica.

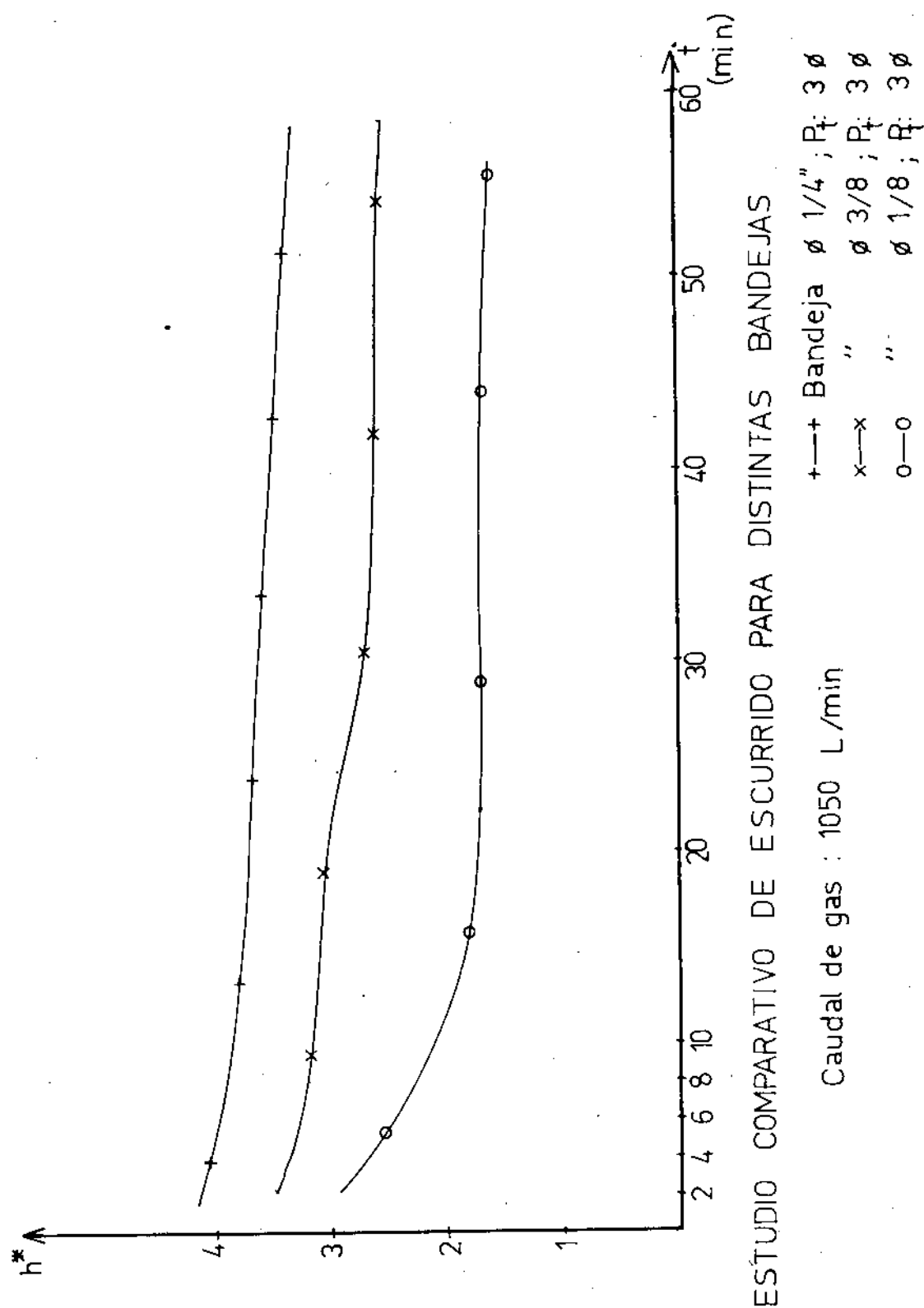
Dada la elevada toxicidad del sulfuro de hidrógeno, así como su tendencia a la inflamabilidad y acción corrosiva, la cabina se halla dividida en dos compartimentos: el gabinete de control, donde se encuentran el tablero de comando eléctrico y los equipos de medición y control; y el recinto de operación, lugar destinado al LECS.

El gabinete (2,4 x 1,5 metros) se halla elevado, y debajo de éste se hallan instalados los equipos auxiliares. Ambos recintos están vinculados por un sistema intercomunicador.

Se cuenta además con un sistema de detección, evacuación y absorción de eventuales pérdidas de sulfuro de hidrógeno.

3. METODOS DE MEDICION

El LECS dispone de tres vías diferentes para obtener información del comportamiento de la



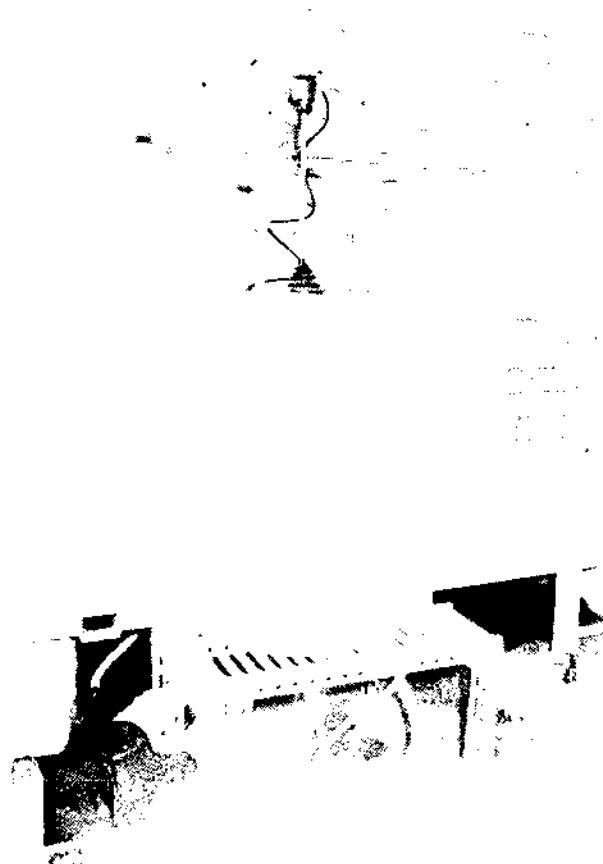


Figura 6: Tanque agitado de absorción de H_2S con NaOH en solución.

fase mixta. Dos de los métodos son ópticos, y el tercero utiliza radiación gamma.

3.1. Observación visual

Para este fin se utiliza una regla graduada instalada en un costado de la ventanilla de observación, que permite determinar la altura máxima de la fase mixta, a partir del plato de estudio. Además, es posible obtener datos sobre las características generales del sistema (forma y tipo de burbujas). De todos los métodos usados, éste es el menos exacto, ya que depende de la apreciación del observador.

3.2. Método fotográfico

Su valor reside en la posibilidad de contar con un archivo de las distintas experiencias realizadas.

El registro, por ser instantáneo, no sirve para calcular la altura visual promedio de la zona de burbujas. Una fotografía típica, tomada a través de la ventanilla de observación, se aprecia en la Fig. 11.

3.3. Barrido gamma

La CNEA ha desarrollado un equipo de barrido con radiación gamma, útil en el relevamiento y estudio de la fase gas-líquida. Este sistema permite conocer la variación de la densidad de la zona de burbujas como función de la distancia sobre el plato de estudio.

Basado en el principio de absorción de ondas electromagnéticas, el equipo usa una fuente de rayos gamma de ^{137}Cs y un detector que mide la intensidad de la radiación después de pasar a través de la masa líquida en la columna. A partir de la curva de absorción, se puede conocer con suficiente exactitud la cantidad de líquido sobre la bandeja, la altura visual de la fase mixta, y el perfil de densidad del medio (densidad en función de la distancia al plato).

En la Fig. 111 se muestra una señal típica del medidor de densidades y la correspondencia visual en la columna de burbujeo. La señal aumenta a medida que aumenta la distancia al plato, mientras que la densidad disminuye hasta que se alcanza la fase gaseosa, a la cual se le asigna 100% de transmitancia (valor arbitrario).

4. EXPERIENCIAS REALIZADAS

En el equipo LECS el circuito de gas es de régimen continuo, mientras que el de líquido es discontinuo. Esto hace que las operaciones que se realizan sean de tipo "batch".

Esquemáticamente, operar el lazo consiste en llevarlo a la presión de trabajo (2 MPa), fijar el caudal gaseoso en el valor deseado e introducir el agua sobre la bandeja. En estas condiciones, el equipo se halla listo para comenzar a efectuar las mediciones de interés.

Las bandejas, sobre las que se realizan los ensayos, son perforadas en su totalidad y dado que la operación es tipo "batch", no poseen rebosadero ni vertedero de entrada.

4.1. Ecurrido de bandejas

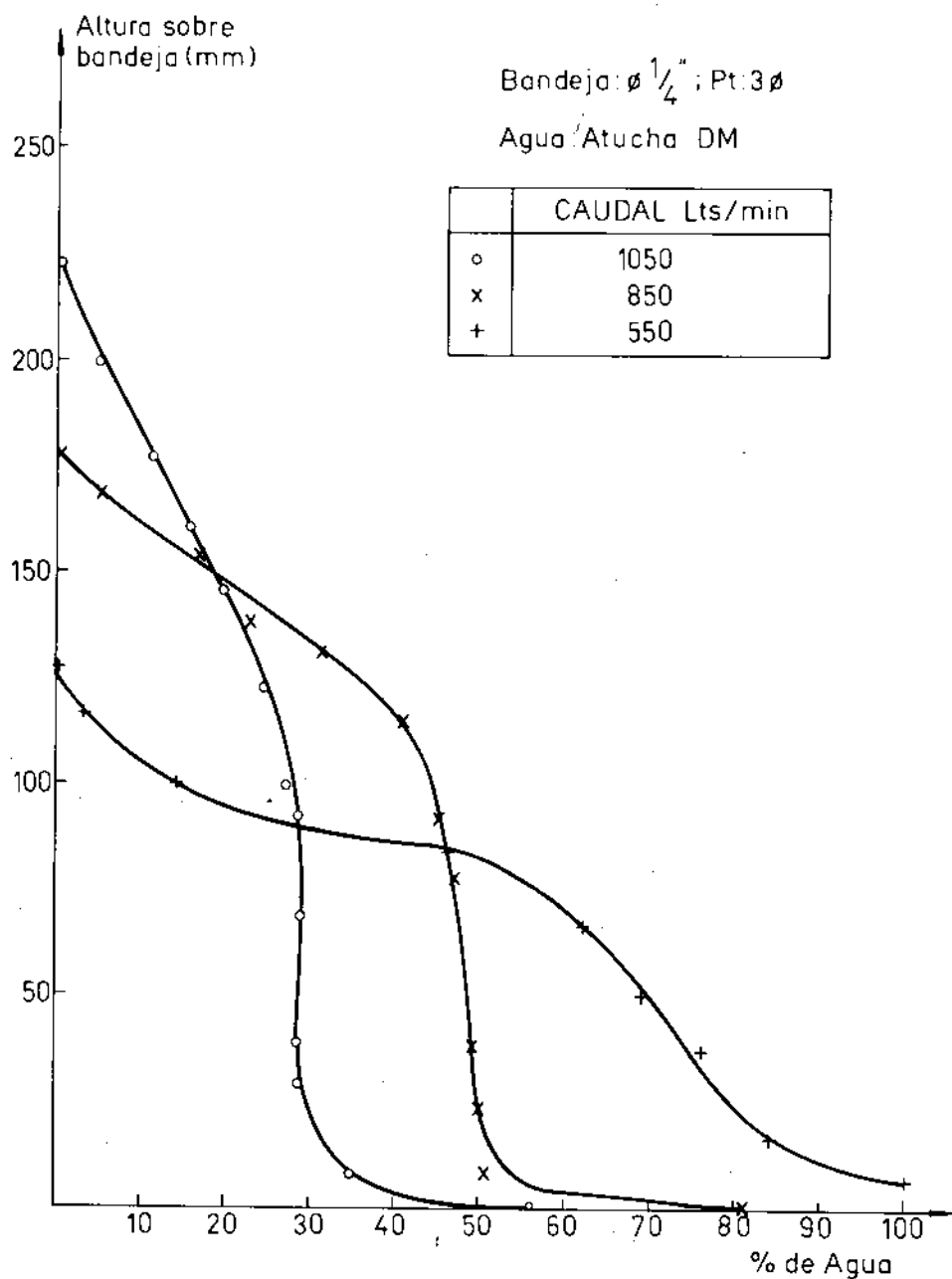
Este concepto es análogo al de punto de sello de bandejas continuas.

El gas que atraviesa la bandeja debe hacerlo con una velocidad tal que el líquido no drene a través de los agujeros.

Con el fin de comprobar la influencia de la velocidad del gas que atraviesa las perforaciones, sobre la velocidad de escurrido, se estudió el llorado de distintas bandejas a distintos caudales gaseosos.

Para estas experiencias se utilizaron ni-

Perfil de densidad de la zona de burbujas
Comportamiento a distintos caudales



trógeno y agua desmineralizada en las condiciones de operación del equipo.

Este estudio permitió realizar una primera evaluación y selección de la bandeja más adecuada para el estudio del problema de formación de espumas.

Dado que el equipo no tiene recirculación de agua, es necesario que el contenido de ésta sobre la bandeja no disminuya en forma excesiva durante el tiempo de la experiencia.

En el gráfico de la Fig. IV se muestra el llenado de tres bandejas ensayadas, a un caudal de gas de $1050 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$.

El parámetro h^* es una altura adimensional; se usa, pues la altura de la fase mixta depende, entre otros factores, de la cantidad de agua utilizada. Como no es posible conocer este valor con exactitud por medio del indicador magnético de nivel, en cada experiencia se usa una cantidad distinta de agua. El verdadero valor se calcula usando la señal del equipo de barrido gamma. El valor característico con el cual se obtiene el valor adimensional se denomina altura neta de agua (HNA), y se lo define como la altura que tendría el agua sobre el plato si estuviera estanca sobre éste. De esta manera

$$h^* = \frac{h}{\text{HNA}}$$

siendo h la altura realmente medida.

Las curvas presentan dos características; una es la pendiente promedio, que es una medida de la velocidad de escurrido, y la otra, es la altura de estabilización, que es aquella en la cual la pendiente es nula.

Se puede observar que la bandeja con perforaciones de $1/4''$ de diámetro, Pt (Pitch) = 3ϕ , dio la menor velocidad de escurrido y la más alta altura de estabilización.

La bandeja de diámetro $3/8''$, Pt = 3ϕ tiene un comportamiento intermedio a pesar de tener menor área agujereada, influenciado por el mayor diámetro de perforaciones.

4.2. Comportamiento del sistema para la bandeja $\phi = 1/4''$ - Pt = 3ϕ

En la Fig. V se observa el comportamiento de esta bandeja para distintos caudales gaseosos.

En ordenadas se representa la altura sobre la bandeja y en abscisas porcentaje de agua. Este se calcula a partir de la señal

originada por el método gamma-gráfico, y se define para un volumen finito acotado por el haz de radiación gamma, en el interior del recipiente de operación, como la relación entre el volumen de agua y el volumen total.

Este parámetro representa la densidad del medio y permite tener una idea clara de la distribución de burbujas en el seno líquido. La altura de la fase mixta formada aumenta con el caudal, y se modifica notablemente la distribución de agua en esa zona.

Se pueden apreciar dos zonas, una superior en la cual la densidad aumenta con el caudal, y otra inferior en la que la densidad disminuye con el caudal.

5. CONSIDERACIONES FINALES.

Los ensayos preliminares descritos han indicado que el equipo experimental tiene el diseño adecuado para el uso previsto con sulfuro de hidrógeno. Durante esos ensayos se han presentado además varias perspectivas adicionales de aplicación para estudios fisicoquímicos especiales y para ensayo de materiales y componentes: Se prevé por lo tanto un intenso y prolongado de este circuito experimental, demostrándose la conveniencia de los trabajos de evaluación pre-piloto de procesos básicos de plantas químicas.

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen al Departamento Ingeniería de Plantas Químicas y al Departamento de Materiales de la COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA por la colaboración en el control de calidad de los equipos de acero inoxidable durante su construcción.

REFERENCIAS.

- 1.- *Formación de fases mixtas en torres de intercambio Gas/Líquido.* N. Strehar, M. Molinari, E. Rojo. Informe interno. CNEA PQ-Q-FQ-27 (1977).
- 2.- *Evaluación de datos sobre la posibilidad de formación de espumas en las torres de la Planta Modelo Experimental de Agua Pesada.* E. Rojo, M. Molinari. Informe interno. CNEA PQ-Q-FQ-36 (1978).
- 3.- *Heavy water GS Process R&D achievements* A.R. Bancroft. (AECL) 6215 Oct. 1978.
- 4.- *A.S.M.E. Boiler and Pressure Vessel Code, Section VIII* 1977.

SERVICIO I.A. 49