

03.86.05

# COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DESARROLLO

Departamento Química

"ESTUDIO DE MATERIALES PARA EVITAR LA FORMACION DE ESPUMA EN  
PLANTAS DE AGUA PESADA. II ESTABILIDAD TERMICA"

Cristina Delfino

1986

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO  
GERENCIA DESARROLLO  
DEPARTAMENTO QUIMICA

ESTUDIO DE MATERIALES PARA EVITAR LA FORMACION DE ESPUMA EN PLANTAS DE  
AGUA PESADA. II ESTABILIDAD TERMICA

Cristina A. Delfino

INDICE

|                       | Pág. |
|-----------------------|------|
| 1. INTRODUCCION       | 1    |
| 2. MATERIALES         | 1    |
| 3. PARTE EXPERIMENTAL | 3    |
| 4. RESULTADOS         | 4    |
| 5. CONCLUSIONES       | 5    |
| 6. FIGURAS            |      |
| 7. BIBLIOGRAFIA       |      |

## RESUMEN

En las plantas de agua pesada que operan por el método GS, el sistema es inherentemente espumante, por esta razón es de gran importancia el agregado de sustancias que tengan características antiespumantes. Algunos de esos materiales pueden ser volátiles en las condiciones de operación de planta, en el presente trabajo se describen los ensayos de volatilidad y de estabilidad térmica efectuados sobre un grupo de materiales conocidos como surfactantes.

## 1. INTRODUCCION

Como se mencionó en un informe previo<sup>(1)</sup> en las plantas de agua pesada que operan por el método GS ("Gilder-Sulfide"), la torre fría trabaja a una presión cercana a la de liquefacción del  $H_2S$ , lo cual hace que el sistema  $H_2S-H_2O$  sea inherentemente espumante. Por otro lado, el fenómeno de aparición de espuma se ve intensificado por la presencia de impurezas que pueden provenir del agua de alimentación o del  $H_2S$ , también pueden ser productos de descomposición de aceites lubricantes usados en sellos mecánicos rotativos o bien, dichas impurezas, pueden aparecer de otras fuentes.

De lo expuesto anteriormente, surge la necesidad del empleo de materiales que reúnan características antiespumantes para asegurar la continuidad del proceso. Algunas de las sustancias que pueden utilizarse son volátiles a la temperatura de operación de la planta y dan lugar a productos que se van acumulando hasta llegar a altas concentraciones ocasionando inconvenientes en la estabilidad de la planta. Por estas razones se realizaron en el laboratorio ensayos de volatilidad y estabilidad térmica de surfactantes, como paso previo a su estudio en el LECS (Lazo Experimental de Circulación de Sulfuro de Hidrógeno) del cual, en una etapa posterior, se sacarán los resultados definitivos que permitan seleccionar el material que será utilizado en planta.

## 2. MATERIALES

En este trabajo se ensayaron materiales conocidos genéricamente con el nombre de surfactantes (SURFACTANT de SURface ACTIVE Agent), los cuales fueron brevemente descritos en un informe previo<sup>(1)</sup> en el cual se estudió su estabilidad química frente al  $H_2S$ .

Los surfactantes obtenidos que se utilizaron en el laboratorio fueron los siguientes:

NOMBRE COMERCIAL

ESPECIE QUIMICA

LUTENSOL AP-8  
 ARKOPAL N-060  
 ARKOPAL N-100  
 TERGITOL NP-10  
 RENEX 100  
 RENEX 120  
 RENEX 150  
 RENEX 230  
 RENEX 300

Nonil fenol polietoxilado

TRITON X-100  
 CHEVRON NI-W

Octil fenol polietoxilado

Tetra decanil fenol polietoxilado

GENAPOL PF-40  
 SYMPERONIC 30/80

Copolímeros de óxido de etileno y  
 óxido de propileno

PLURONIC L-61  
 PLURONIC L-63

Polímero de grupo terminal  
 hidroxilo

LUTENSOL ON-50

Alcohol graso de cadena corta polietoxi-  
 lado

LUTENSOL LF-711

Alcoxilato de alcohol graso de cadena  
 lineal (óxidos de etileno y propileno)

LUTENSOL LSV

Alcoxilato especial

GENAMIN O-100

Ester poliglicólico de amina grasa  
 (oleilamina)

### 3. PARTE EXPERIMENTAL

En la bibliografía (2) se mencionan ensayos de volatilidad a distintas temperaturas, que se realizan por comparación de la pérdida de peso de un posible antiespumante con la de un aceite hidrocarbonado cuyo comportamiento en planta es perfectamente conocido por medio de mediciones realizadas durante períodos de tiempo prolongados.

Dado que en el país aún no existe una planta de producción de agua pesada en funcionamiento, no se disponen de datos de planta de un material de esa naturaleza, por lo tanto el estudio fue realizado comparando los distintos surfactantes entre sí. Los ensayos se realizaron a dos temperaturas de trabajo diferentes, a 130 °C que es la temperatura a la cual opera la torre caliente y a 230 °C que es la temperatura más alta que se alcanza en algunas zonas de la planta como por ejemplo en los "stripper". Para ello se colocaron en estufa a las temperaturas indicadas 5 g de cada uno de los surfactantes en estudio en recipientes todos de las mismas dimensiones (diámetro = 7 cm y profundidad = 5 cm). El tiempo total de permanencia del material en esas condiciones fue de 8 horas; cada media hora se retiraron los recipientes de la estufa y posterior a su enfriamiento se los pesó, de este modo se pudo conocer la variación del peso en función del tiempo.

Luego de las ocho horas totales de calentamiento se introdujeron los recipientes en un ambiente saturado de humedad por un lapso de aproximadamente 24 hs., se los pesó y se los colocó nuevamente en estufa a la temperatura correspondiente, para conocer el tiempo que tarda cada material en eliminar el agua absorbida. El motivo de este proceder es que algunos materiales contienen algo de agua, de modo que la primera variación del peso sería debida a la eliminación de este líquido y no a la volatilidad del surfactante.

#### 4. RESULTADOS

Como se mencionó anteriormente, los ensayos se realizaron a dos temperaturas (130 °C y 230 °C) y se graficó la variación de peso porcentual en función del tiempo; para un mismo material ambas curvas se encuentran en mismo gráfico a fin de facilitar su comparación.

En la Fig. 1, se encuentran los resultados correspondientes al RENEX 100, se observa que la variación de peso es pequeña a 130 °C y es más pronunciada a 230 °C. Sobre este material se pudieron efectuar las ocho horas totales de calentamiento (como se verá más adelante no siempre fue posible cumplimentar dicho período de tiempo). Por observación visual del material no se apreciaron cambios a la temperatura más baja del ensayo pero sí se advirtió una variación del color a 230 °C quedando el surfactante ligeramente amarillento luego de dos horas de calentamiento. En cuanto al ensayo realizado para conocer el tiempo que tarda este material en eliminar el agua absorbida de un ambiente saturado de humedad, el mismo fue de media hora para las dos temperaturas de trabajo.

Los resultados que se obtuvieron para el RENEX 100 fueron muy similares que para el resto de la serie RENEX ensayada. Observando las Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4 y Fig. 5 que corresponden respectivamente a los RENEX 120, RENEX 150, RENEX 230 y RENEX 300 se observa una menor variación del peso en función del tiempo a 130 °C que a 230 °C. En cuanto al tiempo que requieren para eliminar el agua absorbida, el mismo es de media hora para todos ellos y a las dos temperaturas de trabajo.

Con respecto a la variación de coloración de los materiales a 130 °C no se observa ninguna; a 230 °C se torna de color ligeramente amarillento a las tres horas de calentamiento para el RENEX 120, una hora y media el RENEX 150, tres horas el RENEX 230 y una hora el RENEX 300.

La fig. 6 corresponde al SYMPERONIC 30/80, en ella se aprecia como en los casos anteriores, una mayor variación del peso a 230 °C que a 130 °C. En cuanto a la recuperación del peso de este surfactante luego de su introducción en un ambiente saturado de humedad, el tiempo requerido es de media hora



a las dos temperaturas de trabajo. Se observa que el material se torna ligeramente amarillento luego de media hora de calentamiento a 230 °C y pasadas seis horas el surfactante aparece totalmente ennegrecido.

Los surfactantes ARKOPAL N-060 y ARKOPAL N-100 se encuentran representados en las Fig. 7 y Fig. 8 respectivamente, de la observación de estos gráficos surge que las diferencias entre variaciones de peso en función del tiempo a las temperaturas de trabajo no son tan notorias como en el caso de la serie RENEX. El tiempo requerido para la eliminación del agua absorbida es de una hora para ambos materiales tratados a 130 °C y de media hora para el caso del calentamiento a 230 °C. No se observan cambios de coloración de estos surfactantes al ser sometidos a la temperatura más baja de trabajo pero sí se aprecia un color ligeramente amarillento luego de ser tratados media hora a la temperatura más elevada; además luego de siete horas a 230 °C el ARKOPAL N-060 se ennegrece casi totalmente mientras que lo mismo le ocurre al ARKOPAL N-100 después de seis horas de calentamiento.

En la Fig. 9 se representan los resultados correspondientes al GENAPOL PF-40, en este caso aparece una mayor variación de peso en el caso del tratamiento a 230 °C. La recuperación del peso luego de absorción de agua se logra al cabo de una hora a 130 °C y de media hora a 230 °C. En cuanto a la observación visual no se producen cambios a 130 °C pero a 230 °C el material se vuelve ligeramente amarillento a la media hora de calentamiento y se ennegrece casi totalmente a las dos horas.

La Fig. 10 muestra poca diferencia entre las curvas realizadas a las distintas temperaturas de trabajo y corresponde al TERGITOL NP-10. Este surfactante demora una hora a 130 °C y media hora a 230 °C en eliminar el agua absorbida. Luego de dos horas a 230 °C el material adquiere un tono amarillento, en este caso se suspendió el calentamiento a las 5 horas pues hasta ese punto se tiene una idea más o menos clara de la variación de peso con el tiempo.

Los gráficos correspondientes a los surfactantes GENAMIN O-100, TRITON X-100 y CHEVRON NI-W, Fig. 11, Fig. 12 y Fig. 13 respectivamente muestran que las diferencias entre las curvas realizadas a distintas temperaturas son relativamente pequeñas. La recuperación de peso luego de la absorción de agua es de una hora a 130 °C para el GENAMIN O-100 y el CHEVRON NI-W y de media hora para el TRITON X 100, mientras que es de media hora para todos ellos al ser tratados a 230 °C. En cuanto a la observación visual, no hay cambios apreciables a baja temperatura mientras que a temperatura más elevada todos adquieren una tonalidad ligeramente amarillenta luego de media hora y quedan totalmente ennegrecidos después de tres horas tanto el GENAMIN O-100 como el CHEVRON NI-W mientras que lo mismo le ocurre al TRITON X-100 luego de cuatro horas y media de calentamiento.

La Fig. 14 muestra también una gran diferencia entre las curvas obtenidas para las distintas temperaturas de trabajo, corresponde al LUTENSOL ON-50 y tarda media hora tanto a 130 °C como a 230 °C para eliminar el agua absorbida. Visualmente se aprecia que luego de dos horas de calentamiento a 230 °C el material adquiere un tono amarillo.

Los surfactantes LUTENSOL AP-8 y LUTENSOL LSV dieron como resultado una pequeña diferencia entre las curvas realizadas a las distintas temperaturas tal como puede apreciarse en las Fig. 15 y Fig. 16 respectivamente. El tiempo requerido para la eliminación de agua es de una hora a 130 °C y de media hora a 230 °C para ambos materiales. El LUTENSOL AP-8 se vuelve de color amarillo luego de una hora de calentamiento a 230 °C, mientras que el LUTENSOL LSV queda casi totalmente ennegrecido luego de dos horas.

Finalmente observando las Fig. 17, Fig. 18 y Fig. 19 se aprecia que la variación de peso en función de la temperatura es mucho mayor a 230 °C que a 130 °C; dichas figuras corresponden a los surfactantes LUTENSOL LF 711, PLURONIC L-61 y PLURONIC L-63 respectivamente. El tiempo requerido para la recuperación de peso luego de la eliminación del agua absorbida es de media hora en

el caso del LUTENSOL LF 711 y de una hora tanto para el PLURONIC L-61 y PLURONIC L-63 cuando los materiales son tratados a 130 °C y de media hora para todos ellos al ser tratados a 230 °C. Con respecto a la variación de la coloración a 230 °C el LUTENSOL LF 711 adquiere una tonalidad amarilla luego de dos horas en estufa, el PLURONIC L-61 después de media hora se torna ligeramente amarillo y el PLURONIC L-63 requiere dos horas y media para obtener idéntica coloración.

## 5. CONCLUSIONES

Del análisis de los resultados de todas las experiencias realizadas se puede hacer una clasificación de los materiales estudiados en base a su comportamiento a las distintas temperaturas de trabajo.

Surfactantes que tienen poca diferencia de variación de peso a 130 °C y 230 °C.

ARKOPAL N 0-60

ARKOPAL N -100

TERGITOL NP-10

GENAMIN 0-100

LUTENSOL AP-8

LUTENSOL LSV

Surfactantes que tienen una diferencia regular de variación de peso a 130 °C y 230 °C.

RENEX 100

RENEX 120

RENEX 150

RENEX 230

TRITON X-100

CHEVRON NI-W

Surfactantes que tienen una gran diferencia de variación de peso a 130 °C y 230 °C

RENEX 300

SYMPERONIC 30/80

GENAPOL PF-40

LUTENSOL ON-50

LUTENSOL LF 711

PLURONIC L-61

PLURONIC L-63

En el informe anterior<sup>(1)</sup> en el que se estudiaba la estabilidad química de estos surfactantes se hizo también una clasificación de estos materiales. Ahora se podrían reunir ambas conclusiones y hacer una lista de materiales más o menos aconsejables para su estudio en el LECS como paso previo a la utilización en planta.

Según datos anteriores se descarta el GENAMIN 0-100.

Los materiales más aconsejables serían:

RENEX 100

RENEX 120

RENEX 150

RENEX 230

TERGITOL NP-10

ARKOPAL N-100

del tipo alquil fenólico polietoxilado

TRITON X-100

CHEVRON NI-W

Los siguientes materiales arrojaron resultados más dudosos en alguno de los ensayos realizados pero no son totalmente descartables antes de su estudio en el LECS.

RENEX 300  
GENAPOL PF 40  
SYMPERONIC 30/80  
LUTENSOL LF 711  
LUTENSOL LSV  
LUTENSOL AP-8  
LUTENSOL ON-50  
PLURONIC L-61  
PLURONIC L-63  
ARKOPAL N-060.

## 7. BIBLIOGRAFIA

1. "Estudio de materiales para evitar la formación de espuma en plantas de Agua Pesada. I. Estabilidad química". C.A. Delfino, Informe interno D/Q/FQ-89, 1985.
2. "Antifoam for heavy water plant trays". D.A. Spagnolo and K.T. Chuang. 1981. AECL 7230.

Figura 1

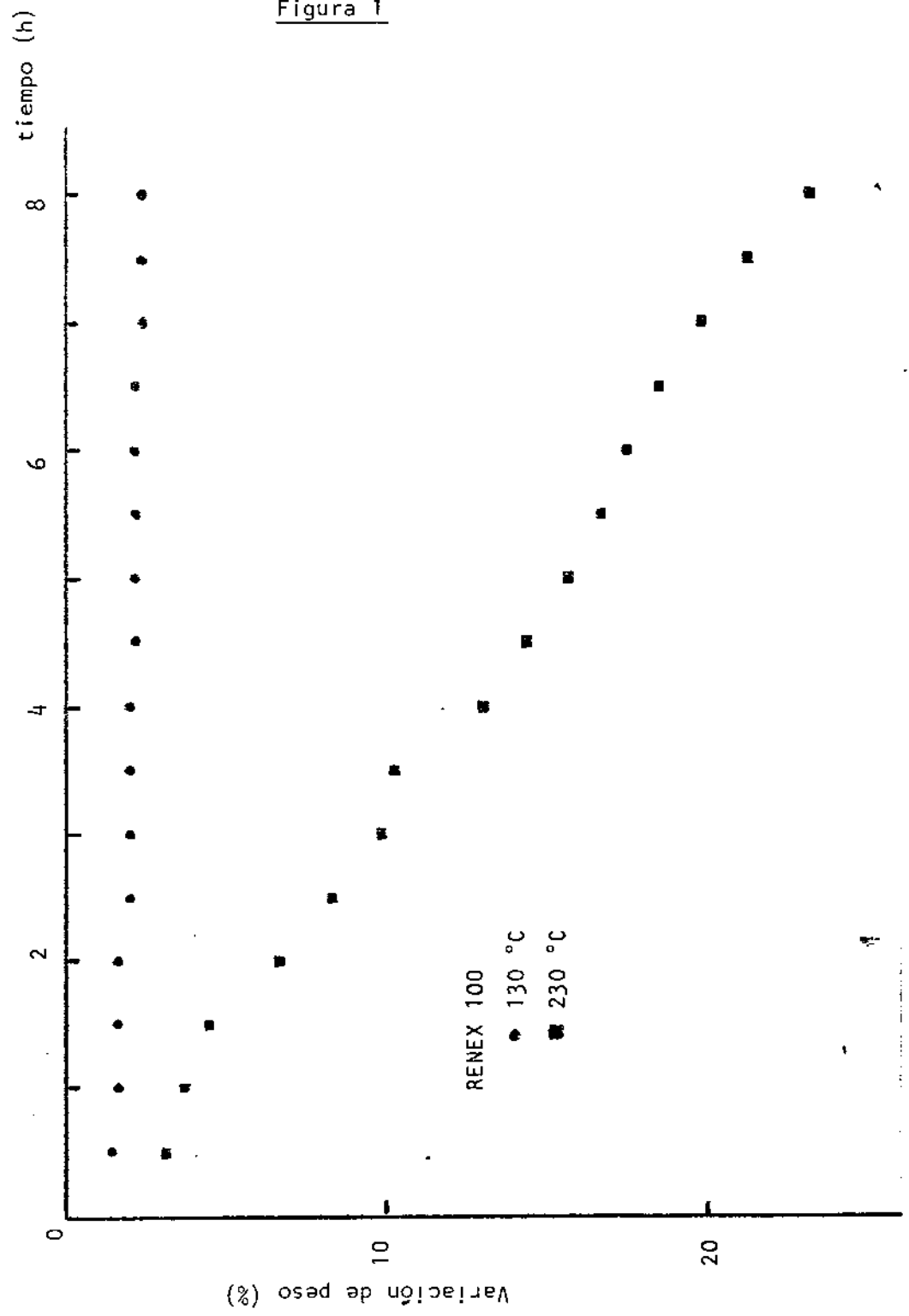


Figura 2

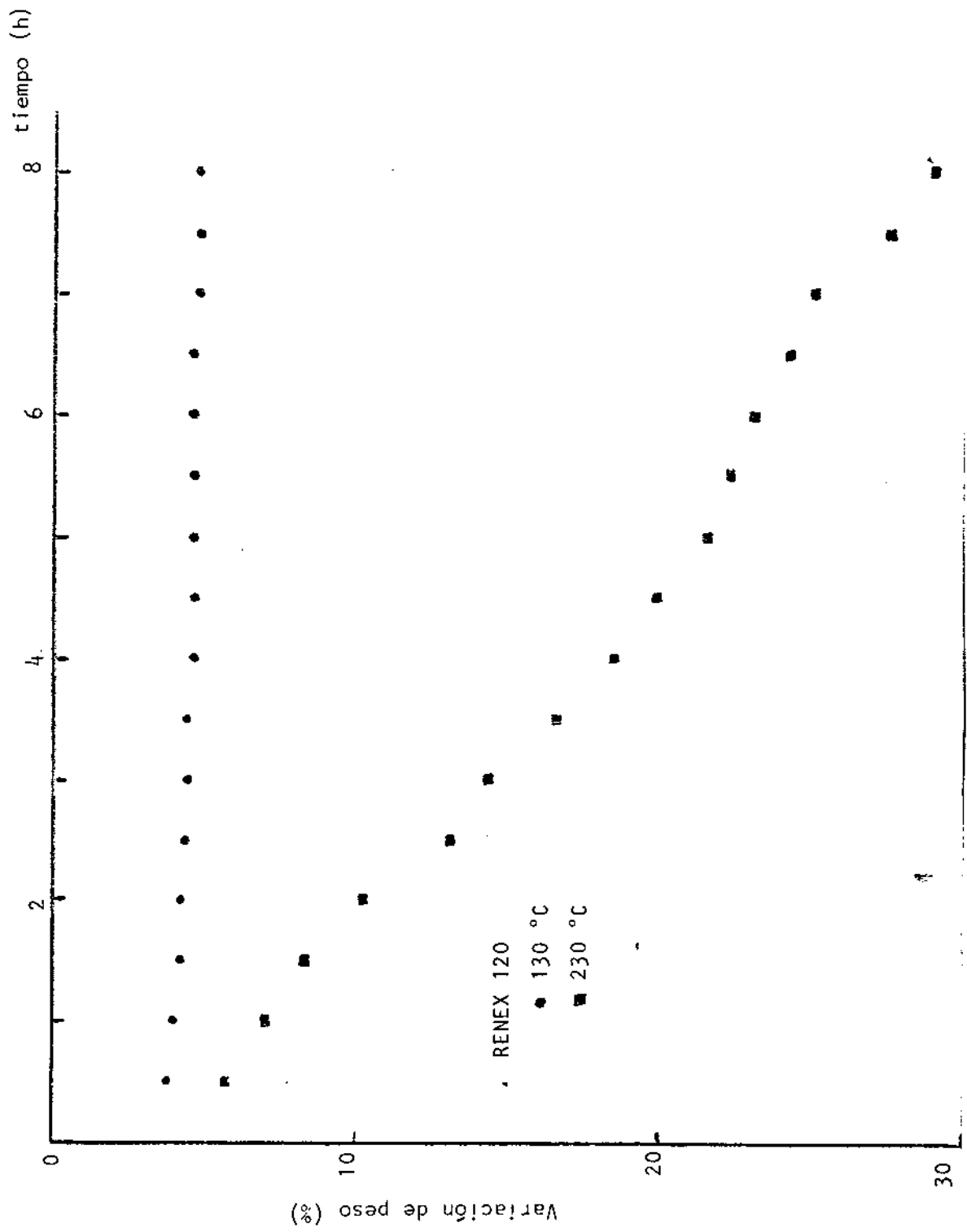




Figura 3

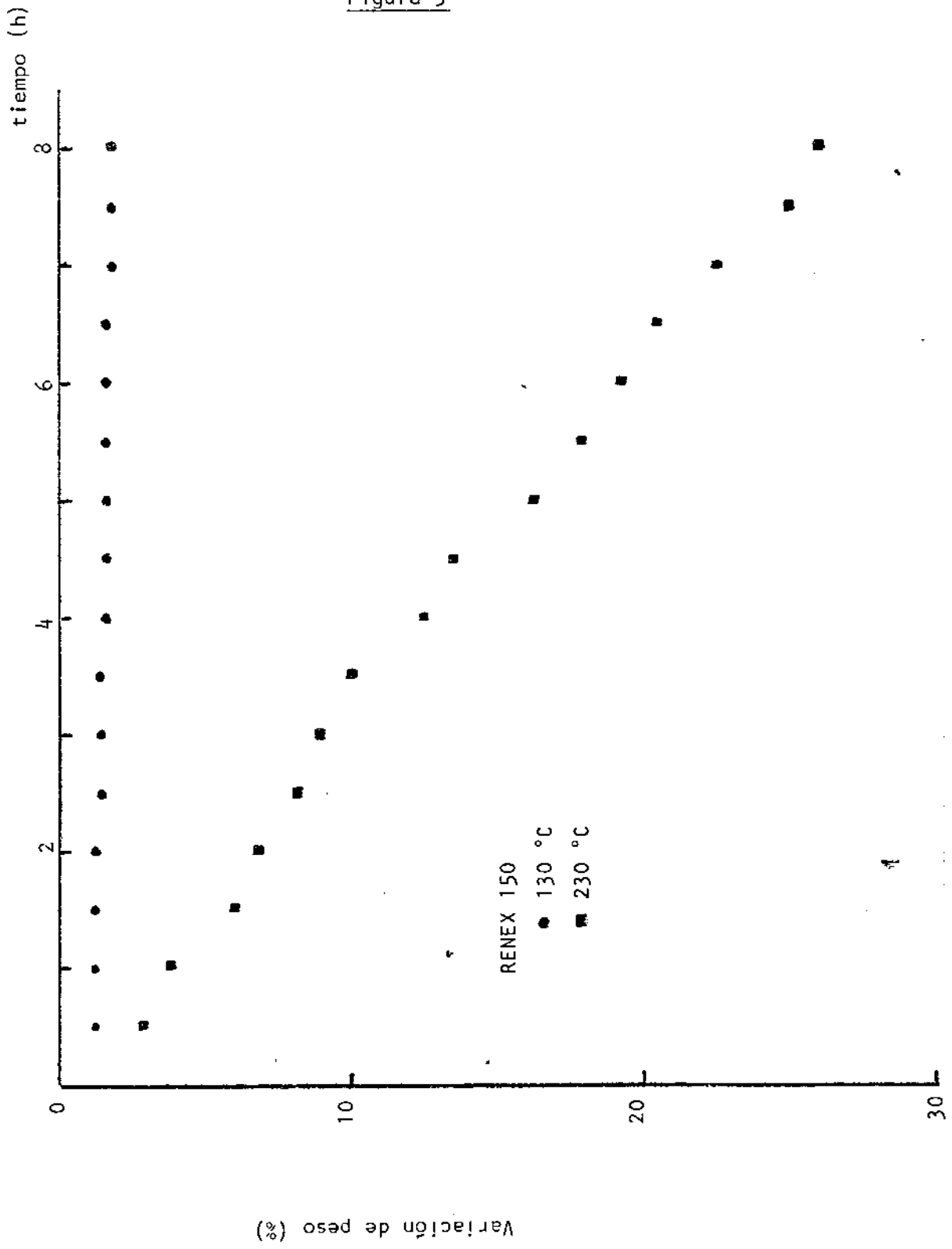


Figura 4

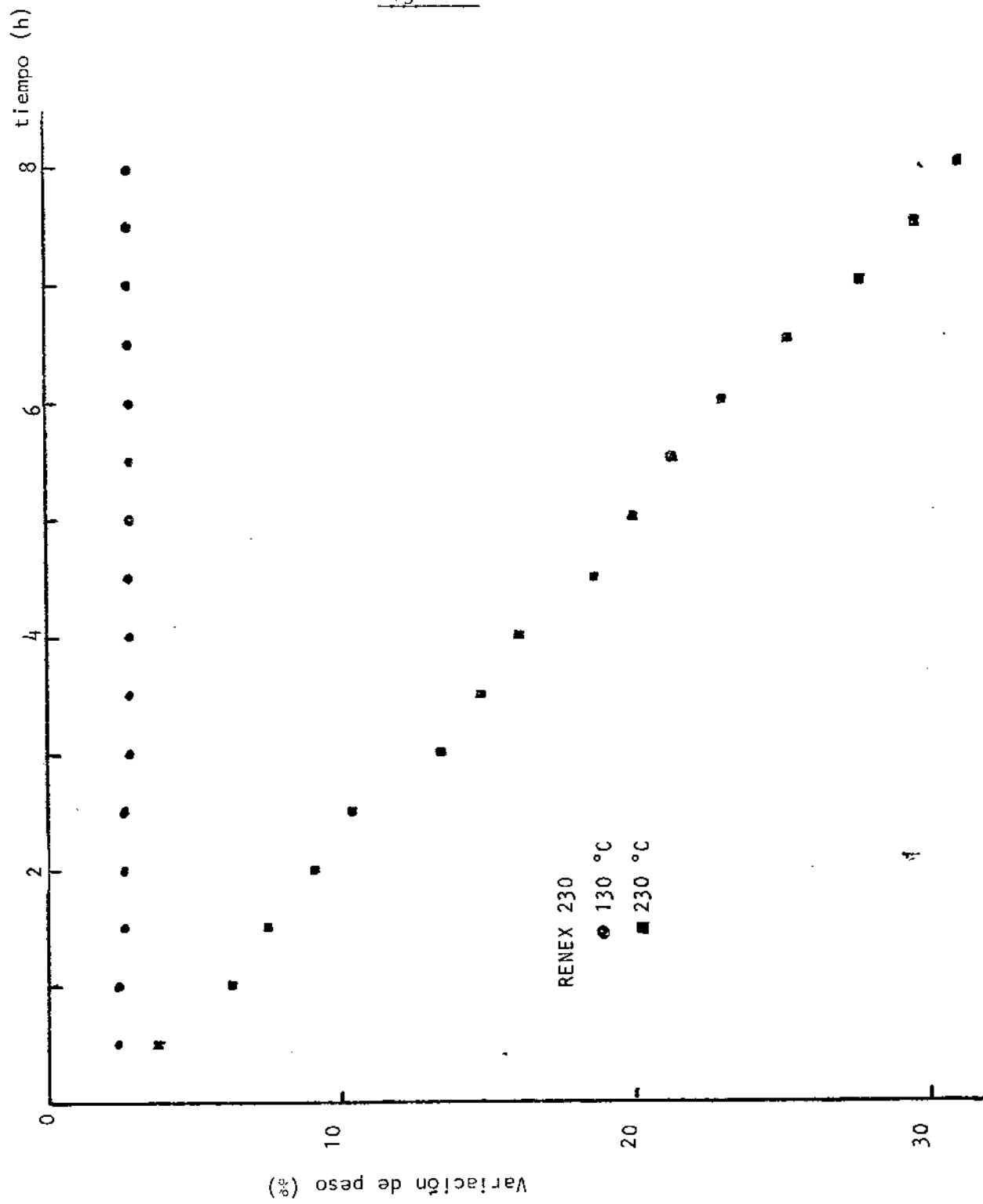


Figura 5

tiempo (h)

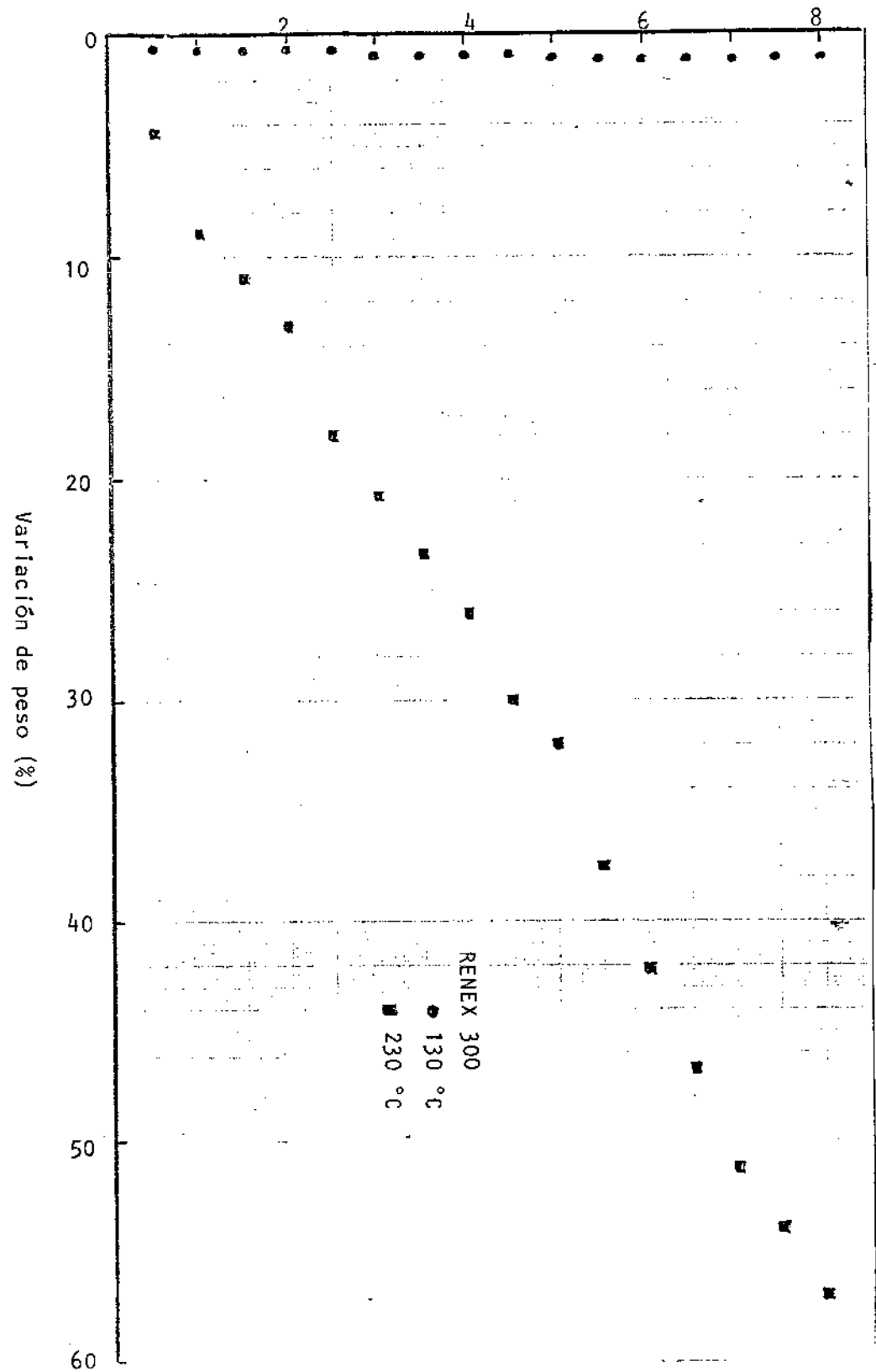


Figura 6

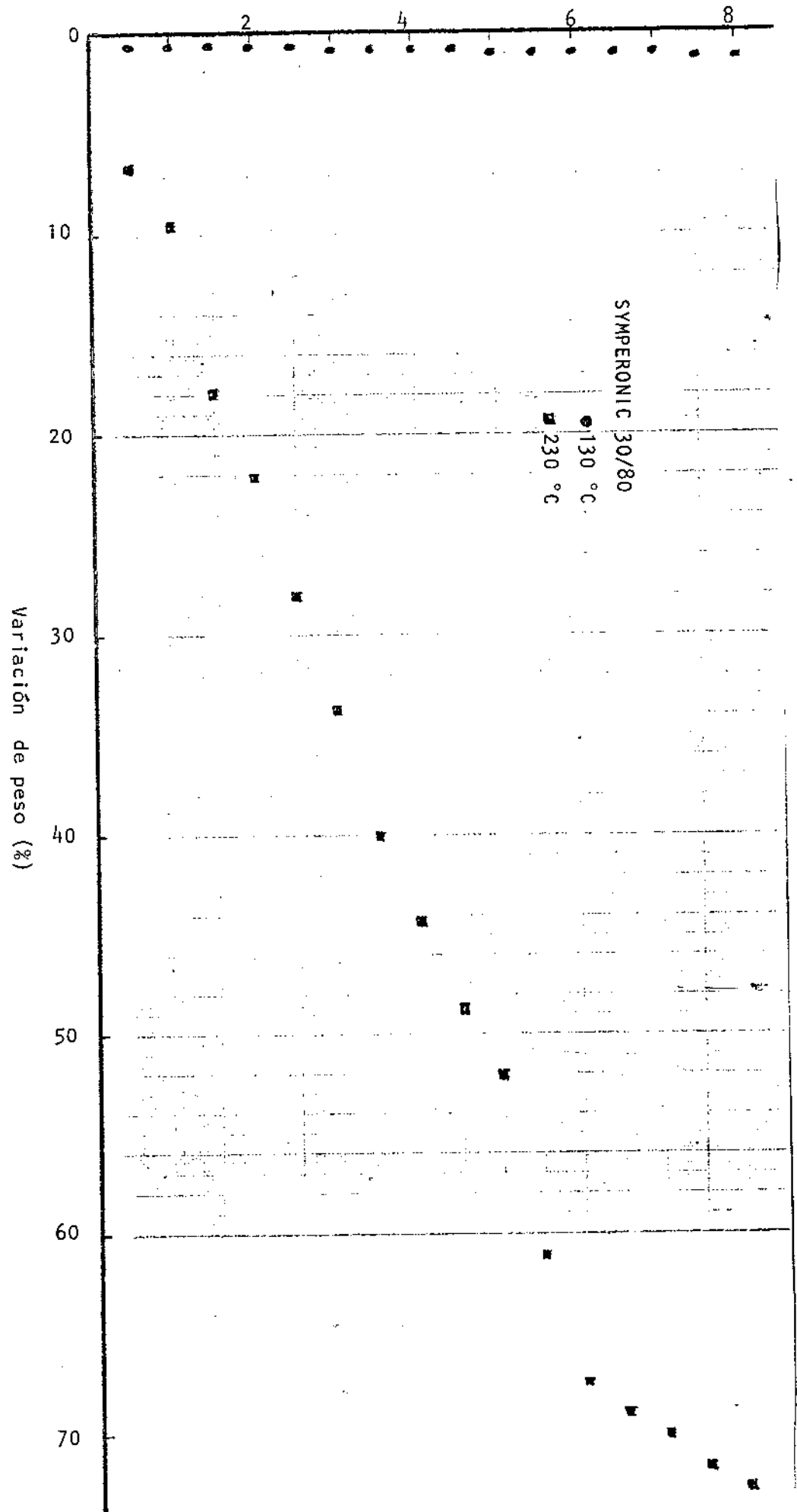


Figura 7

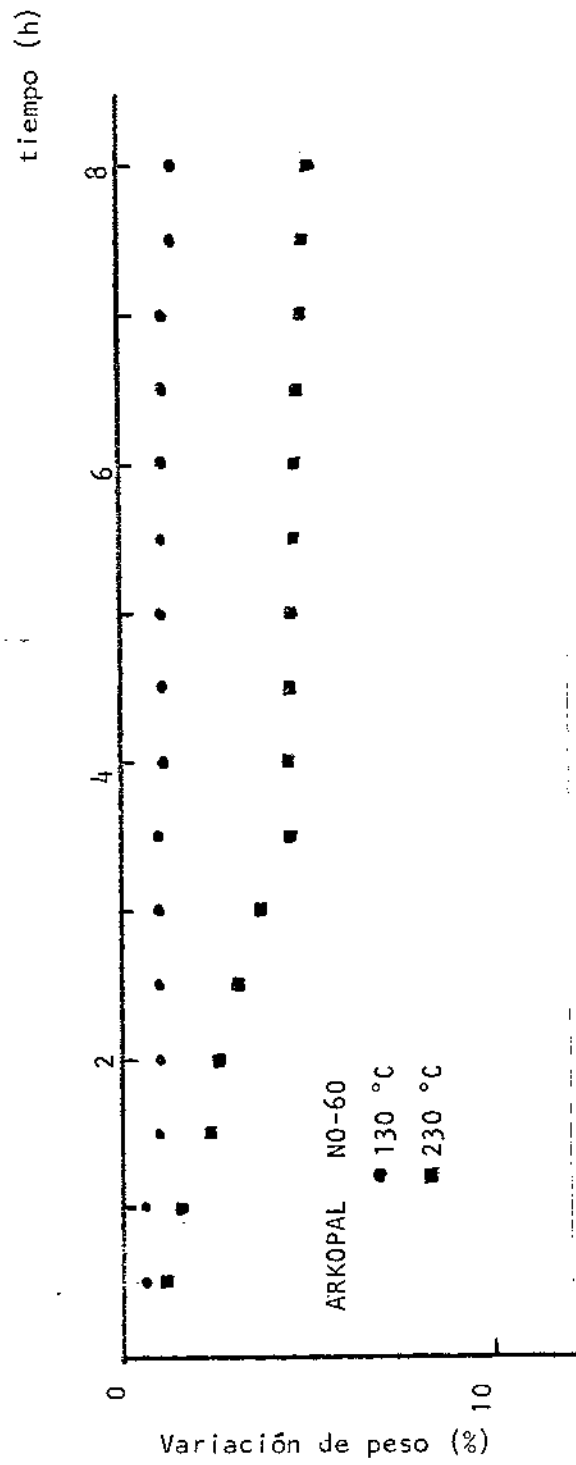


Figura 8

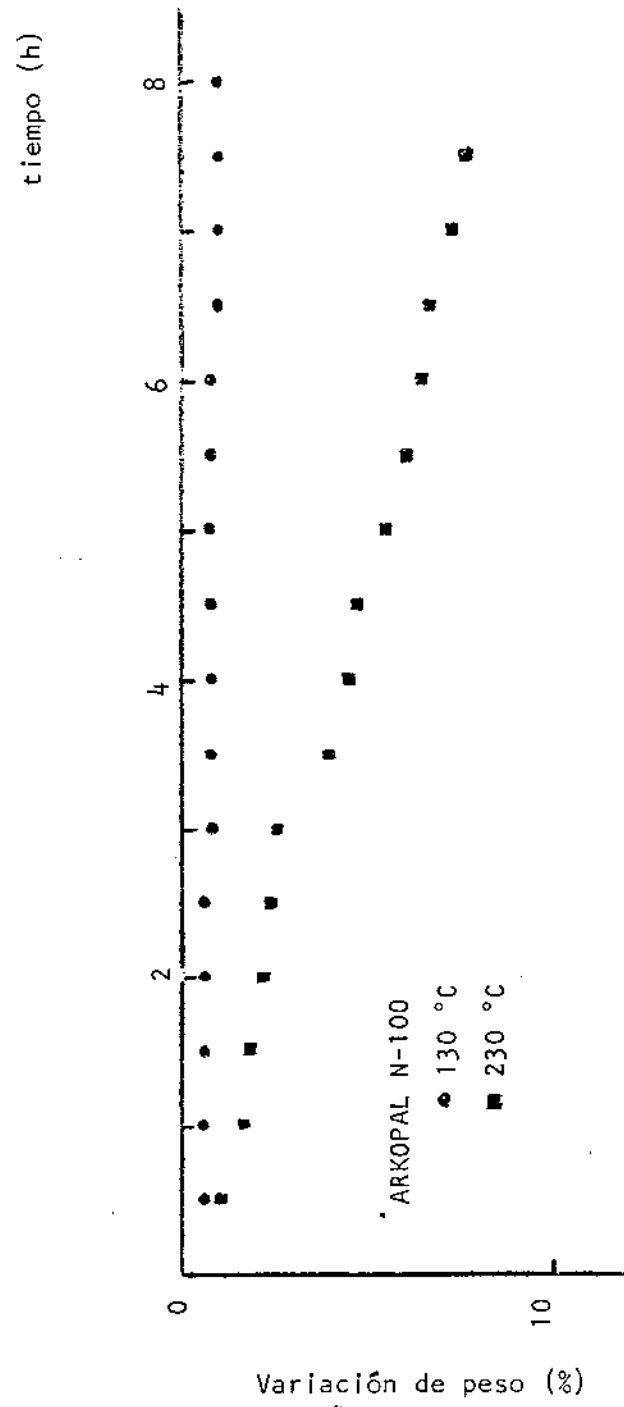


Figura 9

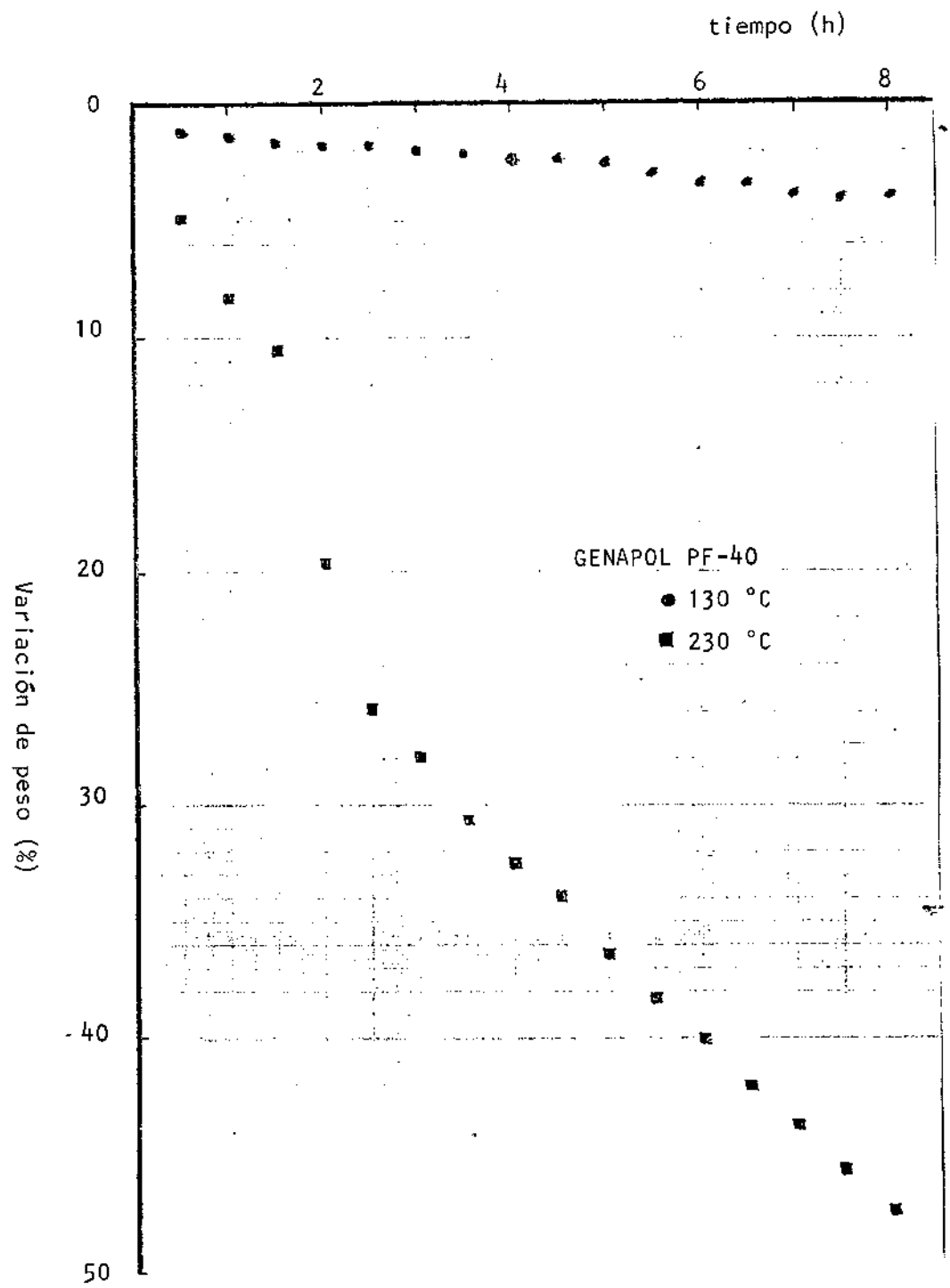


Figura 10

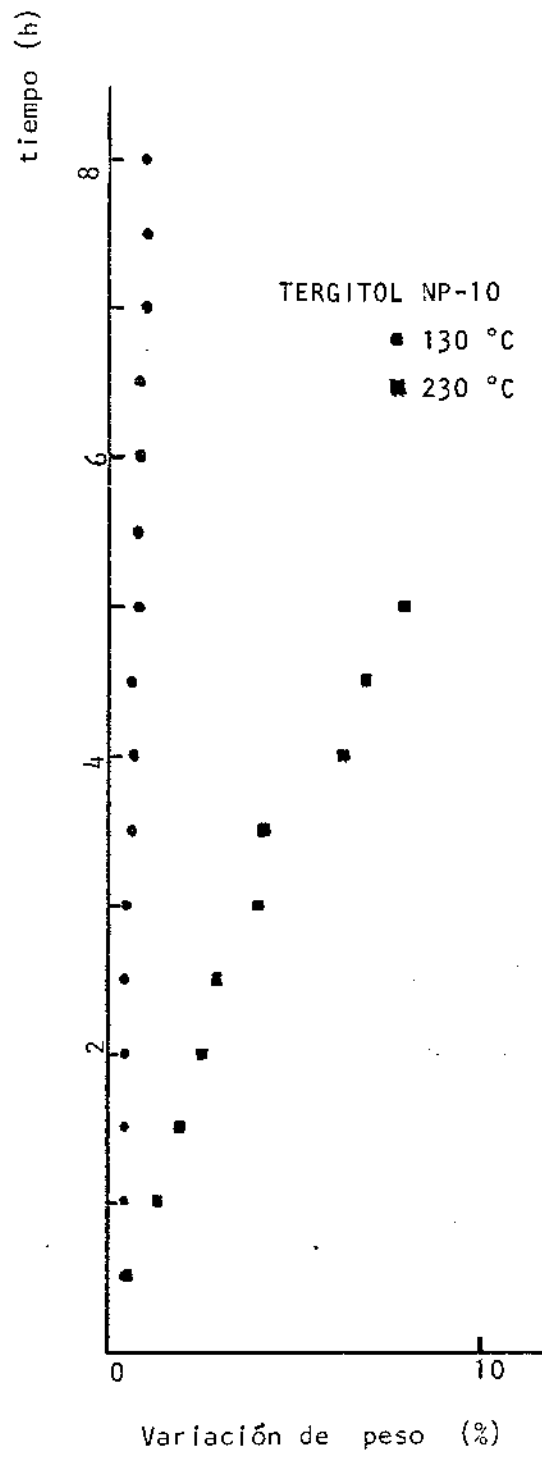




Figura 11

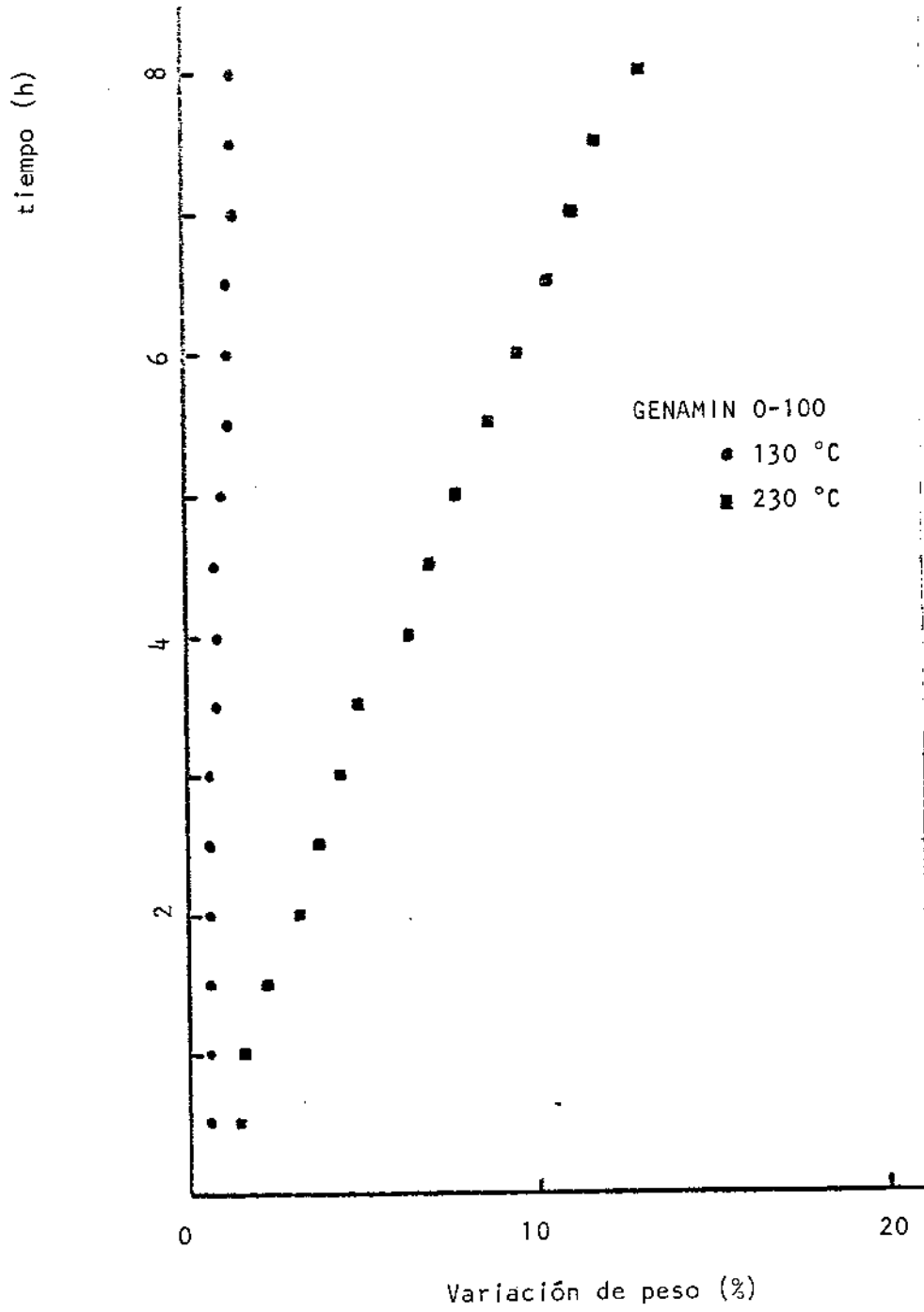


Figura 12

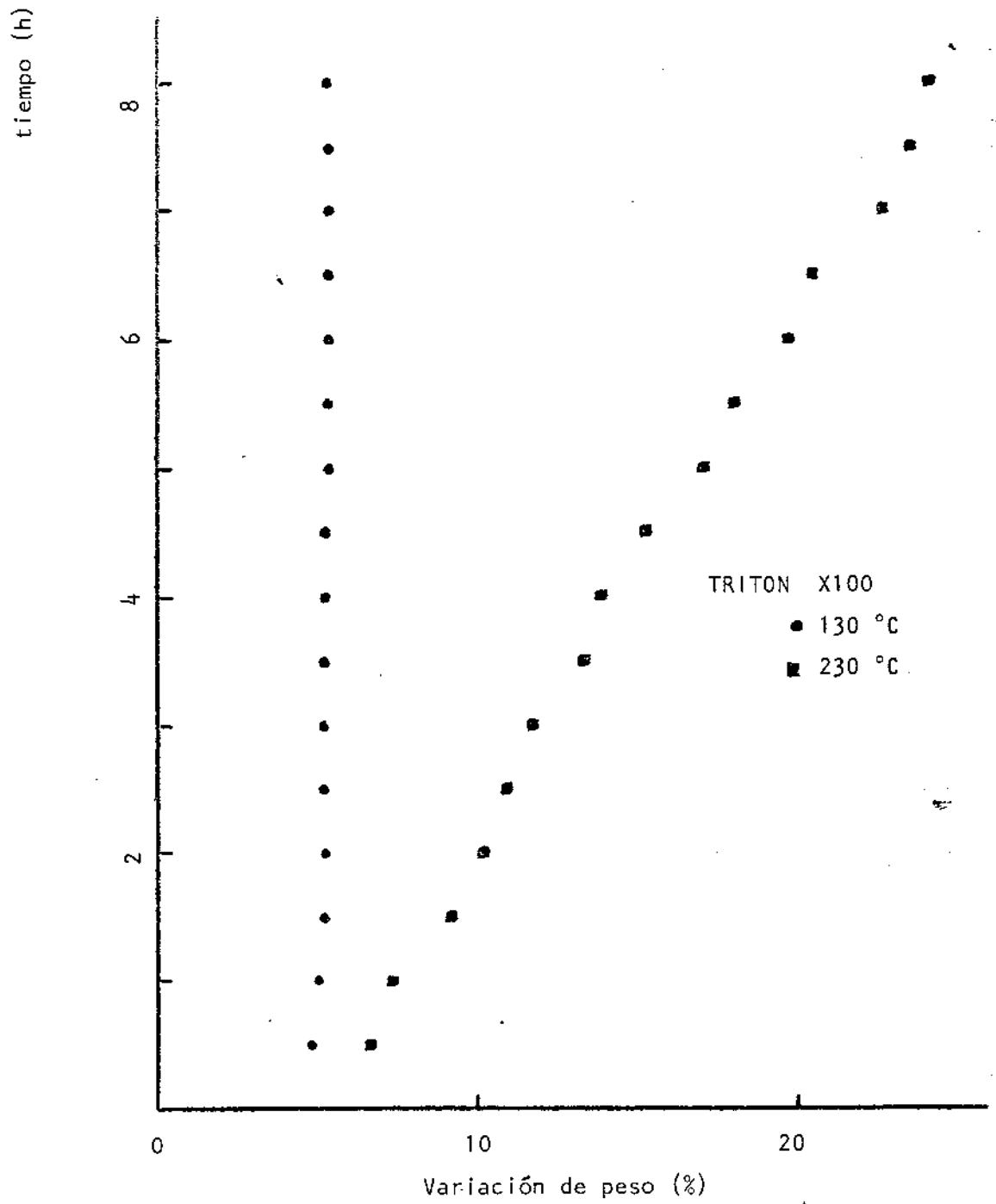


Figura 13

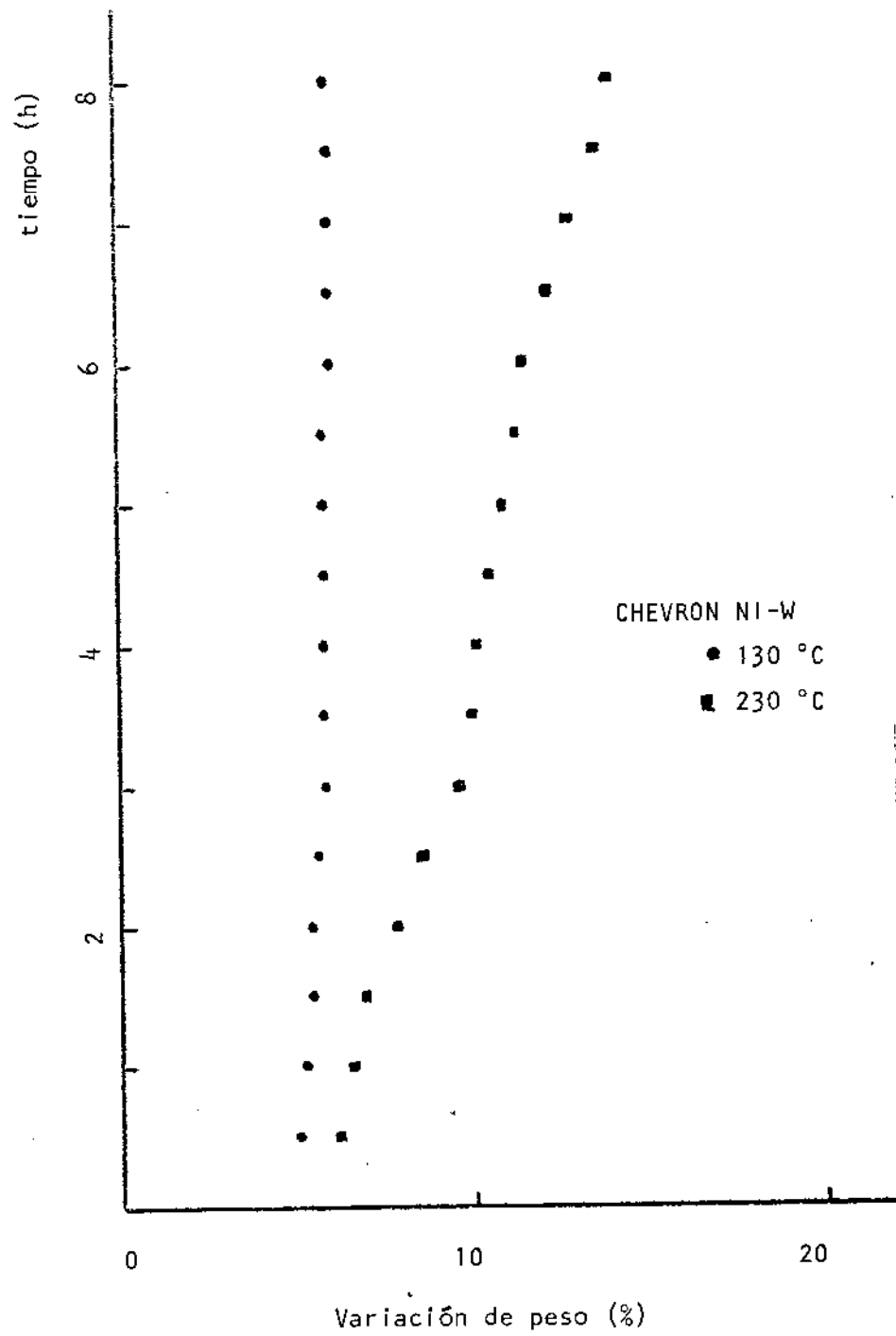


Figura 14

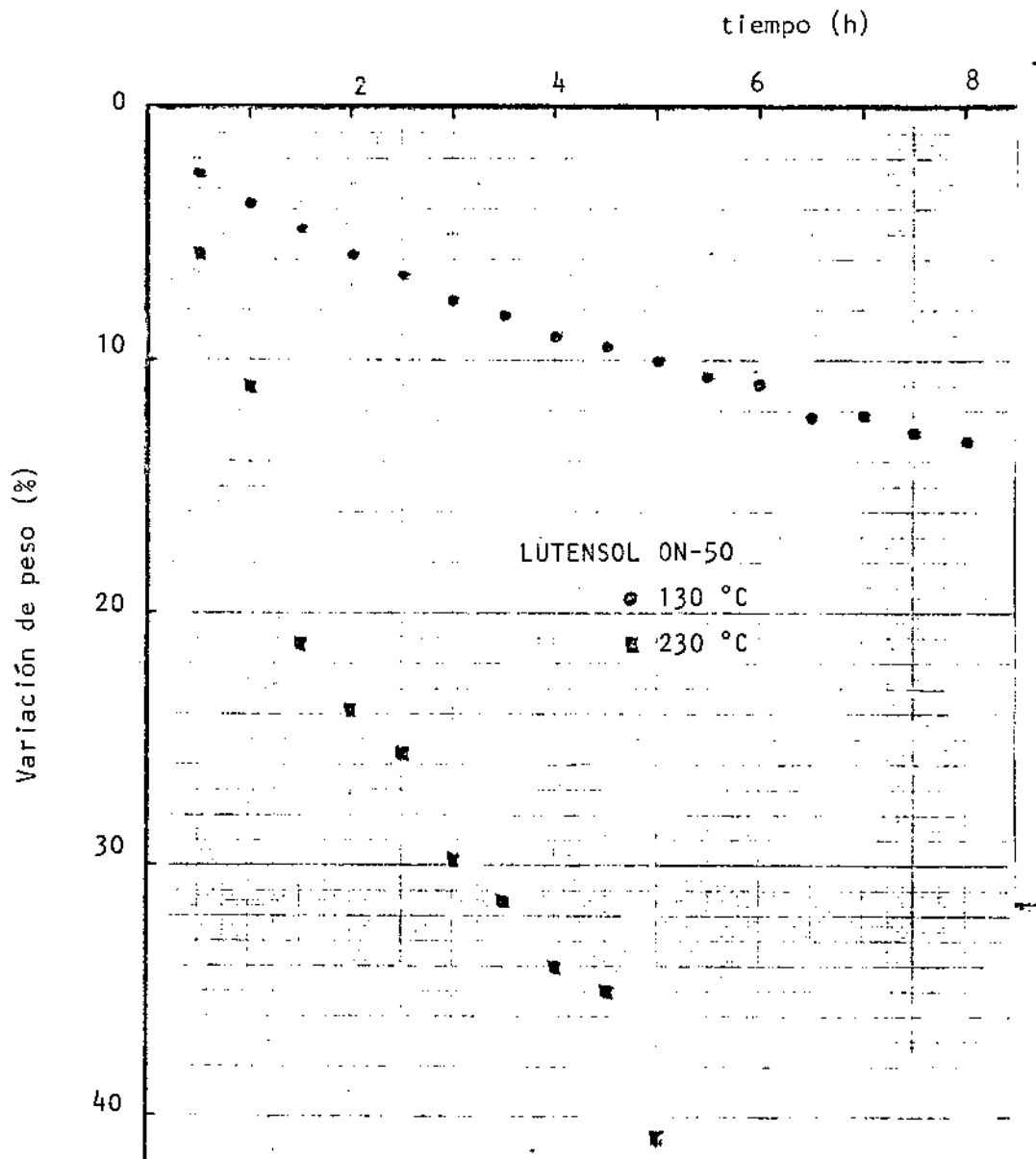


Figura 15

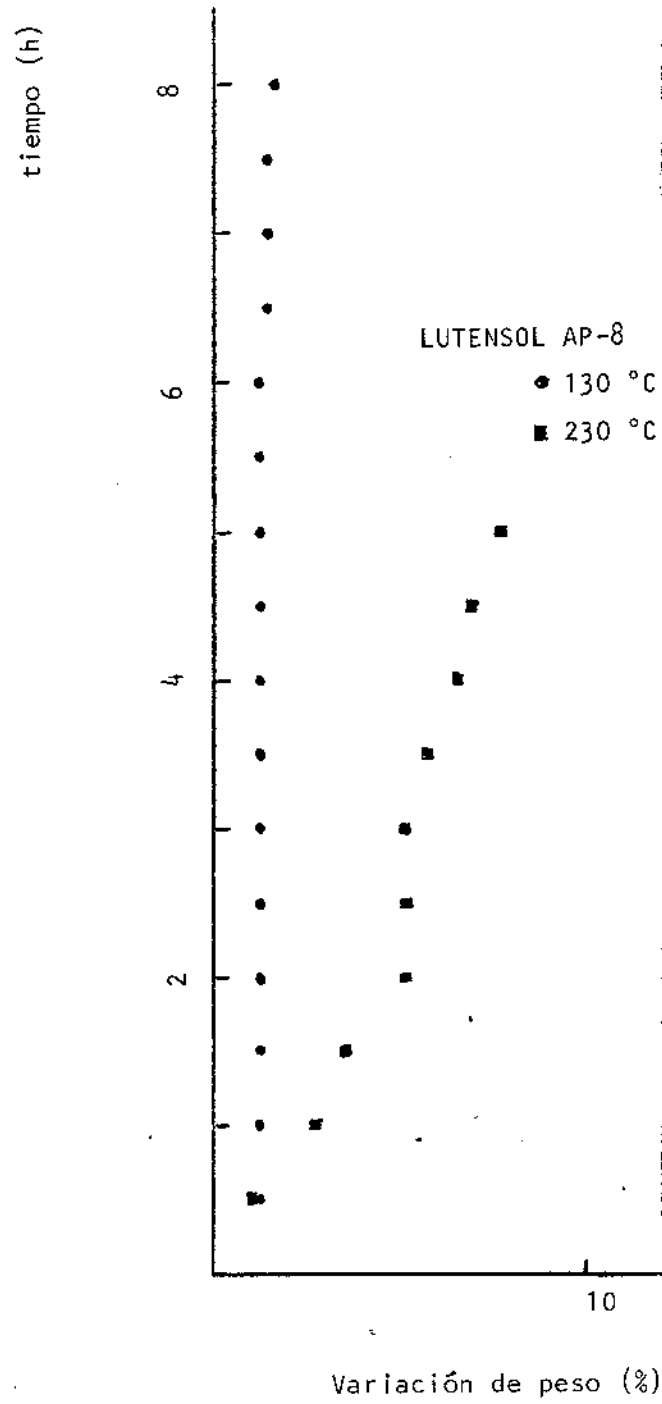
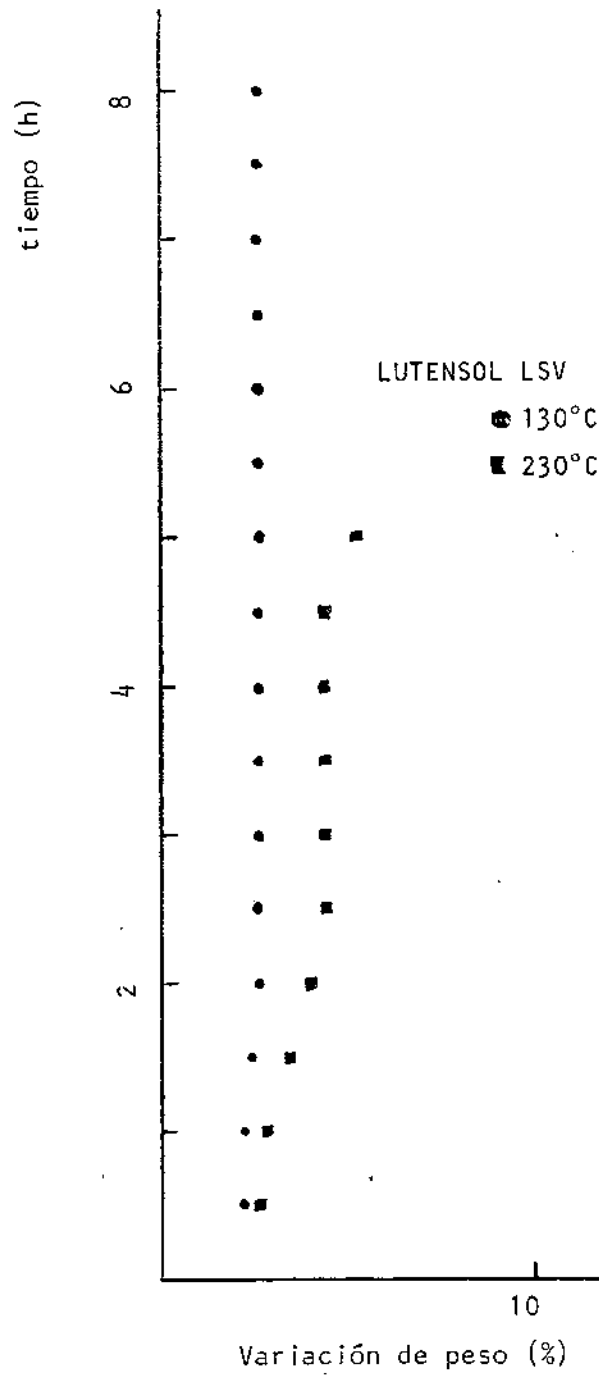


Figura 16



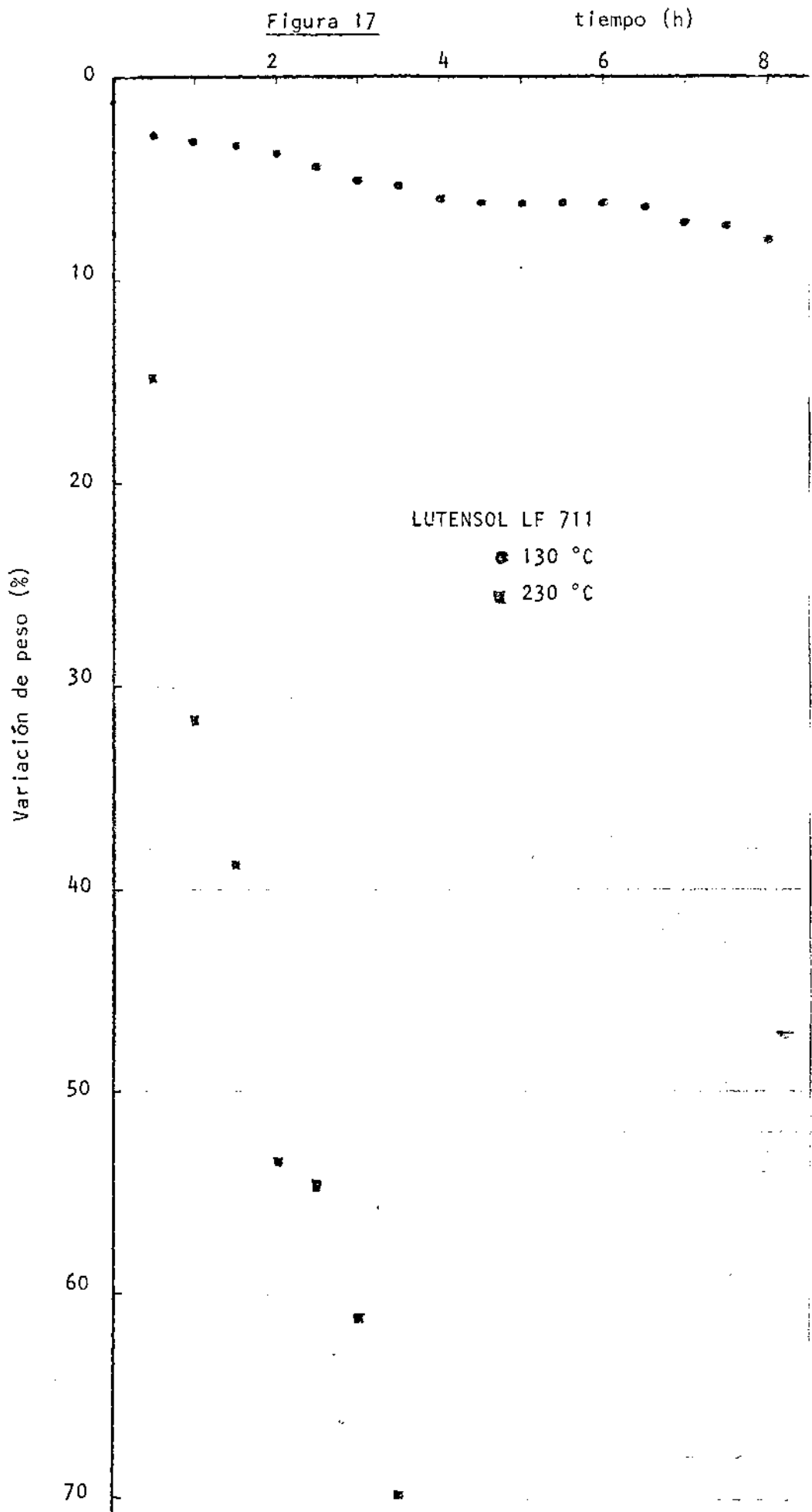


Figura 18

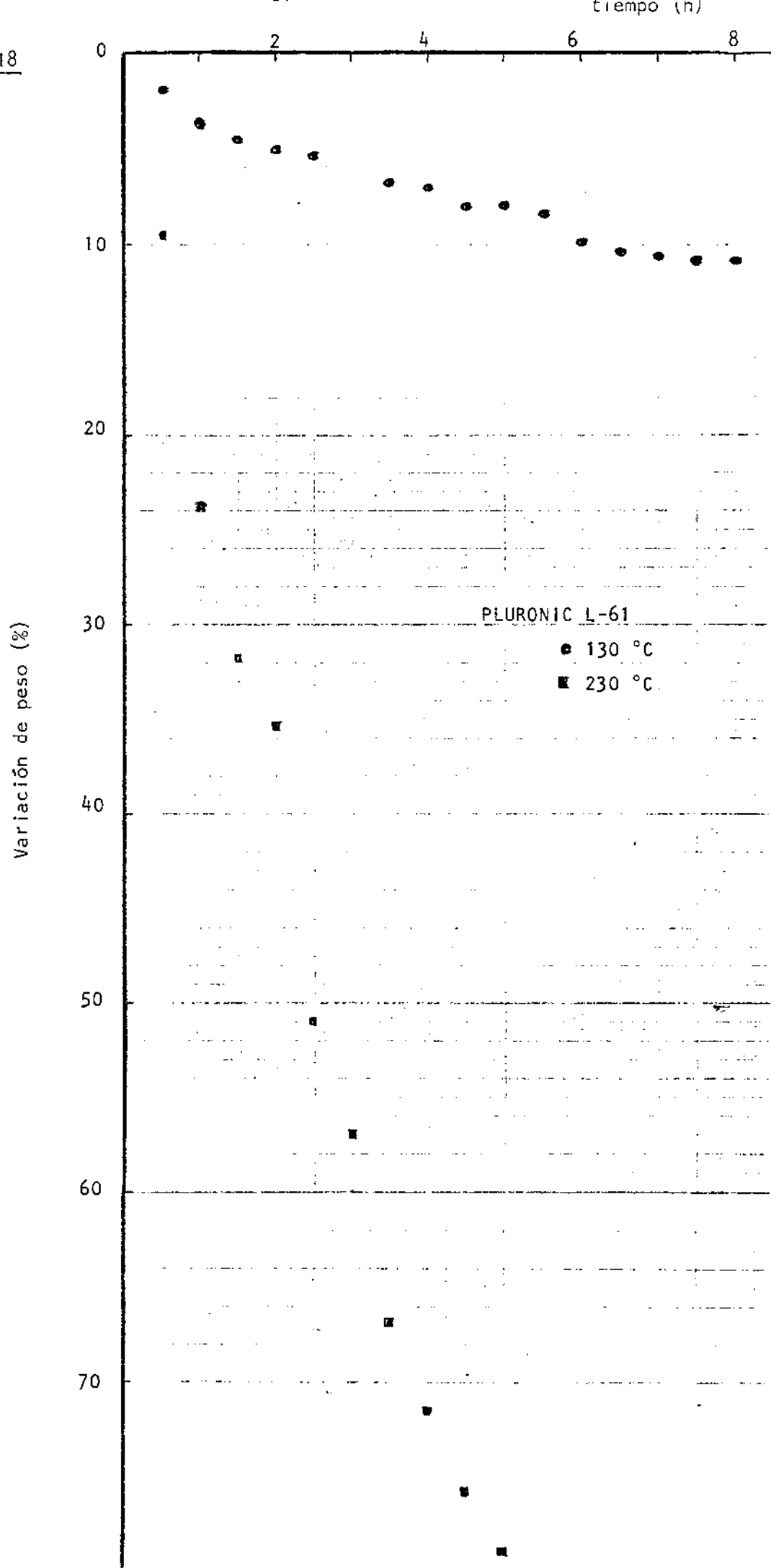




Figura 19

