

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DESARROLLO

Departamento Química

SISTEMA DE RECIRCULACION DE SULFURO DE HIDROGENO A ALTA PRESION, PARA EL ESTUDIO DE SU INTERACCION CON SOLUCION ACUOSA.

R.R. Strehar, P. Bruzzoni, A.H. Lammirato y M.A. Molinari

1978

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DE PROCESOS QUIMICOS

Departamento de Química

SISTEMA DE RECIRCULACION DE SULFURO DE HIDROGENO A ALTA PRESION, PARA EL ESTUDIO DE SU INTERACCION CON SOLUCION ACUOSA.

Por: Norberto R. Strehar, Pablo Bruzzoni, Alberto H. Lammirato y Marcelo A. Molinari.

SISTEMA DE RECIRCULACION DE SULFURO DE HIDROGENO A ALTA
PRESION, PARA EL ESTUDIO DE SU INTERACCION CON SOLUCION
ACUOSA.

Por: Norberto R. Strehar, Pablo Bruzzoni, Alberto H. Lammirato
y Marcelo A. Molinari.

División Fisicoquímica

1978

Presentado en las XIV Sesiones Químicas Argentina. Santa Fé.
16-20 de Julio de 1978. Resumen 6-1.

RESUMEN

Se describe una instalación proyectada para estudiar parámetros fisicoquímicos (formación de espumas, solubilidades, humedad, etc.) respecto del contacto entre gas sulfuro de hidrógeno y agua a 20 atm, con flujo variable de gas (máximo 1 metro cúbico por minuto) y a distintas temperaturas. Consiste en una columna con bandejas perforadas, un soplador de gas, tanques accesorios y otros elementos para llenado y vaciado, instrumental de medición, etc. Está construída en acero inoxidable 316 L con estrictas normas de control de calidad.

INTRODUCCION:

En Informes anteriores⁽¹⁾ hemos hecho una descripción general de fenómenos de formación de fases mixtas gas/líquido que han llegado a constituir problemas de operación en diversas instalaciones donde las 2 fases deben entrar en contacto íntimo y en particular en lo referente a las torres de intercambio del proceso G.S. para producir agua pesada.

Este proceso se basa en el intercambio bitérmico de D entre agua líquida y gas sulfuro de hidrógeno a la presión de 20 atmósferas y temperaturas de 30 a 130°C, en torres de platos perforados, donde circulan a contracorriente caudales muy grandes de ambas sustancias.

En esas torres se han presentado problemas de inestabilidad de operación debidas a la formación de espumas persistentes, lo que obligó en ocasiones a reducir considerablemente el rendimiento de las plantas. Este fenómeno fué atribuído a distintas causas, pero no se ha llegado aún a conclusiones finales al respecto. Nuestro grupo ha encarado varias posibles líneas de acción para atacar este problema y entre ellas una de las más importantes es procurar reproducir las condiciones de planta en algún dispositivo experimental que permita ensayar por anticipado variaciones de parámetros que no puedan ser fácilmente manejables en la planta. En principio no pueden aceptarse con total validez experiencias que no reproduzcan las condiciones de temperatura, presión y caudales de la planta y es difícil deducir cambios de escala muy grandes en las dimensiones de los equipos. Es por ello que, después de varias series de experiencias en menor escala, hemos decidido construir un aparato que pueda operar a 20 atm, recirculando sulfuro de hidrógeno con caudales equivalentes a los de planta a través de un plato perforado con solución acuosa saturada.

En principio el equipo se proyectó sin circulación de la fase acuosa, la que se puede renovar o reemplazar a lo largo de la

(1) FQ-I 17, Mayo 1977. FORMACION DE ESPUMA EN EL PROCESO G.S. M.A. Molinari.

PQ-Q-FQ- 30, 1978. FORMACION DE FASES MIXTAS EN TORRES DE INTERCAMBIO GAS/LIQUIDO. N.R. Strehar, M.A. Molinari y E.A. Rojo.

operación y las dimensiones se fijaron de manera de facilitar su construcción y sin embargo poder acercarse a diámetros de torres que permitan sacar algunas conclusiones aceptables sobre el comportamiento en escala industrial. Una vista general del aparato se puede apreciar en las fotos I y II de la maqueta construída para facilitar el proyecto y montaje.

Se proyecta estudiar la posible formación de espuma en función de variaciones de caudal y de la calidad del agua de alimentación, así como ensayar el efecto de impurezas y antiespumantes.

Se pueden realizar determinaciones visuales o con un equipo de barrido gamma proyectado especialmente para ese fin, y cuya evaluación y calibración forma parte de los trabajos proyectados.

Finalmente una función importante de este equipo será adquirir experiencia en el manejo de H_2S a 20 atm, cuyas propiedades requieren el máximo de precauciones.

DESCRIPCION BASICA DEL EQUIPO:

Las condiciones de operación son: 1-20 atmósferas, 20-50 °C y un caudal máximo de aproximadamente 1000 litros/minuto de gas. De esta manera la presión, temperatura y la velocidad del gas que se alcanzan son similares a las existentes en las torres frías de plantas de producción.

En la Fig. 1 se describen los componentes del sistema.

El recipiente de operación consta de entrada y salida de gas, por su parte inferior y superior respectivamente, por la parte media del recipiente se incorpora el agua a estudiar, que luego puede ser retirada por la parte inferior.

Este recipiente posee una camisa por dentro de la cual circula agua para termostatar el sistema. El control de temperatura se efectúa mediante un elemento sensible a resistencia de Pt y el correspondiente termoregulador electrónico.

El recipiente B (Fig. 2) se utiliza para almacenaje de agua a procesar, posee una capacidad de 16 litros y está acondicionado para mantener su contenido a una temperatura adecuada, que ya

posee al ingresar al recipiente. Para ese fin se dispone de una camisa que recibe agua proveniente del baño termostático. El nivel adosado al recipiente se utiliza para determinar el volumen de agua a incorporar a la bandeja de estudio.

El recipiente C (Fig. 3) está previsto para contener el agua proveniente del recipiente de operación, una vez finalizada la experiencia, su volumen es de 16 litros.

Por su parte inferior está conectado a una cañería de 3/4" por la que se descarga el contenido del recipiente. Los tres recipientes llevan manómetro, válvulas de venteo y de alivio.

El gas se hace circular mediante un soplador tipo Roots; que posee un sistema by-pass para la regulación del caudal. Este se mide mediante un caudalímetro convencional para alta presión, construido en acero inoxidable 316, y está previsto la instalación de una placa orificio y otros instrumentos similares para realizar estas mediciones.

Otras partes del aparato son una bomba de vacío mecánica, filtros y sistema de válvulas, conexión a un cilindro de SH_2 , sistema de regulación y salida del gas, el sistema auxiliar de depósitos, termostatación y circulación del agua de las camisas y los absorbentes de SH_2 de desecho, por burbujeo en solución de OHNa al 15%.

En la Fig. 4 se observan en detalle algunas características del recipiente principal de operación.

El mismo tiene una altura de 1,50 metros y un diámetro interno de 26 centímetros. En su parte media se encuentra una bandeja perforada, sobre la cual se deposita el agua a estudiar. Esta bandeja se puede reemplazar fácilmente por otras, con otros diámetros de agujeros y relación entre centros.

La bandeja superior, también perforada, cumple con la función de retener parte del líquido arrastrado (plato seco); con el mismo propósito se ha puesto una placa en el extremo del caño de salida del gas y se han practicado perforaciones laterales en el mismo.

La bandeja inferior está destinada a distribuir uniformemente el gas.

La distancia de cada una de las bandejas con respecto a la de estudio es la misma (45 cm), e igual a la que existe en las plantas.

Sobre el caño de entrada de gas existe una placa que evita la introducción de agua en la línea de gas; las aberturas laterales en dicho caño se han hecho a una altura tal que aún en caso de caer al fondo del recipiente el máximo volumen de agua previsto, su nivel no alcance dichas aberturas. La incorporación de agua al recipiente de operación se efectúa mediante una cañería, proveniente del recipiente de almacenaje, que descarga sobre la bandeja de estudio. La altura de agua en ésta será de 65 mm siendo esta altura igual a la que hay en las bandejas de las torres en escala piloto.

El líquido se mantendrá sobre la bandeja debido al empuje de la corriente gaseosa ascendente, que debe impedir el escurrimiento por los agujeros de la misma.

Este recipiente está provisto de manómetro para medir presión total de la fase gaseosa y termómetro para medir temperatura en la fase líquida (en el plato).

La caída de presión en el plato de estudio se tomará por medio de una celda de presión diferencial que actúa con un sistema neumático.

Las válvulas que se encuentran en el equipo son todas del tipo esférico con sellos de Teflón, salvo una válvula de regulación tipo globo, instalada a la salida del soplador. Las cañerías utilizadas en el equipo en cuestión son de 2" para el circuito de gas, 3/4" para el de agua de proceso y 1/2" (en PVC) para los circuitos de termostatización.

El recipiente principal posee un sistema de 2 ventanas enfrentadas de aproximadamente 4 cm de ancho y que van a todo lo largo de la distancia entre platos, con un iluminador especial y un aparato de barrido gamma, desarrollado por la Gerencia de Aplicaciones de la C.N.E.A., destinados a la observación y medición de la capa de espuma.

MATERIALES Y CONTROLES:

Las características químicas y condiciones de operación del sistema determinaron requerimientos estrictos en los materiales de construcción.

Entre los aceros inoxidable recomendados por la literatura especializada, después de haber descartado algunos por altos costos y otros por dificultad en su suministro, se eligió el acero inoxidable 316 L cuya característica principal es el bajo contenido de carbono (máximo 0,03%).

Esta baja concentración minimiza la formación de carburos y por lo tanto asegura un comportamiento óptimo ante los agentes corrosivos, aún en casos de piezas soldadas o que no pueden ser sometidas al tratamiento térmico adecuado.

Este material se utilizó para la construcción de los recipientes y sopladores que constituyen el equipo en cuestión.

Asimismo las cañerías metálicas de 3/4" y 2" son de acero inoxidable 316 L y la calidad de las mismas fué controlada por espectrografía de chispa.

Las válvulas, accesorios e instrumentos fueron contruídos en acero inoxidable 316. El material utilizado en todas las juntas y sellos de uniones roscadas es Teflón, debido a su estabilidad química y a su comportamiento satisfactorio a altas presiones y temperaturas.

La construcción, inspección y control de los recipientes se hizo de manera de satisfacer las normas del Código ASME, Nuclear Vessels, recipientes Clase A.

La inspección de la obra fué realizada por la División Adquisiciones y Control del Departamento Ingeniería de Plantas Químicas de la Gerencia de Procesos Químicos.

Se efectuó el análisis químico del material usado en la construcción. Sus soldaduras fueron realizadas por operarios calificados para este fin. Las mismas se sometieron a ensayos con tintas penetrantes y posteriormente se radiografiaron en un 100%.

El equipo se probó hidráulicamente a 30 atm. y se verificó la estanqueidad mediante ensayo de fugas con gas helio.

Una vez ensamblados, los equipos se sometieron a un tratamiento de relevamiento de tensiones que consistió en mantenerlos a una temperatura de 400 °C durante 30 minutos, seguido de enfriamiento al aire.

DESCRIPCION DEL LOCAL Y CONDICIONES DE TRABAJO:

Debido a las propiedades tóxicas, de inflamabilidad y corrosividad del sulfuro de hidrógeno, debieron hacerse previsiones especiales para operar este equipo.

Se ha dispuesto de un local de aproximadamente 7 x 5 m, para este único fin, donde se instaló una campana o gabinete para gases, de acero inoxidable y ventanas de acrílico de aproximadamente 3 x 1 x 3 metros de altura con 2 accesos o ventanas laterales opuestas de 3 x 2 metros y sistema de extracción de aire que asegure una velocidad lineal de 50 m/min. en las aberturas (correspondientes a 10 ppm TLV) (ver Fig. 5).

El local a su vez tiene su propio sistema independiente de extracción con caudales y velocidades de aire menores que la campana.

Se ha realizado una instalación eléctrica a prueba de explosión para ambiente inflamable, con todos los controles y llaves fuera del laboratorio. Se cuenta con alarmas contra incendios (térmicas y de humo) y con detectores automáticos de H_2S que pueden fijarse para detectar 2 límites distintos, por ejemplo 10 y 30 ppm de H_2S en aire. Este detector accionará también alarmas, pero no se prevee por ahora el corte automático de operaciones, lo que será posible si se proyectan experiencias de larga duración con períodos no atendidos por un operador.

El personal contará además con dosímetros personales para H_2S y se dispondrá de equipos de respiración autónoma portátiles de 30 minutos de duración, un sistema de respiración con cilindros de aire para operar varias horas y "resucitadores".

Las operaciones se realizarán siempre por, al menos, 2 personas, permaneciendo siempre uno de ellos en condiciones de socorrer al que se encuentra cerca del equipo.

La evacuación eventual del gas contenido en el aparato se hará a través de un sistema de burbujeo por una solución alcalina dentro de la campana y a una velocidad suficiente para obtener su total absorción.

PROCEDIMIENTO DE OPERACION:

El equipo debe evacuarse totalmente antes de empezar una operación lo que se hace con la bomba mecánica, manteniendo las válvulas de comunicación abiertas, excepto la salida al exterior y la conexión al cilindro de SH_2 .

Se carga con agua el tanque B, se burbujea N_2 en ese tanque y se llena con este gas el resto del aparato. Se aísla el tanque B y se evacúa el resto del equipo. El llenado con N_2 y evacuación puede repetirse varias veces para asegurar ausencia de oxígeno.

Con el equipo evacuado se procede a llenar el aparato con SH_2 , abriendo la válvula del cilindro, saturándose incluso el agua en el recipiente B.

Se pone en marcha el soplador, se eleva la presión hasta alcanzar 20 atm., y se ajusta el caudal al valor deseado. En esas condiciones se hace bajar el agua a la bandeja de estudio, controlándose la cantidad en el nivel del tanque B y se inicia la experiencia, después de comprobar los valores de la presión, temperatura y caudal.

Reduciendo o anulando el flujo de gas, el líquido de la bandeja se baja al tanque C.

La operación puede repetirse con otras 3 cargas similares de agua del tanque B.

La carga total de agua usada se trasvasa del tanque C al tanque superior B por ajuste de una diferencia de presión, del cual se puede retirar por drenaje.

En caso necesario, el SH_2 contenido en el equipo puede retirarse a través de una válvula reductora de presión, con salida al sistema de eliminación de SH_2 . Después se arrastra el gas remanente por lavado con N_2 , antes de abrir el equipo.

Se ha confeccionado un manual de secuencia de operación de válvulas e instrumental a fin de evitar errores en su manipulación.

OTRAS APLICACIONES PREVISTAS:

Como ya dijimos una finalidad paralela que se cumplirá simultáneamente consiste en experimentar la manipulación de cantidades de H_2S mayores que las habituales en un laboratorio químico a la presión de 20 atm., adquiriéndose experiencia en 1) diversas operaciones de trasvase, saturación, vaciado, etc. y 2) comportamiento de equipos, materiales y elementos de medición, detección, etc.

Con algunas modificaciones el equipo puede servir además para el estudio de propiedades fisicoquímicas del gas saturado de humedad o de la solución acuosa saturada de sulfuro de hidrógeno (por ejemplo determinar valores de humedad y solubilidad). La posibilidad de tomar muestras de ambas fases en equilibrio permitirá también obtener valores reales de la constante de intercambio isotópico.

Además, en el mismo equipo o en recipientes intercalados en el circuito, será posible hacer estudios sobre comportamiento de materiales en las condiciones de proceso, así como ensayar instrumental de medición (caudalímetros, manómetros, etc.), accesorios y componentes.

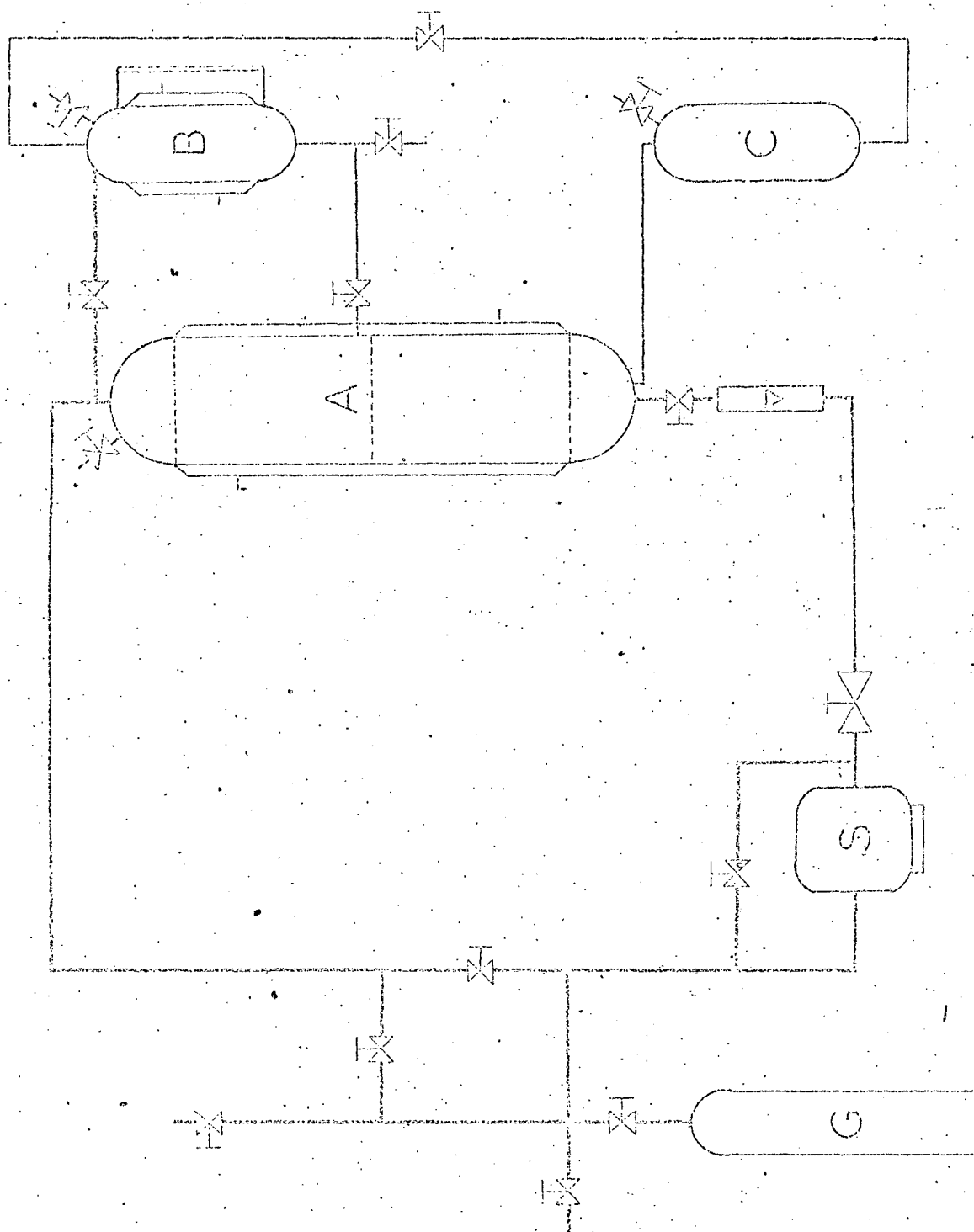


FIG. 1
Diagrama general

A: Recipiente de operación.
B. y C: Tanques de almacenaje.
S: Soplador.
G: Cilindro de H₂S.

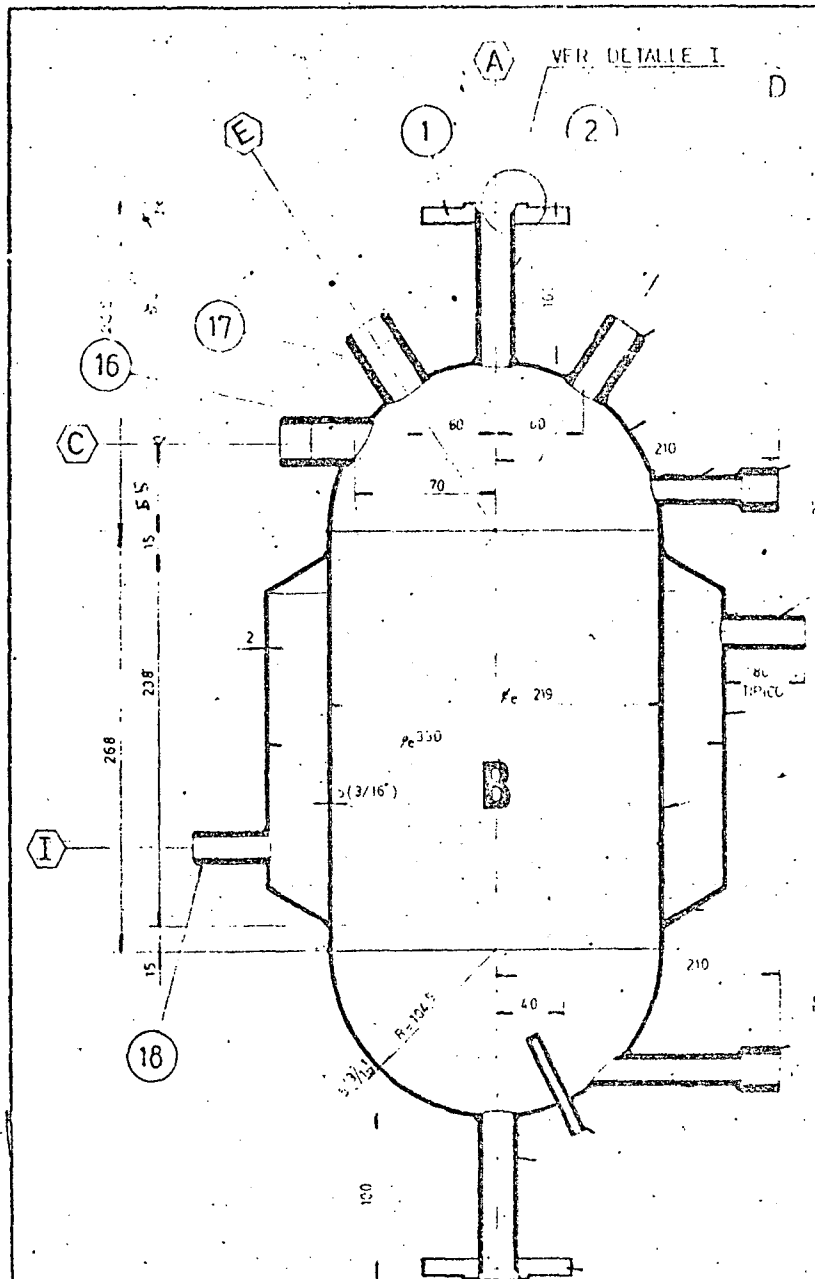


FIG. 2

Reducción del plano de detalle

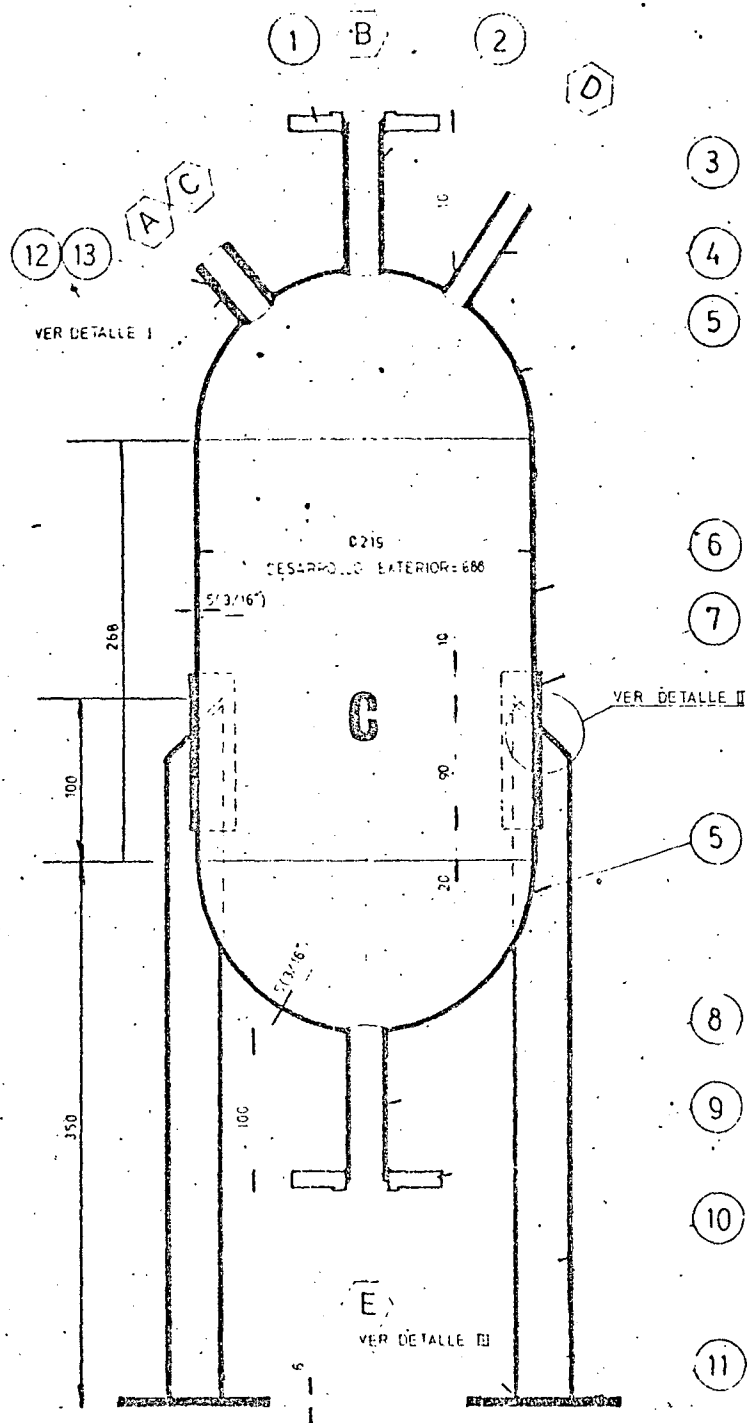


FIG. 3

Reducción del plano de detalle.

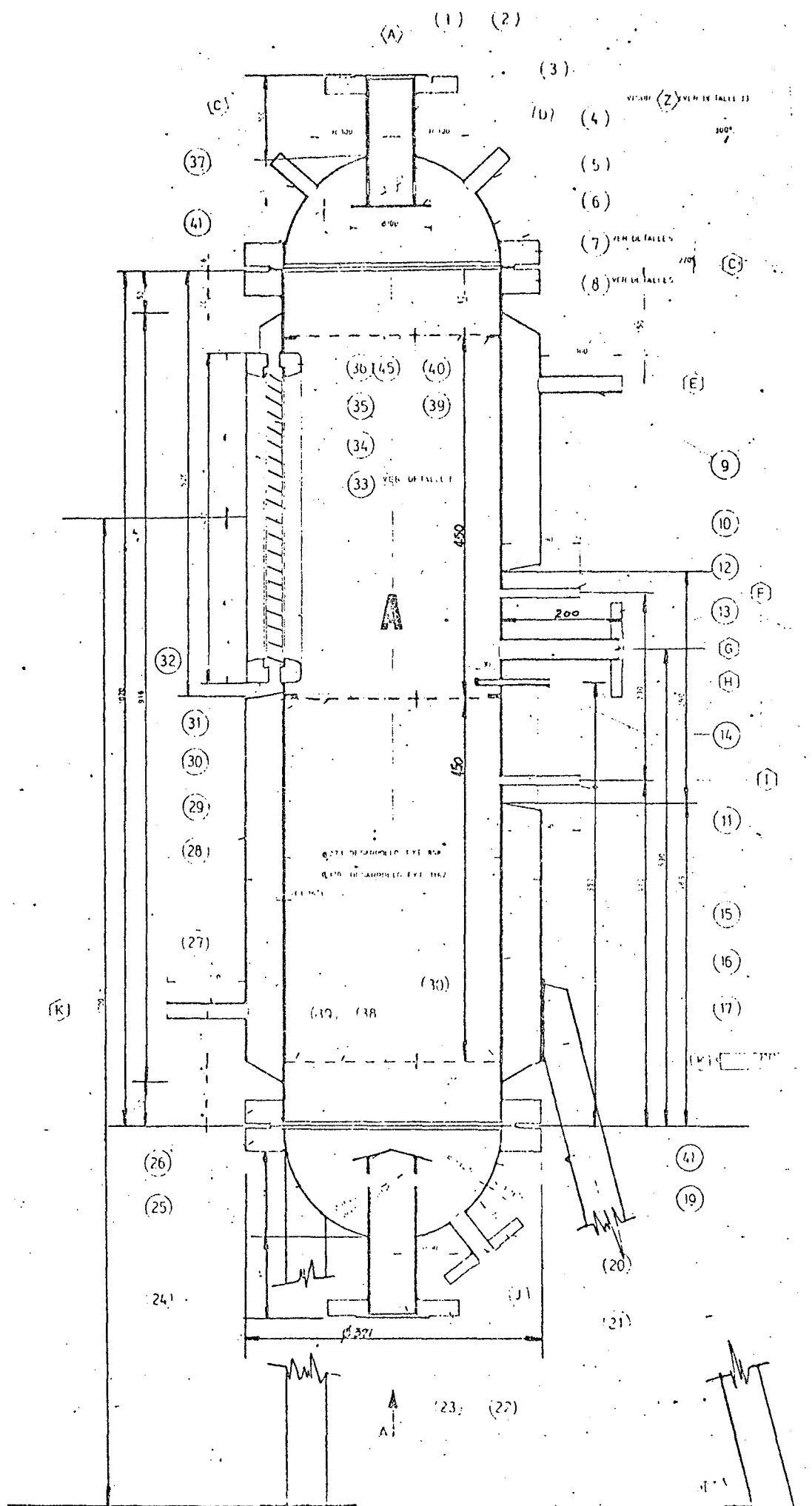


FIG. 4

Reducción del plano de detalle

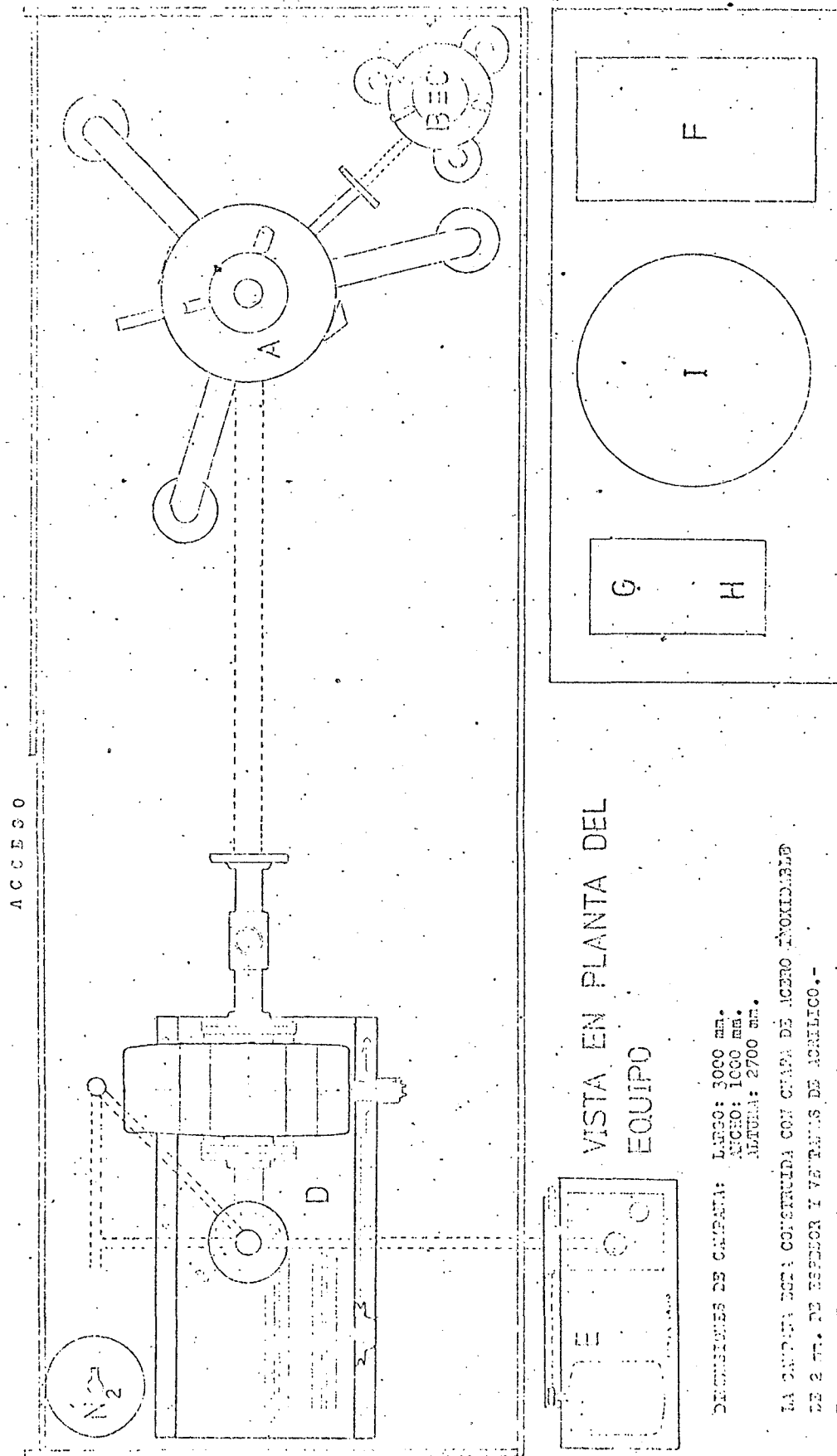


FIG. 5

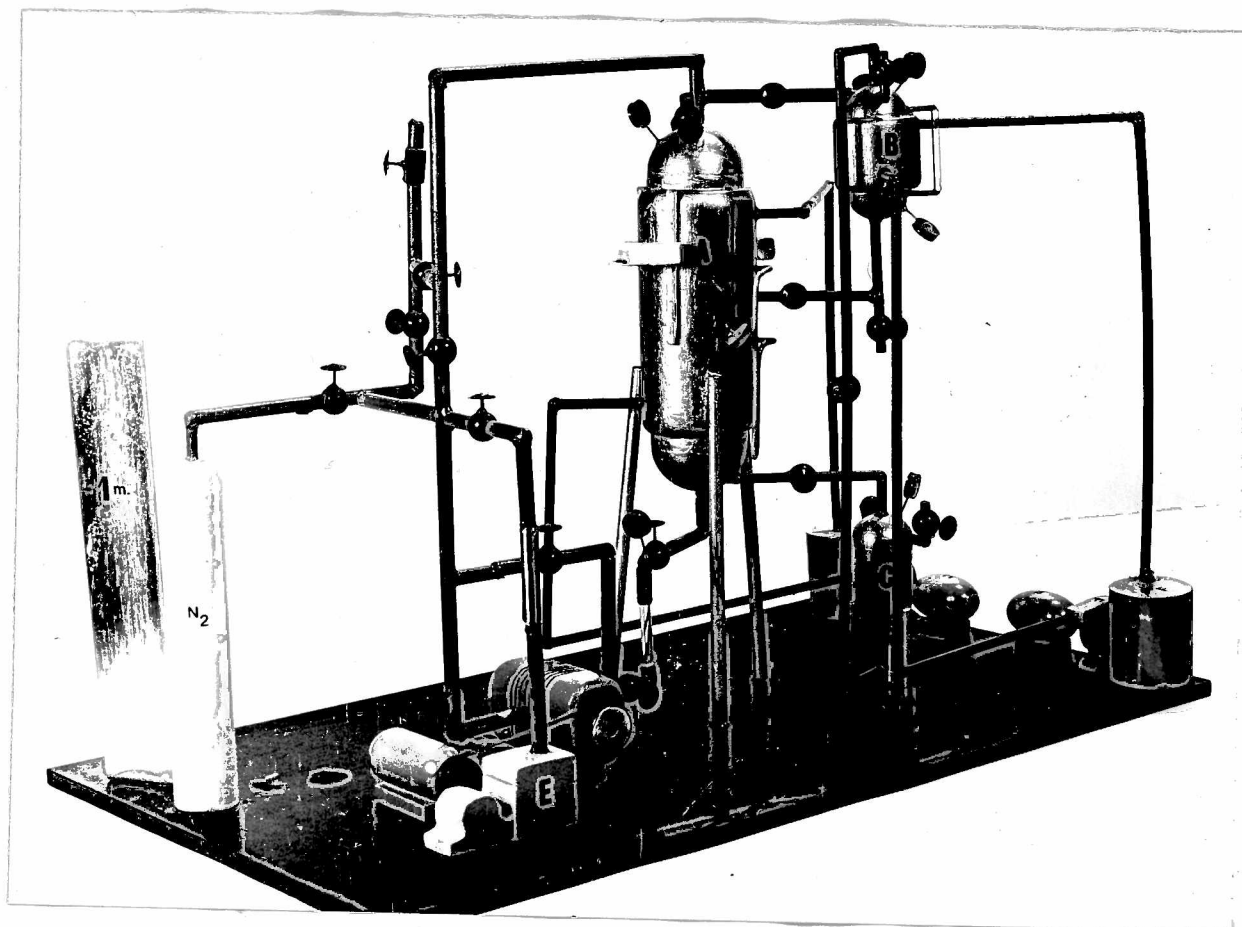


FOTO I

Vista de la maqueta del equipo

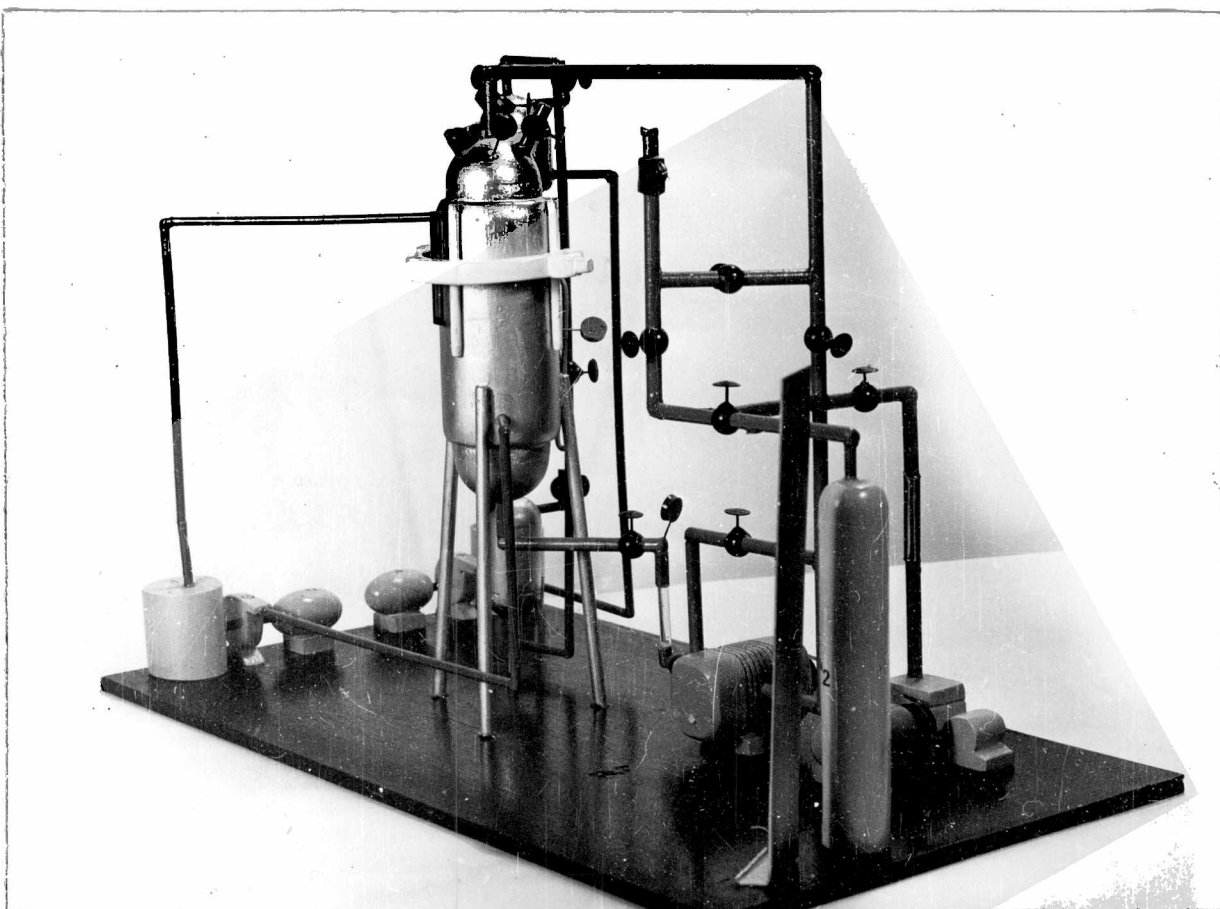


FOTO II

Vista de la maqueta del equipo