



*UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SAN NICOLÁS DE HIDALGO*

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

“CONDICIONES DE OPERACIÓN DE UN PROCESO DE SULFONACIÓN PARA LA FABRICACIÓN DE  
SURFACTANTES”

MEMORIA DE EXPERIENCIA PROFESIONAL

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

ARMANDO LAGUNA NAVA

ASESOR:

M.C. RODOLFO RUIZ HERNÁNDEZ

MORELIA MICHOACÁN, DICIEMBRE 2018



## AGRADECIMIENTOS:

- A mis padres por haberme brindado la oportunidad de tener unos estudios y una preparación.
  
- A todos mis hermanos por haberme brindado su apoyo y respaldo durante todo este trayecto de formación académica.
  
- A mi esposa y mis hijos, por apoyarme a realizar este proyecto
  
- También quiero expresar mi reconocimiento y gratitud, al M.C Rodolfo Ruiz Hernández, por todo su apoyo en este proyecto.
  
- A todas las personas maravillosas, que se cruzaron en mi vida, por sus contribuciones para la realización de este proyecto.

# INDICE

RESUMEN.....	4
I. INTRODUCCION.....	6
II. GENERALIDADES.....	7
III. ANALISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS.....	37
IV. CONCLUSIONES.....	40
V. REFERENCIAS.....	42
VI. ANEXOS.....	43

# RESUMEN

En la fabricación de los surfactantes, detergentes líquidos y sólidos, donde la materia prima principal para su fabricación es el azufre líquido, en los procesos de sulfonación/sulfatación la alimentación del flujo líquido de azufre, es por la parte de arriba a un quemador 12H1, donde se alimenta contra corriente un flujo de aire seco saliendo de las secadoras de sílice gel a una temperatura de 14 a 20°C, para llevar a cabo la oxidación del azufre  $S + O_2 \rightarrow SO_2$ , es de suma importancia que el aire utilizado para la quema del azufre entre al quemador libre de humedad, por la generación de  $H_2SO_4$  concentrado (OLEUM)

El aire de proceso sale a una temperatura de 130°C aproximadamente y es enfriado en 2 enfriadores de calor 11V2, uno opera con agua de enfriamiento que proviene de la torre a 18°C y el otro opera con agua helada (solución de etilen glicol), de los enfriadores antes mencionados la temperatura del aire sale de 5°C, posteriormente entra un secador de sílice gel, para eliminar las trazas de humedad que no fueron retiradas del todo en los enfriadores, de los secadores de sílice gel el aire sale de 14 a 20°C, para posteriormente entrar al quemador y llevar a cabo la combustión del azufre.

El  $SO_2$  que sale del quemador 12H1 a 680°C, entra a la torre catalítica 12C1 donde es filtrado y enriquecido por 4 camas o lechos compuestos por un catalizador, acelerando la reacción para convertir el  $SO_2$  en  $SO_3$  con  $1/2$  molécula más de oxígeno,  $SO_2 + \frac{1}{2} O_2 \rightarrow SO_3$ , posteriormente este gas se hace reaccionar con DDB (dodecil benceno lineal) que es la materia prima 2.  $SO_3 + R-C_6H_5$  donde se obtiene como producto el  $R-C_6H_4SO_3H$  (ácido dodecil bencen sulfónico lineal)

Los gases que no reaccionan llamados gases de escape, entran a un ciclón 16S1 y posteriormente a un precipitador electrostático 14F1, estos gases que no fueron condensados en el precipitador electrostático entran a un lavador de gases 14C1, donde son lavados y neutralizados con una solución alcalina de agua-sosa líquida, con el propósito de evitar salgan al medio ambiente y evitar contaminación.

# SUMMARY

In the manufacture of surfactants, liquid and solid detergents, where the main raw material for its manufacture is liquid sulfur, in the sulfonation / sulfation processes the liquid sulfur flow feed is on the top to a burner 12H1 , where a flow of dry air is fed against the current coming out of the silica gel dryers at a temperature of 14 to 20 ° C, to carry out the oxidation of the sulfur  $S + O_2 \rightarrow SO_2$ , it is of the utmost importance that the air used for sulfur burning between the moisture-free burner, for the generation of concentrated  $H_2SO_4$  (OLEUM)

The process air exits at a temperature of approximately 130 ° C and is cooled in 2 11V2 heat chillers, one operates with cooling water that comes from the tower at 18 ° C and the other operates with ice water (ethylene glycol solution) ), from the aforementioned chillers the air temperature leaves 5 ° C, then a silica gel dryer enters, to remove traces of moisture that were not completely removed in the chillers, from the silica gel dryers the air comes out from 14 to 20 ° C, to later enter the burner and carry out the combustion of the sulfur.

The  $SO_2$  that leaves the burner 12H1 at 680 ° C, enters the catalytic tower 12C1 where it is filtered and enriched by 4 beds or beds composed of a catalyst, accelerating the reaction to convert  $SO_2$  to  $SO_3$  with 1/2 more oxygen molecule ,  $SO_2 + \frac{1}{2} O_2 \rightarrow SO_3$ , later this gas is reacted with DDB (linear dodecyl benzene) which is the raw material 2.  $SO_3 + R-C_6H_5$  where  $R-C_6H_4SO_3H$  (dodecyl benzene sulfonic acid) is obtained as product linear)

The non-reacting gases called exhaust gases enter a cyclone16S1 and then an electrostatic precipitator 14F1, these gases that were not condensed in the electrostatic precipitator enter a 14C1 gas scrubber, where they are washed and neutralized with an alkaline solution of water-liquid soda, with the purpose of avoiding going out into the environment and avoiding contamination.

Palabras clave:

Reactor, Precipitador, Ciclón, Secadoras,  $SO_3$

## I. INTRODUCCION:

Los surfactantes también llamados tenso activos, son elementos que actúan como detergentes, emulsionantes o humectantes.

Motivada por la innovación y por la sustentabilidad, Oxiteno es una empresa química líder en la producción de tenso activos y productos químicos especializados.



### Oxiteno Planta San Juan del Río.

Empresa fundada en 1994 en el Nuevo Parque Industrial, en San Juan del Río, Querétaro de ramo Químico y conocida en aquel entonces como **"UNION QUIMICA S.A. DE C.V."** se caracterizó por su versatilidad para maquillar productos específicos para sus clientes.

**"UNION QUIMICA S.A. de C.V."** se dedicaba a la fabricación de Tenso activos como Ácido Sulfónico y Sales de Alcoholes Lauricos Sulfatados.

En Abril de 2007 se lleva a cabo el cambio de razón social a **"CANAMEX QUIMICOS S.A. DE C.V."**, la cual dura sólo tres meses para posteriormente ser adquirida por **"OXITENO MEXICO S.A. DE C.V"** en Julio de 2007.

Un año después (2008) dentro del mismo parque industrial se pone en operación un importante Centro de Distribución (**CEDIS**) aprovechando la región para el mercado mexicano.

**La Planta San Juan del Río** cuenta con tecnología BALLESTRA SULPHUREX/F diseñada para la producción de 2 tipos de tenso activos, el cual está en función de la materia prima utilizada:

Sulfonación: Ácido Dodecil Bencen Sulfónico Lineal (ASL), que utiliza como materia prima el Dodecil benceno.

Sulfatación: Lauril Éter Sulfato de Sodio (LESS) que utiliza como materia prima Alcohol Graso Etoxilado.

La Planta Oxiteno San Juan del Río actualmente fabrica 6 productos:

- Alkupon ASL
- Alkupon N 282
- Alkupon N 282 MAQ
- Alkupon NS
- Alkupon N 283
- Alkupon N 702

**OBJETIVO:**

Orientar al operador del panel de control, mediante las condiciones de operación recomendadas a utilizar y controlar, en los procesos de sulfonación y sulfatación de la Planta, con la finalidad de fabricar productos con los mejores estándares de calidad, cumpliendo con la satisfacción y especificaciones de los clientes.

**II. GENERALIDADES:**

La planta está diseñada para la producción de tensó activos partiendo, de alquil benceno, alcoholes grasos o alcoholes grasos etoxilados, por medio de sulfonación con gas SO<sub>3</sub> además de una neutralización con sosa cáustica.

El aire de proceso es alimentado a la planta por medio de un soplador de tipo rotor, es enfriado para permitir la condensación de la parte más húmeda y es secado en una columna de sílice gel.

El azufre fundido es alimentado por medio de una bomba dosificadora al horno, donde es oxidado con aire seco a contracorriente, formando SO<sub>2</sub>. El gas de SO<sub>2</sub> es enfriado de 680 °C a 560 °C posteriormente pasa a través de la torre de conversión, compuesta por cuatro capas de catalizadores e intercambiadores de calor entre cada capa, donde se convierte a SO<sub>3</sub>.

El gas SO<sub>3</sub> es enfriado y enviado a la unidad de sulfonación con una variable de concentración (de 2.5 a 5.5% vol.) según la materia prima procesada.

La sulfonación se lleva a cabo en un reactor especial de película constituido por un paquete de 24 tubos en los cuales, en la parte interior, entre la materia prima que fluye como un líquido a lo largo de las paredes de los tubos de película, y el SO<sub>3</sub> alimentado en alta turbulencia dentro de los tubos lleva a cabo la reacción que es de tipo exotérmica y se enfría por medio de agua enviada de la torre de enfriamiento. El calor de reacción es de 24500 Kcal. / Kmol.

La unidad de neutralización está constituida por 2 reactores; en el primero una dilución de agua, éster ácido y sosa son alimentados para controlar el bajo pH mientras en el segundo se agrega el amortiguador. El calor de la neutralización correspondiente a 22500 Kcal. / Kmol. Es eliminado por agua fría en el intercambiador de calor.

Este procedimiento permite mantener el pH alcalino en el primer paso de neutralización, así evita la hidrólisis del ácido.

El producto neutralizado cuando es transferido dentro de un tanque de almacenamiento intermedio, es usado para control de calidad, homogenizado y finalmente para almacenar en un tanque.

En el caso de productos concentrados (SLES 70%), por debajo la neutralización una unidad de aireación es prevista para eliminar el aire arrastrado y para obtener un producto transparente.

Los gases de escape son tratados primero en un electro filtró (para eliminar el ácido condensado) y luego en una columna de lavado de SO<sub>2</sub> con sosa, donde el gas SO<sub>2</sub> es transformado en una solución de sodio (sulfito/sulfato).

#### DESCRIPCION DEL PROCESO:

##### TRATAMIENTO DE AIRE (SECCION 11).

El aire de la atmósfera, adecuadamente filtrado para eliminar el polvo, fluye hacia el proceso por el compresor de aire 11K1.

La descarga de presión del compresor es suficiente para llevar el aire no únicamente hacia la unidad de producción de SO<sub>3</sub>, también hacia la unidad de película y al tratamiento de gases de escape.

Después de la compresión, el aire de proceso es enfriado a una temperatura de + 5°C en el intercambiador de calor 11E3 y 11E4 para condensar la parte húmeda del aire atmosférico.

En el primer intercambiador de calor (11E3), el medio de enfriamiento es agua fría, mientras en el segundo (11E4), el medio de enfriamiento es agua helada, solución de etilen glicol con un controlador de temperatura de 2 °C.

La solución de etilen glicol circula por medio de la bomba centrífuga 11P1, en el interior del paquete de tubos del intercambiador de calor 11E4 y es recogida dentro del tanque 11V2.

Parte de la solución de glicol fluye por medio de la bomba 11P2, del tanque 11V2 al evaporador del equipo refrigerante 11RG1, donde este es enfriado a una temperatura de -2 °C.

La temperatura de la solución de glicol en la salida de 11RG1 es controlada por medio de un controlador de temperatura que estrangula el refrigerante del equipo compresor.

Después del enfriamiento, el aire de proceso fluye a la torre de absorción 11C1 donde este es deshumificado a un punto de rocío de -60°C.

La torre de secado 11C1 está compuesta por dos secadoras de absorción de sílice gel, conectadas cada una en paralelo; mientras una está en operación, la otra en regeneración o enfriamiento.

La capacidad da cada capa de sílice gel es suficiente para garantizar 8 horas de operación.

La regeneración de las capas consiste de dos fases separadas:

- 1.- Calentamiento de la sílice gel hasta una temperatura de alrededor de 160 °C para evaporar el agua absorbida.
- 2.- Enfriamiento de la sílice gel hasta una temperatura de alrededor de 35 °C.

La regeneración de la sílice gel se logra por la circulación de aire caliente que viene del enfriador de SO<sub>3</sub>.

Cuando el aire caliente no está disponible, aire fresco de la atmósfera es calentado por medio de un intercambiador 11E1.

El aire de regeneración fluye por medio del ventilador 11K2 a través de la capa de absorbente y luego es descargado a la atmósfera.

El enfriamiento de la sílice gel se obtiene por medio de un circuito cerrado, en el cual el aire de regeneración es enfriado en el intercambiador de calor 11E2 y luego recirculado a través del ventilador 11K2 a la capa absorbente. El medio de enfriamiento es agua fría.

#### **Instrumentación y control:**

Las temperaturas por arriba, de la solución de glicol en el intercambiador de calor 11E4 son controladas por TIC 11.9; el controlador opera en la válvula de tres vías TV 11.9 que recircula parte del fluido a la succión de la bomba 11P1 donde esta es mezclada con glicol frío de 11V2.

La parte restante es recirculada a la parte superior de 11V2. TIC 11.9 se fija en +2 °C para evitar la formación de hielo en la superficie externa de 11E4.

La temperatura de la solución de glicol en el interior del tanque 11V2 es controlada por el interruptor de temperatura alto/bajo TSHL 11.1 que es parte de la lógica de arranque/paro del equipo enfriador 11RG1.

Un interruptor TSL 11.2 de temperatura baja es previsto en la línea de glicol frío para cerrar 11RG1 si la temperatura del glicol es también baja, este interruptor es parte de la lógica de la unidad de enfriamiento.

#### **Control del caudal de agua fría a 11RG1:**

El caudal de agua fría al enfriador 11RG1 es controlado por PCV 11.1 manteniendo la presión de freón constante en el condensador del enfriador.

#### **Registro de temperatura del aire de regeneración:**

La temperatura del aire en la salida de la cama de sílice gel, bajo regeneración es registrada por computadora por medio del transmisor de temperatura TE 11.10. Datos de operación son:

- A.- Cama de calefacción de 20 °C a 160 °C.
- B.- Cama de enfriamiento 160 °C a 35 °C.

#### **Registro del caudal del aire de proceso:**

El caudal del aire de proceso es registrado por la computadora por medio del flujo metro FT 11.1.

### Control de la presión del aire de proceso:

La presión del aire de proceso es controlada por la computadora.

La computadora censa la presión alta del flujo SO<sub>3</sub>/aire con el controlador/registrator y controla el flujo a través de la descarga de la válvula PV 16.1 que conserva constante la presión en el sistema.

Para proteger la planta contra sobrepresión están previstos tres niveles de seguridad:

- Una alarma de seguridad es emitida por la computadora cuando la presión por arriba alcanza 0.45 bar (g) PIC 16.1 por PAH 12.1.
- La planta se cierra por la computadora cuando la presión del compresor 11K1 alcanza por arriba 0.70 bar. (g) (señal de PSH 11.2 Dwg 1797.10.002)
- Una válvula de presión de seguridad es prevista para descargar todo el flujo de aire si la presión excede 0.70 bar (g) PSV 11.1.

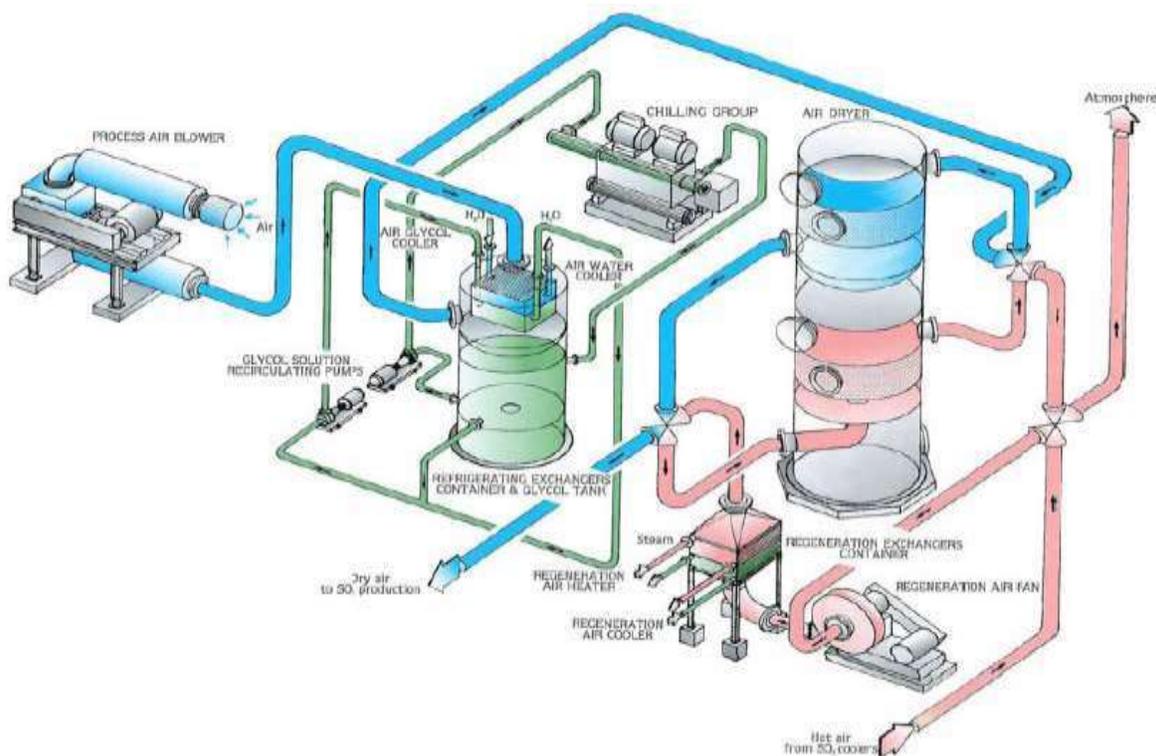


FIGURA 1: Enfriamiento y secado de aire procesos

### DOSIFICACION DE AZUFRE FUNDIDO (SECCION 25).

El azufre fundido que viene de límite de batería es enviado al tanque de nivel constante 25V1 y luego al quemador de azufre por medio de las bombas dosificadoras 25P1 o 25P2 (una bomba está operando y una segunda bomba dosificadora está en espera)

Las bombas y las tuberías pertinentes son calentadas con vapor, con el fin de conservar la temperatura constante de manera que el valor óptimo de viscosidad para el bombeo de azufre sea alcanzado con una presión mínima de caída.

#### PRODUCCION SO3 (SECCION 12).

##### Descripción del proceso

El SO<sub>2</sub> es producido en el horno 12H1, quemando el azufre fundido con el aire deshumificado que viene de la torre de secado 11C1.

Al principio el azufre es encendido por el encendedor eléctrico 12H3. Tan pronto como el azufre es quemado el encendedor se apaga.

La mezcla aire/SO<sub>2</sub> en una temperatura de alrededor de 680 °C es enfriada hasta 560 °C por el tubo enchaquetado y luego fluye al intercambiador de calor 12E2 donde es enfriado a 435 °C, la temperatura óptima para la oxidación catalítica de SO<sub>2</sub> a SO<sub>3</sub>.

La torre de conversión 12C1 está compuesta por cuatro capas de catalizadores sales fundentes de (de vanadio) con dos etapas intermedias de enfriamiento para llevar la reacción de nuevo a las condiciones óptimas (435- 445°C).

La primera etapa intermedia de operación de enfriamiento es realizada por el intercambiador de calor 12E3.

El gas entre la tercera y cuarta capa catalizadora es enfriado con aire de proceso, que sale de las secadoras de aire a una temperatura de 14 a 20

La temperatura de la mezcla aire/SO<sub>3</sub> en la salida de la torre de conversión 12C1 es alrededor de 430 °C. Esta debe ser enfriada hasta 60 °C antes de entrar al reactor de sulfonación 16R1.

Por esta razón, el gas de proceso fluye a través del intercambiador de calor 12E5 donde es enfriado por aire frío atmosférico, proveniente del soplador 12K1.

El aire que viene de los enfriadores de SO<sub>2</sub>/SO<sub>3</sub> alrededor de 300°C es enviado al intercambiador de calor para la regeneración de las secadoras de sílice gel.

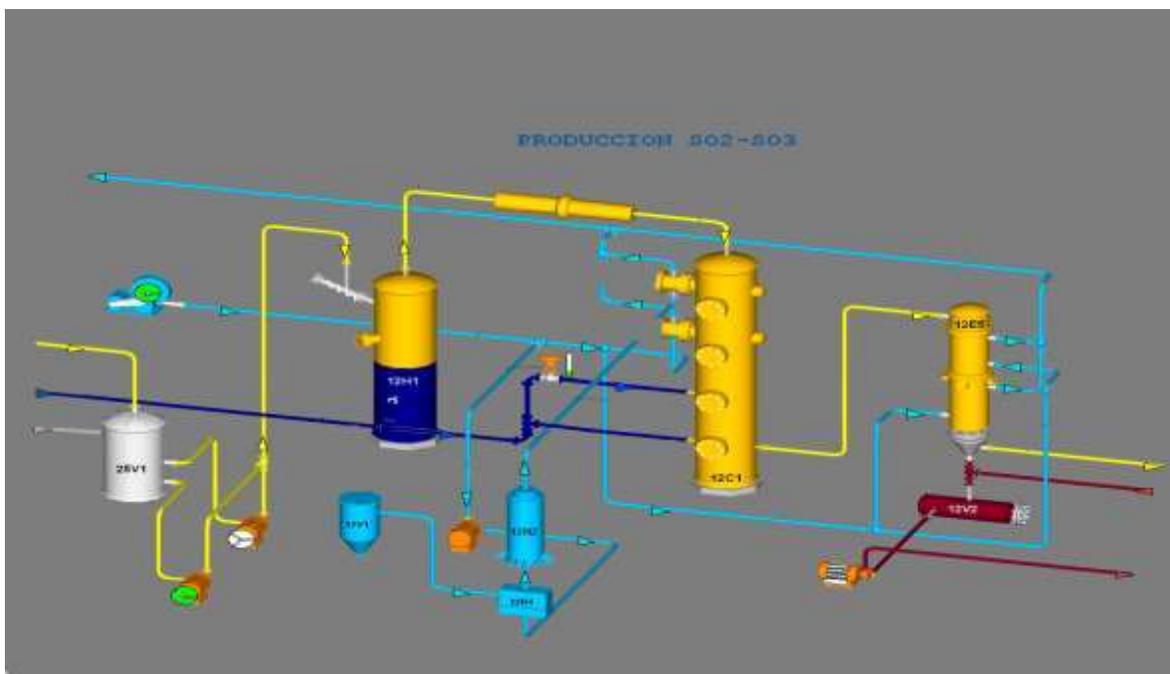
Como el ritmo de la conversión SO<sub>2</sub>/SO<sub>3</sub> es insignificante, las capas de sales de vanadio son precalentadas hasta 380 °C la temperatura correcta antes de alimentar azufre.

Durante la fase de precalentamiento, el horno 12H2 es usado para transmitir aire caliente en el interior de los tubos del intercambiador 12E2, para calentar el flujo de aire de proceso y luego las capas catalizadoras.

El aire caliente es producido por la mezcla de los gases de escape calientes que vienen de los quemadores 12H2/12H4 con aire fresco.

El aire de combustión es transmitido por el ventilador 12K2 mientras tanto el aire de dilución es alimentado por el ventilador 12K1 a 12H2.

El óleum producido por los restos de agua aun presentes en el aire de proceso, es recogido dentro del tambor 12V2.



**FIGURA 2: Quema de azufre, para producción de SO<sub>2</sub> – SO<sub>3</sub>**

#### **Instrumentación y control.**

La temperatura del gas en la entrada/salida de las capas catalizadoras es registrada por la computadora (TR 12.2/3/4/5/6/7/8/9/10)

Los registros TR12.3 – 12.5 – 12.7 – 12.9 dan la alarma al operador cuando la temperatura es muy alta o baja, mientras TR 12.10 da la alarma únicamente cuando la temperatura es alta.

La temperatura de la mezcla de reacción que entra a las capas catalizadoras, debe ser mantenida alrededor de los siguientes valores con el fin de alcanzar el mejor grado de conversión.

- Temperatura de SO<sub>2</sub> entrante a la primera capa catalizadora: 435 °C
- Temperatura de SO<sub>2</sub> entrante a la segunda capa catalizadora: 445 °C
- Temperatura de SO<sub>2</sub> entrante a la tercera capa catalizadora: 440 °C
- Temperatura de SO<sub>2</sub> entrante a la cuarta capa catalizadora: 425 °C

Las temperaturas por encima pueden ser alcanzadas manualmente programando el flujo del aire de enfriamiento al tubo enchaquetado y a los intercambiadores 12E2 y 12E3.

Un dispositivo de alarma está previsto para temperaturas excesivamente altas/bajas en la entrada de la primera capa catalizadora TAL – TAH 12.3.

Una corriente de aire de enfriamiento está prevista para controlar la temperatura de la mezcla de reacción a la cuarta capa catalizadora.

La temperatura de la mezcla de aire/SO<sub>3</sub> que sale del intercambiador 12E5 se debe conservar en un rango 55-60 °C ajustando manualmente el flujo de aire de enfriamiento al intercambiador 12E5.

La temperatura es registrada por el panel de control (TR 12.11) que da también la alarma al operador cuando la temperatura en la salida de 12E5 es alta (TAH 12.11).

Temperatura de la mezcla SO<sub>2</sub>/aire.

Una mala relación azufre/aire podría dar lugar a una temperatura demasiado alta de la mezcla SO<sub>2</sub>/aire que sale del horno de azufre.

Esta temperatura es registrada por el panel de control (TR 12.1) que da una alarma en caso de que la temperatura sea alta (TAH 12.1) y apaga la bomba de azufre.

Temperatura del aire precalentado.

Debido a una mala configuración del flujo de aire secundario, al horno de precalentamiento, la temperatura del aire de precalentamiento al intercambiador puede exceder el valor óptimo.

La temperatura es indicada por TE 12.14 y en caso de ser demasiado alta, la computadora dará una alarma al operador (TAHH 12.14).

#### **SULFONACION/MADURACION (SECCION 16):**

##### **Descripción del proceso.**

La reacción sulfonación/sulfatación es realizada en la caída multitubular del reactor de película 16R1.

En este reactor tanto la materia prima orgánica es sulfonada/sulfatada y la corriente de SO<sub>3</sub> son transmitidos a la parte superior del reactor; por medio de las cabezas de distribución, el

Orgánico es distribuido a lo largo de las paredes internas de los tubos de reacción y fluye a la parte inferior del reactor al mismo tiempo con la corriente de SO<sub>3</sub>.

La mezcla se recoge en el separador 16V4 donde los gases de escape son separados del material orgánico sulfonado.

El nivel del orgánico en el interior de 16V4 se mantiene como mínimo con el fin de minimizar la residencia de tiempo del ácido sulfónico en contacto con el residuo de SO<sub>3</sub>.

Después del 16V4, el gas pasa a través del ciclón 16S1 y luego se envía al tratamiento de gases de escape.

Ya que la reacción de sulfonación es exotérmica, el agua de enfriamiento es distribuida por 16P1 a través de la camisa del reactor.

La temperatura del agua de enfriamiento que entra al reactor se mantiene constante mediante el control de flujo de agua fría alimentada por el bucle de enfriamiento por medio de TIC/TV 16.4.

Los principales parámetros de proceso que influyen en la calidad del producto, particularmente en la formación de dioxano durante la sulfatación de alcohol etoxilado es la relación incorrecta de SO<sub>3</sub>/orgánico. La sección está prevista con un sistema de control de relación SO<sub>3</sub>/orgánico basado en el uso de tres transmisores de flujo, FT 16.1 aire de dilución, FT 16.2 gas SO<sub>3</sub>, FT 16.3 materia prima que alimenta al reactor.

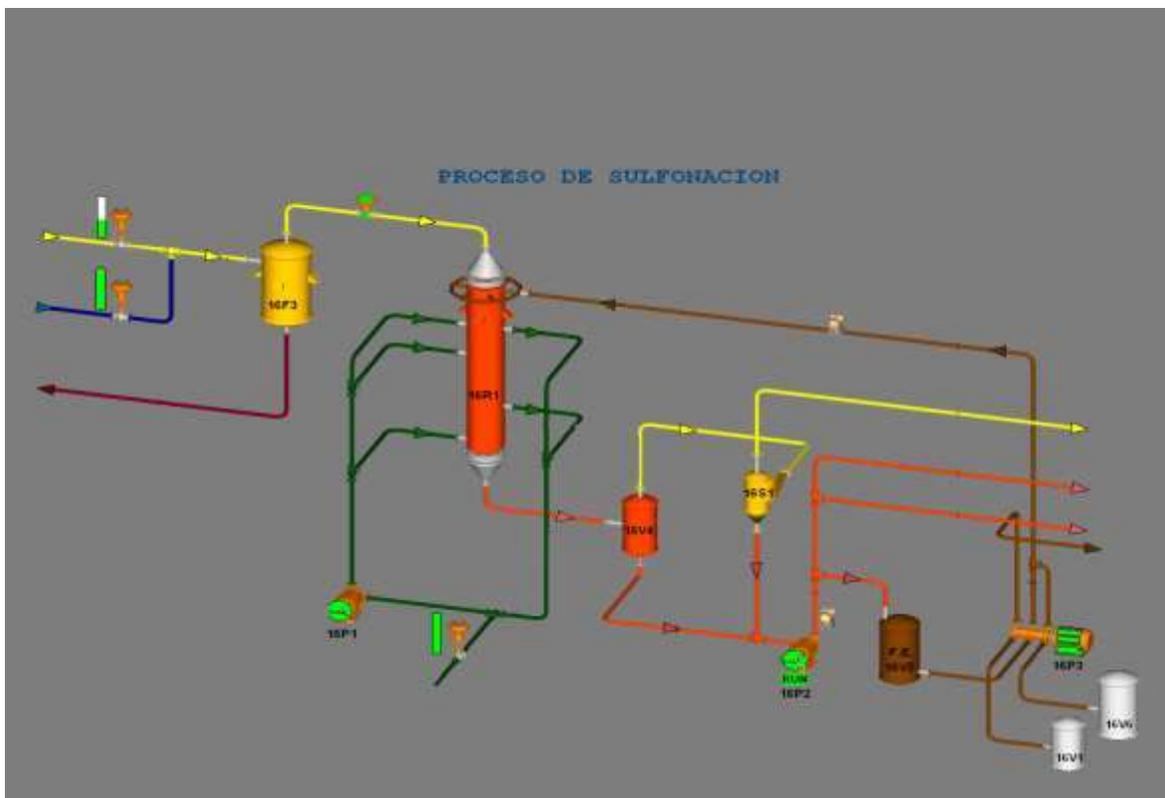
La relación SO<sub>3</sub>/aire es otro parámetro importante para determinar la calidad del surfactante producido, por lo tanto, la concentración de la corriente de SO<sub>3</sub> puede ser ajustada en el rango 2.5 a 5.5% agregando aire de dilución a la corriente principal de SO<sub>3</sub>.

Por medio de la bomba 16P3B es posible reprocesar el ácido sulfónico, fuera de especificación producido durante el arranque, volviéndolo a introducir en el mezclador 16MX1 y luego mezclándolo con orgánico fresco en el sulfonador.

El reactor de sulfonación tiene un sistema de emergencia, el cual en caso de una falta repentina de materia prima, por ejemplo, o falta de energía, corta la alimentación del flujo de SO<sub>3</sub> y alimenta por gravedad el líquido a través del reactor, enviándolo a un tanque separador, evitando así cualquier daño al producto bajo proceso y sin necesidad de limpiar el reactor.

El ácido sulfónico del separador gas/líquido 16V4 es enviado por la bomba 16P2 que opera a nivel constante en línea de succión, a la neutralización o maduración.

Cuando el alquil benceno está bajo proceso, se envía el ácido sulfónico al agitador del tanque madurador 16A1 donde se incrementa el rendimiento de la reacción.



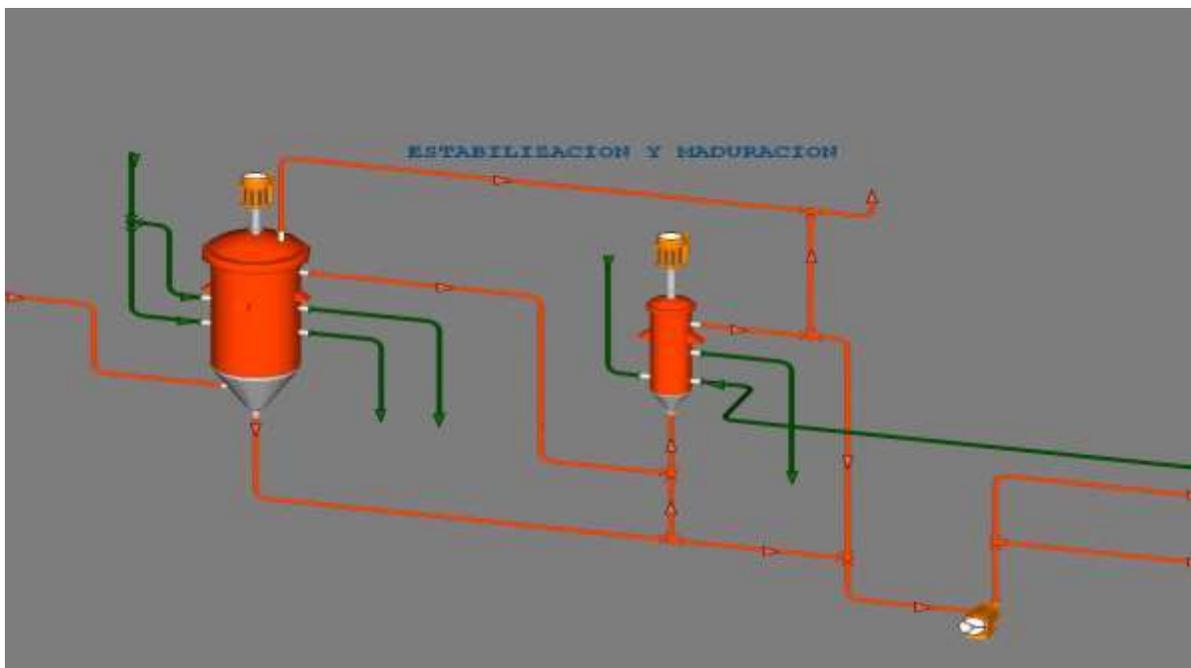
**FIGURA 3: sulfonación/maduración (sección 16)**

El último paso es la estabilización del ácido sulfónico con agua bombeada por la bomba dosificadora al mezclador 16MX2.

El flujo del agua de estabilización es establecido manualmente por el operador mediante el ajuste de la longitud de carrera de la bomba dosificadora.

Agua y ácido son estrechamente mezclados en el mezclador de alto corte 16MX2 y transportados por la bomba 16P4 que opera a nivel constante en la línea de succión para almacenamiento.

Ambos tanques 16A1 y 16MX2 están equipados con enchaquetado para alimentar agua fría que elimine el calor que implica la estabilización.



**FIGURA 4: Etapa de maduración y estabilización de la reacción.**

#### **Instrumentación y control.**

Este control es operado por computadora.

Antes de mezclarse con el aire de dilución el índice del flujo de gas es medido por el DP punto de célula FT 16.2 controlado por la computadora por medio de la válvula neumática FV 16.2 que da al operador una alarma por caudal alto/bajo.

#### Caudal del aire de dilución.

Este control es operado por computadora.

El caudal de aire que viene de la sección de secado es medido por el flujo metro FT 16.1 registrado por la computadora, por medio del FRC 16.1 que da una alarma alto/bajo al operador controlada por medio de una válvula neumática FV 16.1.

El propósito de este control es para alimentar la mezcla de aire/SO<sub>3</sub> a la concentración requerida para el reactor.

Datos de operación:

- Concentración antes de la mezcla SO<sub>3</sub> más o menos 7% de volumen.
- Concentración después de la mezcla de SO<sub>3</sub> volumen de 2.5 – 5.5%

#### Caudal de materia prima

Este control es operado por computadora.

El caudal de la materia prima (RM) al reactor de sulfonación es detectado por FT 16.3.

La computadora controla el caudal de materia prima accionando la bomba 16P3.

#### **Caudal de éster ácido.**

El éster ácido se alimenta del reactor de sulfonación a la neutralización por medio de la bomba de engranajes 16P2 que opera a nivel constante en la línea de succión.

El transmisor LT 16.2 detecta el nivel, la computadora compara este con el punto de referencia grabado y actúa sobre la velocidad del motor 16P2 para controlar el caudal de ácido sulfónico a la unidad de maduración.

Datos de operación:

#### **Control de temperatura de agua fría.**

Este control es operado por computadora. El propósito de este control es eliminar el calor en la reacción, desarrollado durante el proceso de sulfonación, por medio del termostato de agua que controla la temperatura.

La temperatura en la entrada del reactor 16R1 medida por TE 16.4, es controlada por la regulación en la entrega de agua, por medio de la válvula neumática TV 16.4.

#### **Datos de operación:**

Temperatura del termostato de agua, por debajo de la del sulfonador de acuerdo a la materia prima.

#### **Registro de temperatura.**

En esta sección son 7 los transmisores de temperatura para detectar y registrar en el panel de control las temperaturas de las siguientes corrientes:

INSTRUMENTO	CORRIENTE	DATOS DE OPERACIÓN
TI 16.1	Entrada de gas SO <sub>3</sub> al 16R1	40 – 50°C.
TI 16.2	Succión de ácido sulfónico en 16P2	40 – 50°C.
TI 16.3	Entrada de materia prima al 16R1	25 – 40°C.
TIC 16.4	Entrada de agua fría al 16R1	18°C.
TI 16.5	Salida de agua fría del 16R1	20.5°C.
TI 16.6	Salida de agua fría del 16R1	20°C.
TI 16.10	Salida de ácido sulfónico 16A1	40 – 50°C.
TI 16.12	Salida de ácido sulfónico 16MX2	25 – 35°C.

**TABLA1: TAG de instrumento de medición del flujo, rango de operación de la variable temperatura.**

**Concepto del sistema de control de relación molar.**

El parámetro principal que influye en la formación de dioxano durante la sulfatación de alcohol etoxilado es la incorrecta relación molar de SO<sub>3</sub>/orgánico.

Ballestra ha desarrollado, probado con éxito un sistema de control de relación molar SO<sub>3</sub>/orgánico basado en el uso de flujo metros de masa.

Este sistema opera de la siguiente manera:

- El flujo de la masa de orgánico de materia prima al reactor de película es detectado por un flujo metro de masa el cual automáticamente controla la velocidad de alimentación de la bomba de engranajes.
- En este caso el sistema de control es completamente independiente de la gravedad específica de la materia prima.
- Si la relación entre el flujo de la masa de materia prima orgánica y el ácido sulfónico es diferente de una cifra actual, esto significa que la relación molar de SO<sub>3</sub>/orgánico no es correcta. El producto es alto/bajo sulfatado y un controlador automático restablece el flujo de masa de materia prima orgánica acordeamente controlada.

Por lo tanto, este sistema es independiente de fluctuaciones eventuales del rendimiento de la conversión  $SO_2/SO_3$  u otros disturbios.

## **NEUTRALIZACIÓN E HIDROLISIS (SECCIÓN 22):**

### **Descripción del proceso:**

Este sistema compacto incluye dos reactores de neutralización que permiten obtener una mezcla muy homogénea con bajo consumo de energía.

Para evitar el sobre calentamiento del producto, el calor de reacción es eliminado en un enfriador con camisa, compuesto de un caparazón tubos enfriadores y una bomba de recirculación.

Todos los reactantes: sosa cáustica, éster ácido, y agua de dilución son alimentados al primer mezclador donde son mezclados y neutralizados.

El operador establece manualmente el ajuste de la longitud de carrera de la cabeza apropiada de la bomba 22P1, el flujo principal de sosa cáustica y el flujo de agua de dilución con el fin de lograr la concentración requerida de pasta.

El pH es detectado y ajustado automáticamente actuando en la carrera del pistón de la pequeña cabeza de alimentación de sosa cáustica de la bomba 22P1.

La pasta neutralizada fluye por medio de la bomba 22P2 a través del intercambiador de calor 22E1 (donde esta es enfriada para eliminar el calor de reacción) y luego fluye al reactor 22MX1 donde es continuamente recirculada y mezclada.

En la salida del lazo el producto fluye al segundo mezclador 22MX2 donde hay un segundo enfriamiento con agua fría, proveniente de la torre de enfriamiento. Donde una pequeña cantidad de solución buffer se agrega con el fin de reducir el valor de pH a 7 – 8. La solución buffer es agregada por medio de una bomba dosificadora 22P2. El pH es monitoreado por el pH-metro AR 22.1.

El producto es enviado finalmente a almacenar o a de aireación bajo el control automático de la presión.

### Instrumentación y control.

Control de caudal del agente de neutralización.

El caudal del agente neutralizante (sosa cáustica) al reactor 22MX1 es controlado por la computadora de acuerdo al siguiente procedimiento:

- La computadora detecta la pasta neutral a la salida del reactor 22MX1 por medio del pH-metro AIT 22.2 o en la salida del reactor 22MX2 por medio del pH-metro AIT 22.1.

- Compara este valor con el punto de referencia.
- Modifica si es necesario, el caudal accionado la bomba 22P1 "D".
- Datos de operación, valor de ph 8 a 10

La selección del detector de pH es efectuada por medio de la señal del selector HC 22.1.

La computadora registra las dos válvulas de pH (AR 22.2/ AR 22.1) y da una alarma de pH alto/bajo al operador /AAH – AAL 22.2/ AAH – AAL 22.1)

#### Control de presión.

La alta presión en la bomba 22P2 se controla por computadora con el fin de mantener una presión positiva en el lado de succión de la bomba y para ajustar el caudal del producto de 22E1 hacia 28D1.

El lazo funciona de la siguiente manera:

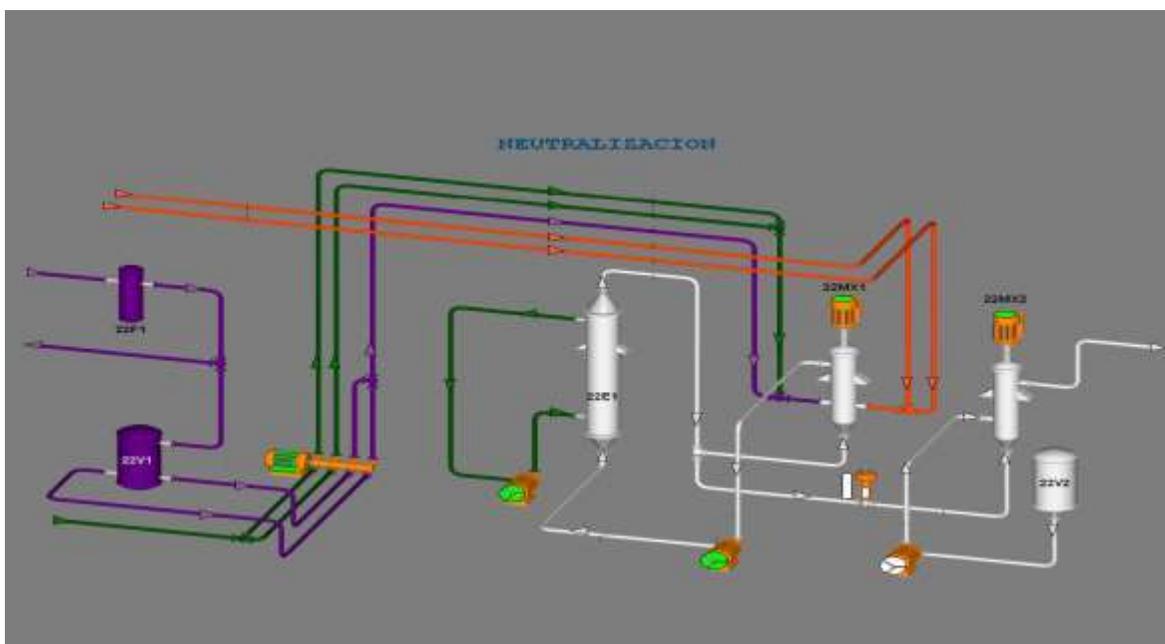
PT 22.3 detecta presión.

PV 22.3 ajusta el caudal del producto.

#### Control de temperatura de agua fría.

La temperatura local es controlada actuando en la válvula neumática TV 22.7 regulando la entrega de agua al control de temperatura C.W 22E1.

El propósito de este control es la eliminación del calor de reacción producida durante la neutralización del producto.



**FIGURA 5: Dosificación de agua – sosa para neutralización del éster ácido.****TRATAMIENTO DE GASES (SECCION 14):****Descripción del proceso.**

La corriente de gas de escape, que viene de la sulfonación es tratada, antes de ser descargada a la atmósfera, con el fin de separar algún rastro posible de orgánico y para eliminar las partes no convertidas de SO<sub>2</sub> y SO<sub>3</sub>.

El orgánico en forma de rocío y parte del SO<sub>3</sub> son recogidos por el precipitador electrostático 14F1.

Para capturar el SO<sub>3</sub> una corriente de aire atmosférico se extrae de la entrega de 14K1. El agua contenida en el aire atmosférico forma con SO<sub>3</sub> una niebla de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> que puede ser capturada por el precipitador electrostático.

En esta unidad, una alta diferencia de voltaje es originada entre los electrodos y los tubos de descarga, con cargas de electricidad las impurezas líquidas son contenidas en la corriente del gas.

Siendo las impurezas y los tubos cargados eléctricamente de signos opuestos, las primeras son atraídas a las paredes de los tubos.

Aquí se unen en forma de gotas líquidas las cuales caen y son recolectadas en la parte inferior del precipitador electrostático.

Periódicamente el operador vacía la parte inferior del precipitador electrostático en un contenedor móvil.

Con el fin de conservar limpios los elementos aislantes de los electrodos, una corriente de aire, a una temperatura de 60°C, es transmitida por el ventilador 14K1 a los aislantes del precipitador.

La corriente de gas, contenida en el SO<sub>2</sub> no convertido y el residuo de SO<sub>3</sub>, es tratado en el interior de la torre 14C1, donde el agua y la sosa son agregados y continuamente recirculados.

La torre 14C1 está hecha de acero al carbón galvanizado y contiene una capa de anillos de plástico.

El gas pasa a través de la capa de anillos y se lava en contracorriente con la solución alcalina; el SO<sub>2</sub> y el SO<sub>3</sub> contenido en el gas de escape reacciona con la solución por lo tanto genera sulfito de sodio y sulfato de sodio.

La concentración de sulfito de sodio/sulfato de sodio en la solución de recirculación es de aproximadamente 10% de peso.

Si la concentración es baja, la solución pierde el efecto antiespumante.

Si es alta, las sales muestran una tendencia a precipitarse causando escalas en la torre con un incremento consecuente en la caída de presión.

#### Instrumentación y control:

Control del flujo de sosa cáustica a 14C1.

El caudal de sosa cáustica a la torre de absorción 14C1 es indicado por FI 14.3 y controlado por la computadora, de acuerdo al siguiente procedimiento:

La computadora detecta el pH de la solución alcalina por medio del pH-metro AE/AIC 14.1 comparándolo con el punto de referencia y modifica si es necesario el caudal de la sosa con la operación de la válvula neumática AV 14.1.

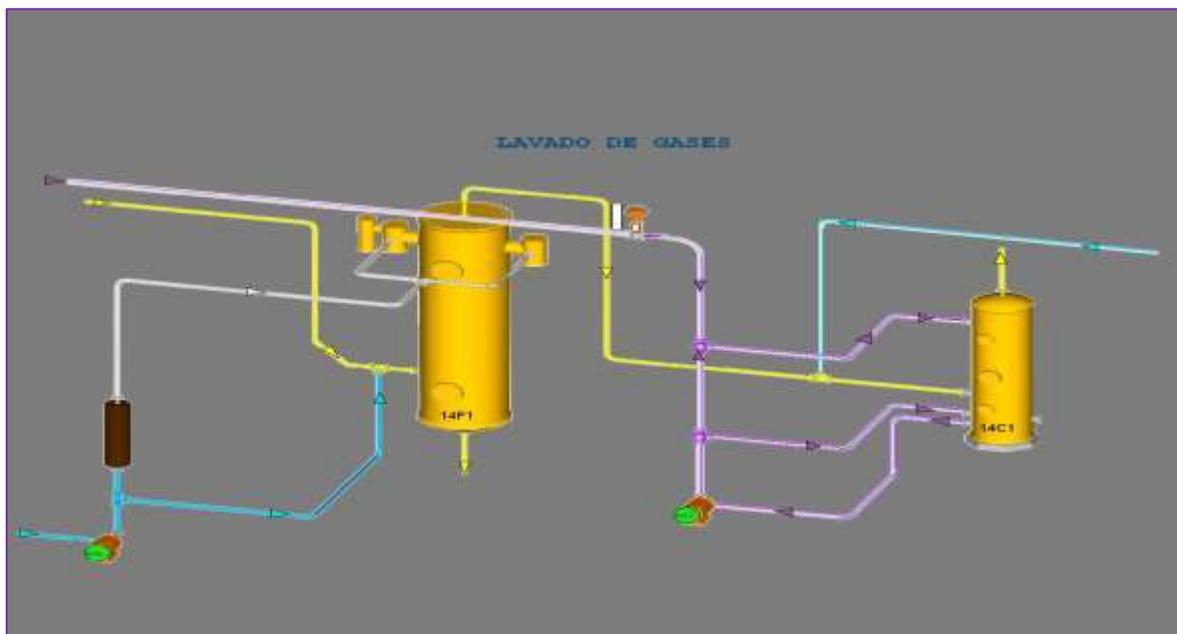
- punto de referencia: pH 9 – 10

Control del caudal de agua de dilución.

El caudal del agua de dilución es manualmente controlado por el operador siguiendo las indicaciones dadas por FI 14.1

Flujo de recirculación de la solución alcalina.

El flujo de la solución alcalina recirculada a la columna 14C1 se establece siguiendo las indicaciones dadas por FI 14.2.



**FIGURA 6: Sistema de tratamiento de gases de SO<sub>2</sub> no convertidos a SO<sub>3</sub> y residuos de SO<sub>3</sub>.**

**VARIABLES/CONDICIONES IMPORTANTES Y RELEVANTES A CONTROLAR Y SU EXPLICACION:**

**FLUJO DE AIRE:** Importante por ser la condición limitante dentro del proceso con un flujo máximo promedio de 2250 kg/hr.

**FLUJO DE AZUFRE:** Importante porque en conjunción al flujo de aire darán como resultado la concentración de gas SO<sub>3</sub> en la reacción.

**% DILUCION AL FILTRO DE OLEUM:** Para poder operar la planta sin perder los valores de temperatura dentro del quemador y dentro del convertidor catalítico. La concentración que actualmente puede alcanzar la planta como mínimo es del 3% SO<sub>3</sub> y máximo de 5.5% SO<sub>3</sub>.

**RELACION MOLAR SO<sub>3</sub>/MATERIA PRIMA:** Importante porque el valor de esta condición impacta en la generación de subproductos indeseados dentro del producto.

Para los alcoholes los subproductos son 1,4-Diohexano (al ser mayor de la relación recomendada) y la presencia de aceite libre (al ser menor de la relación recomendada).

Para el caso del Dodecil (alquil benceno) los subproductos son Anhídridos (al ser mayor de la relación recomendada) y una mayor cantidad de ácido sulfúrico (al ser menor de la relación recomendada).

**Requerimientos para la neutralización del LESS:** Los requerimientos del producto LESS son los siguientes:

**Agua:** Importante para el control del activo y la viscosidad, comúnmente utilizado en valores de 28 y 70.

**Sosa (NaOH):** Elemento para neutralizar el éster ácido, con mucha importancia su dosificación porque una mala dosificación impacta en un difícil ajuste del pH.

**SOLUCION BUFFER ACIDO CITRICO:** Importante para querer alcanzar un pH entre 7-8.5 como objetivo.

**Requerimientos para la producción del ASL:**

**AGUA:** Materia importante para terminar la reacción del ácido y su adición va muy de la mano a la cantidad de Materia Prima alimentada al reactor.

**Recomendaciones en función de las concentraciones de SO<sub>3</sub>:**

La concentración SO<sub>3</sub> es muy importante porque delimita el grado de sulfonación del producto, por lo que un buen manejo de esta condición lleva a un producto de mejor color y calidad ligado fuertemente a la cantidad de materia prima que se esté sulfatando.

La gráfica 1 muestra los rangos de operación en función al producto deseado a sulfonar.

Para el ALKOPON ASL (MP: Dodecil Benceno) se sugiere una condición operativa entre el (5-7% SO<sub>3</sub>) por lo que viendo la gráfica 1 y utilizando como referencia del flujo máximo el aire. Las condiciones serían a través de la lectura de la gráfica las siguientes:

**Flujo de aire:**

- 1) 2250 kg/hr

**Rango de flujo de azufre:**

- 1) Para una concentración de SO<sub>3</sub> mínima (5%) sería de: 123 kg/hr.
- 2) Para una concentración de SO<sub>3</sub> en el límite superior (7%) sería de: 167 kg/hr.
- 3) **NOTA: LO RECOMENDABLE SERÍA OPERAR DENTRO DE ESE RANGO.**

Para el ALKOPON S282-3/702-3 (MP: Alcohol Laúrico 2 y 3 moles) se sugiere una condición operativa entre el (2-3% SO<sub>3</sub>) por lo que viendo la gráfica 1 y utilizando como referencia del flujo máximo de aire. Las condiciones serían a través de la lectura de la gráfica las siguientes:

Flujo de aire:

2250 kg/hr.

Rango de flujo de azufre:

Para una concentración de SO<sub>3</sub> mínima (≈2%) sería de: 51 kg/hr.

Para una concentración de SO<sub>3</sub> en el límite superior (3%) sería de: 75 kg/hr.

NOTA: LO RECOMENDABLE SERÍA OPERAR DENTRO DE ESE RANGO.

Para el Alcohol Laúrico sin etoxilar se sugiere una condición operativa entre el (3-5% SO<sub>3</sub>) por lo que viendo la gráfica 1 y utilizando como referencia del flujo máximo de aire. Las condiciones serían a través de la lectura de la gráfica las siguientes:

Flujo de aire:

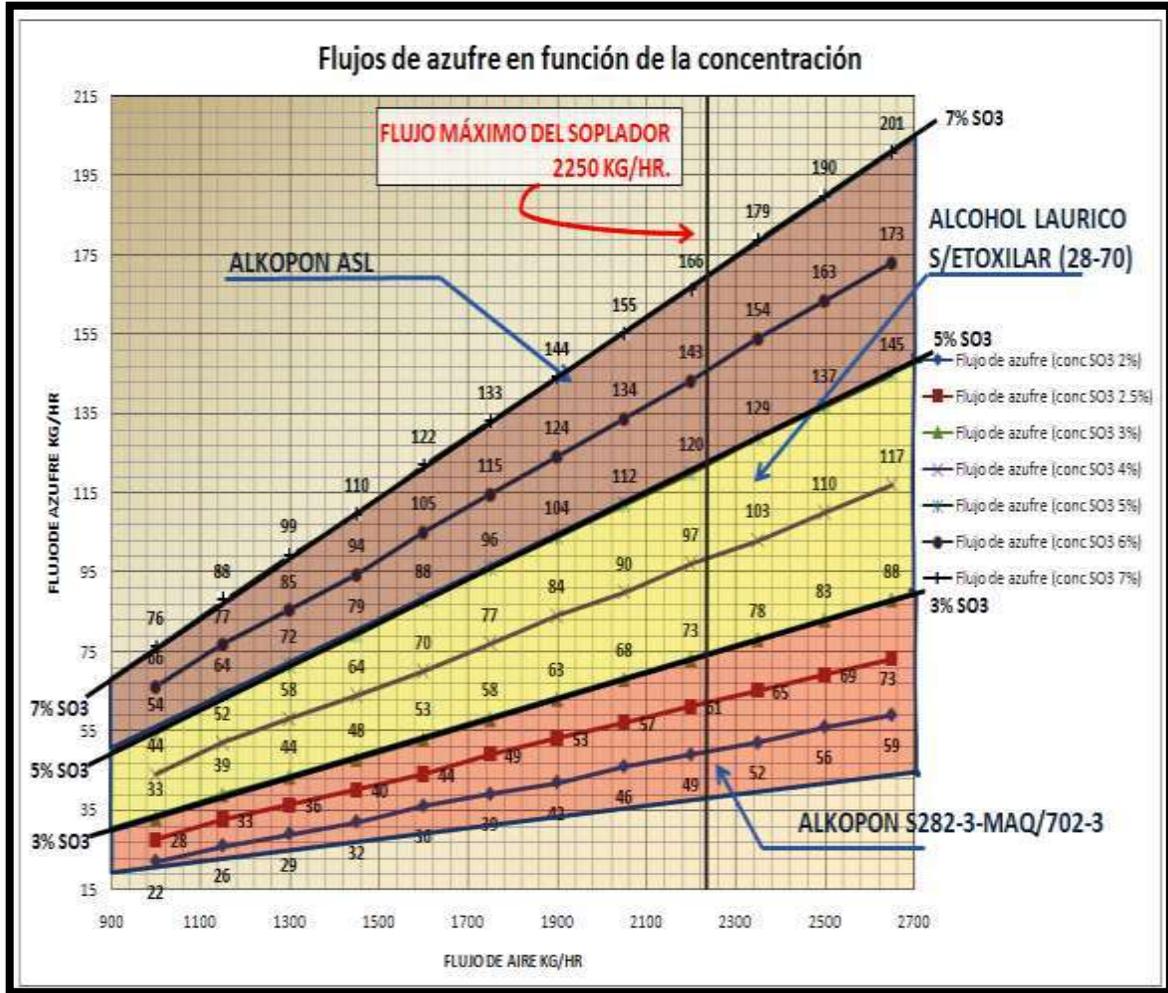
2250 kg/hr.

Rango de flujo de azufre:

Para una concentración de SO<sub>3</sub> mínima (3%) sería de: 75 kg/hr.

Para una concentración de SO<sub>3</sub> en el límite superior (5%) sería de: 123 kg/hr.

**NOTA: LO RECOMENDABLE SERÍA OPERAR DENTRO DE ESE RANGO.**



**GRAFICA 1:** Rangos de concentración (2-7% SO3) para cada producto en función a un flujo de aire y flujo de azufre (kg/hr).

**NOTA IMPORTANTE:**

La planta actualmente además de verse limitada por el soplador se ve limitada por la cantidad que puede ser alimentado al filtro de óleum pudiendo ser en un futuro ajustable la cantidad de aire direccionado de la salida de los enfriadores de sílice al filtro de óleum.

A continuación, se muestra la gráfica 2 del % de aire que debe de ser direccionado al filtro de óleum de las secadoras para mantener ciertos niveles de temperatura en el quemador (500-700°C), usándola a través de un ejemplo.

**Ejemplo del cálculo de aire direccionado para obtener un valor de concentración usando la gráfica 2:**

Supongamos nuevamente el Flujo de aire que nos puede brindar el soplador **2250kg/hr.**

Bajo este supuesto supongamos que queremos una concentración del **2.5 % SO<sub>3</sub>**.

Ubicamos la línea de operación para **600°C** en el Quemador de azufre.

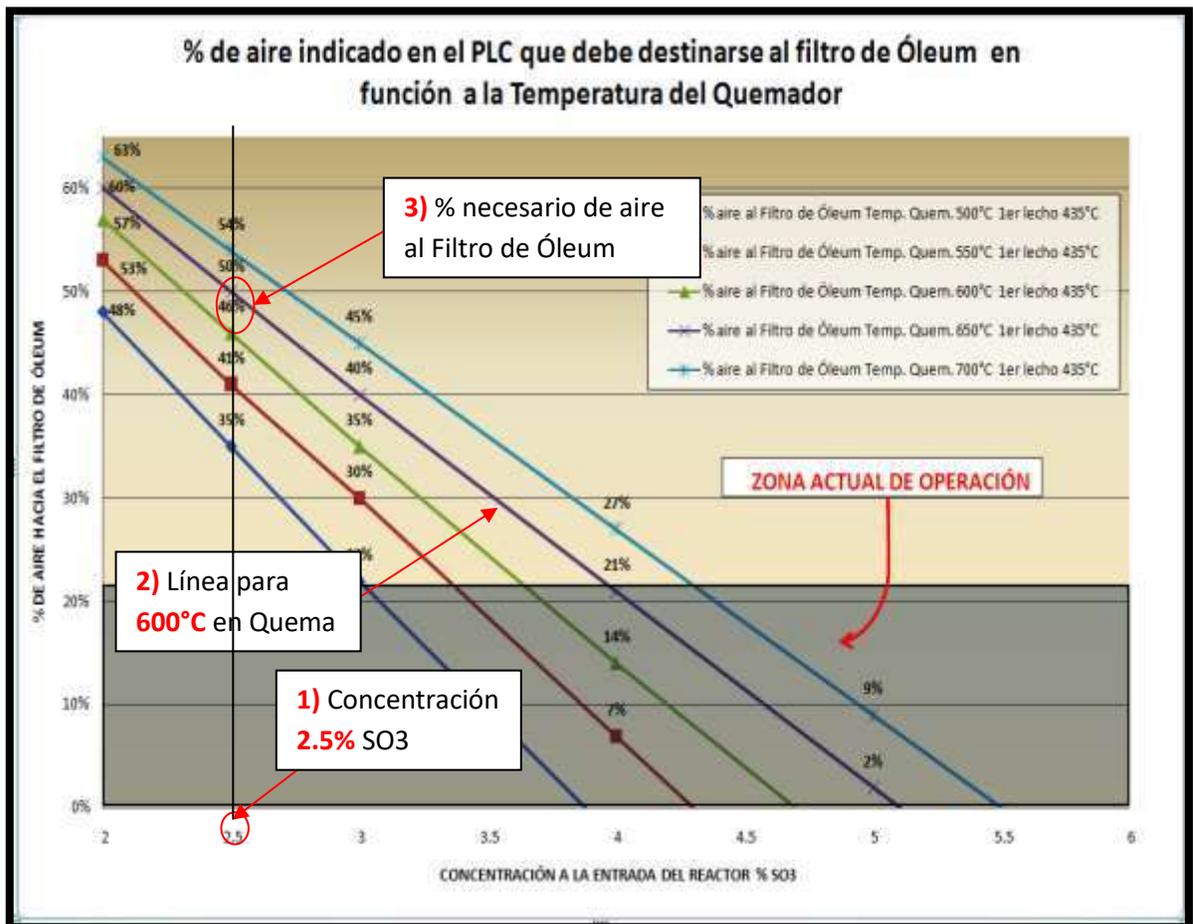
Vemos que se necesita direccionar el **46%** del aire de las secadoras al filtro de óleum.

Con el porcentaje se obtiene la cantidad de aire que necesita direccionarse al filtro en base a la lectura del flujo indicado en el PLC se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Flujo de aire al filtro de oleum} = \frac{\% \text{ AIRE al FO} * (\text{Flujo AIRE PLC})}{100}$$

$$\text{Flujo de aire al filtro de oleum} = \frac{46\% * 2250 \text{ kg/hr}}{100}$$

$$\text{Flujo de aire al filtro de oleum} = 1035 \text{ kg/hr}$$



**GRAFICA 2: % de Aire que es necesario enviar al Filtro de Óleum para obtener una concentración de %SO<sub>3</sub> y mantener una temperatura en el Quemador de azufre.**

**Recomendaciones en función de la relación molar SO<sub>3</sub>/Materia Prima:**

La relación molar impacta en la calidad del producto terminado principalmente en la formación de color y la generación de subproductos que son indeseados en el producto y para el cliente.

Para la estimación del flujo de la materia prima también es vital conocer el Número de OH ó el Peso Molecular para poder calcular los kg/hr. Necesarios de alcohol o Dodecil.

Para el empleo de la relación molar primeramente es necesario empezar la sulfonación con una mayor cantidad de Materia Prima para poder llevar el índice de acidez a las condiciones operativas y posteriormente ir llevando la cantidad de MP a la condición de flujo recomendada.

A continuación, se ejemplifica como llevar la operación para cada tipo de producto.

Para el Alcohol etoxilado se sugiere una relación molar de SO<sub>3</sub>/MP entre (1.01-1.02).

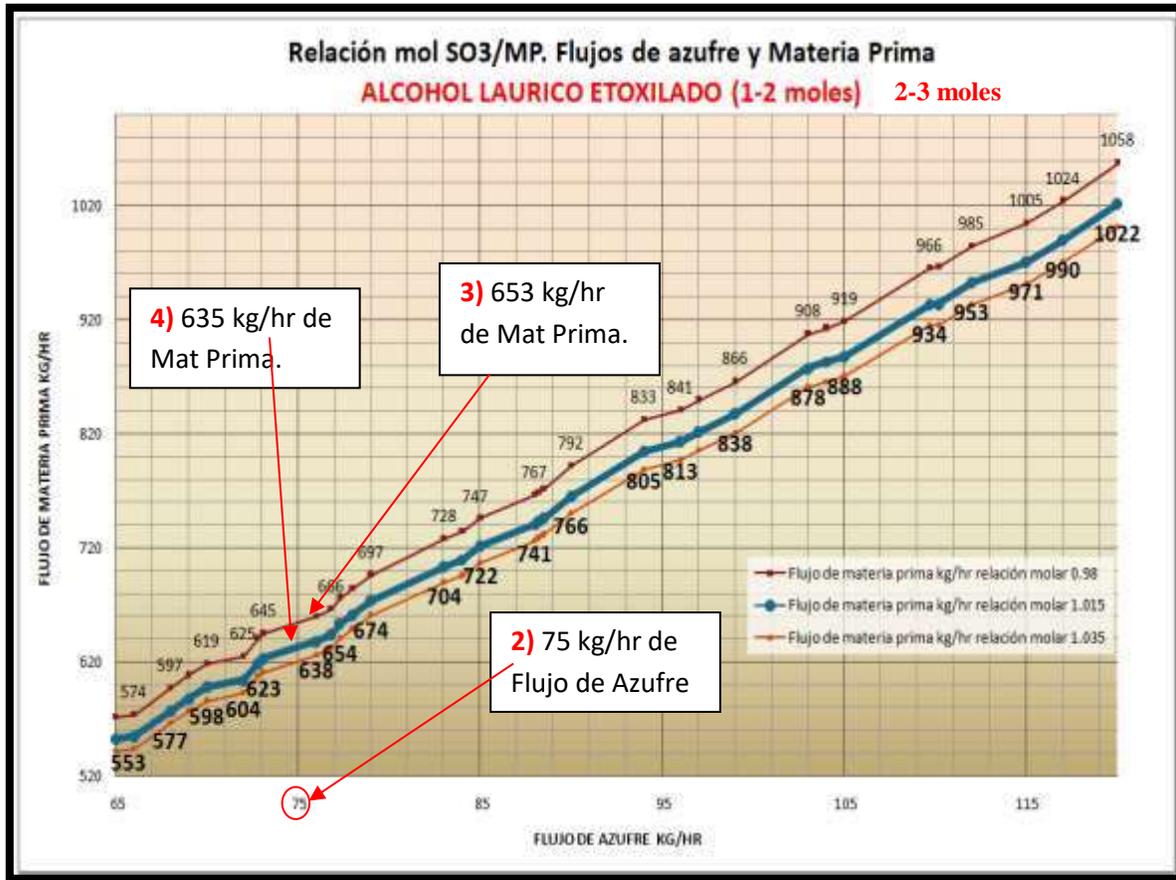
Es necesario ir siguiendo la Gráfica 3 de acuerdo con cada paso mencionado.

Nos basamos en la gráfica 1 para un flujo de aire de 2250 kg/hr. Y concentración de SO<sub>3</sub> 3%, de acuerdo a la gráfica vemos que el flujo de azufre requerido es de 75kg/hr.

Ubicamos la cantidad de azufre previamente identificada.

Nos vamos a la línea superior sobre el flujo de azufre identificado y ese es el flujo recomendado para hacer el cambio de materia prima. Para el ejemplo el resultado es: 653 kg/hr.

Una vez obtenido un índice de acidez de 155-157 y se haya iniciado la producción, es necesario llevarla poco a poco a su valor recomendado el cual es de: 635 kg/hr.



**GRAFICA 3: Recomendaciones de relación molar para alcoholes etoxilados en función del flujo de azufre (kg/hr).**

**NOTA:** ES IMPORTANTE CORREGIR UN FLUJO DE MATERIA PRIMA EN FUNCIÓN A SU PESO MOLECULAR O NÚMERO DE OH (HIDROXILO) Y ESTO SE HACE DE LA SIGUIENTE MANERA:

**MÉTODO DE AJUSTE DE FLUJO DE MATERIA PRIMA EN BASE AL NÚMERO DE OH (HIDROXILO).**

Las gráficas de los flujos de materia prima se basan en un número de hidroxilo de 202 mgKOH/gr por lo que la manera de ajustarlos para cualquier alcohol de 2-3 o sin etoxilar mediante el número de hidroxilo se realiza de la siguiente manera:

$$Flujo\ ajustado\ de\ MP = \frac{Flujo\ MP * (202)}{Num\ OH\ alcohol\ nuevo}$$

Entonces para el caso que nuestro alcohol fuera de 3 moles con un número de OH de 170 mgKOH/gr por ejemplo el flujo ajustado sería:

$$Flujo\ ajustado\ de\ MP = \frac{Flujo\ MP * (202)}{Num\ OH\ alcohol\ nuevo}$$

$$Flujo\ ajustado\ de\ MP = \frac{635\ kg/hr * (202)}{170}$$

$$\text{Flujo ajustado de MP} = 755 \text{ kg/hr}$$

**MÉTODO DE AJUSTE DE FLUJO DE MATERIA PRIMA EN BASE AL PESO MOLECULAR.**

Las gráficas de los flujos de materia prima se basan en un peso molecular de 277.72 g/mol por lo que la manera de ajustarlos para cualquier alcohol de 2-3 o sin etoxilar mediante el número de hidroxilo se realiza de la siguiente manera:

$$\text{Flujo ajustado de MP} = \frac{\text{Flujo MP} * (\text{Peso molecular alcohol nuevo})}{277.72}$$

Entonces para el caso que nuestro alcohol fuera de 3 moles con un peso molecular de 330 g/mol por ejemplo el flujo ajustado sería:

$$\text{Flujo ajustado de MP} = \frac{\text{Flujo MP} * (\text{Peso molecular alcohol nuevo})}{277.72}$$

$$\text{Flujo ajustado de MP} = \frac{635 \text{ kg/hr} * (330)}{277.72}$$

$$\text{Flujo ajustado de MP} = 755 \text{ kg/hr}$$

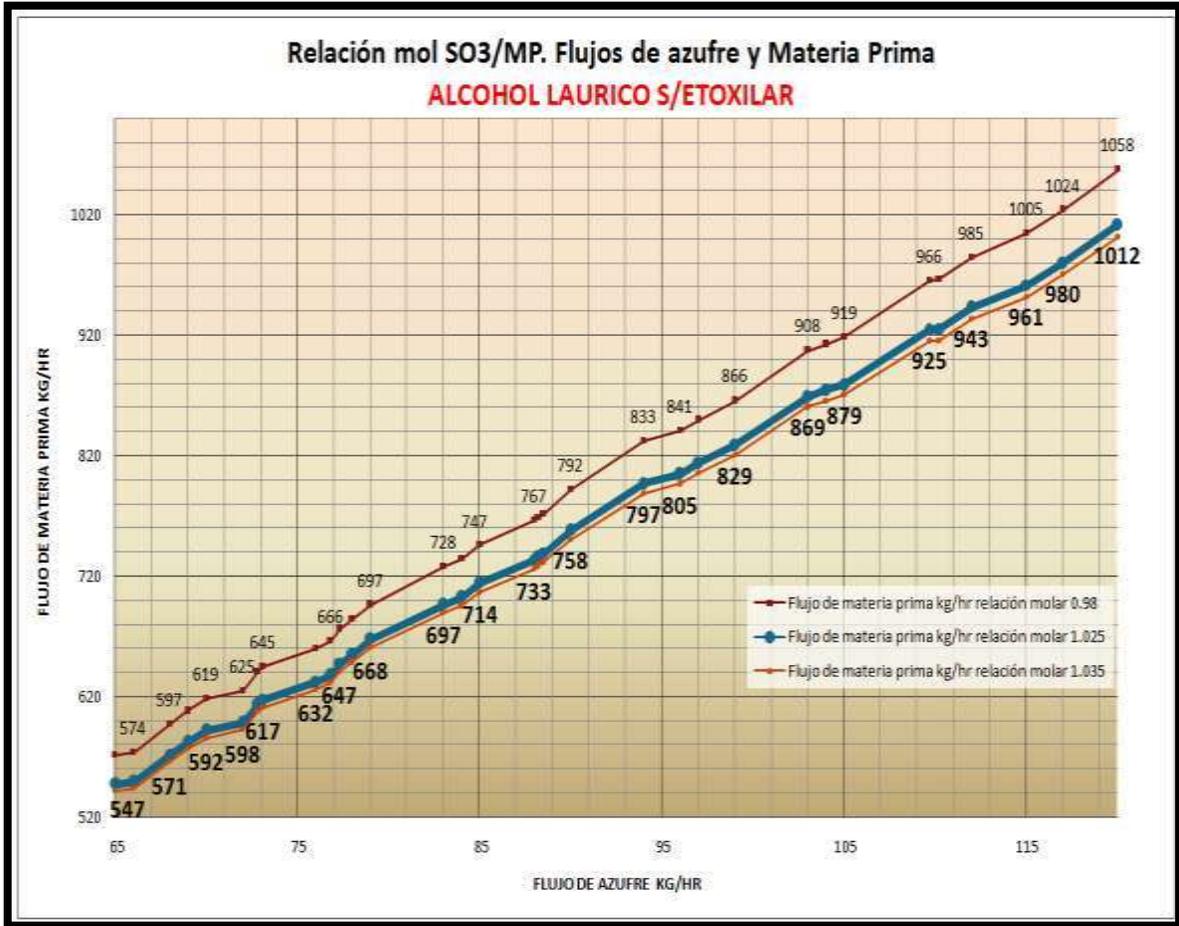
Para el Alcohol sin etoxilar se sugiere una relación molar de SO<sub>3</sub>/MP entre (1.02-1.03).

A continuación, se muestra la gráfica con los valores sugeridos de Materia Prima.

**NOTA: PARA LA SELECCIÓN DE LA MATERIA ES NECESARIO VERIFICAR EL FLUJO DE AZUFRE A UTILIZAR VER EL EJEMPLO A) ALCOHOL ETOXILADO.**

**ES NECESARIO EMPLEAR LA GRÁFICA NÚMERO 4 DEL MANUAL**

**PARA EL AJUSTE DEL FLUJO DE MATERIA PRIMA SE REALIZA IGUAL CON LOS MÉTODOS MENCIONADOS PARA EL ALCOHOL ETOXILADO USANDO LOS MISMOS VALORES DE OH DE 202 Y PESO MOLECULAR DE 277.72.**



**GRAFICA 4: Recomendaciones de relación molar para alcoholes sin etoxilar en función del flujo de azufre (kg/hr).**

Para el Dodecil Benceno (Alquil bencenos) se sugiere una relación molar de SO<sub>3</sub>/MP entre (1.01-1.03).

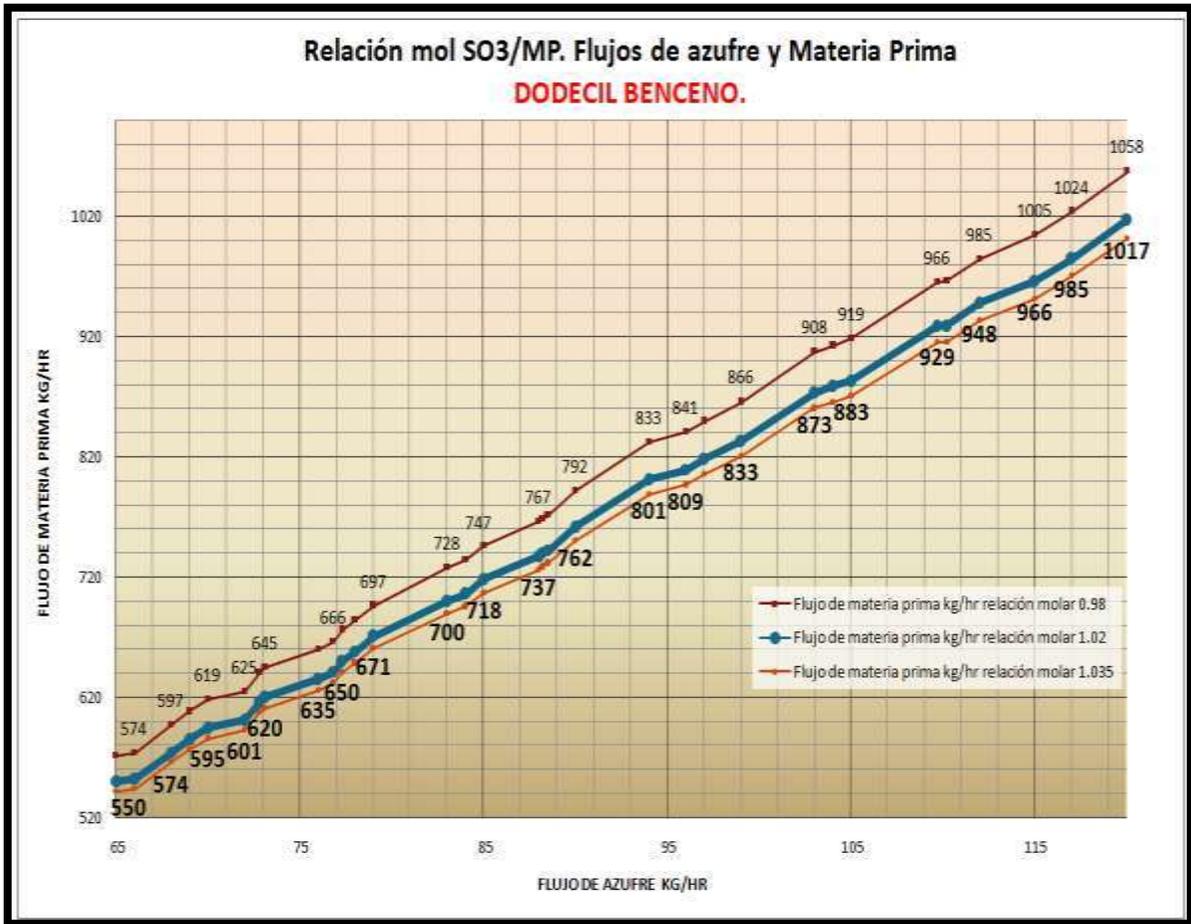
A continuación, se muestra la gráfica 5 con los valores sugeridos de Materia Prima.

**NOTA: PARA LA SELECCIÓN DE LA MATERIA ES NECESARIO VERIFICAR EL FLUJO DE AZUFRE A UTILIZAR VER EL EJEMPLO A) ALCOHOL ETOXILADO.**

**ES NECESARIO EMPLEAR LA GRÁFICA NÚMERO 5 DEL MANUAL**

**PARA EL AJUSTE DEL FLUJO DE MATERIA PRIMA SE REALIZA CON EL MÉTODO DEL PESO MOLECULAR CON EL VALOR DE 277.72.**

**LA DIFERENCIA ES LA SALIDA DEL INDICE DE ACIDEZ QUE DEBE SER DE 180-185 mgKOH/gr.**



**GRAFICA 5: Recomendaciones de relación molar para alquil benceno en función del flujo de azufre (kg/hr).**

**Recomendaciones para la neutralización para Alkapon s28/s70 2/3 moles:**

**AGUA:**

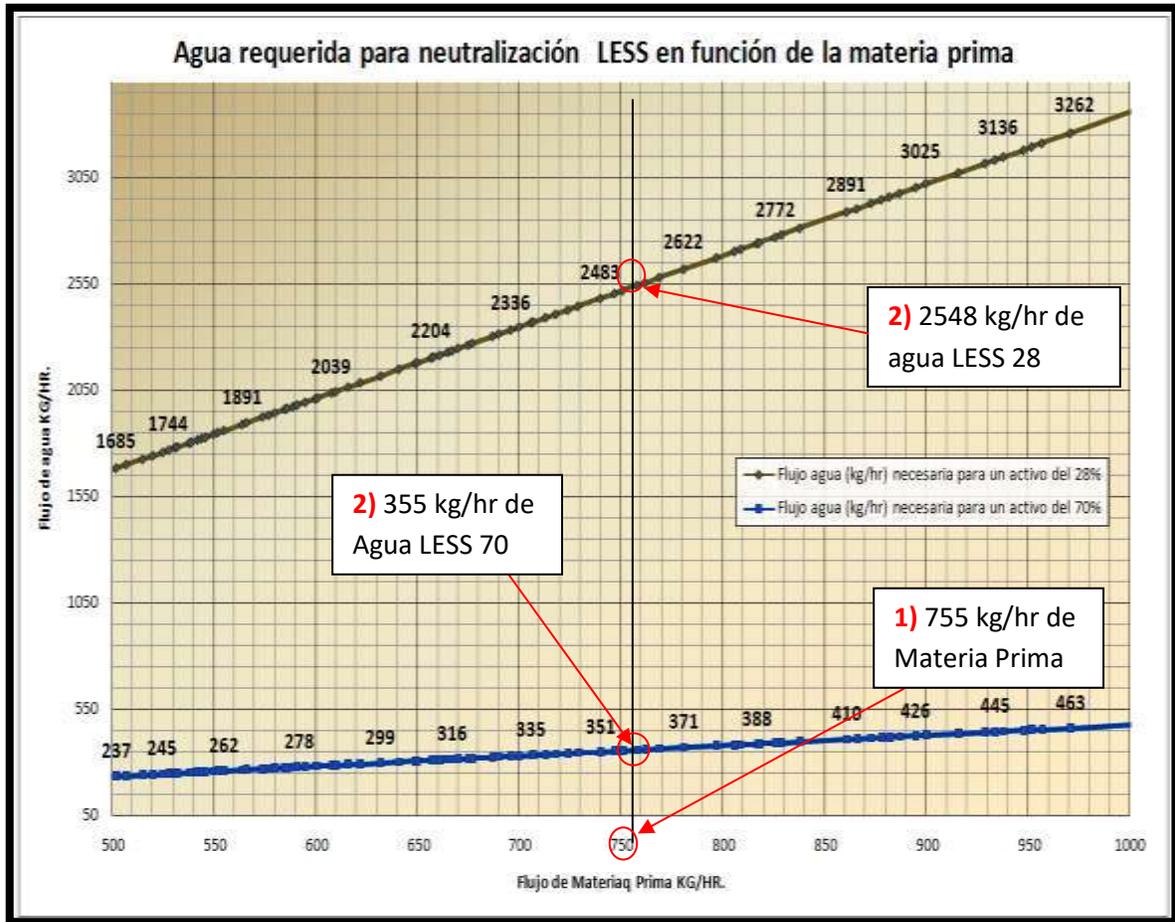
Elemento necesario para obtener un nivel adecuado de activo dentro de la operación.

Una vez que se tiene el Flujo de la materia prima o bien el Flujo de materia prima ajustado que se emplea en la operación sencillamente se busca el valor dentro de la gráfica 6.

Partimos el ejemplo teniendo el flujo ajustado en: 755 kg/hr el cual localizamos en la gráfica.

Si queremos el agua para LESS con 28 de activo usamos la intersección con la línea verde lo que nos da un valor de 2548 kg/hr.

Si queremos el agua para LESS con 70 de activo usamos la intersección con la línea azul lo que nos da un valor de 355 kg/hr.



**GRAFICA 6: Recomendaciones para la adición de Agua en el sistema de neutralización para producto LESS.**

**SOSA (NaOH):**

Sustancia requerida para la neutralización del éster ácido y para la formación del LESS, su adición provoca un pH por arriba de 10 comúnmente en el producto, por lo que el control en su dosificación es muy importante para su posterior control de pH mediante solución Buffer.

La sosa puede presentar varias concentraciones siendo la comúnmente utilizada la de 48.7% peso en agua. Sin embargo, la gráfica 7 incluye varias concentraciones de Sosa para poder ajustar el requerimiento de sosa si la condición de la misma cambia.

Una vez que se tiene el Flujo de la materia prima o bien el Flujo de materia prima ajustado que se emplea en la operación sencillamente se busca el valor dentro de la gráfica 7.

Partimos el ejemplo teniendo el flujo ajustado en: 755 kg/hr el cual localizamos en la gráfica.

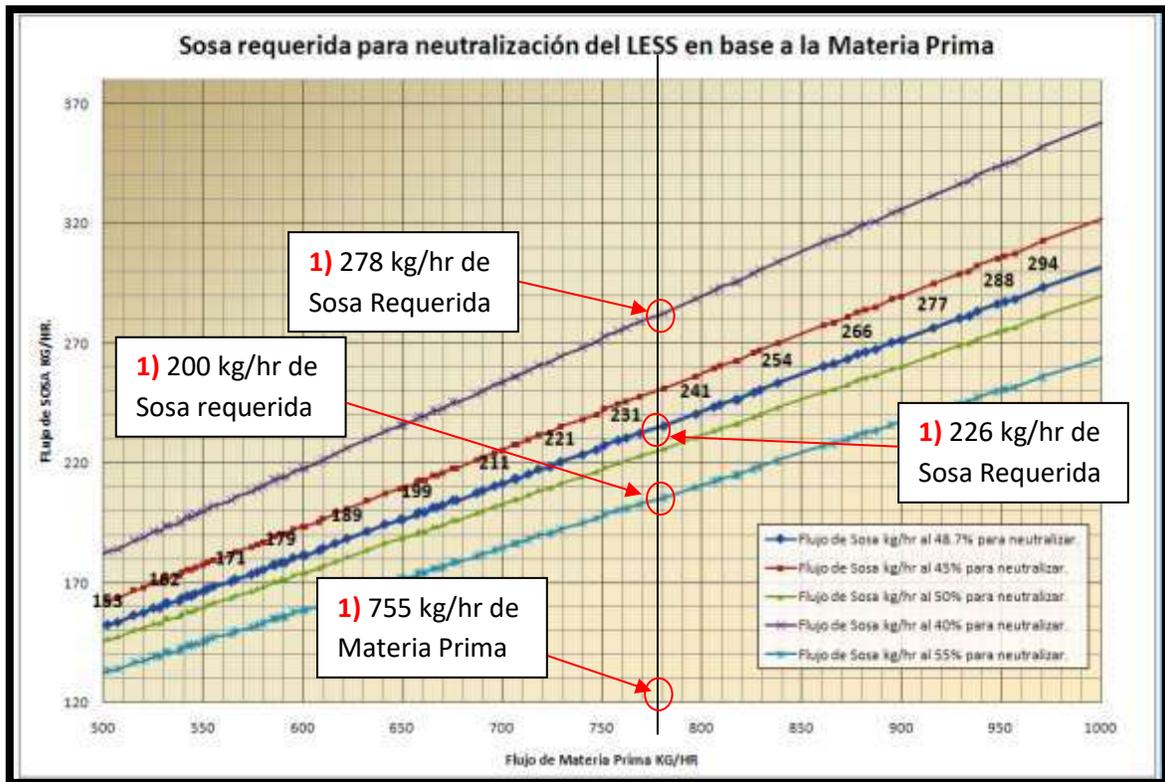
Si queremos el flujo requerido para una concentración de sosa al 48.7% obtenemos que es: 226kg/hr.

Si queremos el flujo requerido para una concentración de sosa al 40% obtenemos que es: 278kg/hr.

Si queremos el flujo requerido para una concentración de sosa al 55% obtenemos que es: 200kg/hr.

El valor de sosa obtenido es ideal, por lo que realmente es necesario agregar un poco más de sosa (1-3 kilogramos/hora). Esto con la finalidad de obtener un pH alcalino.

La cantidad de Sosa es independiente del producto es exactamente el mismo para LESS 28 o LESS 70.



**GRAFICA 7: Recomendaciones para la adición de Sosa en el sistema de neutralización para producto LESS.**

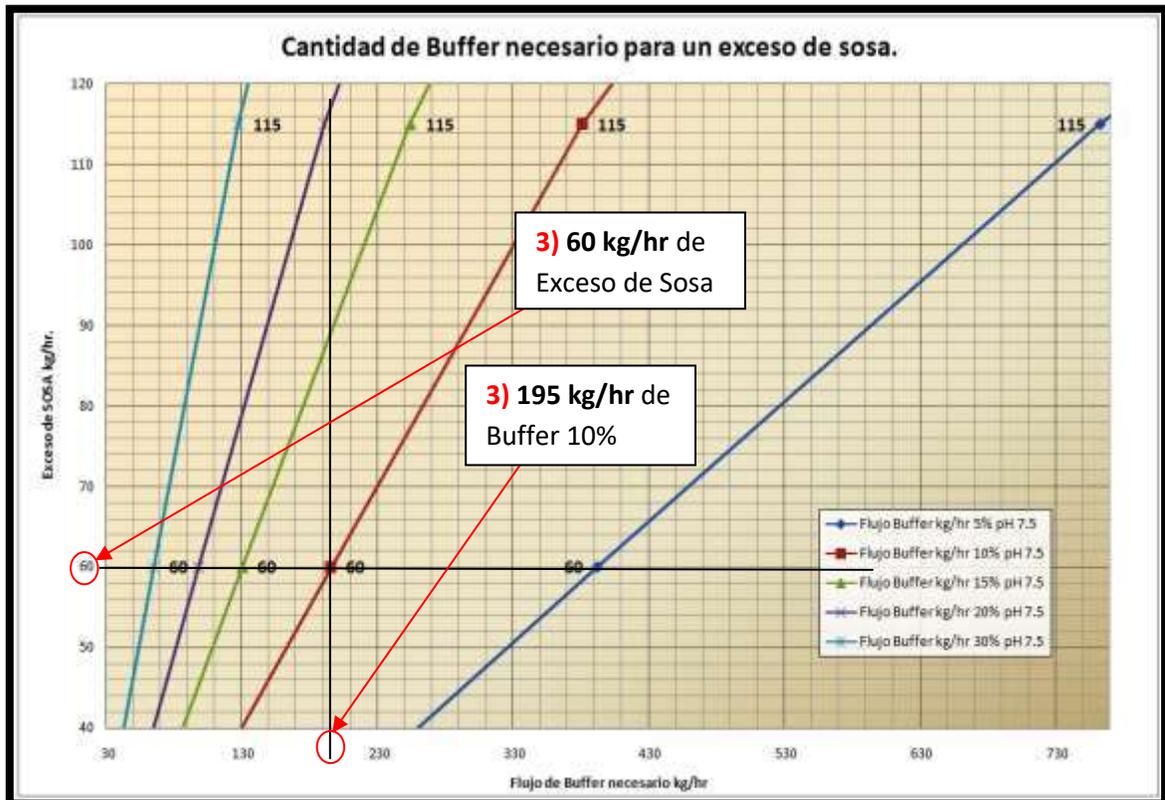
Una vez obtenido el flujo del exceso de Sosa se procede a obtener el flujo de Buffer necesario para obtener un pH cercano de 8.

El buffer puede ser preparado en varias concentraciones por eso existen varias opciones de acuerdo a la concentración en peso del Buffer.

La lectura de la cantidad de Buffer requerido para un exceso de Sosa puede ser muy complicado de leer por lo que se ha generado la gráfica 8.

Para el flujo del punto 3) 60 kg/hr. Para un activo de 28 es mejor emplear la gráfica 8, por lo que ubicamos el flujo de exceso.

Con el Flujo de exceso y suponiendo una solución de Buffer al 10 % obtenemos la cantidad correspondiente que es de: 195 kg/hr.



**GRAFICA 8: Recomendaciones para la adición de Buffer en varias concentraciones de acuerdo al exceso de Sosa en el sistema de neutralización para producto LESS. (GRÁFICA DE 40 A 120 KG/HR DE EXCESO DE SOSA).**

JEMPO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE BUFFER OPCIÓN 2):

Se analiza la muestra para saber el pH saliendo del intercambiador.

Retomando el ejemplo obteniendo un pH de 12.

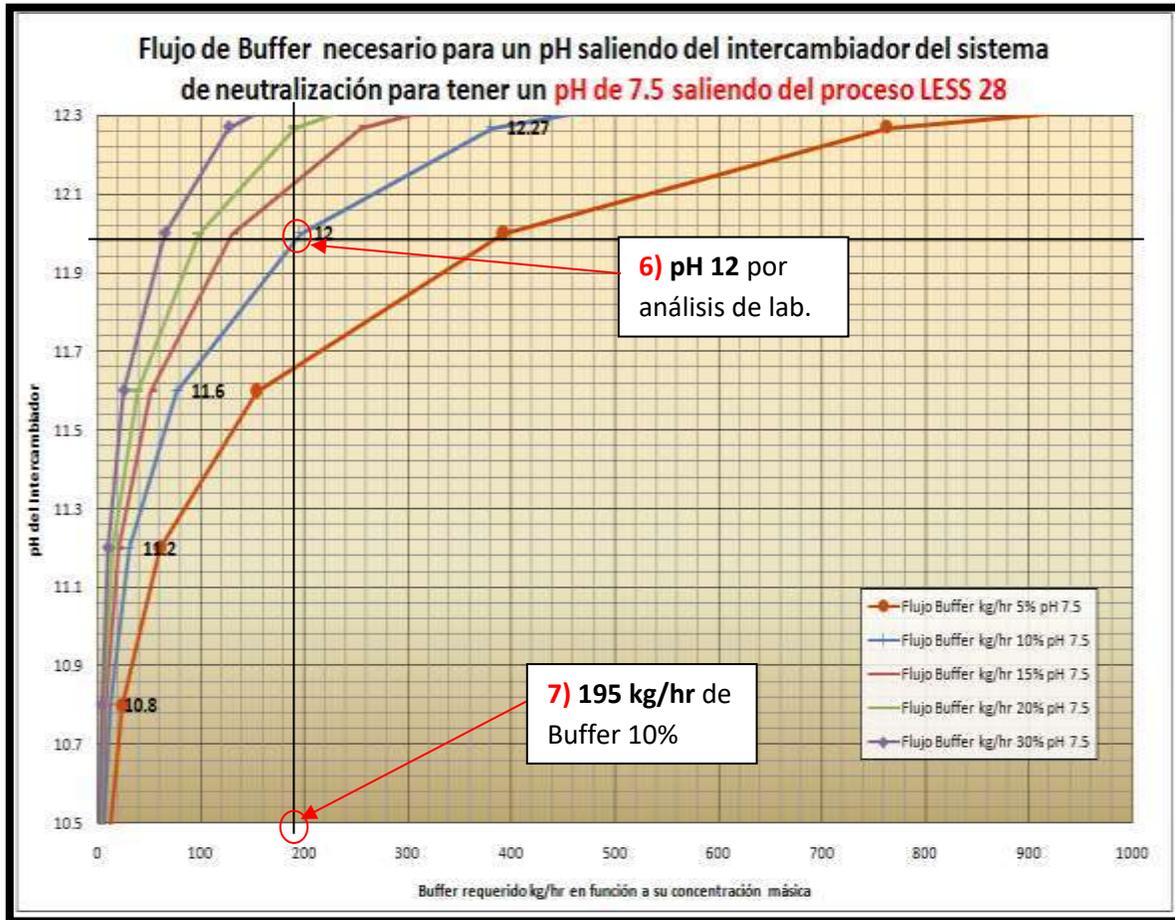
Hay varias gráficas para emplear en función al valor de pH y en función al activo del producto (70-28). Primero se hará el ejemplo para activo de 28 y posteriormente el de 70.

Para el caso de producto con activo de 28 se emplea la gráfica 9.

La gráfica se divide de acuerdo al valor de pH para con ello determinar la cantidad de buffer necesario por lo que:

Para el valor de pH 12 y Activo de 28 se sugiere la gráfica 9 y se localiza el valor pH y la cantidad de Buffer requerida es:

Para una solución de Ac. Cítrico al 10% la cantidad requerida es: 195kg/hr.



**GRAFICA 9: Recomendaciones para la adición de Buffer en varias concentraciones de acuerdo al pH del intercambiador en el sistema de neutralización para producto LESS 28. (GRÁFICA pH DE 10**

#### Recomendaciones para la terminación de Alkopon ASL:

##### - AGUA:

- El agua se agrega con la finalidad de terminar la reacción de la producción de ácido dodecil sulfónico.
- El agua entra en el segundo mezclador después de que el ácido tiene un tiempo de residencia en el madurador.
- La cantidad de agua que se debe agregar está en función de la Materia prima entrando al reactor.
- Para ejemplificar si leemos en el PLC un flujo promedio de 1000 kg/hr. de ácido. Se puede obtener el flujo de dos maneras:

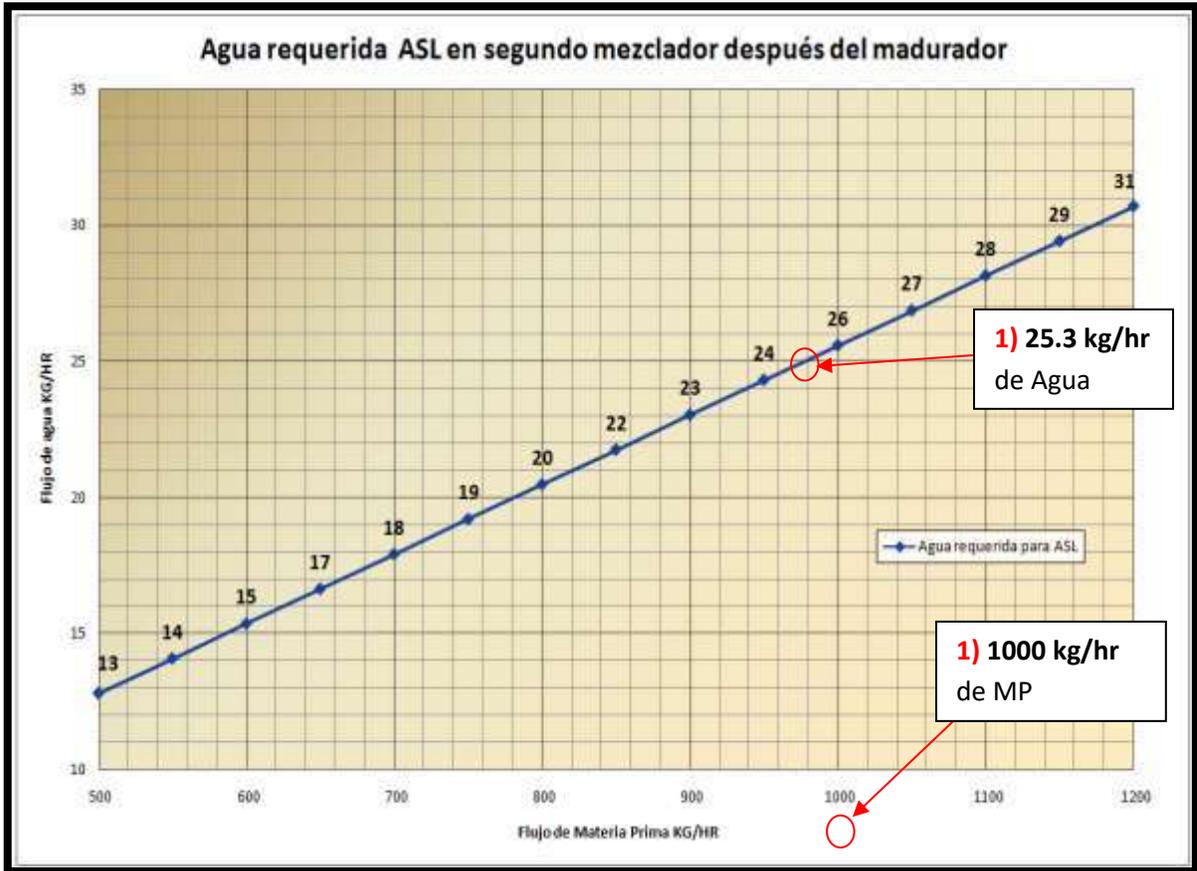
- 1) Mediante la lectura de la gráfica 10 el flujo de materia prima lo cual da un requerimiento de agua de: 25.3 kg/hr.
- 2) Mediante el empleo de la siguiente fórmula:

$$\text{Flujo agua para ASL} = \frac{19 * (\text{Flujo Materia Prima PLC})}{750}$$

$$\text{Flujo agua para ASL} = \frac{19 * (1000 \text{ kg/hr})}{750}$$

$$\text{Flujo agua para ASL} = \frac{19 * (1000 \text{ kg/hr})}{750}$$

$$\text{Flujo agua para ASL} = 25.3 \text{ kg/hr}$$



GRAFICA 10: Recomendaciones para la adición de Agua para la producción del ASL.

### III. ANALISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS:

Durante los recorridos de Comité de Seguridad de Producto (CSP) y Seguridad Operacional (SEGOP) se ha identificado que las condiciones de almacenamiento de purgas ácidas del precipitador no cumplen con los criterios definidos por Oxiteno y, que hay una alta probabilidad de que ocurra algún incidente/accidente de proceso en el área en donde se almacena el subproducto, esto a razón de que al área destinada para su almacenamiento se encuentra rebasada, obstruyendo áreas de circulación y dificultando su administración.

En general, los ciclones utilizan la fuerza centrífuga para separar partículas en una corriente gaseosa o líquida. En hidrociclones, el líquido es el medio del fluido. Catalano, S. (s/f). Lo anterior, es el principio de operación del equipo 16S1, para este equipo, los proveedores de equipos de sulfonación sugieren los siguientes niveles de arrastre de material orgánico, basado en porcentaje de peso de material orgánico: para el alquil benceno de 0.1 - 0.3% y para los alcoholes etoxilados 0.2 - 0.3%. Herman de Groot, W. (1991). Lo cual equivale a generar de 0.83 a 2.50 kg de purgas ácidas por cada tonelada en base seca producida.

Durante los años 2014, 2015 y, de Enero a mediados de Noviembre del 2016, la Operación de recuperación y/o recolección de purgas ácidas, se purgaba en la parte inferior del ciclón 16S1 y en Precipitador electrostático, como se muestra en las imágenes:



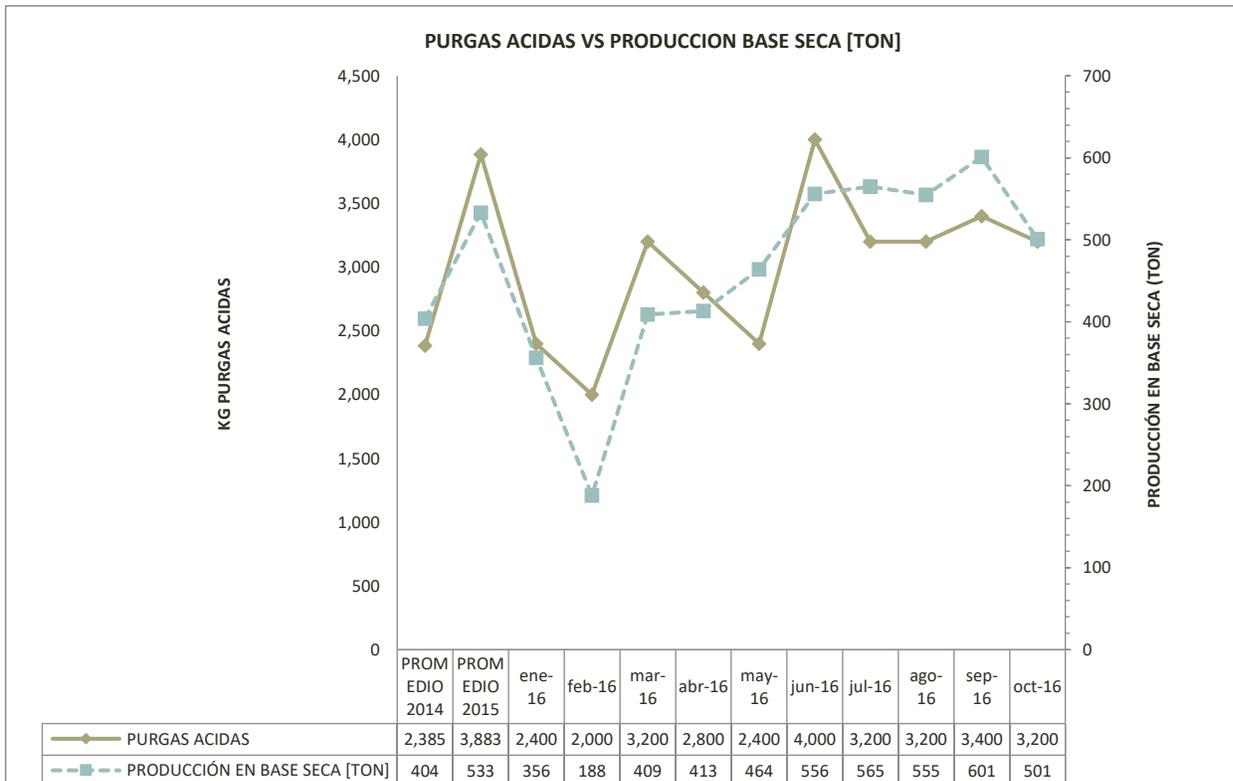
Válvula cerrada durante la operación

Válvula abierta de purga y recolección de purga acida en el ciclón.

Válvula de purga y recolección de purga acida, en el Precipitador

Como parte de dicha operación, se puede observar en el siguiente gráfico la cantidad promedio generada durante 2014 y 2015, así como la cantidad generada mensualmente de Enero a Octubre del 2016. Lo cual equivale a un promedio 6.61 kg de purgas ácidas generadas/tonelada de base seca producida o, una generación de más del doble con respecto a la cantidad teórica.

Hasta el mes de Octubre del 2016, se lleva un acumulado de purgas ácidas en planta de **105 ton**.



Para llegar al objetivo y resultados esperados del proyecto, se desarrollaron pruebas de análisis del material en la etapa del proceso de producción, monitoreando la acidez del proceso y color del material fabricado en 2 puntos:

Punto de muestra #1. A la salida del material del reactor 16R1 (sin recuperación de purgas ácidas), antes de entrar el material al separador 16V4 y al ciclón 16S1 y,

Punto de muestra #2. A la salida de la bomba 16P2 (recuperando las purgas ácidas), de traslado hacia neutralización y/o madurador, en donde fueron obtenidos los siguientes resultados:

<b>SULFATADOS</b>				
FECHA	PUNTO 1 (SIN RECUPERACION DE PURGA ACIDA)	COLOR KLETT (SIN DE RECUPERACION PURGA ACIDA)	PUNTO 2 (RECUPERANDO PURGA ACIDA)	COLOR KLETT (RECUPERANDO PURGA ACIDA)
16-NOV-16	155.00 mg KOH	34	155.69 mg KOH	35
<b>SULFONADOS</b>				
29-NOV-16	179.00 mg KOH	29	181.00 mg KOH	30

Después de las pruebas de análisis realizadas y en el mes de Noviembre de 2016, se cambió la operación en los procesos para la recuperación de purgas ácidas, realizando los siguientes movimientos:

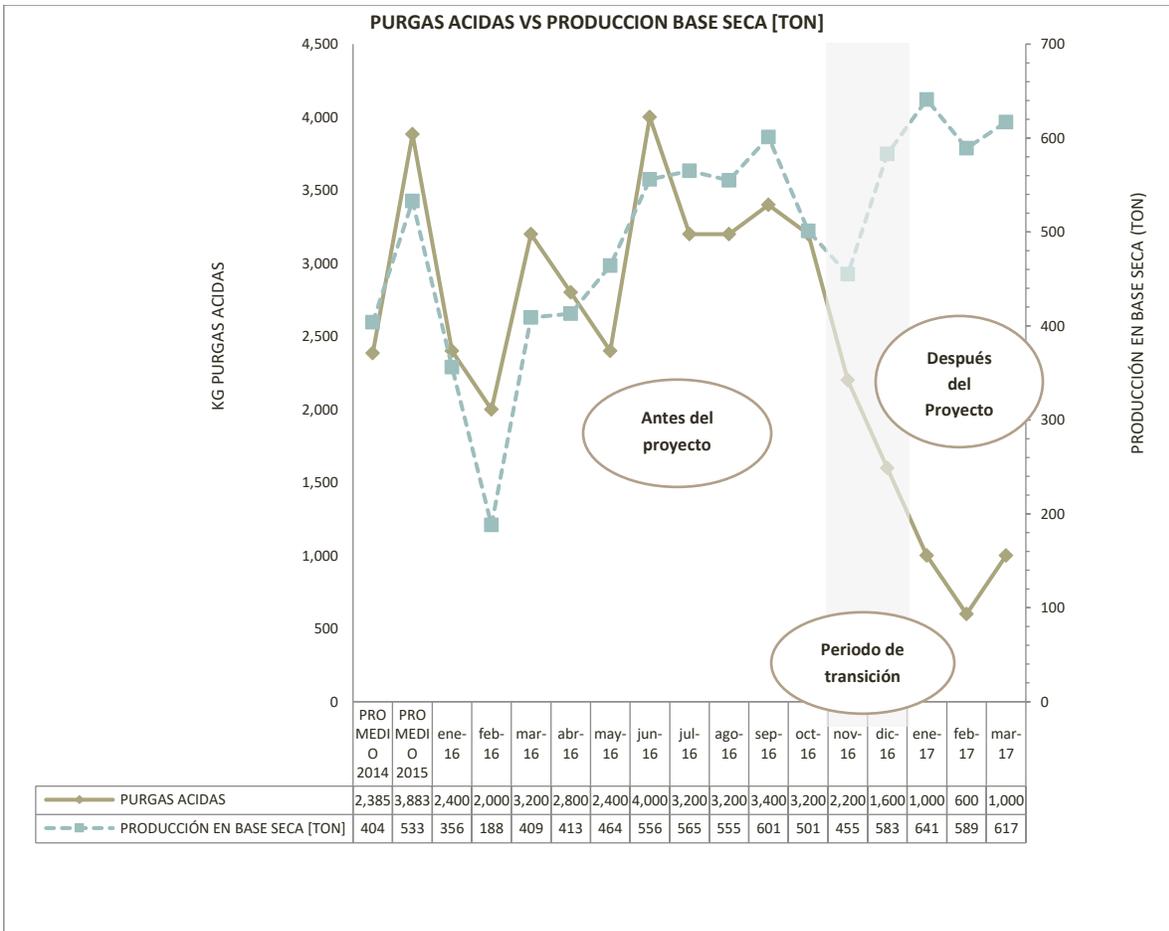


Válvula abierta durante todo el proceso, para la recuperación del material

Válvula cerrada durante todo el proceso, para la recuperación del material

**IV. CONCLUSIONES:**

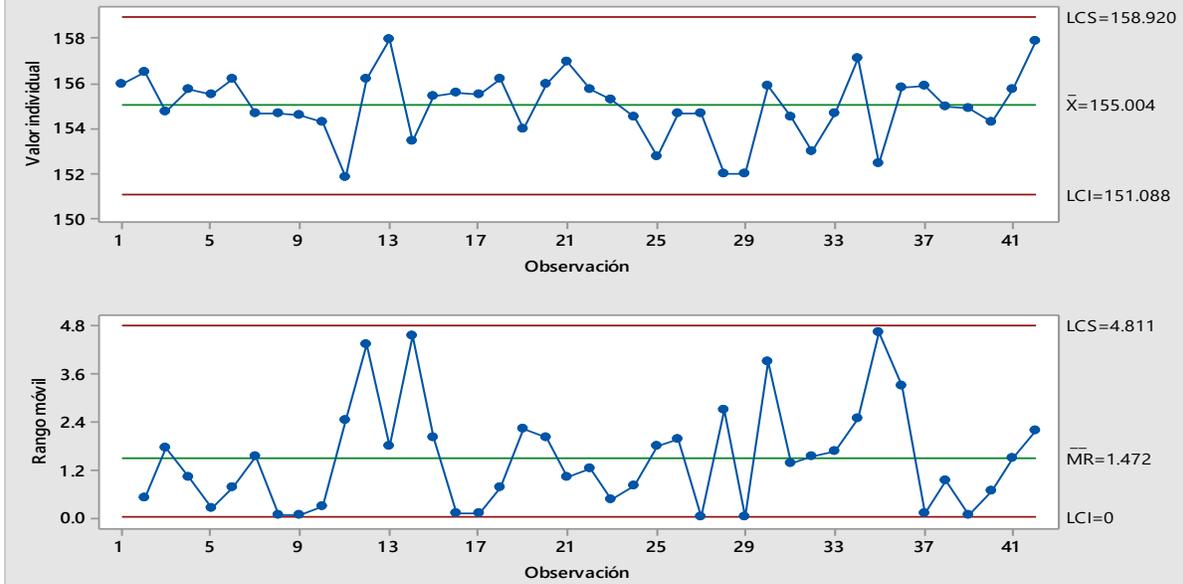
Después de los cambios realizados en la operación, la cantidad de purgas ácidas generadas en relación a la producción en base seca ha disminuido drásticamente durante los meses de enero a marzo de 2017, llegando a un valor promedio de 1.42 kg de purga ácida/ton de base seca producida.



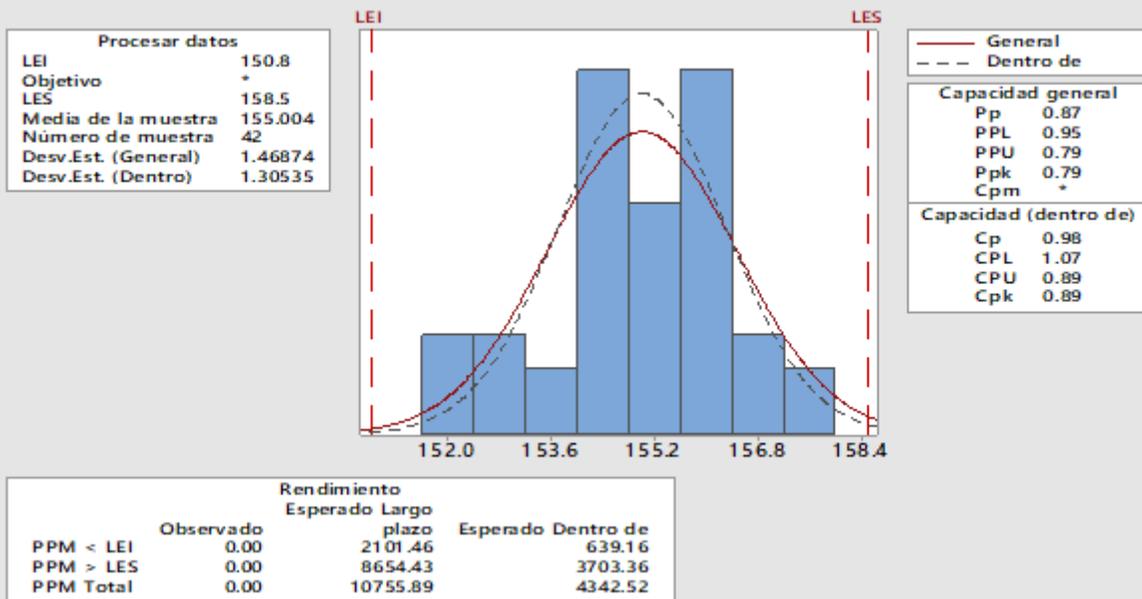
Tomando como referencia las partidas 3283, 3318, 3427 y 3456, se genera el siguiente gráfico de control, en donde se observa que el promedio obtenido de acidez (155 mg KOH), se encuentra dentro del rango definido en la especificación de proceso (EPR), el cual se encuentra entre 150.8 y 158.5 mg KOH.

Por otro lado, el informe de capacidad demuestra que el proceso es capaz de cumplir la especificación de proceso aun cuando se recupera la purga ácida.

Gráfica I-MR de No. de Acido, mgKOH/g



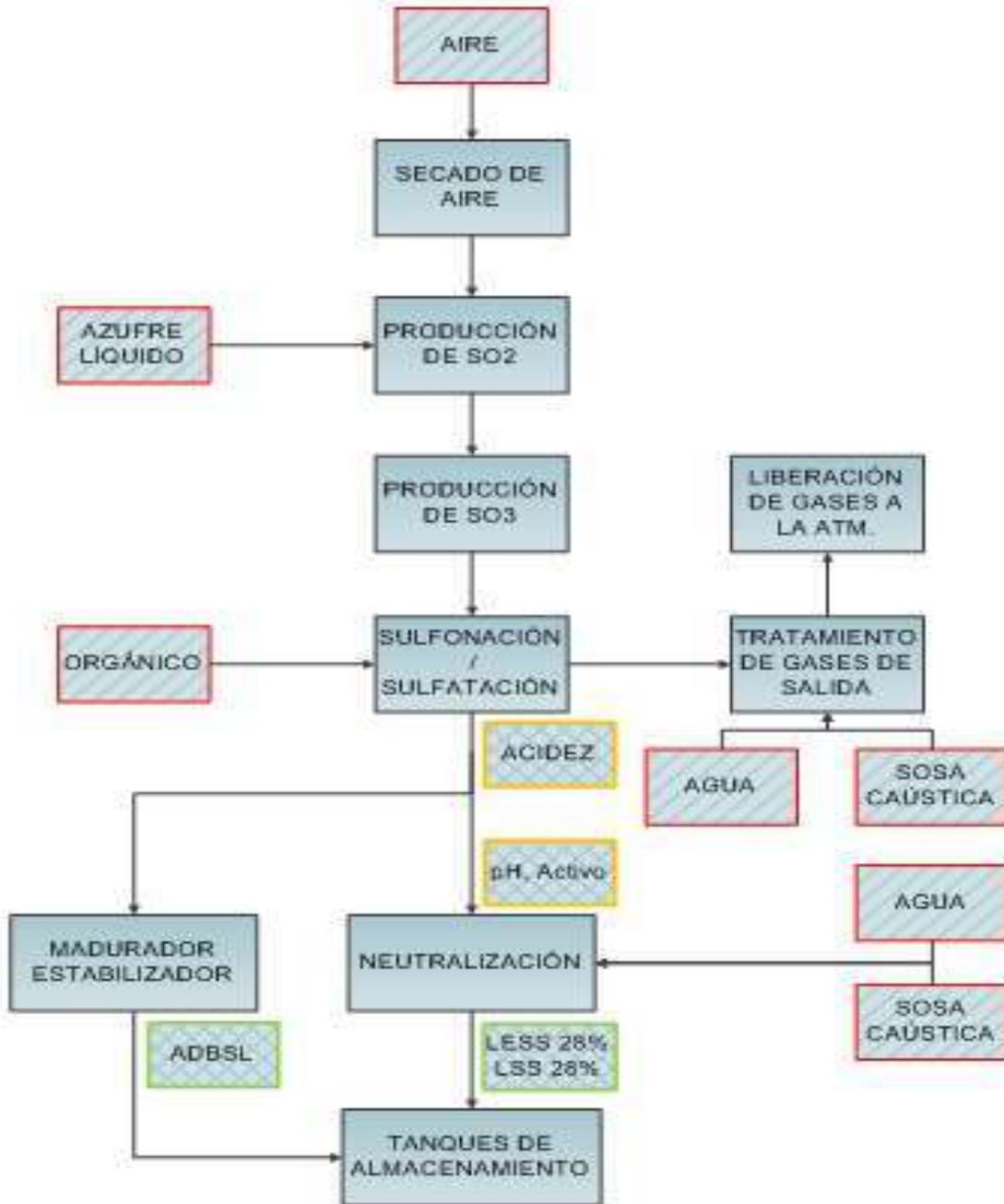
Informe de capacidad del proceso de No. de Acido, mgKOH/g



## V. REFERENCIAS:

- **Herman de Groot, W. (1991).** *Sulphonation Technology in the Detergent Industry.* Netherlands. Kluwer Academic Publishers.
  
- **Manual de Ballestra**  
**Catalano, S., Palazzolo, J., Robertson, M., Wesorick, S., Kaplan, K., Roberts, A., Chen, H.**  
**(s/f).** *Visual Encyclopedia of Chemical Engineering.* Recuperado de:  
  
<http://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/SeparationsMechanical/CyclonesHydroCyclones/CyclonesHydroCyclones.html>
  
- **Principios elementales de los procesos químicos. Tercera edición**  
**Richard M. Felder**  
  
Departamento de Ingeniería Química  
  
Universidad Estatal de Carolina del Norte  
  
Raleigh, Carolina del Norte
  
- **Ronald W. Rousseau**  
  
Escuela de Ingeniería Química  
  
Instituto de Tecnología de Georgia  
  
Atlanta, Georgia

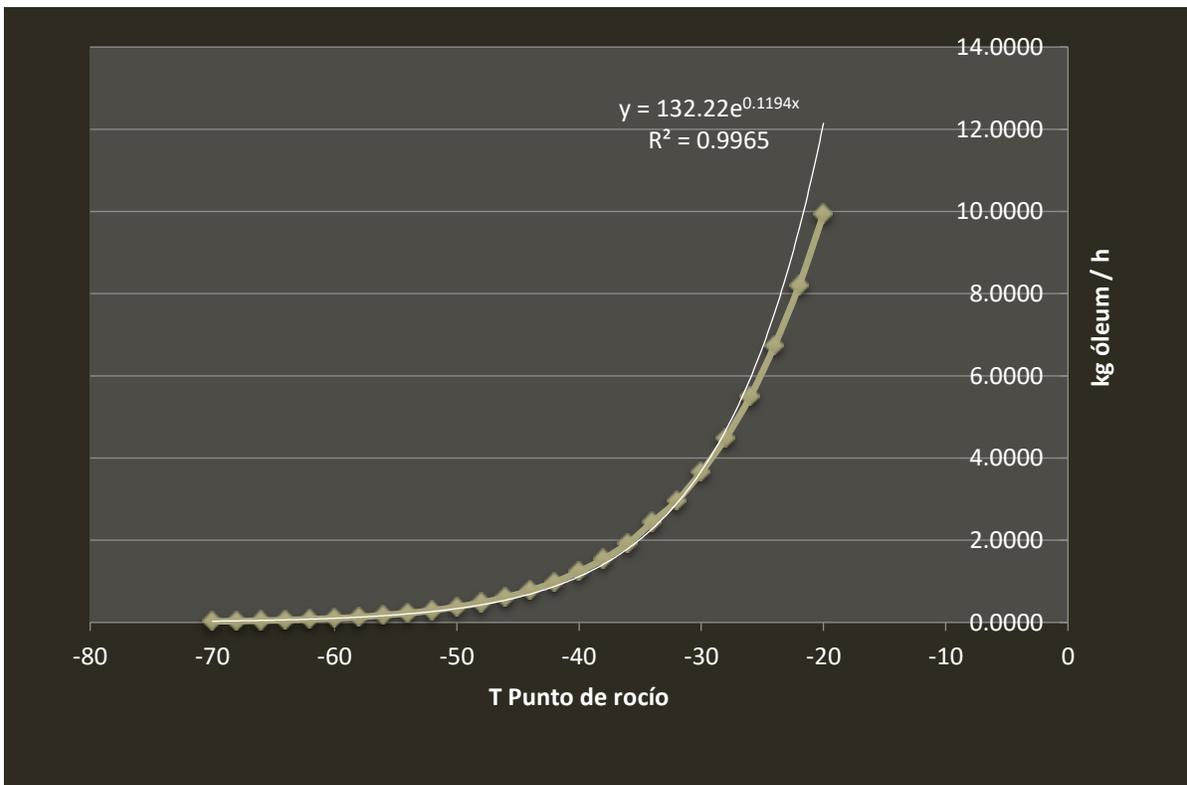
**ANEXOS:**



**DEW POINT**

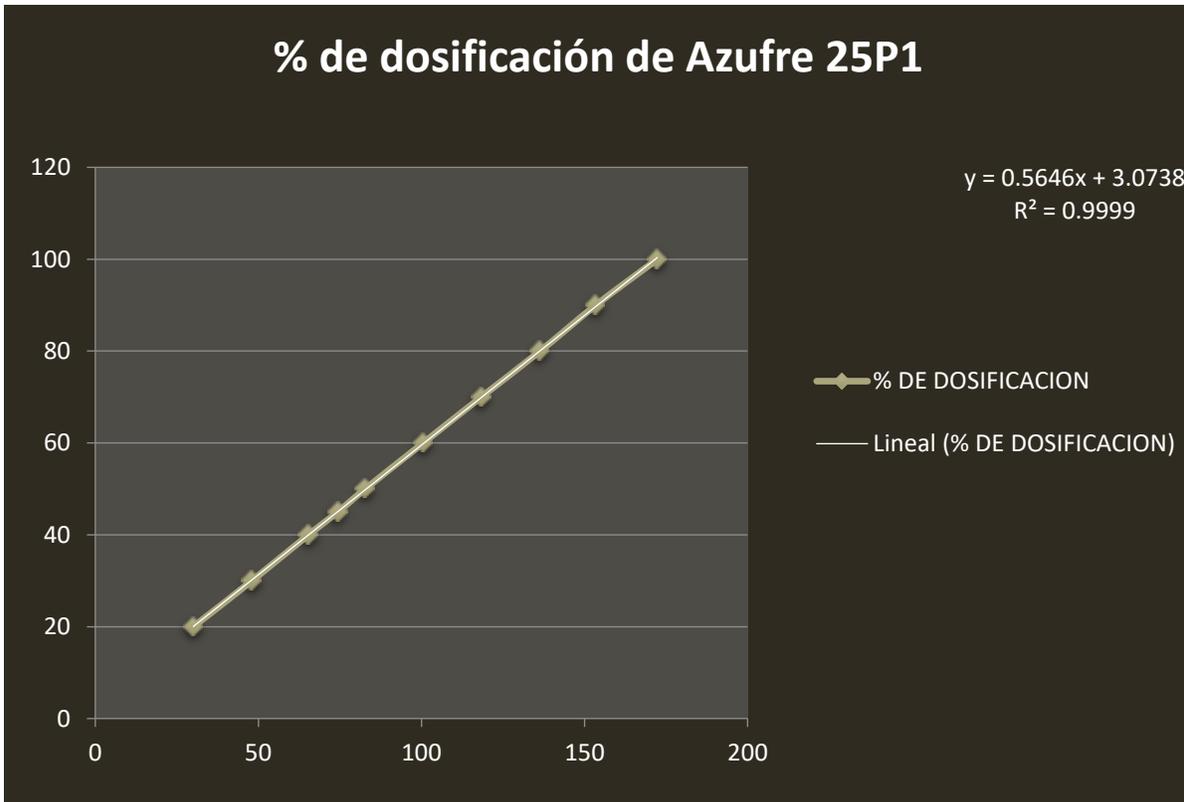
PUNTO DE ROCIO AIRE		P.P.M. EN VOLUME	P.P.M. EN PESO mg/Kg	g/Kg	Flujo de aire seco	2000 kg/hr
GRADOS °C	GRADOS °F				Kg óleum/día	Kg óleum/h
-70	-94	2.55	1.64	0.00164	0.5355	0.0223
-68	-90	3.44	2.13	0.00213	0.6955	0.0290
-66	-87	4.6	2.84	0.00284	0.9273	0.0386
-64	-83	6.1	3.71	0.00371	1.2114	0.0505
-62	-80	8.07	5.01	0.00501	1.6359	0.0682
-60	-76	10.6	6.59	0.00659	2.1518	0.0897
-58	-72	14	8.21	0.00821	2.6808	0.1117
-56	-69	18.3	11.6	0.0116	3.7878	0.1578
-54	-65	23.4	14.5	0.0145	4.7347	0.1973
-52	-62	31.1	18.8	0.0188	6.1388	0.2558
-50	-58	39.4	24.2	0.0242	7.9020	0.3293
-48	-54	49.7	30.7	0.0307	10.0245	0.4177
-46	-51	63.2	39.3	0.0393	12.8327	0.5347
-44	-47	80	49.7	0.0497	16.2286	0.6762
-42	-44	101	62.7	0.0627	20.4735	0.8531
-40	-40	127	79.1	0.0791	25.8286	1.0762
-38	-36	159	98.6	0.0986	32.1959	1.3415
-36	-33	198	123	0.123	40.1633	1.6735
-34	-29	246	156	0.156	50.9388	2.1224
-32	-26	340	189	0.189	61.7143	2.5714
-30	-22	376	234	0.234	76.4082	3.1837
-28	-18	462	287	0.287	93.7143	3.9048
-26	-15	566	351	0.351	114.6122	4.7755
-24	-11	691	431	0.431	140.7347	5.8639
-22	-8	841	524	0.524	171.1020	7.1293
-20	-4	1020	635	0.635	207.3469	8.6395
-19	-2	1418	874	0.874	285.4668	11.8944
-18	0	1598	985	0.985	321.6698	13.4029
-17	1	1801	1110	1.110	362.4642	15.1027
-16	3	2030	1251	1.251	408.4321	17.0180
-15	5	2288	1409	1.409	460.2297	19.1762
-14	7	2578	1588	1.588	518.5963	21.6082
-13	9	2905	1790	1.790	584.3649	24.3485
-12	10	3274	2017	2.017	658.4744	27.4364
-11	12	3690	2272	2.272	741.9825	30.9159
-10	14	4158	2560	2.560	836.0811	34.8367
-9	16	4686	2885	2.885	942.1134	39.2547
-8	18	5280	3251	3.251	1061.5927	44.2330
-7	19	5951	3663	3.663	1196.2245	49.8427
-6	21	6706	4128	4.128	1347.9304	56.1638

-5	23	7557	4652	4.652	1518.8757	63.2865
-4	25	8517	5241	5.241	1711.5003	71.3125
-3	27	9598	5906	5.906	1928.5537	80.3564
-2	28	10816	6655	6.655	2173.1340	90.5473
-1	30	12189	7499	7.499	2448.7321	102.0305
0	32	13736	8450	8.450	2759.2816	114.9701
1	34	15480	9522	9.522	3109.2153	129.5506
2	36	17444	10730	10.730	3503.5277	145.9803
3	37	19659	12090	12.090	3947.8470	164.4936
4	39	22154	13624	13.624	4448.5152	185.3548
5	41	24966	15351	15.351	5012.6783	208.8616
6	43	28135	17298	17.298	5648.3890	235.3495
7	45	31706	19492	19.492	6364.7208	265.1967
8	46	35731	21964	21.964	7171.8982	298.8291
9	48	40267	24749	24.749	8081.4424	336.7268
10	50	45378	27888	27.888	9106.3354	379.4306



**DOSIFICACION DE BOMBA DE AZUFRE 25P1**

kg/h	% DE DOSIFICACION
30.07	20
48.04	30
65.36	40
74.42	45
82.78	50
100.55	60
118.34	70
136.39	80
153.48	90
172.32	100



DOSIFICACION DE BOMBA DE AZUFRE 25P2

kg/h	% DE DOSIFICACION
30.1	20
48.28	30
65.18	40
74.22	45
82.64	50
100.38	60
118.26	70
136.29	80
153.55	90
172.29	100

