

3
2 Em.



Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA



EXAMEN PROFESIONAL
FACULTAD DE QUIMICA

“DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO PARA LA OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR DE ARCILLAS CAOLINITICAS”

TESIS MANCOMUNADA

CARLOS GONZALEZ RIVERA
SERGIO AUGUSTO GONZALEZ TRAPAGA
JOSE FRANCISCO BARRERA RODRIGUEZ

INGENIERO QUIMICO METALURGICO

1985



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

Introducción	1
CAPITULO I. ASPECTOS GENERALES DE LA PRODUCCION DEL ALUMINIO	
I.1 Situación de la Industria del Aluminio	3
I.2 Caracterización de las arcillas	8
I.3 Métodos actuales de obtención del aluminio .	11
CAPITULO II. FUNDAMENTOS TERMODINAMICOS DE LA CLORACION SELEC <u>TIVA.</u>	
II.1 Reacciones de transporte en fase vapor dentro de la Metalurgia Extractiva	21
II.2 Termodinámica de la reacción de cloración selectiva	26
II.3 Dependencia de la presión en la reacción de cloración del Fe_2O_3	42
II.4 Ventajas de la elección del HCl gas como -- agente clorante	45
CAPITULO III. GENERALIDADES SOBRE FLUIDIZACION	
III.1 Concepto de fluidización	48
III.2 Ventajas y desventajas de los sistemas fluidizados	52
III.3 Velocidad mínima de fluidización y velocidad de elutriación	54

III.4	Regímenes de flujo en sistemas fluidizados	64
III.5	Modelo de lecho burbujeado	70
III.6	Cinética de la reacción gas-sólido en un - reactor de lecho fluidizado	81
 CAPITULO IV. DISEÑO Y CONSTRUCCION DEL REACTOR		
	Resumen	90
IV.1	Componentes básicos de un reactor de lecho fluidizado	91
IV.2	Factores que influyen en el diseño de un - reactor del lecho fluidizado, problemas co munes que se presentan durante su operación y medidas correctivas.....	104
IV.3	Instrumentación	107
IV.4	Diseño y construcción del reactor de lecho fluidizado	108
IV.5	Ilustraciones fotográficas de diferentes -- aspectos del reactor de lecho fluidizado - experimental	137
	Conclusiones	142
	Nomenclatura	148
	Referencias	152
	Apéndice - Carta de calibración del medidor de placa de orificio	160

INTRODUCCION

Existe una historia ya muy antigua en la búsqueda de procesos de recuperación de alúmina a partir de minerales - no bauxíticos. En el caso particular de las arcillas, éstas contienen al mineral caolinita, un silicoaluminato hidratado que se constituye como una materia prima potencial importante para la obtención de alúmina y la posterior producción -- del aluminio, especialmente en aquellos países que como el - nuestro no poseen depósitos de bauxita.

Por otro lado, se han realizado estudios empíricos so bre el beneficio de la bauxita por cloración en fase gaseosa para formar un cloruro de aluminio de alta pureza, ya que la tendencia actual de las investigaciones es el sustituir con dicho cloruro la alúmina alimentada en las celdas electrolíticas de donde se extrae el aluminio metálico. Dentro de la tecnología para la reducción del mismo, el objetivo primor-- dial ha sido disminuir los altos costos de capital debidos - principalmente a los complicados sistemas hidrometalúrgicos del proceso Bayer, reemplazándolos por reactores gas-sólido muy compactos, utilizables tanto para este tipo de innovacio nes como en la purificación de la alúmina para obtener un ma terial metalúrgico de alto grado.

Analizando la importancia de todos estos factores, - surgió la necesidad en el Departamento de Metalurgia de la

Facultad de Química de la U.N.A.M., de buscar el camino para aprovechar cabalmente los recursos minerales nativos mediante las técnicas más simplificadas y eficientes. Este trabajo es parte de un proyecto global de investigación; consistió en construir un reactor de lecho fluidizado en una escala intermedia entre el nivel laboratorio y una planta piloto, se utilizará en el estudio de un proceso de cloración directa de arcillas caoliníticas con HCl gaseoso como agente clorante.

CAPITULO I
ASPECTOS GENERALES DE LA PRODUCCION DEL ALUMINIO

I.1.- Situación de la Industria del Aluminio:

Los elementos metálicos o no metálicos susceptibles de aprovechamiento industrial representan sólo un pequenísimos porcentaje de la composición media de la corteza terrestre. Por ejemplo, gran parte del contenido de aluminio, hierro, magnesio y titanio, se encuentra asociada a especies mineralógicas a las que metalúrgicamente no se les puede recuperar en forma económica con la tecnología actualmente conocida.

TABLA I.1

	(A)	(B)
	Tons. métricas de corteza terrestre de Comp. Media para producir una Ton. Métrica de Elemento químico.	Tons. métricas de Mineral (Mena) de Ley Mínima Costeable, Requeridas en 1977, para producir un Ton. Métrica de Metal.
Aluminio	12	7
Fierro	20	4
Titanio	188	180
Oro	285,000,000	100,000
Plata	15,000,000	1,300
Cobre	20,000	200
Plomo	77,000	50
Zinc	12,000	40
Estaño	625,000	10,000
Manganeso	1,000	5
Tungsteno	830,000	200
Molibdeno	910,000	400
Niquel	16,000	100
Cobalto	55,000	200

La tabla I.1(B) reproduce cifras obtenidas por algunos investigadores¹ para la eficiencia de recuperación de los valores metálicos a partir de sus minerales más comunes. La sección (A) de la misma tabla nos muestra la dificultad económica de recuperación de algunos metales, por los enormes tonelajes de roca que hay que remover y procesar para producir una tonelada de elemento metálico.

Otro punto determinante en la explotación, beneficio, fusión y refinación para la producción de los metales o productos minero-metalúrgicos, es la disponibilidad energética y su costo. Considerando como base la producción de una tonelada métrica de arrabio, se muestra en la Tabla I.2, los requerimientos energéticos relativos entre el hierro primario y otros metales.²

TABLA I.2

Metal	Requerimientos energéticos relativos por ton. de metal refinado producido
Arrabio (hierro)	1.00
Cobre	2.76
Acero	2.84
Aluminio	12.15
Magnesio	18.50
Titanio	25.80

De aquí que el encarecimiento energético pueda, en un momento dado, paralizar operaciones minero-metalúrgicas, lo

que ya está sucediendo en algunos países del continente. - El aluminio es de los metales que más energía necesita para su obtención final, debido a los elaborados procesos de purificación del material que se alimenta a las celdas electrolíticas, así como al consumo de energía eléctrica en las celdas mismas.

La materia prima usual para la obtención del aluminio es la bauxita, y en algunos casos las lateritas. A pesar - del despliegue de actividad exploratoria, no se han descubierto en México yacimientos de bauxita; se han logrado localizar áreas con lateritas aluminicas en la parte norte de Chiapas, cerca de Pichucalco, pero con contenidos demasiado altos de sílice y de hierro para ser consideradas como bauxitas. Por ende, el mineral necesario para la producción - de aluminio en nuestro país se importa de Jamaica, que es - el principal país productor de bauxita en el mundo. La producción de bauxita y de aluminio en América Latina se presenta en la Tabla I.3.³

Pero el consumo de bauxitas y lateritas se incrementa en un 5% anual en promedio, y ya que en 1975 las reservas mundiales eran de 17 mil millones, a mediados del próximo - siglo se agotarán.

TABLA I.3

<u>B A U X I T A</u>	1980 (Tons. Met.)	1989 (Tons. Met.)	Variación %
BRASIL	1,800,000	5,840,000	
GUYANA	3,400,000	3,400,000	
HAITI	450,000	450,000	
JAMAICA	12,000,000	12,000,000	
REP. DOMINICANA	500,000	500,000	
SURINAM	4,500,000	4,500,000	
VENEZUELA	-	3,000,000	31.1
TOTAL:	22,650,000	29,690,000	
 <u>ALUMINIO METALICO</u>			
ARGENTINA	135,000	275,000	
BRASIL	261,000	1,105,000	
MEXICO	41,000	90,000	
SURINAM	57,000	57,000	
VENEZUELA	327,000	610,000	
TOTAL:	821,000	2,137,000	160.3
	PRODUCCION OCCIDENTE 1 9 8 0 (Tons. Met.)	PROPORCION LATI- NOAMERICANA DE - LA PROD. MUNDIAL EN 1980 %	
BAUXITA	76,145,000	29.70	
ALUMINIO METALICO	12,228,000	6.45	

Aunando todo lo mencionado, aparece con claridad la urgencia de encontrar métodos de un alto rendimiento energético, así como de utilizar minerales no bauxíticos como fuente de obtención del metal. Una alternativa muy interesante sería el aprovechamiento de los muchos yacimientos arcillosos con un elevado contenido de caolín que existen en el país, principalmente en los estados de Guanajuato, Hidalgo, Querétaro, Puebla y Morelos. Los municipios de mayor superficie minera de caolines de los tres primeros se detallan a continuación:

ESTADO DE GUANAJUATO

<u>MUNICIPIO</u>	<u>SUP. MINERA DE CAOLIN (HA)</u>	<u>SUP. MINERA TOTAL (HA)</u>	<u>%</u>
Comonfort	1,368.00	1,669.00	82.00
Guanajuato	66.00	7,989.69	0.83
Ocampo	9.00	18.00	50.00
San Felipe	16.00	2,677.56	0.60
San José Iturbide	353.00	4,121.50	8.56
Sta. Cruz de J. Rosas	261.00	440.86	59.82
Silao	417.44	947.44	83.91
Tarandacuao	64.00	64.00	100.00

ESTADO DE HIDALGO

<u>MUNICIPIO</u>	<u>SUP. MINERA DE CAOLIN (HA)</u>	<u>SUP. MINERA TOTAL (HA)</u>	<u>%</u>
Agua Blanca Iturbide	538.15	538.15	100.00
Cuautepec	202.64	544.58	32.21
Fco. I. Madero	14.00	42.00	33.33
Meztitlán	60.00	60.00	100.00
Pachuca	54.00	4,107.98	1.31

Tesquillo	96.00	596.00	16.10
Tecozantla	163.80	163.80	100.00
Tula de Allende	142.00	625.49	22.00
Zacualtipan	53.00	53.00	100.00
Zimapán	9.00	8,726.49	0.10

ESTADO DE QUERETARO

<u>MUNICIPIO</u>	<u>SUP. MINERA DE CAOLIN (HA)</u>	<u>SUP. MINERA TOTAL (HA)</u>	<u>8</u>
Amealco	12.00	12.00	100.00
Cadereyta	346.00	8,336.68	4.15
Ezequiel Montes	200.00	416.67	48.00
Tequisquiapan	236.71	685.71	34.52

I.2.- Caracterización de las arcillas:

La arcilla no es un mineral, sino un agregado de minerales y de sustancias coloidales. La arcilla residual se llama a menudo caolín, pero actualmente se le considera como una simple variedad de la arcilla. Antes se creía que el caolín estaba formado sólo por el mineral caolinita, pero con la introducción de técnicas modernas de análisis como los rayos X y el microscopio electrónico, se ha encontrado que si bien el caolín tiene una cantidad considerable de caolinita, también entran en su composición otros minerales arcillosos. El caolín es bajo en hierro, alrededor de 1% o menos, y por lo tanto tiene un color blanco o casi blanco -

(ya que el óxido de hierro es un poderoso agente colorante, pues en un porcentaje mayor al 5% convierte al producto en rojo). Es además el caolín un material pulvurulento, refractario y friable. La composición de los caolines más puros, de los cuales han sido eliminadas partículas de cuarzo, se parece a la del caolinita. Esta es un silicato dihidratado de aluminio, de composición $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, con un porcentaje en peso de 39.5% de Al_2O_3 , 46.55% de SiO_2 y 13.95% de H_2O .

Los minerales arcillosos se clasifican, de acuerdo a su composición química en⁴:

TABLA I.4

GRUPO	COMPOSICION*	ORIGEN	YACIMIENTO
A. Caolinita			
1. Caolinita	$\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$	M H	Caolín Subarcillas, tierras, rocas.
2. Dickita	$\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$	H	Rocas. N.
3. Nackrita	$\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$	H	Rocas. N.
4. Anauxita	$\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$	M	Tierras. N.
5. Haloisita	$\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$	M	Tierras.
6. Endelita	$\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	M	Tierras.

(Continuación)

TABLA I.4

GRUPO	COMPOSICION*	ORIGEN	YACIMIENTO
B. Montmorilonita			
1. Montmorilonita.	$Si_{24}O_{60}Al_{10}Mg_2(OH)_{12}(Na_2, Ca)$	M	Tierras, bentonita, tierra de batanes.
		H	Rocas.
2. Nontronita	$Si_{22}Al_2O_{60}Fe^{II}(OH)_{12}(Na_2, Ca)$	H	Filonos.
3. Saponita	$Si_{22}Al_2O_{60}Mg_{18}(OH)_{12}(Na_2)$	H	Filonos.
4. Beidélita	$Si_{19}Al_5O_{60}Al_{13}(OH)_{12}(Na_2)$	H	Filonos.
5. Hectorita	$Si_{24}O_{60}Li_2Mg_{16}(OH)_{12}(Na_2)$	M	Arcillas.
C. Micas hidratadas ($Si_{2-y}Al_yO_5K(Al.Fe.Mg)(OH)$ (ilita)			
		M	Tierras, arcillas marinas, subarcillas.
D. Varios			
1. Attapulgita	$Si_8O_{20}Mg_5(OH)_2 \cdot 4H_2O$	M	Tierra de batanes
2. Sepiolítica	$Si_8O_{20}Mg_6(OH)_4 \cdot nH_2O$		
3. Alofana	$SiO_2 + Al + H_2O$	M	Arcillas, tierras
M= meteorización; H= hidrotermal; N= no común; los paréntesis cuadrados encierran las bases intercambiables.			
* Tienen bases sustituibles, la que se forma está determinada por su origen y puede cambiar frente a cambios ambientales.			

I.3.- Métodos actuales de obtención del aluminio:

En nuestros días existen dos etapas principales en la manufactura del aluminio. La primera abarca la producción de la alúmina (Al_2O_3) pura a partir del mineral aluminoso, generalmente bauxita como ya se dijo. La segunda es la reducción de esta alúmina al estado metálico en un baño de criolita fundida. La razón para estas dos etapas es que las impurezas presentes en la materia prima deben removerse. Por ejemplo, la bauxita contiene alúmina y óxidos de hierro, silicio y titanio como impurezas. Si ésta fuera directamente electrolizada ó disuelta, una proporción considerable de tales impurezas aparecerían en el producto terminado, llámese aluminio metálico ó sales de éste. Se ha probado que es mucho más práctico purificar a la alúmina en el primer paso, que refinar un metal impuro ó una sal cruda en el segundo paso.

Las rutas convencionales más importantes para la producción de alúmina de alta pureza (esto es, a partir de bauxita) son a saber: a) Proceso Bayer, b) Proceso Hall, c) Proceso Pedersen, y d) Proceso Haglund. Los diagramas de flujo de estos procesos se escriben a continuación. El proceso Bayer que es el más importante a nivel industrial se presenta por separado.⁶

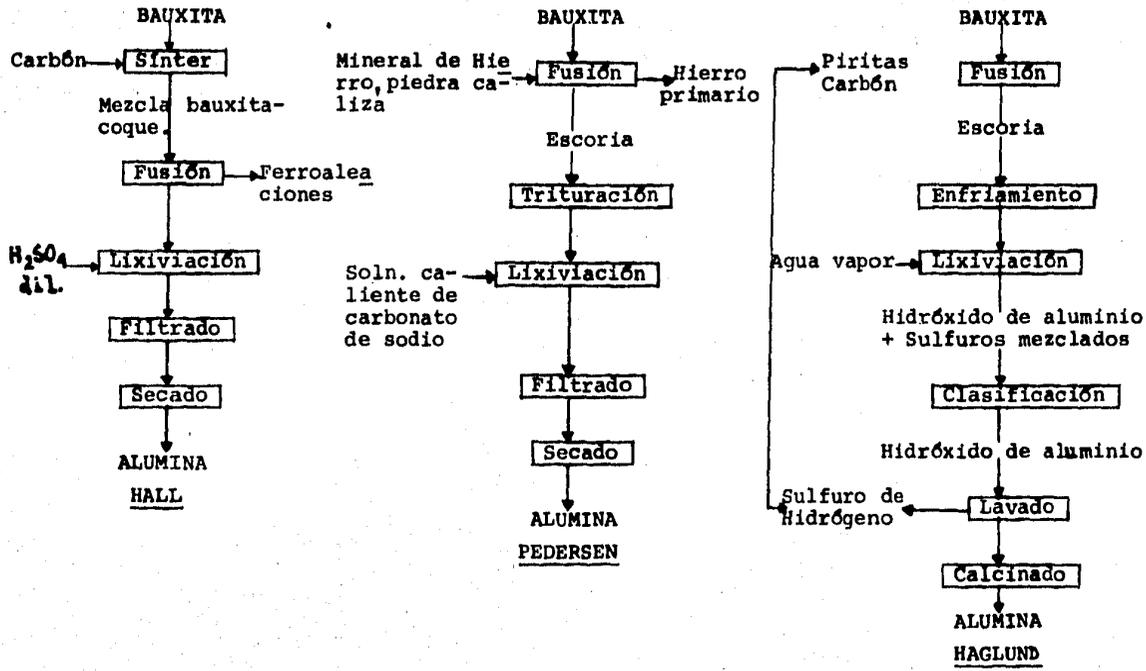


FIG. 1.1.- DISTINTOS PROCESOS DE OBTENCION DE ALUMINA

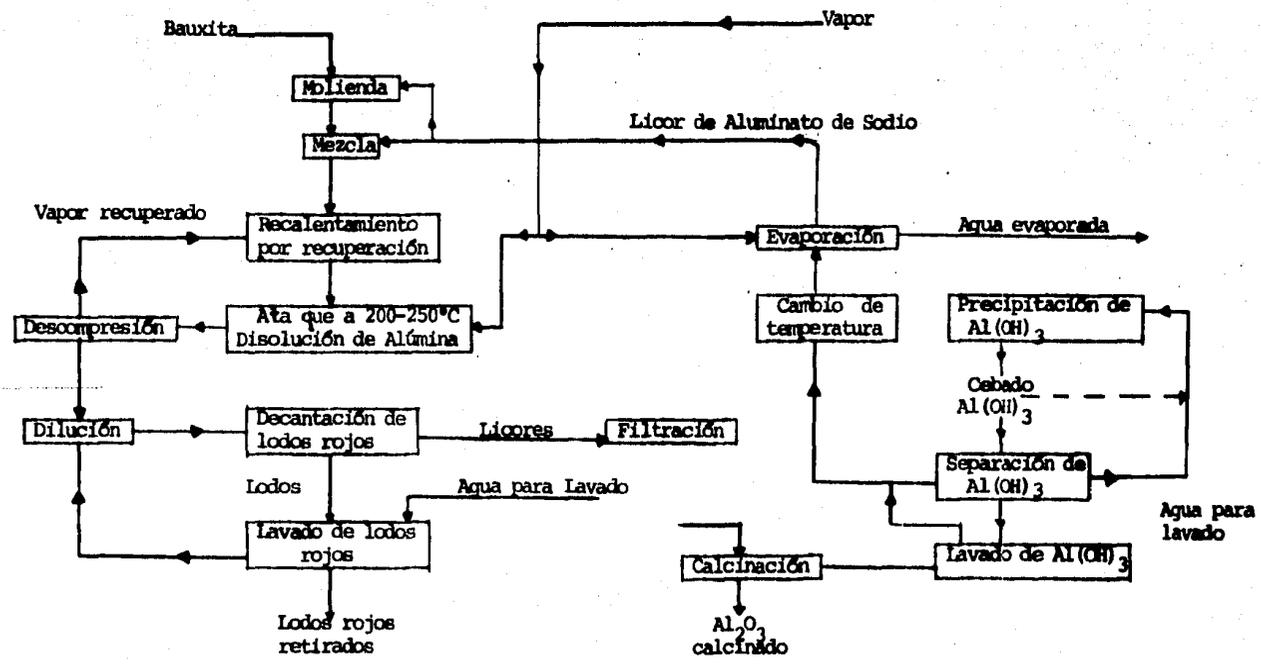


FIG. I.2.- ESQUEMA DEL PROCESAMIENTO BAYER.

El proceso Bayer es técnicamente uno de los más difíciles de operar y controlar. Sus problemas de filtración son tan complicados como otro proceso individual completo. Necesita una bauxita de buena e invariable composición, con un contenido de sílice menor al 3%, ya que ésta convierte una porción de la alúmina en insoluble. El óxido de hierro debe ser menor al 0.01%.

Con la alúmina ya purificada, el siguiente paso consiste en la electrólisis de una solución de alúmina en criolita fundida ($\text{AlF}_3 \cdot 3\text{NaF}$). La criolita, además de servir como disolvente de la alúmina, rebaja su temperatura de fusión, que es de aproximadamente 2 000°C. La celda electro-lítica se compone de una caja de acero con un recubrimiento termoaislante, de paredes y fondo de carbón comprimido. Antes de comenzar la electrólisis se echa sobre el fondo de la celda una capa fina de coque desmenuzado, se ponen unos electrodos de carbón que funcionan como ánodos en contacto con la capa de coque y se conecta la corriente. Cuando el carbón comprimido se calienta al rojo, se introduce la criolita y después de su fusión (1000°C aprox.), se agrega la alúmina, máximo en un 20% en peso de la criolita agregada que es la cantidad límite que puede disolver ésta de alúmina, y finalmente se fija la temperatura del electrolito en

950-1000°C. A medida que se descompone la alúmina, el aluminio reducido se acumula en el fondo de la celda y se repone con nueva alúmina. Este proceso se conoce con el nombre de Proceso Hall-Hérault, porque está basado en las patentes de Hall en los E.U.A. y de Hérault en Francia (1883-1889).

Hasta aquí cubrimos la ruta convencional de obtención de aluminio en sus dos etapas. Ahora describiremos los procedimientos usados en la primera etapa, la obtención de la alúmina (Al_2O_3) pura, cuando partimos de un mineral no bauxítico, los cuales son de mayor interés para los fines de este trabajo.

Generalmente se dividen en dos tipos: Procesos áci--dos y procesos alcalinos. Los materiales usados en ellos se denominan de la misma manera, es decir, en minerales ácidos y minerales alcalinos respectivamente. Los primeros son silicoaluminatos con bajo contenido de metales alcalinos, como lo son esquistos y arcillas; la composición típica de estos minerales sería⁷:

(ver hoja anexa)

TABLA I.5

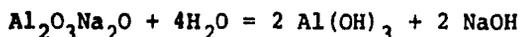
COMPOSICION (EN %) DE UNA ARCILLA Y UN ESQUISTO SILICOSO DEL ESTE DEL CANADA

	ARCILLA	ESQUISTO
Al ₂ O ₃	34	23
SiO ₂	45	58
Fe ₂ O ₃	2.6	6
TiO ₂	2.4	1
K ₂ O	-	3.5
Na ₂ O		
Cr ₂ O ₃	3	-
CaO		0.8
V ₂ O ₅		-
MgO	-	1.7
O	-	1.3
Pérdidas por Ignición	13	

Los minerales alcalinos son silicoaluminatos de metales alcalinos y alcalino-térreos, tales como las nefelinas y anortositas. Una opción del método alcalino es la digestión con sosa de minerales con pequeño contenido de sílice, para convertir el hidróxido de aluminio en aluminato sódico, con la reacción consignada en la literatura⁸:



El aluminato de sodio obtenido se disuelve en agua, y los óxidos de hierro, calcio y titanio forman un sedimento sólido insoluble que se separa en filtros prensa. La sílice debe ser baja porque es atacada en el proceso e involucra una pérdida de álcali y generalmente también una pérdida de alúmina. La solución acuosa filtrada de aluminato sódico se envía a unos recipientes con agitador donde, como resultado de la hidrólisis, se descompone la solución, separándose el sedimento sólido de hidróxido de aluminio:



El sedimento filtrado y lavado se envía a los hornos, donde a 1300°C se transforma en Al_2O_3 .

Por el contrario, en los procesos ácidos siempre se disuelve el hierro en mayor o menor cantidad, pero en la mayoría de ellos no se disuelve la sílice; el titanio tiende a disolverse parcialmente. Estos procesos se adaptan entonces al tratamiento de minerales con un bajo contenido de hierro, como arcillas caolínitas, alunitas, leucitas, etc.

El contenido más bajo de alúmina para estos minerales coloca a este tipo de procesos en desventaja con los procesos alcalinos, y particularmente con el proceso Bayer, que puede considerarse dentro de éstos en una clasificación glo

bal. Otra ventaja de este último proceso respecto a los dos tipos de procesos generales para minerales no bauxíticos, es que produce una alúmina de un grado extremadamente alto (aun que la bauxita que utilice deba ser de muy buena calidad), - de acuerdo a las especificaciones necesarias del material - alimentado a la electrólisis en el proceso Hall-Hérault. - Los diagramas de bloque en ambos procesos son detallados en las figuras I.3 y I.4.⁹

Una desventaja adicional de los procesos ácidos es - el que no se puede recuperar de manera económica todo el ácido utilizado en ellos. No obstante, algunas ventajas de estos procesos y en particular los mencionados en el siguiente capítulo, han despertado el interés de algunos, y los han hecho acreedores de estudios detallados.

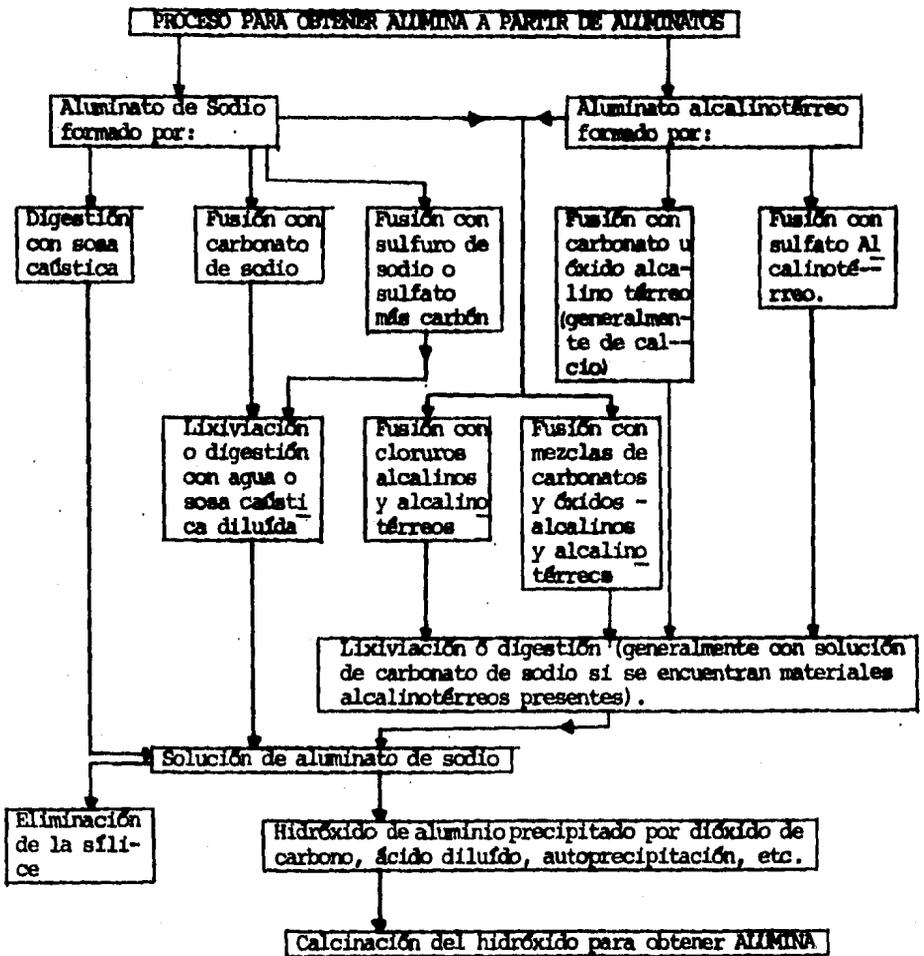


FIGURA 1.3.- DIAGRAMA GENERAL DE LOS PROCESOS ALCALINOS PARA OBTENER ALUMINA.

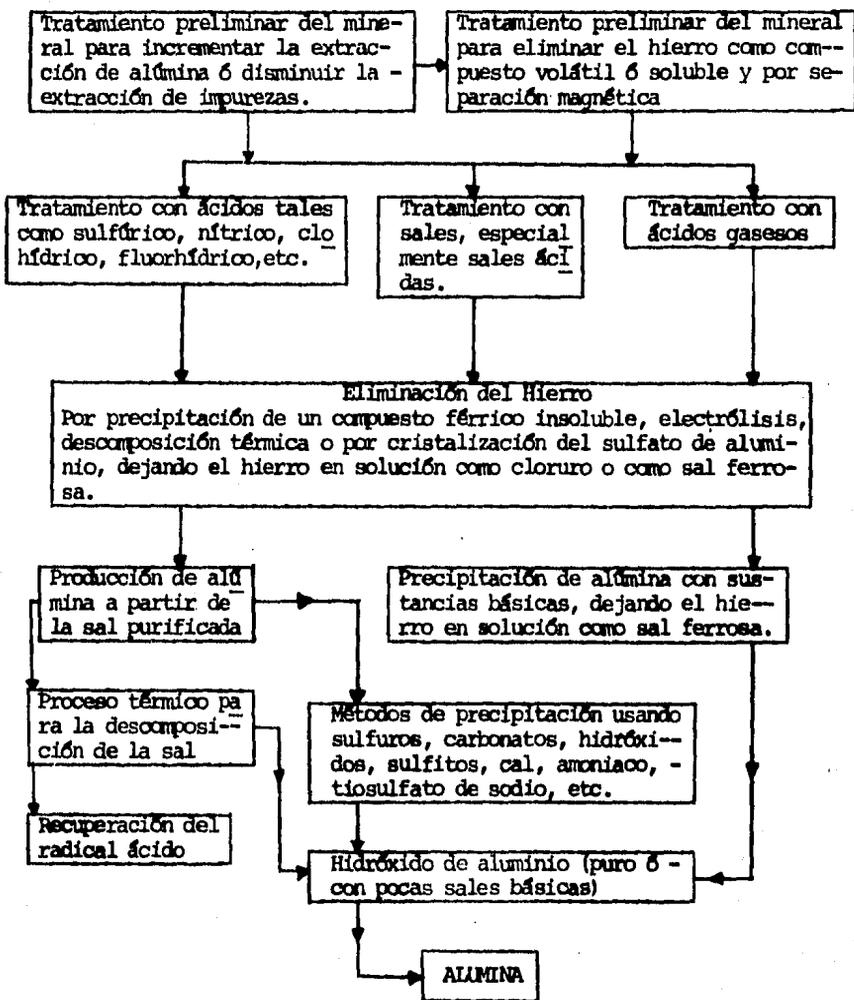


FIG. I.4.- DIAGRAMA DE LOS PROCESOS ACIDOS PARA OBTENCION DE ALUMINA.

CAPITULO II

FUNDAMENTOS TERMODINAMICOS DE LA CLORACION SELECTIVA

II.1.- Reacciones de transporte en fase vapor dentro de la Metalurgia Extractiva:

El transporte de materiales por medio de una reacción heterogénea que involucre ~~fase vapor~~ se ha conocido desde antes de su primer uso en la extracción de un metal (i.e., la refinación del níquel por medio de los carbonilos).

Ya en 1852, Bunsen había observado el transporte de la hematita en una corriente gaseosa de ácido clorhídrico. - Troost y Hautefeuille reportaron posteriormente el transporte de silicio y aluminio en corrientes de sus respectivos cloruros.

Aunque la aplicación de tales procesos para el tratamiento de minerales es una extensión bastante reciente de aquellas tempranas ideas, podemos decir que el desarrollo de los procesos de transporte en fase vapor ocurrirá en forma concomitante a su uso en el tratamiento directo de los minerales.

Un proceso típico de transporte en fase vapor se muestra esquemáticamente en la figura II.1.¹ En A tenemos un metal impuro ó un material que contiene metal, el cual reacciona, - usualmente con un gas, para producir un compuesto volátil el cual contiene al metal. Posteriormente, este compuesto se -

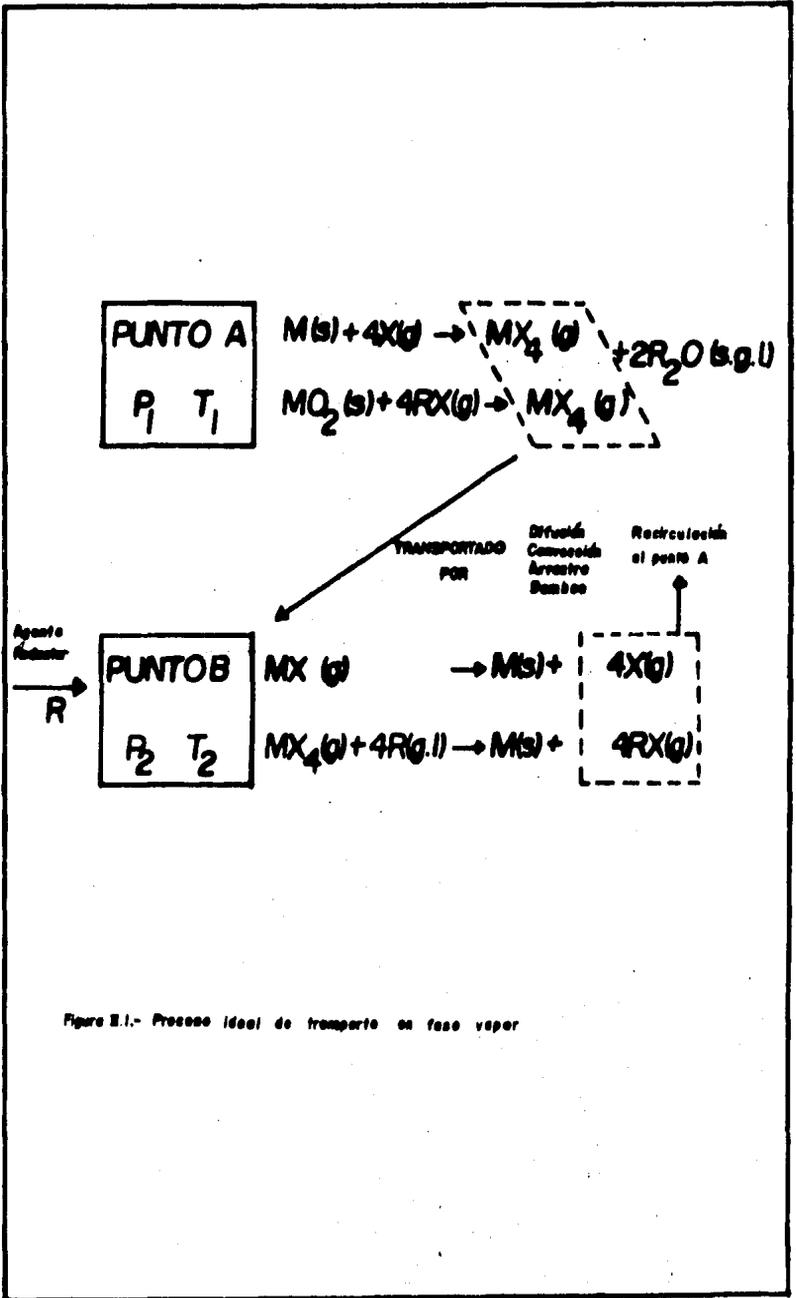


Figura E.1.- Proceso ideal de transporte en fase vapor

transporta (por difusión, convección, bombeo mecánico, con un gas de arrastre, o aún por una condensación seguida por el transporte de la fase sólida y la subsecuente reevaporación), a un punto B donde el vapor que contiene el metal es descompuesto térmicamente ó reducido químicamente, para producir el metal puro. En el segundo caso, el agente reductor puede ser un líquido ó un gas.

Para un proceso ideal, el otro producto de la reacción en que se produjo al metal en B, se transporta de regreso al punto A, haciendo entonces a dicho proceso continuo.

De la figura II.1 podemos concluir los siguientes criterios generales para los procesos de transporte en fase vapor:

- a) El metal debe producir un compuesto con la presión de vapor lo suficientemente alta como para poder usarlo en el proceso bajo condiciones reales de operación.
- b) El compuesto volátil debe ser capaz de descomponerse ó reducirse bajo condiciones reales.
- c) La presión de vapor del metal debe de ser baja a la temperatura de descomposición ó de reducción.

Por lo escrito arriba, es obvio deducir que la química de los compuestos del metal debe conocerse antes de que

escojamos este tipo de procesos para su extracción. No sólo la presión de vapor y la estabilidad termodinámica de los compuestos requeridos, sino que también las velocidades de formación y de descomposición bajo ciertas condiciones (las necesitadas en nuestro caso particular) deben conocerse, y éstas determinarán la viabilidad del proceso. Es decir, es la Cinética Química y no la Termodinámica, la que en última instancia nos dice si la reacción se llevará a cabo bajo las condiciones en que nosotros operemos.

La descomposición de los compuestos gaseosos del metal se alcanza generalmente a temperaturas elevadas y con pocas restricciones cinéticas. Sin embargo, la formación de los compuestos, regularmente a temperaturas más bajas, puede presentar severos problemas y por lo tanto invalidar el uso de algunos compuestos gaseosos en situaciones específicas. Se ha hallado que los haluros, los carbonilos y aún ciertas mezclas de éstos, tienen las propiedades termodinámicas deseadas.

En particular, los cloruros metálicos tienen propiedades poco usuales que hacen posibles muchos procesos extractivos en la práctica. Tales propiedades son: su bajo punto de fusión, su alta volatilidad y su fácil formación a partir de los óxidos. Si a ello aunamos que el cloro y sus compuestos (v.gr., ácido clorhídrico) se obtienen a costos relativamen-

te bajos, nos explicaremos la creación de una verdadera rama dentro de la Metalurgia Extractiva, la "Metalurgia del Cloro".

El capítulo aquí presentado tiene como intención el explicar, solamente por los criterios termodinámicos de estabilidad química, la reacción de cloración selectiva en una arcilla caolínica. Tal reacción involucra como agente clorante tanto al cloro mismo, como algún compuesto suyo, y aunque haremos especial énfasis en el ácido clorhídrico gaseoso, el cual se ha escogido para nuestro proyecto, trataremos someramente otros compuestos (o sus posibles combinaciones), que son más utilizados que el primero a un nivel mundial de investigación.

Es necesario abrir un paréntesis aquí. Si bien este tipo de estudios no es nada nuevo, sí debemos decir que con frecuencia las metas buscadas han sido distintas a las nuestras.

El desarrollo reciente de un nuevo proceso electrolítico, basado ya no en la alúmina como la materia prima para la celda de electrólisis, sino en el AlCl_3 (según las patentes de Haupin, 1973; Mc Intosh y Holliday, 1974), ha propiciado una extensa y todavía no completa investigación sobre

los métodos de cloración de una arcilla para la formación - del cloruro de aluminio, y su separación del FeCl_3 , del TiCl_4 , y del SiCl_4 también formados. Nosotros sólo aprovechamos -- los principios termodinámicos básicos propuestos en tales investigaciones para fundamentar una derivación lógica de los procesos de transporte en fase vapor: si su objetivo es la obtención de un metal refinado al final del mismo, ¿Por qué no ha de poder usarse para la volatilización en una etapa - intermedia de una impureza (el hierro como cloruro) en lugar del compuesto del metal que nos es de interés, o sea el aluminio?.

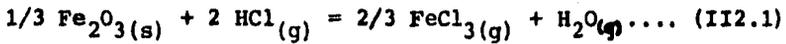
De hecho, ésto ha sido ampliamente demostrado en procesos de purificación de la bauxita que se usa en las celdas electroquímicas. Aunque la literatura es menos abundante^{2,3}, y hace una acentuación en tipos distintos de agentes clorantes a los usados en este trabajo, también han sido de gran - utilidad para la correcta elaboración del capítulo.

II.2.- Termodinámica de la reacción de cloración selectiva:

Como ya sabemos, una arcilla caolínica está compues ta principalmente por Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 y TiO_2 . La interro

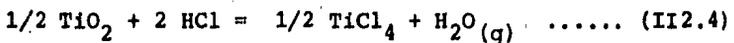
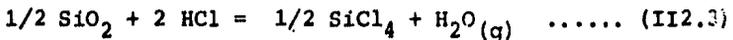
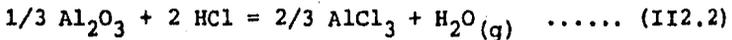
gante que se presenta ahora consiste en saber qué tan posible es, termodinámicamente hablando, la separación del hierro mediante la cloración del Fe_2O_3 .

Consideremos que la reacción de la cloración del óxido de hierro (III) con el ácido clorhídrico gaseoso es la siguiente:



$$\Delta G^\circ (\text{calorías/mol}) = -59336.74 + 55.8 T$$

De los datos obtenidos de la tabla II.1, como consigna Kellog⁴, vemos que las reacciones de cloración con HCl gaseoso para el resto de los constituyentes importantes de la arcilla son:



(Ver Tabla II.1) en la siguiente hoja.

TABLA II.1
CLORACION DE OXIDOS CON HCl (g)

No.	REACCION	ΔG° (cal)	
		500°C	1000°C
1	$\text{Ag}_2\text{O} + 2\text{HCl} = 2\text{AgCl} + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-47,800	
2	$\text{HgO} + 2\text{HCl} = \text{HgCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-33,400	
3	$\text{PbO} + 2\text{HCl} = \text{PbCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-25,700	-18,400
4	$\text{CdO} + 2\text{HCl} = \text{CdCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-22,800	-16,100
5	$\text{Cu}_2\text{O} + 2\text{HCl} = \text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-16,600	- 5,900
6	$\text{MnO} + 2\text{HCl} = \text{MnCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-13,900	- 3,300
7	$\text{NiO} + 2\text{HCl} = \text{NiCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-10,800	+ 200
8	$\text{ZnO} + 2\text{HCl} = \text{ZnCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-10,500	-11,000
9	$\text{SnO} + 2\text{HCl} = \text{SnCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	-10,100	-10,000
10	$\text{FeO} + 2\text{HCl} = \text{FeCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	- 9,200	+ 1,400
11	$\text{MgO} + 2\text{HCl} = \text{MgCl}_2 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	+ 2,400	+12,800
12	$1/3\text{Cr}_2\text{O}_3 + 2\text{HCl} = 2/3\text{CrCl}_3 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	+12,700	+25,200
13	$1/2\text{TiO}_2 + 2\text{HCl} = 1/2\text{TiCl}_4 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	+17,400	+22,500
14	$1/3\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{HCl} = 2/3\text{AlCl}_3 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$		+16,000
15	$1/2\text{SiO}_2 + 2\text{HCl} = 1/2\text{SiCl}_4 + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$	+22,700	+28,000

Para la ec. (II2.2) sólo se reportan datos de ΔG° a 1000°C, para las ecs. (II2.3) y (II2.4) se reportan datos a 500°C y a 1000°C respectivamente. Por lo tanto, podemos establecer comparaciones que nos determinen entonces, por el criterio de ΔG° , qué reacciones y en qué orden tienden a efectuarse, en un rango de temperaturas de 500 a 1000°C, el cual coincidentalmente incluye a las temperaturas de interés prác

tico (de 700 a 800°C aprox.). Agrupando los resultados en una nueva tabla más pequeña, en orden descendente de probabilidad de ocurrencia, tendremos:

TABLA II.2

COMPUESTO CLORADO	AGENTE CLORANTE	ΔG° (CALORIAS)	
		500°C(773°K)	1000°C(1273°K)
Fe ₂ O ₃	HCl (g)	-16 , 197.9	+11 , 705.6
Al ₂ O ₃	HCl (g)	—	+16 , 000
TiO ₂	HCl (g)	+17 , 400	+22 , 500
SiO ₂	HCl (g)	+22 , 700	+28 , 000

Nota: Para el cálculo de $\Delta G^\circ(\text{FeCl}_3)$ en ambas temperaturas, se tomó la ecuación presentada anteriormente.

Como podemos ver, las reacciones del Al₂O₃, TiO₂ y del SiO₂, tienen valores positivos de ΔG° ; por lo que son improbables (aunque es teóricamente posible desplazar el equilibrio si el producto de la reacción es continuamente removido en forma gaseosa y manteniendo entonces su actividad mucho menor a la unidad; Maier⁵ tuvo en este aspecto un éxito parcial en sus experimentos con Cr₂O₃). Comparando con los valores de ΔG° para la ec. (II2.1), que predicen una reacción espontánea hasta una temperatura de unos 790°C, concluimos - que sí es posible una separación del Fe₂O₃ de los demás cong

tituyentes de la arcilla (insistimos, esto desde un punto de vista termodinámico), cuando menos en un rango de 500°C a la temperatura de equilibrio antes mencionada, T_{eq} .

La revisión de gráficas reafirma las interpretaciones efectuadas por nosotros. La figura II.2 nos da la relación entre ΔG° y la temperatura para varias reacciones de cloración con HCl gaseoso, donde la línea (A) representa a la ecuación (II2.3), (B) a la ecuación (II2.2), (C) a la ecuación (II2.4), y (D) a la ecuación (II2.1).

El ΔG° de $AlCl_3$ a 500°C se calculó a partir del valor para la energía libre de reacción, deducida en páginas posteriores.

Ya que $\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T\Delta S^\circ$, en una gráfica de ΔG° vs. T tendremos líneas rectas con pendientes $-\Delta S^\circ$; para las reacciones de cloración estudiadas acá, únicamente la del Al_2O_3 presenta una pendiente negativa, y como podría observarse extrapolando las líneas a $T < 350^\circ C$ aprox., su ΔG° será más positivo que para las reacciones de cloración de Fe_2O_3 , de TiO_2 y SiO_2 respectivamente, y por ende, más difícil su realización.

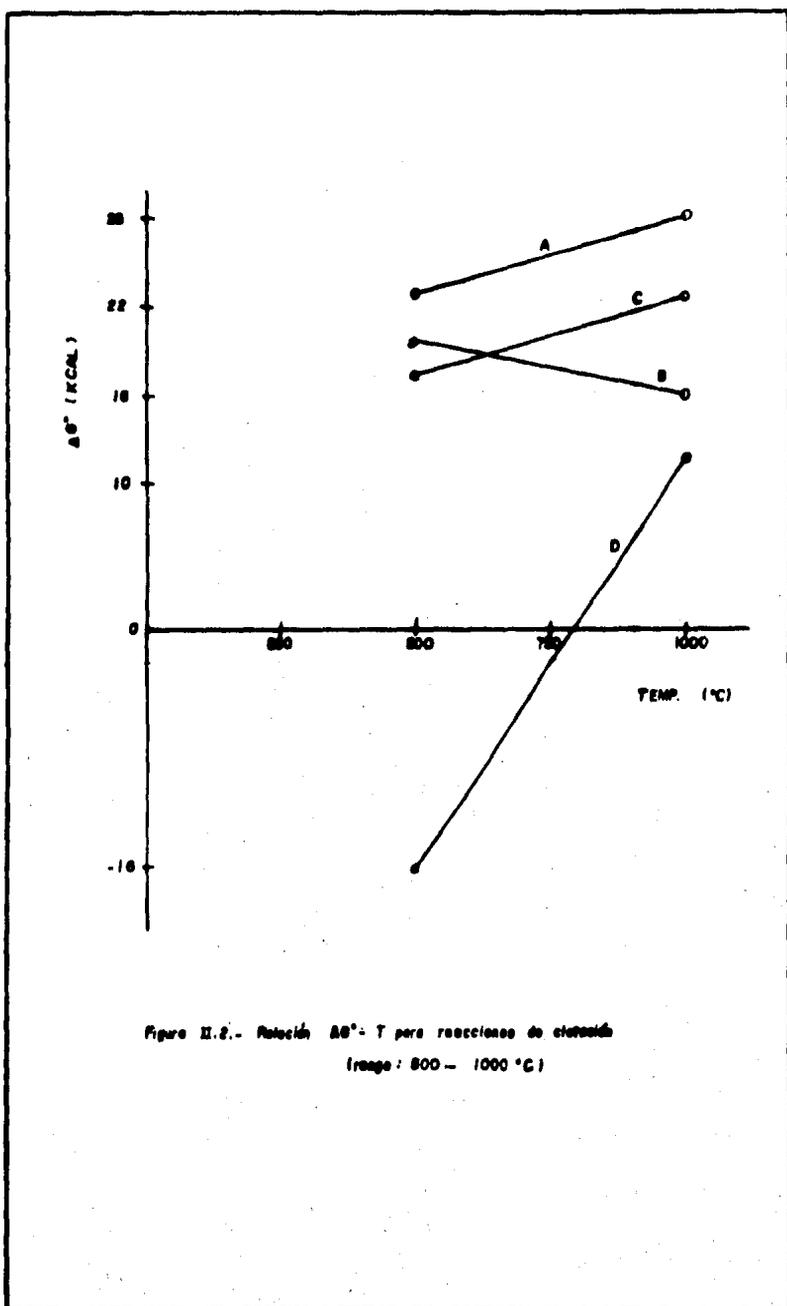
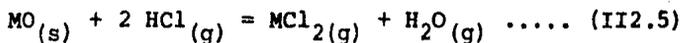


Figura II.2.- Relación ΔG° - T para reacciones de cloruro
(range: 800 - 1000 $^\circ\text{C}$)

Es notable la contribución que H.J.T. Ellingham^{6,7} - hizo a la Metalurgia Extractiva, al publicar sus trabajos - de correlación de las energías libres estándares de forma-- ción de varios óxidos, como función de la temperatura, los cuales han tenido una aplicación significativa en los pro-- blemas prácticos surgidos en la obtención primaria y refina ción de los metales. En particular, han hecho posibles los estudios paralelos de Kellog⁴ para la construcción de diagra mas de "afinidades" relativas de los metales por el cloro a cualquier temperatura. En ellos, mientras más abajo en la gráfica aparezca un cloruro (mientras más negativo sea su - valor de ΔG°), más estable será.

El modo en que el HCl puede usarse para convertir óxi dos metálicos a cloruros va de acuerdo a la reacción general



que no es más que una combinación de las reacciones

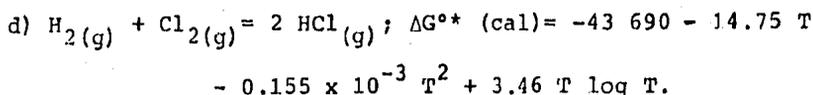
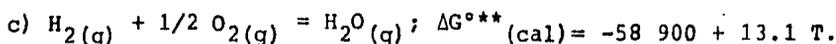
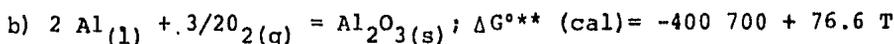
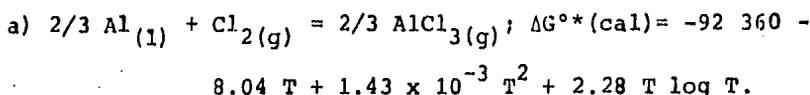
- a) $M_{(s)} + Cl_{2(g)} = MCl_{2(g)}$
- b) $M_{(s)} + 1/2 O_{2(g)} = MO_{(s)}$
- c) $H_{2(g)} + 1/2 O_{2(g)} = H_2O_{(g)}$
- d) $H_{2(g)} + Cl_{2(g)} = 2 HCl_{(g)}$

Es decir, si rearreglamos las ecuaciones, invirtiendo el sentido de las reacciones (b) y (d), multiplicándolas por

-1, y sumando finalmente las reacciones (a)+(-b)+(c)+(-d), tendremos la reacción total final, idéntica a la ec. (II2.5).

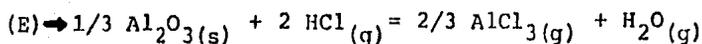
Al cambiar el sentido de una reacción, debemos considerar el cambio de signo en el valor numérico ó la ecuación matemática para ΔG° encontrado en los textos.

Por ejemplo, para el caso de la reacción de cloración del Al_2O_3 con HCl gaseoso, tenemos que:



Sumando las ecuaciones al rearreglarlas

$$\text{(a) } + (-1/3)\text{(b) } + \text{(c) } + (-\text{d}) = \text{(E)}$$



* Según el valor reportado por Kellogg⁴

** Según el valor reportado por Gaskell⁸

Haciendo lo mismo con ΔG° tenemos:

$$\Delta G_{\text{TOTAL}}^\circ (\text{cal}) = 25\,996.67 - 5.723 T + 1.585 \times 10^{-3} T^2 - 1.18 T \log T$$

[T] = °K

A manera de comprobación encontremos $\Delta G^\circ (\text{AlCl}_3)$ a $1000^\circ\text{C} (1273\text{K})$:

$$\Delta G^\circ (\text{cal}) = 25\,996.67 - 5.723 T + 1.585 \times 10^{-3} (1273)^2 - 1.18 (1273) \log(1273)$$

$\Delta G^\circ = + 16\,615.94$ calorías

Que es un valor cercano al reportado, según vemos en la Tabla II.2. La discrepancia es debida a la diferencia de valores de ΔG° tomados en el trabajo de Kellogg para las ecuaciones (b) y (c). Se sigue el mismo camino para obtener los valores de ΔG° para las ecuaciones (II2.1), (II2.3) y (II2.4).

Cuando cambiamos de agente clorante de HCl a cloro gaseoso, las reacciones de cloración se alterarán; las de mayor importancia para los óxidos metálicos de uso industrial, se consideran en la siguiente tabla:

TABLA II.3
CLORACION DE OXIDOS CON CLORO SOLO

No.	REACCION	$\Delta G^\circ (\text{cal})$	
		500°C	1000°C
1	$\text{Ag}_2\text{O} + \text{Cl}_2 = 2\text{AgCl} + 1/2 \text{O}_2$	-46,200	
2	$\text{HgO} + \text{Cl}_2 = \text{HgCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	-31,800	
3	$\text{PbO} + \text{Cl}_2 = \text{PbCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	-24,100	-25,000
4	$\text{CdO} + \text{Cl}_2 = \text{CdCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	-21,200	-22,700
5	$\text{Cu}_2\text{O} + \text{Cl}_2 = \text{Cu}_2\text{Cl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	-15,000	-12,500
6	$\text{MnO} + \text{Cl}_2 = \text{MnCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	-12,300	- 9,900
7	$\text{NiO} + \text{Cl}_2 = \text{NiCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	- 9,200	- 6,400
8	$\text{ZnO} + \text{Cl}_2 = \text{ZnCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	- 8,900	-17,600

(Continuación)

TABLA II.3

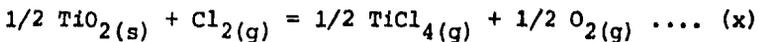
No.	REACCION	AG° (cal)	
		500°C	1000°C
9	$\text{SnO} + \text{Cl}_2 = \text{SnCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	- 8,500	-16,000
10	$\text{FeO} + \text{Cl}_2 = \text{FeCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	- 7,600	- 5,200
11	$\text{MgO} + \text{Cl}_2 = \text{MgCl}_2 + 1/2 \text{O}_2$	+ 4,000	+ 6,200
12	$1/3 \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Cl}_2 = 2/3 \text{CrCl}_3 + 1/2 \text{O}_2$	+14,300	+18,600
13	$1/2 \text{TiO}_2 + \text{Cl}_2 = 1/2 \text{TiCl}_4 + 1/2 \text{O}_2$	+19,000	+15,900
14	$1/3 \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Cl}_2 = 2/3 \text{AlCl}_3 + 1/2 \text{O}_2$		+15,900
15	$1/2 \text{SiO}_2 + \text{Cl}_2 = 1/2 \text{SiCl}_4 + 1/2 \text{O}_2$	+24,300	+21,400

La cloración de aquellos óxidos metálicos que muestran un valor positivo de ΔG° , tanto en la tabla II como en la tabla III, puede hacerse posible con el uso de una mezcla del gas clorante y un agente reductor. El carbono, el azufre y el monóxido de carbono se usan regularmente con este propósito. La efectividad de un agente reductor dado para la cloración puede ser estimada por la combinación de los datos de las tablas II.2 y II.3 con la tabla II.4, la cual enlista valores de ΔG° para la oxidación (combustión) de varios agentes reductores⁴:

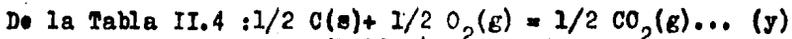
TABLA II.4
REDUCTORES PARA LA CLORACION

REACCION	G° (CALORIAS)	
	500°C(773°K)	1000°C(1273°K)
$C + 1/2 O_2 = CO$	-43 , 100	-53 , 670
$1/2 C + 1/2 O_2 = 1/2 CO_2$	-47 , 270	-47 , 340
$CO + 1/2 O_2 = CO_2$	-51 , 430	-41 , 000
$1/2 S + 1/2 O_2 = 1/2 SO_2$	-36 , 500	-32 , 200

Cualquiera de las reacciones de la tabla II.4, puede combinarse con la reacción deseada de alguna de las otras -- dos tablas para dar la energía libre estándar de la reacción de cloración cuando se usa un agente reductor. Hagamos un ejemplo para el titanio: de la tabla II.3 tenemos que la -- reacción con cloro gaseoso del TiO_2 a 1000°C es:



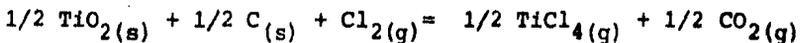
$$\Delta G^\circ(1000^\circ C) = -47\ 340 \text{ calorías}$$



$$\Delta G^\circ(1000^\circ C) = -47\ 340 \text{ cal}$$

Entonces, con la adición del agente reductor tenemos que -

(i.e., sumando las ecuaciones x + y)



..... (z)

$$\Delta G^\circ(1000^\circ C) = -31\ 440 \text{ calorías}$$

Por lo tanto, por el uso de una mezcla que incluya un agente reductor, ΔG° para la cloración de cualquier óxido - presentado en las tablas II.2 y II.3 se vuelve negativo, y dicha reacción de cloración es posible bajo condiciones estándares.

La figura II.3 nos muestra el efecto del agente reductor en distintas mezclas utilizadas para la cloración selectiva, tanto del Fe_2O_3 como del Al_2O_3 .²

Para tener finalmente una visión completa del problema, debemos recordar una de las características que deben -- cumplir los procesos de transporte en fase vapor: deben formar compuestos (en este caso cloruros) con la presión de vapor lo suficientemente alta para que éstos sean separados en forma sencilla por volatilización. Como un compuesto comienza teóricamente a evaporar cuando su presión de vapor iguala a la presión atmosférica, sólo aquellos cloruros que tengan una presión de vapor alta (mayor a 1 atm.) serán volatilizados.

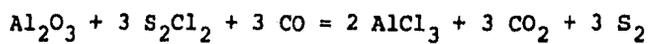
En la figura II.4 encontramos la presión de vapor de los cloruros de nuestro interés.²

El SiCl_4 evapora a una temperatura aproximada de 60°C .

a 1 atm de presión, el $TiCl_4$ a $150^\circ C$ aproximadamente; el $FeCl_3$ vaporiza a la presión de una atmósfera a $312^\circ C$, y es entonces fácilmente removido del sistema a temperaturas mayores a ésta, por lo que nuestro proceso no tendrá ninguna restricción en lo que respecta a la evaporación del cloruro gaseoso debido a las temperaturas de trabajo, de 400 a $500^\circ C$ más elevadas. Sin embargo, es importante decir que este criterio aislado no nos proporciona una justificación para la separación selectiva del cloruro de hierro (III), porque a las temperaturas requeridas también los demás cloruros (SI Y SOLO SI ESTOS PUDIERAN SER FORMADOS) se encuentran en fase vapor.

Alternativamente, cuando se tiene la ruta de cloración selectiva para el Al_2O_3 , ya mencionada en las primeras hojas del capítulo, el $AlCl_3$ purificado puede ser evaporado mientras que el $FeCl_2$ que pueda formarse es retenido por su mucho menor volatilidad (fig. II.4). Esta ruta es factible si la presión parcial del cloro, P_{Cl_2} , se mantiene en un nivel muy bajo, dependiendo del grado de contaminación del $AlCl_3$ que pueda ser tolerado. Entonces por ejemplo, a $700^\circ K$, la P_{Cl_2} puede ser mantenida abajo de 7.6×10^{-4} atm si P_{FeCl_3} no excede de 0.01 atm. Este nivel de P_{Cl_2} no se excede para los reactivos que producen $FeCl_2$, pero si se excede para la

mayoría de las reacciones de cloración de Al_2O_3 . Sin embargo se ha mostrado que mezclas de S_2Cl_2 - CO_2 pueden establecer condiciones favorables para la reacción:



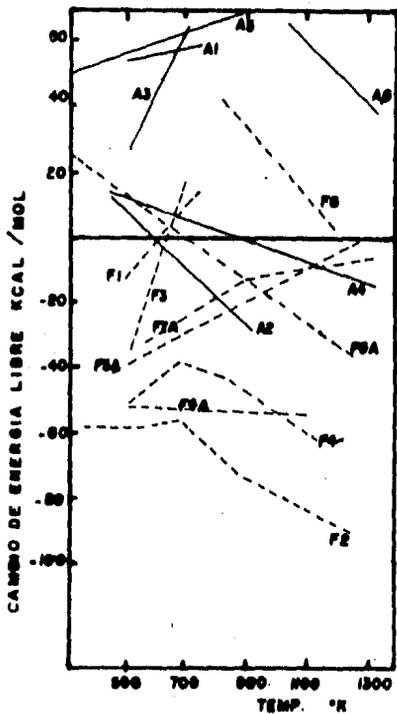


Figura II.3.- Cambio en la energía libre estándar por mol de Al_2Cl_3 o de Fe_2Cl_3

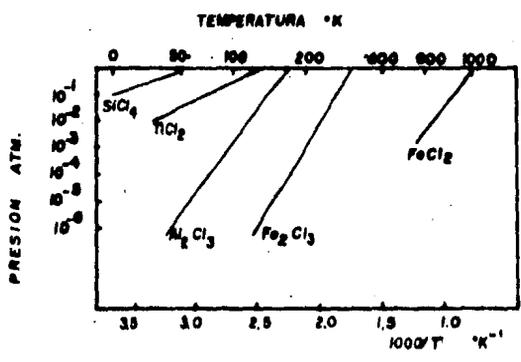
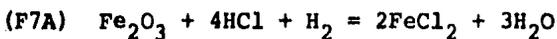
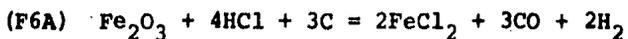
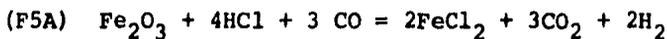
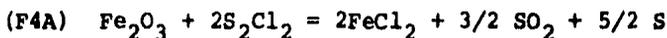
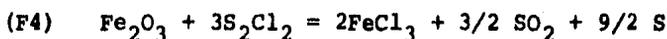
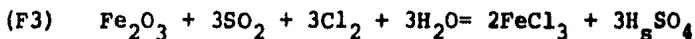
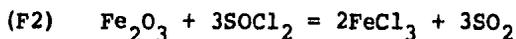
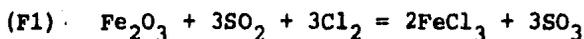
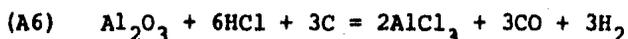
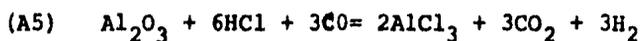
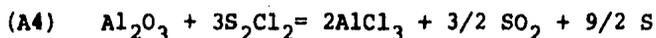
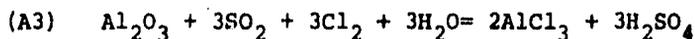
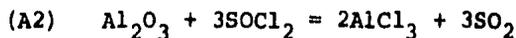
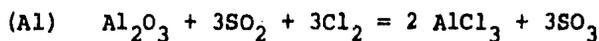


Figura II.4.- Presión de vapor de algunos cloruros.

Reacciones representadas por las distintas líneas de la figura II.3 (Cambio de la energía libre estándar por mol de Al_2O_3

ó Fe_2O_3 para distintas temperaturas):



II.3.- Dependencia de la presión en la reacción de cloración del Fe_2O_3 :

Consideremos de nuevo la reacción



La dependencia de la reacción con la presión puede evaluarse a partir de la constante de equilibrio. Como ya dijimos, para especies gaseosas se considera la presión parcial de las mismas respecto a la presión total del sistema, P_T *

Entonces:

$$K_p = \frac{P_{\text{FeCl}_3}^{2/3} \cdot P_{\text{H}_2\text{O}}}{P_{\text{HCl}}^2} \dots \quad (\text{II3.1})$$

Supongamos que el sistema contiene n moles de HCl -- inicialmente, y que α_e es el grado de conversión de HCl a -- FeCl_3 . Al llegar al equilibrio tendremos las condiciones indicadas en la tabla II.5:

* La presión total del sistema, que involucra varios gases, se calcula como: $P_T = P_{\text{FeCl}_3} + P_{\text{H}_2\text{O}} + P_{\text{HCl}}$

TABLA II.5
RELACION ESTEQUIOMETRICA DE LA REACCION DE CLORACION

$1/3 \text{Fe}_2\text{O}_3(\text{s}) + 2\text{HCl}(\text{g}) = 2/3 \text{FeCl}_3(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$				
INICIAL	-	n	-	-
AGREGADO	1/6 n	-	-	-
REACCIONA	n α e	n α e	-	-
EQUILIBRIO	n(1/6- α e)	n(1 - α e)	1/3 n α e	1/2 n α e

TABLA II.5 (a)

SUSTANCIA	N° DE MOLES	FRACC. MOLAR*	PRESION MOLAR**
HCl (g)	n(1- α e)	$\frac{1-\alpha e}{(1-1/6\alpha e)}$	$\frac{1-\alpha e}{(1-1/6\alpha e)} \cdot P_T$
FeCl ₃ (g)	1/3 n α e	$\frac{1/3-\alpha e}{(1-1/6\alpha e)}$	$\frac{1/3 \alpha e}{(1-1/6\alpha e)} \cdot P_T$
H ₂ O (g)	1/2 n α e	$\frac{1/2 \alpha e}{(1-1/6\alpha e)}$	$\frac{1/2 \alpha e}{(1-1/6\alpha e)} \cdot P_T$

$$n_T = 1/2 n\alpha e + 1/3 n\alpha e + n(1-\alpha e) = n - 1/6 n\alpha e = n(1-1/6)\alpha e$$

* La fracción molar de un componente i, x_i , se define como:

$$x_i = \frac{\text{moles } i}{\text{moles totales}} = \frac{n_i}{n_T}$$

** La presión molar δ parcial, se calcula:

$$P_i = x_i P_T$$

De (II3.1)

$$K_P = \frac{\left(\frac{1/3\alpha_e}{1-1/6\alpha_e} \cdot P_T \right)^{2/3} \cdot \left(\frac{1/2\alpha_e}{1-1/6\alpha_e} \cdot P_T \right)}{\left[\frac{1-\alpha_e}{1-1/6\alpha_e} \cdot P_T \right]^2}$$

$$K_P = \left(\frac{\left(\frac{1/3\alpha_e}{1-1/6\alpha_e} \right)^{2/3} \cdot \left(\frac{1/2\alpha_e}{1-1/6\alpha_e} \right)}{\left(\frac{1-\alpha_e}{1-1/6\alpha_e} \right)^2} \right) \cdot (P_T)^{-1/3}$$

Y así se establece la relación entre α_e (el grado de conversión), y la presión total P_T , a una temperatura dada T . Para diferentes valores de K_P a varias temperaturas, α_e puede obtenerse como una función de la temperatura para varias presiones totales. La figura II.5 muestra datos obtenidos de esta manera.⁹ En ella puede verse que para un sistema a 1 atm de presión, el $FeCl_3$ se forma a aproximadamente a 600°C y se descompone a unos 1200°C. Con esto tenemos una afirmación más de la factibilidad del proceso, ya que es entonces muy posible que a las presiones y temperaturas de trabajo se tenga un alto grado de conversión del HCl gaseoso al cloruro volátil, $FeCl_3$.

Un aspecto muy importante de la naturaleza sensible a la presión de esta reacción química, es que a medida que incrementemos la presión del sistema, y con ello la temperatura de formación, las restricciones cinéticas a su realiza-

ción disminuyen (o sea, la velocidad de la reacción se incrementa).

II.4.- Ventajas de la elección del HCl gas como agente clorante:

La separación de la mayor parte del hierro en la arcilla (o en la bauxita) precedente a la cloración, es deseable, ya que los pasos subsecuentes de refinación se complican por la tendencia de los cloruros de hierro y aluminio a formar complejos en la fase vapor (FeAlCl_6), los cuales hacen muy difícil una separación por desublimación fraccional, no obstante la alta volatilidad del AlCl_3 puro respecto al FeCl_3 puro (Semenenko y Naumova, 1964).

El uso de $\text{HCl}_{(g)}$ como un agente clorante selectivo para el óxido de hierro, tiene las siguientes ventajas sobre otras técnicas¹⁰:

- a) Hay una menor tendencia a la corrosión con HCl (por arriba del punto de rocío) comparado con otros gases clorantes.
- b) En un sistema integrado, el HCl puede potencialmente ser más fácilmente recuperado que el cloro de los cloruros de hierro*.

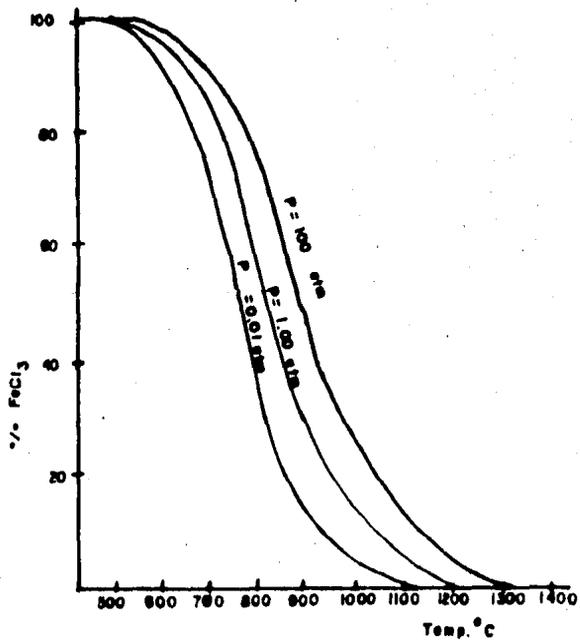


Figura 2.8.- Variación del grado de conversión en: FeCl₃ en función de la temperatura a diferentes presiones totales.

c) El HCl reacciona con el óxido de hierro a relativamente bajas temperaturas.

* La recuperación del cloro del cloruro de hierro (III) es crucial para la economía de la ruta de beneficio en que se remueve el hierro en forma de ácido soluble ó de cloruro volátil. Hasta estos días no se ha desarrollado un método comercial satisfactorio para la recuperación del cloro gaseoso, aunque existen perspectivas de mejoramiento. Por otra parte, tenemos que sí hay técnicas factibles para la recuperación de HCl a partir del cloruro de hierro, según han descrito Finlayson¹² y Jedlicka¹³.

CAPITULO III
GENERALIDADES SOBRE FLUIDIZACION

III.1.- Concepto de Fluidización.

La naturaleza de un sistema fluidizado se ilustra claramente si se considera un flujo ascendente de gas a través de un lecho empacado de sólidos, como se muestra en la figura III.1 a, b y c, para velocidades de flujo cada vez mayores¹.

De una manera general se puede afirmar que el paso de la corriente ascendente de gas a través del lecho de partículas puede provocar, dependiendo de la velocidad del gas y de la forma y tamaño de partícula, alguno de los siguientes efectos:

- a) El lecho permanece fijo
- b) El lecho se fluidiza
- c) Se produce transporte neumático

A bajas velocidades, el sistema se comporta como un lecho empacado, es decir la caída de presión a través del lecho y la velocidad del flujo son proporcionales ya que conforme aumente la velocidad del gas, habrá un incremento proporcional en la caída de presión. Este comportamiento se presenta hasta que el valor de la caída de presión es igual al peso del lecho de partículas, y en este punto, ilustrado

en la figura IIII.b, las partículas se reordenan de manera tal que ofrecen una menor resistencia al paso del fluido, - con lo que el lecho se expande quedando lo menos compacto - posible bajo esas condiciones. A velocidades mayores, el lecho se expande aún más, las partículas se encuentran suspendidas libremente en la corriente de gas y el lecho alcanza el estado fluidizado (Fig. IIII.c). Si se sigue incrementando la velocidad del fluido, el lecho se sigue expandiendo hasta que a un valor determinado de velocidad en el que alcanza la velocidad media de elutriación de las partículas, éstas abandonan el reactor arrastradas por la corriente de gas.

Desde un punto de vista macroscópico, el lecho fluidizado gas-sólido puede ser comparado a un líquido agitado - en ebullición, ya que presenta propiedades intrínsecas a los líquidos, por ejemplo, si se coloca un cuerpo ligero en la superficie del lecho, este cuerpo sufre una fuerza boyante - que lo mantiene a flote, además un lecho fluidizado puede -- ser drenado, lo que facilita en gran medida la salida de sólidos del reactor.

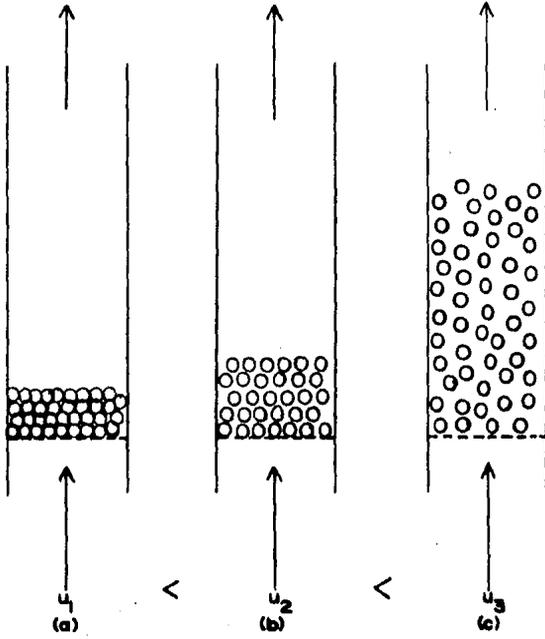


Fig III-1 Comportamiento del lecho a diferentes velocidades superficiales de fluido

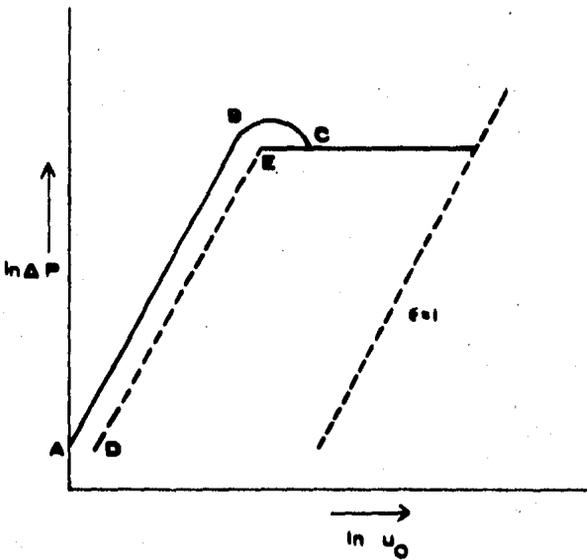


Fig III 2 Variación de la caída de presión con respecto a la velocidad superficial del fluido en un lecho fluidizado

La explicación del comportamiento de un sistema fluidizado puede ser representada de una manera gráfica mediante el uso de la curva de fluidización (Fig. III.2). En esta curva se grafica el logaritmo de la caída de presión a través del lecho contra la velocidad del fluido expresada en forma logarítmica. Aquí la línea AB corresponde a la caída de presión a través del lecho fijo, antes de que la fluidización tenga lugar. La región BC representa el reordenamiento de las partículas en el lecho para dar lugar a la fracción de espacios vacíos en mínima fluidización (ϵ_{mF}) cuando la caída de presión iguala al peso del lecho. Se considera que el lecho alcanza el estado fluidizado en el punto C. La fracción de espacios vacíos en este punto es tomado como la misma del segmento anterior de la curva (ϵ_{mF}) mientras que la velocidad alcanzada en este punto es denominada velocidad de fluidización mínima ó velocidad de fluidización incipiente. La curva ABC representa el comportamiento ideal de un lecho fluidizado, sin embargo hay muchos sistemas gas-sólido que no siguen exactamente este comportamiento debido a que presentan fenómenos como la canalización ó el burbujeo, los cuales serán analizados en la parte correspondiente a regímenes de flujo.

III.2.- Ventajas y desventajas de los sistemas fluidizados.

Las principales ventajas de los lechos fluidizados - en relación a lechos fijos y otros tipos de reactores sólido gas son:

- Excelente transferencia de masa y calor debida a la intensa agitación dentro del lecho.
- Ausencia casi total de gradientes de temperatura, se puede considerar que todo el reactor se encuentra a una misma temperatura.
- La velocidad de flujo de gas puede ser variada en un amplio rango.
- Rango de operación, se han realizado operaciones exitosas con columnas tan pequeñas como 0.05 M. y tan grandes como 30 M. de diámetro.
- La caída de presión a través de un lecho fluidizado es menor que para un lecho fijo en condiciones similares de velocidad superficial de gas, sobre todo cuando se manejan tamaños pequeños de partícula.

Las desventajas de un sistema fluidizado con respecto a lechos fijos y otros tipos de reactores sólido-gas son:

- El gas muchas veces cruza el lecho en forma de burbujas - lo que causa que el contacto gas-sólido sea desfavorable.
- Atrapamiento de sólidos en la corriente de gas de salida,

lo que implica equipo adicional para la separación y recirculación de ese material.

- La erosión del reactor y la aglomeración del material sólido pueden causar serios problemas operacionales.
- El escalamiento y diseño de reactores de lecho fluidizado es en su mayor parte empírica, debido a la complejidad del sistema fluidizado. En consecuencia son muy grandes las limitaciones en cuanto a la predicción de su comportamiento mediante el uso de modelos matemáticos.
- Existen limitaciones en cuanto al tamaño de partícula. - No es recomendable usar partículas menores, 40µm ni mayores a 2 mm (usualmente).

Algunas de estas limitaciones pueden ser sustancialmente reducidas mediante modificaciones en el diseño del reactor. Por ejemplo, se puede reducir la formación de burbujas mediante un diseño adecuado del plato distribuidor, - se pueden tratar partículas menores a 40 micras vibrando o agitando el lecho, etc. Sin embargo, todas estas modificaciones implican una complejidad y un costo mayor adicional, por lo que, bajo ciertas condiciones, la fluidización puede ser un proceso poco competitivo.

III.3.- Velocidad mínima de fluidización y velocidad de elutriación.

Como se mencionó en el primer punto de este capítulo, conforme se va aumentando la velocidad del gas que pasa a -- través del lecho, se llega a un valor en el cual la caída de presión a través del lecho iguala al peso de las partículas ahí contenidas. En esta situación, las partículas están soportadas ó aproximadamente soportadas por la fuerza ejercida por el fluido, tienen una cierta movilidad y se dice que el lecho ha alcanzado el estado de fluidización incipiente ó mínima fluidización.

La velocidad superficial a la cual se alcanza el estado de mínima fluidización es denotada por u_{mF} . El método preferido para determinar u_{mF} es mediante la construcción de una gráfica de caída de presión a través del lecho contra velocidad superficial del gas, como se muestra en la Fig. III.2. La curva resultante tiene dos porciones aproximadamente líneales y la región de transición entre ellas puede mostrar - diferentes características de acuerdo con la naturaleza del sistema en cuestión. Es común tener una apreciable hístéresis en la zona de transición, presumiblemente debida a la segregación de partículas y a efectos de orientación. La velocidad de mínima fluidización es definida como la velocidad superfi

ficial a la cual las dos porciones lineales de la curva, extrapoladas se intersectan una con otra.

Se han propuesto muchas correlaciones para la determinación de u_{mF} . Las mejores son las derivadas igualando la caída de presión calculada por la ecuación de Ergun, con la requerida para soportar el peso del lecho. Estas correlaciones responden a la forma:

$$Re_{mF} = \left[C_1^2 + C_2 Ga \right]^{1/2} - C_1 \dots \dots \dots (III.3.1)$$

donde: $Re_{mF} = \frac{\bar{d}_p u_{mF} P_g}{\mu g} \dots \dots \dots (III.3.2)$

$$Ga = \frac{P_g (P_s - P_g) G \bar{d}_p^3}{\mu^2 g} \dots \dots \dots (III.3.3)$$

donde Ga es el número de Galileo, P_s y P_g son las densidades del sólido y del gas respectivamente, μg la viscosidad del gas y la aceleración debida a la gravedad, \bar{d}_p el diámetro promedio de partícula. Los valores de las constantes C_1 y C_2 para fluidización mínima encontradas en la literatura se dan en la Tabla III.1

TABLA III.1

REFERENCIA	C_1	C_2
(2) Wen & Yu (1966)	33.7	0.0408
(3) Richardson (1971)	25.7	0.0365
(4) Inst. Gas Tech. (1978)	25.25	0.0651
(5) Recomendado	27.2	0.0408

La ecuación III.3.1 usando los valores recomendados de C_1 y C_2 se grafica en la figura III.3 junto con dos condiciones límite que se aplican a partículas grandes y pequeñas:

$$\text{Ga } 10^3 \quad \text{Re}_{mF} = 7.5 \times 10^{-4} \text{Ga} \quad \delta \text{ } \omega_{mF} = 0.00075 (P_s - P_g) \bar{d}_p^2 \quad \text{..(III3.4)}$$

$$\text{Ga } 10^7 \quad \text{Re}_{mF} = 0.202 \text{Ga}^{1/2} \quad \delta \text{ } \omega_{mF} = 0.202 \frac{(P_s - P_g) \bar{d}_p}{P_g} \quad \text{..(III3.5)}$$

De la fig. III.3 es claro que las correlaciones de la forma III.3.4 se aplican solo a partículas pequeñas. Es conveniente notar que tanto para partículas grandes como para pequeñas (Ar, III.3.4, III.3.5) los valores de ω_{mF} son directamente proporcionales a las correspondientes velocidades de asentamiento u_T de una esfera simple de diámetro \bar{d}_p en un fluido no viscoso. Para partículas pequeñas se aplica la ley de Stokes y la relación se aproxima al valor de 74. Para partículas grandes en el así llamado rango de la ley de Newton, el coeficiente para determinar la velocidad terminal es de 1.73, de modo que u_T/ω_{mF} se aproxima a 8.6. En el caso general u_T/ω_{mF} cae dentro de esos valores.

$$8.6 < u_T/\omega_{mF} < 74$$

El grado de exactitud de las correlaciones anteriormente mencionadas es de aproximadamente $\pm 20\%$ que puede ser suficiente para algunos propósitos, pero es usualmente deseable medir ω_{mF} en el laboratorio usando el método gráfico de

ΔP vs. u_0 descrito anteriormente. La determinación experimental de mF tiene la ventaja de que proporciona la oportunidad de observar que tan bien fluidiza el material. Además provee simultáneamente la caída de presión en el estado de fluidización mínima y el espacio interparticular del lecho en el estado de fluidización mínima mediante la siguiente relación teórica:

$$\Delta P_{mF} = (P_s - P_g) \cdot (1 - \epsilon_{mF}) L_{mF} \dots \dots \dots (III3.6)$$

En la práctica ΔP_{mF} es frecuentemente menor al valor calculado por la ecuación III3.6, debido sobre todo a efectos de canalización. La diferencia entre los valores de ΔP_{mF} medidos y calculados es un indicador de la mala distribución del gas ó bien de la canalización.

En cuanto al efecto de la temperatura sobre la u_{mF} - para partículas pequeñas es notorio debido al efecto ejercido sobre la viscosidad del gas (ver III3.6).

Con respecto a la presión, ésta tiene un efecto sólo para partículas mayores a $100 \mu m$ ($P_s = 2.512$) en donde a un incremento en la presión produce una disminución en la u_{mF} . - En este caso el efecto de la densidad del gas domina.

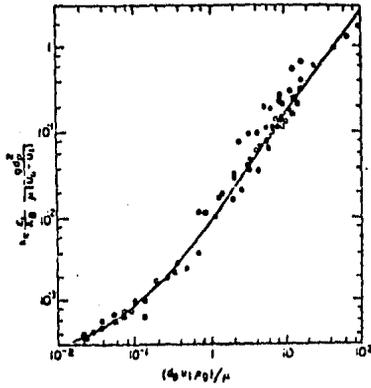


Fig. III.4 . Representación gráfica de la correlación para la constante de elutriación encontrada por Yagi y Aochi.⁷

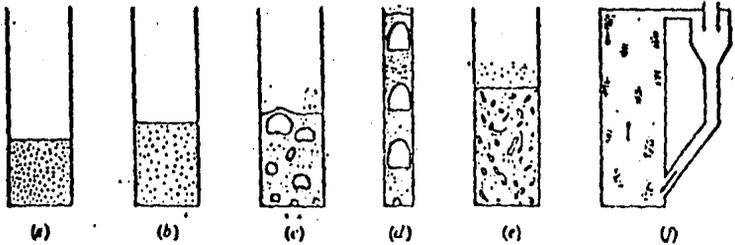


Fig. III.5 .Diagrama esquemático mostrando las principales características visuales de cada uno de los seis diferentes regímenes de flujo.

La fracción de espacios vacíos en el estado de fluidización mínima es función de la forma de la partícula. Ha sido correlacionado por Wen & Yu⁶ como:

$$\epsilon_{mF} = (14\phi_s)^{-1/3} \dots\dots\dots (III3.7)$$

donde ϕ_s es el factor de forma de la partícula, llamado frecuentemente esfericidad, definido por:

$$\phi_s = \frac{\text{área superficial de una esfera con vol. equivalente}}{\text{área superficial real}} \dots\dots (III3.8)$$

Para la mayoría de los sistemas $0.4 < \epsilon_{mF} < 0.55$, sin embargo, para partículas finas irregulares se llegan a tener valores aún mayores.

El valor aún más bajo de velocidad superficial de gas en un lecho fluidizado es ϵ_{mF} mientras que en la práctica la mayoría de los reactores son operados, al menos de 3 a 5 veces este valor. El límite superior de la velocidad del gas en sistemas fluidizados es determinado por la velocidad de elutriación de las partículas dentro del lecho.

Como una primera aproximación, la velocidad de elutriación, o sea la velocidad superficial del gas a la cual una partícula de un tamaño dado es arrastrada por la corriente

te de gas, puede ser estimada a partir de la velocidad terminal de caída libre, u_T .

La velocidad terminal de caída libre, u_T , de partículas simples puede ser calculada igualando el peso de la partícula con la fuerza de empuje ejercida por el fluido que actúa sobre ésta en caída libre;

$$u_T = \frac{d_p^2 G (p_s - p_g)}{18 \mu g} \quad \text{para } Re_p < 0.4 \quad \dots \text{(III3.9)}$$

$$u_T = \left[0.0178 \frac{G^2 (p_s - p_g)^2}{p_g \mu g} \right]^{1/3} d_p \quad \text{para } 0.4 < Re_p < 500 \text{ - (III3.10)}$$

$$u_T = \left[3.1 d_p \frac{G (p_s - p_g)}{p_g} \right]^{1/2} \quad \text{para } 500 < Re_p < 2 \times 10^5 \text{ - (III3.11)}$$

Como se había mencionado con anterioridad, la relación u_T / u_{MF} varía de alrededor de 74, para partículas pequeñas, a alrededor de 9, para partículas grandes, lo que representa los límites teóricos de operación. En la práctica estos límites pueden ser aún menores debido a que se maneja un rango de tamaños de partícula. Las ecuaciones III3.9, III3.10 y III3.11 definen los límites teóricos de la velocidad superficial del gas a la cual tiene lugar la elutriación, sin embargo, la experiencia práctica ha demostrado que, en lechos fluidizados, las partículas cuya velocidad de elutriación es menor que la velocidad superficial del gas, si bien no son arrastradas inmediatamente, son elutriadas en un determinado

la o de tiempo.

La razón a la cual son elutriadas estas partículas - puede ser expresada como:

$$\frac{dw_i}{dt} = -K_E W_i$$

donde w_i es el peso de las partículas de tamaño \bar{d}_p en el lecho, K_E es la constante de elutriación y la ecuación III.3.12 es la velocidad de elutriación de las partículas de tamaños \bar{d}_p y puede ser expresada en, por ejemplo Kg/hr.

La figura III.4 muestra una gráfica construida por Yagi & Aoichi⁷. En la ordenada la cantidad w_i/A_L denota el peso de las partículas de un tamaño dado (\bar{d}_p) por unidad de área transversal del lecho, mientras que u_0 designa a la velocidad superficial del gas.

Analizando las cantidades que aparecen en los ejes - coordenados, junto con la forma de la curva experimental se llega a las siguientes conclusiones:

- Mientras mayor sea la diferencia entre la velocidad terminal y la velocidad superficial del gas en el lecho, mayor será el valor de K_E .
- Mientras más profundo sea el lecho, es decir, mientras mayor sea la cantidad w_i/A_L , más reducido será el valor de

K_g , de lo que se deriva que para la misma cantidad de finos, los lechos más profundos tenderán a reducir la velocidad de elutriación.

El análisis cualitativo del fenómeno de elutriación en lechos fluidizados muestra que cuando el gas emerge del lecho, su velocidad superficial sobrepasa la velocidad terminal de determinados tamaños de partícula. En la superficie del lecho el gas emerge en forma de burbujas relativamente grandes y se cree que fluye en forma de chorros intermitentes arrastrando tanto a partículas pequeñas como grandes. Se ha observado que cuando el gas abandona la superficie del lecho, existe una variación significativa en las velocidades punto a punto a lo largo de la sección transversal que se encuentra por encima de la superficie del lecho. Por otra parte, conforme el gas sigue su curso ascendente, la velocidad tiende a ser más y más uniforme, lo que provoca que las partículas cuya velocidad terminal sea menor a esta velocidad promedio del gas, sean arrastradas por los gases ascendentes, mientras que las partículas gruesas que fueron arrastradas por una velocidad local ó punto mayor a su velocidad terminal, en la superficie del lecho, retornen a este una vez que la velocidad del gas se ha uniformizado a lo largo de la sección transversal, tomando un valor promedio menor a la velocidad terminal de dichas partículas.

La distancia sobre el lecho a la cual se interrumpe el arrastre de partículas cuya velocidad terminal es mayor a la velocidad estabilizada del gas es denominada TDH, o sea, la altura a la cual se interrumpe el arrastre de partículas gruesas. Por encima de esta altura la velocidad de elutriación permanece constante independientemente de la altura sobre el nivel de la superficie del lecho por lo cual representa un parámetro de diseño importante cuando se manejan sistemas de fluidización sin un cambio en el área transversal de la zona superior al lecho. En estos sistemas, la determinación de TDH permite la elección de la altura correcta del reactor, ya que una altura mayor no traería los beneficios de la reincorporación de partículas inicialmente transportadas por una velocidad de gas local elevada.

Por otra parte, en sistemas en los cuales hay una expansión ascendente ó del área transversal en la zona superior a la superficie del lecho, se ha estimado, cualitativamente, que TDH disminuye en cierta medida, sin embargo la información al respecto es prácticamente nula.

Por encima de la TDH, la velocidad de elutriación es constante, como se mencionó con anterioridad, independientemente de la altura sobre el nivel del lecho. Wen y Hashin-ger⁸ propusieron la siguiente expresión para la velocidad de

elutriación:

$$-\frac{1}{A} \frac{dw}{dt} = \frac{kw}{W} \dots\dots\dots(\text{III3.12})$$

donde w es el peso de las partículas finas, W , el peso de los sólidos en el lecho y K_e es la constante específica de velocidad de elutriación. Yagi y Aouchi⁷ presentaron la siguiente correlación para constante sacándose en los puntos de la Fig. III4.1.

$$\frac{K_{dp}}{Mg} \cdot \frac{G_{dp}}{(U_0 - U_T)^2} = 0.0015 \frac{d_p U_T P_g}{\mu}^{0.6} = 0.01 \left[\frac{d_p U_T P_g}{\mu g} \right]^{1.2} \dots\dots\dots(\text{III3.13})$$

Como se puede observar, la constante de la velocidad de elutriación es directamente proporcional al cuadrado de la diferencia entre la velocidad del gas y la velocidad terminal de la partícula.

III.4- Regímenes de flujo en sistemas fluidizados.

En los sistemas fluidizados se puede encontrar, en general, tres tipos de flujo, dependiendo de la velocidad y propiedades del fluido, así como del tamaño y forma de las partículas.

(A) Flujo cohesivo.- Este flujo es favorecido por partículas menores de $10 \mu\text{m}$ para velocidades por encima de 30 cm/s . En estas condiciones, se forman esferas ó aglomerados de partículas que llegan a medir varios milímetros de diámetro.

(B) Flujo agregativo.- Es el tipo de flujo más conveniente para la mayoría de los procesos de lecho fluidizado aquí las partículas están completamente suspendidas en la corriente del gas y se mueven libremente en el lecho. No hay cohesión ni aglomeración de partículas. El tamaño promedio requerido para este flujo es de $60 \mu\text{m}$.

(C) Flujo pulsante.- Este tipo de flujo esta asociado con partículas grandes, cercana a los $100 \mu\text{m}$, con lechos cuya relación de altura a diámetro es mayor a 10 y con velocidades de gas por encima de un pie por segundo. El flujo pulsante consiste en la formación de zonas con una densidad mínima de partículas. Estas zonas son burbujas que llegan a alcanzar el diámetro de la columna utilizada para la fluidización.

Un fenómeno que interfiere con la fluidización es la canalización, estado en el cual el flujo de gas cruza el lecho a través de canales, lo que desfavorece el contacto sólido-gas. Sin embargo, para la mayoría de los reactores indus

triales no se presenta este problema, ya que el diámetro del lecho es suficientemente grande y la velocidad lo suficientemente alta como para que haya una canalización. La explicación a esto se basa en que la agitación del lecho a velocidades altas destruye los canales tan pronto como se forman.

La anterior clasificación es en muchos casos demasiado vaga como para profundizar en el fenómeno de la fluidización por lo que una clasificación más detallada, se consigue siguiendo el comportamiento de un lecho de partículas conforme se va incrementando la velocidad del fluido y siempre y cuando no se presente flujo cohesivo, o sea, aglomeración de partículas.

En la tabla III.2 se indican la apariencia y principales características, así como el rango de velocidad y el régimen de flujo para cada caso en particular. La figura III.5 muestra las características visuales de cada uno de los seis diferentes regímenes de flujo.

No todos los regímenes listados en la tabla III.2 están presentes en todos los casos. Esto es debido a que los puntos de transición entre los regímenes no dependen únicamente del sistema gas-sólido, sino de las características de cada sistema en particular.

TABLA III.2

RANGO DE VELOCIDAD	REGIMEN	APARIENCIAS Y CARACTERISTICAS PRINCIPALES	REFERENCIAS
$0 < U < U_{mF}$	Lecho fijo	Partículas permanecen estáticas. El gas fluye a través de los intersticios.	(9,10,11)
$U_{mF} < U < U_{mb}$	Fluidización particulada o en fase densa	El lecho se expande de una manera homogénea, la superficie superior está bien definida, hay poco movimiento en las partículas más pequeñas. Poca variación en la presión.	(9,10,11)
$U_{mb} < U < U_{ms}$	Fluidización Burbujeante	Regiones huecas se forman cerca del plato distribuidor, crecen por coalescencia y se elevan hacia la superficie la cual está bien definido con burbujas que periódicamente se rompen. Fluctuaciones irregulares de presión de una apreciable amplitud.	(12,13,14, 15).
$U_{ms} < U < U_{k}$	Regimen Pul-sante	Los espacios vacíos llenan la mayor parte de la sección transversal de la columna. La superficie superior se eleva y colapsa con una frecuencia razonablemente regular. Fluctuaciones grandes y regulares de presión.	(16,17,18)
$U_{k} < U < U_{Tr}$	Regimen turbulento.	Pequeños grupos de partículas y espacios vacíos se lanzan desde y hacia la superficie superior, la cual es difícil de distinguir. Fluctuación de presión de pequeña amplitud.	(20,21,22)
$U_{Tr} < U$	Fluidización rápida	No existe superficie superior del lecho, las partículas son lanzadas hacia la parte sup. del reactor y son reemplazadas adicionando sólidos en ó cerca del fondo. Pequeños grupos de partículas se mueven hacia abajo, en las regiones cercanas a la pared mientras que el gas, conteniendo partículas ampliamente dispersas se mueve hacia arriba.	(23,24)

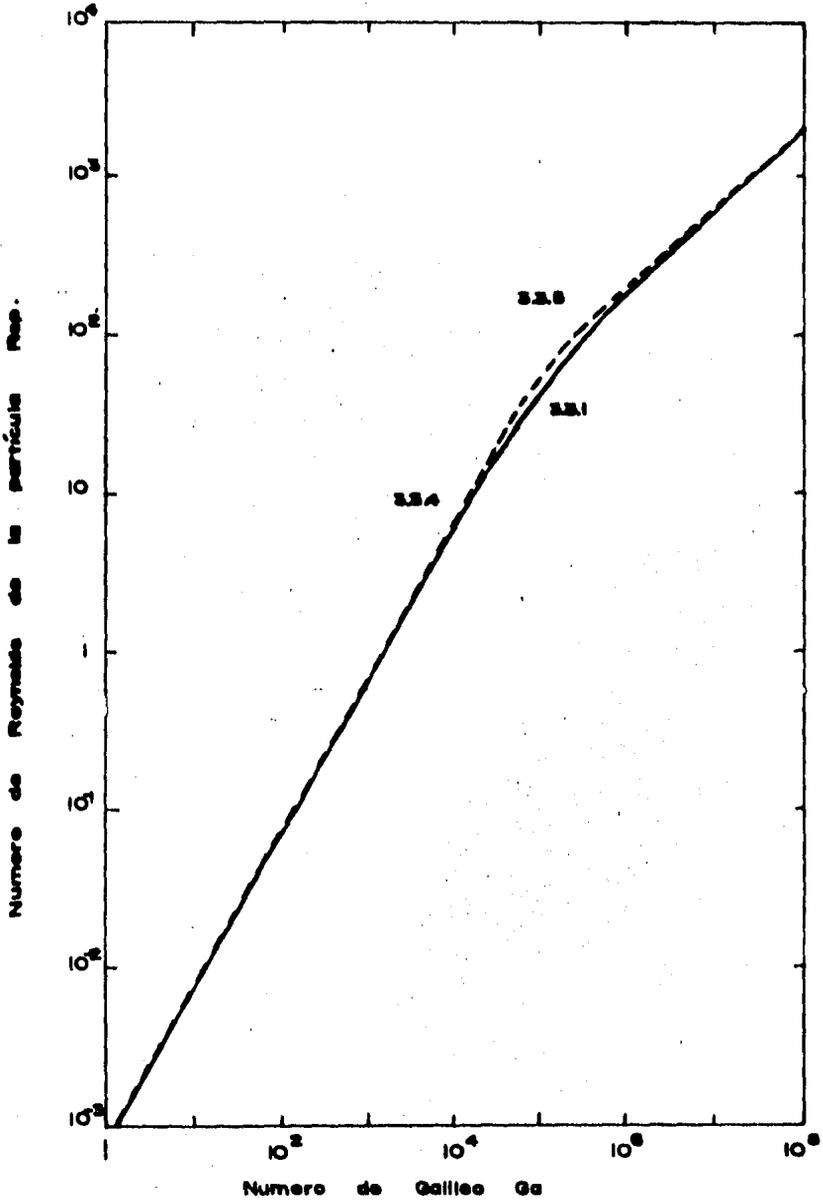


Fig. III.3 Representación grafica de la correlación utilizada para encontrar la velocidad de Fluidización mínima junto con las ecuaciones límite aproximadas.

Mientras U_{mF} y U_{mb} dependen únicamente de las propiedades de sólidos ; U_{ms} también depende del diámetro de la columna y de la profundidad del lecho; U_{Tk} depende de la velocidad de alimentación de sólidos. Además U_k depende del diámetro de la columna, si ésta es lo suficientemente reducida como para permitir la aparición del régimen pulsante. Para muchos sistemas U_{mF} y U_{mb} son las mismas por lo cual no se alcanza a observar un régimen particulado ó en fase densa.

Como se dijo con anterioridad, el tipo de régimen de flujo que presente un lecho fluidizado va a depender de varios factores, siendo los de mayor importancia la velocidad superficial del fluido, las propiedades, tanto de la partícula como del fluido, la relación H/D del lecho, las características del sistema distribuidor del fluido y otros factores que tiene una influencia menos significativa que los ya mencionados.

Con respecto al efecto de las propiedades de las partículas, Geldart²⁵ introdujo un util esquema de clasificación en el cual se distinguen cuatro grupos diferentes de partículas de acuerdo con su comportamiento durante la fluidización. El hecho de que una partícula pertenezca a un determinado grupo depende, en principio, de su tamaño y densidad, aunque las propiedades del fluido también influyen, teniendo un efecto,

a su vez, la temperatura y la presión. Una mayor información al respecto se puede consultar en la bibliografía.²⁵

Como el objetivo de este capítulo no es el estudio profundo de las características de cada régimen de flujo, en la tabla III.2 se proporciona la bibliografía correspondiente a cada régimen en particular.

Para finalizar esta parte del capítulo se tiene que subrayar la importancia del diseño del lecho, ya que de acuerdo con éste, existirá la posibilidad de predeterminedar el régimen de flujo deseado durante la operación.

III.5.- Modelo de lecho burbujeado.

En la gran mayoría de las aplicaciones industriales del lecho fluidizado gas-sólido, el régimen de flujo presente es el llamado burbujeante, ya que la fluidización en fase densa ó particulada, que sería la condición más conveniente en cuanto al contacto fluido-sólido, se presenta casi exclusivamente en los sistemas líquido-sólido; el régimen pulsante no es muy común ya que requiere relaciones H/D relativamente altas y además el contacto gas-sólido no es muy favorable, por lo cual encuentra una aplicación muy limitada; el regí-

men turbulento, recomendable en cuanto a contacto gas-sólido presenta problemas en cuanto a arrastre de partículas y, por ende, requiere de equipos de separación más elaborados lo que implica una mayor inversión, por lo que su aplicación también es limitada; la fluidización rápida ha encontrado una aplicación limitada en lechos fluidizados catalíticos y en el manejo de partículas fácilmente aglomerables.

Por las razones anteriormente descritas esta parte - del capítulo consistirá en la presentación de los aspectos - fundamentales del modelo matemático que representa a un lecho fluidizado operando en un régimen burbujeante.

En estudios realizados por Davidson²⁶ se ha demostrado que en la mayoría de los sistemas fluidizados gas-sólido de interés práctico una parte del gas que atraviesa el lecho, en una cantidad equivalente a la necesaria para obtener el estado de fluidización mínima, lo hace de una manera uniformemente distribuida a través del lecho, mientras que la cantidad de gas en exceso viaja a través del lecho en forma de burbujas. Davidson estudió los fenómenos de burbujeo en lecho fluidizados y demostró que la velocidad de ascenso de burbujas gaseosas en un lecho fluidizado puede ser estimada por:

$$U_B = 0.79 G^{1/2} v_B^{1/6} = 0.711 (Gd_g)^{1/2} \dots \text{(III.5.1)}$$

en donde U_B y V_B son respectivamente la velocidad de ascenso y el volumen de la burbuja, mientras que d_B es el diámetro de la burbuja de volumen V_B . La velocidad de ascenso de una burbuja del máximo tamaño estable fué estimada por Harrison²⁷ como:

$$U_{B,S} = Ut \quad \dots \text{(III5.2)}$$

donde U_{BS} es la velocidad de ascenso correspondiente a la burbuja de máximo tamaño estable. Harrison sostuvo que cuando la velocidad de ascenso de la burbuja es mayor que la velocidad terminal de caída de las partículas, éstas pueden penetrar dentro de la estela de la burbuja, lo cual causará que esta se rompa. La Figura III.6 muestra una manera gráfica de estimar el máximo tamaño estable de burbuja de acuerdo con el diámetro promedio de partícula.

En la realidad, cuando se opera un lecho fluidizado burbujeante, no es sólo una, sino una corriente de burbujas la que asciende a través del lecho por lo cual la velocidad de ascenso de una sola burbuja es afectada por la presencia de las otras. Davidson²⁶ sugirió la siguiente ecuación para la estimación de la velocidad de ascenso de burbuja:

$$U_B = U_o - U_m F + 0.711 (G d_p)^{1/2} \quad \dots \text{(III5.3)}$$

Las burbujas en un lecho fluidizado juegan un papel de inegable importancia ya que son responsables de la inten-

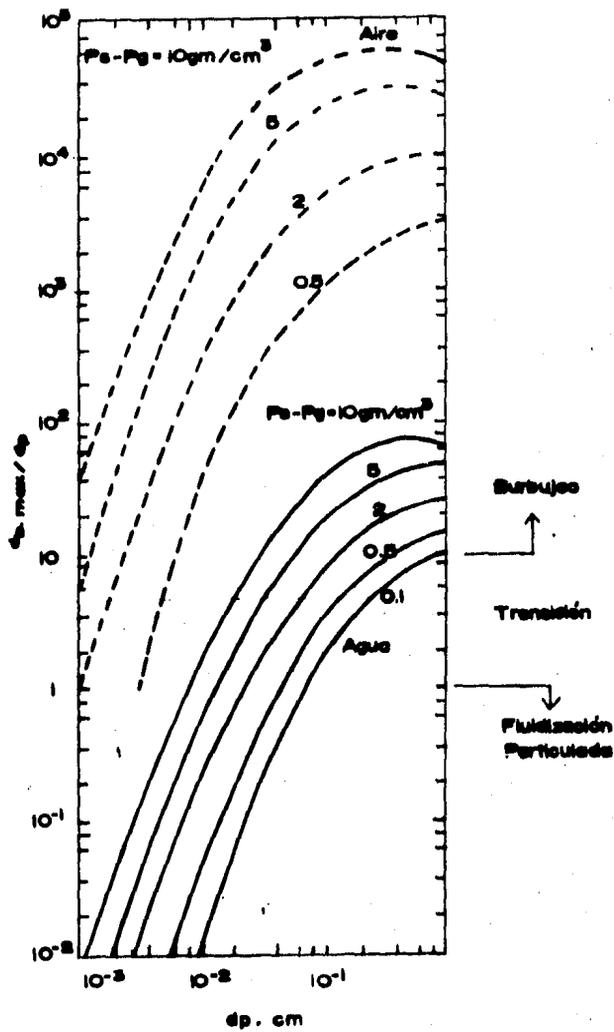


Fig. III.6 Tamaño máximo de burbuja estable y condiciones para burbujas y Fluidización particulada estimados por Davidson.

sa agitación y mezclado en el lecho. Por otra parte, el gas que pasa en forma de burbujas no está en contacto íntimo con la fase continua ó de emulsión del lecho. Kunii y Levenspiel²⁸ desarrollaron un modelo para representar la interacción entre las burbujas de gas (o sea la fase discontinua) y la fase en emulsión de lecho fluidizado gas-sólido, considerando tres géneros de sistemas burbujeantes:

- a) Burbujas pequeñas donde $U_B \approx U_{mF}$
- b) Burbujas grandes donde $U_B > 5U_{mF}$
- c) Burbujas medianas donde $U_{mF} < U_B < 5U_{mF}$

Sólo en el caso de lechos poco profundos, las burbujas pequeñas juegan un papel importante en la modificación de los procesos de transferencia entre el gas y el sólido. Las burbujas grandes provocan que el gas que cruza el lecho dentro de ellas tenga un contacto menos íntimo con los sólidos que el gas contenido en la fase en emulsión. La región intermedia de burbujas medianas es de una complejidad mayor ya que la burbuja es rodeada de una nube de partículas. Esta nube contribuye como una resistencia adicional a la transferencia entre las burbujas y la fase en emulsión.

Kunii y Levenspiel²⁸ propusieron el siguiente procedimiento para describir el intercambio entre las burbujas de

gas, la nube circundante y la emulsión. Primero se considera la transferencia de especies A desde la burbuja, a través de la nube circundante y hasta la fase en emulsión como lo muestra la figura III.7. Denotando a la concentración de especie transferida en la burbuja, nube y emulsión como $C_{a,b}$, $C_{a,c}$ y $C_{a,e}$ respectivamente, se escribe el balance total de masa como:

$$U_B \frac{dC_{a,b}}{dz} = k_{BC}(C_{a,b} - C_{a,c}) \approx k_{CE}(C_{a,c} - C_{a,e}) = K_{BE}(C_{a,b} - C_{a,e})$$

.... (III.5.4)

donde k_{BC} , k_{BE} denotan los coeficientes de transferencia entre la burbuja y la nube, la nube y la emulsión y las fases burbuja emulsión respectivamente. Estos coeficientes tienen dimensiones de tiempo⁻¹ (θ^{-1}). El coeficiente total de transferencia k_{BE} se relaciona con K_{BC} y K_{CE} de la siguiente manera:

$$\frac{1}{K_{BE}} \approx \frac{1}{K_{BC}} + \frac{1}{K_{CE}}$$

..... (III.5.5)

Kunii y Levenspiel propusieron las siguientes fórmulas para el cálculo de los coeficientes de transferencia.

$$K_{BC} = (4.5 U_m F / d_B) + (5.85 D^{1/2} G^{1/4} / d_B^{5/4})$$

.... (III.5.6)

$$K_{CE} = 6.8 (m F D U_B / d_B^3)^{1/2}$$

.... (III.5.7)

donde d_b es el diámetro de burbuja y D la difusividad del gas. El procedimiento establecido por las ecuaciones (III.5.5) y (III.5.7) para estimar el coeficiente total de transferencia entre las burbujas y la fase en emulsión es una aproximación debido a la sobresimplificación involucrada tanto en el modelo como en la fórmula utilizada. Tal vez la mayor dificultad esta asociada con el hecho de que el tamaño promedio de burbuja es difícil de estimar.

En la mayoría de las investigaciones recientes sobre transferencia de masa y de calor se ha operado en condiciones muy cercanas a la fluidización mínima, impidiendo de esta manera al máximo la formación de burbujas, o al menos minimizando su presencia en el lecho. Estos investigadores²⁹⁻³² encontraron que la transferencia de masa y de calor era un proceso muy rápido, de modo que la región de transferencia queda confinada en una delgada capa en el fondo del lecho -- mientras que el resto del lecho permanece en equilibrio con el gas. El ancho de esta capa, en donde fueron confinados los gradientes de concentración ó temperatura, fué del orden de 6 a 10 diámetros de partícula. La figura III.8 muestra perfil de temperatura medido experimentalmente por Ayers³⁶, y se puede observar claramente la rápida aproximación de la temperatura del gas con respecto a la de los sólidos. Descubrimientos similares fueron encontrados para la transferencia de masa.

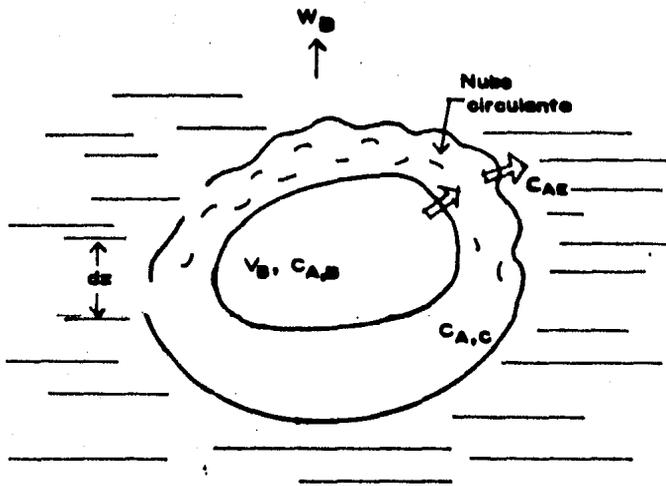


Fig. III.7 Representación esquemática del proceso de Transferencia en la burbuja, la nube y la fase en Emulsión.

El fenómeno de transferencia de calor puede ser dividido en las siguientes categorías:

- Transferencia de calor entre el gas de la fase en emulsión y los sólidos.
- Transferencia de calor entre la fase de burbujas y la emulsión.
- Transferencia de calor entre el lecho y las paredes del reactor.

La transferencia de calor entre las burbujas del gas y la fase en emulsión puede ser calculada de una manera similar a la transferencia de masa, sin embargo, en el establecimiento de un balance de calor para la burbuja se debe asumir que la velocidad de transferencia entre la nube que rodea a la burbuja es lo suficientemente rápida para que este proceso no contribuya como una resistencia adicional, pero, en contraste con la formulación del problema de transferencia de masa, aquí tenemos que considerar la capacidad calorífica de los sólidos contenidos en las burbujas. El balance de calor del sistema puede escribirse como:

$$\begin{array}{l}
 \text{Transferencia de} \\
 \text{calor contenido} \\
 \text{por una burbuja} \\
 \text{de gas hacia} \\
 \text{afuera}
 \end{array}
 =
 \begin{array}{l}
 \text{Calor tomado} \\
 \text{por los sólidos} \\
 \text{en la burbuja}
 \end{array}
 +
 \begin{array}{l}
 \text{Calor transferido} \\
 \text{hacia la nube (y} \\
 \text{de aquí hacia la} \\
 \text{emulsión.}
 \end{array}
 \quad (\text{III.5.8})$$

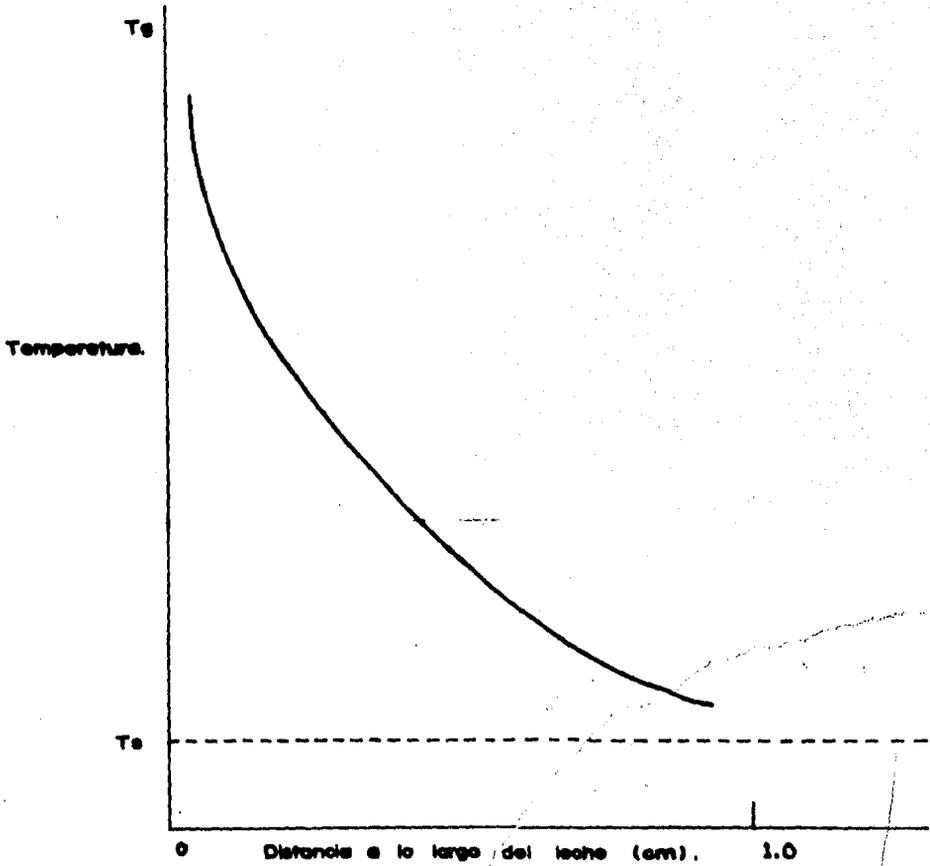


Fig. III. 8 Diagrama del perfil de Temperatura en un lecho fluidizado

con lo que tenemos:

$$-P_g C_{pg} U_B \frac{dT_{gB}}{d_2} = Y_B \alpha'' \eta_h h_p (T_{gB} - T_s) + h_{B,C} (T_{gB} - T_s) \quad \dots\dots\dots (III5.9)$$

donde T_{gB} y T_s son las temperaturas en la burbuja y de los sólidos, respectivamente; α'' el área superficial externa por unidad de volumen de sólido; Y_B la relación (volumen de sólidos en la burbuja)/(volumen de la burbuja); η_h un factor de efectividad para transferencia de calor y h_p el coeficiente de transferencia de calor entre el fluido y las partículas. La cantidad $h_{B,C}$ puede ser estimada de la ecuación siguiente:

$$k_{BC} = (4.5 U_m F / d_B) + (5.85 D^{1/2} G^{1/4} / d_B^{5/4}) \quad \dots\dots\dots (III5.10)$$

(para coeficiente de transferencia de mas entre burbuja y nube).

y usando la analogía entre transferencia de masa y de calor:

$$h_{BC} = \frac{4.5 U_m F P_g C_{pg}}{d_B} + \frac{5.85 (kg P_g C_{pg})^{1/2} G^{1/4}}{d_B^{5/4}} \quad (III5.11)$$

La principal dificultad práctica que se presenta al usar las ecuaciones III7.1-III.7.3, para calcular transferencia de calor real es debida a la incertidumbre intrínseca a la estimación de Y_B , η_h , y h_p .

En cuanto a la transferencia de calor entre las paredes del reactor y la fase en emulsión, un modelo para su cálculo ha sido propuesto por Boterill³³ quien consideró que la transferencia de calor tiene lugar en estado inestable, por conducción, a través de una película estancada de gas que rodea a la partícula y a través de las partículas en sí durante su breve tiempo de residencia en la vecindad de la pared. Este modelo resultó consistente con un amplio rango de observaciones experimentales, pero resultó incapaz de predecir -- con exactitud las condiciones de transferencia de calor en un lecho fluidizado real, a pesar de su complicado y elegante desarrollo, por lo que aún hoy en día se prefiere, para calcular el coeficiente de transferencia de calor entre el lecho y la pared ó elementos inmersos, el uso de correlaciones empíricas. Un completo sumario de éstas puede ser consultado en el libro de Kunii y Levenspiel. Aquí se presentará la correlación propuesta por Leva y Wen³⁴, la cual se considera como representativa de la mayoría de los datos experimentales reportados en la literatura, son una exactitud de alrededor de 50%:

$$\frac{h_w d_p}{k_g} = 0.16 \text{Re}_p^{0.76} \text{Pr}^{0.4} \left[\frac{\rho_s c_{p_s}}{\rho_g c_{p_g}} \right]^{0.4} \left[\frac{U_o^2}{G d_p} \right]^{0.2}$$

$$\left[\frac{U_o - U_{mf}}{U_o} \frac{L_{mf}}{L} \right]^{0.36} \dots\dots\dots \text{(III5.12)}$$

El desarrollo anterior se ha hecho suponiendo transferencia de calor por convección entre el lecho y la pared. A altas temperaturas, sin embargo, la transferencia de calor por radiación puede representar una contribución importante al balance de calor total. Sin embargo se considera que a temperaturas menores a 1000°C este efecto no es tan notorio (Szekely³⁵).

III.6.- Cinética de la reacción gas-sólido en un reactor de lecho fluidizado.

Con el fin de simplificar la exposición introductoria se asumirá una interacción entre una partícula con una corriente de reactivo gaseoso.

Durante una reacción gas-sólido se presentan las siguientes etapas:

- (A) Transferencia de masa en fase gaseosa desde el seno de la corriente de gas hacia la superficie exterior de la partícula sólida.
- (B) B.1. Difusión del reactivo gaseoso a través de los poros de la matriz sólida, la cual puede consistir de una mezcla de reactivo y producto sólido.
B.II. Adsorción del reactivo gaseoso en la superficie

de reacción de la matriz sólida.

B.III. Reacción química en la superficie de la matriz sólida.

B.IV. Desorción del producto gaseoso de la superficie de la matriz sólida.

B.V. Difusión del producto gaseoso a través de los poros de la matriz sólida hacia la superficie exterior de dicha matriz.

(c) Transferencia de masa en fase gaseosa del producto gas desde la superficie exterior de la partícula sólida hasta el seno de la corriente de gas.

En cuanto a la transferencia de calor, cuando las reacciones son exotérmicas ó endotérmicas, las etapas difusional y de reacción química también van acompañadas de:

- (1) Transferencia de calor por convección (y posiblemente por radiación) entre la corriente de gas y la partícula.
- (2) Transferencia de calor por conducción dentro de la matriz producto-reactivo sólido.

Como la reacción gas-sólido se lleva a cabo por etapas, la etapa que tarde más tiempo en llevarse a cabo será la que controle la velocidad total de la reacción. Es por esto que es necesario investigar qué parámetros y de qué manera afectan a cada una de estas etapas, para así poder atacar

específicamente esas variables con el fin de agilizar ó re--
tardar, según lo que se desee, la velocidad de reacción.

Dentro de las variables que pueden afectar las etapas
antes mencionadas están la geometría de la partícula, el ta--
maño de partícula, la concentración de reactivos, la presión,
el patrón de flujo, la temperatura, etc. Por ejemplo a ba--
jas temperaturas podrá esperarse que el control sea químico
ya que el problema residirá en superar la barrera energética
(E_a) la cual se opone a que se lleve a cabo la reacción a --
temperaturas intermedias el control es compartido, esto es -
tanto difusional como químico. A altas temperaturas habrá una
disponibilidad suficiente de energía para efectuar la reac--
ción química por lo que el control cinético pasará a ser di-
fusional ya que la rapidez de la reacción dependerá de la --
disponibilidad de reactivos en la superficie de reacción. A
temperaturas aún más elevadas se presentan problemas de sin-
terización, mientras que a temperaturas demasiado bajas exis-
ten problemas de nucleación del producto sólido, con lo cual
el estudio cinético se complica aún más.

A continuación se describirán las ecuaciones que ri-
gen la cinética de una reacción sólido-gas en un lecho flui-
dizado. Durante la fluidización, el transporte de masa jue-
ga un papel muy importante en la cinética de la reacción, -

pudiendo ser parcial o totalmente la etapa que controle la velocidad de la reacción.

Para describir la reacción de sólidos en lechos fluidizados se hacen las siguientes suposiciones:

- Los sólidos son de tamaño uniforme y la elutriación puede ser despreciada.
- Los sólidos están perfectamente mezclados.
- El gas cruza el sistema en forma de flujo pulsante.
- El sistema es isotérmico

Asimismo deben de considerarse tres casos particulares:

- a) Sistema en los cuales no hay cambio en la composición del gas.
- b) Sistema donde $U_0 \gg U_{mF}$. La mayoría del gas pasa en forma de burbujas.
- c) Sistema donde $U_0 \approx U_{mF}$, se puede despreciar la presencia de burbujas.

En los sistemas en donde no hay cambio de composición del gas, es decir cuando el reactivo gaseoso es introducido en gran exceso, se puede despreciar la existencia de un gradiente de concentración axial en la fase gaseosa. Bajo estas condiciones, la ecuación que describe la reacción es la

siguiente:

$$t^* = g_{F_g}(x) + \hat{\sigma}^2 P_{FP}(x) + (2x/N'_{sh}) \dots \dots \dots \text{(III6.1)}$$

$$t^* = \frac{bk}{F_S} \frac{Ag}{F_g V_g} t \left[C_{Ao} - \frac{C_{Co}}{KE} \right] \dots \dots \dots \text{(III6.2)}$$

La deducción de esta ecuación se encuentra en la literatura³⁶. Aquí t^* es una expresión adimensional de tiempo,

$F_g(x)$ es una función de conversión de sólido en ausencia de resistencia difusional definida por:

$$g_{F_g}(x) = 1 - (1-x)^{1/F_P} \dots \dots \dots \text{(III6.3)}$$

donde para una esfera, $F_P=3$.

$P_{FP}(x)$ es una función de conversión de sólido que contempla la resistencia difusional y, para partículas esféricas, está definida por:

$$P_{FP}(x) = 1 - 3(1-x)^{2/3} + 2(1-x) \dots \dots \dots \text{(III6.4)}$$

es el módulo de reacción de núcleo en contracción (Shrinking-Core), el cual introduce el efecto ocasionado por el avance de la zona de reacción hacia el interior de un sólido poroso esférico. es definido como:

$$\hat{\sigma} = \frac{V_P}{A_P} \left[\frac{(1-\epsilon)F_P}{2D_e} \left(\frac{k}{1+K} \right) \frac{Ag}{F_g V_g} \right]^{1/2} \dots \dots \dots \text{(III6.5)}$$

x representa la conversión fraccional de sólido. N'_{sh} es el

número de Sherwood modificado, que introduce el efecto de la etapa de transporte de masa en la velocidad de reacción. -- N'_{sh} está definido como:

$$N'_{sh} = \left[\frac{hd_p}{De} \left(\frac{FpVp}{AP} \right) \right] = N_{sh} \left(\frac{Dm}{De} \right) \quad \dots\dots (III6.6)$$

El número de Sherwood modificado puede ser evaluado con ayuda de la Fig. III.10 en donde:

$$Re_p = \frac{d_p U_{mf} P_s}{\mu_g} \quad \dots\dots (III6.7)$$

Una vez que se conoce N'_{sh} , se procede a reorganizar la ec. III6.1 de modo que x esté dada como una función explícita de t^* . En general esto debe hacerse numéricamente, de modo que la relación obtenida se muestra en forma tabular -- siendo X :

$$X = F(\bar{\theta}, t^*) \quad \dots\dots (III6.8)$$

Haciendo uso de la suposición de que los sólidos están perfectamente mezclados, la distribución de tiempos que pasan los sólidos dentro del lecho fluidizado está dada por:

$$E(t^*) = (1/t^*_R) \exp(-t^*/t^*_R) \quad \dots\dots (III6.9)$$

donde t^*_R es el tiempo de residencia de los sólidos en el lecho expresado en una forma adimensional. Combinando las ecs.

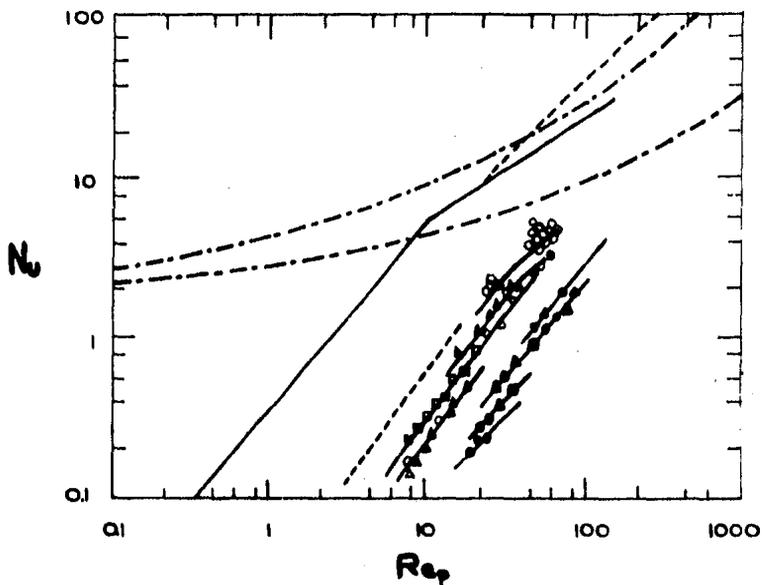


Fig. III 10 Correlaciones de transferencia de masa calculadas y experimentalmente determinada en ca mas fluidizadas de Kunii y Levenspiel (47).
 Resnick y White, naftaleno d_p (mm):
 Δ , 0.28; \square , 0.40; ∇ , 0.47; \circ , 0.74; \diamond , 1.06.
 Kettering, silica gel, d_p (mm): \bullet , 0.36; \blacksquare , 0.50;
 \blacktriangledown , 0.72; \blacktriangle , 1.00.

III6.8 y III6.9 la conversión de los sólidos que abandonan el sistema se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$\bar{X}(\theta, t_R^*) = \int_0^\infty E(t^*) f(\theta, t^*) dt^* \quad \dots\dots \text{(III6.10)}$$

La integral que aparece en el lado derecho de la ec. (III6.10) puede resolverse mediante la fórmula de integración de Laguerre, considerando las ecuaciones III6.4-III6.9, lo que transforma a la ecuación (III6.10) en:

$$\begin{aligned} \bar{X} &= \int_0^\infty (1/t_R^*) \exp(-t^*/t_R^*) f(\theta, t^*) dt^* \\ &= \int_0^\infty \exp[-(t^*/t_R^*) f(\theta, t^*)] d(t^*/t_R^*) = \int_0^\infty e^{-y} f(\theta, t_R^* y) dy \end{aligned} \quad \dots\dots \text{(III6.11)}$$

donde $y = \frac{t^*}{t_R^*}$. La fórmula de integración de Laguerre se aplica de la siguiente manera:

$$\int_0^\infty e^{-y} f(\theta, t_R^* y) dy \approx \sum_{i=1}^n W_i f(\theta, t_R^* y_i) \quad \dots \text{(III6.12)}$$

donde las abscisas y_i y los factores de peso W_i han sido tabulados para varios valores de n . ³⁷

Si por otra parte, hacemos la suposición de que la composición del gas es variable y la corriente de gas pasa principalmente en forma de burbujas, se aplica una ligera modificación al procedimiento antes descrito. Se considera -- que las concentraciones del gas a la salida y a la entrada -

de lecho, estan dadas por C_{Aex} y C_{Ao} respectivamente.

Haciendo uso de la consideración de que las burbujas pasan el sistema en régimen de flujo pulsante, la concentración efectiva apropiada está dada por la medida logarítmica entre C_{Ao} y C_{Aex} , o sea:

$$(C_{Ao})_{1m} = \frac{(C_{Ao} - C_{Aex})}{\ln(C_{Ao}/C_{Aex})} \dots\dots (III6.12)$$

La conversión real de sólidos puede ser ahora calculada con la ayuda de las ecs. (III6.10), (III6.1), (III6.8) y (III6.9), con la condición de usar la cantidad $(C_o)_{1m}$ para una reacción irreversible al calcular t^* . No es conocida explícitamente esta parte del calculo, pero puede ser obtenido de una balance total, como se muestra en la siguiente relación:

$$G_s \bar{X}(\sigma, t_R^*) = bG_G (C_{Ao} - C_{Aex}) / C_{Ao} \dots (III6.13)$$

Vel. molar lo cual se genera pro ducto <u>sólido</u>	velocidad molar la cual el reactivo - gaseoso es consumi do.
---	---

Para finalizar debe ser subrayado el hecho de que, - si bien el modelo de lecho burbujeante proporciona una manera conveniente de estimar el comportamiento de un lecho fluido

dizado, las predicciones basadas en este modelo no son muy -
confiables, por lo que deben ser consideradas como aproxima-
ciones, ó bien, como representaciones de condiciones extre-
mas, usando el mayor tamaño de burbuja estable. Para mayor
información sobre los modelos postulados para la representa-
ción del comportamiento de un lecho fluidizado se sugiere --
consultar las referencias 38-39.

CAPITULO IV DISEÑO Y CONSTRUCCION DEL REACTOR

El comportamiento de un lecho fluidizado es influenciado, como se ha dicho con anterioridad, por muchos factores como, por ejemplo, las propiedades de la partícula, las propiedades del gas, la geometría de la columna y, en general, las condiciones de operación.

No existe un criterio general de diseño que garantice la operación exitosa de un reactor de lecho fluidizado, debido a la multiplicidad de factores que afectan su comportamiento. Sin embargo, existen algunas guías que permiten, de una manera general, esperar una operación satisfactoria del proceso.

El presente capítulo mostrará en primera instancia los componentes que constituyen a un reactor de lecho fluidizado típico, a continuación se hará un breve análisis del diseño de los componentes cruciales del reactor, mencionando el efecto de las propiedades del material fluidizado sobre algunos aspectos del diseño, para posteriormente discutir los principales problemas que se presentan durante la operación de un reactor de lecho fluidizado, señalando las acciones correctivas. En seguida, se enumerarán los aspectos del sistema fluidizado que pueden ser estudiados en un reactor de le-

cho fluidizado experimental y la instrumentación que comúnmente se requiere. Para terminar, se expondrá y discutirá el diseño final del reactor y su construcción.

IV.1.- Componentes básicos de un reactor de lecho fluidizado.

Los reactores de lecho fluidizado involucran una serie de elementos básicos, los cuales se muestran en la Figura IV.1. No todos esos elementos tienen que estar presentes en cada caso, mientras que existe la posibilidad, bajo ciertas circunstancias, de que sean requeridos elementos adicionales. En la tabla IV.1 se describe de una manera breve la finalidad de cada componente.

TABLA IV.1

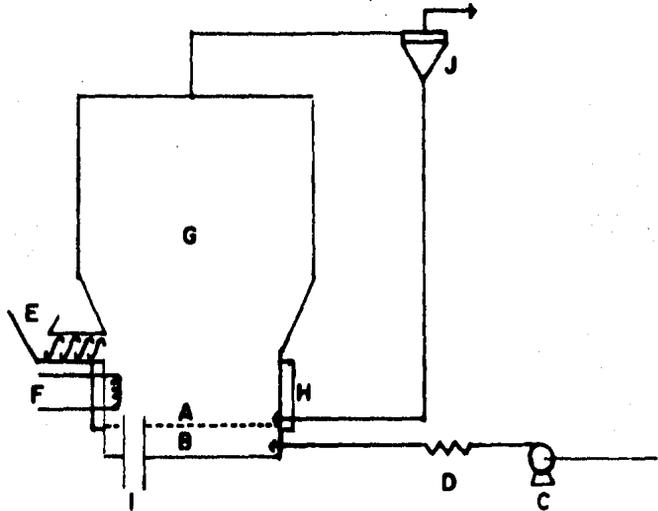
COMPONENTE	FUNCION
(A) Plato distribuidor	Permite la distribución homogénea del flujo gaseoso dentro del reactor.
(b) Caja de vientos	Recibe el flujo gaseoso proveniente del sistema introductor de gases y facilita su posterior distribución.

(Continuación)

TABLA IV.1

COMPONENTE	FUNCION
(C) Soplador	Permite la introducción del gas a una presión y, por ende, una velocidad superficial determinada.
(D) Sistema de precalentamiento de gas	Cuando así se requiere, permite la introducción del gas a una mayor temperatura
(E) Sistema de alimentación de sólidos	Permite la introducción de reactantes sólidos ó en forma de pasta a la zona de fluidización
(F) Sistema de calentamiento ó enfriamiento interno	Proporciona la posibilidad de modificar la temperatura del lecho con dispositivos ubicados en el interior del reactor
(G) Cámara de expansión	Es una zona del reactor donde la velocidad del gas es menor, debido al ensanchamiento de su sección transversal, y su finalidad es minimizar el arrastre de partículas sólidas en la corriente de gases de salida.
(H) Sistema de aislamiento o enfriamiento externo	Permite el control de la temperatura del lecho con elementos ubicados en el exterior del reactor
(I) Sistema de salida de producto sólido	Por medio de este sistema el producto sólido abandona el reactor
(J) Sistema de separación gas-sólido	Su función consiste en separar las partículas sólidas atrapadas por la corriente de gases de salida para su posterior recirculación

Fig. IV.1



A--Plato distribuidor

B--Caja de vientos

C--Soplador

D--Precalentamiento de gases

E-- Sistema de alimentacion

F-- Sistema de calentamiento interno

G--Camara de expansion

H--Aislamiento o enfriamiento externo

I-- Salida de producto solido

J-- Separador solido-gas

Es necesario analizar de una manera más profunda los puntos A, C, E, I, ya que sus características dependerá en gran medida el buen funcionamiento del reactor.

El plato distribuidor debe llevar a cabo las siguientes funciones:

1. Distribuir uniformemente el gas en toda el área transversal del reactor.
2. Prevenir ó minimizar el paso de partículas sólidas hacia la caja de vientos que se encuentra bajo el plato.
3. Soportar el peso de los sólidos durante períodos de tiempo en los cuales no se alcanza todavía el estado fluidizado.
4. Resistir tensiones térmicas, corrosión erosión y bloqueo de orificios.
5. Provocar la menor caída de presión posible.

Para la mayoría de los propósitos es más conveniente que el gas entre a través de un gran número de orificios que a través de un reducido número de orificios grandes, de modo tal que las burbujas y "chorros" que se formen sean reducidos, con lo que se mejora la transferencia de masa y calor.

En la Fig. IV.2 se ilustran las diferentes configuraciones de sistemas de distribución y en la tabla IV.2 se enlistan los tipos de distribuidor más comunes.

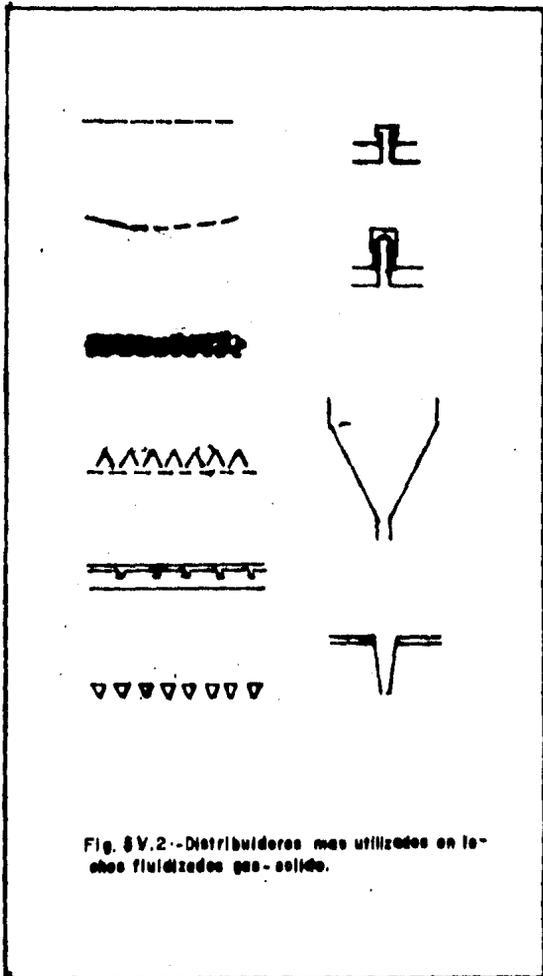


Fig. 8 V.2--Distribuidores mas utilizados en lechos fluidizados gas-solido.

TABLA IV.2

TIPO	COMENTARIOS
Plato perforado	Los platos pueden ser horizontales ó ligeramente curvados. Los orificios pueden ser circulares ó en forma de ranura.
Plato poroso	Su uso es común en unidades a escala de laboratorio, pero son raramente utilizadas para operaciones a escala mayor.
Parrillas	Estan compuestas por rejjas de barras ó tubos.
Lecho empacado	En un lecho de partículas mucho más pesadas ó grandes, soportadas por un plato perforado inferior y muchas veces contenido por un plato perforado superior, formando una especie de sandwich.
Mallas	Las mallas tienden a dar caídas de presión demasiado bajas para una correcta distribución del gas. Su uso común es combinación con otros tipos de distribuidor.
Lanzas, toberas, Capuchones.	Pueden ser diseñados de modo tal que el gas emerja verticalmente hacia arriba, horizontalmente ó verticalmente hacia abajo. La inyección horizontal ayuda a minimizar la erosión y el atrapamiento de partículas cuando existen tubos de transferencia de calor u otros elementos internos en el lecho. La inyección hacia abajo ayuda a prevenir flujo de sólidos hacia abajo ayuda a prevenir flujos de sólidos hacia la caja de vientos así como fallas en la inyección en periodos de disminución de flujo de gas.

Nuevos diseños de sistemas distribuidores de gas pueden consultarse en la literatura¹.

Se han realizado pocas labores de investigación sobre los efectos locales de los distribuidores, sin embargo, en el caso de platos perforados con orificios circulares. - La formación de "chorros" (o sea, corrientes forzadas de aire a gran velocidad, lo que impide su correcta distribución en el lecho) ha sido correlacionado por Merry²⁴, quien ha encontrado que sólo se formarán jets cuando:

$$U_{or} > 0.52 \left[G d_{or} \right]^{1/4} \dots\dots (IV1.1)$$

donde U_{or} es la velocidad principal del gas a través del orificio y d_{or} es el diámetro del orificio. otros investigadores propusieron un criterio con el cual se predicen las condiciones bajo las cuales todos los orificios del plato funcionan adecuadamente:

$$\frac{P_g}{2} \left[\frac{U D^2}{N_{or} d_{or}} \right]^2 \gg \frac{0.363 L_j P_s (1-\epsilon_m F) G}{(1-(U_m F/U)^2)} \dots (IV1.2)$$

donde L_j es la penetración del jet formado y se calcula de acuerdo con:

$$L_j = d_{or} \left[5.25 \left(\frac{P_g U_{or}^2}{(1-\epsilon_m F) P_s G d_p} \right)^{0.4} \left[\frac{P_g d_p}{P_s d_{or}} \right]^{0.2} - 4.5 \right] \dots\dots\dots (IV1.3)$$

A valores de U tales que, la parte izquierda de la ec. IV1.2 tiene un valor menor que el de la parte derecha, algunos de los orificios estarán bloqueados por partículas. Para un adecuado funcionamiento del plato distribuidor, la velocidad U deberá ser tal que la desigualdad IV1.3 se cumpla. La ecuación IV1.3 da un criterio que afecta el diseño del distribuidor de gas. Para propósitos prácticos de uniformidad en la distribución del gas, es usual hacer la caída de presión a través del plato cuando menos el 10% de la provocada a través de el lecho y un valor de 30% es preferido - para operaciones difíciles, es decir, cuando se manejan materiales difíciles de fluidizar y cuando se trata de lechos de poca profundidad en los cuales la relación H/D es de alrededor de 0.5.

Cuando la caída de presión ha sido especificada de esta manera, la siguiente etapa es calcular la velocidad del gas a través de cada orificio, mediante la siguiente ecuación:

$$U_{or} = C_d \left[\frac{2\Delta P_d}{\rho_g} \right]^{1/2} \quad \dots (IV1.4)$$

Para la mayoría de los casos de importancia práctica, el número de Reynolds del lecho $\frac{\rho_g U D}{\mu_g}$ es mayor a 2000 y el coeficiente de descarga C_d puede ser tomado con un valor de 0.6. Valores de C_d para Reynolds menores pueden ser consultados en la bibliografía³.

Conociendo U_{or} y la velocidad superficial U_s se puede conocer la especificación de la sección transversal ocupada por los orificios en el plato mediante la siguiente ecuación:

$$N_{or} d_{or}^2 = \frac{D^2 U_s}{U_{or}} \quad \dots\dots\dots (IV1.5)$$

Obviamente, esta ecuación puede ser satisfecha por muchos pares de valores de N_{or} y d_{or} . La elección del par adecuado está definido por un compromiso entre las siguientes consideraciones:

1. Orificios de diámetro menor a 1 mm son difíciles de perforar y además su costo es mayor.
2. La desigualdad IV1.3 debe ser satisfecha.
3. Un pequeño número de orificios grandes provoca una menor eficiencia en el contacto gas-sólido e incrementa las zonas muertas en el reactor.

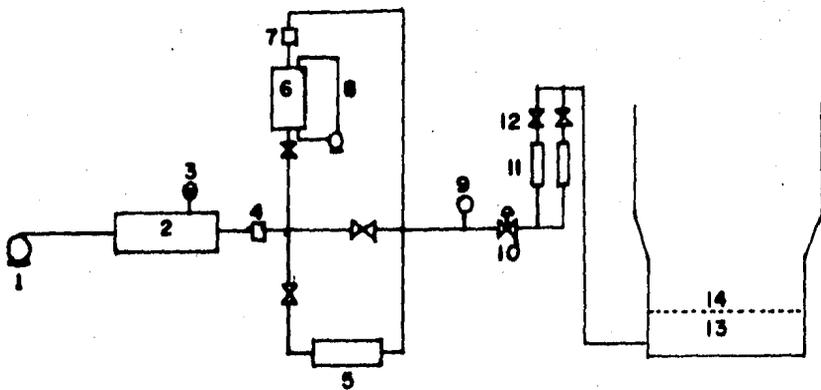
Con esto termina el breve análisis del sistema distribuidor de gas, a continuación se analizará el sistema inductor de gas.

Los elementos comúnmente presentes en un sistema de introducción de gases para un reactor de lecho fluidizado experimental se ilustra en la figura IV.3. El compresor debe de ser capaz de proveer de suficiente gas a la columna para dar una velocidad superficial de al menos 1-2 m/s y preferi

blemente 3 m/s. Las pérdidas principales de presión se producen a través del lecho, del plato distribuidor y de todo tipo de válvulas. Deben también de considerarse las pérdidas de presión a través de ciclones, filtros, tuberías y medidores de flujo.

Las variaciones de presión provocadas por el compresor pueden alterar el comportamiento de la fluidización. Para muchos propósitos, elementos que den una caída de presión adicional en la zona de alimentación del gas, proveen de un amortiguamiento suficiente de esas pulsaciones. Un recipiente que contenga al gas presurizado puede ser usado para proveer un amortiguamiento adicional. Como se muestra en la -- fig. IV.3, aquí se coloca un filtro para remover gotas de aceite ó agua. El recipiente y el filtro así como el compresor, pueden ser reemplazado por uno ó más cilindros de gas presurizado, pero éstos sólo son prácticos para pequeñas columnas y tiempo de operación limitados.

En la figura IV.3 también se muestra un mecanismo -- que permite la humidificación ó deshumidificación del gas -- cuando el control de humedad en éste es necesaria, cuando éste no es el caso, se puede prescindir de parte ó de la totalidad de este mecanismo. El regulador de presión mostrado -- en seguida, es calibrado a la presión de calibración de los



1-Compresor

2-Recipiente presurizado

3-Disco de ruptura

4-Filtro

5-Secador

6-Columna de humectacion

7-Eliminador de vapores

8-Circulacion de agua

9-Indicador de humedad

10-Regulador de presion

11-Rotametros

12-Valvulas de control

13-Caja de vientos

14-Plato distribuidor

Fig. IV. 3

rotametros. Para minimizar fluctuaciones en el nivel del -
flotador debido a oscilaciones de presión en el lecho. El
nivel de calibración de los rotametros deberá de ser tan al-
to como sea posible, de acuerdo con la capacidad del compresor.

En cuanto al sistema de alimentación de sólidos, --
existe una serie de posibilidades. Estas opciones se enlis-
tan en seguida:

1. Alimentación por gravedad mediante tolvas
2. Alimentación de mesa vibrante
3. Alimentación bajo presión con el uso de tolvas cerradas.
4. Alimentadores de tornillo
5. Alimentación mediante el uso de bandas transportadoras.
6. Alimentación neumática desde abajo ó lateralmente.

Dos ó más de los métodos anteriormente enlistados --
pueden ser utilizados conjuntamente. El tipo de alimentación
elegido dependerá de la presión en el lecho fluidizado, el -
carácter reológico de los sólidos, el número requerido de --
puntos de alimentación, la abrasividad ó características ero-
sivas de los sólidos. El hecho de que los sólidos muestren
ó no una tendencia a aglomerarse y, finalmente la velocidad
de alimentación. En aplicaciones donde los sólidos alimenta-
dos son distribuidos uniformemente en el lecho, un punto de

alimentación por metro cuadrado de área del lecho ha probado ser una base conservadora de diseño. En algunos casos, como por ejemplo en la alimentación de materiales cocidos en secadores, es deseable premezclar con sólidos ya procesados. -- Los problemas que se presentan en lechos fluidizados presurizados pueden consultarse en la literatura⁴.

La salida del producto sólido proveniente del lecho fluidizado puede ser llevada a cabo mediante varios métodos. Se pueden utilizar vertederos, ya que el comportamiento de las partículas en estado fluidizado es similar al de los líquidos. Las partículas sólidas fluirán a través de un orificio de acuerdo con:

$$M_s = C_d P_s (1 - \epsilon_m F) [2G\Delta L]^{1/2} \dots \text{(IV1.6)}$$

aquí ΔL es la distancia bajo la superficie del lecho abierto a la atmósfera. Para flujo entre dos recipientes ó desde un lecho presurizado ΔL debe ser ser reemplazado por la diferencia entre cabezas hidrostáticas a través del orificio.

El coeficiente de descarga C_d depende de la relación d_{or}/d_p . Cuando esta relación excede el valor de 20 C_d puede ser tomada como 0.5. Valores más pequeños son obtenidos a menores valores de d_{or}/d_p (C_d 0.4 cuando d_{or}/d_p 15)⁵. La velocidad de flujo de sólidos es virtualmente independiente de

la velocidad de fluidización U cuando $U = U_{mb}$.

La salida de productos sólidos de reactores de lecho fluidizado puede llevarse a cabo con el uso de transportadores de tornillo ó tubería sellada para minimizar la transferencia de gas. Los codos y válvulas existentes en la tubería se tienen que purgar para mantener a los sólidos en movimiento y prevenir la obstrucción de la tubería. En líneas de transferencia el tipo de válvulas que más se utiliza son las válvulas de disco ó corredizas.

En algunos procesos el producto sólido es tomado de los sólidos atrapados por la corriente de gases de salida, los cuales son recuperados en arreglos de ciclones en serie, aunque usualmente los sólidos así separados deberán de circularse. Aspectos más detallados del diseño de líneas de transferencia pueden consultarse en la bibliografía^{6,7}.

IV.2.- Factores que influyen en el diseño de un reactor de lecho fluidizado, problemas comunes que se presentan durante su operación y medidas correctivas.

Para poder diseñar un sistema de lecho fluidizado, es un requisito importante estar familiarizado con las caracte--

rística del polvo que se va a manejar. Como primer punto, - se debe checar la clasificación Geldart⁸ del material en cuestión: Un requerimiento fundamental para poder obtener una - equivalencia hidrodinámica entre material usado en el laboratorio y material usado a una escala mayor, P. ej. Planta piloto, requiere que ambos entren en la misma clasificación. - La extrapolación de resultados de una clase a otra no se recomienda en absoluto.

En la tabla IV.3 se enlistan los efectos de las propiedades del material a fluidizar sobre el diseño del equipo.

TABLA IV.3

PARAMETRO	PRINCIPAL INFLUENCIA SOBRE EL DISEÑO
Tamaño y densidad de la partícula	Requerimientos de flujo de gas, valores clave en muchas correlaciones
Peso específico conjunto de las partículas	Volumen de tolvas, capacidad de alimentadores
Distribución de tamaños y densidades	Elutriación, equipo separador gas-sólido, segregación
Resistencia al arrastre	Diseño del distribuidor, ciclones
Forma de la partícula	Solo es factor si la forma es extrema. (muy angular ó plana)
Limitaciones de temperatura	Requerimientos para enfriamiento -- del lecho, necesidad de aislamiento

(Continuación)

TABLA IV.3

PARAMETROS	PRINCIPAL INFLUENCIA SOBRE EL DISEÑO
Abrasividad, corrosi <u>vidad</u> .	Materiales de construcción, ubica <u>ción</u> de superficies de transferen <u>cia</u> de calor, diseño del plato dist <u>ribuidor</u>
Aglomeracióno propie <u>dades</u> cohesivas	Segregación, uso de agitadores, me <u>dios</u> para sacar al producto, veloci <u>dad</u> del gas.

Continuación, en la tabla IV.4 se enlistan algunos problemas que se presentan comúnmente durante la operación de un lecho fluidizado experimental, así como las medidas -- preventvas ó correctivas que deben tomarse en cada caso.

TABLA IV.4

PROBLEMA	MEDIDA PREVENTIVA O CORRECTIVA, AS <u>PECTOS</u> A CONSIDERAR
Segración de sólidos	Velocidad alta de gas, distribui <u>dor</u> uniforme, evitar elementos in <u>ternos</u> demasiado cercanos. Los sólidos provenientes del ciclón de <u>ben</u> de recircularse cerca del plato distribuidor.
Bloqueo del plato -- distribuidor	Mallas sobre los orificios, alta velocidad de gas, plato distribui <u>dor</u> accesible ó intercambiable.
Distribución deficien <u>te</u> de gas	Distribuidor intercambiable, alta caída de presión a través del plato, mallas para impedir el bloqueo de orificios

(Continuación)

TABLA IV.4

PROBLEMA	MEDIDA PREVENTIVA O CORRECTIVA, ASPECTOS A CONSIDERAR
Arrastre de partículas	Impedir formación de jets, disminuir velocidad del gas.
Aglomeración de partículas	Variar temperatura, secar el aire de entrada, aumentar velocidad de gas, eliminar zonas muertas, agregar sólidos inertes.
Baja conversión	Cambiar condiciones de operación -- (TP, velocidad del gas, composición), uniformidad de distribución.
Escape de humos nocivos.	Prueba de fugas (burbuja de jabón)
Ruptura de tubería	Reducir erosión y vibración del -- equipo, considerar expansión térmica, aumentar soportes de tubería.

IV.3.- Instrumentación.

La naturaleza de la instrumentación de un reactor de lecho fluidizado dependerá del tipo y número de aspectos que se deseen estudiar. A nivel experimental es posible realizar, en el reactor de lecho fluidizado, diferentes estudios, entre los que se encuentran los estudios acerca de las características de burbujeo^{9,10,11} mediante el uso de técnicas fotográficas, estudios sobre la fluctuación de la porosidad

ó espaciamiento interparticular en el lecho fluidizado, velocidad de burbujas y otros aspectos mediante la ayuda de mediciones de capacitancia del lecho^{12,13}, Estudios sobre mezclado de sólidos usando trazadores magnéticos químicamente activos ó radioactivos¹⁴⁻¹⁷; patrones de mezclado de gas, en donde se emplean diversas técnicas de muestreo de gas¹⁸⁻²⁰, estudios de cinética de reacción que no son tan comunes debido a que la hidrodinámica de la fluidización aún no ha sido completamente comprendida, estudios de transferencia de calor²¹⁻²⁴ y finalmente, estudios acerca del arrastre de particular²⁴⁻²⁷.

En la tabla IV.5 se enlistan las necesidades comunes de instrumentación para un reactor de lecho fluidizado experimental, así como su ubicación.

IV.4.- Diseño y construcción del reactor del lecho fluidizado.

Antes de entrar de lleno a la parte que corresponde al diseño del reactor. es importante mencionar que en todo diseño existe un compromiso entre los requerimientos operativos, la funcionalidad, la disponibilidad y/o facilidad de construcción de los elementos del equipo y por último, sin

TABLA IV.5

PROPIEDAD	POSICION	COMENTARIOS
Temperatura	En la corriente de entrada del gas	Termopar en línea de alimentación ó caja de vientos.
Temperatura	Lecho	Termopar en la región densa - del lecho.
Temperatura	Cámara de expansión	Series de termopares ubicados a intervalos regulares de distancia.
Perfil de presión	Lecho	Tomas a intervalos regulares conectadas a manómetros.
Caída de presión	Plato distribuidor	Tomas justo encima y por debajo del plato distribuidor
Fluctuación de presión	Lecho	Tomas sobre el plato distribuidor
Composición del gas	Entrada de gas	Muestreo en la alimentación - de gas ó en la caja de vientos
Composición del gas	Cámara de expansión	Tubos de muestreo.
Composición del gas	Salida	Muestreo encima del lecho ó a la entrada de ciclones
Composición de sólidos	Lecho	Muestreo mediante un dispositivo ó una puerta de salida.
Composición de sólidos	Salida, Entrada	Procedimientos para coleccionar muestras representativas.
Flux de calor	Chaqueta, tubos	Termopares en la parte interna y externa.
Profundidad del lecho	Lecho	Mirilla, perfil de presiones, sensor bajado desde arriba, - rayos gama

ser menos importante, los aspectos de carácter económico.

Como primer punto, deben de confrontarse los requerimientos operativos con las posibilidades reales con que --- cuenta el lugar en donde se realiza el proyecto. Se debe - establecer, como primera tentativa, un bosquejo general par tiendo de la síntesis de los aspectos teóricos, así como de información de carácter empírico que se haya recabado en la literatura en relación con el proceso que se desea llevar a cabo. Se debe definir cuál o cuáles son los elementos que tienen una mayor influencia con respecto al comportamiento final del proceso y establecer, cuando las haya, las posi-- bles alternativas que existan en cada caso. Una vez que se han establecido los requerimientos y sus posibles satisfac-- tores, los elementos de juicio que permitirán aceptar ó de-- sechar cualquier alternativa serán los mencionados al ini-- cio de esta sección.

Hasta el momento solo se ha mostrado la secuencia ló-- gica que debe utilizarse cuando se pretende emprender una ta rea de diseño desde un punto de vista general, sin embargo, en el caso de un reactor de lecho fluidizado, debido a su -- complejidad y a las limitaciones en cuanto a la predicción - de su comportamiento mediante un modelo matemático, el dise ño toma un carácter marcadamente empírico. Esto no quiere -

decir que el diseño de un reactor de lecho fluidizado alcanza su nivel óptimo después de un tedioso y costoso proceso de prueba y error, sino que, se hace uso de correlaciones empíricas confiables como punto de partida para el diseño de los elementos cruciales del equipo.

A continuación se presentará el diseño y detalles de construcción de los componentes del reactor de lecho fluidizado experimental, haciendo una justificación detallada de las características de los componentes cruciales de equipo, que desde el punto de vista operativo son el plato distribuidor y las dimensiones del lecho.

Como se mencionó en el capítulo de fundamentos de fluidización, existen seis tipos de regímenes de flujo, una vez que se ha alcanzado la fluidización agregativa. El problema que se presenta es definir que régimen de flujo posee las mejores características de transferencia de masa y calor así como ventajas desde el punto de vista operativo, para determinar en que medida se puede influir mediante el diseño y a partir de las características del material a fluidizar, en el régimen de flujo presente durante la operación del reactor.

La reacción de cloración selectiva requiere de tempe-

ratura del orden de 600 a 800°C. En el presente diseño se contempla la posibilidad de alimentar una pasta compuesta de arcilla caolínica y ácido clorhídrico líquido. Desde un punto de vista operativo, el hecho de alimentar una pasta implica la necesidad de evitar trozos aglomerados lleguen a taponar el plato distribuidor de gas. Si el régimen de flujo fuera particulado existirían dos posibilidades. Si la pasta alimentada tiene una densidad menor a la de la fase en emulsión, la fuerza boyante que actúa sobre ella provocaría que la pasta aglomerada permanezca flotando, con pocas posibilidades de desintegrarse. Si por otra parte, la pasta tiene una densidad mayor a la del lecho, se hundirá hasta entrar en contacto con el plato distribuidor y causar el taponamiento de sus orificios. Sin embargo, es poco frecuente encontrar un régimen de flujo de este tipo en sistema de fluidización gas-sólido. En estos sistemas generalmente las velocidades UmB y UmF coinciden por lo que el régimen particulado no llega a presentarse²⁹.

Por otra parte, un régimen turbulento a pesar de ser adecuado desde el punto de vista de que la marcada agitación permitiría una más rápida desintegración de la pasta, presentaría problemas en cuanto al arraste de partículas, por lo que también puede considerarse indeseable.

En regimen pulsante deberá evitarse, ya que si la -- pasta es alimentada en el momento en que se produce una pul-- sación, las probabilidades de que llegue hasta el plato dis-- tribuidor serán considerables. Además la transferencia de nasa y de calor es menor que en otros regimenes de flujo³⁰.

El regimen burbujeante presenta las mejores caracte-- rísticas, tanto desde el punto de vista de fenómenos de trans-- ferencia, como desde el punto de vista operativo, ya que la marcada agitación producida por la presencia de burbujas as-- cendentes en el lecho, provoca un mejor mezclado³¹, lo cual permitiría la desintegración de la pasta. Con el fin de con-- seguir más fácilmente esta desintegración, deberá estar pre-- sente la condición de máximo burbujeo. Para evitar que, du-- rante la operación del reactor con el lecho en condiciones - de máximo burbujeo, se presente el regimen pulsante se propo-- ne una relación H/D lo suficientemente pequeña que impida - la formación de burbujas de diámetro igual al diámetro del - reactor. Generalmente una relación H/D menor a 0.5 permiti-- rá conseguir este objetivo³². Esta relación constituye el - primer criterio de diseño.

El plato distribuidor debe ser diseñado cuidadosamen-- te ya que de su buen funcionamiento dependerá la adecuada -- operación del reactor. El parámetro relacionado con las ca--

racterísticas del plato es la caída de presión en condiciones de fluidización mínima. Para determinar ΔP_{mF} es necesario calcular U_{mF} teórica para lo cual existen varias correlaciones empíricas mencionadas en el capítulo III. Aquí -- utilizaremos una correlación del tipo III3.1 con los valores de C_1 y C_2 recomendados por Grace³³ por ser éstos producto de un análisis estadístico de una gran cantidad de resultados experimentales.

$$Re_{mF} = ((27.2)^2 + 0.0408 Ga)^{1/2} - 27.2$$

..... (III3.1)

donde $G_A = \frac{\bar{d}_p^3 (P_s - P_g) P_g G}{2}$ y $Re_{mF} = \frac{P_g \bar{d}_p U_{mF}}{\mu_g}$

El diámetro promedio de la partícula se determina mediante el análisis granulométrico y la siguiente expresión³⁴:

$$\bar{d}_p = \frac{1}{\sum \frac{X_i}{d_i}}$$

..... (IV5.1)

X_i = Fracción en peso de las partículas de diámetro d_i .

Se llevó a cabo el análisis granulométrico de una muestra de arcilla caolínita. Los resultados de dicho análisis se muestran en la siguiente tabla.

Peso muestra= 51.386 gr.

Malla	d _i (mm)	peso	x _i	X _i acum	X _i /d _i	X _i /d _i acum
20	0.841	0.394	0.008	0.008	0.009	0.009
40	0.420	4.286	0.083	0.091	0.198	0.207
60	0.250	13.343	0.260	0.351	1.040	1.247
80	0.177	19.258	0.375	0.726	2.119	3.366
100	0.149	10.585	0.206	0.932	1.382	4.748
120	0.125	2.387	0.046	0.978	0.368	5.116
150	0.105	0.787	0.015	0.993	0.143	5.259
-150	0.074	0.210	0.004	0.997	0.054	5.313

$$\sum \frac{X_i}{d_i} = 5.313$$

$$\bar{d}_p = \frac{1}{5.313} = 0.188 \text{ mm}$$

La densidad de la arcilla caolínica es de 2.63 gr/cm³. Las propiedades del aire a 700°C fueron calculadas por la ecuación de Chapman-Enskog²⁵ y la ecuación de gas ideal - en:

$$P_g = 3.3 \times 10^{-4} \text{ gr/cm}^3$$

$$\mu_g = 4.28 \times 10^{-4} \text{ poise}$$

El número de Galileo para el sistema es:

$$Ga = \frac{(0.0188)^3 (2.63 - 3.3 \times 10^{-4}) (3.3 \times 10^{-4}) (980)}{(4.28 \times 10^{-4})^2}$$

$$Ga = 30.85$$

De aquí calculamos el número de Reynolds y la U_{mF} :

$$Re_{mF} = ((27.2)^2 - 0.0408(30.85))^{1/2} - 27.2$$

$$Re_{mF} = 0.02313$$

$$U_{mF} = \frac{(0.02313)(4.28 \times 10^{-4})}{(3.3 \times 10^{-4})(0.0188)} = 1.595 \text{ cm/s}$$

Para determinar la caída de presión a través del lecho en condiciones de mínima fluidización se utiliza la ecuación de Ergun³⁶, introduciendo como datos la U_{mF} , el factor de forma ϕ y la fracción de espacios vacíos en condiciones de mínima fluidización. ϵ_{mF} .

$$\frac{\Delta P_{mF}}{L_{mF}} = 150 \frac{(1-\epsilon_{mF})^2}{\epsilon_{mF}^3} \frac{\mu U_{mF}}{(\phi_s d_p)^2} + 1.75 \frac{(1-\epsilon_{mF})}{\epsilon_{mF}^3} \frac{\rho_g U_{mF}^2}{\phi_s d_p} \quad (IV4.2)$$

el factor de forma está definido por:

$$\phi_s = \frac{\text{área superficial de una esfera de igual } \bar{d}_p}{\text{área superficial real}}$$

Wen y Yu³⁷ propusieron una correlación entre ϕ_s y ϵ_{mF} sosteniendo que la fracción de espacios vacíos en condiciones de mínima fluidización es una función de la forma de la partícula.

$$\epsilon_{mF} = (14 \phi_s)^{1/3} \quad (IV4.3)$$

En la literatura³⁸ se encuentra que la arcilla pulve-
rizada tiene un factor de forma de 0.75, por lo que m_F toma
un valor de:

$$\epsilon_{mF} = (14(075))^{-1/3} = 0.456$$

Sustituyendo ambos valores en la ecuación de Ergun tenemos:

$$\frac{\Delta P_{mF}}{L_{mF}} = 150 \frac{(1-0.456)^2 (4.28 \times 10^{-4}) (1.595)}{(0.456)^3 ((0.75)(0.0188))^2} + 1.75 \frac{(1-0.456)}{(0.456)^3}$$

$$\frac{(3.3 \times 10^{-4}) (1.595)^2}{(0.75)(0.0188)}$$

$$\frac{\Delta P_{mF}}{L_{mF}} = 1608.4 \frac{\text{dinas/cm}^2}{\text{cm}}$$

L_{mF} es la profundidad del lecho en condiciones de fluidiza-
ción mínima y para ser determinada requiere de consideracio-
nes adicionales. A continuación se desarrollarán estas con-
sideraciones.

Cuando la velocidad del gas a través del lecho flui-
dizado es elevada por encima del valor de U_{mF} , el lecho se -
expande a alturas definidas para diferentes velocidades del
gas, con la condición de que esta velocidad no sea tan eleva-
da como para transportar neumáticamente a las partículas. --
Leva³⁹ encontró que la altura del lecho a una determinada ve-
locidad por encima de U_{mF} puede ser determinada

encima de U_{mF} puede ser determinada por la relación:

$$L_f = R L_{mF} \quad \dots\dots\dots (IV4.4)$$

donde R es igual a:

$$R = \frac{(1 - \epsilon_{mF})}{(1 - \epsilon_F)} \quad \dots\dots\dots (IV4.5)$$

Leva³⁹, al igual que Shen y Johnstone⁴⁰ encontró que a fracciones mayores a $\epsilon_F = 0.65$, la columna fluidizada no -- presenta una superficie definida ya que exhibe una zona densa en la parte inferior del lecho, una zona difusa en la parte superior y una zona de transición en la región intermedia. Para tener, de acuerdo con estas observaciones, una superficie definida en el lecho, ϵ_F debe ser menor ó igual a 0.65. Tomando este valor calculamos R:

$$R = \frac{(1 - 0.456)}{(1 - 0.65)} = 1.55$$

Si $R = 1.55$ entonces:

$$L_f = 1.55 L_{mF}$$

De esta relación se puede concluir que para tener -- una superficie perfectamente definida la altura máxima del -- lecho será 1.55 veces mayor a la altura del lecho en condiciones de mínima fluidización. Esto es un dato importante --

cuando se desea efectuar la salida del producto sólido por derramamiento en la parte superior del lecho. La ubicación de la altura máxima del lecho estará definida por la ubicación de la salida del producto y ésta a su vez por las dimensiones de la zona del reactor destinada para llevar a cabo la fluidización. Para determinar estas dimensiones es necesario tomar en cuenta varios factores como las características de los materiales de construcción y su disponibilidad.

En la zona por encima del lecho es conveniente, con el fin de disminuir el arrastre de partículas, un gradual aumento del área de sección transversal ya que con esto se logra disminuir gradualmente la velocidad del gas ascendente a valores cercanos ó por debajo de las velocidades terminales de las partículas originalmente arrastradas⁴⁰. La justificación de este aumento se puede hacer recordando, como se mencionó en el capítulo III, que la constante de la velocidad de elutriación es directamente proporcional al cuadrado de la diferencia entre la velocidad del gas y la velocidad terminal de la partícula. Disminuyendo esta diferencia se tendrá una velocidad de elutriación menor.

Los materiales de construcción para la zona del lecho y la de expansión o sea, la zona ubicada por encima del lecho, deben ser capaces de resistir temperaturas de alrede-

dor de 700°C y una atmósfera de ácido clorhídrico gaseoso. Tomando como elemento de juicio los requerimientos físicos y las posibilidades económicas y de disponibilidad con que se cuenta en el lugar donde se desarrolla esta tesis, se decidió hacer el cuerpo del reactor con ladrillos refractarios.

Las dimensiones de cada ladrillo se muestran en la figura IV.6

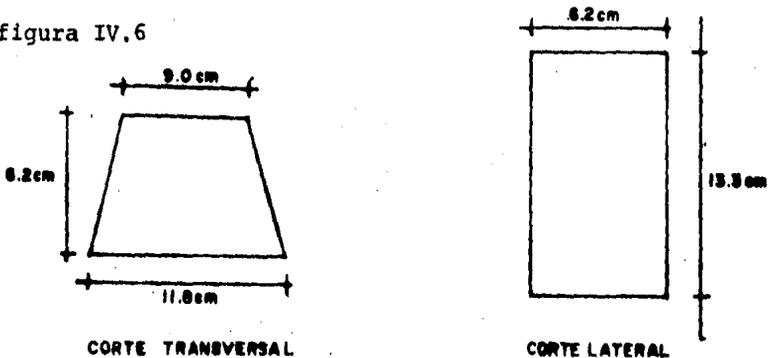


Fig. (IV.6)

El diámetro interno del lecho fué fijado de acuerdo con los siguientes criterios:

- a) Debe ser lo suficientemente grande para permitir un trabajo manual dentro de él.
- b) Debe ser lo suficientemente pequeño para evitar un excesivo gasto en materiales de construcción así como en capacidad de soplado.

Tomando en cuenta los puntos anteriores se decidió - establecer el diámetro interno inicial como 27 cm. El diámetro externo queda establecido por el grosor de los ladrillos y es igual a 39.4 cm. Para calcular el número de ladrillos necesario para lograr una circunferencia se calcula el perímetro y se divide entre el ancho de la cara externa del ladrillo, en este caso 11 cm:

$$\# \text{ de ladrillos} = \frac{(39.4)}{11.8} = 10.48 \approx 11 \text{ ladrillos}$$

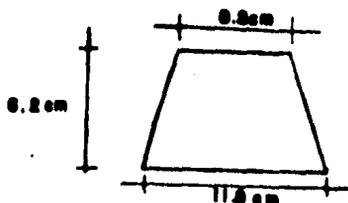
con 11 ladrillos tenemos un perímetro externo de 129.8 cm. y un diámetro externo de:

$$\frac{129.8}{11} = 41.3 \text{ cm}$$

Si ahora restamos a este diámetro la distancia ocupada por - el grosor de los ladrillos, tenemos:

$$41.3 - 2(6.2) = 28.9 \text{ cm}$$

Este valor represente el diámetro interno. Calculamos el perímetro interno y lo dividimos entre 11, que es el número de ladrillos con lo que obtenemos el ancho requerido en la capa interna del ladrillo. Este ancho tiene un valor de 8.25 cm por lo que se requerirá maquinar los ladrillos -- desde sus dimensiones originales hasta las siguientes:



Se decidió que los ladrillos de la cámara de expansión quedaran exactamente sobrepuestos a los ladrillos inferiores con el fin de proporcionar una configuración interna lo más regular posible. Las características de los 11 ladrillos superiores se muestran a continuación:

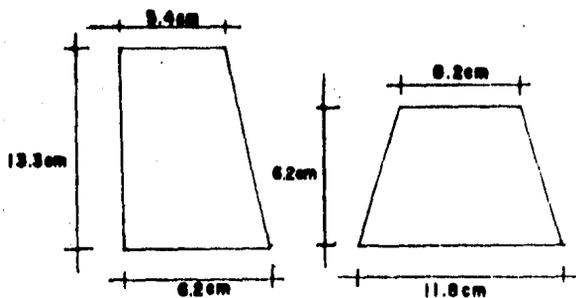


Fig. IV.7

Para unir los ladrillos y construir el cuerpo del reactor se utilizó un mortero refractario de la siguiente composición:

	% en Peso
Fluorosilicato de sodio	5.7
Harina de cuarzo ó sílice	51.4
Silicato de Sodio	42.9

La altura total del cuerpo del reactor fué fijada en 27.0 cm que es la correspondiente a la altura de dos ladrillos. La apariencia final del cuerpo del reactor así como sus especificaciones se muestran en la siguiente figura:

Con el fin de llenar los requerimientos de temperatura en el lecho se decidió colocar una resistencia interna, la cual tiene un grosor de 2.5 cm. Considerando el espacio ocupado por la resistencia interna, el diámetro interno real donde se llevará a cabo la fluidización es de 22 cm, mientras que la altura de esta zona queda fijada por la altura del la drillo en 13.3 cm. La decisión de fijar la altura del lecho en este valor respondió a que, además de que se cumplen los requerimientos de H/D , se facilita la ubicación de la cavidad a través de la cual se efectuará la salida del producto sólido.

En este momento es posible definir de una manera fundamentada la profundidad del lecho en condiciones de mínima fluidización, LmF , tomando en cuenta el hecho de que se pre-

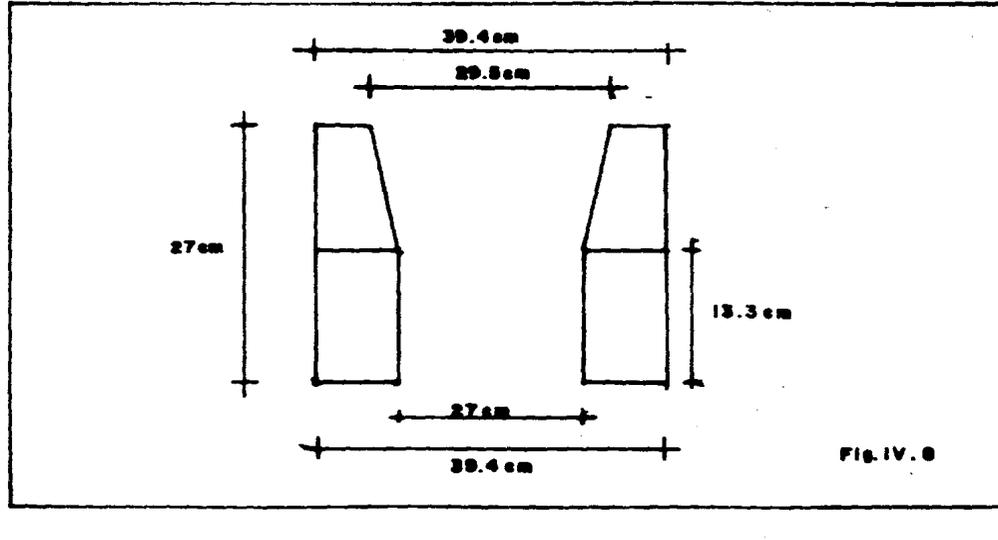


Fig. IV. 8

tende que la salida del producto sólido se lleve a cabo por derramamiento en la parte superior del lecho, por lo que en el momento de llevar a cabo este derramamiento el lecho estará en una condición de expansión máxima. Esto significa que el lecho en máxima expansión tendrá una profundidad igual a la altura de la zona del reactor destinada a la fluidización, es decir, 13.3 cm. Retomando la relación IV5.4 propuesta por Leva³⁹, L_{mF} tiene un valor de:

$$L_{mF} = \frac{13.3}{1.55} = 8.6 \text{ cm}$$

Como ya se conoce el valor de L_{mF} , se determina, a partir del resultado de la ecuación IV5.2 la ΔP_{mF} :

$$\Delta P_{mF} = 1608.45 \times 8.6 = 13832.67 \frac{\text{dinas}}{\text{cm}^2}$$

Davidson propuso que para propósitos prácticos de uniformidad de distribución en el gas, es recomendable, cuando se trabaja con lechos de relación H/D menores a 0.5, hacer la caída de presión a través del plato distribuidor un 30% de la caída de presión a través del lecho en condiciones de fluidización mínima:

$$\Delta P_d = 0.3 \times 13832.67 = 4149.8 \frac{\text{dinas}}{\text{cm}^2}$$

Una vez que la caída de presión a través del plato ha sido especificada de esta manera, la velocidad del gas a través de cada orificio es calculado con la ecuación IV1.4 con un valor de $C_d=0.01$ correspondiente al número de Reynolds del lecho $R_{EB}=27$:

$$U_{or} = 0.01 \left[\frac{2(4149.8)}{3.3 \times 10^{-4}} \right]^{1/2}$$

$$U_{or} = 50.15 \text{ cm/s}$$

Ahora se calcula el número de orificios mediante la relación IV1.5, que es producto de un balance de masa en el sistema:

$$N_{or} = \frac{(1.595)(22)^2}{(50.15)(0.15875)} = 610.8 \approx 611 \text{ orificios}$$

El material de construcción para el plato distribuidor debe resistir la acción corrosiva del ácido clorhídrico gaseoso, así como temperaturas de alrededor de 700°C . El material idóneo para el plato distribuidor sería un material refractario, pero debido a las limitaciones económicas se decidió utilizar lámina de acero al carbón (lámina negra), la cual después de ser dimensionada y perforada, será sujeta a un porcelanizado.

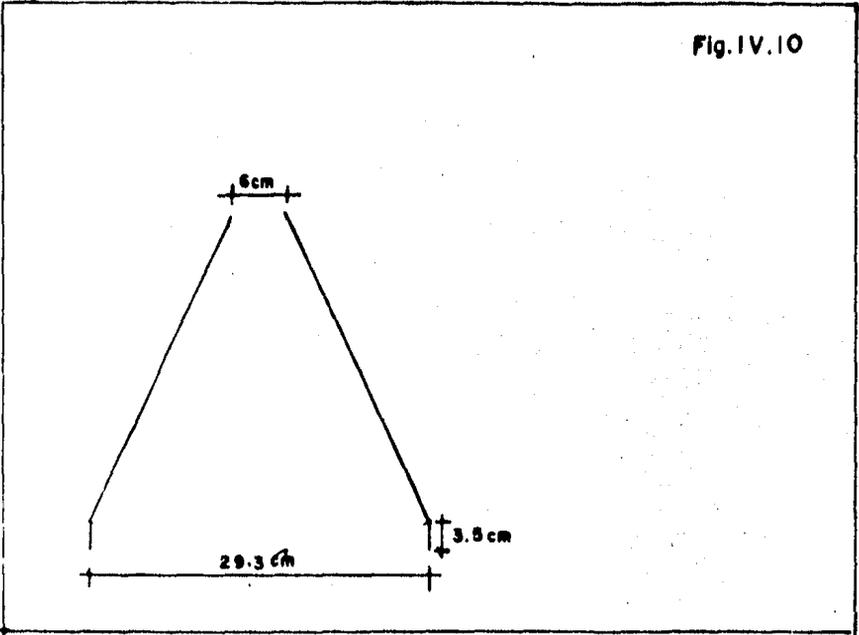
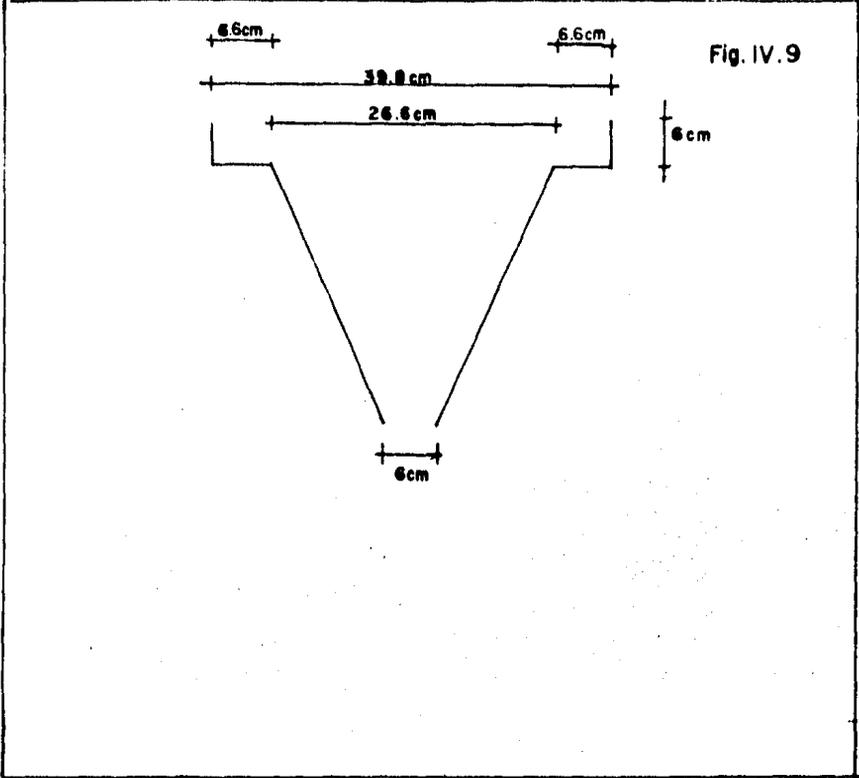
Es conveniente señalar que, partiendo de que mien---
tras menor sea el diámetro de los orificios y mayor su número, se obtiene una mejor distribución del gas, se fijó como diámetro de orificio al diámetro más pequeño de broca comercial, es decir, 0.15875 cm. o sea 1/16 de pulgada.

Para complementar la acción del sistema interno de calentamiento se decidió precalentar el aire mediante una resistencia externa, lo cual introdujo la necesidad de utilizar tubería de material refractario que fuera capaz de conducir el aire precalentado con las mínimas pérdidas posibles de calor. La tubería disponible en el lugar donde se realiza esta tesis tiene un diámetro interno de 5 cm.

La caja de vientos debe ser capaz de conectar al plato distribuidor con la tubería introductora de gas. Tomando en cuenta la relación de diámetros entre el plato y la tubería, y estableciendo que la conexión deberá realizarse en la parte inferior de la caja de vientos, por razones de facilidad de construcción, la forma de ésta debe ser cónica, es decir, en forma de un cono invertido. La caja de vientos debe también cumplir la función de sujetar y fijar el plato distribuidor en la zona inferior del cuerpo del reactor y quedar a su vez herméticamente integrado al reactor para evitar fugas. Esto se logra proporcionando al cono invertido una -

extensión horizontal de una longitud igual al grosor del la drillo y además una ceja vertical que permita el perfecto - ensamble de la caja de vientos al cuerpo del reactor. Como material de construcción se eligió lámina de acero al carbono, debido a que se puede conformar con una facilidad relati va. Como en el caso del plato distribuidor, una vez que se han cumplido las especificaciones de forma para la caja de - vientos, ésta se someterá a un porcelanizado. En la figura IV.9 se muestran las dimensiones finales de la caja de vientos.

En la parte superior del reactor, es necesaria una - tapa que permita dirigir los gases de salida hacia el sistema de separación gas-sólido. Su forma es cónica y en la par te inferior tiene cejas verticales que permiten su inser -- ción en la cavidad superior interna del cuerpo del reactor. El material de construcción será el mismo que para la caja - de vientos, por cuestiones de facilidad de construcción, y - una vez conformado será porcelanizado. La parte superior -- del cono se inserta en un codo de material refractario de -- 6.5 cm de diámetro interno, a cuya salida se conecta el siste ma de separación gas-sólido. Las dimensiones de la tapa - del reactor se muestran en la figura IV.10. Como la cavidad superior interna del cuerpo del reactor no era exactamente - circular se tuvo que ajustar la dimensión final de la ceja -



a las dimensiones exactas de la cavidad. La caja exterior - de la caja de viento estuvo sujeta a un ajuste similar. En la figura IV.11 se muestra del cuerpo del reactor y la caja de vientos así como la colocación de la tapa.

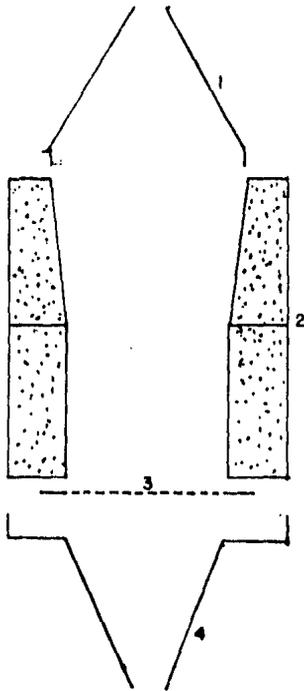
Para sostener el reactor se construyó una estructura soporte con ángulo de acero de 1/4 de pulgada. Sus características se muestran en la figura IV.12. En cuanto al sistema de alimentación de sólidos, partiendo del hecho de que se requiere alimentar una pasta, las opciones que hay, de acuerdo con la naturaleza del material a alimentar, también considerando las limitaciones económicas, son dos:

- Alimentación por gravedad mediante tolva
- Alimentador de tornillo.

Las características deseables del sistema de alimentación elegido son las siguientes:

- Debe permitir un control adecuado de la velocidad de alimentación.
- Como en el interior del reactor existen corrientes ascendentes de ácido clorhídrico gaseoso, la alimentación debe ser tal que no exponga al operador al contacto directo -- con los gases.
- Debe ser capaz de manejar una pasta con las menores complicaciones posibles.

Fig. IV.11



- 1-Tapa
- 2-Cuerpo del reactor
- 3-Plato distribuidor
- 4-Caja de vientos

Fig. IV.12

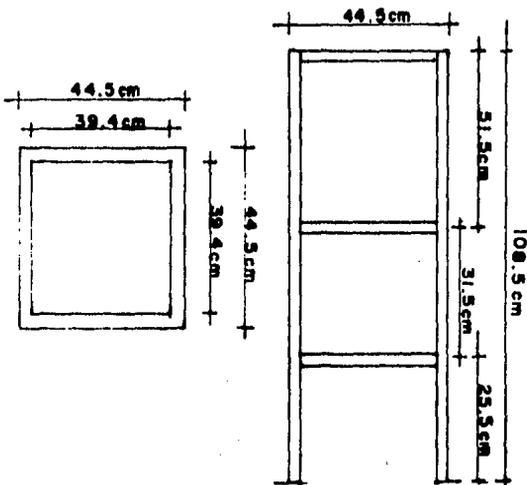


Fig. IV.13

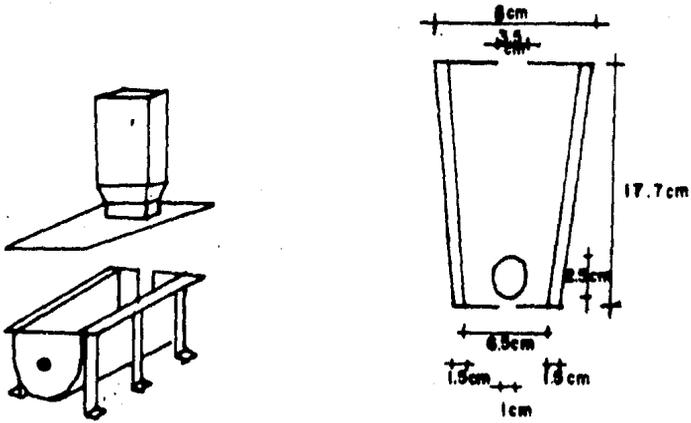
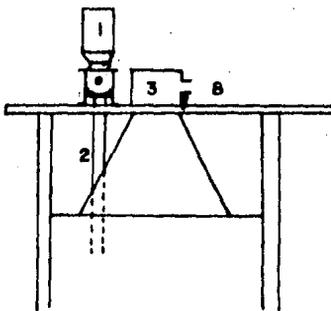
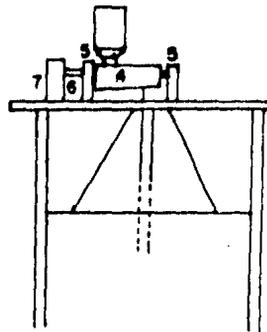


Fig. IV.14



- 1-Tolva
- 2-Tube de introduccion
- 3-Codo guia
- 4-Artes



- 5-Chumeceras
- 6-Flecha
- 7-Motor
- 8-A separador de polvos

Se eligió de acuerdo con estos tres puntos al alimentador de tornillo como el más adecuado. El tornillo se consiguió en un depósito de chatarra se rectificó y se procedió a construir la artesa de lámina de acero al carbono, doblada y sometida a un porcelanizado para protegerla de la acción corrosiva del ácido contenido en la pasta. En la parte superior de la artesa se colocó una tapa hermética la cual a su vez esta conectada a una tolva donde se recibirá la pasta que se quiere alimentar. En la parte inferior de la artesa, en el extremo opuesto a donde se ubica la conexión de la tolva existe un orificio circular conectado a un tubo de cuarzo el cual se encarga de conducir la pasta proveniente del tornillo al interior del reactor. Como la alimentación se va a hacer por la parte superior del reactor, es necesario colocar una plataforma que fije y sostenga al sistema de alimentación, así como una perforación en la tapa del reactor que permita la introducción del tubo de cuarzo del sistema de alimentación. Esta plataforma también debe cumplir la función de fijar y sostener al sistema de separación gas-sólido.

Retomando el tema del sistema de alimentación, el -- tornillo es dirigido por dos chumaceras ubicadas en los extremos de la artesa. Un motor eléctrico de 20 revoluciones por minuto conectado al tornillo mediante una flecha se en-

carga de darle movimiento. Las características de la artesa se muestran en la figura IV.13 y el sistema de alimentación se muestra en la figura IV.14.

El sistema de separación gas-sólido consiste en dos ciclones conectados en serie. Estos ciclones no fueron construidos ex-profeso, sino que, por estar disponibles en el lugar donde se desarrolla esta tesis y ante la imposibilidad económica de adquirir otros ciclones, se decidió utilizarlos. El sistema separador de sólidos se muestra en la fig. IV.15.

La salida de producto sólido se logra mediante un -- orificio ubicado exactamente por encima de la altura de la zona del reactor donde se lleva a cabo la fluidización, es decir, a 133cm de la base del cuerpo del reactor. Este orificio va conectado a su vez a una tubería inclinada, hacia abajo, de material refractario. En la figura IV.16 se muestra la salida de producto sólido.

La instrumentación requerida se enlista en la siguiente tabla.

TABLA IV.6

PROPIEDAD	POSICION	COMENTARIOS
Temperatura	Lecho	Se introduce por la parte superior del reactor un termopar protegido por un termopozo de acero inoxidable fritado.
Presión	Inmediatamente por encima del lecho	Se perfora la pared del reactor a la altura requerida y se introduce una toma de presión de cuarzo que será conectada a un manómetro.
Presión	Inmediatamente por encima del plato distribuidor	Se introduce una toma, la cual consiste de un tubo de cuarzo del mismo diámetro que el de las tomas de presión restantes
Presión	Justo por debajo del plato distribuidor	la toma consiste, al igual que las otras, de tubo de cuarzo.

Las tomas de presión estan situadas de manera tal -- que es posible medir las caídas de presión tanto a través -- del lecho, como a través del plato distribuidor y a través -- de ambos. Esto dependerá de cual par de tomas sea conectado al manómetro.

En cuanto al medidor de temperatura, éste se colocará justo al centro y a la mitad de profundidad del lecho, para dar una lectura lo más representativa posible de éste.

Fig. IV. 15

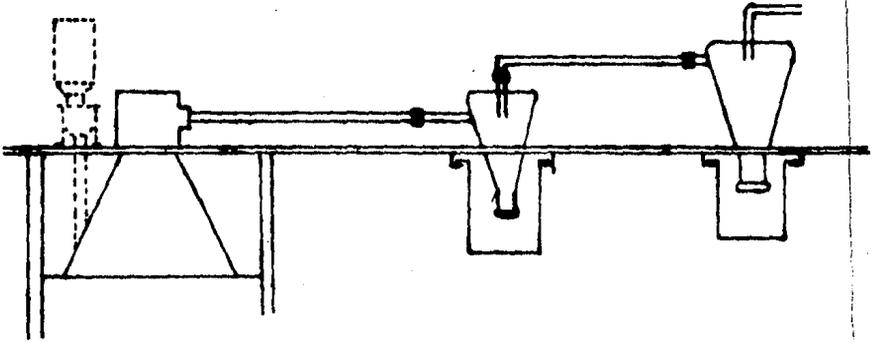
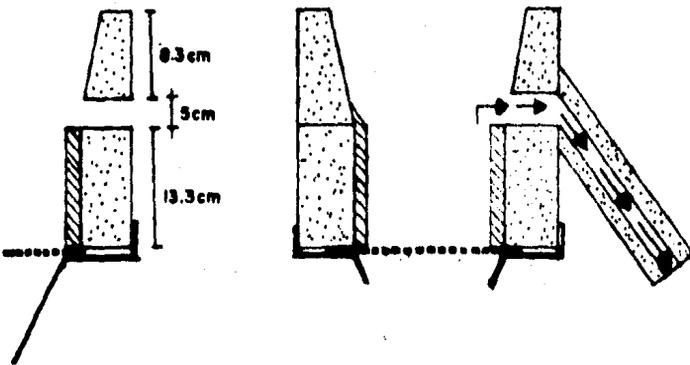
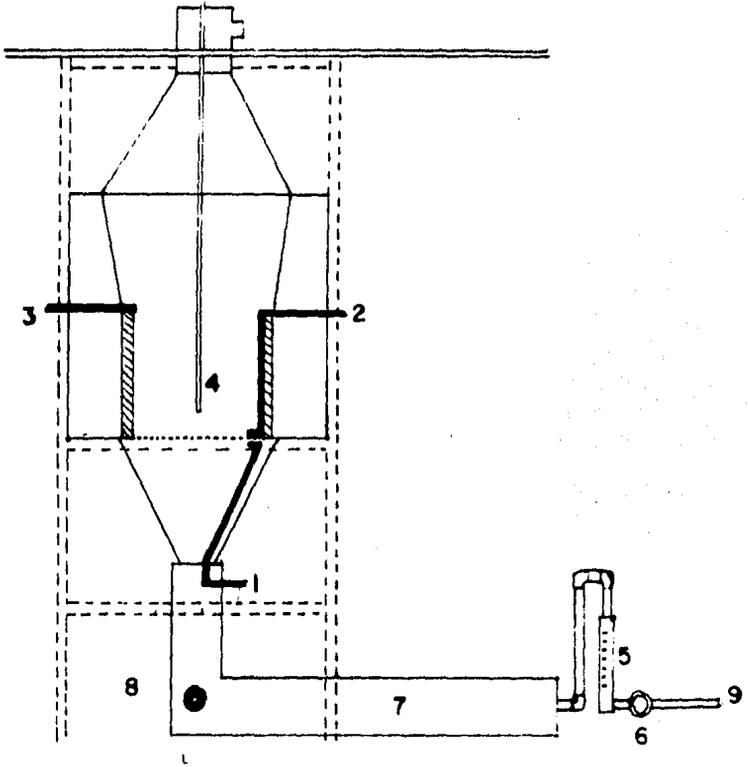


Fig. IV. 16



Para la medición del gasto de gas se colocará un ro
támetro cuyas características se especificarán posteriormente. La instrumentación del reactor se muestra en la figura IV.17.

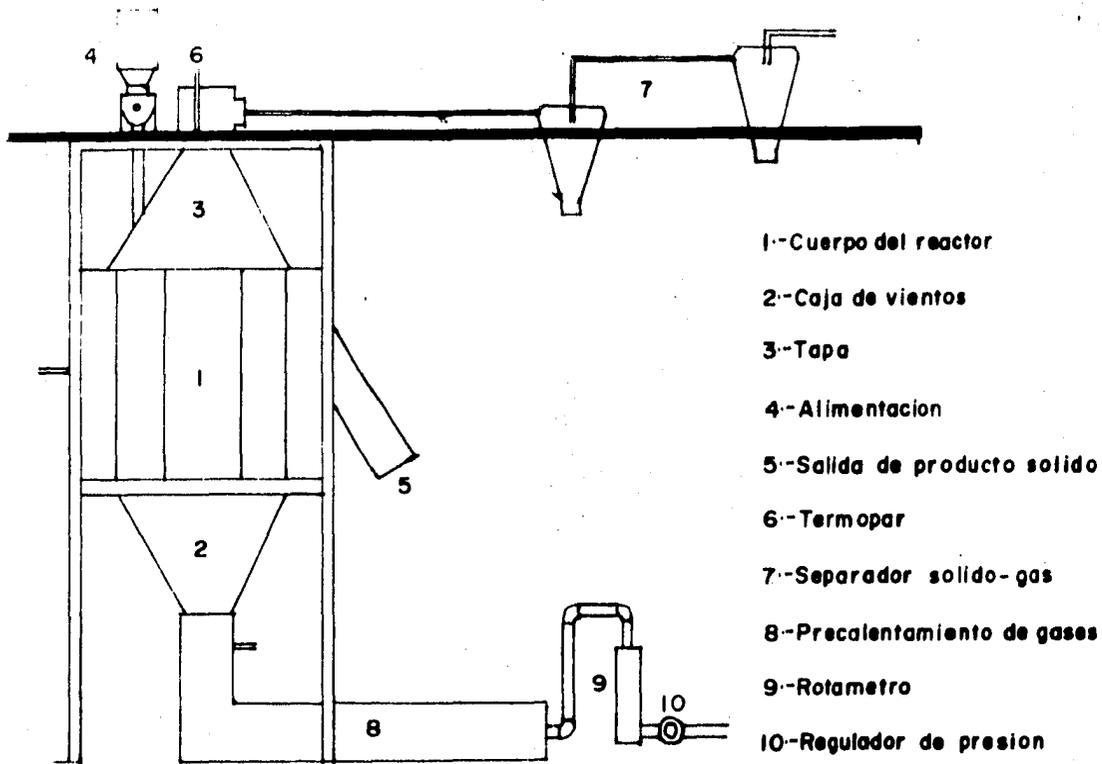
El sistema de precalentamiento de aire consiste de - una sección de tubería comercial de acero de diámetro interno de 1/2 pulgada con una longitud de 1.2 m. Esta tubería fué forrada con cinta de teflón y posteriormente con tela de asbesto para aislarla eléctricamente de la resistencia, la - cual fué enrollada a lo largo de la tubería. Una vez que esto se llevó a cabo, se forró con tela de asbesto y lana mineral hasta un grosor que permitiera su inserción en un tramo de igual longitud de tubería de material refractario con un diámetro interno de 5 cm. A la salida de esta tubería se colocó un codo que permitiera la conexión del sistema de preca
lentamiento de aire con la parte inferior de la caja de vientos. En el codo se perforó un orificio lateral de una pulgada de diámetro, al que se proporcionó una cuerda que permitiera la colocación de un tapón hermético de acero. La función de este orificio es permitir en un momento dado la salida de sólidos que hubieran quedado atrapado en la zona inferior a la caja de vientos. En la figura IV.17 se muestra el sistema de precalentamiento de aire y su conexión con la caja de vientos.



- 1-Toma de presión bajo el plato distribuidor
- 2-Toma de presión justo por encima del plato distribuidor
- 3-Toma de presión por encima del lecho
- 4-Térmopar
- 5-Rotámetro
- 6-Regulador de presión
- 7-Pre calentamiento de gases
- 8-Orificio de drenado
- 9-Línea de aire

Fig. IV.17

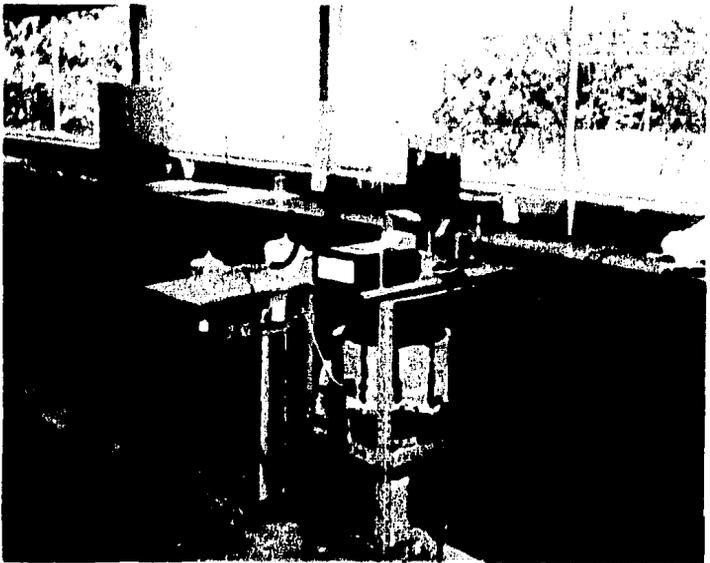
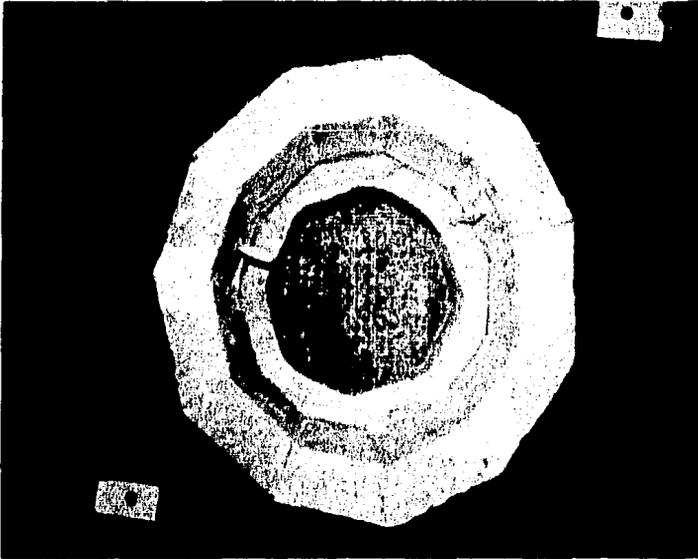
El rotámetro se colocará en la línea de aire justo - antes de entrar al sistema de precalentamiento. La totalidad del sistema de fluidización se muestra en la figura IV.18.

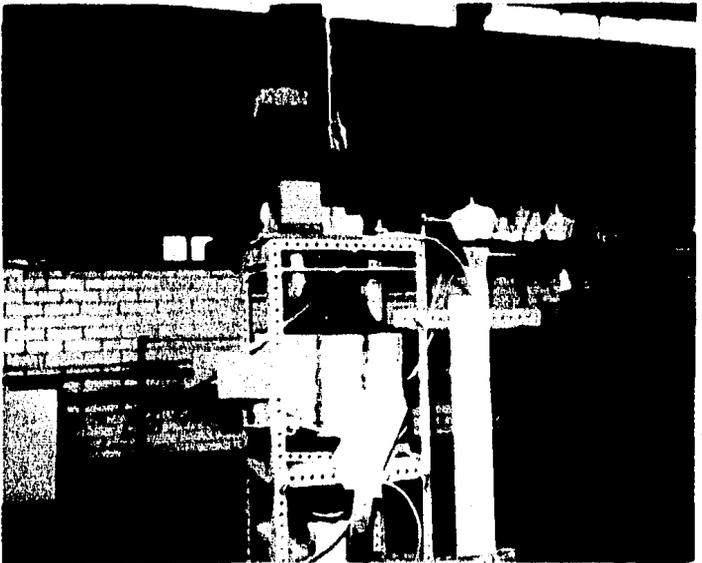
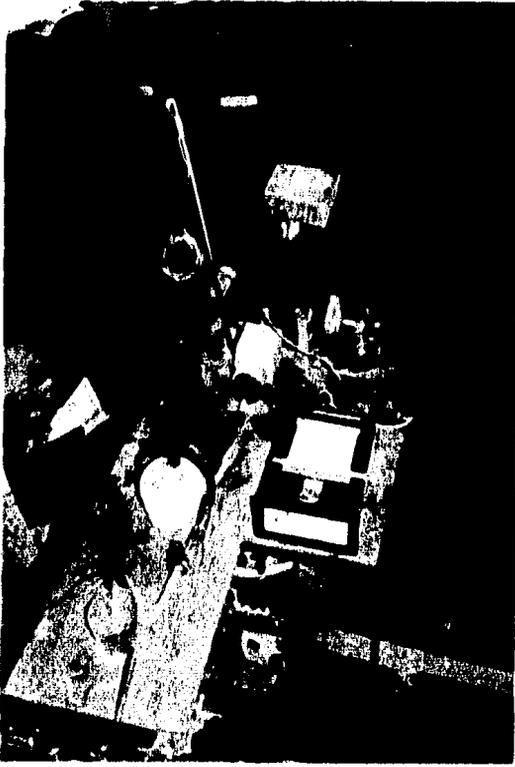


1.36a

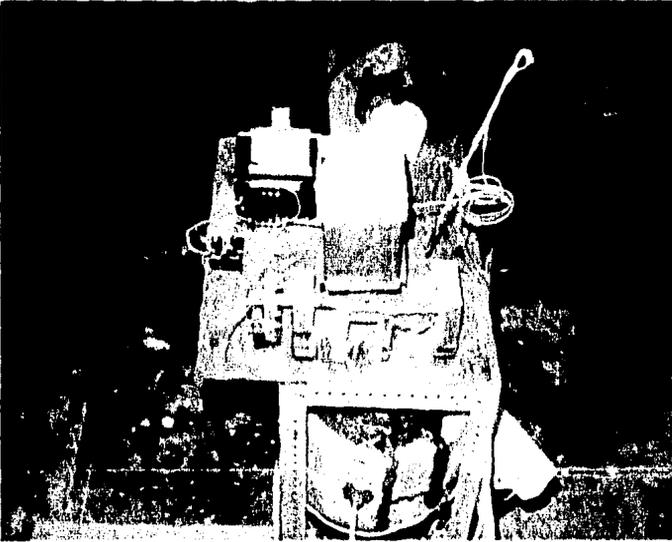
Fig. IV. 18

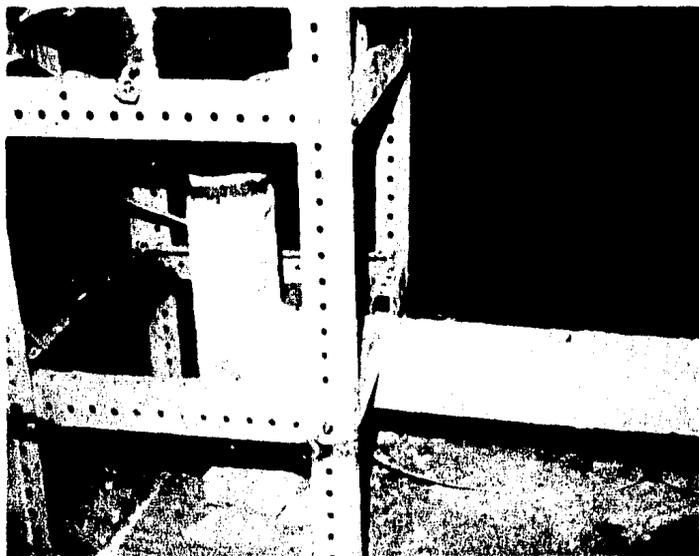
IV.5 Ilustraciones fotográficas de diferentes aspectos del reactor de lecho fluidizado experimental.



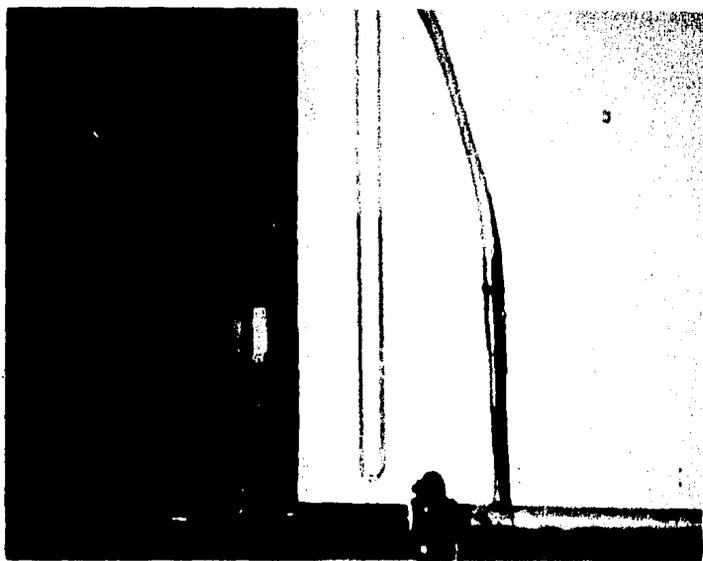








SISTEMA DE PRECALENTAMIENTO DE AIRE



MEDIDOR DE PLACA DE ORIFICIO

CONCLUSIONES

Una vez construido el reactor, se presentó la necesidad de utilizar un método alternativo para la medición del gasto volumétrico de aire, ya que no fue posible adquirir un rotámetro con las características requeridas por el sistema. En su lugar se utilizó un medidor de placa de orificio, cuya carta de calibración se presenta en el apéndice.

Antes de colocar y sellar la tapa del reactor se comprobaron los siguientes puntos:

-El tamaño de partícula más adecuado, bajo las condiciones reales de operación, se encuentra en el rango de malla 80 y malla 100 ($177\mu\text{m}$ - $150\mu\text{m}$).

-La distribución de aire a través del plato es uniforme.

-El régimen de flujo presente es, efectivamente, burbujeante.

Posteriormente, ya cerrado el reactor, se colocó el resto del equipo y se comprobó el funcionamiento adecuado de los sistemas de calentamiento, de medición de presión, de registro de temperatura y de medición de gasto volumétrico de aire.

Las observaciones derivadas de la puesta en marcha del reactor de lecho fluidizado experimental son las siguientes:

-Es necesario conectar un recipiente sellado en la salida de producto sólido con el fin de evitar la salida simultánea de gases de reacción.

-Se observó la adecuada separación de polvos en los ciclones.

-Será necesario recubrir con lana mineral al reactor para alcanzar, en un tiempo razonable, la temperatura de operación requerida.

-En relación a la medición de presión en el reactor, se utilizó un manómetro llenado con nujol, cuya densidad deberá ser evaluada en condiciones reales de operación para poder transformar los datos experimentales a unidades significativas de presión.

De esta manera queda cumplido el objetivo del presente trabajo, es decir, la construcción y la puesta en marcha de un reactor de lecho fluidizado experimental.

Queda como interesante tema de posteriores proyectos la optimización y aplicación de este reactor a la reacción de cloración selectiva de arcillas caolínificas para la obtención de alúmina.

NOMENCLATURA

A_p	área superficial de la partícula.
A_L	área transversal del lecho.
a''	área superficial externa por unidad de volúmen de sólido.
b	Coefficiente estequiométrico.
C_{AB}	Concentración de la especie "A" en la burbuja
C_{AC}	Concentración de la especie "A" en la nube
C_{AE}	Concentración de la especie "A" en la emulsión
C_{Ao}	Concentración de la especie "A" a la entrada del lecho.
C_{Aex}	Concentración de la especie "A" a la salida del lecho.
(C _{Ao}) _{ln}	Media logarítmica de la concentración a la entrada
C_{pg}	Capacidad calorífica del gas.
C_{ps}	Capacidad calorífica del sólido
\bar{d}_s	Diámetro promedio de la partícula
\bar{d}_B	Diámetro de la burbuja
D_m	Difusividad molar
D	Difusividad del gas
D_e	Difusividad efectiva del gas
E_f	Factor de forma de la partícula
$gF_g(x)$	Función de conversión para valores pequeños de τ
G	Aceleración debida a la gravedad
ΔG°	Cambio de energía libre (de Gibbs) estándar.
G_s	Flux molar de sólidos

G_0	Gasto másico.
G_a	Número de Galileo
H/D	Relación altura-diámetro del lecho
h_p	Coefficiente de transferencia de calor entre la burbuja y la partícula.
h_{BC}	Coef. de transf. de calor entre la burbuja y la nube
h_W	Coef. de transf. de calor entre el lecho y la pared
h_d	Coefficiente de transferencia de masa
K_E	Constante de elutriación
K_{BC}	Coefficiente de transferencia de masa entre la burbuja y la nube.
K_{CE}	Coefficiente de transferencia de masa entre la y la emulsión.
K_{BE}	Coefficiente de transferencia de masa entre la burbuja y la emulsión.
K	Constante de velocidad de reacción
L_{mf}	Profundidad del lecho en condiciones de fluidización mínima
L	Profundidad del lecho en una condición dada.
$N'_s h$	Número de Sherwood modificado
ΔP	Caída de presión a través del lecho
P_{mf}	Caída de presión en condiciones de fluidización mínima
$PE_p(x)$	Función de conversión para valores elevados de θ
Pr	Número de Prandtl

R_{Emf}	Número de Reynolds en condiciones de mínima fluidización.
R_{EP}	Número de Reynolds de partícula.
T_{gB}	Temperatura de gas en la burbuja
T_s	Temperatura del sólido
t^*	Tiempo (adimensional)
t^*_R	tiempo de residencia (adimensional)
U_0	Velocidad superficial de gas bajo condiciones dadas
U_{mf}	Velocidad superficial del gas en condiciones de fluidización mínima
U_{mb}	Velocidad superficial del gas en condiciones de mínimo burbujeo.
U_{ms}	Velocidad superficial del gas necesaria para que se presente el régimen pulsante
U_{TR}	Velocidad máxima de régimen turbulento y mínima de fluidización rápida.
U_k	Velocidad mínima requerida para la aparición del régimen turbulento
U_T	Velocidad terminal de una partícula de tamaño dado.
U_{BS}	Velocidad de ascenso de una burbuja de tamaño máximo estable
U_B	Velocidad de ascenso de burbuja
V_B	Volumen de burbuja
W	Peso total de sólidos

W_i	Fracción en peso de partículas "i"
X	Conversión ó fracción total reaccionada
ϵ	Fracción de espacios vacíos
ϵ_{mf}	Fracción de espacios vacíos en condiciones de fluidización mínima
ρ_s	Densidad del sólido
ρ_g	Densidad del gas
μ_g	Viscosidad del gas
ϕ_s	Esfericidad de la partícula
γ_s	Relación volumen de sólidos en la burbuja/volumen de burbuja
η_H	Factor de eficiencia de transferencia de calor
\hat{c}	Módulo de reacción de núcleo en contracción

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

CAPITULO I:

1. Brubst, D.F. "Fundamental Concepts for the Analysis of Resource Availability". Capítulo de "Scarcity and -- Growth Reconsidered". Editado por V.K. Smith para - "Resources for the Future", Washington, D.C. 1979.
2. Zwartendik, J. "Economic Issues in Mineral Resource Adequacy and int the long term supply of minerals". Economic Geology, 1981, 76 N° 5.
3. Terrones, A. "Evaluación económica de las provincias metalogénicas de la América Latina". Ingeniería 52 N° 2, 33-59.
4. Bateman, Alan M. Yacimientos Minerales de rendimiento - económico. Omega, Barcelona, 1978, p750-760.
5. Mantell, C.L. Industrial Electrochemistry. Mc Graw Hill Pub. Co., New York, 1940, p. 400-409.
6. Enciclopedia del Aluminio: I. Producción del aluminio Ingenieros del Grupo Pechiney. Ed. Urmo. Bilbao, 1967 p. 60.
7. Habashi, Fathi, Principles of Extractive Metallurgy. Vol. 2. Hidrometallurgy Gordon and Breach Science Publishers U.S.A., 1980. p. 157-158.
8. Malisher A., Nikolaiev C., Shuvaloy Y. Tecnología de los Metales, MIR. Moscú, 1980, p. 35-37.
9. Edwards, J.K., Bacon R.B., Frary Jeffries, The Aluminium Industry. Vol. I., Capítulos V y VI, 1930, p. 134-180.

CAPITULO II:

1. Sale, F.R. "Vapour -phase Transport Reactions in Extraction Metallurgy". Min. Sci. & Engineer, 1971.
2. Milne D. and Holliday R. "Thermodynamics of Gas-Solid Reactions for Purifying Bauxite". Ind. Eng. Chem., Proc. Des. Dev. 1975 14 N° 41, p. 442-447.

3. Idem. "Experimental Evaluation of Routes for Purification of Bauxite". *Ind. Eng. Chem., Proc. Des. Dev.* 1975 14 N° 4, p. 447-452.
4. Kellogg, H.H. "Thermodynamic relationships in chlorine metallurgy". *J. Metals*. 1950, 188 p. 862-872.
5. Maier, C.G. *Eng. Min. Jnl. Press.* 1923 (Jan 13) p.51
6. Ellingham, H.J.T. *Jour Soc. Chem. Ind.* 1944, p. 125.
7. Dannatt, C.W. and Ellingham, H.J.T. *Disc. Far. Soc.* 1948 4, p. 125.
8. Gaskell, D.R. *Introduction to Metallurgical Thermodynamics*. Mc Graw Hill. Tokyo, 1973.
9. Rodríguez Reyes, L.A. "Cloración de Arcillas con alto contenido de hierro". *Tesis. Facultad de Química, -- U.N.A.M., 1984.*
10. Milne, D.J. and Wibberley, L.J. "The removal of Iron -- from Bauxite using Anhydrous Hydrogen Chloride". *Proc. Aust. Inst. Min. Met.* 1978, p. 125-145.
12. Finalyson, P.C. "Peace River Process for the Production of Iron Powder". *Powder Metallurgy* 1968 11, N° 22 p. 224.
13. Jedlicka, H. "New Applications of the Spray Roasting Process in the chloride Hydrometallurgy". *Chloride Metallurgy*, 1977. p. 154-180.

CAPITULO III

1. Szekeley Julian. *Gas-Solid Reactions*. Academic Press. - New York. 1976.
2. Wen & Yu. *Mechanics of Fluidization*. *Chem. Eng. Progr. Symp. Ser.* 62, N° 62, 110-111.
3. Richardson J.F. *Fluidization*. Ch. 2, 26-64 ed. J.F. Davidson. Academic Press, London 1971.
4. *Inst. Gas. Tech. Cial Conversion Systems. Technical - Data Book. Secc. IV-6. Chicago 1978.*

5. Grace J.R. & Clift R. "On the two phase Theory of Fluidization"., Chem. Eng. Scie. 1974 29, 327-334.
6. Wen C.Y. & Yu Y.H. "A generalized Method for predicting the minimum Fluidization velocity. AICh. E JI. 1966 1966, 12 610-612.
7. Yagii & Aouchi. "Fluidization Engineering". Ed. Kunii & Levenspiel. Wile, New York. 1969.
8. Wen C.Y. & Hashwger R.F. AICh. E. JI. 1960, 6, 220.
9. Fouds, A.E. & Capes, C.E. "Hidrodynamic particle volume and Fluidized bed expansion. Can. J. Chem. Eng. 1977 55, 386,391.
10. Crowter M.E. & Whitehead J.C. "Fluidization of Fines particles at elevated pressures". Fluidization. Ed. J.F. Davidson and D.L. Keairns. Cambridge, Univ. Press. -- 1978, 65-70.
11. Doichev etal. Transition between particulate and agregative fluidization at different state of flow of solids. 1975 Chem Eng. Scie. 30 349-424.
12. Clift T. etal. "Bubbles, Drops and particles" Ac. Press New York. 1978.
13. Rowe & Partridge. An X-Ray study of bubbles in fluidized beds": Trans. Instn. Chem. Engrs. 1965. 43 157-175.
14. Stewart P.S. "Isolated bubbles in fluidized beds Theory and experimental Trans. Instn. Chem. Eng. 1968, 46 , 60-66.
15. Grace J.R. (Clift R. "Coalescence of bubble pairs in a three dimensional fluidized beds", 1974. Can J. Chem. Eng. 52 417, 419.
16. Stewart P.S. & Davidson J.F. "Slug Flow in Fluidized beds. 1967, Powder Technology 1, 61-80.
17. Thiel W.J. & Potter O.E. "Slugging in Fluidized beds". - Ind. Eng. Chem. Fund. 1977 16 242-247.
18. Thiel W.J. & Potter O.E. "The Mixing of solid inslugging gas-solids fluidized beds. 1978. AICh. E. 24 561-569

19. Canada & Mc Laughlign. "Large particle fluidization and Heat Transfer at high pressure, AIChE Symp. Ser.
20. Yerushalmi & Caukurt, 1979.
21. Kehoe & Davidson Continuously slugging fluidized beds. Proc. Cheneca. Conf. 1970. Btubrinths. Australia. 97 -116.
22. Staub & Canada. "Effect of the bulk and gas density on Flow behaviour and heat transfer un fluidized beds. - "Fluidization" ed. J.F. Davidson and D.L. Keairns Cambridge Univ. Press. 1978. 339-344.
23. Grace & Tuot. "Cluster Formation invertically conveyed suspensions of intermediate density". 1979. Trans. - Inst. Chem. Eng. por publicar.
24. Yerushalmi etal. "Flow reymes inertical gas-solid contact systems". 1976 AICh. E. Symp. Ser. 74 N° 176, 1-13.
25. Geldar. D. "The effect of particle size and size distribution on the behaviour of gas fluidized beds". 1977. Powder technology 6, 201-205.
26. Davidson J.F. & Harrison "Fluidization". Academic Press New York, 1971.
27. Harrison etal. Trans. Inst. Chem. Eng. 1961. 39 202.
28. Kunii D. and Levenspiel. "Fluidizations Engineering". Wiley, New York 1969.
29. Chu et. al. Chem. Eng. Progr. 1953. 49, 141.
30. Hsu T.S. & Molsttadt M.C. Ind. Chem. Eng. 1955 47 1550.
31. Richardson J.F. and and J. Ayers. Trans. Inst. Chem Eng. 1959, 37, 314.
32. Richardson H.F. and Szekely, Trans. Inst. Chem. Eng. 1961 39 212.
33. Botterill J.S. & Williams J.R. Trans. Inst. Chem. Eng. - 1963 41 217.
34. Leva M. and Wen C y AICh.E. J1. 1956. 2 482

35. Szekely J. "The Steel Industry and the Enviroment" Marcel Dekker, New York, 1972.
36. Sohn H.Y. and Szekely J. Chem. Eng. Sci. 1972, 27 763.
37. Abromauitz Stegun. "Handbook of Mathematical Functions" Nat. Bur. Stds. Washington D.C. 1966.
38. Orcutt J.C. etal "Reaction time distributions in Fluidized catalytic reactors" Chem. Eng. Progr. Symp. Ser. 1962 58 N° 38 1-15.
39. Fruer C. and Potter O.E. "Countercurrent backmixing model for Fluidized bed catalytic reactors, Applicability of Simplified solutions. Ind. Eng. Chem. Fund. 1972 338-344.

CAPITULO IV

1. Davidson J.F. etal. "The two phase theory and its application to Chemical reactor". Ch.10 in Chemical reactor theory & Review ed. L. Lapidus and N.R. Amundson Prentice Hall, 1977, 583-685.
2. Merry J.M.D. "Penetration of a horizontal gas jet into a fluidized bed". Trans. Inst. Chem. Eng. 1971 49, - 189-195.
3. Kunii & Levenspiel "Fluidization Engineering" Wiley, -- New York, 1969.
4. Varadi T. & Grace J.R. "high pressure Fluidization in a two dimensional gas fluidized bed". Fluidization ed. Davidson Keairns, Cambridge Univ. Press. 1978. pp. 55-58.
5. Chin, E.J. "A Fluidized bed particle Feeder" M Eng. Thesis Mc Graw Hill. Univ. Montreal 1979.
6. Zens F.A. and Othmer D.F. "fluidization and Fluid particle Systems". Reynhold, New York, 1960.
7. Ibid. 3.
8. Geldart D. "The effect of particle size and size distribution on the behaviour of gas fluidized beds" Powder Technology. 1972. 6 201-205.

9. Godark & Richardson J.F. "The behaviour of bubble-free Fluidized beds. Inst. Chem. Eng. Symp. Ser. 1968, N° 30, 126-135.
10. Rowe C. "Experimental Properties of bubbles" Ch.4 in -- "Fluidization" ed. Davidson & Harrison Academic Press London 1971, 121-191.
11. Orcutt & Carpenter "Bubble coalescence and the simulation of Mass Transport and Chemical reaction in gas fluidized beds". Chem. Eng. Sci. 1971 26 1046-1064
12. Angelino et al. "Evaluation of gas bubbles in liquid and Fluidized systems". Chem. Eng. Sci. 1964. 19 284-304
13. Ormison et al. "The velocity of sludge in fluidized beds" Trans. Inst. Chem. Eng. 1965. 43 209-216.
14. Witherhead et al. "Fluidization performance in large scale equipment" Proc. Intern. Symp. on Fluidization. Ed. A.A.H. Drwkenburg, Neth. Univ. Press 1967. 294-302.
15. Konderkov N.B. Intern. Chem. Eng. 1964 4 43.
16. Wooland et al AICHE J1 1968 14 3.
17. Yagii & Kunii. Chem Eng. Sci. 1961 16 B.
18. Atmtay & Cakaloz Powder tech. 1978 20.
19. Van Deenter "Mixing Pattern in large scale fluidized -- beds. "Fluidization ed J.R. Grace and J.M. Matsen. - Plenum, New York 1980 69-89.
20. Kabayashi & Arai. 4th Symp. Chem. Reaction Engrg. Soc. Chem. Eng. Osaka. Nov. 1964.
21. Baeyens & Grossens Powder Tech. 1972. 8 91.
22. Yates & Walker P.R. Proc. 2nd. Engrg. Foundation Conf. - 1978.
23. Calderbawk P.H. -Pereira U.- Burgess J.M. The Physical and Mass Transfer properties of bubbles in fluidized beds of electrical conducting particles. Fluidization Technology ed. D.L. Kearns Hemisphere, New York 1976 115-167.

24. Merrick & Highley. "Particle size reduction and elutriation in a fluidized bed process". AICh.E Symp. Ser. 1972, 20 N° 137, 366-378.
25. Blyaker & Palvov "Reducing dust entrainment from conical fluidized bed equipment through the use of support -- grids". Intern. Chem. Eng. 1966 6 47-50.
26. Geldart & Pope. "Elutriation from analtisize fluidized bed" AICh.E. Ann. Mtg. 1978. (Miami beach).
27. George & Grace. "Entrainment of particles from aggregative Fluidized beds". AICh.E Symp. Ser. 1978, 74, N° 176 67-74.
28. George & Grace "Entrainment of particles from aggregative fluidized beds". Can J. of Chem Eng. 1973. 51 401-404.
29. Grace J.R. "Fluidization" Plenum, New York 1980, 8-15.
30. Gerald C.F. "Assuring Uniformity of Fluidization". --- Chem. Eng. Progr. 1951. 47, 483-484.
31. Davidson J.F. "Fluidization" Academic Press. London -- 1971, Ch. 4, 121-122.
32. Ibid 29, 8-34.
33. Grace J.R. & Clift R. "On the two phase of Fluidization. Che. Eng. Sci. 1974 24 327-224.
34. Frantz, J.F. "Design for fluidization" Chem. Eng. Sept. 17, 1962, 168.
35. Szekely "Transport Phenomena in Process Metallurgy"
36. Ibid. 35.
37. Wen C.Y. & Yu "A generalized method for predicting the minium fluidization velocity". AICh.E. J1. 1966 12 610-612.
38. Inst. Gas. Technology. Technical Data Book Secc. IV-6 Chicago 1928.
39. Leva M. "From Behaviour in fluidized Systems". Chem. - Eng. 64 289 (Oct. 1957).

40. Shen C.Y. and Johnstone H.F. "Gas-Solid contact fluidized beds" AICh.E. J1, 1955, 1, 349.

41. Ibid. 3

CURVA DE CALIBRACION DEL MEDIDOR DE PLACA

DE ORIFICIO

