

Diseño, Construcción y Puesta en Marcha de un Sistema Automatizado de Reactores a Escala laboratorio, Acoplado a Cromatografía de Gases para Reacciones de Oxidación y Reformado

Jhair Andrés Peña Prada

Víctor Stivenson Sandoval Bohorquez

Trabajo de Grado para Optar el Título de Ingeniero Químico

Director

Víctor Gabriel Baldovino Medrano

Ingeniero Químico, Ph.D.

Codirector

Ana María Requiniva Rodríguez

Ingeniera Química

Universidad Industrial De Santander

Facultad De Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela De Ingeniería Química

Bucaramanga

2017

Agradecimientos

Agradecemos a Dios por darnos la paciencia y las habilidades necesarias para sortear los diferentes inconvenientes que se presentaron a lo largo del proyecto.

A nuestras familias por su constante apoyo y paciencia que nos fortalecía y elevaba el ánimo para sacar adelante las etapas que se dieron a lo largo del proyecto.

Al profesor Víctor Baldovino por su apoyo y confianza para permitirnos la realización de un proyecto de tal magnitud respecto al manejo de recursos físicos y económicos.

A los miembros del Centro de Investigaciones en Catálisis (CICAT) por sus valiosos consejos y constante apoyo en la gestión administrativa, diseño y construcción del *Catatest*.

A Ana María Requiniva por su importante colaboración en la parte contractual del proyecto y su apoyo para superar las situaciones e imprevistos que de otra manera no hubiesen permitido la realización del proyecto.

A todas las empresas que prestaron sus servicios para la construcción del *Catatest*, pues son pocas las empresas en Santander dedicadas al desarrollo de nuevas tecnologías y equipos, por lo cual agradecemos su compromiso. De manera especial agradecemos a MDO Mantenimiento, Diseño y Operación Ltda. y a Juan Bonet, ingeniero electrónico de SPI, Servicios y Proyectos Industriales S.A.S.

Al personal de planta física del Parque Tecnológico Guatiguara que con su diligencia y consejo nos permitieron realizar la adecuación del sitio de trabajo de manera organizada y con estética.

Tabla de contenido

Introducción	15
Metodología	19
Fase 1: Diseño del <i>Catatest</i>	21
1.1. Reacciones objetivo y condiciones de operación	21
1.2. Aspectos de seguridad	21
1.3. Descripción global del <i>Catatest</i>	22
1.4 Diseño detallado del <i>Catatest</i>	23
1.4.1. Estructura	23
1.4.2. Instrumentación	23
1.4.3. Tubería y accesorios	24
1.4.4. Sistema de control y software	24
1.4.5. Descripción detallada	25
1.4.6. Filosofía de Control y Automatización	26
<i>1.4.6.1. Lazos de control</i>	27
<i>1.4.6.1.1. Temperatura</i>	27
<i>1.4.6.1.2. Presión y flujo</i>	27
<i>1.4.6.1.3. Circuitos de flujo</i>	28
<i>1.4.6.1.4. Análisis de reactivos y productos</i>	28
<i>1.4.6.2. Alarmas</i>	29
<i>1.4.6.2.1. Temperatura</i>	29
<i>1.4.6.2.2. Presión y flujo</i>	29
<i>1.4.6.2.3. Paro de emergencia</i>	29
<i>1.4.6.2.4. Prueba de fugas</i>	29
<i>1.4.6.3. Software de control</i>	29
1.5. Rutinas de operación del <i>Catatest</i>	30

Fase 2: Evaluación de costos	30
2.1. Compra de <i>Catatest</i> en el mercado	30
2.2. Compra de diseño propuesto a una empresa	31
2.3. Compra de equipos por parte del laboratorio	31
Fase 3: Adecuación de instalaciones	32
3.1. Temperatura del sitio	32
3.2. Mesón de trabajo	32
3.3. Líneas de alimentación de gas y red eléctrica	33
Fase 4: Construcción	34
Fase 5: Puesta en marcha	36
5.1. Sistema de Control y Automatización	36
5.2. Disposición del <i>Catatest</i>	37
5.3. Programación del SCADA	38
5.4. Sincronización GC- <i>Catatest</i>	39
5.5. Validación del funcionamiento del <i>Catatest</i> mediante un ensayo catalítico	39
6. Conclusiones	41
7. Recomendaciones	42
Bibliografía	43
APÉNDICES	49

Lista de Tablas

Tabla 1. Parametros de operacion del diseño	21
Tabla 2. Resumen global de construcción del <i>Catatest</i> por empresas cotizantes	31
Tabla 3. Parámetros PID del lazo de control de temperatura	37
Tabla 4. Condiciones de reacción ensayo catalítico	40
Tabla 5. Lista de referencias y precios de instrumentación y estructura metálica comprada en Colombia	55
Tabla 6. Lista de referencias y precios de instrumentación importada	56
Tabla 7. Lista de referencias, precios de tubería y piezas para la construcción del <i>Catatest</i>	60
Tabla 8. Lista de referencias, precios de tubería y piezas para la instalación de líneas de gases	61
Tabla 9. Configuración de circuitos de flujo del <i>Catatest</i>	65

Lista de Figuras

<i>Figura 1.</i> Diagrama de Ishikawa para el desarrollo del proyecto	20
<i>Figura 2.</i> Diagrama de instrumentación del <i>Catatest</i>	22
<i>Figura.3.</i> Lazo de control cerrado PID de temperatura de los hornos	27
<i>Figura. 4.</i> Lazo de control cerrado PID de presión y flujo de los PCs y MFCs	28
<i>Figura 5.</i> Lazo de control abierto de las Evs	28
<i>Figura 6.</i> Lazo de control abierto del análisis de gases por el GC	28
<i>Figura 7.</i> Distribución de instalaciones de los equipos <i>Catatest</i> , GC y AiCo	33
<i>Figura 8.</i> Instalaciones de líneas de gases y red eléctrica	34
<i>Figura 9.</i> Vistas a) frontal, b) lateral, y c) posterior del <i>Catatest</i> , señalando el sistema de control e instrumentación	35
<i>Figura 10.</i> Racores e instrumentación del <i>Catatest</i> . a) Ubicación de los reactores en el <i>Catatest</i> ; b) panel de control; c) desarme del reactor tubular	38
<i>Figura 11.</i> Conversión CH ₄ en reactor A (a) y reactor B (b)	40
<i>Figura 12.</i> Vistas de la estructura del <i>Catatest</i> medidas en centímetros	54
<i>Figura 13.</i> Vistas del GC e instrumentación	57
<i>Figura 14.</i> Circuitos de flujo del GC	58
<i>Figura 15.</i> Planos y referencias del sistema de control en la caja lateral	62
<i>Figura 16.</i> Planos y referencias del sistema de control en la caja posterior	63

Figura 17. Diagrama P&ID del Catatest	64
Figura 18. Esquematzación del circuito de flujo Pa-proA	66
Figura 19. Esquematzación del circuito de flujo Se-proB	66
Figura 20. Funcionamiento de la rutina solo reactor A o B	67
Figura 21. Funcionamiento de la rutina serie	68
Figura 22. Funcionamiento de la rutina paralelo analizando reactivos por cromatografía	69
Figura 23. Funcionamiento de la rutina paralelo sin analizar reactivos por cromatografía	70
Figura 24. Cotización Importechnical S.A.S, página 1	71
Figura 25. Cotización Dida Control S.A.S., página 1	72
Figura 26. Cotización Dida Control S.A.S., página 5	73
Figura 27. Página de inicio del SCADA	74
Figura 28. Establecimiento de parámetros de MFC en el SCADA	75
Figura 29. Registro de datos de temperatura de los hornos en el SCADA	75
Figura 30. Establecimiento de rutinas del Catatest a través del SCADA	76
Figura 31. Establecimiento de parámetros rutinas del Catatest a través del SCADA	77
Figura 32. Establecimiento de parámetros de temperatura de los hornos del Catatest a través del SCADA	78
Figura 33. Parámetros establecidos en las rutinas del Catatest a través del SCADA	79

Figura 34. Ventana de alarmas del SCADA

79

Figura 35. Registro de flujo de reactivos y temperaturas de reacción del reactor B

80

Figura 36. Tiempos de retencion hidraulica (a) y cuantificacion de la composicion de la mezcla (b)

81

Lista de APÉNDICES

APÉNDICE A. Reactores tubulares de laboratorio	49
APÉNDICE B. Diseño 3D de estructura y distribución del <i>Catatest</i>	54
APÉNDICE C. Referencias de la instrumentación y estructura metálica	55
APÉNDICE D. Descripción del cromatografo de gases	57
APÉNDICE E. Tubería y piezas para la construcción del <i>Catatest</i> e instalación de líneas de gases	60
APÉNDICE F. Referencias del sistema de control	62
APÉNDICE G. Diagrama P&ID del <i>Catatest</i>	64
APÉNDICE H. Rutinas del <i>Catatest</i>	65
APÉNDICE I. Cotizaciones de la evaluación de costos	71
APÉNDICE J. Intrucciones rapidas para usar el SCADA	74
APÉNDICE K. Ensayo Catalítico Reactor B	80
APÉNDICE L. Recomendaciones para operación del <i>Catatest</i>	82
APÉNDICE M. Índice de términos	83

RESUMEN

TITULO: Diseño, Construcción y Puesta en Marcha de un Sistema Automatizado de Reactores a Escala laboratorio, Acoplado a Cromatografía de Gases para Reacciones de Oxidación y Reformado*.

AUTORES: Jhair Andrés Peña Prada, Víctor Stivenson Sandoval Bohorquez**

PALABRAS CLAVE: Diseño De Reactores, Catálisis, Cromatografía De Gases.

DESCRIPCIÓN:

Se desarrolla un sistema automatizado de dos reactores a escala laboratorio, conectados a cromatografía de gases, para realizar estudios catalíticos a bajas presiones en el tratamiento de emisiones de gases contaminantes, de características similares a modelos comerciales y con un ahorro del 67% en el presupuesto respecto al equipo líder del mercado.

El equipo, denominado *Catatest*, se diseñó respecto a las condiciones necesarias para estudiar las reacciones de oxidación completa de VOCs y reformado seco de metano, con condiciones máximas de operación en cada reactor de: temperatura 1000°C; presión 620kPa; flujo 270sccm. El equipo puede operar los dos reactores por individual, o al mismo tiempo en serie o en paralelo, permitiendo analizar los reactivos alimentados y los productos generados de las diferentes configuraciones por medio de un juego de electroválvulas que redistribuyen el flujo de gas a través de la tubería. El sistema de control utilizado maneja la comunicación entre toda la instrumentación incluyendo el cromatógrafo de gases, coordinando los tiempos de inyección de muestra y activando alarmas por altas desviaciones en los valores de temperatura, presión y flujo respecto a los puntos de referencia. El software utilizado genera registros de todos los sensores, permite la operación desde acceso remoto y posee una plataforma interactiva para un manejo fácil por parte de los usuarios del laboratorio que requieran hacer ensayos catalíticos, estudios de cinética y pruebas de estabilidad entre otros. El objetivo del proyecto fue lograr un equipo de alta calidad y bajo costo que permitiera optimizar tiempo y recursos en la investigación de materiales potenciales para el desarrollo de catalizadores sólidos destinados al control de contaminantes atmosféricos.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Centro de Investigaciones en Catálisis. Director: Víctor Gabriel Baldovino Medrano, Ingeniero Químico Ph.D.

ABSTRACT

TITLE: Design, Construction and Startup of an Automatic Lab-Scale Reactor System, Connected to Gas Chromatography to Test Reactions of Oxidation and Reforming.

AUTHORS: Jhair Andrés Peña Prada, Víctor Stivenson Sandoval Bohorquez

KEYWORDS: Reactors Design, Catalysis, Gas Chromatography.

DESCRIPTION:

It was developed an automatic system of two lab-scale reactors connected to gas chromatography, to do catalytic studies at low pressures, in the treatment of greenhouse gas emissions, with similar characteristics from commercial models and budget savings of 67% in comparison with the market-leader equipment.

The equipment, termed as *Catatest*, was designed according to the necessary conditions to study the reactions of complete oxidation of VOCs and dry reforming of methane, with maximum operation conditions in each reactor of: Temperature 1000°C; pressure 620kPa; flow 270sccm. The equipment can operate the reactors by individual or at the same time in serie or parallel, allowing to analyze the fed reactants and the generated products in the different configuration through a kit of electro valves that redistribute the gas flow in the tubing. The control system manages the communication among the instrumentation, including the gas chromatographer, coordinating the injection times of samples and activating alarms by high deviations in the values of temperature, pressure and flow with respect to the set points. The software records data from all sensors allowing operation from remote access and has an interactive platform for an easy manipulation by the laboratory users that require to do catalytic tests, studies of kinetics and stability among others. The main objective in the project was to achieve a high quality and low-cost equipment that optimize time and resources in the investigation of potential materials for the development of catalyst designed to control atmospheric contaminants.

* Bachelor Thesis

**Physical and Chemical Engineering's faculty. School of Chemical Engineering. Center of Investigations in Catalysis. Advisor: Víctor Gabriel Baldovino Medrano, Chemical Engineer, Ph.D.

Introducción

Para la implementación de un catalizador a nivel industrial se cumplen cinco fases de desarrollo: descubrimiento de catalizadores potenciales, optimización de la formulación catalítica y de las condiciones de reacción, desarrollo del proceso a escala piloto, demostración a nivel industrial y comercialización. Este proceso tarda normalmente entre 10 y 12 años (Derouane et al., 2002). Las dos primeras fases son llevadas a cabo en el laboratorio y requieren de múltiples análisis cualitativos y cuantitativos, con ensayos reproducibles y confiables para los que se requieren equipos que permitan el estudio de la selectividad, actividad, desactivación, regeneración y tiempo de vida útil del catalizador (Derouane et al., 2002). Tradicionalmente, este tipo de equipos han sido llamados *Catatests*.

El uso de un reactor de lecho fijo resulta apropiado para el estudio de catalizadores en reacciones gaseosas, pues su configuración es simple, opera en continuo y pueden ajustarse para funcionar en modo diferencial o integral (Vannice, 2005). El modo de operación diferencial es apropiado para estudios cinéticos, mientras que el modo integral comprende conversiones de reactivos similares a las encontradas en un proceso industrial (Carberry, 1964).

En el diseño de un reactor a escala laboratorio es importante tener control sobre la presencia de fenómenos parásitos que evitan que la información derivada de las medidas catalíticas sea útil para el estudio de la cinética de reacción. En particular, las limitaciones de transferencia de masa y calor correspondientes a la generación de gradientes de concentración y temperatura en el sistema impiden obtener velocidades intrínsecas de reacción (Richardson, 1963). Para eliminar estas limitaciones, se deben garantizar aspectos como: (1) que el flujo de alimentación del gas en el reactor sea del tipo pistón (i.e. perfil plano de velocidad) y sin caminos preferenciales en el lecho

catalítico (DeMaria, Longfield, & Butler, 1961); (2) eliminar la formación de gradientes de temperatura en el lecho empacado mediante una distribución homogénea del catalizador y del material inerte de dilución con relaciones precisas entre la longitud del lecho empacado, diámetro del reactor y tamaño de partícula del catalizador (Önsan & Avci, 2016).

Los compuestos orgánicos volátiles (VOCs, por sus siglas en inglés) son una variedad de compuestos químicos que contienen carbono y se evaporan o subliman de manera fácil en condiciones ambientales (US Environmental Protection Agency (EPA)., 2017). El 90% de las emisiones globales de VOCs son generadas por procesos naturales, mientras que el 10% restante es producido por actividades de manufactura de productos químicos y la quema de combustibles, las cuales a su vez afectan negativamente la calidad del aire (Costelloe-Kuehn, 2016).

Dentro de las fuentes antropogénicas de emisiones más importantes de metano se destaca la extracción y procesamiento de combustibles fósiles que corresponden al 29% del total de emisiones (Manrique, 2014). En Colombia, los estudios para prevenir las emisiones de metano asociadas a los combustibles fósiles se enfocan en dos áreas importantes. La primera es el aprovechamiento o quema del metano asociado a los mantos de carbón en explotaciones bajo tierra (Moore et al., 2016). Y, la segunda, corresponde al venteo operativo diseñado junto con las emisiones fugitivas accidentales a lo largo de la red de producción y transporte de gas natural y crudo. En esta última área, se destacan las emisiones del gas anular de los pozos el cual es venteado y quemado (Venting & Flaring) (Yáñez & Gualdrón, 2014). Es así como en la industria de combustibles fósiles se presentan dos soluciones generales para el tratamiento de emisiones de metano y VOCs asociados: (1) la oxidación completa de estos hidrocarburos para transformarlos en CO₂; y, (2) el aprovechamiento de las emisiones para la producción de combustibles sintéticos.

La oxidación completa de VOCs consiste en la combustión de los compuestos orgánicos hacia CO_2 y H_2O . Esto se logra al aumentar la temperatura del gas hasta el punto de auto-ignición, donde por seguridad se recomienda diluir los gases al 25% del límite inferior de inflamabilidad de los VOCs presentes (Kamal, Razzak, & Hossain, 2016). Para garantizar la destrucción del 98% de VOCs como el metano, se requiere una temperatura promedio de 870°C y un tiempo de residencia de 0,75 s en el reactor de oxidación, el cual, por ser una etapa final de proceso, se opera a presiones bajas; usualmente, presión atmosférica (Moretti, 2002). Estas condiciones severas de reacción acarrearán costos elevados de operación, uso de cantidades excesivas de oxígeno y remplazo frecuente de materiales (Vatavuk, Vaart, & Spivey, 2000). Frente a estas desventajas, se han desarrollado procesos catalíticos heterogéneos de combustión para operar a temperaturas entre $540 - 675^\circ\text{C}$ (Moretti, 2002). Los catalizadores utilizados normalmente en este tipo de reacción son metales nobles: Pd, Pt, Rh, etc., óxidos metálicos de Cu, Co, Ni, entre otros y mezclas de óxidos metálicos; principalmente, mezclas de Mn y Ce) (Kamal et al., 2016).

Por otro lado, aprovechar directamente las emisiones de metano para producir combustibles resulta actualmente inviable y sus mecanismos de reacción se encuentran aún en desarrollo (Schwach, Pan, & Bao, 2017). Por ello, los estudios sobre el tema de la valorización de metano se han enfocado en su transformación hacia gas de síntesis. El gas de síntesis es una mezcla de H_2 y CO que puede usarse directamente en celdas de combustible (Lee et al., 2017), por ejemplo. El proceso convencional de obtención de gas de síntesis a partir de metano se realiza con vapor de agua (Usman, Wan Daud, & Abbas, 2015). Una alternativa llamativa frente a este proceso es el reformado seco de metano (DRM, por sus siglas en inglés) en el cual el agente oxidante es CO_2 ; otro gas de efecto invernadero (Baldovino & Perez, 2003), (Gallego, Batiot-Dupeyrat, & Mondrago, 2008), (Valderrama et al., 2005). En adición, el gas de síntesis producido vía DRM

posee una relación molar $H_2/CO=1$, que es ideal para síntesis de Fisher-Tropsch (Challiwala, Ghouri, Linke, El-Halwagi, & Elbashir, 2017). La reacción DRM se lleva a cabo a temperaturas entre 700 - 800°C, usualmente a presión atmosférica y con una relación molar de alimentación $CO_2/CH_4 = 1$ (Tanios et al., 2016). Para el DRM, se emplean usualmente catalizadores estructurados basados en óxidos de níquel o metales nobles, para evitar la desactivación por sinterización del material y/o deposición de coque (Nair & Kaliaguine, 2016).

En el marco de los dos tipos de reacción discutidos, los estudios propuestos para investigar el comportamiento de catalizadores para estos procesos utilizan *Catatests* provistos de reactores de lecho fijo, los cuales constan de tres secciones principales. (1) Alimentación. Donde los gases de entrada a los reactores pasan a través de reguladores de presión y válvulas de aguja/o medidores de flujo para establecer las condiciones de presión y flujo del proceso. En esta sección también las corrientes se mezclan antes de llegar al reactor. (2) Reacción. Usualmente el reactor es un tubo de 1,27 cm (0,5 in) de diámetro, hecho de cuarzo, acero inoxidable o una aleación especial. El reactor se ubica dentro de un sistema de calentamiento eléctrico; horno, para establecer la temperatura de operación. (3) Caracterización. Los productos de reacción son enviados a un sistema para su identificación y cuantificación; usualmente, un cromatógrafo de gases (GC, *Gas Chromatograph*) o un espectrómetro de masas (Stefanov et al., 2015) (Adesina, 1999) (Charisiou et al., 2016).

Los *Catatests* convencionales suelen ser semiautomáticos y requieren la atención del usuario durante el establecimiento del estado estacionario del proceso y en el transcurso del tiempo de reacción. Esto hace que la evaluación de los catalizadores sea tediosa al tener que estar pendiente de reacciones que pueden durar hasta 40 horas (Baldovino & Perez, 2003). En atención a esto, se han propuesto alternativas que buscan automatizar por completo estos equipos (Prieto & Goberna, 2008) y que, en principio, solo requieren que el usuario deposite una muestra del catalizador a

evaluar en el reactor, para luego fijar los parámetros del proceso mediante un software adecuado. Bajo tales condiciones, el usuario puede fácilmente programar rutinas de trabajo en las cuales, además, puede almacenar un registro de todos los parámetros del proceso durante la reacción y la caracterización de productos generados. Equipos como estos han sido desarrollados comercialmente, como por ejemplo CATLAB PCS por Hiden Analytical (Hiden Analytical, 2017), y Microactivity Effi Reactor distribuido por Micromeritics (PID Eng & Tech, 2017). En general, los precios de estos instrumentos son mayores a \$80.000 USD, razón por la cual tienden a estar fuera del alcance de los laboratorios de investigación colombianos.

Teniendo en cuenta lo anterior, el objetivo del presente proyecto fue el diseño, construcción y puesta en marcha de un *Catatest*, acoplado a un GC, con las características de un equipo automatizado de alto nivel pero de bajo costo respecto a los sistemas comerciales y amigable con los usuarios, el cual cubra los requerimientos de las reacciones de oxidación completa de VOCs y DRM para el estudio y desarrollo de catalizadores sólidos dentro del marco del proyecto 9454: “Desarrollo de alternativas catalíticas para la reducción y valorización de emisiones de gases de efecto invernadero típicas de pozos y refinerías petroleras por combustión catalítica de VOCs y transformación de CO₂ y CH₄ en gas de síntesis”, financiado por Colciencias.

Metodología

La metodología empleada para la realización del proyecto se encuentra descrita en el diagrama de Ishikawa presentado en la Figura 1. En este se describen las fases que se implementaron desde el

diseño del *Catatest* hasta su puesta en marcha. Dichas fases se desarrollan en sus puntos más importantes en el transcurso del libro.

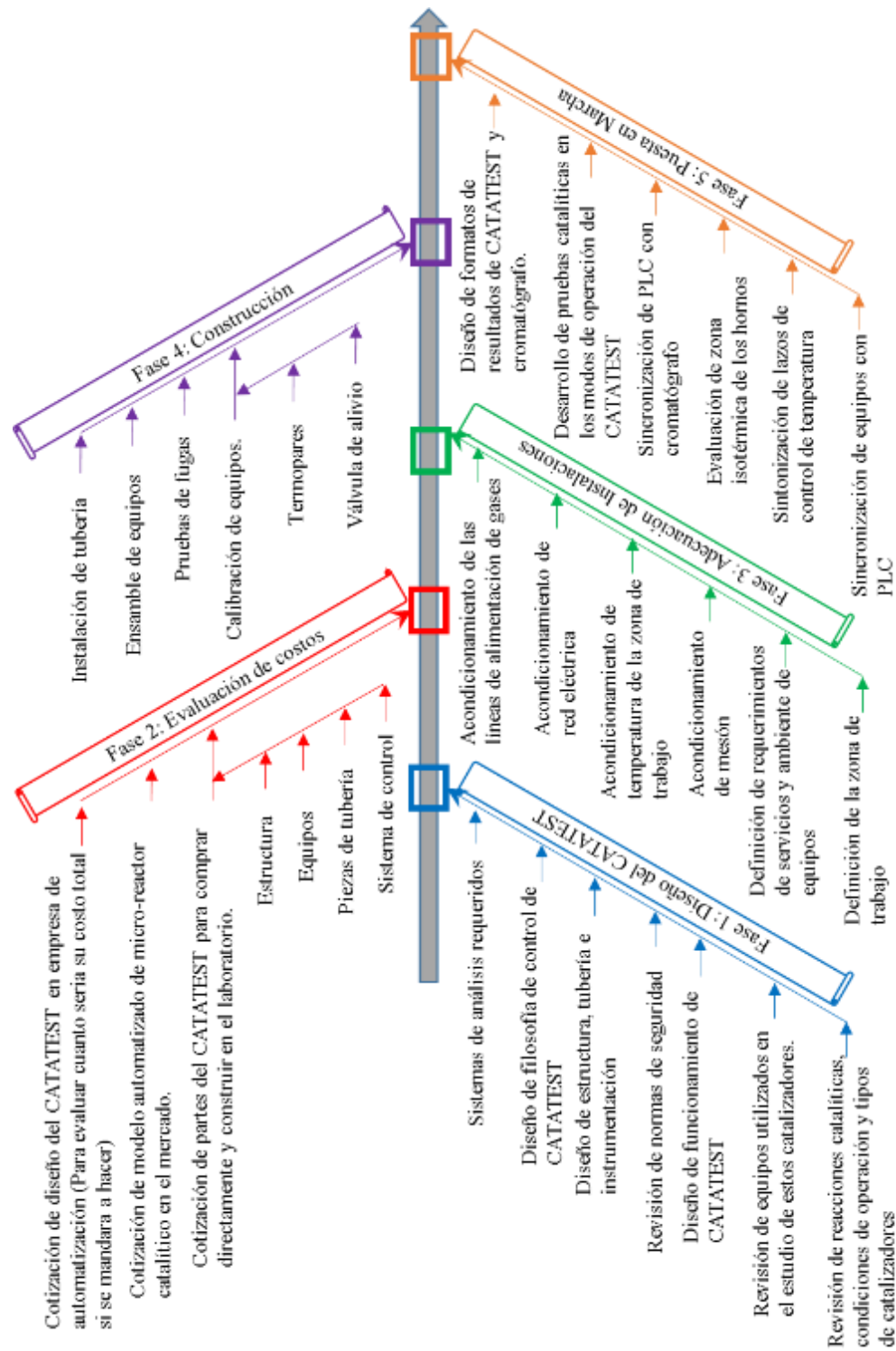
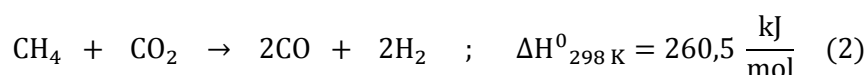
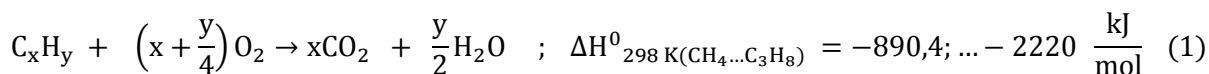


Figura 1. Diagrama de Ishikawa para el desarrollo del proyecto

Fase 1: Diseño del *Catatest*

1.1. Reacciones objetivo y condiciones de operación

Las reacciones objetivo con base a las cuales se diseñó el *Catatest* fueron la oxidación completa de VOCs (1) y DRM (2). (1) y (2) son exotérmica y endotérmica, respectivamente:



La Tabla 1 resume las condiciones de operación que se consideraron para el *Catatest*, teniendo en cuenta los requerimientos de las reacciones mencionadas. Se planteó una alimentación al reactor con cuatro líneas de gases: N₂, O₂, CO₂ e hidrocarburos: CH₄, C₂H₆, C₃H₈, etc.

Tabla 1.
Parámetros de operación del diseño

Parámetro	Intervalo
Temperatura	30-1000°C
Presión	101-620kPa
Flujo másico de gas Combustible	0-10sccm*
Flujo másico de CO ₂	0-10sccm
Flujo másico de O ₂	0-50sccm
Flujo másico de N ₂	0-225sccm

*centímetros cúbicos estándar (273.15K y 101 kPa) por minuto, sccm, por sus siglas en ingles.

1.2. Aspectos de seguridad

Para el manejo de los gases alimentados al *Catatest* se deben tener en cuenta varios aspectos de seguridad, resaltando las condiciones de uso de los hidrocarburos, el monóxido y el dióxido de carbono. Los hidrocarburos deben estar en mezclas por fuera de los límites inferior y superior de explosividad. Para el metano, estos límites son del 5 y 15 %v/v en aire a 20°C y 101 kPa. Además, los cilindros de gases deben tener venteos para despresurizar las líneas y así evitar mantener gases

combustibles a altas presiones en las tuberías. Por otro lado, la seguridad en el uso de monóxido y dióxido de carbono limita su concentración a menos de 400 ppm para el CO y 14 %v/v para el CO₂ en ambientes cerrados (Indura S.A., 2015) (National Fire Protection Association, 2005).

1.3. Descripción Global del *Catatest*

El diseño está conformado por dos reactores catalíticos, los cuales funcionan de manera totalmente automatizada con la posibilidad de operar individualmente, en paralelo o en serie, siendo esta última interesante por la posibilidad de hacer combustiones en serie y estudiar el efecto que tienen los productos de un reactor sobre el desempeño del otro reactor. Los parámetros de diseño tenidos en cuenta para los reactores se encuentran descritos en el APÉNDICE A. Los gases alimentados al *Catatest* se mezclan y pasan por el lecho catalítico ubicado en los reactores donde ocurre la reacción a estudiar. Los productos gaseosos salen a venteo o son caracterizados por cromatografía de gases. En la Figura 2 se presenta el diagrama de instrumentación del *Catatest*, la instrumentación se presenta en el numeral 1.4.2.

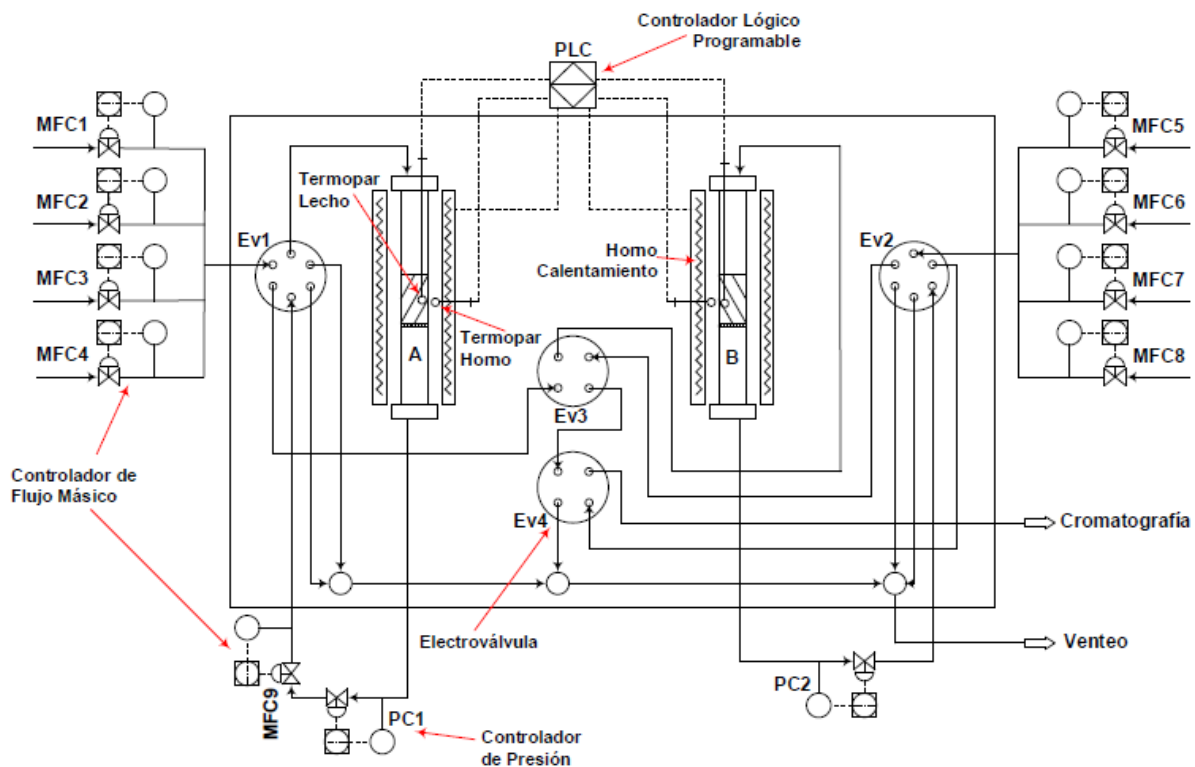


Figura 2. Diagrama de instrumentación del *Catatest*

1.4 Diseño detallado del *Catatest*

1.4.1. Estructura. La instrumentación y tuberías del *Catatest* se encuentran soportados dentro de una estructura metálica de tubo cuadrado de 2.54 cm (1 in) con espesor de pared de 1,5 mm y lámina de espesor 1,52 mm (calibre 16) ambos de acero cold rolled, cubiertos con pintura electrostática negra. Posee tres secciones, caja principal, caja lateral y caja posterior. En la caja principal (78x65x50 cm) se ubican los hornos por lo cual se aísla con un recubrimiento de fibra de vidrio de 4 cm de espesor. En la caja lateral (66x65x23 cm) se ubican los controladores de flujo y presión, los actuadores eléctricos de las válvulas y las borneras de conexión del sistema de control. En la caja posterior (78x45x15 cm) se ubica el controlador lógico programable y demás implementos de control. La estructura se presenta en la Figura 12 y el diagrama 3D del APÉNDICE B.

1.4.2. Instrumentación. El equipo posee nueve controladores de flujo másico (MFCs, *Mass Flow Controllers*) a 24 voltios de corriente directa (VDC, por sus siglas en inglés) marca Alicat (ref: MC-#SCCM-D-MODBUS, # es el flujo), de los cuales ocho alimentan los reactores A y B, y el restante para regular el flujo de gas del reactor A al B cuando se opera en serie (ver Figura 2). Dos controladores de presión (PCs, *Pressure Controllers*) (24 VDC) marca Alicat (ref: PC-90-PSIG-D-MODBUS-DS), para regular la presión en ambos reactores. Dos electroválvulas (Evs, *Electrovalves*) de cuatro vías (24 VDC) marca Valco (ref: EUDA-24UWE), una que permite trabajar en modo serie, mientras la otra dirige los gases hacia el venteo o al análisis por medio de cromatógrafo de gases (GC, *Gas Chromatograph*). Dos Evs de seis vías (24V DC) marca Valco (ref: EUDA-26UWE), cada una permite dirigir los gases de alimentación hacia los reactores A y B o hacia el GC. Dos Hornos de 30 cm de alto por 22 cm de diámetro con resistencias eléctricas de a 240 voltios de corriente alterna (VAC, por sus siglas en inglés) embebidas en material refractario. Cuatro ventiladores (220 VAC) de 8x8x3,8 cm, marca Thecman (ref: VN-392), para enfriar las cajas lateral y posterior. Dos ventiladores (220 VAC) de 12x12x3,8 cm, marca Checkman Electric, para enfriar la caja principal. Dos termopares de 0,318x20 cm tipo K, marca

Termocupla, para medir la temperatura in situ del lecho catalítico. Dos termopares de 0,318x10 cm tipo K, marca Termocupla, para medir y controlar la temperatura de los hornos. Un termopar de 0.318x5 cm tipo K, marca Termocupla, para medir la temperatura de la caja principal. Las referencias completas de estos instrumentos se encuentran en el APÉNDICE C.

1.4.2.1 Cromatógrafo de gases. Se adquirió un cromatógrafo de gases Shimadzu GC-2014ATT (110 VAC) con cinco columnas empacadas: tres columnas analíticas (dos con empaques HAYESEP Q y una Molecular Sieve 5A, en columnas de acero inoxidable de 300 cm y 0,21 cm de diámetro interno -d.i.-) y dos para realizar retro-lavado de compuestos pesados (empaques HAYESEP N y HAYESEP Q, en columnas de acero inoxidable de 150 cm y 0,21 cm d.i.). Este equipo posee dos detectores de conductividad térmica (TCD, por sus siglas en ingles), un detector de ionización de llama (FID, por sus siglas en ingles) y un metanizador. Este último es un lecho de catalizador de níquel metálico que reduce CO y CO₂ a metano y así poder ser detectados por el FID. Información adicional del GC se encuentran en el APÉNDICE D.

1.4.3. Tubería y accesorios. La tubería y accesorios utilizados en la construcción (racores, uniones, filtros, válvulas antirretorno, de aguja y de alivio de presión) son de acero inoxidable 316 marca Swagelok. Las referencias completas están en el APÉNDICE E.

1.4.4. Sistema de control y software. El *Catatest* cuenta con sistema de control centralizado en un controlador lógico programable (PLC, por sus siglas en inglés) (24 VDC), marca Allen Bradley (ref:2080-LC30-24QBB), basado en comunicaciones digitales Modbus RTU (Arquitectura maestro/esclavo) sobre RS232 o RS485 que se comunica con un ordenador, marca HP (procesador Intel Core i7, memoria RAM 8Gb, sistema operativo Windows 10), por protocolo TCP/IP (Arquitectura cliente/servidor) vía Ethernet por medio de un software de control, supervisión y adquisición de datos, SCADA (Supervisory Control And Data Acquisition). El SCADA se creó en FactoryTalk View y el PLC se programó en Conected Components

Workbench. Los dispositivos utilizan lazos de control abiertos y lazos cerrados y retroalimentados PID. Referencia completa APÉNDICE F.

1.4.5. Descripción detallada. A continuación, se presenta la descripción detallada del equipo desde la entrada de los gases de alimentación, hasta el venteo o análisis de productos. Cada instrumento mencionado en los numerales 1.4.5. y 1.4.6. se referencia a la Figura 17 en el APÉNDICE G donde se encuentra el diagrama P&ID del *Catatest*.

El sistema es alimentado continuamente por ocho líneas de gases que atraviesan válvulas de aguja (1a, 1b, 1c, 1d, 1e, 1f, 1g, 1h), para abrir o cerrar el paso de gas a los MFCs (MFC1 al MFC8) que miden y controlan el flujo másico de cada gas con tiempos de respuesta de 50-100 ms. Para evitar que los gases retornen por la línea hacia los MFCs se utilizan válvulas antirretorno (2a, 2b, 2c, 2d, 2e, 2f, 2g, 2h) con presión de apertura de 6,9 kPa.

La combinación de gases se realiza por un sistema de dos mezcladores que constan de cuatro entradas y una salida con el propósito de evitar múltiples racores. Las líneas de gas resultantes de los mezcladores se dirigen hacia las electroválvulas de cuatro y seis vías (Ev1, Ev2, Ev3, Ev4).

Cuando las mezclas gaseosas son enviadas a los reactores, estas encuentran tanto a la entrada como a la salida de cada reactor filtros (3a, 3b, 3c, 3d) destinados a proteger el sistema de partículas de catalizador finamente dividido. Cada uno posee un elemento sinterizado con tamaño nominal de poro de 15 μm . Los reactores son tubos de 1,27 cm (0,5 in) de diámetro exterior con espesor de pared de 0,089 cm (0,035 in) que incorporan un plato poroso con diámetro nominal de poro de 10 μm , como soporte del lecho. Los platos se apoyan en un anclaje adherido a los reactores permitiendo de ese modo reemplazar el plato cuando sea requerido. Cada reactor incorpora un termopar tipo K en dirección axial (4a, 4b) con el fin de medir la temperatura in situ en el lecho.

Los reactores están instalados en el interior de hornos (6a, 6b), que constan de una resistencia eléctrica embebida en un cilindro con recubrimiento refractario, suspendido en el interior de una

carcasa de acero inoxidable con aislamiento térmico. Las dimensiones de los hornos permiten abarcar toda la superficie de los reactores mejorando con ello la transferencia de calor y cuentan con un termopar tipo K (5a, 5b) situado en dirección radial que junto a los termopares ubicados dentro de los reactores hacen más fiable la medida de temperatura.

La caja principal de la estructura posee un termopar tipo K (7a) para controlar el sobrepaso de la temperatura de todo el equipo. Las tres cajas poseen ventiladores para regular la temperatura del *Catatest* y resguardar la instrumentación.

Los productos de reacción salen del reactor para pasar por los PCs (PC1, PC2) que fijan la presión en los reactores al nivel deseado por control de contrapresión, independiente del flujo y la composición de la mezcla del gas. Seguidamente los productos se dirigen de nuevo a las Evs y finalmente a una de las salidas del equipo (cromatografía o venteo). Todos los venteos del equipo están conectados a una única salida por lo que se utilizan válvulas antirretorno con presión de apertura de 6,9 kPa, así se asegura que estos gases no contaminen el sistema de tuberías.

El MFC9 regula y controla el flujo que proviene del reactor A y que se alimenta al reactor B cuando estos dos trabajan en serie. En esta configuración se hace necesario que justo después del controlador de presión (PC1) la corriente vaya a una válvula de alivio de presión (8a) que elimina el gas acumulado durante la regulación de flujo hecha por el MFC9 que se encuentra aguas abajo de la válvula de alivio.

1.4.6. Filosofía de Control y Automatización. El sistema utiliza lazos de control abiertos, cerrados y retroalimentados PID (Proporcional, Integral y Derivativo) y señales de alarma centralizadas en el PLC que actúa según se ha programado frente a las diferentes situaciones de alarma del sistema.

1.4.6.1. Lazos de control.

1.4.6.1.1. *Temperatura.* El control de la temperatura de reacción se realiza con los termopares situados en los hornos (5a, 5b), las señales analógicas que estos emiten son convertidas a protocolos de comunicación RS-485 por medio de transductores (9a, 9b); subsecuente las señales digitales son analizadas por el PLC que proporciona una señal de salida analógica 24 VDC que es enviada a los relés de estado sólido (11a, 11b) que regulan la potencia suministrada a los hornos de forma todo-nada. El termopar situado (7a) en la caja también está conectado a un transductor (10a) para poder comunicarse con el PLC. En la Figura 3 se presenta el lazo de control cerrado PID de temperatura de los hornos A y B.

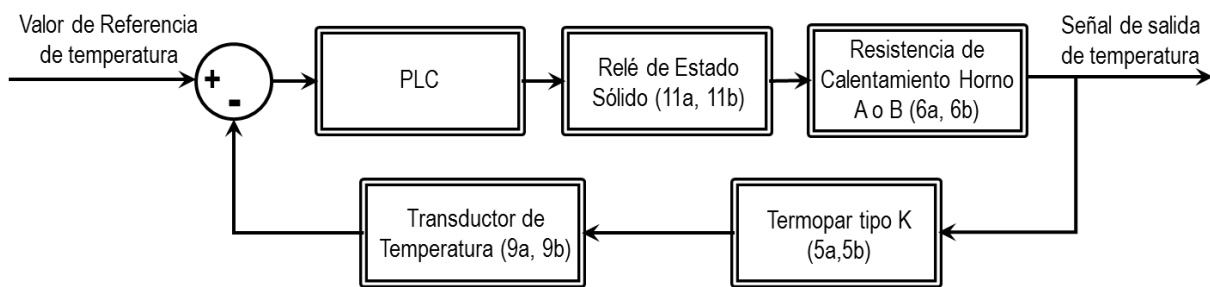


Figura.3. Lazo de control cerrado PID de temperatura de los hornos

1.4.6.1.2. *Presión y flujo.* El control de presión y flujo es llevado a cabo por dispositivos que incorporan sensor, controlador y válvula de control (PC1, PC2 y MFC1 al MFC9), el valor de referencia de los controladores se envía desde el PLC por protocolo de comunicación RS-232. Los PCs están instalados aguas abajo del reactor de modo que al disminuir el flujo de productos de reacción aumenta la presión en el sistema y viceversa. Mientras los MFCs están a la entrada de los reactores para la dosificación de gases. Los MFCs requieren la indicación de la especie de gas que se va a dosificar y para ello contienen una base datos. Además de medir y controlar flujo másico, los MFCs censan presión, temperatura y flujo volumétrico del gas que se alimenta. En la Figura 4 se presenta el lazo de control cerrado PID de presión y flujo de los PCs y MFCs

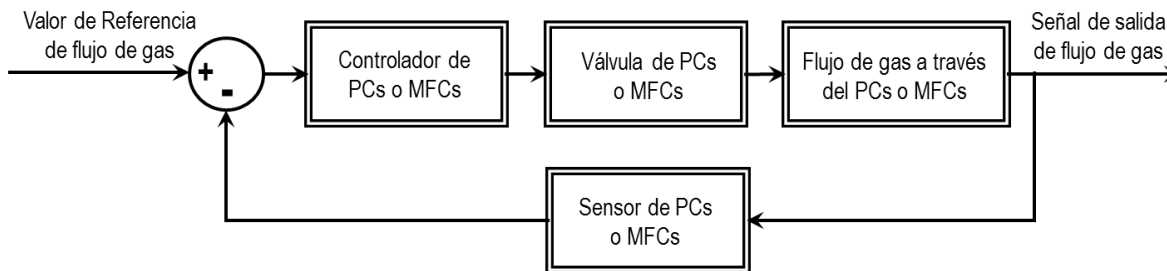


Figura. 4. Lazo de control cerrado PID de presión y flujo de los PCs y MFCs

1.4.6.1.3. *Circuitos de flujo.* Las electroválvulas (Ev1, Ev2, Ev3, Ev4) están conectadas al PLC por protocolo de comunicación RS-232. Estas son válvulas de cuatro y seis vías con posiciones de flujo uno o cero y actuador eléctrico, que al combinarse generan circuitos de flujo, y así rutinas de operación que están almacenadas en el PLC (ver Tabla 9 en el APÉNDICE H). En la Figura 5 se muestra el lazo de control abierto de la posición de las Evs.

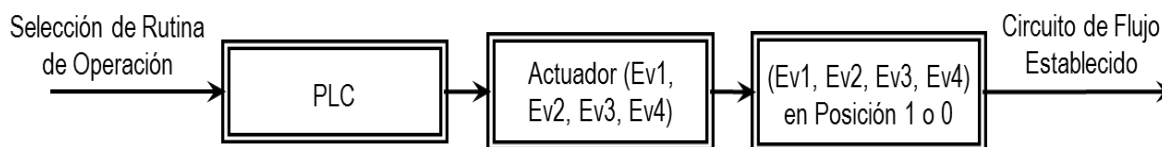


Figura 5. Lazo de control abierto de las Evs

1.4.6.1.4. *Análisis de reactivos y productos.* El equipo se comunica con el GC por medio de un relé de estado sólido que se acciona por una señal de 24VDC enviada por el PLC. Esto permite dar inicio al análisis de los gases cuando sea requerido. Por defecto, los análisis por cromatografía se hacen cada 20 min (modificable según requerimientos) debido a la duración de la rutina de análisis del cromatógrafo. En la Figura 6 se presenta el lazo de control abierto del análisis de gases por el GC.

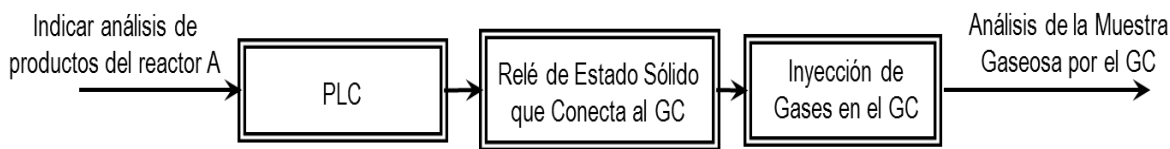


Figura 6. Lazo de control abierto del análisis de gases por el GC

1.4.6.2. Alarmas.

1.4.6.2.1. Temperatura. Los termopares en los lechos (4a, 4b) actúan frente a un fallo de los termopares situados en los hornos activando una señal de alarma cuando los valores de temperatura registrados tanto en el lecho como en el horno difieren en 100°C por 30 min o en el horno se superen los 1000°C, esta alarma detiene el suministro de energía de los hornos, enciende el sistema de ventilación, impide el flujo de gases y activa una alarma sonora visual como señal de aviso para el usuario.

1.4.6.2.2. Presión y flujo. En caso de que la referencia fijada a alguno de los PCs o MFCs difiera en 10% del valor medido por el dispositivo durante 5 min se detiene el funcionamiento de los hornos, el suministro de gases se interrumpe y por último se activa la alarma sonora visual.

1.4.6.2.3. Paro de emergencia. El equipo posee un botón de parada de emergencia en caso de que el usuario requiera detener rápidamente el ensayo catalítico que se está llevando a cabo. Esta parada interrumpe el suministro de energía a los hornos, activa la alarma sonora visual y reinicia los valores de referencia de todos los dispositivos de control.

1.4.6.2.4. Prueba de fugas. Antes del inicio de un ensayo, catalítico el equipo realiza una prueba de fugas automática. Esto se hace a través de la caída de presión de gas medida en los reactores. Los MFCs realizan la medición de la presión de entrada y los PCs la de salida, los valores obtenidos se restan y si esta diferencia varía en el 10% del valor de referencia, se activa una alarma de aviso al usuario quien debe hacer las correcciones pertinentes de lo contrario no podrá continuar con el ensayo.

1.4.6.3. Software de control. El SCADA permite programar los ensayos catalíticos, monitorear las actividades detalladas de los diferentes dispositivos y enviar los distintos valores de referencias al PLC, muestra tendencias de datos en tiempo real y almacena los valores de operación cada 24h.

1.5. Rutinas de operación del *Catatest*

Cada rutina es el paso a paso del funcionamiento de los distintos dispositivos que integran el equipo durante el transcurso de las reacciones. El PLC, que coordina todo, está programado con base en ellas. Cada rutina tiene una estructura clara y precisa para que el *Catatest* funcione de forma eficaz en cada ensayo catalítico (ver Figuras 20 a 23 en el APÉNDICE H). Las cuatro rutinas de operación son: Solo Reactor A, Solo Reactor B, Paralelo y Serie. Estas funcionan a través de los circuitos de flujo que permiten enviar ya sea reactivos o productos al GC en el momento exacto y así se evitan errores en los resultados del ensayo (ver Figuras 18 y 19 en el APÉNDICE H).

Fase 2: Evaluación de costos

El estudio económico para la adquisición del *Catatest* se realizó por medio de tres cotizaciones, en las cuales se evaluó la factibilidad del proyecto comparando el precio de: 1) El equipo más destacado del mercado, 2) la construcción completa del diseño propuesto por parte de una empresa y 3) la compra de las piezas y equipos del diseño para su construcción y ensamblaje en el laboratorio

2.1. Compra del *Catatest* en el mercado.

El modelo *Computerized Microactivity effi – Single Catalytic Reactor* de la empresa PID Eng&Tech fue cotizado por medio del proveedor en Colombia Importechnical S.A.S. Este equipo es un sistema totalmente automatizado de un solo reactor, que realiza ensayos catalíticos con gases y líquidos, licencia de software incluida, tres líneas de alimentación para gases y una de líquidos, para operar a 1000°C y 10000 kPa. Su precio es de \$269.473.800 COP con IVA incluido. Ver Figura 24 en el APÉNDICE I.

2.2. Compra de diseño propuesto a una empresa

El diseño propuesto de dos reactores fue cotizado con Didacontrol S.A.S., empresa de automatización y entrega de plantas llave en mano. El equipo se cotizó con reactores en acero inoxidable 310. Este último presenta mayor resistencia a altas temperaturas que el acero inoxidable 316. Su precio fue de \$401.241.680 COP con IVA incluido. Ver Figuras 25 y 26 en el APÉNDICE I.

2.3. Compra de equipos por parte del laboratorio

Se cotizaron los equipos y piezas del *Catatest* según el diseño propuesto en este proyecto, para su construcción en el laboratorio. El precio final fue de \$161.173.158 COP con IVA incluido. El resumen global de los costos se presenta en la Tabla 2, junto con las empresas proveedoras de los equipos.

Tabla 2

Resumen global de costos de construcción del Catatest por empresas cotizantes

Empresa	Descripción de artículos cotizados	Total + Iva \$COP
Resistencias Santander	Hornos, ventiladores axiales y termopares	\$12.028.520
MDO Ltda. (mantenimiento, diseño y operación)	Estructura metálica, mezcladores de gases, acondicionamiento de reactores	\$9.621.150
Organización Monitoreo Ambiental Ltda.	MFCs, PCs	\$62.182.340
Servicios y Proyectos Industriales S.A.S.	Sistema de control y software para automatización	\$25.745.234
Valco Instruments Co. Inc.	Válvulas eléctricas de 4 y 6 vías, platos porosos de soporte del catalizador	\$28.345.915
Inlicol Válvulas y Conexiones S.C.	Tubería, uniones y racores	\$23.249.999
	Costo Total	\$161.173.158

De esta manera, se decidió realizar la construcción del *Catatest* en el CICAT, pues es un equipo de características similares a los modelos comerciales y con un costo de inversión bajo respecto a

las demás opciones, con ahorros del 67% y 149%, respecto a las opciones planteadas por Importechnical y Didacontrol. El resumen detallado de precios de piezas se encuentra en los APÉNDICES B y C. Cabe resaltar que el GC también fue adquirido por medio del proyecto de Colciencias 9454 y tuvo un costo de \$158.804.000 COP. De esta manera el costo total del *Catatest* acoplado al GC fue de: \$319.977.158 COP.

Fase 3: Adecuación de instalaciones

Para el funcionamiento del *Catatest* y el GC se deben cumplir ciertos requerimientos en el área de trabajo. Estos, corresponden a líneas de alimentación de gas y de red eléctrica, temperatura del sitio y mesón de trabajo. La distribución de las instalaciones se presenta en la Figura 7.

3.1. Temperatura del sitio

Para garantizar la durabilidad de los equipos, en especial el GC, se requiere que el sitio de trabajo opere a una temperatura igual o inferior a los 22°C, por lo cual se instaló un aire acondicionado (AiCo, Air Conditioner), marca General Yonan (110 VDC) con potencia de 1340 Watts (12000 Btu/h). Para delimitar el espacio de trabajo que se requiere enfriar, se instaló una cabina de vidrio y aluminio de dimensiones 210x250x250 cm (ver Figura 7).

3.2. Mesón de trabajo

Para ubicar el *Catatest* y el GC se construyó un mesón de 2 m de largo por 0,8 m de fondo. Para la instalación del computador y para el sitio de trabajo del usuario se ubicó dentro de la cabina un escritorio de medidas 140x60x75 cm (ver Figura 7).

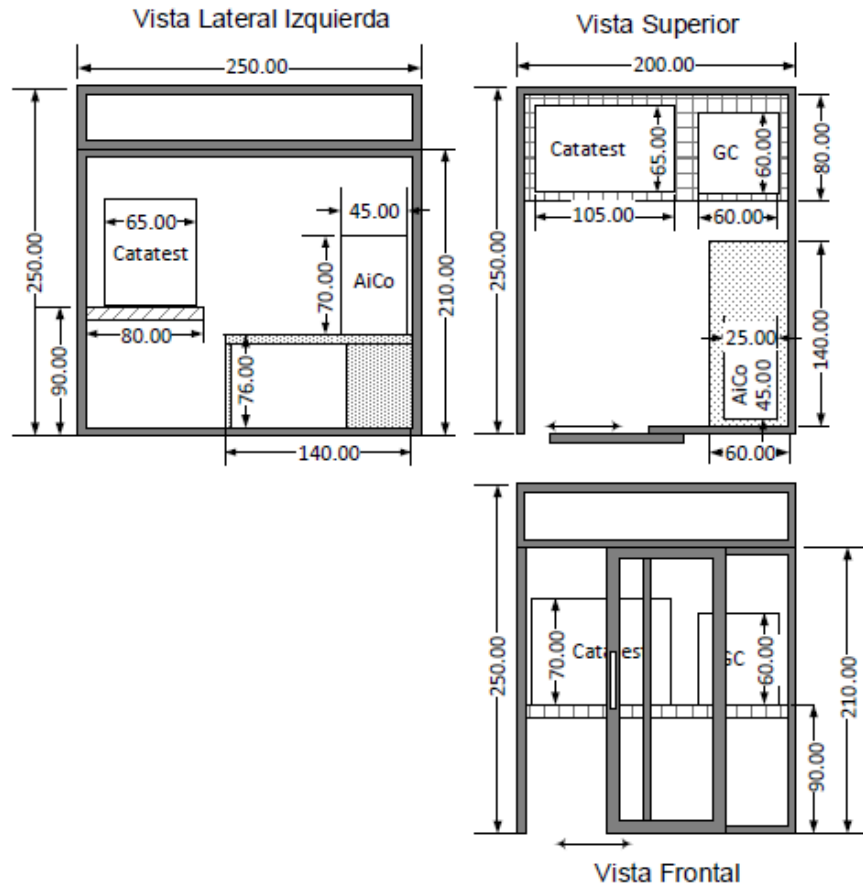


Figura 7. Distribución de instalaciones de los equipos *Catatest*, GC y AiCo

3.3. Líneas de alimentación de gas y de red eléctrica

Para el funcionamiento del *Catatest* se realizó la instalación de tubería de cuatro líneas de gases: N_2 , CO_2 , O_2 e hidrocarburos, desde los cilindros hasta el sitio de trabajo. Mientras que para el GC se instalaron tres líneas de gases: Ar, H_2 , Aire. Cada línea posee una válvula de bola con el propósito de cerrar el flujo de gas cuando sea requerido. Por otro lado, la instalación de la red eléctrica requirió de: Un punto a 220 VAC y uno a 110 VDC para la instalación del *Catatest*, otro regulado de 110 VDC para el GC y el computador desde el cual se manejan los equipos y por último uno de 110 VDC para el aire acondicionado. La Figura 8 muestra la red eléctrica y las líneas de gases.

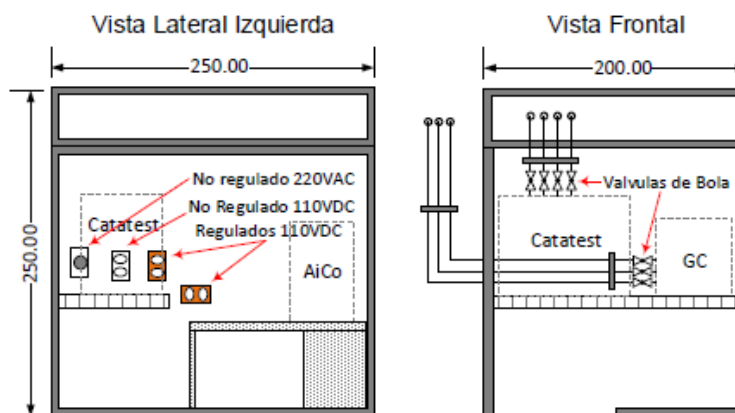


Figura 8. Instalaciones de líneas de gases y red eléctrica

Fase 4: Construcción

La construcción del *Catatest* se llevó a cabo dentro de las instalaciones del laboratorio, donde se ensamblaron los equipos junto con las piezas y accesorios de tubería. La Figura 9 muestra las vistas frontal, lateral y posterior del *Catatest* con señalización de la instrumentación y los componentes más importantes del sistema de control.

La tubería fue doblada, cortada y ensamblada de acuerdo con el manual de instrucciones de Swagelok (Swagelok, 2015), utilizando una dobla-tubos para lograr ángulos de alta precisión, corta-tubos y lima, para garantizar que los cortes de las puntas fuesen limpios. Los racores se apretaron dando una vuelta y cuarto para sujetar el tubo y realizar las conexiones, evitando así el sobreesfuerzo en las férulas que forman el sello metal-metal.

Los MFCs y PCs se colocaron en soportes asegurados a la caja lateral con tornillos de 1,27 cm (0,5 in). Las Evs se anclaron en la pared de la caja lateral por medio de tornillos de sujeción torx los cuales se incluían en la compra de las válvulas. Los hornos se aseguraron a la caja principal usando placas y tornillos de 15,24 cm (6 in) con tuercas.

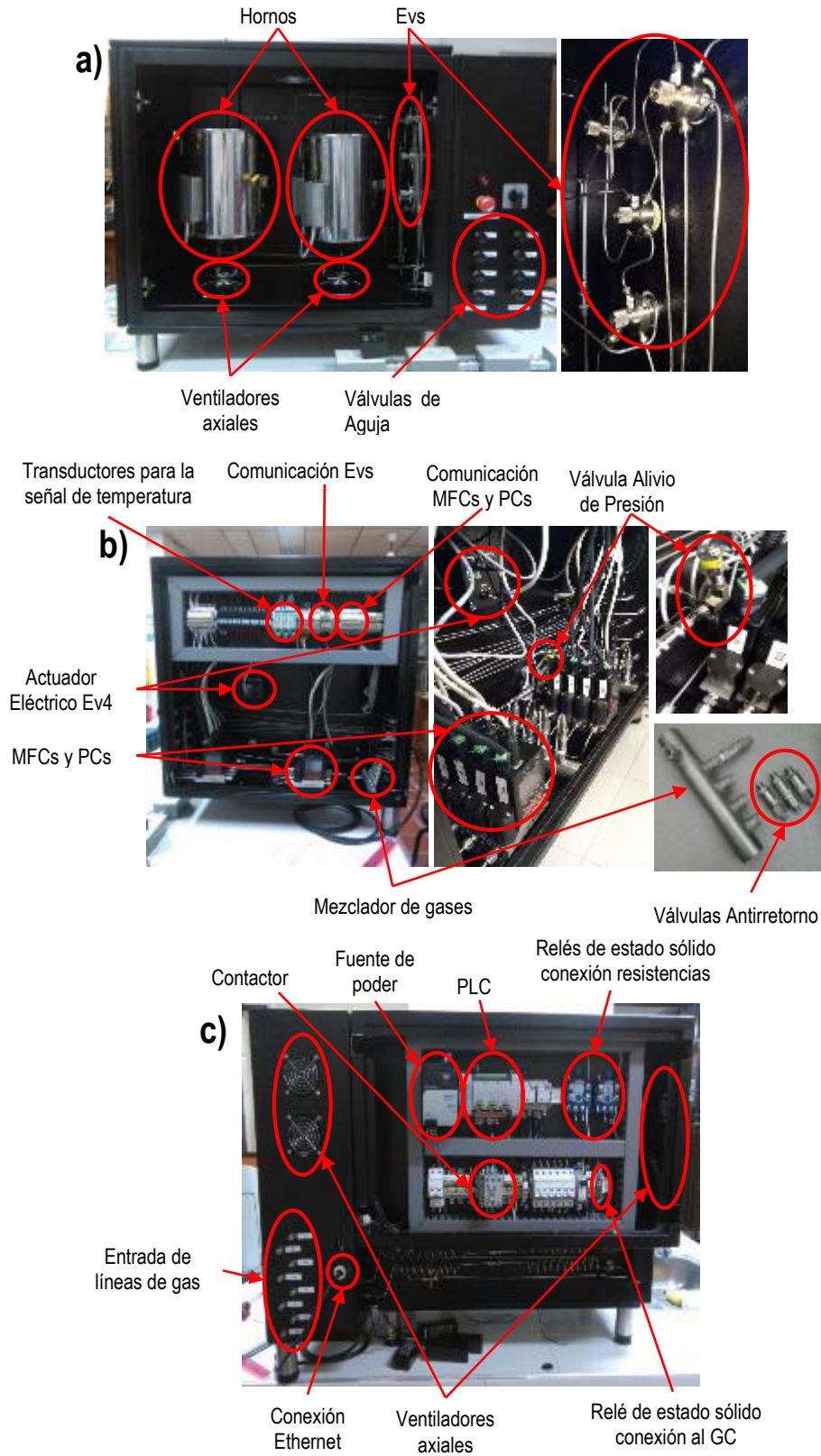


Figura 9. Vistas a) frontal, b) lateral, y c) posterior del *Catatest*, señalando el sistema de control e instrumentación

El sistema de control se ubica sobre dos falsos fondos los cuales descansan sobre tornillos de 17,78 cm (7 in) en la caja posterior y la caja lateral de medidas 60x45 cm y 60x23 cm, respectivamente. Las cajas del *Catatest* tienen en total 60 perforaciones para colocar los ventiladores axiales en las tres cajas, los botones de alarma y paro de emergencia en el panel frontal, las Evs en la caja principal, las conexiones de tubería y cableado entre las tres cajas. Las cantidades y medidas de los diámetros de las perforaciones fueron de: veinticuatro de 0,953 cm, diez de 2,54 cm, cuatro de 8 cm, tres de 12 cm, cuatro de 3,175 cm, y cinco de 2,54 cm.

Fase 5: Puesta en marcha

5.1. Sistema de Control y Automatización

La instalación de los sistemas eléctrico y de control, junto a la programación del PLC y SCADA fue llevado a cabo por la empresa Servicios & Proyectos Industriales S.A.S. Los MFCs y PCs no requirieron de sintonización ya que los parámetros PID con los que fueron recibidos de fábrica se ajustaron adecuadamente al proceso. No obstante, fue necesario sintonizar el lazo de control de temperatura. En la Tabla 3 se muestran los parámetros PID (Ganancia proporcional (k_p), tiempo integral (t_i), tiempo derivativo (t_d)) calculados para diferentes intervalos de temperatura.

Este lazo de control también permite al usuario modificar la velocidad de calentamiento desde 1°C/min hasta 60°C/min, lo cual se logra a través de la modificación de los valores de la ganancia k_p la cual crece linealmente 0,01 por cada 1°C/min con valores entre 0,01 y 0,6. La modificación de k_p no altera el tiempo de establecimiento de la temperatura en el valor de referencia.

Tabla 3.
Parámetros PID del lazo de control de temperatura

Intervalos de temperatura °C	Horno 1		Horno 2	
	t_i	t_d	t_i	t_d
26-100	1154,505	288,626	1400,005	350,001
100-200	630,500	157,625	641,998	160,500
200-300	478,000	119,500	465,997	116,499
300-400	399,002	99,751	365,500	91,375
400-500	321,501	80,375	303,499	75,875
500-600	264,501	66,125	255,497	63,874
600-1000	213,498	63,375	204,996	51,249

* k_p crece linealmente 0,01 por cada 1°C/min para los dos hornos

5.2. Disposición del *Catatest*

Antes de realizar un ensayo catalítico, el usuario debe preparar el reactor. Esto se hace por medio de los siguientes pasos guiados por la señalización presentada en la Figura 10:

1. Soltar la tuerca de sujeción del reactor (ver Figura 10. c) teniendo la precaución de no doblar el termopar.
2. Introducir el plato poroso dentro del reactor asegurándose que descansa adecuadamente en el soporte anclado dentro del reactor, una vez logrado esto se recomienda colocar una pequeña cantidad de fibra de vidrio o cuarzo, con el propósito de que el plato poroso no se contamine con el catalizador que usualmente es un polvo fino.
3. Depositar cuidadosamente el catalizador en el reactor para que el plato poroso no se suelte.
4. Colocar fibra de vidrio o cuarzo que compacte el lecho de catalizador sosteniéndole durante la manipulación del reactor y agregar material de dilución en caso de requerirse.
5. Manteniendo el reactor en posición vertical introducir la unión te que sostiene el termopar suavemente para no doblar el mismo.
6. Ubicar el reactor en el *Catatest* como se muestra en la Figura 10. a). Apretar suavemente las roscas de sujeción entrada y salida. Finalmente, cerrar el horno.

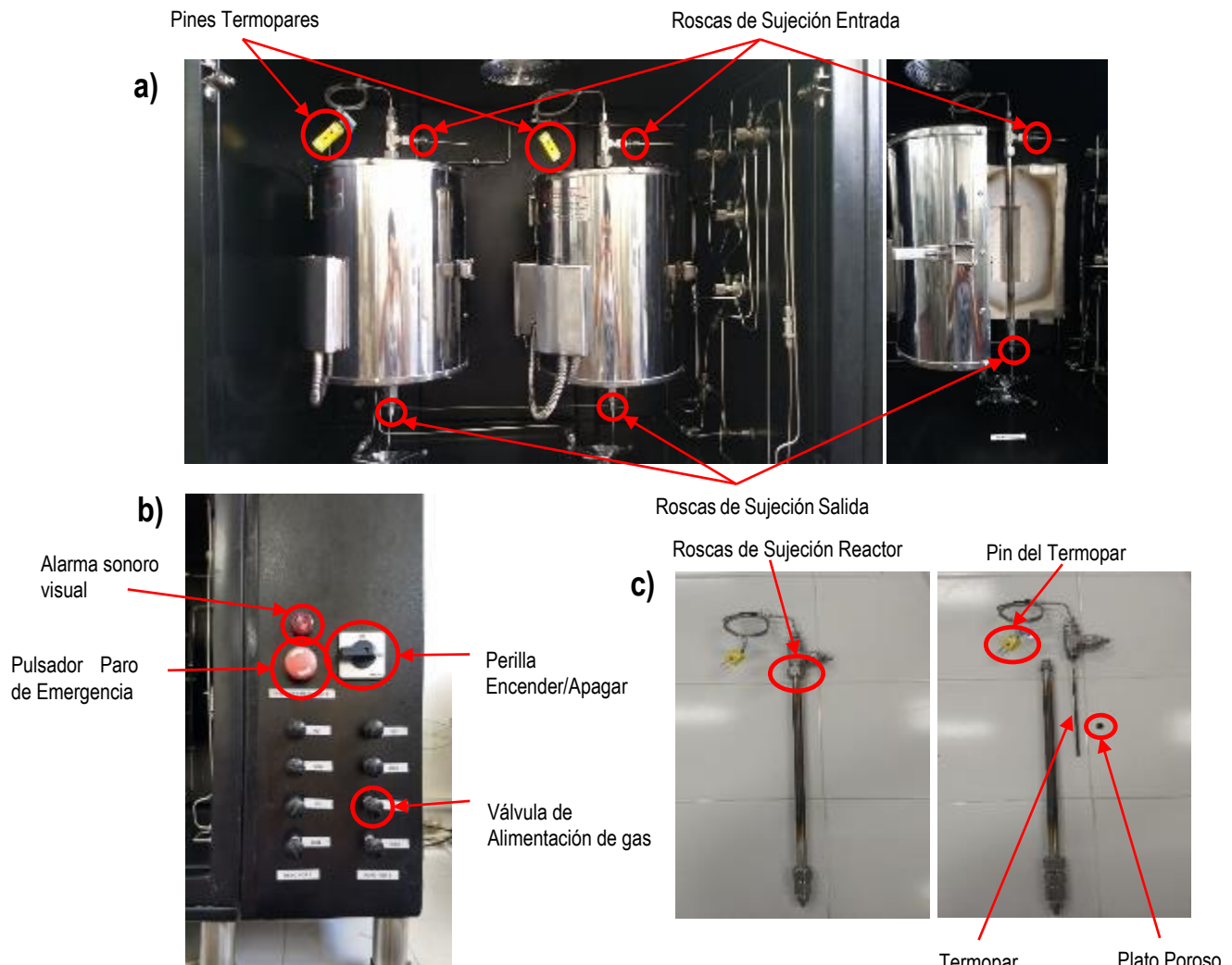


Figura 10. Racores e instrumentación del *Catatest* a) Ubicación de los reactores en el *Catatest*; b) panel de control; c) piezas del reactor tubular

Ya estando el reactor dispuesto en el equipo el usuario permite el paso de los gases que desea abriendo las válvulas de alimentación de dichos gases (ver Figura 10. b). Finalmente se actúa la perilla encender/apagar y así proseguir con la programación del ensayo catalítico en el SCADA.

5.3. Programación del SCADA

En el APÉNDICE J se presenta paso a paso la programación de un ensayo catalítico. Es de vital importancia que el GC esté listo para iniciar con el análisis (las temperaturas de las columnas,

detectores y el metanizador) antes de dar comienzo al ensayo, esto ayuda enormemente a la sincronización *Catatest* – GC.

5.4. Sincronización *Catatest* – GC

Se aprovecha la función *Batch* del GC para operar, en la cual se programa una lista de métodos previamente establecidos con las columnas y los detectores (temperaturas y tiempos de inyección de gas a través de las cinco columnas), requiriendo solo la orden de iniciar el análisis. Esta última se realiza manualmente, o como en el caso del *Catatest*, por medio de un cierre de contacto en el cual el equipo se posiciona en el circuito de flujo requerido (ver Tabla 9, APÉNDICE H) y tiempo después envía una señal al GC para que inyecte la muestra gaseosa.

5.5. Validación del funcionamiento del *Catatest* mediante un ensayo catalítico

Se realizó un ensayo catalítico de combustión de metano para demostrar el funcionamiento del *Catatest*, utilizando como catalizador óxido de manganeso (MnO₂, Comercial, Erachem, Bélgica). Las condiciones usadas para llevar a cabo la reacción se tomaron de la información reportada por (Geng et al., 2016) y (Li, Liang, Xu, & Hao, 2009). Las mismas se resumen en la Tabla 4. El catalizador se diluyó en arena de cuarzo y se empacó en los reactores utilizando fibra de vidrio. Se evaluó la conversión de metano a diferentes temperaturas para ambos reactores (ver Tabla 4).

La conversión del metano se expresó como indica la ecuación 3.

$$\text{Conversión}_{\text{CH}_4} = \frac{\text{Area}_{\text{inicial}} - \text{Area}_{\text{final}}}{\text{Area}_{\text{inicial}}} \quad (3)$$

Donde $\text{Area}_{\text{inicial}}$ y $\text{Area}_{\text{final}}$ son los valores correspondientes a los picos generados por el metano en el detector FID.

Tabla 4.*Condiciones de reacción ensayo catalítico*

Parámetro	Valor
WHSV*	15000 mL*g* h ⁻¹
Flujo N ₂	100 sccm
Flujo O ₂	20 sccm
Flujo CH ₄	5 sccm
Cantidad de catalizador	0,5 g
Cantidad de arena de cuarzo	3,0 g
Temperaturas estudiadas	200; 300; 400; 500°C
Velocidad de calentamiento	5°C/min

*Weight Hourly Space Velocity

Los resultados del ensayo catalítico se presentan en la Figura 11. Se observó que, al aumentar la temperatura, se incrementó la actividad catalítica, con valores de conversión similares para ambos reactores a las diferentes temperaturas estudiadas, confirmando que estos operan de forma satisfactoria. En adición el comportamiento obtenido está de acuerdo con los reportes presentados en la literatura para la combustión de metano por (Ismagilov et al., 2010), (Hu, Chu, & Shi, 2008). Durante el ensayo las variables de operación se mantuvieron estables en los valores de referencia, estos resultados se encuentran en el APÉNDICE K.

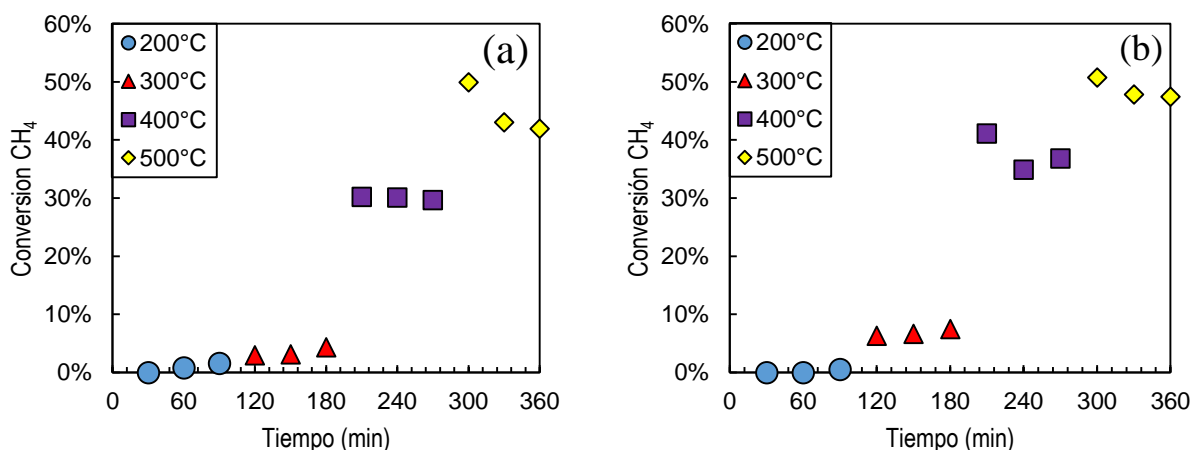


Figura 11. Conversión de CH₄ en reactor A (a) y reactor B (b). 0,5g de Catalizador MnO₂. Flujos (mL/min): N₂=100, O₂=20, CH₄=5. Presión 101kPa

6. Conclusiones

En este proyecto se realizó el diseño, construcción y puesta en marcha de un *Catatest* automatizado a escala laboratorio para reacciones de oxidación catalítica de hidrocarburos, en particular para la combustión de compuestos orgánicos volátiles y reformado seco de metano. El *Catatest* tiene las siguientes características:

- (i) Consta de dos reactores de lecho fijo que pueden operar en serie, paralelo o de manera independiente durante las pruebas catalíticas.
- (ii) Cuatro entradas de gases, flujos totales de 0 a 295 sccm, presión de 103-620 kPa (0-90 psig) y temperatura de 30-1000°C para cada reactor.
- (iii) La operación y control del equipo fueron automatizadas mediante la implementación de componentes adecuados y los softwares llamados FactoryTalk View y Connected Components Workbench. El software de control, supervisión y adquisición de datos tiene un ambiente amigable con el usuario y permite operar el equipo desde control remoto por computador, aquí se ingresan de manera interactiva la rutina a trabajar con las variables de cada reacción (flujo, composición, temperatura, presión). Además, es posible monitorear el proceso de reacción en tiempo real o acceder al registro de datos.

En general, el *Catatest* construido cumplió con las características ofrecidas por sistemas comerciales (CATLAB PCS, Microactivity Effi Reactor) con un costo de construcción considerablemente bajo respecto a los modelos mencionados, logrando ahorros mayores al 60%. Además, se demostró que posee un funcionamiento adecuado con base en una prueba catalítica de combustión de metano.

Finalmente, los resultados del trabajo contribuyen al desarrollo de tecnologías autóctonas de construcción de equipos de alta precisión y eficiencia para estudios catalíticos.

7. Recomendaciones

Se recomienda para futuros trabajos estudiar el diseño de un sistema de reacción automatizado en fase fluida de alta presión para llevar a cabo reacciones de hidrotratamiento y craqueo catalítico que optimice el trabajo de investigación para el desarrollo de catalizadores en este tipo de reacciones.

De igual manera, se recomienda realizar estudios para la construcción de una planta piloto flexible que permita probar catalizadores potenciales para su implementación en la industria y permitir a los centros de investigación de la Universidad Industrial de Santander avanzar hacia el tercer paso en el escalado de nuevos catalizadores que contribuyan al desarrollo de la industria colombiana.

Finalmente se recomienda trabajar en el desarrollo de software con bases de datos solidas que permitan tomar la información generada por el *Catatest* y el GC para tener resultados inmediatos de cinética y termodinámica que hagan aún más rápida la investigación de catalizadores.

Bibliografía

- Adesina, A. A. (1999). Kinetic studies of CH₄ oxidation over Pt ± NiO / d-Al₂O₃ in a fluidised bed reactor, *180*(2), 113–122. <https://doi.org/10.5614/j.eng.technol.sci.2013.45..2.7>
- Baldovino, V. G., & Perez, D. de J. (2003). *Reformado seco de metano con CO₂ sobre catalizadores Ni/La₂O₃ obtenidos a partir de la perovskita LaNiO₃*. Universidad Industrial de Santander.
- Berger, R. J., Pérez-Ramírez, J., Kapteijn, F., & Moulijn, J. A. (2002). Catalyst performance testing: bed dilution revisited. *Chemical Engineering Science*, *57*(22–23), 4921–4932. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(02\)00273-7](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(02)00273-7)
- Carberry, J. J. (1964). DESIGNING LABORATORY CATALYTIC REACTORS. *Industrial & Engineering Chemistry*, *56*(11), 39–46. <https://doi.org/10.1021/ie50659a007>
- Carberry, J. J. (1987). Physico-Chemical Aspects of Mass and Heat Transfer in Heterogeneous Catalysis. *Catalysis*, *8*, 131–171. https://doi.org/10.1007/978-3-642-93278-6_3
- Challiwala, M. S., Ghouri, M. M., Linke, P., El-Halwagi, M. M., & Elbashir, N. O. (2017). A combined thermo-kinetic analysis of various methane reforming technologies: Comparison with dry reforming. *Journal of CO₂ Utilization*. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2016.11.008>
- Charisiou, N. D., Siakavelas, G., Papageridis, K. N., Baklavaridis, A., Tzounis, L., Avraam, D. G., & Goula, M. A. (2016). Syngas production via the biogas dry reforming reaction over nickel supported on modified with CeO₂ and/or La₂O₃ alumina catalysts. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, *31*, 164–183. <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2016.02.021>

- Costelloe-Kuehn, B. (2016). Volatile organic compounds. In *Salem Press Encyclopedia* (p. 2).
- DeMaria, F., Longfield, J. E., & Butler, G. (1961). Catalytic Reactor Design. *Industrial & Engineering Chemistry*, 53(4), 259–266.
- Derouane, E. G., Parmon, V., Lemos, F., & Ribeiro, F. R. (2002). *Principles and Methods for Accelerated Catalyst Design and Testing*.
- Fogler, H. S. (2008). *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas* (4th ed.). México: PEARSON Educación.
- Gallego, S., Batiot-dupeyrat, C., & Mondrago, F. (2008). Dual Active-Site Mechanism for Dry Methane Reforming over Ni/La₂O₃ Produced from LaNiO₃ Perovskite. *Industrial and Engineering Chemistry (Analytical Edition)*, 47(23), 9272–9278. <https://doi.org/10.1021/ie800281t>
- Geng, H., Yang, Z., Zhang, L., Ran, J., Yan, Y., & Guo, M. (2016). Effects of O₂/CH₄ ratio on methane catalytic combustion over Cu/ γ -Al₂O₃ particles. *International Journal of Hydrogen Energy*, 41(40), 18282–18290. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.08.134>
- Hidden Analytical. (2017). CATLAB-PCS. Retrieved from 18/10/2017 CATLAB- PCS System for catalyst characterisation & kinetic measurement Copyright 2016 Hidden Analytical. All Rights Reserved. <http://www.hiddenanalytical.com/products/for-catalysis-and-thermal-analysis/catlab-pcs/>
- Hu, J., Chu, W., & Shi, L. (2008). Effects of carrier and Mn loading on supported manganese oxide catalysts for catalytic combustion of methane. *Journal of Natural Gas Chemistry*, 17(2), 159–164. [https://doi.org/10.1016/S1003-9953\(08\)60044-4](https://doi.org/10.1016/S1003-9953(08)60044-4)

Indura S.A. (2015). Manual de gases.

Ismagilov, Z. R., Kerzhentsev, M. A., Yashnik, S. A., Shikina, N. V, Zagoruiko, A. N., Parmon, V. N., ... Favorski, O. N. (2010). Development of Granular Catalysts and Natural Gas Combustion Technology for Small Gas Turbine Power Plants. In *Gas Turbines*. Retrieved from <http://www.intechopen.com/books/gas-turbines/development-of-granular-catalysts-and-natural-gas-combustion-technology-for-small-gas-turbine-power->

Kamal, M. S., Razzak, S. A., & Hossain, M. M. (2016). Catalytic oxidation of volatile organic compounds (VOCs) - A review. *Atmospheric Environment*. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2016.05.031>

Lee, D., Myung, J., Tan, J., Hyun, S. H., Irvine, J. T. S., Kim, J., & Moon, J. (2017). Direct methane solid oxide fuel cells based on catalytic partial oxidation enabling complete coking tolerance of Ni-based anodes. *Journal of Power Sources*, 345, 30–40. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2017.02.003>

Li, J., Liang, X., Xu, S., & Hao, J. (2009). Catalytic performance of manganese cobalt oxides on methane combustion at low temperature. *Applied Catalysis B: Environmental*, 90(1–2), 307–312. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2009.03.027>

Manrique Moreno, V. J. (2014). Ciencia básica de los efectos del metano sobre el cambio climático. Estado del arte y escenario de reducción. *Revista Semestral, Especializada En La Aplicación de La Metrología de Los Fluidos. MET & FLU*, 9(ISSN 2145-5716), 28–33. Retrieved from [http://www.cdtdegas.com/images/Descargas/Nuestra_revista/MetFlu9/Revista MET&FLU 9.pdf](http://www.cdtdegas.com/images/Descargas/Nuestra_revista/MetFlu9/Revista_MET&FLU_9.pdf)

Moore, T., Mariño Martínez, J. E., Moreno, M., Bautista, O., Caicedo, J. C., & Ponguta, S. (2016).

Estrategias para el aprovechamiento del gas metano asociado a los mantos de carbón en explotaciones bajo tierra informe integrado, UPME.

Moretti, E. C. (2002). Reduce VOC and HAP emissions. *Chemical Engineering Progress*, 2(6), 30–40.

Nair, M. M., & Kaliaguine, S. (2016). Structured Catalysts for Dry Reforming of Methane. *New J. Chem. J. Name*, 0, 1–3. <https://doi.org/10.1039/x0xx00000x>

National Fire Protection Association. (2005). Standard for Health Care Facilities NFPA 99. *Health Care*. National Fire Protection Association.

Önsan, Z. I., & Avci, A. K. (2016). *Multiphase Catalytic Reactors: Theory, Design, Manufacturing, and Applications*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.

PID Eng & Tech. (2017). Microactivity Effi. Retrieved from <http://www.pidengtech.com/products-and-services/microactivity-effi>

Pratt, K. C. (1987). Small Scale Laboratory Reactors. *Catalysis*, 8, 173–226. https://doi.org/10.1007/978-3-642-93278-6_4

Prieto, J., & Goberna, C. (2008). Automatic reactor for catalytic microactivity studies. United States.

Richardson, R. C. (1963). *Design of fixed bed catalytic reactors*. Iowa State University.

Schwach, P., Pan, X., & Bao, X. (2017). Direct Conversion of Methane to Value-Added Chemicals over Heterogeneous Catalysts : Challenges and Prospects. *American Chemical Society*, 117, 8497–8520. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.6b00715>

- Stefanov, P., Todorova, S., Naydenov, A., Tzaneva, B., Kolev, H., Atanasova, G., ... Aleksieva, K. (2015). On the development of active and stable Pd-Co/ γ -Al₂O₃ catalyst for complete oxidation of methane. *Chemical Engineering Journal*, 266, 329–338. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2014.12.099>
- Swagelok. (2015). Guía de bolsillo para el instalador de racores Swagelok.
- Tanios, C., Bsaibes, S., Nawfal, M., Gennequin, C., Tidahy, H. L., Aboukaïs, A., ... Nsouli, B. (2016). Preparation and characterization of Ni-Co- Mg-Al mixed oxides derived from layered double hydroxides and their performance in the dry reforming of methane. 3rd International Conference on Renewable Energies for Developing Countries (REDEC).
- US Enviromental Protection Agency (EPA). (2017). Volatile Organic Compounds \hat{e} TM Impact on Indoor Air Quality. Retrieved from <https://www.epa.gov/indoor-air-quality-iaq/volatile-organic-compounds-impact-indoor-air-quality>
- Usman, M., Wan Daud, W. M. A., & Abbas, H. F. (2015). Dry reforming of methane: Influence of process parameters—A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 45, 710–744. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.02.026>
- Valderrama, G., Goldwasser, M. R., Navarro, C. U. De, Tatibouët, J. M., Barrault, J., Batiot-Dupeyrat, C., & Martínez, F. (2005). Dry reforming of methane over Ni perovskite type oxides. In *Catalysis Today*. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2005.07.010>
- Vannice, M. A. (2005). *Kinetics of Catalytic Reactions*. New York: Springer Science+Business Media, Inc.
- Vatavuk, W., Vaart, D. R. Van der, & Spivey, J. J. (2000). Section 3. VOC Destruction Controls.

United States Environmental Protection Agency (EPA).

Villa, P. L., Rapagná, S., & Lietti, L. (2000). Laboratory Reactors for Catalytic Gas-Solid Reactions. *Combinatorial Catalysis and High Throughput Catalyst Design and Testing*, 560, 363–389. https://doi.org/10.1007/978-94-011-4329-5_12

Yáñez, E. E., & Gualdrón, M. A. (2014). *Metodología para la identificación y cuantificación de emisiones fugitivas de metano en campos de producción*. Piedecuesta Santander: Ecopetrol. Instituto Colombiano del Petroleo.

APÉNDICES

APÉNDICE A. Reactores tubulares de laboratorio

Reactor de flujo pistón integral.

Cuando un reactor tubular opera a altas conversiones (>5%) es denominado reactor integral. Además, si las condiciones experimentales permiten que todas las variables físico-químicas (velocidad, temperatura, presión, concentraciones, etc.) del gas sean constantes sobre la sección ortogonal del eje del reactor tubular, este puede considerarse como un reactor de flujo de pistón (Villa, Rapagná, & Lietti, 2000).

Los balances de masa y energía para un reactor de flujo pistón empacado en estado estacionario están dados por las ecuaciones (1) y (2), respectivamente (Fogler, 2008):

$$\frac{dF_j}{dW} = r'_j \quad (1)$$

$$\frac{dT}{dW} = \frac{\frac{4U_w}{\rho_b D_i} (T_w - T) + \sum r'_j \Delta H_{rx}}{\sum F_j C_{P,j}} \quad (2)$$

Donde: F_j es la velocidad de flujo molar de la especie j ; W es la masa de catalizador; r'_j es la velocidad de generación o consumo de la especie j por unidad de masa de catalizador, U_w es el coeficiente global de transferencia de calor; ρ_b es la densidad del lecho catalítico; D_i es diámetro interno del reactor; T_w es la temperatura de la pared externa del reactor; T es la temperatura del reactor; ΔH_{rx} es la entalpia de reacción; y $C_{P,j}$ es la capacidad calorífica de la especie j .

Las ecuaciones (1) y (2) representan una situación ideal, esto es, en ausencia de gradientes de temperatura y concentración. En casos reales, pueden existir desviaciones no identificadas y no

cuantificadas del modelo ideal que tienden a distorsionar los datos y a dificultar los análisis posteriores. Por ello, se han propuesto varios criterios analíticos y métodos experimentales para detectar y minimizar las limitaciones de transferencia, estos generalmente se enfocan en los efectos de transferencia:

- *intrapartícula*, que se refiere a la presencia de gradientes de concentración y temperatura dentro de la partícula de catalizador;
- *interface*, que se refiere a la presencia de gradientes de concentración y temperatura a través de la película de fluido que separa la superficie externa del catalizador y la corriente principal del fluido;
- *intrareactor*, que se refiere a la presencia de macrogradientes dentro del reactor.

Aquí se revisará de forma breve los criterios formulados para los efectos de transferencia *intrareactor*.

Las desviaciones del *reactor tubular isotérmico* del comportamiento ideal de flujo pistón puede ser adscrito a los siguientes factores: dispersión axial y bypass. La dispersión axial puede ser importante en aquellos que involucran altas conversiones y cortos lechos catalíticos, donde se desarrollan fuertes gradientes de concentración axial (Carberry, 1987; Villa et al., 2000). Resulta que, para minimizar los efectos de dispersión axial, una conveniente práctica es alargar el lecho catalítico lo que implica dilución con un material inerte. Se desarrolló un criterio para la mínima longitud del reactor necesaria para evitar un significativo efecto de dispersión (Carberry, 1964; Pratt, 1987; Villa et al., 2000):

$$\frac{h_{\text{bed}}}{d_{\text{p,bed}}} > 30 \text{ ó } 50 \quad (3)$$

Aquí h_{bed} es la longitud del lecho empacado; y $d_{\text{p,bed}}$ es el diámetro de partícula del lecho.

El bypass, por otra parte, se debe al hecho de que cerca de la pared interna del reactor, la fracción de vacío es más alta que en el interior debido a la presencia de una superficie de pared plana. Por consiguiente, la velocidad real del gas cerca de la pared es mayor. Para evitar este fenómeno la siguiente condición debería ser cumplida (Pratt, 1987; Villa et al., 2000):

$$5 < \frac{D_i}{d_{\text{p,cat}}} < 10 \quad (4)$$

Donde $d_{\text{p,cat}}$ es el diámetro de partícula del catalizador.

El límite superior de la relación a menudo se desprecia, pero es particularmente importante para reacciones altamente exotérmicas.

En el caso de un *reactor tubular no isotérmico*, severos gradientes radiales de temperatura pueden presentarse (Pratt, 1987; Villa et al., 2000). La dilución del catalizador con un material inerte reduce la velocidad de generación de calor (o consumo) por unidad de volumen de lecho y además evita puntos calientes (hot spots). Sin embargo, a altas relaciones de dilución, los efectos de bypass pueden ser introducidos, para evitar este fenómeno Berger, Pérez-Ramírez, Kapteijn, & Moulijn, (2002) desarrollaron un criterio que permite predecir el efecto de la dilución sobre la conversión debido al bypass.

$$\epsilon = \left(\frac{b}{1-b} \right) \frac{x_{\text{j,dil}} d_{\text{p,bed}}}{2h_{\text{bed}}} \quad (6)$$

$$\epsilon = \frac{x_{\text{j,und}} - x_{\text{j,dil}}}{x_{\text{j,und}}} \quad (7)$$

$$\frac{d_{\text{p,cat}}}{h_{\text{cat}}} = \left(\frac{1}{1-b} \right) \frac{d_{\text{p,bed}}}{h_{\text{bed}}} \quad (8)$$

Donde ϵ es la desviación de la conversión debido a la dilución; b es la fracción en volumen de material inerte; $x_{j,\text{und}}$ es la conversión de la especie j en el lecho sin diluir; $x_{j,\text{dil}}$ es la conversión de la especie j en el lecho diluido; y h_{cat} es la longitud del lecho catalítico. Este criterio es aplicable hasta conversiones del 80% y se investigó para un sistema de reacción irreversible de primer orden.

Cuando las partículas son demasiado pequeñas disminuyen la transferencia de calor dentro del tubo, debido al régimen de flujo menos turbulento, bajo estas condiciones también hay un aumento en el número de películas estancadas alrededor de las partículas que el calor debe cruzar para llegar a la pared del tubo conllevando al desarrollo de gradientes radiales de temperatura. Un criterio adicional que debería ser cumplido es que (Villa et al., 2000):

$$\text{Re}_p = \frac{u_s d_{p,\text{bed}} \rho_f}{\mu_f} > 30 \quad (5)$$

Aquí ρ_f y μ_f son la densidad y viscosidad del fluido, respectivamente. No obstante, bajo las condiciones habituales en reactores de laboratorio ($\text{Re}_p < 10$), los parámetros de transferencia de calor y masa son funciones muy débiles del número de Reynolds de partícula (Pratt, 1987).

El objetivo de los criterios anteriormente expuestos es ayudar al usuario a reducir los efectos de transferencia de calor y masa que pueden presentarse en los ensayos catalíticos. No obstante, los resultados obtenidos también deberían ser sometidos a los criterios para efectos de transferencia intrapartícula e interface, que se proponen en la literatura. Se recomienda revisar Carberry, (1987); y Villa et al., (2000).

Reactor de flujo pistón diferencial.

Limitar la conversión de reactivos por debajo del 5%, conduce a la ausencia virtual de gradientes de concentración y temperatura (Carberry, 1964; Pratt, 1987; Villa et al., 2000). De ahí

el nombre de reactor diferencial. Por otra parte, al no presentarse limitaciones de transferencia se logra una excelente aproximación al flujo pistón. Ahora al integrar la ecuación (1) teniendo en cuenta las condiciones expuestas se llega a:

$$\frac{\Delta F_j}{\Delta W} = r'_j \quad (9)$$

Que también puede ser escrito como:

$$r'_j = F_j^0 \frac{\Delta x_j}{\Delta W} = \frac{F_j^0}{W} x_j \quad (10)$$

Aquí F_j^0 es la velocidad de flujo molar de la especie j a la entrada del reactor, y x_j es la conversión de la especie j . La ecuación (10) muestra claramente que estudios cinéticos pueden hacerse con facilidad ya que la velocidad de reacción se calcula directamente de la conversión del reactivo. Además, se puede estudiar de forma independiente el efecto de diferentes parámetros (Ej. temperatura, presión, concentración) gracias a la uniformidad de las propiedades del fluido en el lecho. Sin embargo, se debe ser cuidadoso ya que las bajas conversiones dificultan el análisis de los efluentes y por consiguiente a generar errores significativos en los resultados.

APÉNDICE B. Diseño 3D de estructura y distribución del *Catatest*

El diseño de estructura del *Catatest* se presenta en la Figura 8. Se adjunta un documento pdf en 3D a este trabajo donde se ve con más detalle la estructura y distribución del *Catatest*.

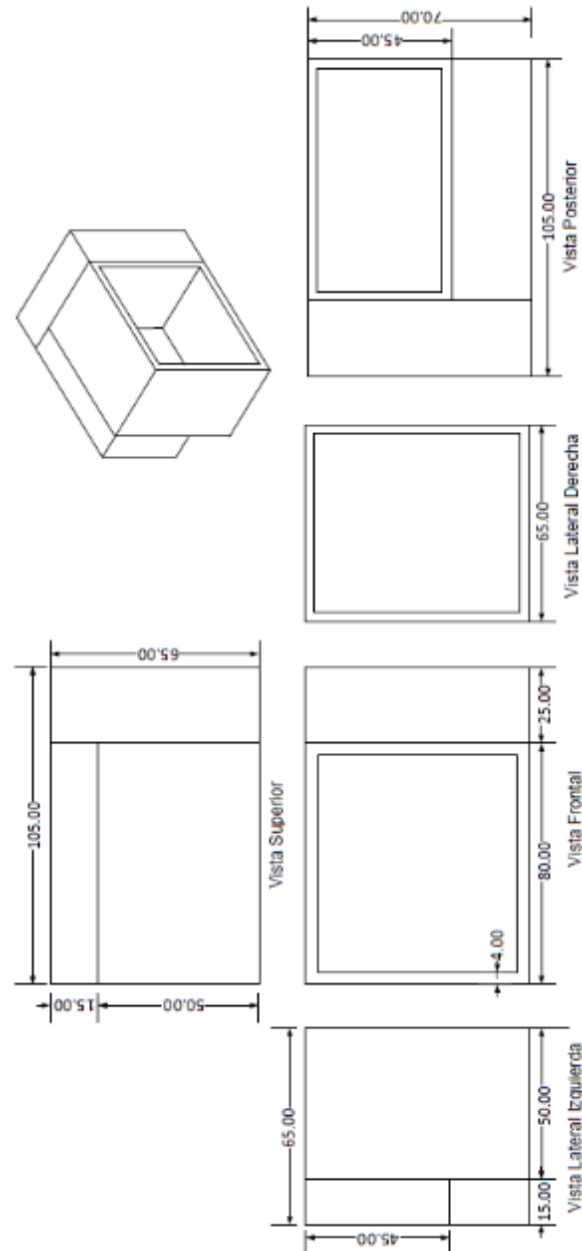


Figura 12. Vistas de la estructura del *Catatest*, medidas en centímetros

APÉNDICE C. Referencias de la instrumentación y estructura metálica

Tabla 5.

Lista de referencias y precios de instrumentación y estructura metálica comprada en Colombia

Ítem	Descripción	cant	Valor unitario COP	Valor total con IVA COP
1	Estructura metálica de tubo cuadrado de 1 In compuesta de 3 cajas: caja principal 78X65X50 cm, caja lateral 66X65x23 CM, caja posterior 78X45X15 cm. En lámina cold rolled calibre 16.	1	\$6.865.000	\$8.169.350
2	Mezcladores de acero inoxidable 304, 4 entradas 1 salida rosca 1/8 In FNPT	2	\$510.000	\$1.213.800
3	alojamiento de soporte metálico para reactores	2	\$100.000	\$238.000
4	Hornos con bipartición calentados por resistencia eléctrica	2	\$4.550.000	\$10.829.000
5	Termocuplas tipo K	5	\$156.000	\$928.200
6	ventiladores axial 8cmX8cmX3,2 cm 24 VDC	4	\$22.000	\$104.720
7	ventiladores axial 12cmX12cmX3,2 cm 24 VDC	2	\$70.000	\$166.600
8	MC-500SCCM-D Rango de 0-0.220LPM Tipo de válvula: Normalmente cerrada Incluye: Modbus-RTU (RS-232) PVPS24U 100-240 Vac a 24 Vdc SS-200-1-2 1/8" MNPT - 1/8" tubo x 2 (ent y sal)	2	\$4.839.815	\$11.518.760
9	MC-10SCCM-D Rango de 0-0.01LPM Tipo de válvula: Normalmente cerrada Incluye: Modbus-RTU (RS-232) PVPS24U 100-240 Vac a 24 Vdc SS-200-1-0157 10-32(M) - 1/8" tubo x 2 (ent y sal)	4	\$5.280.924	\$25.137.200
10	MC-50SCCM-D Rango de 0-0.05LPM Tipo de válvula: Normalmente cerrada Incluye: Modbus-RTU (RS-232) PVPS24U 100-240 Vac a 24 Vdc SS-200-1-0157 10-32(M) - 1/8" tubo x 2 (ent y sal)	2	\$5.280.924	\$12.568.600
11	MC-500SCCM-DRango de 0-0.250LPM Tipo de válvula: Normalmente cerrada Incluye: Modbus-RTU (RS-232) PVPS24U 100-240 Vac a 24 Vdc SS-200-1-2 1/8" MNPT - 1/8" tubo x 2 (ent y sal)	1	\$3.629.630	\$4.319.260
12	PC-500PSIG-D/Rango de 0-6,2bar Tipo de válvula: Normalmente abierta Incluye: Modbus-RTU (RS-232) PVPS24U 100-240 Vac a 24 Vdc SS-200-1-2 1/8" MNPT - 1/8" tubo x 2 (ent y sal)	2	\$3.629.630	\$8.638.520

Tabla 6.*Lista de referencias y precios de instrumentación importada*

Item	Descripcion	cant	valor unitario USD\$	valor total USD\$
13	EUDA-24UWE-Valvula 4 vias, 1/8, EUDA,2SOA, 225C, 400PSI,N6	2	\$1.440,00	\$2.880,00
14	EUDA-26UWE-Valvula 6 vias, 1/8, EUDA, 2SOA, 225C, 400PSI,N6	2	\$1.495,00	\$2.990,00
15	I-23062 cable comunicación multipuerto RS485, 22"	3	\$34,70	\$104,10
16	10-FR6 plato poroso, 10 micrometros, 3/8 In D, SS 316	1	\$2,65	\$2,65

APÉNDICE D. Descripción del cromatógrafo de gases

En la Figura 13 se muestra parte de la instrumentación que compone al GC. Este equipo funciona a través de un circuito de flujo (ver Figura 14) que hace uso de dos Evs de diez vías y una Ev de seis vías para distribuir los gases a las distintas columnas. En general existen dos circuitos de flujo: uno en el cual se hace uso de las columnas 1, 2 y 3, TCD1, metanizador y FID, adecuado para el análisis de mezclas que contengan CO, H₂, CO₂, N₂, O₂, y CH₄, y otro que utiliza las columnas 4 y 5, TCD2 y FID, apto para CO₂ y combustibles con número de carbonos mayor a uno.

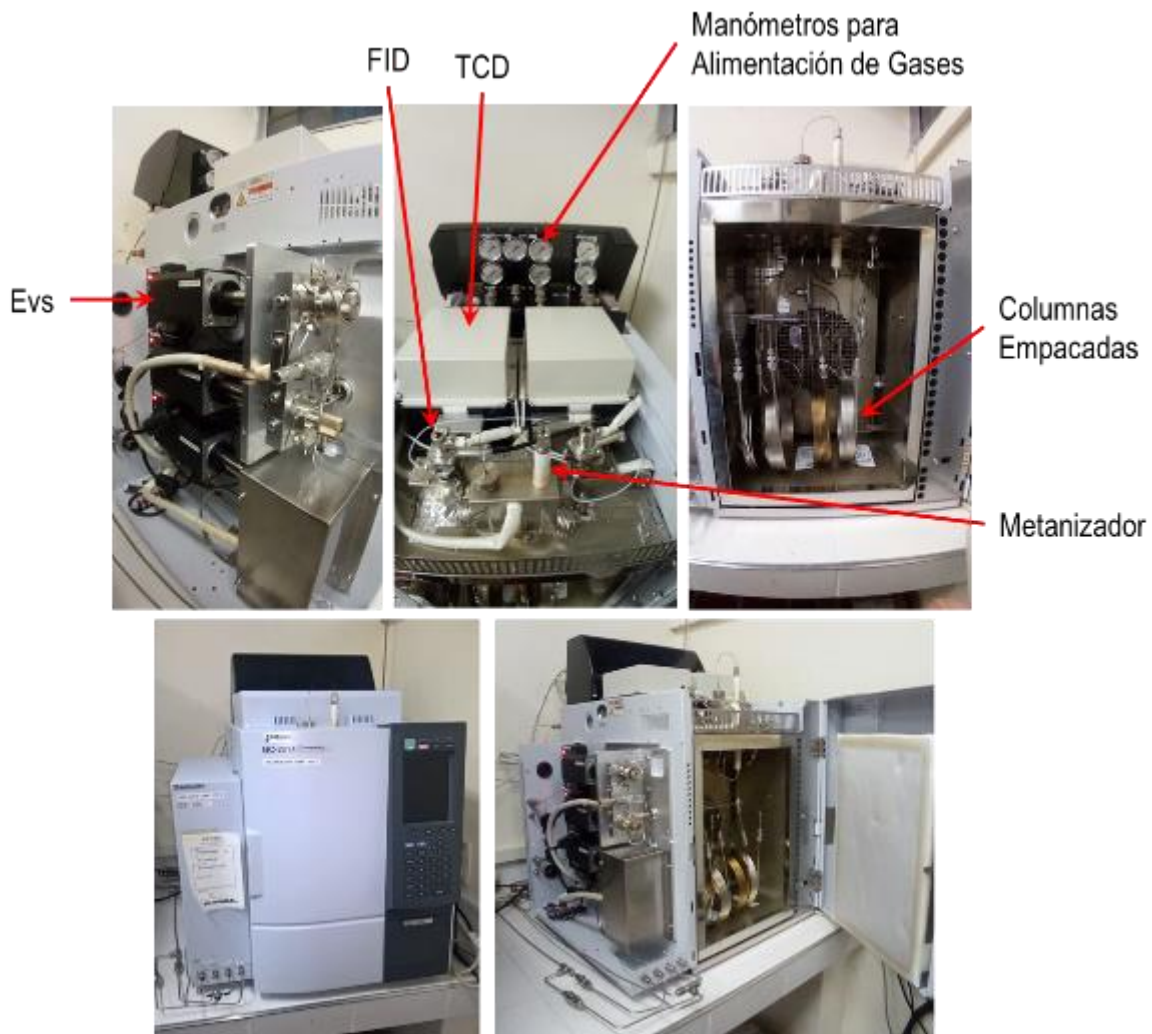


Figura 13. Vistas del GC e instrumentación

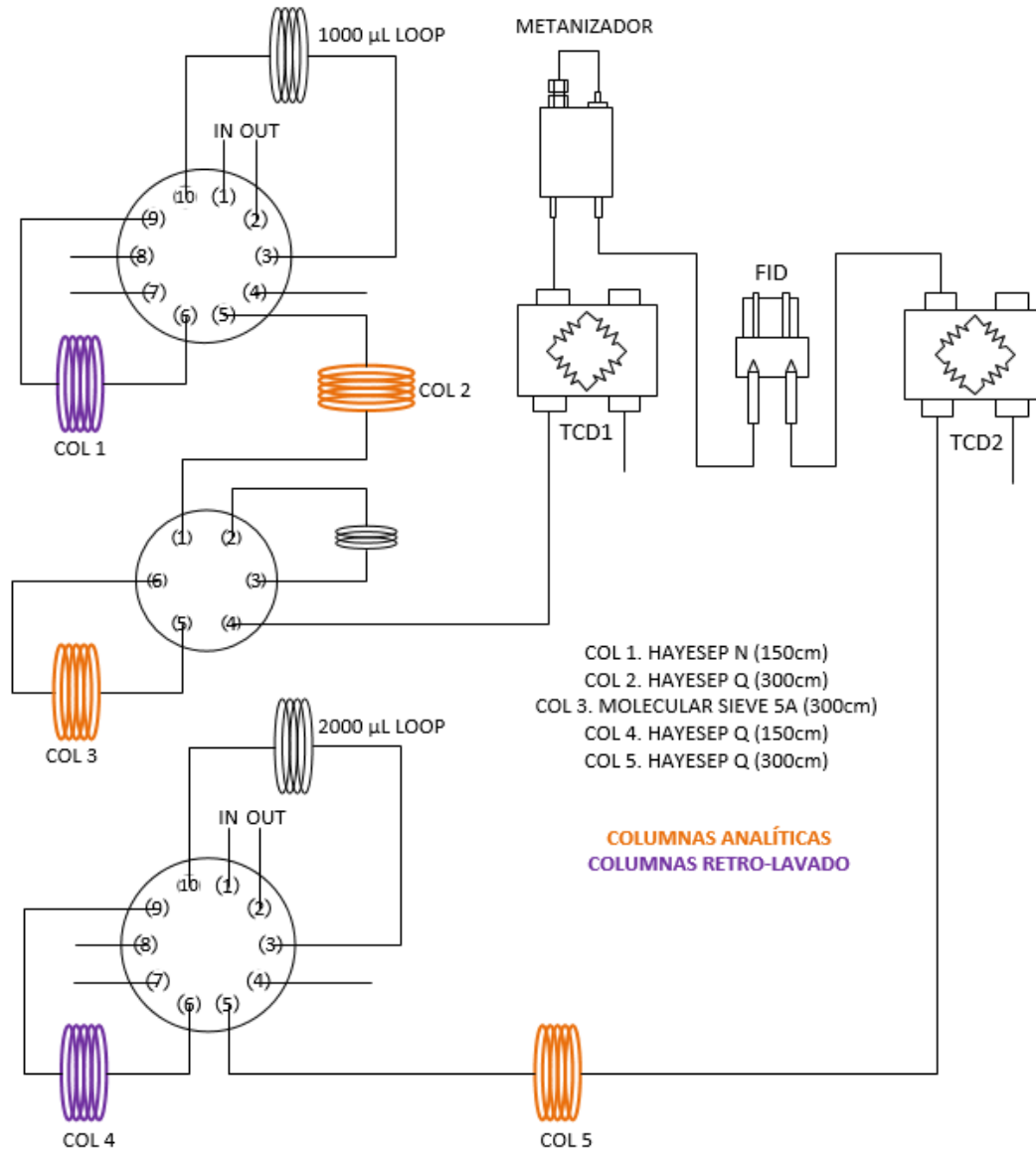


Figura 14. Circuitos de flujo del GC

A continuación, algunas recomendaciones durante el uso del GC:

- (1) Es de vital importancia que antes de encender el GC los flujos de gases ya estén habilitados, de lo contrario se podrían causar graves a los TCDs.
- (2) Por ningún motivo permitir que la presión de los cilindros de gases caiga por debajo de los 300 psig, ya que a estas condiciones los remanentes (humedad, suciedad, etc.) de los cilindros empiezan a fluir hacia el GC causando importantes averías a la instrumentación.

- (3) Verificar que los manómetros del GC se encuentren en la presión adecuada que son: gas de arrastre (Ar) 60 kPa, H₂ en el FID 70 kPa, H₂ en el Make Up 40 kPa, Aire 50 kPa. Esto ayuda al adecuado arranque del FID y en la obtención de excelentes cromatogramas.
- (4) No apagar el GC si la temperatura del FID es mayor a los 100°C, no cumplir esto incurre en el deterioro del detector u ocasionar daño del mismo.
- (5) Una vez el equipo este apagado cerrar los cilindros de gases para mantener la vida útil del metanizador y los detectores.

**APÉNDICE E. Tubería y piezas para la construcción de *Catatest* e instalación de líneas
de gases**

Tabla 7.

Lista de referencias, precios de tubería y piezas para la construcción del Catatest

Ítem	Descripción	Referencia	Cant	val unitario	valor total + Iva
1	Unión Pasamuros – 1/8 OD	SS-200-61	22	\$125.897	\$3.295.983
2	Válvula de Aguja – 1/8 OD	SS-ORS2-Bk	10	\$410.663	\$4.886.890
3	Válvula Antirretorno – 1/8 OD	SS-2C-1	9	\$306.032	\$3.277.603
4	Válvula Antirretorno Macho – 1/8 NPT	SS-2C2-1	10	\$313.751	\$3.733.637
5	Filtro – 1/8 OD ^ 15 µm (PD)	SS-2F-15	2	\$332.383	\$791.072
6	Unión Cruz 1/8 - SS-200-4 OD	SS-200-4	2	\$244.529	\$581.979
7	Te Hembra Recta – 1/2 OD ^ 3/8 NPT	6ELT-810-3TFT	2	\$265.745	\$632.473
8	Adaptador de Tubo Reductor – 1/8 OD ^ 1/2 OD (manguito)	SS-200-R-8	2	\$69.536	\$165.496
9	Tubing 1/8 in x 0.028 esp. 316l ac inox. sin costura	SS-T2-S-028-20	8 tr *	\$261.811	\$2.492.441
10	Conector macho termocupla. 1/8 OD x 3/8 NPT. ac. Inox	SS-200-1-6BT	2	\$85.015	\$202.336
11	Set de tuerca-ferula y contraferula x OD 1/2 ac. Inox	SS-810-NFSET	10	\$43.187	\$513.925
12	Conector Hembra – 1/2 OD ^ 1/4 NPT	SS-810-7-4	2	\$87.155	\$202.200
13	Válvula de Alivio – 1/4 OD	SS-RL3M4-S4	1	\$930.820	\$1.079.751
14	Conector Hembra – 1/8 OD ^ 1/8 NPT	SS-200-7-2	10	\$50.191	\$582.216
15	Tapón para Racor – 1/8 OD	SS-200-P	2	\$36.909	\$85.629
16	Adaptador de Tubo Reductor – 1/8 OD ^ 1/4 OD (manguito)	SS-200-R-4	1	\$48.840	\$56.654
17	Conector Hembra – 1/8 OD ^ 1/4 NPT	SS -200-7-4	1	\$58.573	\$67.945
18	Unión Te – 1/8 OD	SS-200-3	4	\$129.692	\$601.771
Total \$COP					\$23.249.999

*tramos de tubería, cada tramo es de 6 metros.

Tabla 8.*Lista de referencias, precios de tubería y piezas para la instalación de líneas de gases*

Ítem	Descripción	Referencia	Cant	val unitario	valor total + Iva
1	Unión Te – 1/8 OD	SS-200-3	4	\$129.692	\$601.771
2	Conector Hembra – 1/8 OD ^ 1/4 NPT	SS -200-7-4	7	\$58.573	\$475.613
3	Adaptador de Tubo Reductor – 1/8 OD ^ 1/4 OD (manguito)	SS-200-R-4	9	\$48.840	\$509.890
4	Válvula de Bola – 1/4 OD	SS-42GS4	6	\$363.257	\$2.528.269
5	Válvula de Bola de 3 Vías – 1/4 OD	SS-42GXS4	2	\$433.704	\$1.006.193
6	Conector Macho – 1/8 OD ^ 1/4 NPT	SS-200-1-4	3	\$44.620	\$155.278
7	Conector Macho – 1/4 OD ^ 1/4 NPT	SS-400-1-4	8	\$37.701	\$349.865
8	Protector de Venteo – 1/4 NPT	SS-MD-4	2	\$92.053	\$213.563
9	Conector Hembra – 1/4 OD ^ 1/4 NPT	SS-400-7-4	2	\$61.333	\$142.293
10	Unión – 1/4 OD	SS-400-6	7	\$58.573	\$475.613
11	Tubo – 1/8 OD ^ 0,035 in (Espesor Pared)	SS-T2-S-035-20	4 tr*	\$249.344	\$1.156.956
12	Tubo – 1/4 OD ^ 0,035 in (Espesor Pared)	SS-T4-S-035-20	3 tr*	\$263.543	\$917.130
13	Unión recta reductora 1/4 OD -1/8 OD ac.inox	SS-400-61-2	4	\$135.409	\$644.547
Total \$COP					\$9.176.979

*tramos de tubería, cada tramo tiene 6 metros.

APÉNDICE F. Referencias del sistema de control

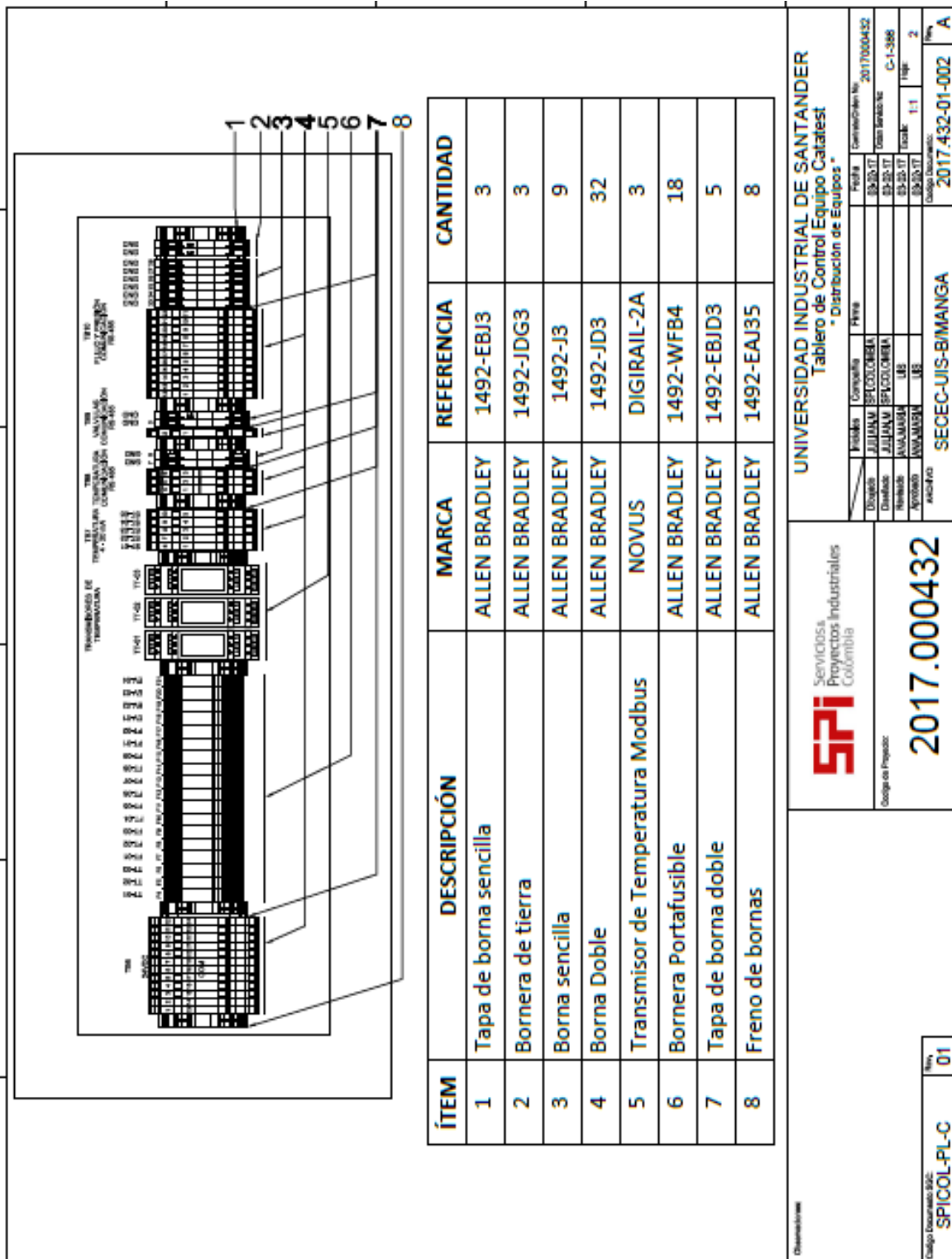


Figura 15. Planos y referencias del sistema de control en la caja lateral

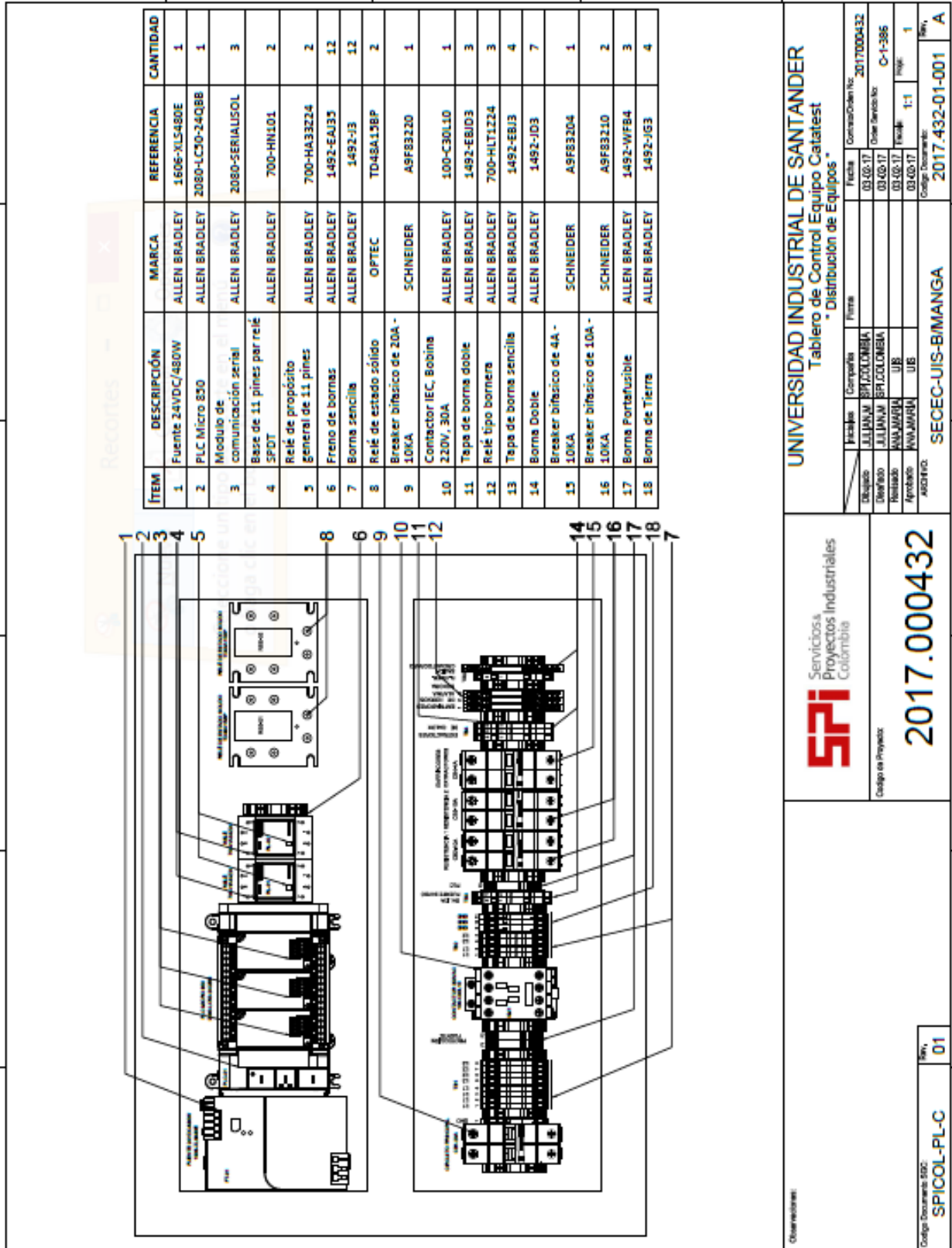


Figura 16. Planos y referencias del sistema de control en la caja posterior

SERVICIOS Y PROYECTOS INDUSTRIALES
Colombia

SPi

Código de Proyecto: **2017.000432**

Código Documental: **SPICOL-PL-C**

Rev: **01**

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
Tablero de Control Equipo Cataltest
- Distribución de Equipos -

Fecha: 03/03/17
Contrato/Orden No: 2017000432

Elaborado: JULIANA BR/COLOMBIA
Diseñado: JULIANA BR/COLOMBIA
Revisado: ANA MARIA UB
Aprobado: ANA MARIA UB
Fecha: 03/03/17
Código Técnico: C-1-386

Asesor: SECEC-UIS-B/MANGA
Código Documental: 2017.432-01-001
Rev: 1

APÉNDICE G. Diagrama P&ID del *Catatest*

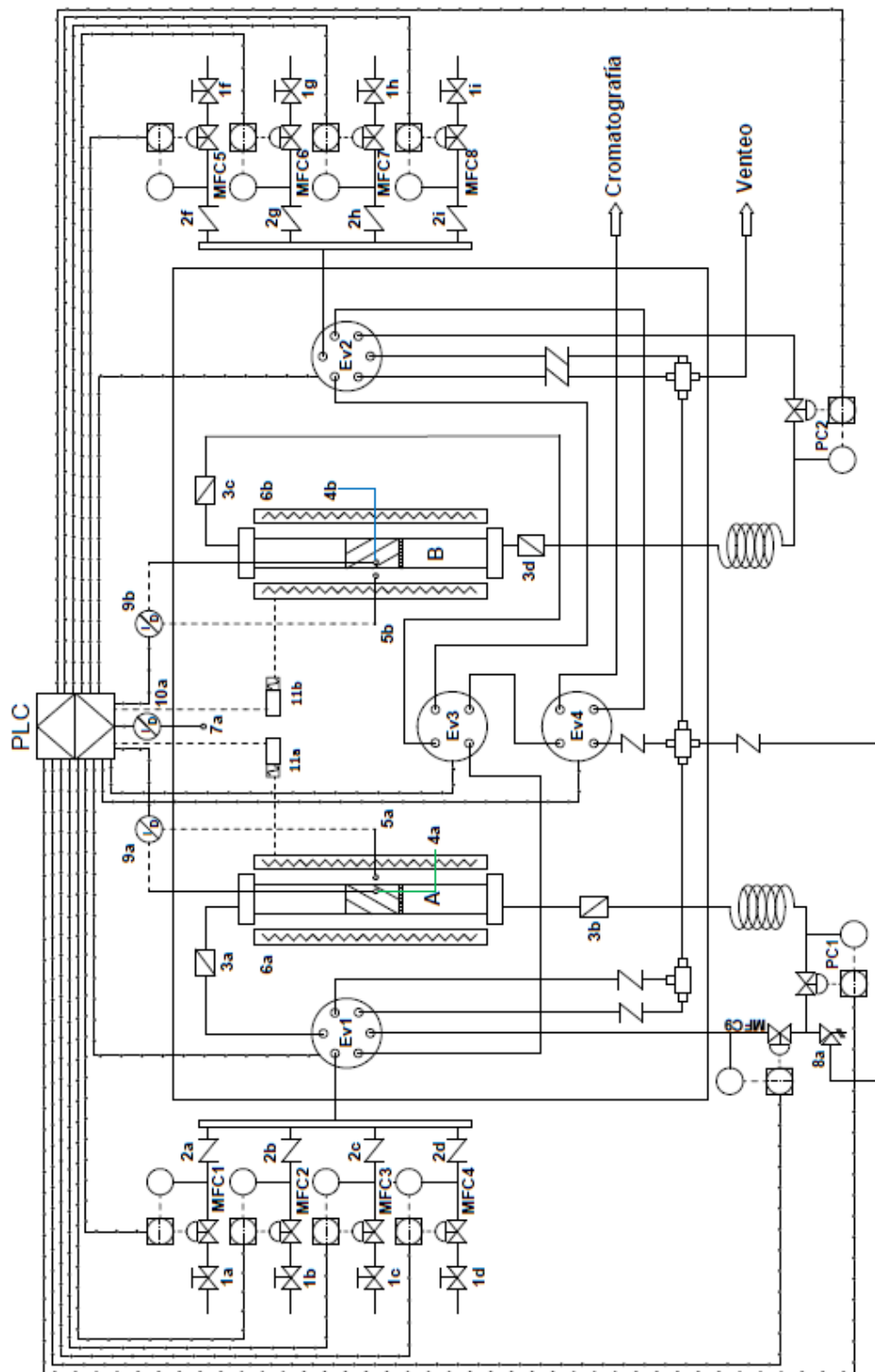
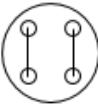
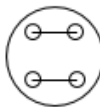
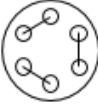
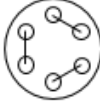
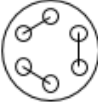
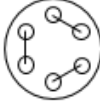


Figura 17. Diagrama P&ID del *Catatest*

APÉNDICE H. Rutinas del *Catatest*

En la Tabla 9 se presentan los circuitos de flujo que permiten las distintas rutinas de operación en el *Catatest*.

Tabla 9.
Configuración de circuitos de flujo del Catatest

Rutina	Circuito de Flujo	Abreviatura	Posición de Válvulas				Representación	
			Ev1	Ev2	Ev3	Ev4	1	0
Solo Reactor A	Analizar Reactivos	SoRA-re	0	0	0	0		
	Analizar Productos	SoRA-pro	1	0	0	0		
Solo Reactor B	Analizar Reactivos	SoRB-re	0	0	0	1		
	Analizar Productos	SoRB-pro	0	1	0	1		
Paralelo	Analizar Reactivos A	Pa-reA	0	1	0	0		
	Analizar Reactivos B	Pa-reB	1	0	0	1		
	Analizar Productos A	Pa-proA	1	1	0	0		
	Analizar Productos B	Pa-proB	1	1	0	1		
Serie	Analizar Reactivos A	Se-reA	0	1	0	0		
	Analizar Productos A	Se-proA	1	1	0	0		
	Analizar Productos B	Se-proB	1	1	1	1		

Dichos circuitos funcionan de la siguiente manera: si elegimos por ejemplo el circuito Pa-proA, que corresponde a la rutina en paralelo y analizar los productos del reactor A. Las posiciones de las válvulas en Pa-proA son: Ev1 → **1**, Ev2 → **1**, Ev3 → **0** y Ev4 → **0**, llevando las representaciones que están contenidas en la misma tabla (Tabla 9) al diagrama de instrumentación (ver Figura 2) se llega a la Figura 18 donde se muestra que efectivamente los productos del reactor A van al GC mientras que los del reactor B van a venteo.

Ahora veamos otro ejemplo: seleccionemos Se-proB (rutina en serie y análisis de los productos del reactor B), aquí las posiciones de las válvulas son: Ev1 → **1**, Ev2 → **1**, Ev3 → **1** y Ev4 → **1**, llevando las representaciones al diagrama de instrumentación (ver Figura 2) se llega a la Figura 19 donde se muestra los productos del reactor B van al GC.

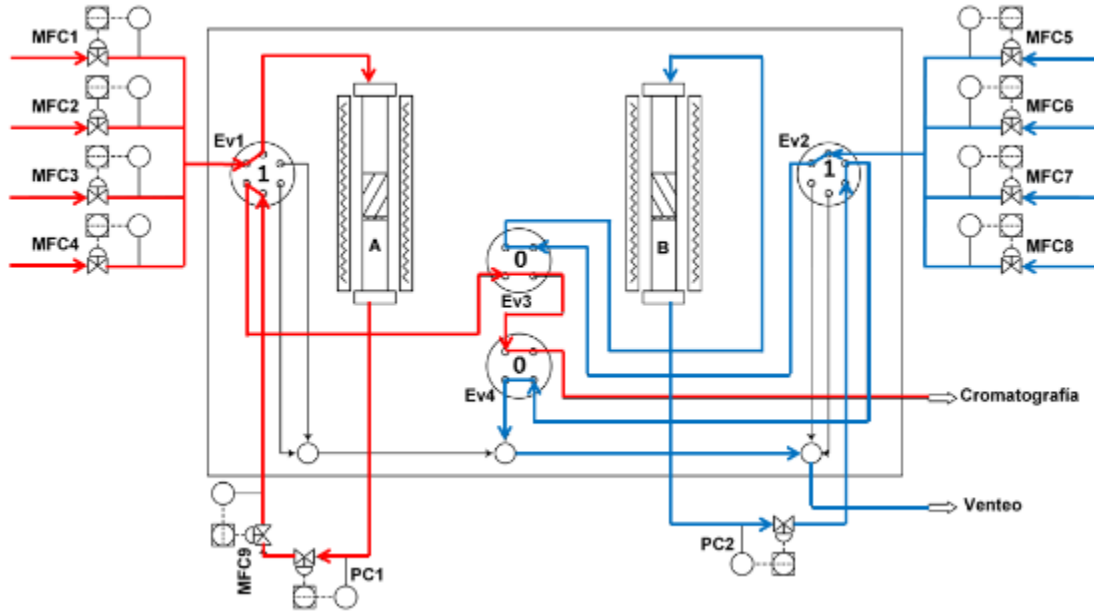


Figura 18. Esquematación del circuito de flujo Pa-proA

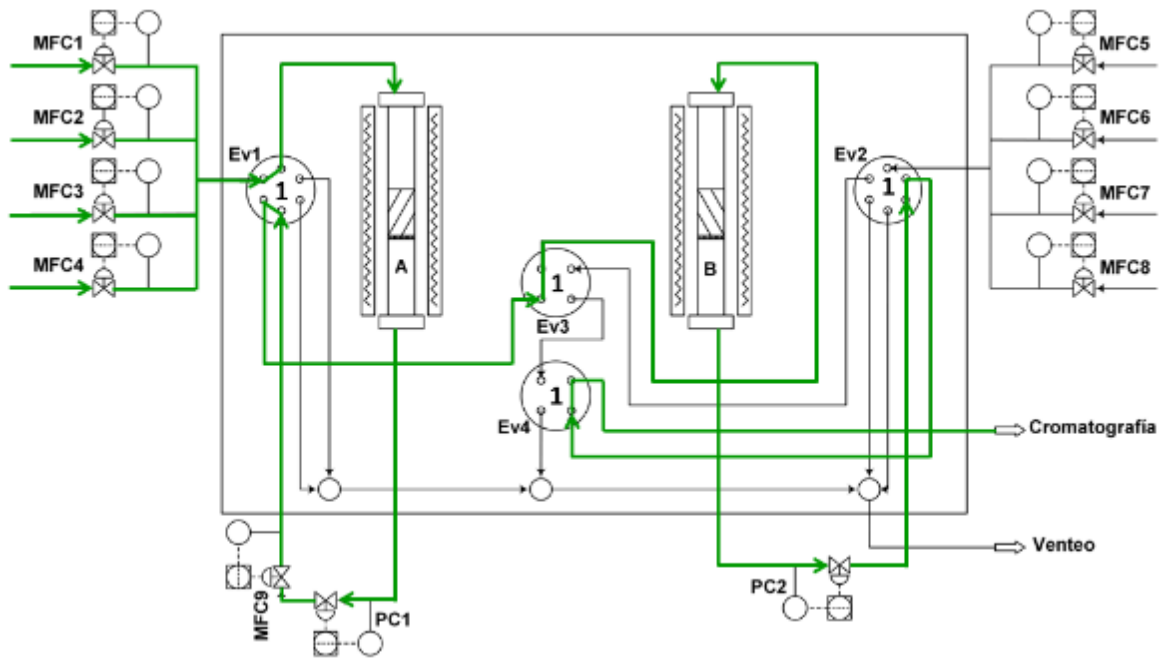


Figura 19. Esquematación del circuito de flujo Se-proB

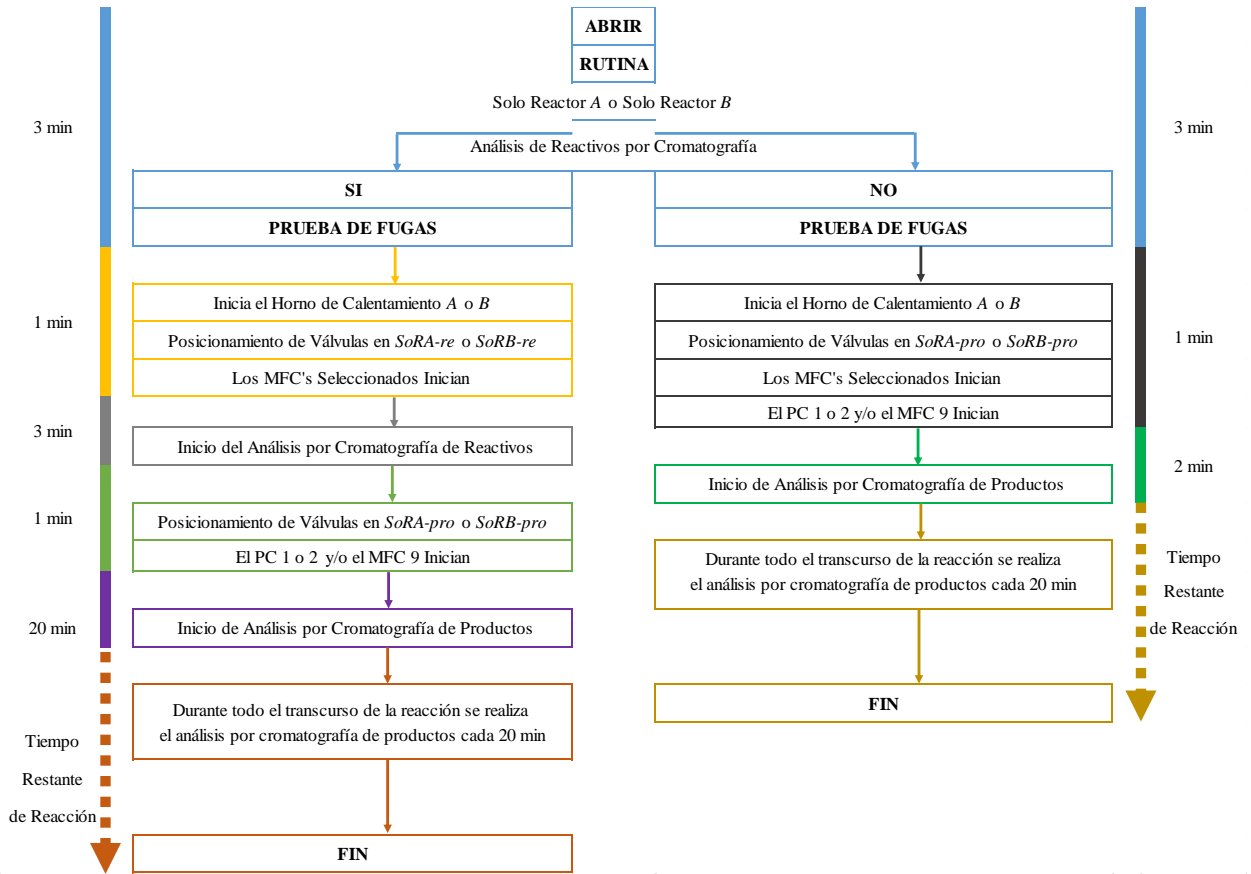


Figura 20. Funcionamiento de la rutina solo reactor A o B

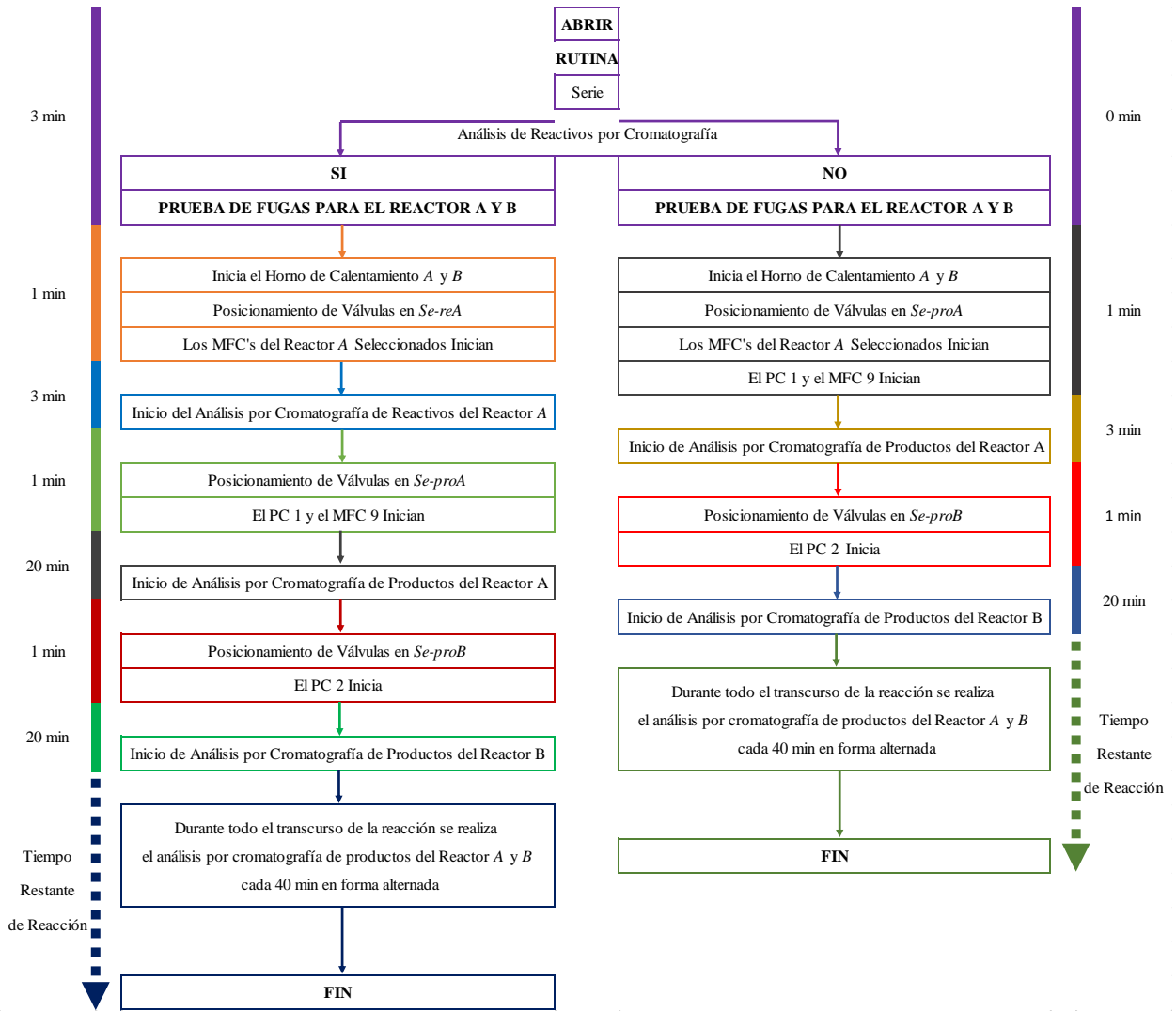


Figura 21. Funcionamiento de la rutina serie

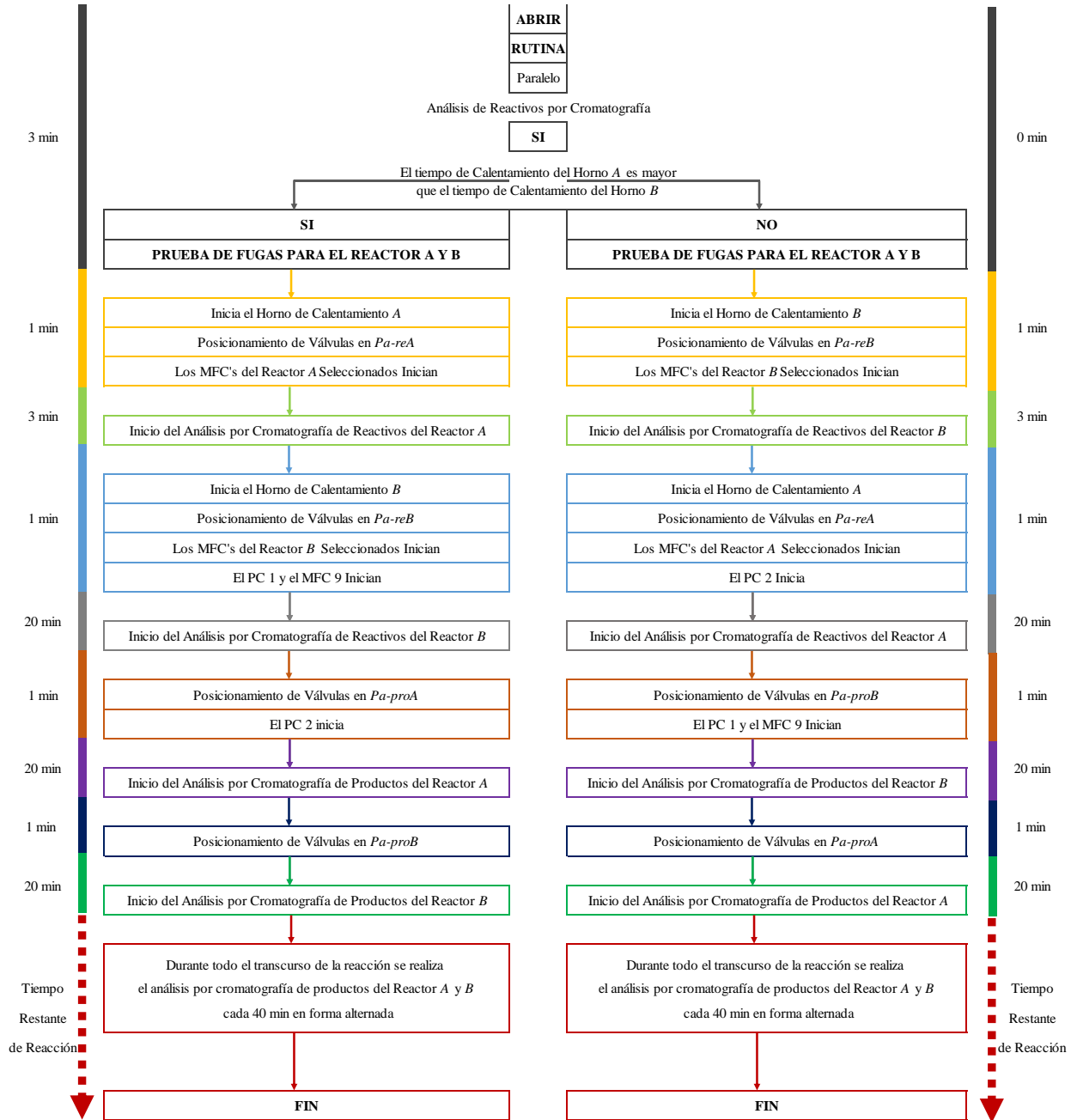


Figura 22. Funcionamiento de la rutina paralelo analizando reactivos por cromatografía

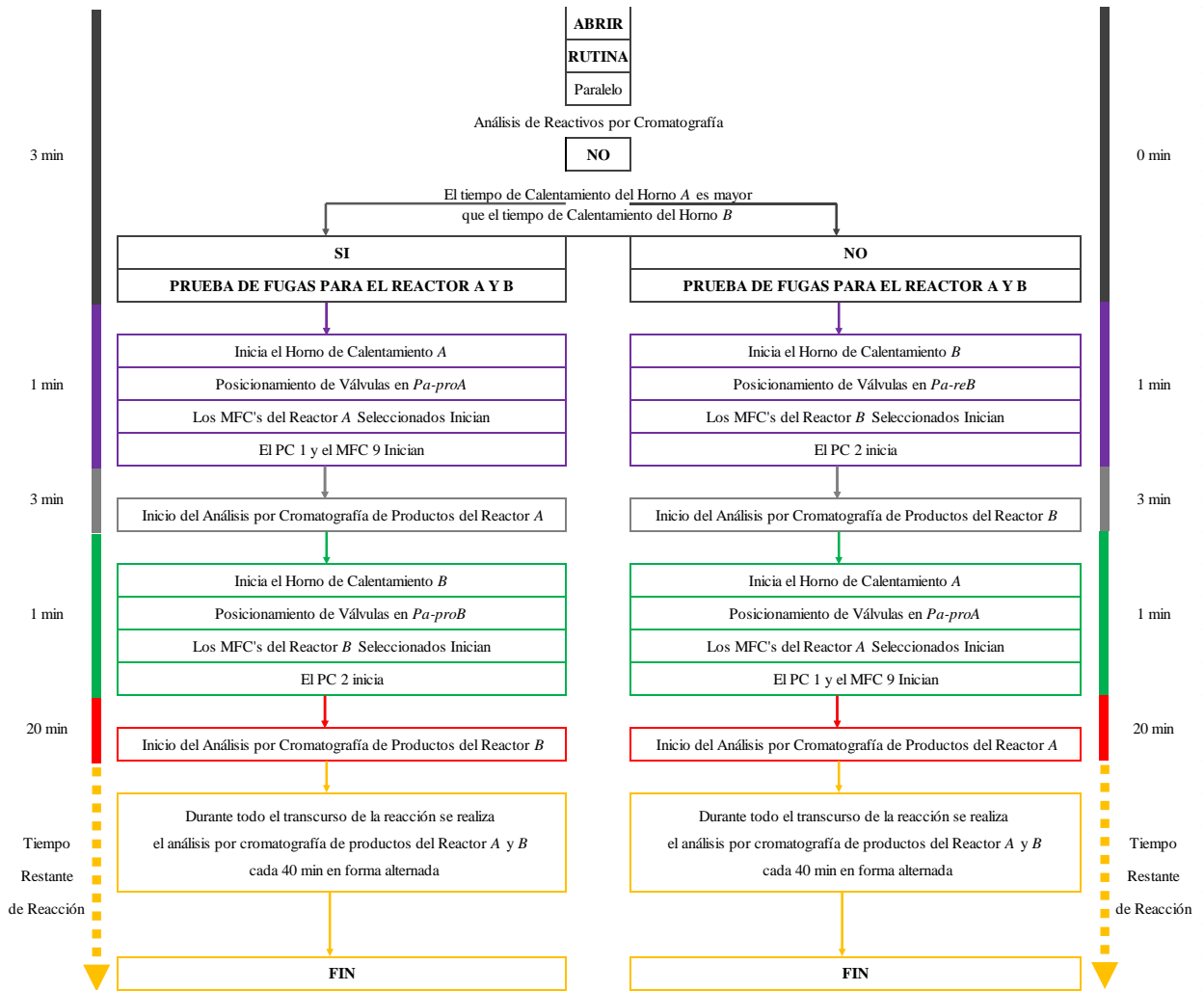



Figura 23. Funcionamiento de la rutina paralelo sin analizar reactivos por cromatografía

APÉNDICE I. Cotizaciones de la evaluación de costos




Distributed Exclusively by
 Micromeritics Instrument Corp.

PRO FORMA INVOICE / QUOTATION No: 28585

DATE: September 21, 2016

TO

SÑORES
 UIS
 ATN: QCO. VICTOR GABRIEL BALDOVINO
 DIRECTOR CENTRO DE INVESTIGACION EN CATALISIS
 BUCARAMANGA



Page 1 of 7

ITEM	PART NUMBER	DESCRIPTION	QTY	UNIT PRICE	TOTAL PRICE
1	P07/00030/00	<p style="text-align: center;">COMPUTERIZED MICROACTIVITY EFFI SOLO – Single Catalytic Reactor</p> <p>The new Microactivity SOLO reactor (PCT/ES2005/070079-WO2006/008328-EP1757930-US2008/063565) is an automatic, computerized, high-pressure catalytic reactor which includes the valves and process layout inside a hot box to avoid possible condensation of volatile products while also preheating the reactants efficiently. This equipment has been designed as a universal basic unit. The standard unit includes a SS316 reactor (installed in a furnace that can reach up to 1000°C for different materials) and 3 mass flow controllers (MFC's). A manual six-way valve makes it possible to bypass the reactor before reactions start, while stabilization and feed analysis are taking place. A micro-regulation pressure control system (up to 100 bar +/-0.1, standard), a high-pressure liquid/gas separator with minimal dead volume (lower than 0.5 cc) and all common elements are designed to work in continuous mode. The main advantage of the Microactivity SOLO is its extreme reproducibility. This is the result of the patented control systems specially developed at ICP/CSIC and PID Eng&Tech, fostered by a years-long close relationship with users, who suggest new features and requirements for this <i>International benchmark</i> in this type of equipment.</p> <ul style="list-style-type: none"> • The reactor furnace is designed using radiant heaters to provide a quick temperature response without overshooting and good temperature distribution. The thermocouple is positioned in the catalytic bed to provide accurate temperature control. In the standard reactor (9.1 mm I.D. x 300 mm), the isothermal zone (+/- 1°C) extends about 5 cm above the porous plate. • The pressure control system (PCT/ES2005/070080-WO2006/021603-EP1775504-US2007/241296) is based on a servo-controlled micrometric valve (PCV) which allows for excellent pressure control with multiphase streams (liquid, gas, or both simultaneously) and very stable flow modulation at the reactor outlet without pulsating piston flow through the reactor when micro-flows are used at high pressure. The fast speed control ensures great precision and stability for pressure and the valve pass coefficient is universal and does not need to be changed for any flow, pressure or temperature conditions. 	1	\$ 232.305.000	\$232.305.000

TERMS: Net 30 Days, EFT

SHIPMENT: 75 days after receipt of order

FOR ADDITIONAL INFORMATION CONTACT:

THIS QUOTATION IS VALID FOR 60 DAYS UNLESS OTHERWISE STATED. DELIVERIES SUBJECT TO PRIOR SALE. THIS ABOVE IS SUBJECT TO "TERMS AND CONDITIONS" STATEMENT (SEE LAST PAGE)

BY: JOSE HERNANDO DIAZ DUQUE
 IMPORTECNICAL SAS
 PBX:(574) 44 44 322
 FAX: (574) 288 49 44
 e-mail: jose.diaz@importechnical.com
www.importechnical.com

US Law prohibits exporting goods sold expressly for use in the U.S. Items exported by Micromeritics are in accordance with US Federal Regulations. Diversion is Prohibited.
 4356 Communications Drive, Norcross, GA 30093 USA Phone (770) 662-3620 FAX (770) 662-3696 www.micromeritics.com

Figura 24. Cotización Importechnical S.A.S, página 1



Palmira - Colombia, Octubre 10 de 2016

Señores:

Universidad Industrial de Santander UIS

Proyecto:

Suministro de un módulo de reacción en continuo con sistema de instrumentación, control y supervisión industrial – Catastest.

Asunto: Oferta técnico comercial para el suministro de un módulo compacto, Instrumentado para reacciones en continuo - Catastest.

Estimados señor(es)

DIDACONTROL S.A.S se complace en presentarles la oferta técnico comercial No. 0497-2016 orientada a brindar el suministro del equipo de acuerdo al alcance planteado.

Esperamos que nuestra oferta sea de su completa conveniencia y quedamos a sus órdenes para atender cualquier requerimiento o aclaración que fuese por usted(es) requerida.

Cordialmente,

William Fernando Vallejo
Didacontrol SAS
Director de proyectos
gerencia@didacontrol.com

DIDACONTROL S.A.S.

Sede Palmira: Carrera 30A # 42- 35 Tel: (032) 2744394
Sede Cali: Calle 82 Norte # 2CN - 95 Barrio los Álamos. Tel: (032) 3788047 - Colombia

Figura 25. Cotización Dida Control S.A.S., página 1

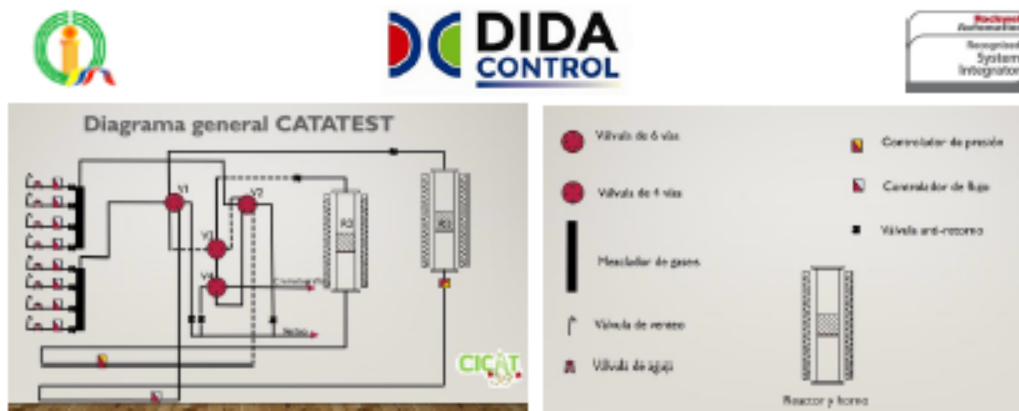


Imagen 2. Diagrama del módulo

Oferta económica:

Valor del equipo antes de IVA: \$ 345.898.000. (Usando reactores en acero inoxidable 310, hasta 1000 °C, diámetro 1-1/2", conexiones tipo brida).

CONDICIONES COMERCIALES:

La instalación y suministro de la acometida eléctrica del equipo para energizarlo estará a cargo del cliente, así como la mesa de soporte para ubicación del equipo.

CAPACITACIÓN

Se brinda una capacitación de 8 horas, sobre el manejo y operación del módulo.

DOCUMENTACIÓN:

Se entrega la documentación completa del equipo, manual de operación.

SITIO DE ENTREGA:

En las instalaciones del cliente.

GARANTIA:

12 meses bajo el uso adecuado, cumpliendo con las recomendaciones dadas por parte del fabricante.

DURACIÓN DE LA OFERTA.

30 días contados a partir de la fecha.

TIEMPO DE ENTREGA

16 semanas.

CONDICIONES DE PAGO

Pago del 50% como anticipo, pago del 50% restante al entregar el equipo.

Agradecemos la oportunidad que nos brindan, alguna aclaración, adición o ajuste al equipo, con gusto podemos atenderlo.

DIDACONTROL S.A.S.

Sede Palmira: Carrera 30A # 42- 35 Tel: (032) 2744394
Sede Cali: Calle 82 Norte # 20N - 95 Barrio los Álamos. Tel: (032) 3788047 - Colombia

APÉNDICE J. Instrucciones rápidas para usar el SCADA

La pagina de inicio o *Home* es un esquema representativo de todos los dispositivos de control y muestra todas la variables de control. Las temperatura en los dos hornos y lecho, las posciones de las Evs, el fujo masico y el gas que esta siendo alimentado por los MFCs, la presion medida por los PCs, y el estado del GC.

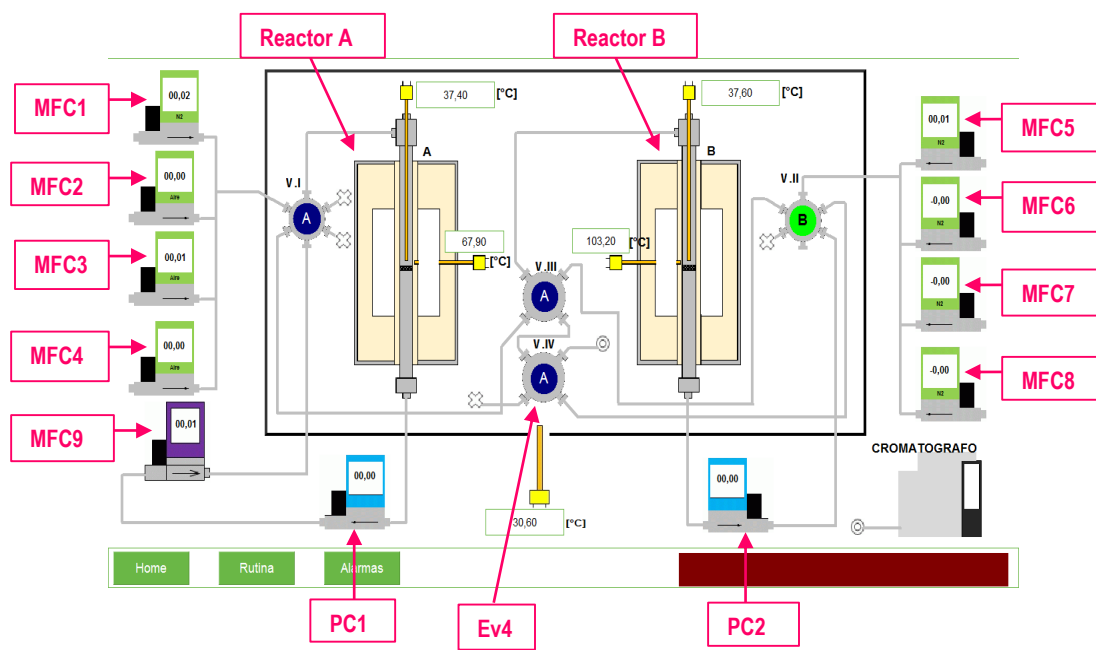


Figura 27. Página de inicio del SCADA

Al seleccionar los iconos estos abren una ventana que contiene información mas detalla del dispositivo que esta representado por dicho icono. Por ejemplo, al seleccionar el MFC1 podemos conocer la temperatura, presión, flujo volumétrico y másico, el valor de referencia y el tipo gas que está alimentando el dispositivo.

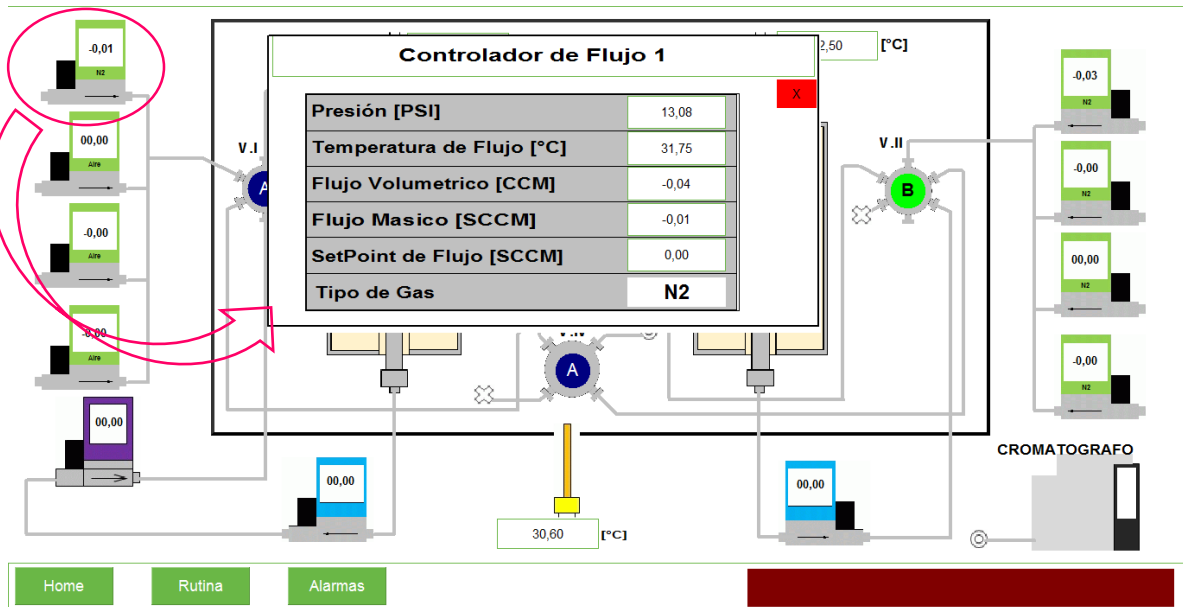


Figura 28. Establecimiento de parámetros de MFC en el SCADA

En caso de elegir el reactor A o B se despliega una ventana donde se muestra los valores de temperatura en el horno, lecho, el promedio de estas dos, valor de referencia (Set Point) todos en grados Celsius, y una grafica de todas estas variable en función del tiempo. El usuario puede desplazarse hacia la derecha o izquierda de la grafica oprimiendo *Move Right* o *Move left* e ir del *Reactor A* al *Reactor B* o a *Home* con los botones cituados en la parte inferior de la ventana.

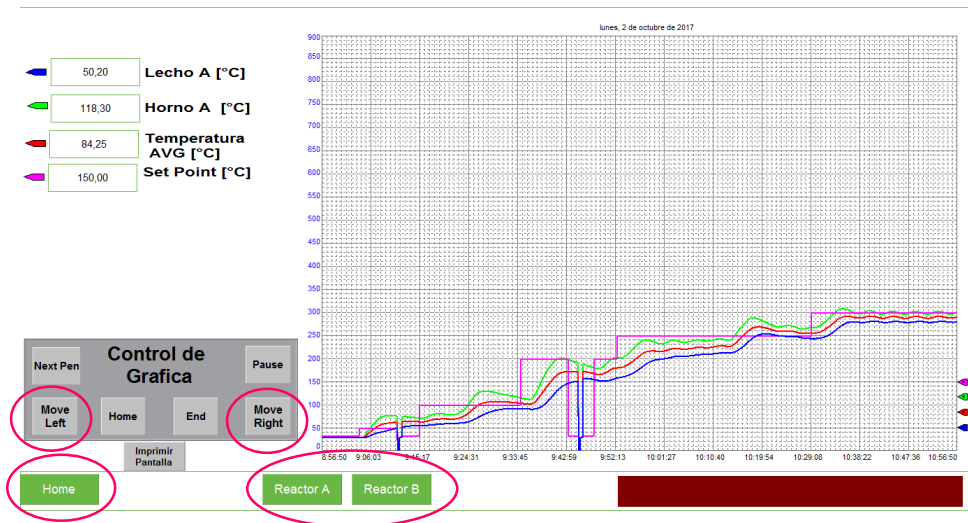


Figura 29. Registro de datos de temperatura de los hornos en el SCADA

Para programar un ensayo el usuario debe oprimir el boton *Rutina* en la ventana Home, esto abre una ventana en la cual se insertan todos los parametros del ensayo a realizar. Programar la rutina se hace de la siguiente manera:

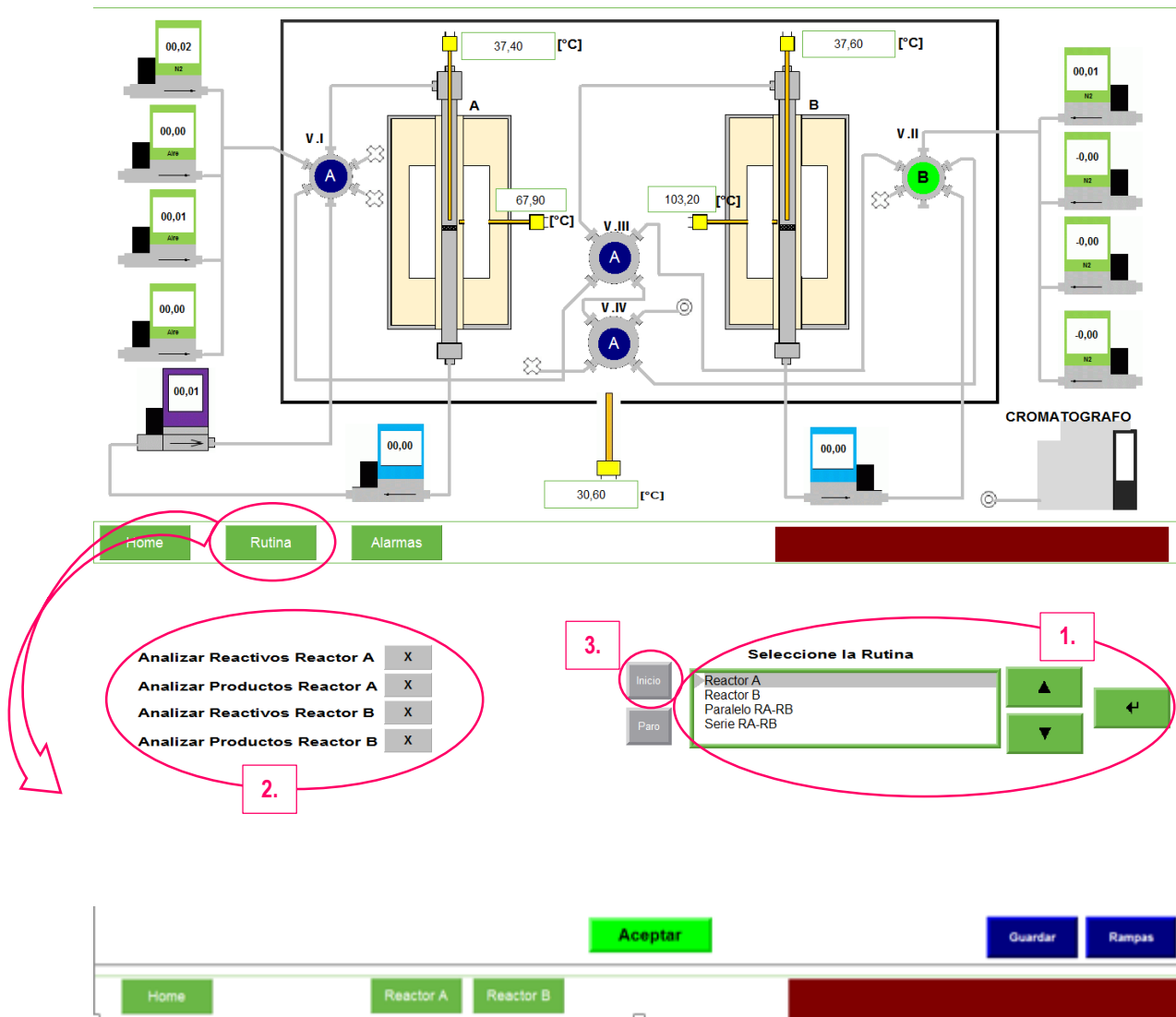


Figura 30. Establecimiento de rutinas del *Catatest* a través del SCADA

1. Para seleccionar la rutina de operación se oprime las *Flechas arriba/abajo* y posteriormente el boton *Enter* que estan en la ventana.

- Elegir lo que se desea analizar en el GC dependiendo de la rutina a utilizar. Por ejemplo, en *Paralelo RA-RB* se pueden analizar tanto reactivos como productos de ambos reactores.
- Oprimir el boton inicio para continuar con la programacion. Según la rutina de operación seleccionada se habilitaran los MFCs, PCs y el control de temperatura necesarios para el ensayo. Por ejemplo, al seleccionar *Reactor A* solo se habilita el MFC1, MFC2, MFC3, MFC4, MFC9, PC1 y el control de temperatura del reactor A o si se elige *Paralelo RA-RB* se habilita todo.

Análisis de Reactivos

Análisis Reactivos Reactor A	<input checked="" type="checkbox"/>
Análisis Productos Reactor A	<input checked="" type="checkbox"/>
Análisis Reactivos Reactor B	<input checked="" type="checkbox"/>
Análisis Productos Reactor B	<input checked="" type="checkbox"/>

Seleccione la Rutina

Inicio Paro

Reactor A	▲
Reactor B	▼
Paralelo RA-RB	←
Serie RA-RB	

4.

RA	0	Número de Rampas R1
	0	Presión R1
	33,45	Temperatura TR1

RB	5	Número de Rampas R2
	0,00	Presión R2
	500,00	Temperatura TR2

5.

Seleccione el Gas		Flujo [SCCM]
Reactor 1		
FC1	<input checked="" type="checkbox"/>	Nitrogeno 10,00
FC2	<input checked="" type="checkbox"/>	Dioxido de Carbono 0,00
FC3	<input checked="" type="checkbox"/>	Oxigeno 0,00
FC4	<input checked="" type="checkbox"/>	Metano 0,00
MIXER		0,00

Seleccione el Gas		Flujo [SCCM]
Reactor 2		
FC5	<input checked="" type="checkbox"/>	Nitrogeno 0,00
FC6	<input checked="" type="checkbox"/>	Aire 10,00
FC7	<input checked="" type="checkbox"/>	Oxigeno 0,00
FC8	<input checked="" type="checkbox"/>	Aire 0,00

6. **7.**

Aceptar Guardar Rampas

Home Reactor A Reactor B

Figura 31. Establecimiento de parámetros rutinas del *Catatest* a través del SCADA

4. Digitar el numero de rampas de temperatura requeridas y la presion del ensayo. El valor de temperatura mostrado corresponde a la referencia de la ultima rampa, no es modificable directamente sobre esta ventana.
5. Elegir los MFCs que se van a usar, seleccionar el gas que cada uno alimentara y digitar los valores de referencia.

6. *Guardar* todos los parametros ingresados.
7. El boton *Rampas* nos permite ir a la ventana donde se modifica los parametros del control de temperatura.

8.

RA

SP1 Temperatura R1 [°C]
 150
 20 [°C/min] 0 40 Tiempo Establecimiento HHH:MM

SP2 Temperatura R1 [°C]
 230
 20 [°C/min] 0 30 Tiempo Establecimiento HHH:MM

RB

SP1 Temperatura R2 [°C]
 100
 60 [°C/min] 1 30 Tiempo Establecimiento HHH:MM

SP2 Temperatura R2 [°C]
 200
 60 [°C/min] 0 19 Tiempo Establecimiento HHH:MM

SP3 Temperatura R2 [°C]
 300
 60 [°C/min] 0 45 Tiempo Establecimiento HHH:MM

SP4 Temperatura R2 [°C]
 400
 60 [°C/min] 0 40 Tiempo Establecimiento HHH:MM

SP5 Temperatura R2 [°C]
 500
 60 [°C/min] 0 50 Tiempo Establecimiento HHH:MM

10. Rutina

9. Guardar

Home Reactor A Reactor B

Figura 32. Establecimiento de parámetros de temperatura de los hornos del *Catatest* a través del SCADA

8. Aquí se ingresa el valor de referencia al que llegara la rampa, el tiempo que se mantendra allí y la velocidad de calentamiento a la cual alcanzara dicho valor. El numero maximo de rampas es diez.
9. Nuevamente se deben *Guardar* los parametros. Desde aquí tambien se puede ingresar a las graficas de temperaturas vs. tiempo desde los botones en la parte inferior.
10. Regresar a *Rutina*.
11. Ir al boton *Aceptar*, y con esto finalmente se da inicio al ensayo catalitico.

Analizar Reactivos Reactor A

Analizar Productos Reactor A

Analizar Reactivos Reactor B

Analizar Productos Reactor B

Seleccione la Rutina

Inicio

Paro

RA Número de Rampas R1

Presión R1

Temperatura TR1

RB Número de Rampas R2

Presión R2

Temperatura TR2

		Seleccione el Gas	Flujo [SCCM]
Reactor 1			
FC1	<input checked="" type="checkbox"/>	Nitrogeno	10,00
FC2	<input checked="" type="checkbox"/>	Dioxido de Carbono	0,00
FC3	<input checked="" type="checkbox"/>	Oxigeno	0,00
FC4	<input checked="" type="checkbox"/>	Metano	0,00
MIXER			<input type="text" value="0,00"/>

		Seleccione el Gas	Flujo [SCCM]
Reactor 2			
FC5	<input checked="" type="checkbox"/>	Nitrogeno	0,00
FC6	<input checked="" type="checkbox"/>	Aire	10,00
FC7	<input checked="" type="checkbox"/>	Oxigeno	0,00
FC8	<input checked="" type="checkbox"/>	Aire	0,00

11.

Figura 33. Parámetros establecidos en las rutinas del *Catatest* a través del SCADA

Para concluir el panel de alarmas se despliega al pulsar el icono *Alarmas* en la ventana Home.

Figura 34. Ventana de alarmas del SCADA

APÉNDICE K. Ensayo Catalítico Reactor B

Se presentan los resultados obtenidos de los registros del *Catatest* y el GC para el ensayo catalítico en el reactor B.

Comportamiento de las distintas variables en el tiempo

De los resultados de la Figura 35 se observa que las variables de operación (flujo de reactivos y temperatura de hornos) se mantuvieron estables en los valores de referencia. Por otro lado, cabe destacar que se logró una excelente coordinación *Catatest*-GC, un fácil montaje de los reactores y una programación rápida y versátil del SCADA. Estas características hacen del *Catatest* un equipo confiable y preciso que permite el ahorro de recursos y tiempo.

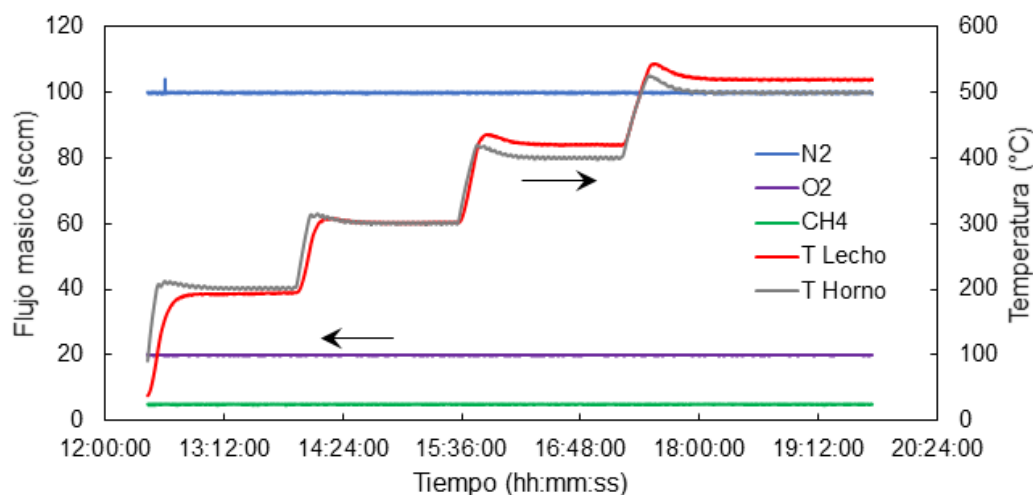


Figura 35. Registro de flujo de reactivos y temperaturas de reacción en el reactor B

Cromatografía

Los productos provenientes de los reactores se analizaron en el detector FID del GC ya que este tiene una mayor sensibilidad, lo cual disminuye el error en la cuantificación de los gases que están

presentes en muy bajas concentraciones. Como es el caso del CH_4 y CO_2 en estas reacciones. Los resultados del GC se muestran en la Figura 36, estos se analizaron de la siguiente forma: una vez identificado el tiempo de retención hidráulica de cada componente (Figura 36 a.), se procedió al trasado de las líneas base de los picos, paso crucial ya que un mal trasado conduce a errores en los resultados del ensayo, y finalmente el software (LabSolutions) calculó automáticamente las áreas que son función de la concentración de cada especie (Figura 36 b.).

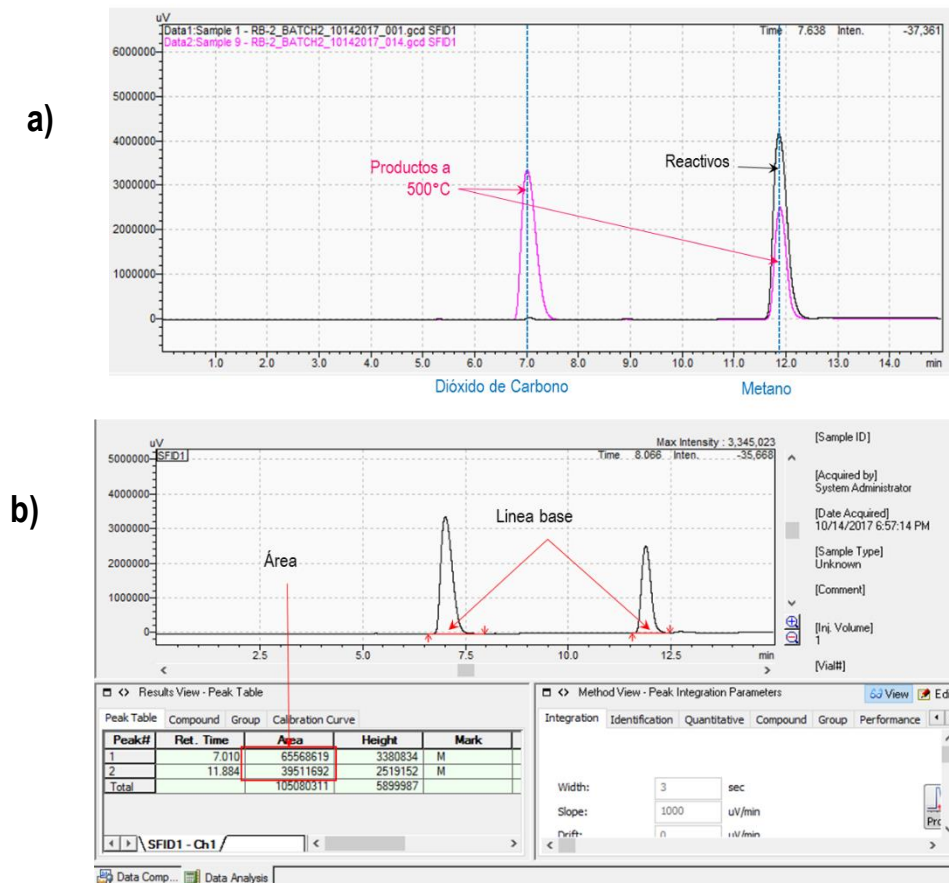


Figura 36. Tiempos de retención hidráulica (a) y cuantificación de la composición de la mezcla (b)

APÉNDICE L. Recomendaciones para operación del *Catatest*

Para la operación del *Catatest* en futuros proyectos de investigación, se recomienda:

(1) Tener en cuenta los conceptos y modelos matemáticos presentados en el APÉNDICE A para conocer las dimensiones de las partículas de catalizador a usar y el grado de dilución según como se desee operar el reactor (integral o diferencial) y con esto evitar la presencia de limitaciones difusionales.

(2) Al momento de ajustar los reactores no forzar las tuercas de los racores, el usuario debe ser medurado con la fuerza aplicada para evitar dañar el sello de la férula. A si mismo se recomienda tener cuidado que los pines de lo termopares en los lechos estén bien sujetos y con la polaridad correcta.

(3) Fijarse que el plato poroso haya quedado ubicado correctamente sobre el soporte anclado dentro del reactor para evitar perdida de catalizador durante el ensayo. Nunca colocar directamente el catalizador sobre el plato poroso sin hacer uso de fibra de vidrio entre ambos.

(4) Abrir suavemente las válvulas de aguja que alimenta al equipo para evitar que toda la presión de las líneas de gas llegue de golpe a los MFCs.

(5) Al desconectar el cable de poder de los MFCs y PCs evitar que estos hagan contacto con superficies metálicas.

(6) En general los dispositivos usados en el *Catatest* requieren mantenimiento preventivo cada 12 meses.

APÉNDICE M. Índice de términos

m	Metros
cm	Centímetros
mm	Milímetros
μm	Micrómetros
in	Pulgadas (Inches)
sccm	Centímetros cúbicos estándar (Standar Cubic Centimeters)
ms	Milisegundos
kPa	Kilopascales
psi	Pound per Square Inch (Unidad de presión en el sistema ingles)
bar	Bares (Unidad de presión)
s	Segundos
AiCo	Aire acondicionado (Air Conditioner)
Borneras de conexión	Punto de conexión de circuitos para transmisión de electricidad
<i>Catatest</i>	Denominación para reactores catalíticos de laboratorio (Catalytic tester)
Corta-tubo	Herramienta para cortar tubo sin aplastar ni desportillar los bordes del tubo
di	Diámetro interno
Dobla-tubos	Herramienta para doblar tubería en ángulos precisos
DRM	Reformado seco de metano (Dry Reforming of Methane)

Ethernet	Red de área local con acceso cableado
Evs	Electroválvulas (Electrovalves)
Falso fondo	Lamina de soporte para instrumentación eléctrica
Férulas	Piezas metálicas deformables que forman el sello metal-metal entre tubería y racores
Fisher-Thropsch	Proceso de producción de hidrocarburos sintéticos líquidos a partir de CO e H ₂
FTV	SCADA utilizado para la operación del <i>Catatest</i> (FactoryTalk View)
GC	Cromatógrafo de gases (Gas Chromatograph)
GWP	Índice de potencial de calentamiento global (Global Warming Potential), con referencia al CO ₂ en 100 años de emisiones
Límite inferior y superior de inflamabilidad	Límites de mezcla de dilución % V/V, a condiciones ambiente, entre los cuales ocurre explosión en presencia de una chispa
MFCs	Controladores de flujo másico (Mass Flow Controllers)
Modbus RTU	Protocolo de comunicación serial sobre RS232 o RS485 con arquitectura maestro/esclavo
P&ID	Diagrama de tubería e instrumentación (Pipe and Instrumentation Diagram)
PCs	Controladores de presión (Pressure Controller)
PID	Parámetros de lazo de control cerrado (Proporcional, Integral y Derivativo)
PLC	Controlador lógico programable (Programmable Logic Controller)
Presión de apertura de válvulas antirretorno	Presión de entrada requerida en la válvula para empujar el resorte y dar paso de fluido en un sentido

TCP/IP	Protocolo de comunicación digital con arquitectura usuario/servidor
Punto de auto-ignición	Temperatura a partir de la cual un fluido hace combustión sin necesidad de una chispa
Relé de estado sólido	Interruptor electrónico que conmuta el paso de electricidad al aplicar una pequeña corriente
Retro-lavado	Operación realizada por el GC para eliminar compuestos pesados atrapados en las columnas empacadas
RS232 y RS485	Interfaz que designa una norma para el intercambio de datos binarios (Recommended Standard 232 y 485)
SCADA	Software para control y adquisición de datos (Supervision control and data adquisition)
Teamviewer	Software de conexión para acceso remoto entre equipos
Termopar tipo k	Sensor de temperatura por diferencial de potencial entre alambres de cromel y alumel
TgCH ₄	Toneladas de metano
Tornillos torx	Tronillo con cabeza en forma de estrella de 6 puntas
VAC	Voltios de corriente alterna (Voltage in Alternative Current)
Válvula de alivio de presión	Válvula de seguridad que se abre a una presión determinada para liberar presión en una tubería
VDC	Voltios de corriente directa (Voltage in Direct Current)
VOCs	Compuestos orgánicos volátiles (Volatile Organic Compounds)
WGRS	Reacción inversa del gas al agua (Water Gas Shift Reaction)