

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E  
INVESTIGACIÓN**



**“ESTUDIO DE LA HIDRODINÁMICA DE UN  
REACTOR DE LECHO EBULLENTE PARA  
HIDRODESINTEGRACIÓN DE FRACCIONES  
PESADAS DEL PETRÓLEO”**

**Para obtener el grado de:**

**DOCTOR EN CIENCIAS EN  
INGENIERÍA QUÍMICA**

**Presenta:**

**M. en C. Fernando Alonso Martínez**

**Directores de Tesis:**

**Dra. Rebeca Silva Rodrigo**

**Dra. Jorge Ancheyta Juárez**

**Miembros del Jurado:**

<b>Presidente:</b>	<b>Dra. Rebeca Silva Rodrigo</b>	<b>ITCM</b>
<b>Secretario:</b>	<b>Dr. Jorge Ancheyta Juárez</b>	<b>IMP</b>
<b>Primer Vocal:</b>	<b>Dr. Richard Steve Ruiz Martínez</b>	<b>UAM-I</b>
<b>Segundo Vocal:</b>	<b>Dra. Gudelia Carrizales Martínez</b>	<b>ITCM</b>
<b>Tercer Vocal:</b>	<b>Dr. José Guillermo Sandoval Robles</b>	<b>ITCM</b>



Instituto Tecnológico de Cd. Madero

D.I.

Cd. Madero, Tam., a 14 de Noviembre de 2007.

Área: Posgrado  
Nº Oficio: U1.1146/07  
Asunto: Autorización de Impresión  
de Tesis

**C. M.C. FERNANDO ALONSO MARTÍNEZ**  
Presente.

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su examen de grado de Doctor en Ciencias en Ingeniería Química, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

**“ESTUDIO DE LA HIDRODINÁMICA DE UN REACTOR DE LECHO EBULLENTE  
PARA HIDRODESINTEGRACIÓN DE FRACCIONES PESADAS DEL PETRÓLEO”**

Es muy satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con Usted el logro de esta meta. Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

Atentamente  
**“POR MI PATRIA Y POR MI BIEN”**

*M. Yolanda Chávez Cinco*  
M.P. María Yolanda Chávez Cinco  
Jefa de la División



**S.E.P.**  
DIVISION DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO E  
INVESTIGACION  
I T C M

MYCHC ' ~~HE~~EDAS ' cerc\*

## Dedicatorias

A mis padres **Fernando** y **Ma. Gudelia**, con cariño.

A mi esposa **Mariana**, por apoyarme siempre y por compartir la experiencia de creer que *lo imposible se puede lograr...*

A mi hija **Arantza**, el milagro más grande de mi vida!

A toda mi familia...

A mis mejores amigos.

## **Agradecimientos**

Al Instituto Mexicano del Petróleo y al Instituto Tecnológico de Cd. Madero, por todo el apoyo y las facilidades otorgadas para la culminación de esta meta.

A la Coordinación de Investigación y Desarrollo Tecnológico de Procesos y Reactores del Instituto Mexicano del Petróleo, a través del Ing. José Luis Cano Domínguez.

Al Dr. Jorge Ancheyta, por su amistad, experiencia y profesionalismo en la dirección de esta tesis, así como por todo el apoyo brindado para la realización de este trabajo.

A la Dra. Rebeca Silva, por la dirección de la tesis, por sus aportaciones para mejorar la calidad de este trabajo y por todo el invaluable apoyo recibido durante la trayectoria de este esfuerzo.

A mi amigo y colega el Dr. Richard S. Ruiz, quien con su profesionalidad y experiencia contribuyó a la dirección y enriquecimiento sustancial de este trabajo.

A la Dra. Gudelia Carrizales y al Dr. J. Guillermo Sandoval, por la revisión minuciosa, los comentarios y las sugerencias que contribuyeron a enriquecer la calidad de esta tesis.

Al Área de Plantas Piloto del Instituto Mexicano del Petróleo, a través del Ing. José Zainos y el personal bajo su cargo, quienes brindaron las facilidades correspondientes para la realización experimental del presente trabajo.

A todos aquellos colegas y amigos que de alguna manera contribuyeron al desarrollo de esta tesis.

**Todo lo que se desea con fuerza,**

**termina por llegar.**

K. J. Weber

---

---

# Índice

	Página
<b>Índice de Tablas</b> .....	iv
<b>Índice de Figuras</b> .....	v
<b>Nomenclatura</b> .....	ix
<b>Resumen</b> .....	xiii
<b>Abstract</b> .....	xvi
<b>Objetivo general</b> .....	xix
<b>Introducción</b> .....	xx
<b>Capítulo I. Antecedentes</b> .....	1
I.1 Aspectos generales de los sistemas de tres fases .....	1
I.1.1 Clasificación de los reactores de tres fases .....	1
I.1.2 Ventajas y desventajas .....	6
I.1.3 Aplicaciones industriales de reactores de lecho ebullente .....	9
I.1.3.1 Procesos industriales de lecho ebullente aplicados a la hidrodesintegración de residuos del petróleo .....	12
I.1.3.1.1 Proceso H-Oil .....	12
I.1.3.1.2 Proceso LC-Fining .....	15
I.2 Fundamentos de la hidrodinámica de los sistemas de lecho ebullente ...	17
I.2.1 Parámetros hidrodinámicos de los sistemas de lecho ebullente	17
I.2.1.1 Caída de presión .....	19
I.2.1.2 Velocidad mínima de fluidización .....	20
I.2.1.3 Expansión del lecho .....	23
I.2.1.4 Fracciones de las fases .....	24
I.2.1.5 Regímenes de flujo .....	26
I.2.1.6 Propiedades de las partículas .....	32
I.2.1.7 Efecto de la presión y la temperatura sobre la hidrodinámica del lecho .....	33
I.3 Correlaciones empíricas y modelos fenomenológicos .....	35
I.3.1. Velocidad mínima de fluidización .....	35
I.3.1.1. Correlaciones empíricas .....	35
I.3.1.2. Modelos fenomenológicos .....	36

	Página
I.3.2. Fracción de líquido retenida .....	38
I.3.3. Porosidad del lecho .....	39
I.4 Modelos matemáticos .....	40
I.4.1. Modelo generalizado de la estela .....	40
I.4.2. Modelo del pseudo-fluido .....	45
<b>Capítulo II. Parte experimental</b> .....	<b>48</b>
II.1 Materias primas .....	48
II.2 Descripción del sistema experimental para temperatura ambiente y presión atmosférica .....	50
II.3 Pruebas experimentales a temperatura ambiente y presión atmosférica ...	52
II.3.1 Determinación de la velocidad mínima de fluidización .....	52
II.3.2 Determinación de la expansión del lecho y la porosidad .....	53
II.3.3 Determinación de las fracciones retenidas del gas, líquido y sólido .....	55
II.4 Descripción del sistema experimental para condiciones de presión y temperatura altas .....	55
II.5 Pruebas experimentales a condiciones de presión y temperatura altas .....	57
II.5.1 Determinación de las fracciones retenidas del gas, líquido y sólido .....	58
II.5.2 Determinación de la velocidad mínima de fluidización .....	59
II.5.3 Régimen de flujo de las burbujas .....	60
<b>Capítulo III. Resultados y discusión</b> .....	<b>61</b>
III.1 Experimentación a temperatura ambiente y presión atmosférica .....	62
III.1.1 Velocidad mínima de fluidización .....	62
III.1.2 Expansión del lecho .....	65
III.1.3 Efecto de las velocidades de líquido y gas sobre la porosidad ...	69
III.1.4 Fracción de líquido retenida .....	74
III.1.5 Efecto de la forma del catalizador sobre la velocidad mínima de fluidización .....	78
III.1.6 Efecto de la forma del catalizador sobre la expansión del lecho	81
III.2 Experimentación a condiciones de temperatura y presión altas .....	86
III.2.1 Efecto de la presión sobre la retención de fases .....	86
III.2.2 Efecto de la presión sobre la velocidad mínima de fluidización	90
III.2.3 Régimen de flujo de burbujas .....	95
III.3 Resultados de los modelos matemáticos .....	97
III.3.1 Simulación con el modelo generalizado de la estela .....	97
III.3.2 Simulación con el modelo del pseudo-fluido .....	101
<b>Conclusiones y recomendaciones</b> .....	<b>105</b>

---

	Página
<b>Referencias</b> .....	109
<b>Anexos</b>	
Anexo 1. ASTM C-128 – 01. Método Estándar de Prueba para la Densidad, la Densidad Relativa (Gravedad Específica), y la Absorción del Agregado Fino .....	118
Anexo 2. Procedimiento de operación de la planta de estudios hidrodinámicos a condiciones de presión atmosférica y temperatura ambiente .....	129
Anexo 3. Programa experimental realizado en la planta piloto de lecho ebullente a condiciones de temperatura y presión elevadas .....	135

## Índice de Tablas

No. Tabla	Descripción	Página
1.1	Ventajas y desventajas de los reactores de lecho ebullente en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo .....	7
1.2	Ventajas y desventajas de los reactores de lecho fijo (trickle-bed) en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo .....	8
1.3	Correlaciones empíricas para la estimación de la velocidad mínima de fluidización en sistemas de tres fases .....	36
1.4	Modelos fenomenológicos para la estimación de la velocidad mínima de fluidización en sistemas de tres fases .....	37
1.5	Correlaciones para estimar la retención de la fase líquida en lechos fluidizados gas-líquido-sólido .....	39
1.6	Correlaciones para estimar la porosidad del lecho en sistemas de tres fases .....	40
1.7	Índices para la ecuación de Richardson-Zaki .....	43
2.1	Propiedades físicas de los catalizadores .....	49
2.2	Propiedades físicas de los líquidos .....	49
3.1	Resultados estadísticos para las correlaciones de la <i>Tabla 1.4</i> en su predicción de los datos experimentales de $U_{lmf}$ del presente trabajo .....	64
3.2	Error relativo absoluto promedio de predicciones de correlaciones de la literatura .....	73
3.3	Error relativo absoluto promedio de las estimaciones de $\varepsilon_l$ con distintas correlaciones .....	77
3.4	Estadísticas para las correlaciones de la <i>Tabla 1.4</i> y los modelos de la <i>Tabla 1.5</i> en la predicción de $U_{lmf}$ .....	80
3.5	Comportamiento de correlaciones de la literatura y del presente trabajo para predecir la expansión del lecho .....	85
3.6	Comparación entre valores experimentales de $U_{lmf}^0$ y predicciones de correlaciones .....	95
 <b>Anexos</b>		
A1.1	Precisión de las mediciones .....	125

---

---

## Índice de Figuras

### Capítulo I

No. Figura	Descripción	Página
1.1	Tipos de reactores de tres fases .....	2
1.2	Clasificación simplificada de los reactores de tres fases .....	4
1.3	Esquema simplificado del reactor H-Oil .....	13
1.4	Esquema simplificado del reactor LC-Fining .....	16
1.5	Variación de la caída de presión dinámica a lo largo del lecho contra $U_l$ como una función de $U_g$ para el sistema aire-agua-partículas esféricas de vidrio .....	21
1.6	Regímenes de flujo en reactores de columna de burbujeo .....	27
1.7	Diagrama esquemático de un mapa de regímenes de flujo de un lecho fluidizado trifásico .....	32
1.8	Representación esquemática del modelo generalizado de la estela para un lecho fluidizado en modo de operación E-I-1 .....	41
1.9	Representación esquemática del lecho fluidizado de tres fases y una aproximación del pseudo-fluido .....	45

### Capítulo II

2.1	Esquema simplificado de la planta de estudios hidrodinámicos de lecho ebulente .....	50
2.2	Planta de estudios hidrodinámicos de lecho ebulente .....	51
2.3	Determinación gráfica de la velocidad mínima de fluidización ...	52
2.4	Esquema simplificado del diseño experimental .....	53
2.5	Determinación gráfica de la altura de expansión del lecho .....	54
2.6	Diagrama simplificado del sistema experimental de lecho ebulente a alta presión .....	56
2.7	Planta piloto de hidrodeseintegración de fracciones pesadas del petróleo a condiciones de presión y temperatura elevadas .....	57

**Capítulo III**

No. Figura	Descripción	Página
3.1	Variación de la velocidad mínima de fluidización con la velocidad superficial del gas para distintos sistemas gas-líquido-sólido .....	63
3.2	Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del líquido para el sistema aire-agua-catalizador fresco .....	66
3.3	Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del gas para el sistema aire-agua-catalizador fresco .....	67
3.4	Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del gas para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador fresco .....	68
3.5	Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del gas para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador de equilibrio	68
3.6	Efecto de las velocidades de gas y líquido sobre la porosidad para los sistemas (a) sistema aire-agua-catalizador fresco; (b) nitrógeno-diesel-catalizador fresco .....	70
3.7	Efecto de las velocidades del líquido y el gas sobre la porosidad para sistemas con (a) catalizador fresco y (b) catalizador de equilibrio .....	72
3.8	Variación de la fracción de líquido retenida para el sistema catalizador fresco-diesel-nitrógeno, en función de la velocidad del líquido para varias velocidades de gas .....	74
3.9	Variación de las fases retenidas en función de la velocidad del líquido para partículas de catalizador fresco y de equilibrio y para las velocidades de gas (a) $U_g = 0.44 \text{ cm/s}$ y (b) $U_g = 1.66 \text{ cm/s}$ ....	76
3.10	Comparación entre las fracciones de líquido retenida experimentales y calculadas con la correlación de Saberian y col. (1987) .....	78
3.11	Comparación de la fracción de expansión del lecho con las predicciones para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador fresco	82
3.12	Comparación de la fracción de expansión del lecho con las predicciones para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador de equilibrio .....	83

**Capítulo III (Continuación...)**

No. Figura	Descripción	Página
3.13	Expansiones de lecho experimentales y calculadas con la ecuaciones de Begovich y Watson, y ecuación (48) .....	84
3.14	Efecto de la velocidad del gas para varias velocidades de líquido (a) P=1.0 MPa; (b) P=7.5 MPa; (c) P=15.0 MPa .....	87
3.15	Efecto de la velocidad del gas sobre la retención del gas para varios valores de presión y de velocidad del líquido .....	88
3.16	Efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho a varias presiones (a) $U_1=0.66$ cm/s; (b) $U_1=1.35$ cm/s .....	89
3.17	Efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización a 20°C y distintas presiones de operación .....	90
3.18	Efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización normalizada, a 20°C y distintas presiones de operación .....	92
3.19	Efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización, a 7.5 MPa, y 20° y 100°C de operación .....	93
3.20	Efecto de la presión sobre la variación del flujo del gas “drift flux” con la fracción retenida de gas en el lecho .....	96
3.21	Retenciones experimentales de las fases gas y líquido de Luo y col. (1997) y valores predichos usando valores de $k$ calculados con las Ecs. (36) y (37) para (a) $d_p=2.1$ mm; (b) $d_p= 3.0$ mm .....	98
3.22	Retenciones experimentales de las fases gas y líquido de Luo y col. (1997) y valores predichos usando valores de $k$ calculados con las Ecs. (36) y (37) para (a) P=0.79 MPa; (b) P=5.62 MPa; (c) P=15.6 MPa .....	99
3.23	Comparación entre los datos experimentales de Luo y col. (1997) y del presente trabajo con predicciones hechas usando valores de $k$ de Bhatia y Epstein (1974) y de Baker y col. (1977)	100
3.24	Efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho a dos presiones diferentes, $U_1=1.4$ cm/s y 20°C .....	103
3.25	Efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho a dos presiones y temperaturas diferentes, $U_1=0.7$ cm/s, 20°C y 100°C	104

**Anexos**

No. Figura	Descripción	Página
A2.1	Fotografía de los niveles de líquido, la regla “T” y el rótulo .....	133
A3.1	Representación esquemática del programa experimental del <i>Sistema a 1 MPa y 25°C</i> , sin flujo de nitrógeno y utilizando 306 LSPH de nitrógeno .....	140
A3.2	Representación esquemática del programa experimental del <i>Sistema a 1 MPa y 25°C</i> , utilizando 360 y 414 LSPH de nitrógeno .....	141
A3.3	Representación esquemática del programa experimental del <i>Sistema a 1 MPa y 25°C</i> , utilizando 461 y 522 LSPH de nitrógeno .....	142

---



---

## Nomenclatura

$A$	Área transversal de la columna (m)
$Ar_i$	Número de Arquímedes para el líquido
ASTM	American Society for Testing and Materials
$C_d$	Parámetro descrito en la Ec. (17)
$D_c$	Diámetro de la columna (m)
$d_e$	Diámetro equivalente de partícula (m)
$d_p$	Diámetro de partícula (m)
$-\frac{dP}{dZ}$	Gradiente de presión axial total
$D_t$	Diámetro del lecho (m)
EDS	Proceso <i>Exxon Donor Solven</i> , se discontinuó a principios de los 1980's
ERAP	Error Relativo Absoluto Promedio
$f$	Parámetro descrito en la Ec. (18)
FCC	Proceso <i>Fluid Catalitic Cracking</i>
$Fr_g$	Número de Froude para el gas, $U_g^2/gd_d$
$g$	Aceleración de la gravedad, $9.81 \text{ m/s}^2$
$H$	Altura del lecho expandido (m)
$H_0$	Altura del lecho catalítico en reposo (m)
$H/H_0$	Expansión del lecho catalítico (adim.)
HDC	Hidrodeseintegración Catalítica
H-Coal	Proceso con tecnología de lecho ebullente para hidrodeseintegración de fracciones pesadas del petróleo, se discontinuó a principios de los 1980's
HDM	Hidrodese metalización
H-Oil	Proceso con tecnología de lecho ebullente para hidrodeseintegración de fracciones pesadas del petróleo
HDS	Hidrodese sulfuración
HDT	Hidrotratamiento
HYSYS	Simulador de procesos en estado estacionario desarrollado por la compañía Hyprotech, subsidiaria de Aspen Technology, Inc.
IFP	Instituto Francés del Petróleo
$j_{cd}$	Flux de arrastre del gas (cm/s)
$k$	Cociente entre los volúmenes de la estela y la burbuja (adim.)
$K$	Parámetro descrito en la Ec. (22b)
$k'_0$	Fracción volumétrica ocupada por la estela para sistemas gas-líquido o líquido-líquido

$l$	Longitud de la partícula (m)
LC-Fining	Proceso con tecnología de lecho ebullente para hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo
$M_p$	Masa de partículas en el lecho (kg)
$n$	Índice de Richardson-Zaki
$P$	Presión, MPa
$Re_g$	Número de Reynolds para la fase gas, $Re_g = U_g d_p \rho_g / \mu_g$
$\tilde{Re}_{lmf}$	Parámetro descrito en la Ec. (19)
$Re_t$	Número de Reynolds terminal del líquido, definido por la Ec. (35)
$Re_\infty$	Parámetro descrito en la Ec. (17)
SRC	Proceso <i>Solvent Refined Coal</i> , se discontinuó a principios de los 1980's
$T$	Temperatura, °C
TBC	Contactador de lecho turbuente ( <i>Turbulent Bed Contactor</i> )
T-Star	Es una extensión del proceso H-Oil, que también utiliza reactores de lecho ebullente
$U'_b$	Velocidad terminal de una sola burbuja en el líquido (m/s)
$U_{b\infty}$	Velocidad de ascenso de una sola burbuja en un medio líquido (m/s)
$U_g$	Velocidad superficial del gas (m/s)
$U_{gl}$	Velocidad superficial descrita en la Ec. (21 a)
$U_i$	Velocidad superficial del líquido extrapolada a $\varepsilon_l \rightarrow 1$ en la región líquido-sólido
$U_l$	Velocidad superficial del líquido (m/s)
$U_{lf}$	Velocidad superficial del líquido en la región líquido-sólido en el modelo generalizado de la estela (m/s)
$U_{lmf}$	Velocidad mínima de fluidización del líquido (m/s)
$U_{lmf}^0$	Velocidad mínima de fluidización para el sistema líquido-sólido (m/s)
$U_{pf}$	Velocidad superficial del pseudo-fluido, descrita por la Ec. (41)
$U_s^0$	Velocidad terminal de asentamiento (m/s)
$U_t$	Velocidad terminal de la partícula (m/s)
VGO	Gasóleo de vacío
$V_{lf}$	Velocidad lineal del líquido en la región líquido-sólido (m/s)
$V_{sf}$	Velocidad lineal del sólido en la región líquido-sólido (m/s)
$V_\infty$	Parámetro descrito en la Ec. (17)
$W_s$	Masa total de sólidos (kg)
$x$	Cociente entre la fracción volumétrica de los sólidos en la estela y aquella de los sólidos en la región líquido-sólido (adim.)

## Símbolos Griegos

$\beta_{gmf}$	Parámetro descrito en la Ec. (17)
$-\Delta P_d$	Caída de presión dinámica
$\varepsilon$	Porosidad del lecho (adim.)
$\varepsilon_g$	Fracción volumétrica o retención de la fase gas (adim.)
$\varepsilon_g^*$	Fracción volumétrica del gas en ausencia de sólidos (adim.)
$\varepsilon_l$	Fracción volumétrica o retención de la fase líquida (adim.)
$\varepsilon_l^*$	Fracción volumétrica del líquido en ausencia de sólidos, descrita en la Ec. (22 a)
$\varepsilon_{lf}$	Fracción volumétrica del líquido en la región fluidizada líquido-sólido (adim.)
$\varepsilon_{l-s}$	Porosidad en la región fluidizada líquido-sólido (adim.)
$\varepsilon_{lw}$	Fracción volumétrica total de los sólidos en la región de la estela (adim.)
$\varepsilon_s$	Fracción volumétrica o retención de la fase sólida (adim.)
$\varepsilon_{sf}$	Fracción volumétrica de los sólidos en la región fluidizada líquido-sólido (adim.)
$\varepsilon_{sw}$	Fracción volumétrica total de los sólidos en la región de la estela (adim.)
$\varepsilon_w$	Fracción volumétrica total de la estela en un lecho fluidizado trifásico (adim.)
$\phi$	Factor de esfericidad de la partícula de catalizador
$\mu_l$	Viscosidad dinámica del líquido (Pa s)
$\mu_{pf}$	Viscosidad dinámica del pseudo-fluido (Pa s)
$\mu_C$	Viscosidad dinámica de la fase continua (Pa s)
$\mu_D$	Viscosidad dinámica de la fase dispersa (Pa s)
$\pi$	Es un número irracional, cociente entre la longitud de la circunferencia y la longitud de su diámetro, igual a 3.1416
$\rho_B$	Densidad del lecho expandido (kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_g$	Densidad del gas (kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_l$	Densidad del líquido (kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{pf}$	Densidad del pseudo-fluido (kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_s$	Densidad de la partícula (kg/m <sup>3</sup> )
$\sigma$	Tensión superficial (N/m)

**Subíndices**

<i>g</i>	Fase gas y/o gas
<i>s</i>	Fase sólida y/o solido
<i>l</i>	Fase líquida y/o líquido
<i>B</i>	Burbuja
<i>w</i>	Estela de la burbuja
<i>lf</i>	Referente al líquido en la región fluidizada
<i>sf</i>	Referente al sólido en la región de la estela

---

## Resumen

El estudio de la hidrodinámica de los reactores de lecho ebullente es complejo, debido a que existen muchos aspectos que influyen simultáneamente. Tal es el caso de las características del reactor, las propiedades del líquido, las características del catalizador, flujos de gas y líquido, temperatura, presión, régimen de flujo, etc.

Debido a que la mayoría de los trabajos previos sobre el estudio de la hidrodinámica de los sistemas de lecho ebullente de tres fases se han realizado a presión atmosférica y temperatura ambiente, utilizando líquidos acuosos y partículas esféricas de vidrio; en este trabajo se realizaron experimentaciones para obtener parámetros hidrodinámicos a presión atmosférica y temperatura ambiente, como a presión y temperatura elevadas, utilizando hidrocarburos, catalizadores comerciales y partículas esféricas de vidrio.

Los resultados experimentales a presión atmosférica y temperatura ambiente se contrastaron con las predicciones a partir de correlaciones empíricas de la literatura, para la velocidad mínima de fluidización y la expansión del lecho, lográndose para éste último parámetro la incorporación del factor de esfericidad a la correlación empírica de Begovich y Watson, y como consecuencia reducir los errores de predicción de la misma en los sistemas estudiados en este trabajo.

En el estudio de la hidrodinámica del sistema de lecho ebullente a condiciones de presión y temperaturas elevadas, se determinaron los efectos de dichas variables sobre la porosidad del lecho y la velocidad mínima de fluidización. Asimismo, para esas condiciones de operación se propuso una correlación empírica como un criterio para determinar la transición entre el régimen de flujo de burbujas dispersas y el de burbujas en coalescencia.

Respecto al efecto de la presión sobre la retención de las fases líquida y gas, los resultados obtenidos mostraron que la retención de la fase líquida disminuye con la presión, mientras que la del gas aumenta; siendo este aumento menor a presiones mayores. Este fenómeno se debe a que al incrementar la presión, se inhibe la coalescencia de las burbujas y se promueve el rompimiento de burbujas por las partículas, resultando en burbujas pequeñas y lentas, que incrementan la retención de la fase gas.

Por otro lado, el efecto de la presión sobre la expansión o contracción del lecho puede atribuirse a sus efectos sobre los cambios en las propiedades físicas del líquido (densidad y viscosidad, principalmente) y sobre el comportamiento de las burbujas. La presión también afecta las propiedades interfaciales gas-líquido provocando que las burbujas sean de menor tamaño a presiones altas que a bajas, aumentando la retención de gas y reduciéndose la cantidad de líquido arrastrado en la estela de las burbujas, contribuyendo ambos fenómenos a incrementar la expansión del lecho.

El aumento en la presión tiende a reducir la velocidad mínima de fluidización, debido a que se ven afectadas tanto las propiedades del líquido como las características de las burbujas. Las pruebas realizadas a altas presiones y temperaturas ilustran que al incrementarse esta última se tienen efectos encontrados con un resultado neto, al menos para las condiciones estudiadas, que produce un aumento en la velocidad incipiente. Se realizaron predicciones de la velocidad mínima de fluidización a altas presiones con correlaciones empíricas derivadas de datos a condiciones de temperatura y presión ambientes, observándose que en general los valores predichos son mayores a los valores experimentales.

A través del cálculo de los valores del flux de arrastre del gas (“drift flux”) para distintas presiones, los resultados mostraron diferencias apreciables entre la presión de 1 MPa y las presiones de 7.5 y 15 MPa. Los resultados sugieren que a la presión más baja se tienen burbujas más grandes y rápidas que a mayores presiones, lo que indica que el sistema se encuentra en régimen de burbujas en coalescencia. En cambio, a las presiones de 7.5 MPa y 15 MPa, para las condiciones manejadas, los lechos parecen encontrarse en el régimen de burbujas dispersas.

Se realizaron simulaciones con el modelo generalizado de la estela para predecir las retenciones de las fases a altas presiones, y los resultados de las simulaciones se compararon con los valores experimentales de este trabajo y con los reportados por Luo y col. También se presentan los resultados de las simulaciones realizadas con el modelo del pseudo-fluido para predecir la porosidad del lecho a presión elevada, a diferentes temperaturas y velocidades superficiales del gas, mismos que se contrastaron con los resultados experimentales de este trabajo permitiendo definir el régimen del flujo de dichos experimentos.

En general, el desarrollo de estudios hidrodinámicos en reactores de lecho ebullente utilizados en la hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo permitirá establecer las bases para una comprensión mejor del efecto de las variables de operación, de las características de las partículas, de las propiedades del líquido y del comportamiento hidrodinámico. Con esto, resulta importante enfocar esfuerzos al estudio y comprensión fundamental de los reactores de lecho ebullente de tres fases, a través de la determinación experimental y análisis de parámetros hidrodinámicos a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, pero con principal énfasis en los estudios a condiciones de temperatura y presión elevadas, en donde cualquier esfuerzo que se realice contribuye al avance en el estudio, diseño y escalamiento de este tipo de reactores.

---

---

## Abstract

Hydrodynamic studies of ebullated bed reactors are complex because they are influenced by many aspects such as reactor characteristics, catalyst properties, gas and liquid flow rates, temperature, pressure, flow regime, etc.

Most of the previous works on hydrodynamics of ebullated bed systems correspond to three phase systems at atmospheric pressure and room temperature, where water or water-based solutions and glass beads were employed; in this work experiments were made to obtain hydrodynamic parameters at atmospheric pressure and room temperature, moreover high pressure and temperature reaction conditions are reported using oil fractions as feedstock, nitrogen, glass beads and commercial catalysts.

The experimental results at atmospheric pressure and room temperature, particularly the minimum fluidization velocity and bed expansion data were contrasted with predictions from empirical correlations reported in the literature. Empirical correlations tend to yield relatively smaller errors in reproducing the systems with water than with the organic liquids. Bed expansion predictions for the petroleum distillates systems were substantially improved when the sphericity factor of the extrudates was incorporated to the Begovich-Watson equation.

The hydrodynamics of ebullated bed reactor also were studied at high pressure and elevated temperature where the pressure effect over the bed porosity and the minimum fluidization velocity were determined. For those operating conditions was proposed an empirical correlation to determine the transition between the dispersed bubble regime to the coalesced bubble regime.

In order to see the effect of the pressure on the gas and liquid holdups, results indicated that the liquid holdup decreases with the pressure whereas the gas holdup increases; this increment is smaller at high pressure conditions. An increase in pressure phenomenon prevents the coalescence of the bubbles and helps to the breaking of bubbles, which are promoted by the particles, thus, the retention of the gas phase increases with smaller and slow bubbles.

On the other hand, the pressure effect on the bed expansion or bed contraction is attributed to its changes in the physical properties of the liquid (mainly density and viscosity) and on the behavior of the bubbles. The pressure also affects the gas-liquid interface properties that promote to appear as smaller bubble size at high pressures than low pressures, which increases the gas hold-up and reduces the amount of liquid dragged in the bubble wake, both phenomena contributed to an increase in the bed expansion.

It was observed that an increase in the pressure tends to reduce the minimum fluidization velocity, because that affects the properties of the liquid as much as the bubbles characteristics. The experiments carried out at high pressures and temperatures showed that when increase later one there are two effects opposed, where the net result was obtained is an increase in the minimum fluidization velocity. Some predictions were realized of the minimum fluidization velocity at high pressures with empirical correlations derived from the results processed at ambient temperature and pressure, which are very close to the experimental results.

Values calculated for the gas drift flux at different pressures showed appreciable differences between 1, 7.5 and 15 MPa pressures. The results suggested that for lower pressures larger and faster bubbles exist than at relatively higher pressures, which indicates that for the former the system is in coalesced bubbles regime. However, at 7.5 and 15 MPa pressures the fluidized beds seem to be in the dispersed bubbles regime.

The simulations were made using the generalized wake model to predict the phases hold up obtained at high pressure. The results of the simulations were compared with the experimental values of this work and with the reported ones by Luo, et al. The results obtained for using the

pseudo-fluid model, which was permitted to predict the bed porosity at elevated pressure, different temperatures and superficial gas velocity. Those results also were compared by experimental results of the present work to define the flow regime of the experiments.

In general, the development of hydrodynamic studies in ebullated bed reactors used for the hydrocracking of heavy oil fractions of petroleum will allow establishing the bases for a better understanding of process operation variables, characteristics of particles, properties of the liquid and the hydrodynamic behavior of the ebullated bed. With this, it is important to focus an effort of these fundamental studies for a better understanding of three phase ebullated bed reactors, through the experimental determination and analysis of hydrodynamic parameters at atmospheric conditions, but with special emphasis in studies at conditions of elevated temperature and pressure in which any effort that may contribute to the advance in the design and improvement of the ebullated bed reactors.

---

## Objetivo general

Contribuir al estudio y comprensión de la hidrodinámica de los reactores de lecho ebullente a través de la experimentación a diferentes escalas (laboratorio y planta piloto) utilizando hidrocarburos y catalizadores comerciales, a condiciones de presión atmosférica y temperatura ambiente así como a condiciones de presión y temperatura elevadas.

## Objetivos particulares

- Estudiar el efecto de: presión, temperatura, velocidades superficiales del gas y el líquido, y forma de la partícula, sobre los principales parámetros hidrodinámicos de los sistemas de lecho ebullente.
- Contrastar la información experimental del presente trabajo con la obtenida a través de la utilización de correlaciones empíricas reportadas en la literatura, y de ser posible proponer alguna correlación y/o modificación a fin de reducir los errores de predicción.
- Realizar simulaciones con el modelo generalizado de la estela y el modelo del pseudo-fluido, y contrastar los resultados obtenidos con los resultados experimentales correspondientes.
- Contribuir al estudio y comprensión fundamental de los reactores de lecho ebullente de tres fases, a través de la obtención experimental y análisis de parámetros hidrodinámicos a presiones elevadas, lo que constituye una aportación significativa, ya que dicha información es muy escasa.

---

---

## Introducción

En los centros de refinación, a través de los años se ha incrementado la necesidad de procesar crudos cada vez más pesados, debido principalmente a su creciente demanda a nivel mundial y por consiguiente ha crecido la problemática para la infraestructura con que cuentan las refinerías; por esta situación y con la finalidad de superar este obstáculo, se han considerado alternativas tales como realizar modificaciones a los procesos existentes, instar nuevas unidades de proceso y/o aplicar algunos avances relacionados con los sistemas catalíticos, mismos que permitirían obtener mayores rendimientos y calidad de los productos.

En México, la tendencia en la producción de crudos pesados ha ido incrementándose a tal grado que hasta hace algunos años la problemática se enfocaba al procesamiento de crudos tipo Maya (alrededor de 23°API), sin embargo, la producción de este tipo de crudos ha ido en decremento por lo que recientemente los esfuerzos se han reorientado hacia la problemática del procesamiento de crudos de 13°API y últimamente de crudos aún más pesados (10°API).

Para el procesamiento de crudos y fracciones pesadas se utiliza una gran variedad de tecnologías, mismas que pueden ser de lecho fijo (Chevron OCR, IFP HYVAHL, Shell HYCON), de lecho ebullente (H-Oil y LC-Fining) o de fase dispersa (CANMET, Veba Combicracking, Super Oil Cracking, Intevep HDH, Exxon Microcat, Idemitsu Kosan MRH).

Adicionalmente, debido a la necesidad de procesar cargas más pesadas y a la inhabilidad para proyectarse a los pronósticos relacionados con los requerimientos del mercado del petróleo a largo plazo, la ventaja económica a cualquier operación de la refinación es elegir procesos de refinación flexibles. Tal es el caso de los procesos de lecho ebullente, mismos que pueden operar con cargas pesadas, siendo capaces de maximizar los rendimientos de procesamiento de dichas cargas para obtener productos ambientalmente amigables.

Entre las principales ventajas de los reactores de lecho ebullente sobre los reactores de lecho fijo se encuentran: excelente contacto entre las fases, distribución uniforme de temperatura en el reactor, alta transferencia de masa, fácil reemplazo de catalizador en forma continua, permitiendo mayor tiempo de operación y disminuyendo los paros del reactor, y mínimos o nulos problemas de taponamiento.

El conocimiento básico para los reactores con movimiento de catalizador es menos completo que el de reactores de lecho fijo. Los procedimientos de escalamiento de reactores de lecho ebullente se inclinan a ser más inciertos y no es posible relacionar vía reglas simples el desempeño de unidades de tamaño laboratorio hacia reactores a gran escala. Normalmente en el desarrollo de procesos se realiza una investigación cuidadosa de la cinética y tipos de reactores acoplados a modelos de flujo en frío, y cómputo de la dinámica de fluidos de unidades grandes tales como columnas de FCC (Fluid Catalytic Cracking), lechos ebullentes y columnas de burbujeo. En los reactores de lecho ebullente mejorar los procedimientos de escalamiento y utilizar el cómputo de la dinámica de fluidos juegan un papel importante, por lo que es claro que aún hace falta mucho trabajo por hacer con relación al estudio fundamental de este tipo de reactores.

De la literatura se desprende que se ha realizado una gran cantidad de trabajo para estudiar a los sistemas de lecho fluidizado trifásico a presión atmosférica y temperatura ambiente, utilizando sistemas constituidos por líquidos acuosos y partículas esféricas (generalmente de vidrio)<sup>[1,2]</sup>. Sin embargo, los reactores de hidrodésintegración de fracciones pesadas del petróleo operan a temperaturas que suelen estar en el intervalo de 420 a 450°C y a presiones en el intervalo de 100 a 200 bars, dependiendo de las características de la alimentación. Comparativamente con los reactores de lecho fijo, para los de lecho ebullente la información de la hidrodinámica resulta ser muy escasa y especialmente a condiciones severas debido a la dificultad para obtenerla. Existen solo unos cuantos trabajos en la literatura abierta que han explorado el efecto de la presión sobre el comportamiento hidrodinámico de estos reactores<sup>[3,4,5,6,7]</sup>.

También se han realizado muchos trabajos con relación a la identificación del régimen de flujo y las condiciones de transición en lechos fluidizados de tres fases, sin embargo, al parecer se han utilizado diferentes criterios (muchas veces subjetivos), para distinguir entre los regímenes de flujo. Además, casi todos estos trabajos se han realizado para sistemas donde se utiliza agua como fase líquida y aire como fase gas<sup>[8]</sup>.

Existen modelos matemáticos para el estudio de la hidrodinámica de sistemas de lecho fluidizado, de los cuales el modelo generalizado de la estela y el modelo del pseudo-fluido son los que han dado resultados satisfactorios.

Es importante mencionar que el estudio de la hidrodinámica en los reactores de lecho ebullente es algo complejo, debido a que existen muchos aspectos que influyen simultáneamente. Tal es el caso de las características del reactor (diseño del plato distribuidor del gas y líquido, longitud y diámetro del reactor, etc.), las propiedades del líquido (densidad, viscosidad y tensión superficial), las características del catalizador (forma, distribución del tamaño de partícula, densidad, diámetro promedio, etc.), flujo del gas, flujo del líquido e inventario del catalizador. Además, el efecto de las resistencias de transferencia de masa (relacionadas con problemas de difusión externa e intrapartícula), la dispersión axial del líquido, el régimen de flujo, el tamaño de las burbujas, la actividad y estabilidad del catalizador, la cinética de la reacción, etc.

El desarrollo de estudios hidrodinámicos en reactores de lecho ebullente utilizados en la hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo permitirá establecer las bases para una comprensión mejor del efecto de las variables de operación, de las características de las partículas, de las propiedades del líquido y del comportamiento hidrodinámico. Con esto, resulta importante enfocar esfuerzos al estudio y comprensión fundamental de los reactores de lecho ebullente de tres fases, a través de la determinación experimental y análisis de parámetros hidrodinámicos a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, así como a condiciones de temperatura y presión elevadas.

Con base en lo anterior, a diferencia de la mayoría de los trabajos realizados previamente en los que generalmente se han utilizado soluciones acuosas y partículas esféricas de vidrio, este trabajo contribuye al desarrollo experimental y obtención de parámetros hidrodinámicos a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, pero utilizando hidrocarburos, catalizadores comerciales (fresco y de equilibrio), y también partículas esféricas de vidrio. Dichos resultados se contrastaron con las predicciones a partir de correlaciones empíricas de la literatura, para la velocidad mínima de fluidización y la expansión del lecho, lográndose para éste último parámetro la incorporación del factor de esfericidad a la correlación empírica de Begovich y Watson<sup>[9,10]</sup>, y como consecuencia reducir los errores de predicción de la misma.

Otra contribución importante de este trabajo es el estudio de las características hidrodinámicas del sistema de lecho ebullente a condiciones de presión y temperatura elevadas, donde se determinaron los efectos de dichas variables sobre la porosidad del lecho y la velocidad mínima de fluidización. Asimismo, para esas condiciones de operación se propuso una correlación empírica como un criterio para determinar la transición entre el régimen de flujo de burbujas dispersas y el de burbujas en coalescencia.

---

---

## Capítulo I. Antecedentes

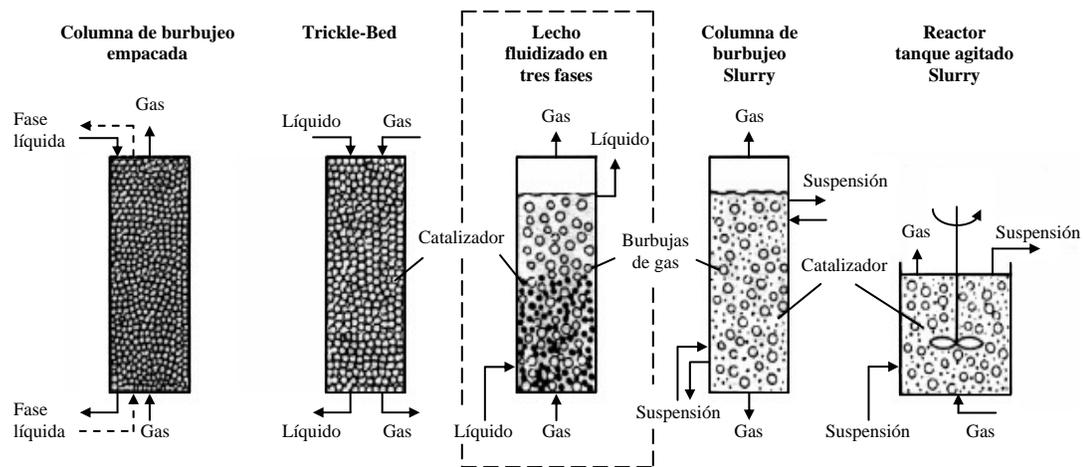
### I.1 Aspectos generales de los sistemas de tres fases

En este capítulo se describen los aspectos generales sobre los sistemas de tres fases, con énfasis en los sistemas de lecho fluidizado de tres fases, conocidos en el ámbito como sistemas de *lecho ebullente*. Se presentan algunas clasificaciones de dichos sistemas, un panorama con los avances que se han tenido y algunas de sus aplicaciones a los procesos químicos, petroquímicos, electroquímicos, biológicos, etc. Asimismo, se presentan sus ventajas y desventajas frente a sistemas de lecho fijo, y su aplicación industrial en la hidrodeseintegración catalítica de fracciones pesadas del petróleo a través de los procesos comerciales H-Oil y LC-Fining.

#### I.1.1 Clasificación de los reactores de tres fases

Los sistemas de tres fases gas-líquido-sólido empleados en procesos químicos, petroquímicos, electroquímicos y bioquímicos pueden referirse a una variedad de esquemas operacionales. Las alternativas de elección para estos sistemas incluyen la operación de fases en forma continua, con diferente dirección de los flujos, con flujo continuo o por lotes. Por ejemplo, ambos líquido y sólido pueden operar con flujo continuo o por lotes, mientras que el gas solo puede operar en flujo continuo; los flujos del gas y líquido pueden ser ambos en el mismo sentido (cocorriente) ascendente o descendente, en sentido contrario (contracorriente) o con corrientes cruzadas; el flujo de la fase sólida puede ser ascendente o descendente dependiendo o no del flujo del gas o del líquido; el flujo del líquido puede ser continuo, en una capa o en gotas; y los sólidos son una fase discreta en estado suspendido o empacado<sup>[11]</sup>.

En la *Figura 1.1* se presenta una clasificación de los reactores de tres fases, donde se involucran dos categorías generales: una donde los sólidos permanecen fijos y otra donde los sólidos se encuentran suspendidos. La suspensión de los sólidos puede alcanzarse por agitación (reactor slurry agitado), por movimiento del líquido inducido por el gas (columna de burbujeo slurry) y por flujo del líquido (lecho fluidizado en tres fases)<sup>[12,13]</sup>.



*Figura 1.1.* Tipos de reactores de tres fases<sup>[12,13]</sup>

También, los sistemas de lecho ebullente gas-líquido-sólido pueden clasificarse a través de las diferencias en su comportamiento hidrodinámico, mismo que puede caracterizarse por el tipo de operación, dirección relativa de los flujos y la continuidad de las fases, y está inherentemente relacionado con el estado de movimiento de la fase sólida. De estos, los reactores de tres fases con flujo en el mismo sentido y con líquido como fase continua se dividen en tres regímenes:

- 1) *Régimen de lecho fijo.* En este, las fuerzas de arrastre ejercidas por la combinación de los flujos de gas y líquido no son suficientes para fluidizar las partículas;
- 2) *Régimen de lecho expandido.* En este régimen las partículas fluidizan pero no se excede la velocidad terminal de las partículas en el medio gas-líquido; y
- 3) *Régimen de transporte.* Cuando se excede la velocidad terminal y los sólidos se transportan fuera del reactor con el líquido.

Si el tamaño de partícula se aumenta a una velocidad de flujo de gas y líquido dado, el régimen de flujo del lecho cambiará del régimen de transporte al de lecho expandido y finalmente al de lecho fijo.

Con base en esta clasificación, la operación del lecho fluidizado de tres fases se lleva a cabo en régimen de lecho expandido mientras que la operación de columna de burbuja tipo *slurry* (lodos) se lleva a cabo en régimen de lecho expandido o régimen de transporte<sup>[14]</sup>.

En la *Figura 1.2*, se presenta una clasificación de los reactores de lecho fluidizado de tres fases propuesta por Fan<sup>[11]</sup>, esta clasificación se basa en los diferentes modos de operación y es una versión simplificada que corresponde a reactores cilíndricos sin internos.

Los reactores de tres fases encontrados con más frecuencia son los de flujo de gas y líquido en sentido ascendente (cocorriente), que corresponden a los modos E-I y T-I (*Figura 1.2*). Cuando algunos autores utilizan el término “fluidización de tres fases” se refieren generalmente al modo E-I-1, mientras otros autores utilizan el término “fluidización” para referirse esencialmente a los sistemas de dos fases sólido-gas.

En el modo de operación T-I, la velocidad de sedimentación de las partículas es mucho menor comparada con la velocidad local del líquido, y la concentración del sólido en el reactor es uniforme: en este régimen la suspensión sólido-líquido puede tratarse como un fluido pseudo-homogéneo. Dentro de estos modos se encuentran reactores donde la velocidad de sedimentación es del mismo orden de magnitud que las velocidades locales; lográndose un perfil de concentración de sólidos desde el fondo hasta el domo de la columna. Este régimen corresponde al modo E-I-2 de la *Figura 1.2* y se le conoce como “columna de burbujeo de tres fases”<sup>[15]</sup>.

Al modo E-II-1 con frecuencia se le llama fluidización inversa de tres fases<sup>[11,16]</sup>. En este caso, la densidad del sólido es menor que la del líquido; el lecho se expande de manera descendente

y la fluidización es causada por el flujo del líquido. El valor absoluto de la velocidad del líquido es menor que la velocidad de sedimentación de las partículas en el líquido.

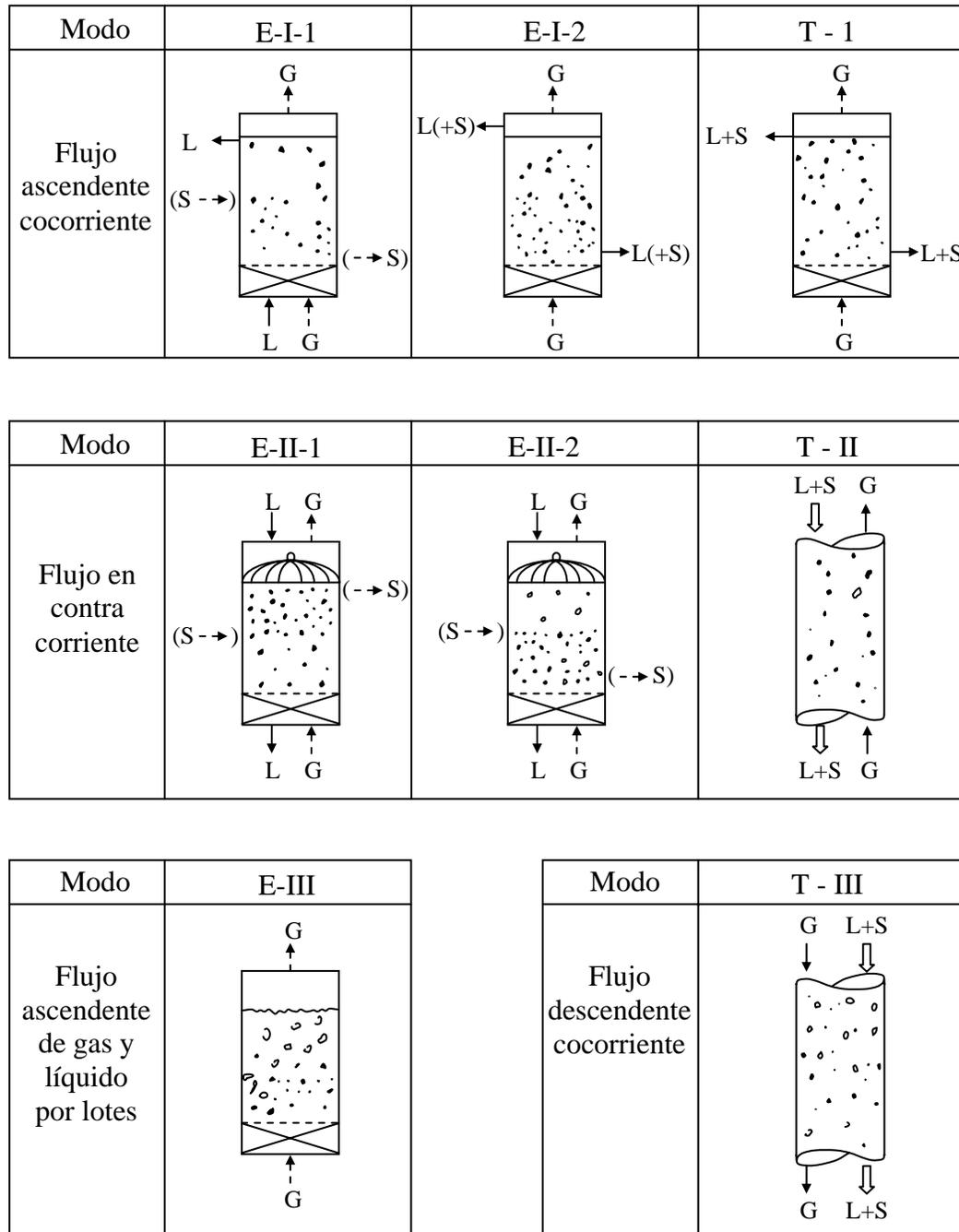


Figura 1.2. Clasificación simplificada de los reactores de tres fases<sup>[11]</sup>

El modo E-II-2 tiene relación con las partículas cuya densidad generalmente es más grande que la del líquido; la fluidización se causa por las burbujas de gas. Este modo de operación se encuentra durante el contacto de lechos turbulentos, pero en este caso la fase continua generalmente es el gas. El modo E-III (un lote de líquido, donde la suspensión del sólido se debe exclusivamente al flujo del gas) puede considerarse como un caso límite entre los tres regímenes E-I-1, E-I-2 y T-I. En los modos T-II y T-III, la velocidad de sedimentación del sólido es menor comparada con la velocidad del líquido y la suspensión líquido-sólido puede considerarse como pseudo-homogénea (*Figura 1.2*).

Por otro lado, los reactores de lecho fijo de tres fases pueden clasificarse de manera semejante a como se clasificaron los sistemas de lecho fluidizado. Los sistemas de lecho fijo pueden operar con flujos de gas y líquido como fases continuas, en modo cocorriente con flujo ascendente o descendente, o contracorriente y con flujo descendente del líquido y flujo ascendente del gas.

En los sistemas de lecho fijo en modo cocorriente en sentido descendente, se distinguen cuatro tipos de flujo dependiendo de la relación de flujo gas/líquido: 1) flujo llovizna o rocío, 2) flujo escurrido (*trickle*), 3) flujo pistón o pulso (*slug*), y 4) flujo de burbujas dispersas. En ambos flujos, llovizna y escurrido el gas es la fase continua y el líquido la fase discreta. En el flujo pistón, el líquido es la parte rica del flujo pistón seguida por la parte rica del gas, siendo la parte líquida mayor en contenido y longitud a medida que la velocidad del líquido se incrementa. Al aumentar la velocidad del líquido a una velocidad moderada del gas, el flujo pistón desaparece y aparece el flujo de burbujas dispersas. Para sistemas de lecho fijo con modo cocorriente en sentido ascendente también pueden distinguirse cambios de flujo similares.

Los sistemas de lecho fijo son de considerable interés industrial, sus operaciones más comunes son flujo descendente a cocorriente y flujo escurrido en contracorriente. Las operaciones con flujo descendente a cocorriente generalmente se utilizan en reactores para procesos de hidrodesulfuración catalítica, hidrodesintegración catalítica de residuos del petróleo e hidrogenación catalítica. Por otro lado, los lechos fijos con flujo escurrido en contracorriente

se utilizan como dispositivos de transferencia de masa con o sin reacción química en aireación de aguas residuales y en la absorción de dióxido de carbono.

Existen diferencias inherentes en las propiedades de transporte entre los sistemas de lecho fijo y lecho fluidizado. Las principales diferencias radican en que los sistemas de lecho fluidizado tienen mejor mezclado y transferencia de calor en las tres fases que en los sistemas de lecho fijo. Con relación a su aplicación en procesos, las comparaciones entre ambos sistemas son complejas y difíciles, ya que requieren de la comparación no solo de las propiedades de transporte sino también de las cinéticas de reacción. Sin embargo, comúnmente se reconocen ventajas generales de los reactores de lecho fijo sobre los reactores de lecho fluidizado, y viceversa, en su aplicación como reactores catalíticos, particularmente en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo.

### **I.1.2 Ventajas y desventajas**

En la *Tabla 1.1* se presentan las principales ventajas y desventajas de los reactores de lecho ebullente en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo<sup>[17-25]</sup>.

Por otro lado, en la *Tabla 1.2* se presentan las principales ventajas y desventajas de los reactores de lecho fijo, y en particular de los reactores de lecho escurrido (trickle-bed), que son los más utilizados en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo<sup>[26,27]</sup>.

*Tabla 1.1.* Ventajas y desventajas de los reactores de lecho ebullente en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo

Ventajas	Desventajas
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Flexibilidad en su operación (en modos de alta y baja conversión).</li> <li>2. Capacidad para retirar y adicionar el catalizador periódicamente, sin necesidad de interrumpir la operación.</li> <li>3. Su diseño asegura suficiente espacio libre entre partículas (30-50 % expansión), evitando formación de taponés y caídas de presión altas.</li> <li>4. Incrementa la velocidad de reacción por el uso de diámetros más pequeños de partículas de catalizador debido a la disminución significativa de limitaciones por difusión, que son factores de efectividad mayores.</li> <li>5. Buena transferencia de calor, de tal manera que el sobrecalentamiento del lecho catalítico se minimiza y se reduce la formación de coque.</li> <li>6. La actividad promedio del inventario de catalizador alcanza un estado estacionario, el cual da como resultado propiedades constantes del producto durante el ciclo de operación.</li> <li>7. Temperatura casi isotérmica (temperatura uniforme) puesto que los reactores de lecho ebullente se comportan como reactores de mezclado completo, los cuales disipan fácilmente el calor de reacción exotérmico y habilitan temperaturas de reacción más altas y así niveles de conversión más altos.</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Ausencia del régimen de flujo pistón, el cual cinéticamente es más favorable que el régimen de mezclado completo. Esto puede mejorarse con escenarios de varios reactores de lecho ebullente en serie.</li> <li>2. Atrición y erosión del catalizador, lo cual significa que el catalizador debe ser mecánicamente estable y resistente a la atrición.</li> <li>3. El tamaño de partícula de catalizador es más pequeño y la fracción volumétrica que ocupa el catalizador es menor (mayor fracción vacía), por lo que se requiere un volumen de reactor mayor que el de los reactores de lecho fijo.</li> <li>4. La velocidad de consumo de catalizador es muy alta.</li> <li>5. Se pueden desarrollar zonas de estancamiento (volumen “muerto”) y se requiere monitoreo continuo para prevenir que dichas zonas crezcan, lo cual puede conducir a condiciones inestables y salirse de control.</li> <li>6. Formación de sedimentos.</li> <li>7. El diseño y escalamiento de los reactores de lecho ebullente es más difícil que el de otros reactores dado que se requiere de mucho más información, por ejemplo, datos de composición de la carga, propiedades del catalizador, aspectos de cinética química y catálisis, fenómeno hidrodinámico, transferencia de calor a nivel partícula y lecho del catalizador, etc.</li> </ol>

*Tabla 1.2.* Ventajas y desventajas de los reactores de lecho fijo (trickle-bed) en el hidroprocesamiento de fracciones pesadas del petróleo

<b>Ventajas</b>	<b>Desventajas</b>
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. El flujo del líquido se comporta como flujo tipo pistón, con muy poco retromezclado.</li> <li>2. Pocas pérdidas de catalizador, no hay atrición del catalizador.</li> <li>3. No tiene partes móviles.</li> <li>4. Flexibilidad de operación a altas presiones y temperaturas.</li> <li>5. Tamaños de reactor más grandes.</li> <li>6. Alta capacidad de cargado de catalizador por unidad de volumen de líquido y baja velocidad de disipación de energía.</li> <li>7. Bajos costos de inversión y operación.</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Menor efectividad catalítica debido al uso de partículas de catalizador grandes.</li> <li>2. Largas distancias de difusión.</li> <li>3. Altas caídas de presión, promovidas por la acumulación de cualquier tipo de partículas pequeñas, ya sean de catalizador, de carbón, etc.</li> <li>4. Inapropiada humectación o mojado del catalizador a bajos flujos de líquido.</li> <li>5. Posibilidad de mala distribución del líquido, lo cual puede inducir aumento en los puntos calientes y descontrol del reactor.</li> <li>6. Ciclos cortos de vida del catalizador, debido a la impracticabilidad del reactor para reacciones con rápida desactivación catalítica por depósito de metales y coque. Esto puede resolverse utilizando un reactor guarda de lecho fijo para minimizar la deposición de metales y coque en los reactores de flujo descendente.</li> </ol>

El problema de los ciclos cortos de vida del catalizador, lo cual representa la principal causa de declinación del uso de los reactores de lecho fijo cuando las cargas tienen alto contenido de metales, puede resolverse por la asociación adecuada de catalizadores para hidrodesmetalización (HDM) e hidrodesulfuración (HDS), así como de una adecuada selección de las condiciones de reacción, las cuales contribuyen a incrementar fuertemente el desempeño de nuevos procesos para la refinación de los residuos<sup>[28]</sup>.

### I.1.3 Aplicaciones industriales de reactores de lecho ebullente

Las reacciones que se llevan a cabo en reactores de lecho fluidizado de tres fases pueden caer en las siguientes categorías<sup>[29]</sup>:

1. Las tres fases estén involucradas en la reacción, donde la fase sólida puede ser el reactivo, el producto o el catalizador.
2. Una de las tres fases es inerte:
  - a. *Sólidos*. Pueden servir para incrementar el área disponible para la transferencia gas-líquido o el coeficiente de transferencia de masa de la parte líquida y para reducir el retromezclado en las fases fluidas.
  - b. *Gas*. Puede utilizarse para el mezclado, la suspensión de sólidos y mejorar la transferencia de calor.
  - c. *Líquido*. Ayuda a evitar la formación de puntos calientes en el reactor. En reacciones reversibles, se pueden beneficiar de las diferentes solubilidades de los reactivos y productos en el líquido.

Mas adelante se presenta una lista de algunos ejemplos de reacciones que caen dentro de las categorías antes mencionadas, mismas que corresponden a aplicaciones de los sistemas gas-líquido-sólido, que varían desde plantas piloto hasta escala comercial, incluidos los modos básicos de operación expuestos anteriormente (*Figura 1.2*).

La aplicación de los sistemas de tres fases se remonta al periodo entre 1912 – 1926, con la licuefacción directa de carbón o hidrogenación de carbón<sup>[30,31]</sup>. Los estudios realizados por Bergius condujeron al desarrollo del proceso Bergius-Pier en 1927, para producir combustibles de motor a partir de la licuefacción directa del carbón<sup>[32]</sup>.

En los años 1950's, en Estados Unidos de Norte América (USA) se desarrollaron investigaciones que hacia 1968 llevaron a la comercialización de los reactores de lecho fluidizado de tres fases para el hidrot ratamiento (HDT) de residuos del petróleo, cuyo proceso se conoce actualmente como Proceso H-Oil. Posteriormente, también en USA y con base en

una tecnología similar se desarrolló el Proceso LC-Fining para la HDC de residuos del petróleo.

Cabe mencionar que actualmente en Kuwait y en México existen reactores basados en dichas tecnologías. Estos reactores se conocen comúnmente como reactores de lecho ebullente, debido a que las partículas están en “ebullición” inducida por las fases gas y líquido. El término técnico “ebullente” se definió por primera vez por P.W. Garbo en la patente de Johanson en 1961<sup>[33]</sup>, para describir un proceso de contacto gas-líquido, en contraste con el término industrial comúnmente utilizado de “fluidización”, mismo que se induce únicamente por la fase gas.

Debido a la crisis energética de 1973, se renovó el interés por los combustibles sintéticos a partir de la licuefacción del carbón por lo que se desarrollaron unidades de demostración de los procesos Exxon Donor Solvent (EDS), Solvent Refined Coal (SRC) y el proceso H-Coal. Los procesos EDS y SRC utilizan reactores de columnas de burbujeo en fase densa (modo E-I-2), mientras que el H-Coal utiliza el mismo esquema tecnológico que el proceso H-Oil (modo E-I-1). Todos estos procesos, sin embargo, se descontinuaron a principios de los 1980's, debido a los precios bajos del petróleo<sup>[11]</sup>.

La crisis energética también condujo al desarrollo innovativo en sistemas de limpieza de gases de chimenea para los procesos de combustión de carbón, por lo que a finales de los 1950's los sistemas Turbulent Bed Contactor (TBC) (modo E-II-2) se introdujeron con dicho propósito. A mediados de los 1970's los tratadores de gases TBC operaron comercialmente para eliminar el dióxido de azufre y partículas a partir del gas de chimenea producido en la combustión del carbón. Sin embargo esta aplicación terminó a mediados de los 1980's parcialmente debido a problemas de mala distribución y a inconsistente durabilidad asociado a la baja densidad de las partículas utilizadas y a excesivas caídas de presión sobre una torre tipo llovizna (modo T-II).

Adicionalmente, los sistemas de lechos fluidizados de tres fases han sido utilizados en la biotecnología, cubriendo el tratamiento biológico de aguas residuales y la fermentación. A principios de los 1930's se utilizaron células vivas para tratamiento de aguas residuales y a

finales de los 1970's y principios de los 1980's se comercializaron los bioreactores fluidizados de tres fases, a través del proceso Biolex (modo T-1). Por otro lado, a principios de los 1960's inició el éxito de los procesos de fermentación utilizando bioreactores de lecho fluidizado y a principios de los 1980's se llevaron a escala demostración (modo E-I-2)<sup>[34]</sup>.

En 1989 Fan presentó más de 80 ejemplos de aplicación de los sistemas fluidizados de tres fases con orientación a los procesos químicos, petroquímicos, electroquímicos, biológicos y de aplicación física, ya sea para separación, limpieza, etc.<sup>[11]</sup>

Algunas aplicaciones de los sistemas de lecho fluidizado de tres fases se enlistan a continuación:

- Proceso H-Coal para licuefacción del carbón<sup>[35-37]</sup>
- Hidrogenación del  $\alpha$ -metil estireno<sup>[38]</sup>
- Humidificación de aire<sup>[39]</sup>
- Proceso Winkler para la gasificación de carbón<sup>[40]</sup>
- Proceso Bergius-Pier para la obtención de combustibles para motor<sup>[32]</sup>
- Hidrotratamiento y conversión de crudos pesados y crudo sintético (H-Oil)<sup>[41-44]</sup>
- Hidrogenación de hepteno<sup>[45,46]</sup>
- Producción de metanol<sup>[47]</sup>
- Cristalización<sup>[48]</sup>
- Oxidación catalítica<sup>[49]</sup>
- Lavado de Uranio mineral<sup>[50]</sup>
- Limpieza de filtro de arena<sup>[51]</sup>
- Electrodos<sup>[52,53]</sup>
- Metanación<sup>[54]</sup>
- Producción de hidrosulfito de Zinc<sup>[55]</sup>
- Secado de solución de ortofosfato<sup>[56]</sup>
- Producción de bisulfito de Calcio<sup>[57,58]</sup>
- Precipitación de carbonato de Calcio<sup>[59]</sup>
- Proceso de adelgazamiento electrolítico<sup>[60]</sup>
- Producción de metano a partir de bagazo de caña de azúcar<sup>[61]</sup>
- Conversión de glucosa a metanol<sup>[62]</sup>
- Producción de penicilina<sup>[63]</sup>
- Degradación aeróbica de desechos fenólicos<sup>[62,64-67]</sup>
- Tratamiento de aguas residuales<sup>[66,68-75]</sup>
- Producción de goma Xanthan<sup>[76]</sup>
- Producción de alcaloide con celdas inmovilizadas<sup>[77]</sup>

### **I.1.3.1 Procesos industriales de lecho ebullente aplicados a la hidrodesintegración de residuos del petróleo**

En los procesos de lecho ebullente, la carga de hidrocarburo e hidrógeno se alimentan en sentido ascendente a través del lecho catalítico, expandiendo y retromezclando el lecho, minimizando el taponamiento del lecho de tal manera que se tienen bajas caídas de presión. Como se ha mencionado anteriormente, la tecnología de lecho ebullente utiliza un sistema de tres fases (gas, líquido y sólido). En estos procesos el catalizador y el hidrocarburo se separan en la parte superior del reactor y el catalizador se recircula hacia el fondo del reactor para mezclarse con la nueva carga. Por otro lado, se adiciona catalizador fresco por la parte superior del reactor y el catalizador gastado se descarga por el fondo del mismo.

Existen dos procesos de lecho ebullente que son los más importantes, estos son similares conceptualmente pero diferentes en detalles mecánicos que se verán a continuación.

#### **I.1.3.1.1 Proceso H-Oil**

En la *Figura 1.3* se presenta el esquema simplificado del reactor H-Oil<sup>[78,79]</sup>. Este proceso fue originalmente desarrollado por HRI, ahora parte de Axens<sup>1[80]</sup>; posteriormente en los 1960's inició su comercialización. El proceso H-Oil puede operar sobre un amplio intervalo de niveles de conversión y está particularmente adaptado a residuos de vacío con alto contenido de metales y carbón Conradson<sup>[81,82,83]</sup>. Otra ventaja del proceso H-Oil es que mantiene constante las propiedades de los productos durante el ciclo de operación. Como el reactor H-Oil tiene la característica única de operación tipo tanque agitado con el catalizador fluidizado, tiene la habilidad de manejar reacciones exotérmicas, cargas que contienen sólidos y una operación flexible con cambios en la carga y en los objetivos de operación tales como la utilización de procesos de una y dos etapas.

---

<sup>1</sup> Axens se formó en Julio del 2001, con la fusión de la división de licenciamentos de la tecnología de IFP con Procatalyse Catalysts & Adsorbents (Fuente: <http://www.axens.net/>)

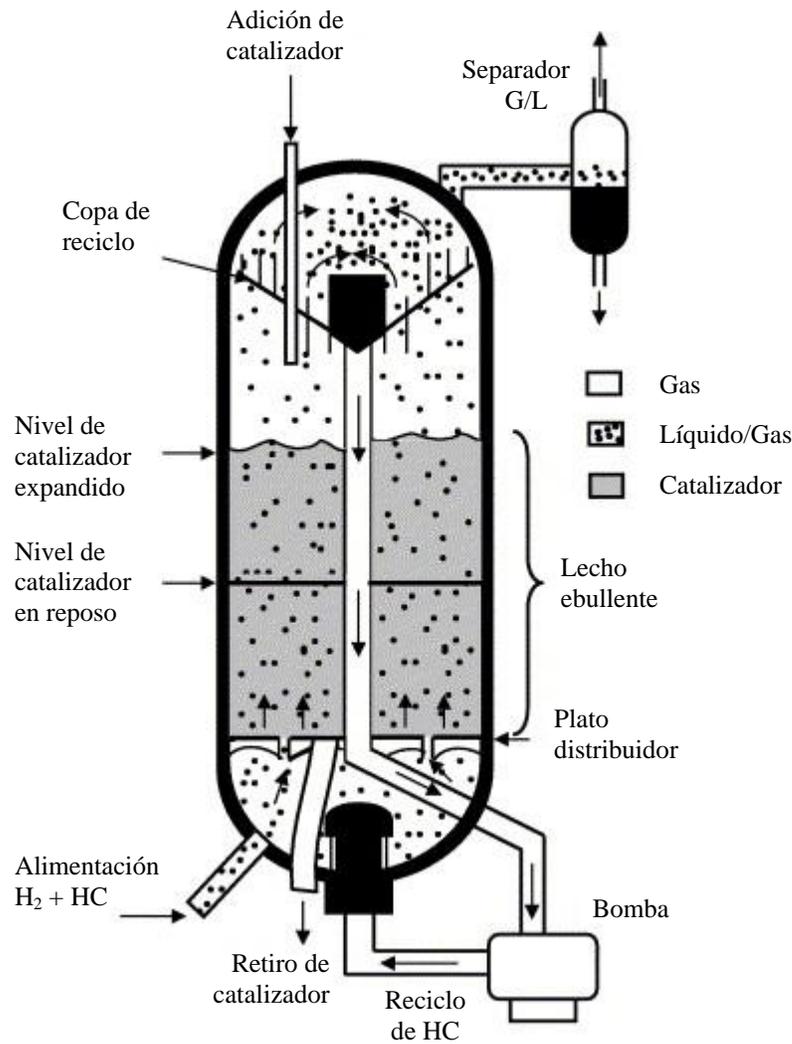


Figura 1.3. Esquema simplificado del reactor H-Oil<sup>[78,79]</sup>

El proceso T-Star es una extensión del proceso H-Oil y es otro proceso de lecho ebullente. Las unidades T-Star pueden mantener conversiones globales en el intervalo de 20-60 % y específicamente en 93-99 % de HDS. La unidad puede operar tanto como pretratador a la unidad FCC o hidrodesintegrador de gasóleos de vacío (VGO). El catalizador de H-Oil puede utilizarse en el proceso T-Star. El reactor T-Star también puede colocarse en línea con un reactor H-Oil para mejorar la calidad de productos tales como destilados vírgenes, gasóleo cíclico ligero y pesado de la unidad FCC, y gasóleos de coquización. En modo de Hidrodesintegración Catalítica (HDC) moderada, el proceso T-Star puede alcanzar

conversiones de hasta 60 %. Una ventaja de la operación de la unidad T-Star en modo de HDC moderada, es que el catalizador T-Star no es sensible a los niveles de azufre y nitrógeno en la carga y provee constante conversión, rendimiento de productos y calidad de productos<sup>[84]</sup>. Esta consistencia en la salida se debe a que el catalizador del reactor está siendo reemplazado mientras la unidad permanece en operación constante. Husky Oil Canada y el Instituto Francés del Petróleo (IFP) realizaron en riesgo compartido el arranque de una unidad comercial a escala demostración del proceso T-Star en conjunto con el proceso H-Oil<sup>[85]</sup>.

Actualmente la compañía Axens ha mejorado el proceso H-Oil, dando lugar a tres procesos de generación avanzada<sup>[80]</sup>:

#### ***Proceso H-Oil-HCC***

Este proceso de conversión de crudo pesado produce crudo sintético. El objetivo de esta unidad es permitir la conversión suficiente para reducir la viscosidad e incrementar la estabilidad de tal forma que el producto esté listo para ser transportado a un centro de mejoramiento.

#### ***Proceso H-Oil-DC***

Esta unidad permite procesar cargas difíciles como gasóleos de vacío y mezclas de gasóleos de vacío con la finalidad de obtener conversiones moderadas. Este proceso fue previamente conocido como T-Star, y esta unidad es una versión más ligera del proceso para conversión de residuos.

#### ***Proceso H-Oil-RC***

El proceso H-Oil clásico ha sido significativamente mejorado para incrementar los niveles de conversión, incrementar la estabilidad del producto y reducir costos. Entre las mejoras realizadas a la tecnología tradicional está la integración del separador Inter-etapas IS2 (“inter-stage separator”) entre reactores en serie y la aplicación de la utilización de catalizador en cascada (C2U).

### I.1.3.1.2 Proceso LC-Fining

El proceso LC-Fining de lecho ebullente es un proceso de hidrogenación, mismo que puede operar para HDS, HDM e HDC de residuos atmosféricos y de vacío. El proceso LC-Fining es un proceso bien adaptado para residuos extra pesados, bitumen y residuos de vacío como carga a HDT y ha demostrado largos ciclos de operación<sup>[86]</sup>. Las ventajas generales del proceso LC-Fining son: bajos costos de inversión, recuperación de más destilados ligeros y bajos costos de operación. Este proceso da un intervalo amplio de destilados de alta calidad; el residuo pesado puede utilizarse como combustible, crudo sintético o carga al proceso FCC, coquizadora, reductora de viscosidad o solvente para desasfaltado. El proceso LC-Fining puede alcanzar conversiones de HDS de 60-90 %, HDM de 50-98 %, y reducción del carbón Conradson de 35-80 %.

Los parámetros de este proceso son marginalmente diferentes comparados con los del proceso H-Oil como se muestra en la *Figura 1.4*<sup>[78,86]</sup>. La carga líquida fresca se mezcla con hidrógeno y ambos reaccionan dentro de un lecho catalítico expandido que se mantiene en turbulencia por el flujo ascendente del líquido para lograr una operación isotérmica eficiente. La calidad del producto se mantiene constantemente en alto nivel por esporádica adición y retiro de catalizador. Los productos del reactor fluyen hacia los separadores de alta presión y baja presión, y después al fraccionamiento de los productos. El hidrógeno reciclado se separa y purifica. Como rasgos distintivos del proceso destacan la adición y retiro de catalizador durante la operación, en relación con la eliminación de la necesidad de paro para el reemplazo del catalizador. Los reactores de lecho expandido operan a condiciones casi isotérmicas sin la necesidad de enfriamientos o apagados (“quenches”) dentro del reactor. La sección de reacción utiliza un sistema de recuperación de hidrógeno a baja presión comercialmente probado. La separación del efluente del reactor y la purificación del hidrógeno reciclado a baja presión resulta en menor capital de inversión y permite diseñar a velocidades de gas más bajas.

Finalmente, los procesos de lecho ebullente pueden utilizar cargas de residuos extra pesados con alto contenido de azufre, nitrógeno y metales (comparados con otras fracciones del

petróleo), y dichas cargas no requieren pretratamiento. Estos procesos tiene altos rendimientos de líquidos, sin embargo, la conversión no es del 100 %. Para cualquier tipo de cargas se obtienen altos niveles de HDS y una reducción significativa de nitrógeno, pero en menor grado que para el azufre<sup>[78]</sup>.

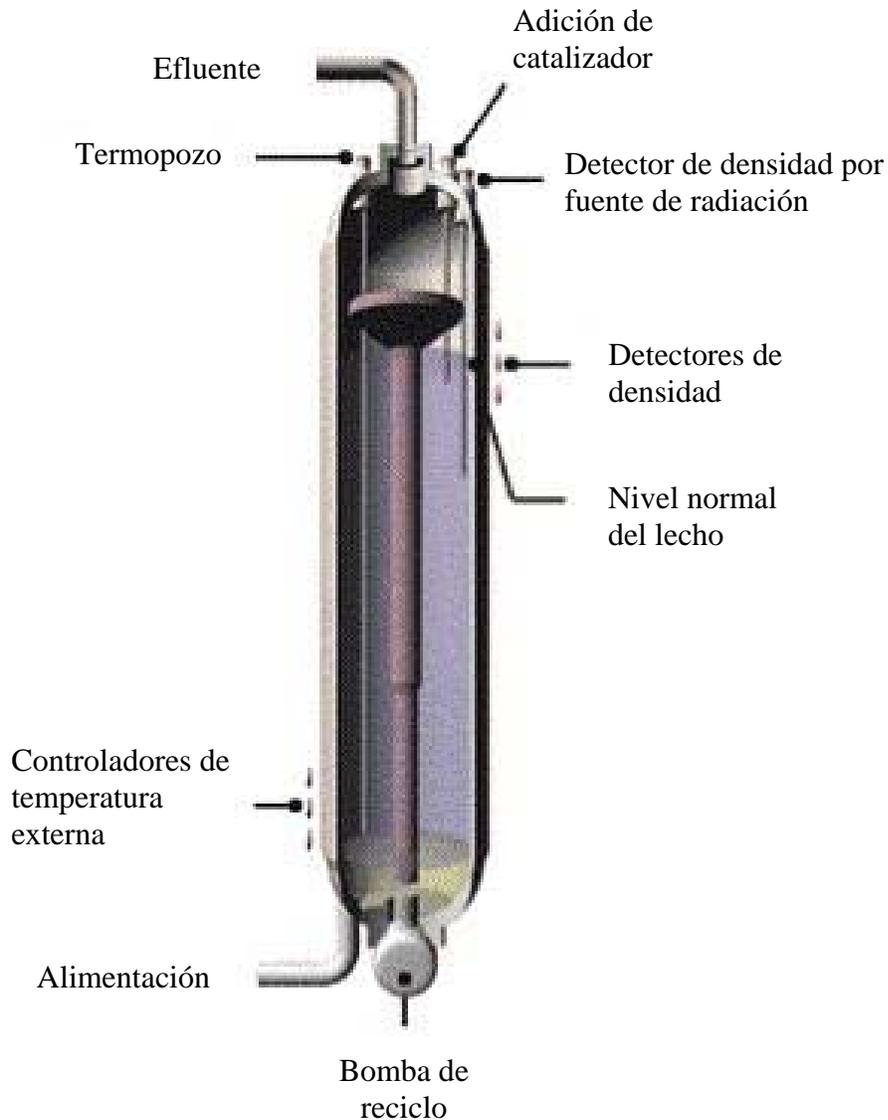


Figura 1.4. Esquema simplificado del reactor LC-Fining<sup>[78,86]</sup>

En la siguiente sección se presentan los fundamentos de la hidrodinámica de los sistemas de lecho fluidizado de tres fases y los parámetros hidrodinámicos involucrados.

## **I.2 Fundamentos de la hidrodinámica de los sistemas de lecho ebullente**

A continuación se describen los parámetros hidrodinámicos involucrados en los sistemas de lecho ebullente de tres fases tales como la caída de presión, la velocidad mínima de fluidización, la expansión del lecho, las fracciones volumétricas que ocupan las fases (gas, líquido y sólido), y las propiedades de las partículas. También se describen los esfuerzos de otros investigadores con relación al estudio de los regímenes de flujo involucrados y sus transiciones en los sistemas de lecho ebullente de tres fases, así como la influencia de la presión y la temperatura sobre la hidrodinámica del lecho.

### **I.2.1 Parámetros hidrodinámicos de los sistemas de lecho ebullente**

El modelamiento, diseño y control de los reactores de lecho ebullente de tres fases (donde la estimación de los parámetros hidrodinámicos juega un papel importante), frecuentemente está limitado por falta de técnicas confiables de medición. Tales técnicas son necesarias para obtener datos a escala laboratorio para validar modelos o para desarrollar correlaciones, para estudiar el comportamiento hidrodinámico de los reactores industriales, etc.<sup>[13]</sup>

Existen parámetros hidrodinámicos que deben determinarse para conocer el comportamiento hidrodinámico de un sistema de lecho ebullente de tres fases, tales como: la caída de presión en el lecho, la velocidad mínima de fluidización, el régimen de flujo, las fracciones que ocupan las fases en el lecho, la porosidad y la expansión del lecho.

El comportamiento hidrodinámico de un lecho fluidizado de tres fases refleja las interacciones complejas e individuales de las fases. La mayor interacción ocurre entre las burbujas (y estelas de burbujas) que ascienden y las cercanías del medio líquido-sólido.

La hidrodinámica de los sistemas de lecho ebullente de tres fases depende de manera general de tres tipos de variables: las características del reactor, las propiedades de las fases involucradas y de las variables de operación, mismas que se describen a continuación<sup>[13]</sup>:

- *Características del reactor:* geometría, diseño del plato distribuidor del gas y líquido, su posición, longitud y diámetro del reactor.

- *Propiedades de las fases involucradas:*
  - *Sólidos:* densidad, diámetro promedio, distribución de tamaño de partícula, forma de las partículas y ángulo de contacto con el líquido.
  - *Líquido:* densidad, viscosidad, tensión superficial y comportamiento de coalescencia.
  - *Gas:* densidad y viscosidad.
- *Variables de operación: flujo del gas, flujo del líquido e inventario del sólido.*

La hidrodinámica también depende de las características del proceso, es decir, si se opera con las fases involucradas en modo cocorriente o contracorriente, y de los flujos del gas y el líquido<sup>[13]</sup>.

Con relación a las investigaciones que se han desarrollado en torno a los procesos de lecho ebullente, se ha divulgado muy poco con respecto a la hidrodinámica y las características de transporte de las partículas del lecho ebullente de tres fases (gas-líquido-sólido) en la aplicación a la hidrodesintegración de residuos y fracciones pesadas, así como su relación con la cinética del sistema en estudio.

Adicionalmente, la resistencia a la atrición del catalizador es un criterio de diseño importante para el desarrollo del mismo. Para tal efecto, durante algunas décadas se han desarrollado y utilizado diferentes métodos para determinar la atrición de catalizadores para diferentes tipos de reactores. Recientemente, la investigación se ha enfocado específicamente en la evaluación de catalizadores para reactores de lecho fluidizado y columna de burbujeo tipo slurry. La atrición puede ser severa especialmente en este tipo de reactores debido al constante movimiento y colisión de las partículas<sup>[87]</sup>.

La importancia de realizar estudios hidrodinámicos en lecho ebullente considerando la transferencia de masa gas-líquido y líquido-sólido, la dispersión axial del líquido, las fracciones que ocupan las fases, etc. permite inferir sobre las características del catalizador más adecuadas y las variables del proceso (velocidades del gas y líquido, etc.) que conllevan a un comportamiento hidrodinámico adecuado para el sistema en estudio.

### I.2.1.1 Caída de presión

La caída de presión en el lecho fluidizado está fuertemente relacionada con las retenciones de las fases, es decir, las fracciones volumétricas que ocupan cada una de las fases en el lecho. La fracción volumétrica de los sólidos en un lecho fluidizado puede expresarse en términos de la masa total de sólidos ( $W_s$ ), la densidad del sólido ( $\rho_s$ ), la sección transversal de la columna ( $A$ ) y la altura del lecho expandido ( $H$ ) según la ecuación (1):

$$\varepsilon_s = 1 - \varepsilon = \frac{W_s}{\rho_s AH} \quad (1)$$

donde  $\varepsilon_s$  es la fracción que ocupan los sólidos y  $\varepsilon$  es la porosidad del lecho, es decir, la fracción hueca o vacía del lecho.

Necesariamente, la suma de las fracciones volumétricas de las tres fases debe ser la unidad

$$\varepsilon_g + \varepsilon_l + \varepsilon_s = 1 \quad (2)$$

donde  $\varepsilon_g$  y  $\varepsilon_l$  son las fracciones que ocupa el gas y el líquido, respectivamente.

A condiciones de estado estacionario con velocidades bajas o moderadas de gas y líquido, el gradiente total de presión estática (presión vertical) puede obtenerse por la ecuación (3)<sup>[88]</sup>:

$$-\frac{dP}{dZ} = (\varepsilon_s \rho_s + \varepsilon_l \rho_l + \varepsilon_g \rho_g)g \quad (3)$$

donde  $g$  es la aceleración de la gravedad.

En esta ecuación, la resistencia por fricción sobre las paredes de la columna y los términos de aceleración para los flujos de gas y líquido son despreciables. Como la contribución de la fase gas generalmente es despreciable comparada con los otros términos, la ecuación (3) puede simplificarse quedando como

$$-\frac{dP}{dZ} = (\varepsilon_s \rho_s + \varepsilon_l \rho_l)g \quad (4)$$

La ecuación (4) permite evaluar las fracciones individuales de cada fase a partir del gradiente de presión. La fracción  $\varepsilon_s$  puede obtenerse directamente a partir de la ecuación (1) con la medición de la altura efectiva del lecho. La fracción  $\varepsilon_l$  puede calcularse a partir del gradiente de presión total basado en la ecuación (4) y  $\varepsilon_g$  puede obtenerse por diferencia basándose en la ecuación (2).

### I.2.1.2 Velocidad mínima de fluidización

La velocidad mínima de fluidización ( $U_{mf}$ ) es uno de los parámetros hidrodinámicos básicos, la cual representa la menor velocidad superficial del líquido ( $U_l$ ), a una velocidad superficial del gas dada ( $U_g$ ), necesaria para poner en movimiento las partículas del lecho inicialmente en reposo.

La  $U_{mf}$  se determina variando  $U_l$  de manera decreciente, manteniendo  $U_g$  constante, y registrando para cada condición de fluidización la distribución de presiones dinámicas a lo alto de la columna. Posteriormente se grafica la caída de presión dinámica ( $-\Delta P$ ) en el lecho en función de  $U_l$  para cada condición de fluidización (a una  $U_g$  determinada) como se ejemplifica en la *Figura 1.5*, para un sistema aire-agua-partículas esféricas de vidrio<sup>[89]</sup>. En la gráfica, para cada condición de  $U_g$  se observan dos líneas de diferente pendiente que corresponden al lecho fijo (cambios notables en la caída de presión) y al lecho fluidizado (pequeñas variaciones en la caída de presión), cuya intersección corresponde al valor experimental de la velocidad mínima de fluidización de cada experimento. En ausencia de gas, como puede observarse en la *Figura 1.5* también puede obtenerse la velocidad mínima de fluidización para el sistema de dos fases sólido-líquido,  $U_{mf}^0$ .

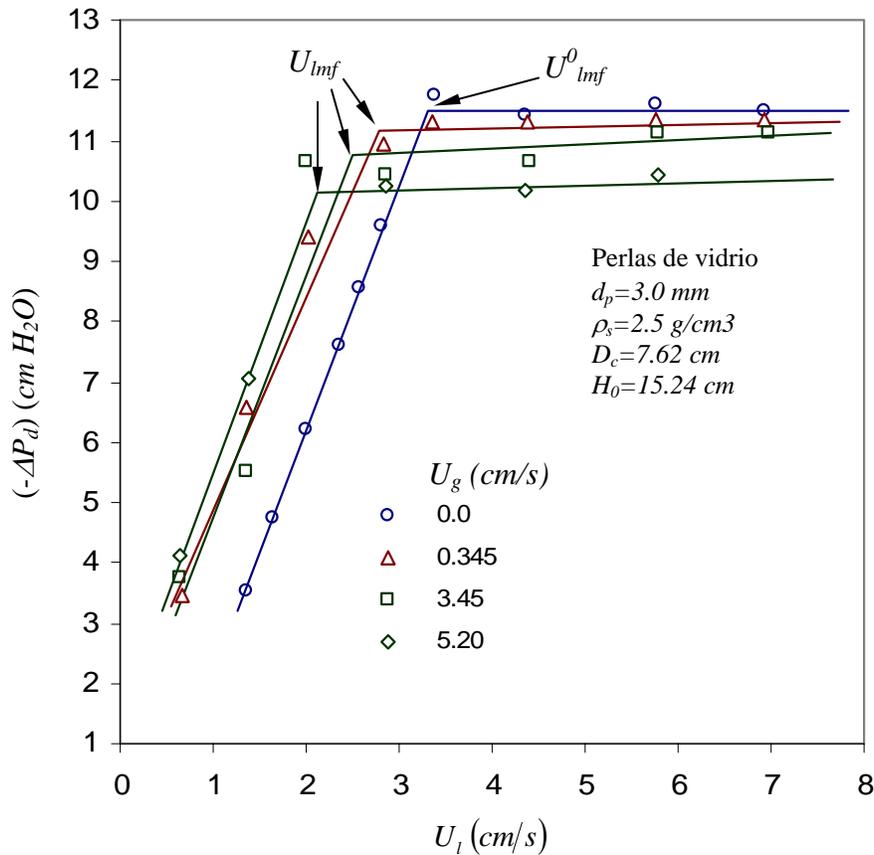


Figura 1.5. Variación de la caída de presión dinámica a lo largo del lecho contra  $U_t$  como una función de  $U_g$  para el sistema aire-agua-partículas esféricas de vidrio<sup>[89]</sup>

Dada la clara importancia de este parámetro, varios trabajos de la literatura han propuesto correlaciones para estimarlo, más sin embargo, los resultados no siempre han sido satisfactorios. Aunado a ello, la mayoría de dichos trabajos han recurrido al uso de partículas esféricas para sus experimentos, lo que claramente pone en duda su uso directo para partículas de forma distinta como es la de los extrudidos empleados en los reactores de hidrotreatmento. Una de las correlaciones frecuentemente referida en la literatura es la de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> obtenida en sistemas de aire, agua y perlas de vidrio. Costa y col.<sup>[90]</sup> propusieron una correlación que considera partículas no esféricas mediante el producto del factor de esfericidad por el diámetro de partícula ( $\phi d_p$ ). Song y col.<sup>[91]</sup> estudiaron el comportamiento hidrodinámico de partículas cilíndricas y propusieron que para el cálculo de la velocidad mínima de fluidización el diámetro equivalente de partícula ( $d_e$ ), representa el tamaño de partícula y los efectos de forma.

Existen correlaciones empíricas que predicen la velocidad mínima de fluidización, pero desafortunadamente éstas se obtuvieron en columnas con diámetros entre 0.05 m y 0.3 m, y con agua o en algunos casos con soluciones acuosas viscosas<sup>[92]</sup>.

Las correlaciones principales para la velocidad mínima de fluidización son: 1) Primera correlación de Begovich y Watson<sup>[9]</sup>, 2) Segunda correlación de Begovich y Watson<sup>[10]</sup>, 3) Costa y col.<sup>[90]</sup>, 4) Song y col.<sup>[91]</sup>, Nacef<sup>[92]</sup> y Larachi y col.<sup>[93]</sup>

Larachi y col.<sup>[93]</sup> utilizaron redes artificiales neuronales para correlacionar, en términos de dos distintas expresiones empíricas, una amplia base de datos con 540 mediciones reportadas en la literatura.

A pesar de ser un parámetro de fundamental importancia, es de llamar la atención de que a pesar de la cantidad de trabajos publicados sobre su estudio todavía exista polémica sobre su definición. Briens y col.<sup>[94]</sup> reportaron para partículas esféricas de 3 mm de diámetro que el sistema gas-líquido-sólido exhibe tres regímenes distintos conforme se incrementa la velocidad del líquido: regímenes de lecho compactado, agitado y fluidizado. Estos autores señalan que el lecho en régimen agitado no se encuentra fluidizado y que la mayoría de los trabajos reportan como velocidad mínima de fluidización es en realidad la velocidad de transición entre los regímenes de lecho compactado y de lecho agitado. De acuerdo a Dudukovic y col.<sup>[95]</sup> será necesario un estudio detallado a las observaciones de Briens y col.<sup>[94]</sup> para poder decidir si se requerirá de una revisión a los resultados reportados hasta la fecha sobre el tema.

De lo anterior se puede resaltar que si bien existen muchos trabajos que se han avocado al estudio del parámetro de la velocidad mínima de fluidización existe todavía controversia sobre su definición y sobre su determinación experimental. Se nota también que la mayoría de los trabajos han empleado como la fase líquida agua o soluciones acuosas, así como esferas de vidrio para las partículas. La gran mayoría de las correlaciones reportadas en la literatura se basan, al menos en buena medida, en datos surgidos de sistemas experimentales con las

características antes señaladas, lo que pone en duda su pertinencia para predecir el comportamiento en sistemas fluidizados por líquidos con las características de las fracciones de petróleo y con catalizadores no esféricos. Por lo anteriormente expuesto, para tener un mejor conocimiento del comportamiento de los sistemas de lecho ebullente con aplicación al hidrotratamiento, se ha encontrado conveniente estudiar la velocidad mínima de fluidización con fracciones de petróleo y catalizadores industriales.

### I.2.1.3 Expansión del lecho

Otra propiedad importante en los reactores de lecho ebullente es la expansión del lecho ya que está relacionada con el volumen del reactor y el tiempo de residencia de las fases gas y líquido. La expansión del lecho está determinada por el cociente entre la altura del lecho expandido y la altura del lecho en reposo ( $H / H_0$ ).

Para determinar la altura del lecho expandido se recurre al hecho de que las presiones dentro de la columna suelen variar en forma aproximadamente lineal con la altura de la columna, pero con la particularidad que dentro del lecho (zona de tres fases) sucede con una pendiente distinta a como varía la presión en la zona gas-líquido que se encuentra encima del lecho expandido. Al graficar los valores de presión en función de la altura de la columna a condiciones de  $U_l$  y  $U_g$  determinadas, se obtienen dos rectas de distinta pendiente (similarmente a como se realizó para determinar  $U_{mf}$ ), cuya intersección corresponde a la altura del lecho expandido ( $H$ ).

Existen trabajos publicados en la literatura que presentan correlaciones empíricas para la estimación de la expansión del lecho, sin embargo en la gran mayoría de estos trabajos se ha recurrido al uso de partículas esféricas y de agua como fase líquida. Una de las expresiones con mayor reconocimiento es la de Begovich y Watson<sup>[9]</sup>, la cual está basada en una gran cantidad de datos experimentales tanto de los autores como de la literatura; puede señalarse que esta correlación no refleja adecuadamente la porosidad del lecho a bajas velocidades de gas así como además no contempla el efecto de la geometría de la partícula<sup>[11]</sup>. Soung<sup>[96]</sup>

estudió la expansión del lecho de extrudidos de catalizador con n-heptano y nitrógeno, y correlacionó los resultados en términos de una función que relaciona las expansiones con y sin gas. Song y col.<sup>[91]</sup> utilizaron la correlación de Begovich-Watson, corregida con el factor de esfericidad, para predecir la expansión en lechos con extrudidos de catalizador en sistemas aire-agua. Nikov y col.<sup>[97]</sup> evaluaron el efecto de la viscosidad sobre la expansión de un lecho de perlas de vidrio y encontraron que la correlación Begovich-Watson podría describir los resultados una vez corregida en ella la dependencia con la viscosidad. Más recientemente, Larachi y col.<sup>[98]</sup> utilizaron redes neuronales artificiales para correlacionar una amplísima base de datos, compuesta por la mayoría de los datos reportados en la literatura abierta, y propusieron distintas correlaciones para predecir la hidrodinámica macroscópica de lechos fluidizados de tres fases. De acuerdo a los autores, estas correlaciones mejoran las predicciones de todas las publicadas previamente.

De lo anterior se puede resaltar que si bien existen muchos trabajos que se han avocado al estudio de la expansión o porosidad del lecho, se aprecia que la mayoría de los trabajos han empleado como fase líquida agua o soluciones acuosas, así como esferas de vidrio para las partículas. La gran mayoría de las correlaciones reportadas en la literatura se basan, al menos en buena medida, en datos surgidos de sistemas experimentales con las características arriba mencionadas, lo que pone en duda su pertinencia para predecir el comportamiento en sistemas fluidizados por líquidos con las características de las fracciones de petróleo y con catalizadores no esféricos. Por lo tanto, en este trabajo de investigación se ha encontrado conveniente estudiar la expansión del lecho con fracciones de petróleo y catalizadores industriales.

#### **I.2.1.4 Fracciones de las fases**

Las fracciones volumétricas de las fases son propiedades importantes de transporte en los lechos fluidizados de tres fases. Si se conoce la altura del lecho expandido, la fracción volumétrica del sólido puede obtenerse fácilmente a partir de la ecuación (1). La altura del lecho puede determinarse por observación visual o a partir de las curvas de distribución de presión reportadas por Kim y col.<sup>[99]</sup>, y Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup>. Las fracciones volumétricas de las fases líquido y gas pueden determinarse por el método descrito en la sección I.2.1.1.

Entre las variables hidrodinámicas a nivel macroscópico de mayor importancia se tiene la porosidad del lecho, las fracciones de gas y líquido, la morfología inicial de la cama, las velocidades de fluidización incipiente y el régimen de flujo. En la literatura abierta existe una cantidad apreciable de estudios a este respecto que buscan un mejor entendimiento de la hidrodinámica y que, dado el caso, permita lograr escalamientos eficientes. Sin embargo, esta información, si bien es abundante, se observa que frecuentemente carece de organización adecuada, o ha sido interpretada en formas distintas de tal forma que producen contradicciones aparentes entre estudios.

El modelamiento matemático de la hidrodinámica de lechos fluidizados ha estado centrado al *modelo generalizado de la estela de la burbuja  $k$ - $x$* , propuesto por Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup>. En este modelo el lecho fluidizado de tres fases es visualizado como un arreglo de regiones formadas por burbujas de gas, por estelas que viajan con las burbujas, y por una emulsión líquido-sólido libre de gas. En principio, si se conocieran a priori los valores de  $k$  (razón de volumen de estela al de burbuja) y de  $x$  (razón de fracciones de sólido en las fases estela y emulsión), el modelo permite predecir la porosidad, las fracciones de gas y líquido, y la morfología inicial del lecho.

Desafortunadamente se ha carecido de técnicas experimentales apropiadas y de teorías que pudieran permitir determinar en forma independiente  $k$  y  $x$ , lo que ha limitado el uso de este modelo. Con frecuencia se ha optado por considerar simplificaciones (tales como  $x=1$  ó  $=0$ ) que permiten ajustes sólo válidos en los rangos experimentales. Los modelos simplificados en términos solamente de  $k$ , no han mostrado la capacidad de contemplar la complejidad entrelazada de los efectos producidos por propiedades fisicoquímicas de los fluidos, características de las partículas, regímenes de flujo, etc.

Otro enfoque que ha sido frecuentemente recurrido para la estimación de parámetros hidrodinámicos es el del uso de correlaciones empíricas. Comúnmente estas se tratan de expresiones que contienen en forma explícita parámetros como la porosidad o las fracciones de las fases líquidas o gas, como función de variables de operación tales como las velocidades

de gas y líquido, el tamaño de partícula, algunas propiedades fisicoquímicas de los fluidos, etc. Al parecer existe una amplia variedad de correlaciones que se limita al rango de condiciones experimentales de las que fueron derivadas y que demuestra su falta de generalización<sup>[11]</sup>.

Debido a los problemas presentados con la variedad de correlaciones disponibles, Larachi y col.<sup>[98]</sup> recientemente publicó un trabajo que busca sistematizar un total de 23,000 experimentos sobre porosidad del lecho y fracciones volumétricas de gas y líquido. Para hacer esto, se siguieron dos enfoques distintos. En uno de ellos se combinó el análisis dimensional con redes neuronales artificiales para generar correlaciones empíricas para la porosidad y las fracciones de gas y líquido. En el segundo enfoque se ajustaron los valores de los parámetros de la estela  $k$  y  $x$  que mejor satisficían las predicciones del modelo generalizado de la estela de la burbuja.

#### **I.2.1.5 Regímenes de flujo**

Los sistemas de lecho fluidizado en tres fases son ampliamente utilizados en la industria. Existen varios regímenes de flujo bajo los cuales pueden operar estos sistemas, siendo los de flujo de burbujas dispersas, el de coalescencia de burbujas, y el de burbujas en paquete (slug en inglés), los que más atención han recibido.

En general, se ha observado que existen cuatro patrones de flujo en los reactores de lecho fluidizado: burbujeo homogéneo, heterogéneo (agitado o turbulento), tipo pistón y flujo anular. En estos diferentes tipos de regímenes de flujos, la interacción de la fase dispersa del gas con la fase líquida varía considerablemente. En la *Figura 1.6* se muestran los diferentes regímenes de flujo en columnas de lecho fluidizado de tres fases. Sin embargo, los regímenes de flujo homogéneo y turbulento son los más comúnmente encontrados, y dependiendo de las condiciones de operación, estos dos regímenes pueden separarse por un régimen de transición.

El flujo homogéneo ocurre generalmente a velocidades superficiales de gas bajas o moderadas y se caracteriza por la uniformidad de pequeñas burbujas de gas que viajan verticalmente con pocas oscilaciones transversales y axiales. Prácticamente no existe coalescencia ni ruptura de

burbujas, por tanto, existe una distribución uniforme de los tamaños de las burbujas. La distribución de la retención o fracción volumétrica del gas es radialmente uniforme; por consiguiente la circulación del volumen del líquido es insignificante. El tamaño de las burbujas depende principalmente de la naturaleza de la distribución del gas y de las propiedades físicas del líquido.

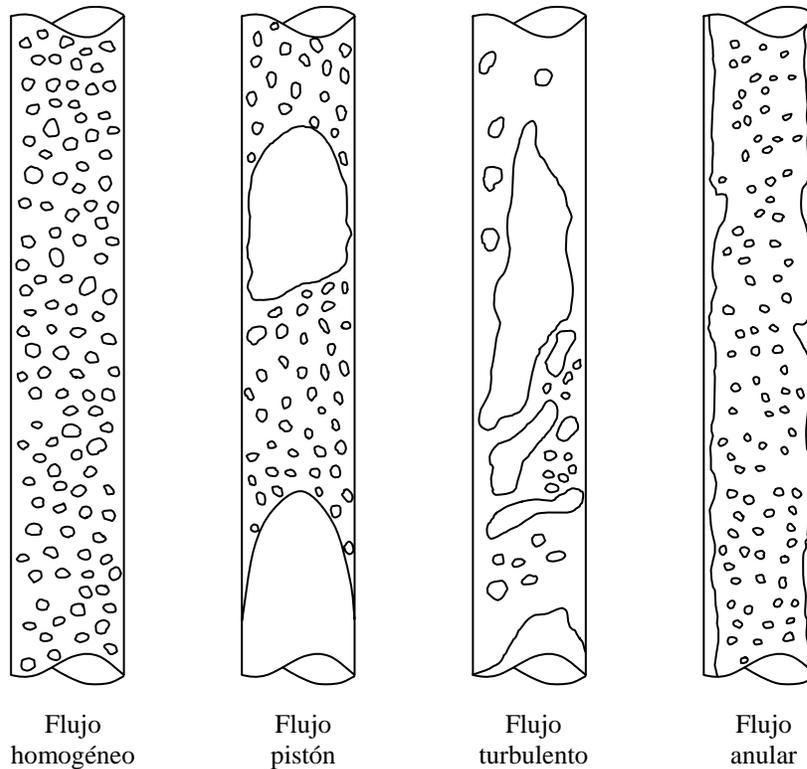


Figura 1.6. Regímenes de flujo en reactores de columna de burbujeo<sup>[101]</sup>

El flujo heterogéneo ocurre a velocidades superficiales de gas altas, en éste se presentan coalescencia intensa y rompimiento tanto de las burbujas pequeñas como de las grandes, produciéndose una distribución de tamaño de burbujas amplia. Las burbujas grandes pasan a través del líquido agitándolo, por lo tanto a este flujo se le conoce como flujo turbulento. La distribución no uniforme de la retención o fracción volumétrica del gas a través de la dirección radial causa la circulación del volumen del líquido en este régimen de flujo.

Como puede observarse en la *Figura 1.6*, los regímenes de flujo homogéneo y heterogéneo tienen características muy diferentes. Tales diferencias en sus características hidrodinámicas resultan en mezclados diferentes, así como diferentes velocidades de transferencia de calor y masa en dichos regímenes. En consecuencia, la demarcación de los regímenes de flujo representa una tarea importante en el diseño y escalamiento de tales reactores, por lo que se han realizado esfuerzos considerables en investigación, mismas que han resultado en métodos experimentales empíricos, semi-empíricos, y modelos mecanísticos para identificar la transición de regímenes de flujo<sup>[101]</sup>.

Se han realizado muchos trabajos con relación a la identificación del régimen de flujo y las condiciones de transición en lechos fluidizados de tres fases, sin embargo, al parecer se han utilizado diferentes criterios (muchas veces subjetivos), para distinguir regímenes. Además, casi todos estos trabajos se han realizado para sistemas donde se utiliza agua como fase líquida y aire como fase gas.

Recientemente, Shaikh y Al-Dahhan<sup>[101]</sup> realizaron una revisión extensa desde 1957 hasta el 2005, de la mayoría de los estudios hidrodinámicos realizados para la identificación de los regímenes de flujo en columnas de burbujeo.

Al respecto, Zhang y col.<sup>[8]</sup> presentan criterios experimentales para identificar los distintos regímenes de flujo así como su transición, los cuales se han probado exitosamente y se basan en mediciones de las características de las burbujas realizadas con sondas de conductividad tanto en sistemas de dos fases como de tres fases. Asimismo, propusieron mapas de transiciones de régimen de flujo para sistemas de dos y tres fases. También, derivado de dicho trabajo se tienen algunas correlaciones empíricas para predecir las fronteras de transición en los sistemas estudiados de tres fases. Estas correlaciones fueron obtenidas para el sistema aire-agua, con partículas esféricas (de vidrio y de plomo) de distinto tamaño y comparadas con resultados experimentales de distintos autores, todos ellos a condiciones de presión atmosférica. Entre las correlaciones empíricas desarrolladas se tiene una para predecir la

velocidad de transición del líquido para el inicio del régimen de flujo de burbujas dispersas en fluidización de tres fases, y que se presenta a continuación:

$$\frac{U_g}{U_l} = 0.721 Fr_g^{0.339} Ar_l^{0.0746} \left( \frac{\rho_s}{\rho_l} \right)^{-0.667} \quad (5)$$

donde  $U_g$  es la velocidad superficial del gas,  $U_l$  la velocidad superficial del líquido,  $Fr_g$  el número de Froude para el gas,  $Ar_l$  el número de Arquímedes para el líquido,  $\rho_s$  la densidad del sólido y  $\rho_l$  la densidad del líquido.

Esta correlación parece reproducir los resultados experimentales de la que proviene y la mayoría de los datos experimentales de otros trabajos, sin embargo existe cierta dispersión en las predicciones de estos últimos que se atribuye, al menos en parte, a la diversidad de criterios manejados en ellos para distinguir regímenes.

#### *Efecto de la presión sobre el régimen de transición.*

Si bien la operación a alta presión es común en aplicaciones industriales de reactores de lecho fluidizado, la gran mayoría de los estudios hidrodinámicos se han realizado a condiciones ambiente y poco se ha hecho a alta presión. La presión tiene un efecto significativo sobre la hidrodinámica de lechos fluidizados de tres fases como observaron Rundell y col.<sup>[102]</sup> al comparar los resultados de mediciones hidrodinámicas realizadas en un reactor de lecho expandido del proceso de licuefacción de carbón (operado a 200 atm) con los datos respectivos obtenidos en una unidad geoméricamente similar, operada a condiciones ambientales. Se encontró que las expansiones del lecho en el reactor eran significativamente mayores que las del modelo frío, para mismas velocidades de gas y líquido. Esta diferencia se atribuyó a que la alta presión a la que operaba el reactor podía afectar el fenómeno de coalescencia favoreciendo una mayor fracción de burbujas en el lecho. En este trabajo se encontró también que mientras en el modelo en frío la operación se encontraba en la transición entre el régimen de burbujas dispersas y el de burbujas en coalescencia, el reactor operaba generalmente en el régimen de burbujas dispersas. También se ha encontrado que a presiones elevadas se puede retrasar la transición entre el régimen de flujo de burbujas dispersas y el de

burbujas en coalescencia, e incrementar la fracción de gas en el lecho<sup>[3,6,103]</sup>. Jiang y col.<sup>[5]</sup> emplearon un equipo experimental para visualización de sistemas multifásicos bidimensionales a alta presión y observaron que a baja presión (0.1 MPa), en el régimen de coalescencia, emergían del lecho unas cuantas burbujas grandes acompañadas por un número grande de burbujas pequeñas. Reportan también que al incrementar la presión, disminuía la frecuencia y tamaño máximo de burbujas que salen del lecho, lo cual resultaba en una reducción del tamaño promedio de burbujas y un estrechamiento en la distribución de tamaño de burbuja. Con mayores incrementos de presión eventualmente se observó la presencia del régimen de burbujas dispersas en el que las burbujas eran de tamaño relativamente uniforme, y en el que habían desaparecido las burbujas grandes. Resultados similares fueron reportados posteriormente por Luo y col.<sup>[7]</sup> empleando un lecho tridimensional.

Luo y col.<sup>[7]</sup> evaluaron el efecto de la presión sobre la transición del régimen de flujo a través del análisis del flux de arrastre de las burbujas en lechos fluidizados de tres fases. De su análisis, determinaron las velocidades de gas a las cuales se presentaba la transición de régimen para distintas presiones, velocidades de líquido, y dos tamaños de partícula. Encontraron que al incrementar la presión se incrementaba también la velocidad de transición del gas y la fracción de gas en el lecho en la transición. El efecto de la presión sobre la transición resultó ser significativo hasta presiones de alrededor de 6 MPa, pues para presiones mayores el efecto resultó ser comparativamente mucho menos importante, principalmente para las partículas de 3 mm de diámetro.

Resulta evidente que la presión puede afectar las condiciones hidrodinámicas de un sistema fluidizado gas-líquido-sólido, alterando, entre otras cosas, el régimen de flujo respecto al que tendría el sistema al ser operado a presión atmosférica. Existe, sin embargo, una deficiencia en información sistematizada que permita predecir las condiciones hidrodinámicas de estos sistemas con respecto a la presión del lecho.

En un lecho fluidizado trifásico operado a bajas velocidades del gas suele contener burbujas pequeñas con una distribución de tamaños estrecha, altamente dependiente del distribuidor. En estas condiciones se suele tener tanto pocas burbujas como una fracción de gas también

pequeña. Al incrementarse la velocidad del gas se tienen burbujas de mayor tamaño con una distribución de tamaños más amplia. Al aumentar la población de burbujas la distancia entre éstas disminuye y se favorece la coalescencia de algunas de ellas. Bajo estas condiciones, el comportamiento global de la mezcla multifásica se le denomina régimen de flujo de burbujas en coalescencia. Por otro lado, si se incrementa la velocidad del líquido a velocidades bajas y constantes de gas, se observa que las burbujas disminuyen en tamaño y su distribución se estrecha. Este régimen se conoce como el de flujo de burbujas dispersas.

En la *Figura 1.7* se presenta en forma esquemática un mapa de regímenes de flujo similar al reportado por Zhang y col.<sup>[8]</sup> para el sistema aire-agua con partículas esféricas de vidrio de 1.5 mm. En esta figura se puede apreciar la frontera entre los regímenes de flujo y como estando en el régimen de burbujas dispersas se puede pasar al de burbujas en coalescencia al aumentarse la velocidad superficial del gas. De manera similar, estando en el régimen de burbujas en coalescencia se puede transitar al de burbujas dispersas al incrementarse la velocidad de la fase líquida.

El concepto del flux de arrastre ha sido utilizado por varios investigadores para determinar la transición entre regímenes de burbujas dispersas y de burbujas en coalescencia<sup>[6,102,104]</sup>. Para sistemas gas-líquido, el flux de arrastre se define como el flux volumétrico de gas con relación a una superficie que se mueve a la velocidad promedio de las dos fases<sup>[105]</sup>. La definición fue extendida a sistemas de lecho fluidizado en tres fases<sup>[11,104]</sup> y puede expresarse por

$$j_{cd} = \frac{1 - \varepsilon_g}{\varepsilon_l} (U_g \varepsilon_l - U_l \varepsilon_g) \quad (6)$$

donde  $j_{cd}$ , es el flux de arrastre del gas, el cual crece con un incremento en la fracción de gas en el lecho en el régimen disperso, y crece a una tasa relativamente mucho mayor en el régimen de coalescencia de burbujas.

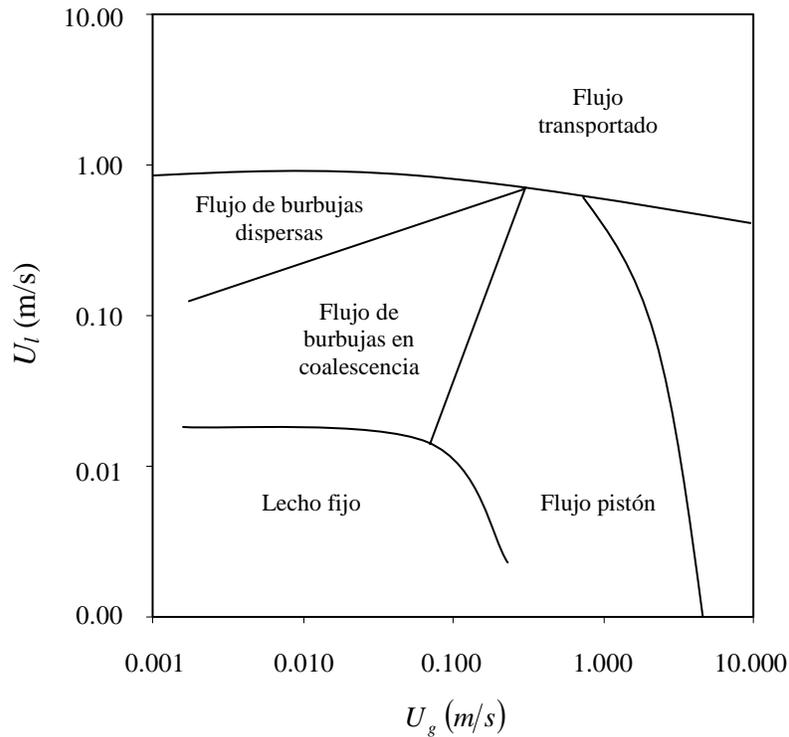


Figura 1.7. Diagrama esquemático de un mapa de regímenes de flujo de un lecho fluidizado trifásico<sup>[8]</sup>

### I.2.1.6 Propiedades de las partículas

Existen varias características y propiedades del catalizador relevantes desde el punto de vista de la fluidización: tamaño, forma, densidad y porosidad. El tamaño de la partícula se expresa comúnmente en términos de un diámetro equivalente,  $d_e$ , el cual corresponde al diámetro que tendría una esfera con el mismo volumen de la partícula. Para partículas de forma cilíndrica se tiene<sup>[91]</sup>:

$$d_e = \left( \frac{3}{2} d_p^2 l \right)^{1/3} \quad (7)$$

donde  $d_p$  es el diámetro de la partícula y  $l$  su longitud.

El tamaño de la partícula influye directamente sobre las características de la fluidización, así se tiene que las velocidades terminal y de fluidización incipiente dependen en forma significativa de ella. Adicionalmente, el tamaño de partícula influye en el mecanismo de rompimiento de burbuja y por lo tanto también sobre el régimen hidrodinámico de fluidización y el proceso de transferencia de masa gas-líquido.

Si bien el diámetro equivalente toma en cuenta parcialmente la forma de la partícula, se ha encontrado que dicho parámetro es insuficiente para describir el efecto de la forma sobre la hidrodinámica, ya que existen partículas que, aun teniendo distinta forma, pueden tener el mismo diámetro equivalente pero distinto comportamiento hidrodinámico. El parámetro comúnmente empleado para tomar en cuenta la forma de la partícula es el llamado factor de esfericidad de la partícula,  $\phi$ , que se define como la razón del área superficial de la partícula respecto a la de una esfera del mismo volumen de la partícula. Para las partículas cilíndricas se tiene que

$$\phi = \frac{d_e^2}{d_p \left( \frac{d_p}{2} + l \right)} \quad (8)$$

Otra propiedad importante de las partículas es su densidad, la cual tiene efecto sobre la mayoría de los parámetros hidrodinámicos que dependen del diámetro de partícula. Existen varias densidades que se calculan para sólidos, así se tiene la densidad real (del esqueleto de la partícula), la densidad empacada (que toma en cuenta huecos entre partículas), y la densidad aparente de las partículas (no considera los huecos entre partículas pero sí los poros dentro de ellas). Para lechos ebullentes es necesario conocer la densidad aparente y el volumen de poros que se llena con líquido del lecho. A partir de ambos se puede conocer la densidad de la partícula saturada con líquido a las condiciones de proceso.

### **I.2.1.7 Efecto de la presión y la temperatura sobre la hidrodinámica del lecho**

A pesar del hecho de que las operaciones industriales de fluidización en tres fases se encuentran a condiciones de alta temperatura y presión, pocos trabajos han sido publicados

sobre el tema<sup>[95]</sup>. Al parecer la presión y la temperatura pueden tener efecto sobre la retención de las fases principalmente a través de variación en el comportamiento de burbujas y cambios en las propiedades del líquido. En lo que respecta a las propiedades del líquido, las que se pueden ver afectadas son la viscosidad, la densidad y la tensión superficial.

Se han realizado algunos estudios sobre el efecto de la presión sobre el comportamiento de las burbujas y entre los primeros en el tema está el de Jiang y col.<sup>[3]</sup>, mismo en el que se estudió visualmente el comportamiento de las burbujas en un lecho bidimensional en un rango amplio de condiciones de operación, habiendo encontrado que a presión atmosférica el tamaño de las burbujas resultaba mucho mayor que a la presión de 1.0 MPa, especialmente a velocidades elevadas; adicionalmente se observó que la distribución de tamaño de burbuja era mucha más estrecha a altas presiones. Luo y col.<sup>[6]</sup> utilizaron un sistema tridimensional y obtuvieron resultados similares a los de Jiang y colaboradores. Utilizando un sistema tridimensional Jiang y col.<sup>[4]</sup> determinaron la distribución de tamaño de las burbujas que emergen del lecho a distintas presiones y encontraron que para las condiciones de operación estudiadas la densidad del número de burbujas se incrementaba en un factor de catorce al pasar de 1.8 MPa a 17.4 MPa, mientras que el diámetro de burbuja promedio pasaba de 9.8 mm a 3.7 mm. De acuerdo a observaciones hechas por Jiang y col.<sup>[3]</sup> la presión inhibe la coalescencia de burbujas al promover la presencia de burbujas pequeñas y de tamaño uniforme. Asimismo estos autores observaron que a altas presiones las distribuciones de gas, tanto en forma axial como radial, se tornan bastante uniformes.

Entre otro de los efectos de la presión sobre la hidrodinámica, Luo y col.<sup>[6]</sup> reportaron que ésta afecta las condiciones de transición entre los regímenes de burbujas dispersas y de burbujas en coalescencia, requiriéndose mayores velocidades de transición para el gas al incrementarse la presión. Al parecer la velocidad de transición y la fracción de gas retenida se incrementan con la presión hasta un valor de ésta de 6 MPa, sin embargo a presiones mayores la velocidad de transición prácticamente se estabiliza.

Las condiciones extremas de presión y temperatura tienen efecto sobre el comportamiento de las burbujas en el lecho<sup>[3,4,6]</sup>. Las burbujas a su vez, mediante la influencia de sus estelas,

impactan en la expansión del lecho y en las fracciones retenidas de las fases. Los modelos de estela, como es el modelo generalizado de la estela de Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup> parecen recoger adecuadamente dicho efecto sobre la retención de las fases y por ello han sido aplicados para propósitos de diseño<sup>[11]</sup>.

### **I.3 Correlaciones empíricas y modelos fenomenológicos**

En la literatura se han publicado correlaciones empíricas y modelos fenomenológicos para estimar la velocidad mínima de fluidización, la fracción de líquido retenida y la porosidad del lecho.

La mayoría de estas correlaciones han sido derivadas, a partir de datos obtenidos de sistemas experimentales basados en el uso de agua o soluciones acuosas, y en los que comúnmente las partículas sólidas empleadas suelen ser perlas de vidrio. Algunas de estas correlaciones incluyen el valor de la velocidad mínima de fluidización del sistema líquido-sólido ( $U_{Lmf}^0$ ), misma que puede estimarse o determinarse experimentalmente.

En particular, las correlaciones presentadas por Larachi y col.<sup>[93]</sup> se obtuvieron a partir de resultados experimentales correlacionados por medio de redes neuronales.

#### **I.3.1 Velocidad mínima de fluidización**

##### **I.3.1.1 Correlaciones empíricas**

Existen varias correlaciones empíricas publicadas en la literatura para predecir  $U_{Lmf}$ , algunas de las más referenciadas se presentan en la *Tabla 1.3*<sup>[93]</sup>. Como se mencionó antes, algunas de estas correlaciones incluyen el valor de  $U_{Lmf}^0$ . Asimismo, puede observarse que las correlaciones dependen de las propiedades del líquido y del sólido, de las velocidades superficiales del gas y líquido, del diámetro de la columna, etc.

Tabla 1.3. Correlaciones empíricas para la estimación de la velocidad mínima de fluidización en sistemas de tres fases.

Referencias	Correlaciones	Ecuación
Ermakova y col. <sup>[106]</sup>	$U_{lmf} = U_{lmf}^0 \left( 1 - 0.5 U_g^{0.075} - \varepsilon_{mf} \beta_{gmf} \right)$	(9)
Bloxom y col. <sup>[107]</sup>	$U_{lmf} = 5.359 \times 10^{-17} U_g^{-0.14} \mu_l^{-0.497} d_c^{-0.423} \rho_s^{3.75}$	(10)
Begovich y Watson <sup>[9]</sup>	$Re_{lmf} = 0.00512 Ar_l^{0.662} Fr_g^{-0.118}$	(11a)
Begovich y Watson <sup>[9]</sup>	$U_{lmf} = U_{lmf}^0 \left( 1 - 1.62 \times 10^3 U_g^{0.436} \mu_l^{0.227} d_v^{0.598} (\rho_s - \rho_l)^{-0.305} \right)$	(11b)
Fortin <sup>[108]</sup>	$U_{lmf} = 0.427 U_g^{-0.198} d_v^{1.539} (\rho_s - \rho_l)^{0.775}$	(12)
Costa y col. <sup>[90]</sup>	$U_{lmf} = 6.969 \times 10^{-4} U_g^{-0.328} \mu_l^{-0.355} (\phi d_v)^{1.086} d_c^{0.042} (\rho_s - \rho_l)^{0.865}$	(13)
Song y col. <sup>[91]</sup>	$U_{lmf} = U_{lmf}^0 \left( 1 - 376 U_g^{0.327} \mu_l^{0.227} d_v^{0.213} (\rho_s - \rho_l)^{-0.423} \right)$	(14)
Nacef <sup>[92]</sup>	$\ln(U_{lmf}) = \ln(U_{lmf}^0) - 13.8 Fr_g^{0.35} (\rho_s - \rho_l)^{-0.38}$	(15)
Larachi y col. <sup>[93]</sup>	Red Neuronal $U_{lmf} = f(U_g; \mu_l; \phi; d_v; \rho_s - \rho_l; \sigma_l; d_v/d_c)$	(16a)
Larachi y col. <sup>[93]</sup>	Red Neuronal $Re_{lmf} = f(Re_g; Ar_l; \phi d_v/d_c; Mo_l)$	(16b)

### I.3.1.2. Modelos fenomenológicos

En la *Tabla 1.4* se presentan algunos modelos fenomenológicos encontrados en la literatura para la estimación de la velocidad mínima de fluidización. Estos modelos, al igual que las correlaciones empíricas dependen de las velocidades superficiales del gas y líquido, del diámetro de la columna, de las densidades del líquido y la partícula, viscosidad del líquido, diámetro equivalente de la partícula, etc.

Tabla 1.4. Modelos fenomenológicos para la estimación de la velocidad mínima de fluidización en sistemas de tres fases

Referencias	Modelos	Ecuación
Costa y col. <sup>[90]</sup>	$U_{lmf} = \left( \frac{4\varepsilon_{mf}^{5.7-8U_g} \phi d_v g [\rho_s - (1 - \beta_{gmf}) \rho_l]}{3C_D (1 - \beta_{gmf}) \rho_l} \right)^{1/2} - U_g$ $\beta_{gmf} = \frac{(3.464 \times 10^{-9}) U_{lmf}^{-0.66} \rho_s^{2.30} \sqrt{\phi d_v}}{1 + 1.74 H_0^{0.43} (\rho_s - \rho_l)^{0.06} \mu_l^{0.08} D_c^{0.23} \left( \frac{U_{lmf}}{U_g + U_{lmf}} \right)}$ $C_D = \begin{cases} \frac{24}{\text{Re}_\infty} (1 + 0.15 \text{Re}_\infty^{0.687}) & \text{Re}_\infty \leq 10^3 \\ 0.44 & 10^3 \leq \text{Re}_\infty \leq 10^5 \end{cases}$ $\text{Re}_\infty = \frac{V_\infty d_v \rho_l (1 - \beta_{gmf})}{\mu_l}$ $V_\infty = \sqrt{\frac{3}{4} \phi d_v g C_D^{-1} \left( \frac{\rho_s}{\rho_l (1 - \beta_{gmf})} - 1 \right)}$	(17)
Song y col. <sup>[91]</sup>	$\frac{2f\rho_l U_{lmf}^2}{d_e g (1 - \beta_{gmf}) \varepsilon_{mf}^2} + (1 - \beta_{gmf}) \rho_l + \beta_{gmf} \rho_g = (1 - \beta_{gmf}) \varepsilon_{mf} \rho_l$ $+ \beta_{gmf} \varepsilon_{mf} \rho_g + (1 - \varepsilon_{mf}) \rho_s$ $f = \left( 0.583 + \frac{33.3}{\text{Re}_{lmf}} \right) \times \begin{cases} 1 + 2.229 \text{Fr}_g^{0.076} & \text{Re}_{lmf} \geq 10 \\ 1 - 0.572 \text{Fr}_g^{1.38} & \text{Re}_{lmf} \leq 10 \end{cases}$ $\beta_{gmf} = \begin{cases} 0.531 U_{lmf}^{-0.35} U_g^{0.977} & d_v \geq 3\text{mm} \\ 1.69 U_{lmf}^{-0.09} U_g^{0.955} & d_v \leq 3\text{mm} \end{cases}$ $d_e = \begin{cases} \frac{2\varepsilon_{mf} \phi d_v}{3(1 - \varepsilon_{mf})} (1 - \beta_{gmf}^{1/2}) & \text{Song y col.}^{[91]} \\ \frac{2\varepsilon_{mf} \phi d_v}{3(1 - \varepsilon_{mf})} (1 - \beta_{gmf}) & \text{Zhang y col.}^{[109]} \end{cases}$	(18)
Zhang y col. <sup>[109]</sup>	$\text{Re}_{lmf} = -4286 (1 - \varepsilon_{mf}) \phi^{-1} + \sqrt{1837 (1 - \varepsilon_{mf})^2 \phi^{-2} + 0.5715 \phi \varepsilon_{mf}^3 (1 - \beta_{mf})^3 A r_f}$ $\beta_{mf} = \frac{0.16 U_g}{\varepsilon_{mf} U_g + U_l}$	(19)

### I.3.2 Fracción de líquido retenida

Existen varias correlaciones en la literatura para estimar la fracción de líquido retenida en el lecho, de las cuales en la *Tabla 1.5* se presentan las más referenciadas en la literatura.

La correlación de Razumov y col.<sup>[110]</sup> se obtuvo para el sistema aire-agua-arena, por lo que sólo considera al tamaño de partícula y a las velocidades de gas y líquido como variables.

La correlación de Kim y col.<sup>[111]</sup> hace uso de varios números adimensionales que recogen tanto propiedades de los fluidos y del sólido, así como las velocidades de las fases fluidas. La correlación surge de datos de sistemas con esferas de vidrio o arena, con agua o soluciones acuosas como fase líquida.

Basados en sistemas con perlas de vidrio como sólido y agua o soluciones acuosas de carboximetil celulosa como líquido, Kato y col.<sup>[112]</sup> modificaron expresiones para sistemas líquido-sólido y reportaron expresiones para la fracción de líquido retenido.

Saberian y col.<sup>[2]</sup> emplearon una variedad de sistemas con líquidos orgánicos además de agua, además utilizaron distintos sólidos como perlas de vidrio y de alúmina, así como extrudidos de catalizador. Para la estimación de la fracción del líquido recurrieron al concepto de velocidad de resbalo entre la fase gas y la mezcla gas-líquido.

Más recientemente Larachi y col.<sup>[98]</sup> reportaron correlaciones para estimar las fracciones retenidas para cada fase a partir de una amplia base de datos correlacionados por medio de redes neuronales.

Tabla 1.5. Correlaciones para estimar la retención de la fase líquida en lechos fluidizados gas-líquido-sólido.

Referencia	Correlación	Ecuación
Larachi y col. <sup>[98]</sup>	Red neuronal $\varepsilon = f(\beta_l; Ca_{gl}; Mo; M; F)$	(20)
Saberian y col. <sup>[2]</sup>	$\varepsilon_l = \varepsilon(U_l + U_{gl}) / (U_g + U_l)$	(21a)
	$U_{gl} = 0.017(\rho_l U_g^2)^{0.45}$	(21b)
Kato y col. <sup>[112]</sup>	$\varepsilon_l = \varepsilon_l^* (U_l / U_t)^{1/n}$ donde $\varepsilon_l^* = 1 - 9.7(350 - Re_t^{1.1})^{-0.5} K^{0.092}$	(22a)
	$K = \rho_l U_g^4 / (g\sigma)(5.1(1 + 16.9K^{0.285}) - n)$	(22b)
	$(n - 2.7) = 0.1(1 + 4.43K^{0.165})Re_t^{0.9}$	(22c)
Kim y col. <sup>[111]</sup>	$\varepsilon = 1.504(Fr_l)^{0.234}(Fr_g)^{-0.086}(Re_l)^{-0.082}(We)^{0.092}$	(23)
Razumov y col. <sup>[110]</sup>	$\varepsilon_l = 0.422 + 0.135U_l d_v^{-0.562} - 1.82U_g$	(24)

### 1.3.3 Porosidad del lecho

De la literatura se encontraron varias correlaciones empíricas para estimar la porosidad del lecho de sistemas de tres fases, mismas que se presentan en la Tabla 1.6. La correlación de Larachi y col.<sup>[98]</sup> es una correlación que se obtuvo empleando redes neuronales a partir de una base de datos muy amplia. La correlación de Begovich y Watson ha mostrado tener bastante aceptación debido a que se obtuvo de un número grande de datos en los que se variaron las propiedades físicas del sólido y del líquido. Las otras dos correlaciones, la de Song y col.<sup>[91]</sup>, y la de Grandjean y col.<sup>[113]</sup>, se basan en la de Begovich y Watson<sup>[9]</sup>. La primera incorpora el factor de esfericidad para describir la forma de partículas cilíndricas y la segunda propone una modificación a la dependencia con la viscosidad.

Tabla 1.6. Correlaciones para estimar la porosidad del lecho en sistemas de tres fases

Referencias	Correlaciones	Ecuación
Begovich y Watson <sup>[9]</sup>	$\varepsilon = 3.93\mu_l^{0.055}U_l^{0.271}U_g^{0.041}(\rho_s - \rho_l)^{-0.316}d_p^{-0.268}D_c^{-0.033}$	(25)
Grandjean y col. <sup>[113]</sup>	$\varepsilon = (2.5 + 13.2\mu_l^{0.64})U_l^{0.271}U_g^{0.041}(\rho_s - \rho_l)^{-0.316}d_p^{-0.268}D_c^{-0.033}$	(26)
Song y col. <sup>[91]</sup>	$\varepsilon = 3.93\phi^{-0.424}\mu_l^{0.055}U_l^{0.271}U_g^{0.041}(\rho_s - \rho_l)^{-0.316}d_p^{-0.268}D_c^{-0.033}$	(27)
Larachi y col. <sup>[98]</sup>	Red Neuronal $\varepsilon = f(Fr_l; Re_{lg}; St_{lg}; \beta_l; E\theta; F)$	(28)

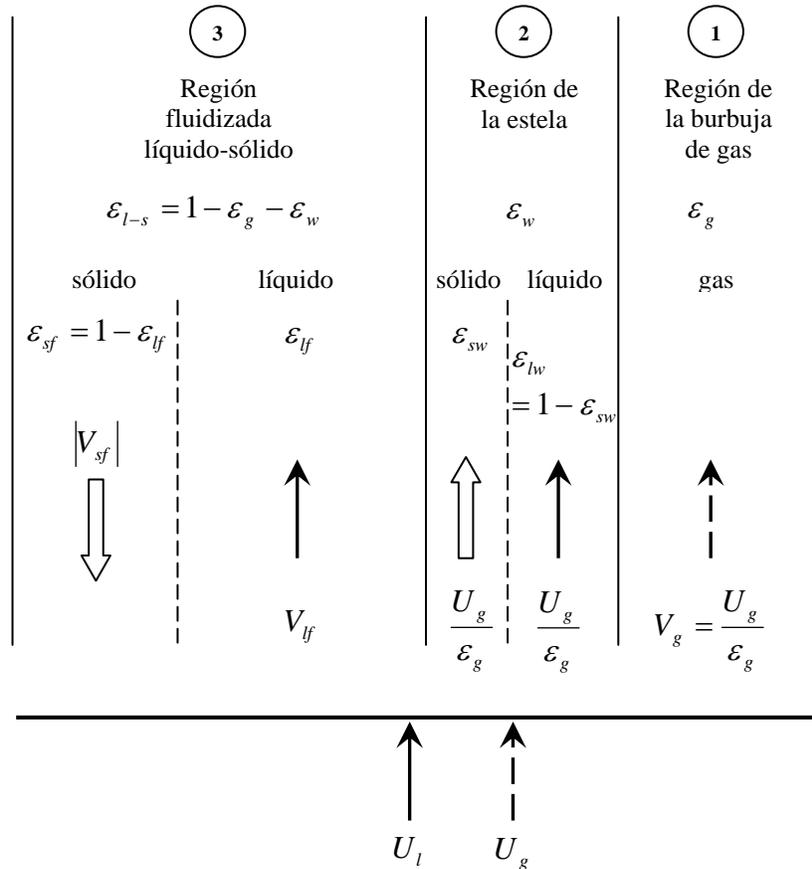
#### I.4 Modelos matemáticos

En esta sección se presenta una descripción breve del modelo generalizado de la estela y del modelo de pseudo fluido. El modelo generalizado de la estela se empleará a condiciones de presión elevada para calcular las retenciones de las fases gas y líquido, a partir de la retención de sólidos. El modelo de pseudo-fluido se utilizará para predecir la porosidad del lecho fluidizado de tres fases a condiciones de presión elevadas.

##### I.4.1 Modelo generalizado de la estela

En un lecho ebullente las condiciones de operación extremas de temperatura y presión pueden afectar las propiedades de las burbujas y con ello la hidrodinámica global del lecho, como sucede con la expansión del lecho y la retención de las fases. Un factor en la naturaleza de estos sistemas que ha servido para explicar muchos fenómenos es la estela de la burbuja. Modelos con base en la estela, como el modelo generalizado de la estela de Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup>, han probado ser de utilidad para propósitos de diseño<sup>[11]</sup>; por ello, en el presente trabajo dicho modelo ha sido considerado para tratar de describir los resultados a presión elevada. En el modelo generalizado de la estela el lecho se subdivide en una región fluidizada

líquido-sólido ( $\varepsilon_{l-s} = 1 - \varepsilon_g - \varepsilon_w$ ), una región de gas en la burbuja ( $\varepsilon_g$ ) y una región de la estela ( $\varepsilon_w$ ), como puede observarse en la *Figura 1.8*.



*Figura 1.8.* Representación esquemática del modelo generalizado de la estela para un lecho fluidizado en modo de operación E-I-1<sup>[100]</sup>

Entre las principales suposiciones del modelo se encuentran:

- i) El contenido de sólidos en la estela puede ser un valor arbitrario diferente de aquel en la región fluidizada líquido-sólido;
- ii) La estela asciende a la misma velocidad que la de la burbuja; y
- iii) La ecuación de Richardson y Zaki<sup>[114]</sup> que relaciona la velocidad superficial del líquido y la porosidad se considera aplicable a la región fluidizada líquido-sólido.

En el modelo generalizado de la estela los parámetros clave son el cociente entre el volumen de la estela y el volumen de la burbuja,  $k$ , y el cociente entre la retención de sólidos en la estela y el respectivo para la zona líquido-sólido,  $x$ , los cuales corresponden a:

$$k = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_g} \quad (29)$$

y

$$x = \frac{\varepsilon_{sw}}{\varepsilon_{sf}}, \quad (30)$$

respectivamente. Las velocidades lineales del líquido y del sólido en la región fluidizada líquido sólido,  $V_{lf}$  y  $V_{sf}$ , respectivamente, y su relación en términos de una ecuación del tipo Richardson y Zaki puede escribirse como:

$$V_{lf} = \frac{U_{lf}}{\varepsilon_{lf}} = \frac{U_l - U_g k [1 - x(1 - \varepsilon_{lf})]}{\varepsilon_{lf} [1 - \varepsilon_g (1 + k)]}, \quad (31)$$

$$V_{sf} = -\frac{U_g k x}{1 - \varepsilon_g (1 + k)}, \quad (32)$$

y

$$V_{lf} - V_{sf} = U_i (\varepsilon_{lf})^{n-1} \quad (33)$$

donde  $U_i$  es la velocidad superficial del líquido extrapolada a  $\varepsilon_l \rightarrow 1$  en la región líquido-sólido y  $n$  es el índice en la ecuación de Richardson y Zaki, cuyos valores se encuentran en la *Tabla 1.7*. La velocidad  $U_i$  puede estimarse con la siguiente expresión<sup>[115]</sup>:

$$U_i^{1.4} = 0.072 \frac{d_p^{1.6} (\rho_s - \rho_l) g}{\rho_l^{0.4} \mu_l^{0.6}} \quad 2 < \text{Re}_i < 500 \quad (34)$$

Tabla 1.7. Índices para la ecuación de Richardson-Zaki<sup>[114]</sup>

$n = 4.65 + d_p/D_c$	$Re_t < 0.2$
$n = (4.4 + 18 d_p/D_c) \cdot Re_t^{-0.03}$	$0.2 < Re_t < 1$
$n = (4.4 + 18 d_p/D_c) \cdot Re_t^{-0.1}$	$1 < Re_t < 200$
$n = 4.4 Re_t^{-0.1}$	$200 < Re_t < 500$
$n = 2.4$	$500 < Re_t$

donde

$$Re_t = \frac{U_t d_p \rho_l}{\mu_l} \quad (35)$$

Existen varias correlaciones publicadas en la literatura para estimar el cociente entre el volumen de la estela y el volumen de la burbuja,  $k$ , y el cociente entre la retención de sólidos en la estela y la retención de estos en la zona líquido-sólido,  $x$ <sup>[85,97,100,116]</sup>. La mayoría de las correlaciones son completamente empíricas y deberán ser usadas con precaución. Una comparativa realizada entre predicciones de varias correlaciones ha permitido destacar favorablemente a las de Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup> y a las de Baker y col.<sup>[116]</sup>. En su modelo Bhatia y Epstein permiten una variación en la retención de sólidos en un intervalo que va de cero al valor correspondiente en la fase continua. Sin embargo, los autores concluyen que siempre y cuando los sólidos estén mojados la suposición de una estela sin sólidos probablemente se justifique. Proponen la ecuación (36) para determinar  $k$  en el intervalo  $0 \leq x \leq 1$ :

$$k = k_0' (1 - \varepsilon)^3 \quad (36a)$$

y

$$k_0' = 0.61 + \frac{0.037}{\varepsilon_g + 0.013} \quad (36b)$$

Baker y col.<sup>[116]</sup> propusieron una correlación empírica para  $k_0$  así como una expresión para la porosidad en la región líquido-sólido en lugar de la comúnmente usada ecuación de Richardson y Zaki<sup>[114]</sup>. La ecuación (37) para calcular  $k_0$  fue propuesta por Baker y col.<sup>[116]</sup>, y es válida para  $x = 0$ :

$$k_0 = 0.01765 \left( \frac{U_l}{U_g} \right)^{0.61} \sigma^{-0.654} \quad (37)$$

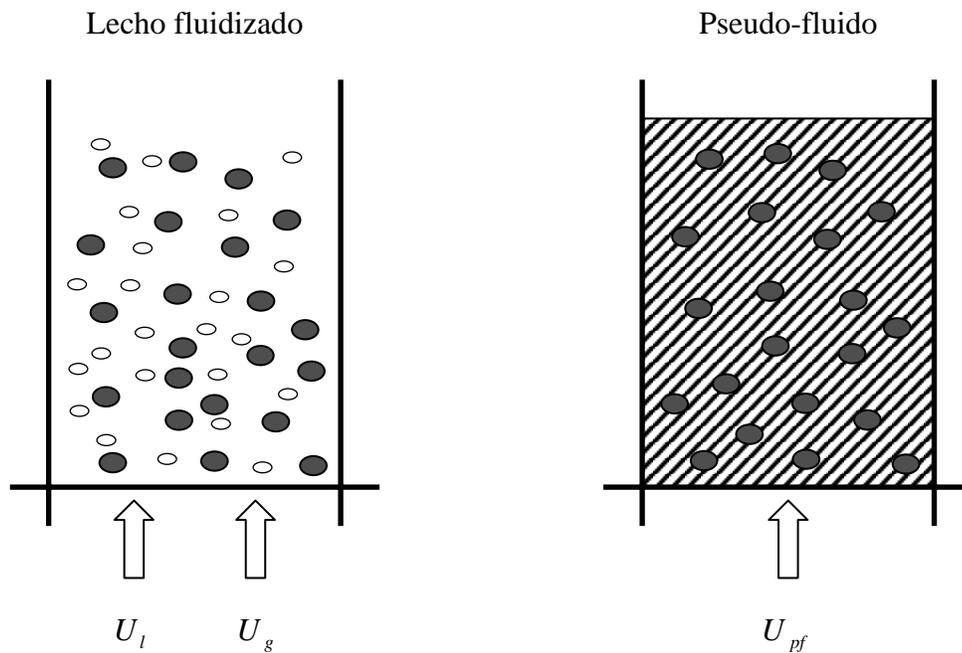
Prácticamente no existe ninguna evidencia en la literatura con respecto a la retención de sólidos en las estelas de burbujas en lechos fluidizados operados a presiones elevadas. Jiang y col.<sup>[4]</sup> analizaron criterios de contracción del lecho tras la introducción de gas a un lecho fluidizado líquido-sólido a presiones elevadas y encontraron buena correspondencia entre predicciones y datos experimentales para partículas de 2.1 mm cuando se suponía una estela libre de sólidos. En el presente trabajo también se ha supuesto una nula retención de sólidos en la estela, por ejemplo,  $x = 0$ . Con esta suposición la retención de líquido en la región fluidizada líquido-sólido ( $\varepsilon_{lf}$ ) puede relacionarse con las retenciones globales de gas y líquido a través de la ecuación (38):

$$\varepsilon_{lf} = \frac{\varepsilon_l}{1 - \varepsilon_g (1 - k)} \quad (38)$$

En el caso dado que se cuente con el valor de una de las retenciones globales de las fases, una resolución simultánea de las ecuaciones (31) a (34) y (38), junto con cualquiera de las ecuaciones (36) ó (37), permite calcular el valor de las retenciones de las otras dos fases. En muchos casos prácticos el nivel de expansión del lecho es una variable de proceso conocida que permite calcular la retención de sólidos en el lecho,  $\varepsilon_s$ , dados el inventario de sólidos y la densidad de las partículas de catalizador.

### I.4.2 Modelo del pseudo-fluido

El modelo pseudo-fluido<sup>[117]</sup> permite predecir las fracciones volumétricas de las fases (gas, líquido y sólido) y por tanto también la porosidad del lecho fluidizado de tres fases a condiciones atmosféricas y en flujo de burbujas dispersas. Este modelo considera hipotéticamente al líquido y a las burbujas de gas como un solo fluido homogéneo (pseudo-fluido), cuyas características tales como la densidad, viscosidad y flujo son tales que darán el mismo efecto total de interacción sobre la fase de partículas dispersas (*Figura 1.9*).



*Figura 1.9.* Representación esquemática del lecho fluidizado de tres fases y una aproximación del pseudo-fluido<sup>[117]</sup>

La estimación de las características del pseudo-fluido puede realizarse mediante las siguientes ecuaciones:

$$\rho_{pf} = \varepsilon_l^* \rho_l + \varepsilon_g^* \rho_g ; \quad (39)$$

$$\mu_{pf} = \mu_l (1 + \varepsilon_g^*) \quad (40)$$

$$U_{pf} = U_l + U_g \quad (41)$$

donde  $\varepsilon_l^*$  y  $\varepsilon_g^*$  son las fracciones volumétricas del líquido y del gas en ausencia de sólidos. Las ecuaciones (39) y (41) no son más que los promedios ponderados de los valores del líquido y el gas. La ecuación (40) ha sido obtenida a partir de la relación reportada para una suspensión de un fluido de esferas a baja concentración<sup>[105]</sup>:

$$\mu = \mu_c \left( 1 + 2.5\alpha \frac{\mu_D + 0.4\mu_c}{\mu_D + \mu_c} \right) \quad (42)$$

donde el subíndice  $D$  se refiere a la fase dispersa, el subíndice  $C$  a la fase continua y  $\alpha$  a la fracción volumétrica de la fase dispersa. Para sistemas gas-líquido, con el gas como fase dispersa, la ecuación (42) se reduce a la ecuación (40), cuando  $\mu_D$  es despreciable comparada con  $\mu_c$ .

La fracción volumétrica de la fase sólida puede predecirse a partir de las características del pseudo-fluido asumiendo que el espacio vacío y la relación de velocidad siguen la ecuación (43) de Richardson y Zaki<sup>[114]</sup>:

$$\varepsilon = \left( \frac{U_{pf}}{U_s^0} \right)^{1/n} \quad (43)$$

donde  $n$  es el índice de Richardson-Zaki y  $U_s^0$  es la velocidad terminal de asentamiento de una partícula en el pseudo-fluido, misma que puede estimarse a partir de la correlación (44) dada por Schlichting<sup>[115]</sup>

$$U_s^0 = \left[ 0.072 \frac{d_v (\rho_s - \rho_{pf}) g}{\rho_{pf}^{0.4} \mu_{pf}^{0.6}} \right]^{1/1.4} ; \quad 2 \langle \text{Re}_t \rangle < 500 \quad (44)$$

De acuerdo a la aproximación propuesta por Di Felice<sup>[117]</sup>, el sistema llega a ser completamente predictivo una vez que se conozcan las condiciones del sistema y se hayan estimado los valores de  $\varepsilon_l^*$  y  $\varepsilon_g^*$ . Para la estimación de  $\varepsilon_l^*$  y  $\varepsilon_g^*$  se asume que el sistema gas-líquido no se ve afectado por la presencia de partículas sólidas, aparte en la reducción causan un área de flujo. Para relacionar las fracciones volumétricas del gas y el líquido con sus caudales, Di Felice utilizó la ecuación (45) propuesta por Wallis<sup>[105]</sup>:

$$U_g(1 - \varepsilon_g^*) - U_l \varepsilon_g^* = U_g^0 \varepsilon_g^* (1 - \varepsilon_g^*)^2 \quad (45)$$

donde  $U_g^0$  es la velocidad terminal de una sola burbuja en el líquido.

---

---

## Capítulo II. Parte experimental

Con el propósito de simular el comportamiento hidrodinámico del sistema de lecho ebullente a alta presión y temperatura se empleó el sistema experimental en frío, es decir, se realizó experimentación en la planta de estudios hidrodinámicos a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, misma que se encuentra ubicada en el Área III, del edificio de Plantas Piloto del Instituto Mexicano del Petróleo, en la ciudad de México, D.F. (*Figuras 2.1 y 2.2*). En esta unidad se realizaron experimentos con la finalidad de estudiar la hidrodinámica del reactor de lecho ebullente, utilizando como fase líquida agua, diesel y turbosina; como fase sólida perlas de vidrio, y catalizadores comerciales (fresco y de equilibrio) para hidrotratamiento de fracciones pesadas del petróleo; y como fase gas, aire y nitrógeno.

Otra parte de la experimentación se realizó en la planta piloto de hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo a condiciones de presión y temperatura elevadas. Esta planta se encuentra ubicada en el Área 0, del edificio de Plantas Piloto del Instituto Mexicano del Petróleo (*Figuras 2.6 y 2.7*). En esta unidad se realizaron experimentaciones con la finalidad de estudiar el efecto de la presión y la temperatura sobre la hidrodinámica del lecho ebullente. Se realizaron pruebas experimentales a 25 y 100°C, y a presiones de 1.0, 7.5 y 15.0 MPa, utilizando como fase líquida diesel; como fase sólida partículas esféricas de vidrio de 1.71 mm de diámetro; y como fase gas, nitrógeno.

### II.1 Materias primas

Para las pruebas experimentales del estudio hidrodinámico a temperatura ambiente y presión atmosférica, se seleccionó un catalizador comercial para hidrotratamiento a base de óxidos de níquel y molibdeno soportados sobre alúmina, tanto en sus condiciones de material fresco como de material de equilibrio (catalizador previamente sometido a condiciones de reacción), y cuyas propiedades se muestran en la *Tabla 2.1*.

Tabla 2.1. Propiedades físicas de los catalizadores.

Propiedad	Catalizador fresco	Catalizador de equilibrio
Forma	Cilíndrico	Cilíndrico
Longitud promedio, mm	4.39	1.87
Diámetro promedio de partícula, mm	0.79	0.79
Densidad relativa, adim.	0.945	1.87
Volumen de absorción, cm <sup>3</sup> /g cat. seco	0.73	0.12

La densidad de las partículas y el volumen de absorción se determinaron conforme al método estándar ASTM C128-01<sup>[118]</sup>, cuya traducción se encuentra en el *Anexo 1*.

Con la finalidad de simular el comportamiento hidrodinámico del sistema de lecho ebullente a alta presión y temperatura empleando el sistema experimental en frío, se utilizó como fase líquida diesel, turbosina, y agua para comparar los resultados experimentales con los reportados en la literatura por otros autores<sup>[9, 90-93, 106-108]</sup>, y como fase gas se emplearon aire y nitrógeno. Las propiedades físicas de los líquidos se presentan en la *Tabla 2.2*.

Tabla 2.2. Propiedades físicas de los líquidos

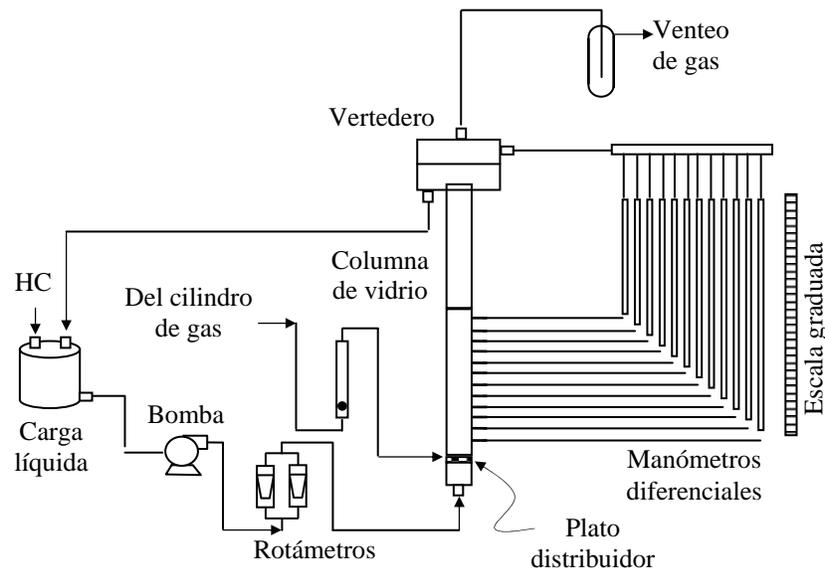
Propiedad	Agua	Diesel	Turbosina
Densidad, kg/m <sup>3</sup>	997	836	798
Viscosidad cinemática, cSt			
@ 20°C	1.00 *	5.34	1.89
@ 40°C		3.28	1.40
@ 54.4°C		2.46	1.13
Tensión superficial (x10 <sup>3</sup> ) N/m	72.8	30	26

\* Viscosidad (x10<sup>3</sup>) kg/m's

Para las pruebas experimentales a presión y temperaturas altas, se utilizaron nitrógeno, diesel, y partículas esféricas de vidrio de 1.71 mm de diámetro, con densidad de 2509 kg/m<sup>3</sup>.

## II.2 Descripción del sistema experimental para temperatura ambiente y presión atmosférica

En la *Figura 2.1* se presenta el sistema experimental en forma esquematizada. Este consta principalmente de una columna de vidrio con un diámetro interno de 0.1 m y altura de 1.4 m, en la cual se lleva a cabo la fluidización del lecho. La columna contiene doce tomas de presión distribuidas a diferente altura y conectadas a manómetros diferenciales. En la base de la columna se tiene un plato multiperforado de aluminio que sirve como distribuidor a los flujos alimentados de gas y líquido; sobre el distribuidor se colocó una malla metálica que sirve para prevenir que caigan partículas finas a través de los orificios del distribuidor. Tanto el flujo de líquido como el de gas se miden con rotámetros previamente a su introducción al lecho. En la parte superior de la columna (vertedero) el gas se separa del líquido donde se ventea a la atmósfera, mientras el líquido regresa a un tanque de almacenamiento de 25 litros de donde se vuelve a bombear el flujo deseado a la columna, utilizando una bomba de engranes con capacidad para flujos de hasta 60 L/min.



*Figura 2.1.* Esquema simplificado de la planta de estudios hidrodinámicos de lecho ebullente

Adicionalmente, se colocaron mallas metálicas en las salidas laterales para evitar que el catalizador sea transportado fuera de la columna.

El procedimiento de operación de la planta de estudios hidrodinámicos<sup>[119]</sup> se describe brevemente en el *Anexo 2*.

En la *Figura 2.2* se presenta una fotografía de la planta de estudios hidrodinámicos de lecho ebullente empleada en la experimentación a condiciones de presión atmosférica y temperatura ambiente.

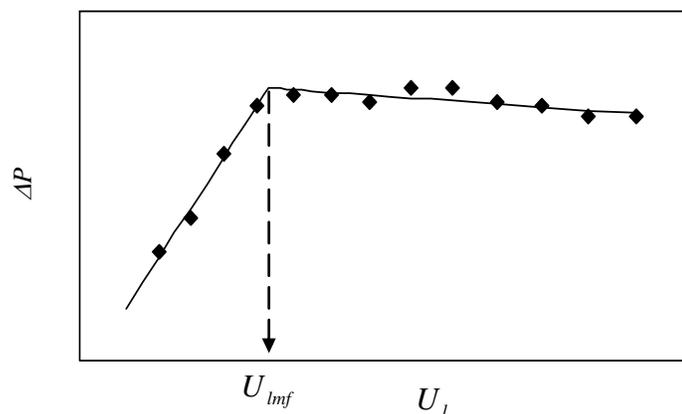


*Figura 2.2.* Planta de estudios hidrodinámicos de lecho ebullente<sup>[119]</sup>

## II.3 Pruebas experimentales a temperatura ambiente y presión atmosférica

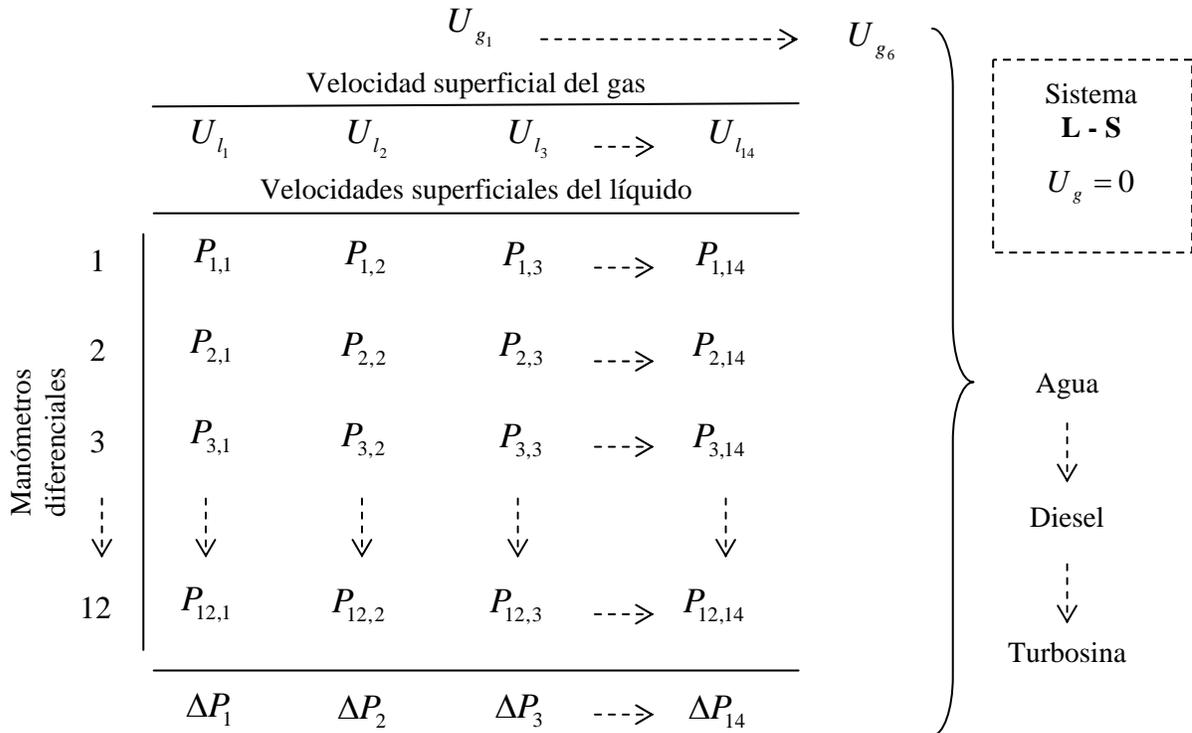
### II.3.1 Determinación de la velocidad mínima de fluidización

Para la determinación experimental de la velocidad mínima de fluidización ( $U_{lmf}$ ), se cargó la columna a una altura entre las salidas laterales 3 y 4 (numeradas de abajo hacia arriba), utilizando una masa de catalizador fresco y seco de aproximadamente 2 kg. En una prueba experimental típica, el sistema se fluidiza primeramente fijando en el rotámetro la velocidad superficial del líquido ( $U_l$ ) en el valor más alto de los valores a considerar. Posteriormente, la velocidad superficial del gas ( $U_g$ ) se fija en un valor de interés. Para determinar  $U_{lmf}$  se varió  $U_l$  de manera decreciente, manteniendo  $U_g$  constante, y se registró para cada condición de fluidización la distribución de presiones dinámicas a lo alto de la columna. Al graficar la caída de presión dinámica ( $\Delta P$ ) en el lecho en función de  $U_l$  para cada condición de fluidización (a una  $U_g$  determinada), se observa que hay dos líneas de diferente pendiente que corresponden a lecho fijo y lecho fluidizado, cuya intersección corresponde al valor experimental de la velocidad mínima de fluidización, como puede observarse en la *Figura 2.3*<sup>[11]</sup>.



*Figura 2.3.* Determinación gráfica de la velocidad mínima de fluidización<sup>[11]</sup>

En la *Figura 2.4* se presentan las condiciones de operación y las pruebas experimentales realizadas para la determinación de la velocidad mínima de fluidización, tanto para el catalizador industrial fresco como para el de equilibrio, utilizando como fase líquida agua, diesel y turbosina. Para cada caso, también se determinó la velocidad mínima de fluidización para el sistema líquido-sólido correspondiente ( $U_g = 0$ ).

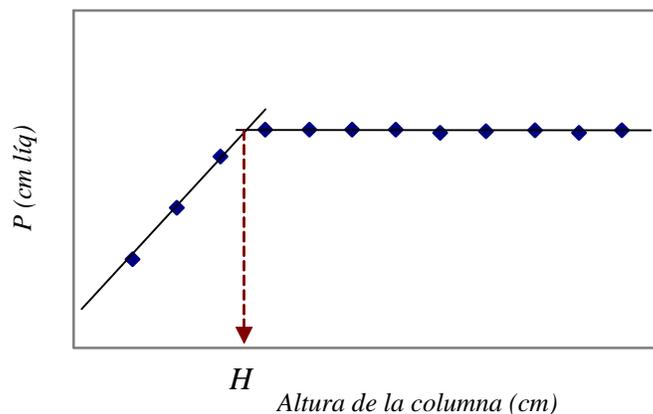


*Figura 2.4.* Esquema simplificado del diseño experimental

### II.3.2 Determinación de la expansión del lecho y la porosidad

Para la determinación de la expansión del lecho y la porosidad, se cargó a la columna una masa de catalizador seco de aproximadamente 2.0 y 1.4 kg para los catalizadores fresco y de equilibrio, respectivamente. En esta prueba experimental, el sistema se fluidiza primeramente fijando en el rotámetro la velocidad superficial del líquido,  $U_l$ , en el valor más bajo de los valores a considerar. Posteriormente, la velocidad superficial del gas,  $U_g$ , se fija en un valor

de interés. Para determinar la expansión del lecho y la porosidad se aumentó  $U_l$  gradualmente, manteniendo  $U_g$  constante, y se registró para cada condición de fluidización la distribución de presiones dinámicas a lo alto de la columna a través de los manómetros diferenciales, los cuales se utilizan para obtener la altura del lecho. Para determinar la altura del lecho expandido se recurre al hecho de que las presiones dentro de la columna suelen variar en forma aproximadamente lineal con la altura de la columna, pero con la particularidad que dentro del lecho (zona de tres fases) sucede con una pendiente distinta a como varía la presión en la zona gas-líquido que se encuentra encima del lecho expandido. Al graficar los valores de presión en función de la altura de la columna se obtienen dos rectas de distinta pendiente, cuya intersección corresponde a la altura de expansión del lecho ( $H$ ), como puede verse en la *Figura 2.5*. A partir de dicha información se puede calcular la porosidad del lecho ( $\varepsilon$ ) mediante la ecuación (1) {sección I.2.1.1, pag. 19}.



*Figura 2.5.* Determinación gráfica de la altura de expansión del lecho

El diseño experimental utilizado en este caso es similar al de la *Figura 2.4*, excepto que para la determinación de la porosidad y expansión del lecho, la velocidad superficial del líquido se incrementa gradualmente.

### II.3.3 Determinación de las fracciones retenidas del gas, líquido y sólido

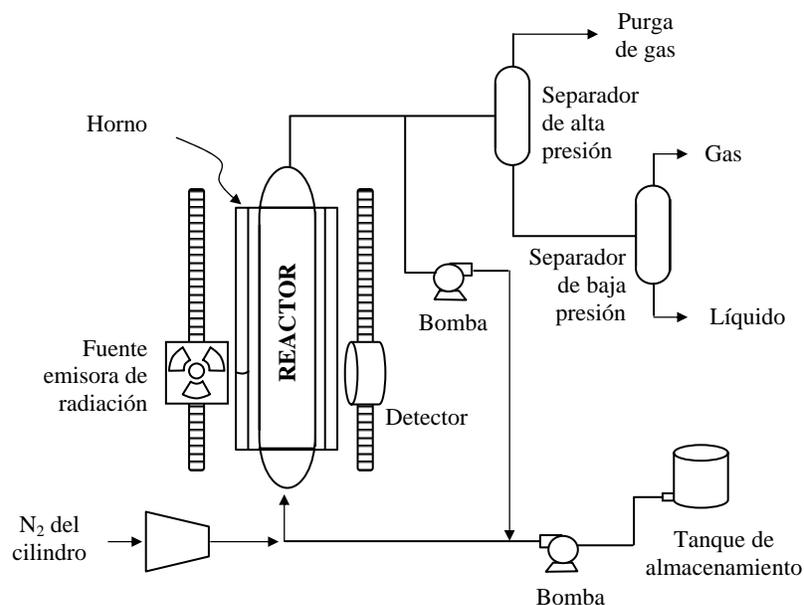
Una vez conocida la altura del lecho expandido, la fracción retenida del sólido  $\varepsilon_s$  puede obtenerse fácilmente a partir de la ecuación (1). La fracción volumétrica de la fase líquida  $\varepsilon_l$  puede calcularse a partir del gradiente de presión total basado en la ecuación (4) y la fracción volumétrica de la fase gas  $\varepsilon_g$  puede obtenerse por diferencia basándose en la ecuación (2) {sección I.2.1.1, pag. 19}.

## II.4 Descripción del sistema experimental para condiciones de presión y temperatura altas

Para la determinación de parámetros hidrodinámicos experimentales a presiones elevadas se utilizó la sección de reacción de la planta piloto de hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo, misma que se encuentra ubicada en el Área 0, del edificio de Plantas Piloto del Instituto Mexicano del Petróleo, en la ciudad de México, D.F. (*Figura 2.6*). La planta consta principalmente de dos reactores cilíndricos de 434 cm de altura y 2.94 cm de diámetro, aunque para la experimentación de este trabajo se utilizó sólo uno de ellos; un horno para mantener la temperatura controlada, dos bombas de líquido, un separador de alta presión y otro de baja presión, un tanque de almacenamiento de líquido y una unidad de control. El sistema ha sido diseñado para operar a condiciones severas de temperatura y presión, de manera que en los experimentos se han considerado presiones de hasta 15 MPa. El lecho consistió de partículas de vidrio de 1.71 mm de diámetro, con densidad de 2509 kg/m<sup>3</sup>, soportado por una malla metálica colocada en la base del reactor, fluidizado por una mezcla ascendente de diesel y nitrógeno.

Se obtuvieron perfiles de densidad del lecho con un densímetro comercial de rayos gamma SGD Density System Unit de TN Technologies. La técnica empleada es completamente no invasiva y se basa en la atenuación de la energía para medir la densidad, así al variar la densidad del lecho también lo hace la energía que penetra el mismo. El sistema básicamente

consiste de una unidad fuente de densidad nuclear instalada en una estructura móvil, la cual sirve para desplazar la unidad axialmente a lo alto del reactor. Dicha unidad consta, de una fuente de Cesio 137 en un contenedor de acero relleno de plomo, ubicado de un lado del reactor y un detector colocado del lado opuesto. Para poder determinar la densidad del lecho a una altura determinada es necesario que el sistema se haya calibrado previamente con un fluido de densidad conocida para que a partir de ello, y los coeficientes de atenuación de los materiales del sistema, calcule la respuesta a los cambios en densidad.



*Figura 2.6.* Diagrama simplificado del sistema experimental de lecho ebullente a alta presión

La planta piloto cuenta con monitoreo de las variables de operación en tiempo real desde una unidad de control, asimismo se lleva un registro de las variaciones de densidad del lecho a diferentes alturas del reactor y para diferentes condiciones de operación.

En la *Figura 2.7* se presenta una fotografía de la planta piloto de hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo, empleada en la experimentación a condiciones de presión y temperatura altas.



*Figura 2.7.* Planta piloto de hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo a condiciones de presión y temperatura elevadas

## **II.5 Pruebas experimentales a condiciones de presión y temperatura altas**

Inicialmente se carga de diesel el reactor y antes de introducir el termopozo, se toma el perfil de densidad nuclear a lo alto del reactor. Posteriormente se cargan 900 mL de partículas de

vidrio. Se realiza un experimento a presión atmosférica, temperatura ambiente, sin flujo de nitrógeno y se determinan las densidades a lo alto del reactor.

Posteriormente, se introduce el termopozo y se realiza la prueba de hermeticidad de la planta. A temperatura de 25 °C y sin flujo de nitrógeno, se presiona el sistema hasta 1.0 MPa. Se ajusta el flujo de diesel en un valor mínimo, se estabilizan las condiciones y se toma el perfil de densidad nuclear a lo alto del reactor.

A las mismas condiciones, se ajusta el flujo de diesel a un valor más alto, se espera un tiempo de estabilización de condiciones y se toma el perfil de densidad nuclear a lo alto del reactor. Este procedimiento se repite con diferentes flujos de diesel evitando llegar a una expansión del 40% del lecho. Enseguida, se introduce un flujo mínimo de nitrógeno y se experimenta a todos los flujos de diesel, tomando los perfiles de densidad para cada condición de operación. Y así sucesivamente, variando todos los flujos de nitrógeno y para cada uno de ellos variando todos los flujos de líquido, tomando perfiles de densidad a cada condición de operación.

Después se ajusta la presión del sistema a 7.5 MPa y se repite el procedimiento experimental anterior. Se realiza lo mismo para una presión del sistema de 15.0 MPa.

Finalmente, se ajusta la temperatura a 100 °C y se repite el procedimiento experimental anterior para todos los flujos de nitrógeno y diesel a las presiones 1.0, 7.5 y 15.0 MPa.

El programa experimental realizado en la planta piloto de hidrodeseintegración de fracciones pesadas del petróleo a condiciones de presión y temperatura elevadas se describe brevemente en el *Anexo 3*.

### **II.5.1 Determinación de las fracciones retenidas del gas, líquido y sólido**

Una vez determinados los perfiles de densidad, se calculan las densidades de lecho promedio,

$$\rho_B \cdot$$

Por otro lado, las alturas del lecho expandido ( $H$ ), se determinan ubicando la altura a la cual se presenta un cambio abrupto en el perfil axial de densidad del lecho, el cual corresponde al cambio de densidad entre el lecho fluidizado gas-líquido-sólido y la zona por arriba en la que el sistema es gas-líquido.

La fracción global de sólidos retenidos en el lecho ( $\varepsilon_s$ ) está relacionada con la expansión del lecho fluidizado mediante la expresión (46):

$$\varepsilon_s = \frac{4M_p}{\pi D_t^2 \rho_s H} \quad (46)$$

donde  $M_p$  es la masa de las partículas,  $D_t$  el diámetro del reactor,  $\rho_s$  la densidad del sólido y  $H$  la altura del lecho expandido.

Las fracciones volumétricas retenidas de las fases gas y líquida se pueden determinar de la solución de las siguientes ecuaciones:

$$\rho_B = \rho_s \varepsilon_s + \rho_l \varepsilon_l + \rho_g \varepsilon_g \quad (47)$$

$$\varepsilon_g + \varepsilon_l + \varepsilon_s = 1 \quad (2)$$

## II.5.2 Determinación de la velocidad mínima de fluidización

Para la determinación de la velocidad mínima de fluidización se siguió el mismo procedimiento experimental descrito en la sección II.5. Para obtener la velocidad mínima de fluidización los datos de expansión del lecho se graficaron en función de las velocidades de líquido, para una velocidad del gas y presión determinadas, y se extrapola la curva de alturas a la correspondiente altura inicial del lecho; la velocidad en dicho punto es la velocidad en la que inicia la expansión del lecho y por lo tanto la fluidización de éste.

### II.5.3 Régimen de flujo de las burbujas

El equipo experimental y procedimiento utilizados son los mismos a los descritos en las secciones II.4, II.5 y II.5.1 para determinar las fracciones retenidas de gas y líquido en el lecho. Para el cálculo del flux de arrastre del gas  $j_{cd}$ , se utiliza la ecuación (6) {sección I.2.1.5, pag. 31}.

Con los resultados experimentales de las fracciones retenidas de gas y líquido a diferentes presiones, se determinan los correspondientes flux de arrastre del gas y se analiza el efecto de la presión en el régimen de flujo de las burbujas.

---

---

## Capítulo III. Resultados y discusión

En este capítulo se presentan los resultados experimentales obtenidos en la Planta de Estudios Hidrodinámicos a condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica, tales como la velocidad mínima de fluidización, expansión y porosidad del lecho, y fracciones volumétricas del gas, líquido y sólido. Con estos resultados se analiza el efecto de las velocidades superficiales del gas y el líquido sobre los parámetros antes mencionados para sistemas que incluyen agua y diesel, catalizadores fresco y de equilibrio, aire y nitrógeno. Asimismo, se contrastan los resultados experimentales de algunos parámetros hidrodinámicos con los obtenidos a partir de correlaciones empíricas y modelos fenomenológicos.

También se muestran los resultados obtenidos en la Planta Piloto de Hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo a condiciones de presión y temperatura elevadas, como las fracciones volumétricas del gas, líquido y sólido, velocidad mínima de fluidización, régimen de flujo, etc. Se analiza el efecto de la presión, temperatura y velocidad superficial del gas sobre la retención de las fases, la porosidad del lecho y la velocidad mínima de fluidización.

Adicionalmente, se ilustran los resultados de retención de fases de las simulaciones realizadas con el modelo generalizado de la estela a altas presiones y su comparación con los resultados experimentales de este trabajo. Así también, se muestran los resultados de simulaciones realizadas con este modelo para predecir las retenciones a altas presiones reportadas por Luo y col.<sup>[6]</sup>.

Finalmente, se presentan los resultados experimentales de porosidad del lecho a altas presiones para partículas esféricas de vidrio, el efecto de la temperatura y de la velocidad superficial del gas, así como las simulaciones correspondientes realizadas con el modelo del pseudo-fluido, mismas que permiten definir el régimen del flujo de dichos experimentos.

### III.1 Experimentación a temperatura ambiente y presión atmosférica

#### III.1.1 Velocidad mínima de fluidización

La velocidad mínima de fluidización del líquido a una velocidad constante del gas,  $U_g$ , definida como el punto en el cual las partículas sedimentan para formar un lecho fijo, tal como se observa de manera visual a través de la columna de vidrio de la planta de estudios hidrodinámicos y por un cambio brusco en la gráfica del gradiente de presión contra  $U_l$ , se determinó variando en forma decreciente la velocidad superficial del líquido<sup>[1]</sup>. En la *Figura 3.1* se presenta la variación de la velocidad mínima de fluidización con la velocidad superficial del gas. Para los tres sistemas considerados, independientemente del líquido manejado, se observó que  $U_{lmf}$  disminuye al aumentarse  $U_g$ ; tal dependencia también ha sido reportada por otros autores<sup>[1,9,91,94]</sup>. Este comportamiento se atribuye a que la presencia de gas desplaza en el lecho parte del volumen ocupado originalmente por el líquido, con lo cual se incrementa la velocidad intersticial de esta fase. Una mayor velocidad relativa entre el líquido y los sólidos genera entonces un incremento en la fuerza de arrastre sobre las partículas y con ello una fluidización más temprana del lecho.

En la *Figura 3.1* también se observa que las velocidades mínimas de fluidización son de menor magnitud para los sistemas fluidizados con diesel que con agua. Estas diferencias pueden atribuirse tanto a la naturaleza propia de los fluidos como a sus propiedades físicas tales como viscosidad y densidad, así como también a la densidad de las partículas saturadas con líquido. De acuerdo a la ecuación empírica de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> para el cálculo de la velocidad mínima de fluidización, el cociente entre estas velocidades para los sistemas con agua y diesel,  $(U_{lmf})_{agua} / (U_{lmf})_{diesel}$ , fue de 2.1, valor cercano al aproximadamente 1.9 observado experimentalmente pero que contrasta con otras predicciones como el valor 1.6 de la correlación de Costa y col.<sup>[90]</sup>, por ejemplo.

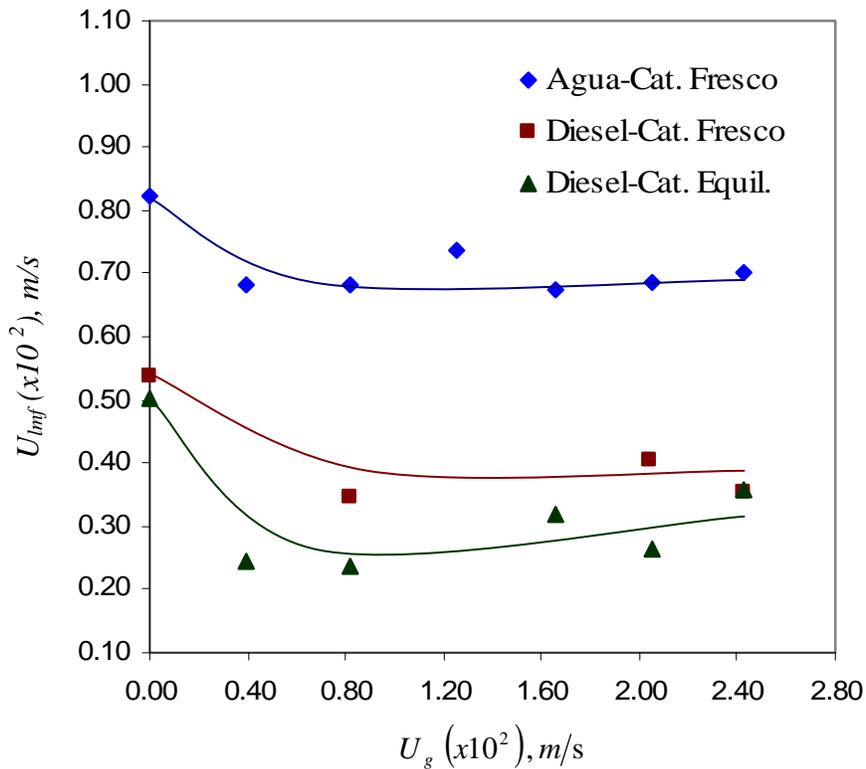


Figura 3.1. Variación de la velocidad mínima de fluidización con la velocidad superficial del gas para distintos sistemas gas-líquido-sólido.

Existen varias correlaciones publicadas en la literatura para predecir  $U_{lmf}$ , algunas de las más referenciadas en la literatura se presentan en la *Tabla 3.1*<sup>[93]</sup>. La mayoría de estas correlaciones han sido derivadas, al menos en parte, a partir de datos obtenidos de sistemas basados en el uso de agua o soluciones acuosas, y en los que, además, las partículas sólidas empleadas suelen ser partículas de vidrio. Con el propósito de evaluar su desempeño de predicción en sistemas donde el líquido es una fracción de petróleo y las partículas son de catalizador en forma de extrudido, las velocidades mínimas de fluidización experimentales se han comparado con las predicciones de cada una de las correlaciones de la *Tabla 3.1*. Algunas de estas correlaciones hacen uso en sus predicciones del valor de la velocidad mínima de fluidización del sistema líquido-sólido,  $U_{lmf}^0$ , y en tales casos se utilizaron los valores experimentales respectivos.

La *Tabla 3.1* se indica los Errores Relativos Absolutos Promedios (ERAP) de las predicciones de las correlaciones para los sistemas mencionados en la *Figura 3.1*. Como puede verse, para un mismo catalizador, en términos generales los errores son de menor magnitud para el sistema con agua que con diesel. Este resultado quizá no deba de sorprender si se considera que las susodichas correlaciones se derivan en buena medida en datos surgidos de sistemas experimentales basados en agua o soluciones acuosas. En términos comparativos, se aprecia de los resultados en la *Tabla 3.1* que varias correlaciones mostraron errores relativamente bajos en la predicción de  $U_{mf}$  para el sistema aire-agua-catalizador fresco, sin embargo, entre ellas la de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> parece mostrar tanto un menor error como una menor dispersión de éstos en términos de su desviación estándar. Por otro lado, para los sistemas con diesel las predicciones con menores ERAP estuvieron en alrededor al 25 por ciento y correspondieron a las correlaciones de Song y col.<sup>[91]</sup>, la ecuación dimensional de Larachi y col.<sup>[93]</sup>, y la correlación de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> como se ilustra en la *Tabla 3.1*. Todas estas correlaciones mostraron errores de predicción menores al 29% reportado por Larachi y col.<sup>[93]</sup> para su correlación dimensional.

*Tabla 3.1.* Resultados estadísticos para las correlaciones de la *Tabla 1.3* en su predicción de los datos experimentales de  $U_{mf}$  del presente trabajo.

Referencias	No. Ecuación	Sistema Aire-agua-catalizador		Sistema Nitrógeno-diesel-catalizador	
		ERAP (%)	$\sigma$ (%)	ERAP (%)	$\sigma$ (%)
Ermakova y col. <sup>[106]</sup>	(9)	36	8	35	18
Bloxom y col. <sup>[107]</sup>	(10)	49	21	138	115
Begovich & Watson <sup>[9]</sup>	(11a)	33	14	27	24
Begovich & Watson <sup>[9]</sup>	(11b)	8	6	37	32
Fortin <sup>[108]</sup>	(12)	13	14	152	82
Costa y col. <sup>[90]</sup>	(13)	26	14	47	53
Song y col. <sup>[91]</sup>	(14)	15	11	24	21
Nacef <sup>[92]</sup>	(15)	11	8	32	33
Larachi y col. <sup>[93]</sup>	(16b)	12	10	25	15

$\sigma$ : Desviación estándar

Para propósitos de operación y diseños de reactores de lecho ebullente es importante disponer de correlaciones que permitan estimar parámetros hidrodinámicos a distintas condiciones de operación. Uno de dichos parámetros de fundamental importancia es la velocidad mínima de fluidización. Varias de las correlaciones disponibles en la literatura mostraron relativamente buenas predicciones de este parámetro para sistemas aire-agua-catalizador pero su error se incrementó notablemente para sistemas con diesel como fase líquida. La correlación de Larachi y col.<sup>[93]</sup>, en su versión adimensional, fue una de las mejores correlaciones probadas en términos de un menor error global para los dos sistemas de agua y diesel, así como por una menor dispersión de la distribución de errores.

### III.1.2 Expansión del lecho

La *Figura 3.2* exhibe la variación de la expansión (cociente de alturas del lecho fluidizado y la correspondiente a lecho fijo) con la velocidad superficial del líquido para distintos valores de la velocidad del gas del sistema aire-agua-catalizador fresco. Como puede verse en esta figura, a velocidades bajas de líquido el lecho permanece en lecho fijo para todo el intervalo de velocidades de gas manejado. Así, aproximadamente a una velocidad del líquido de 0.7 cm/s el lecho inicia a expandirse y continúa en su tendencia al aumentar la velocidad del líquido. La expansión parece crecer menos rápidamente al incrementarse la velocidad del gas y de hecho llega a ser menor que la del lecho líquido-sólido ( $U_g = 0.0$  cm/s). El efecto de la presencia del gas parece reducirse al incrementarse la velocidad del líquido pues se nota una tendencia de acercamiento entre las distintas curvas.

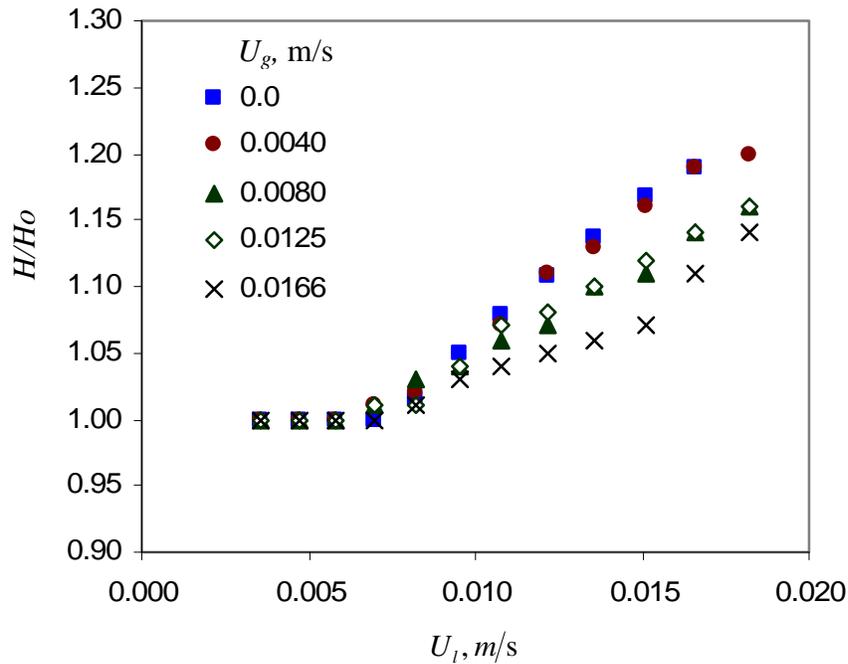
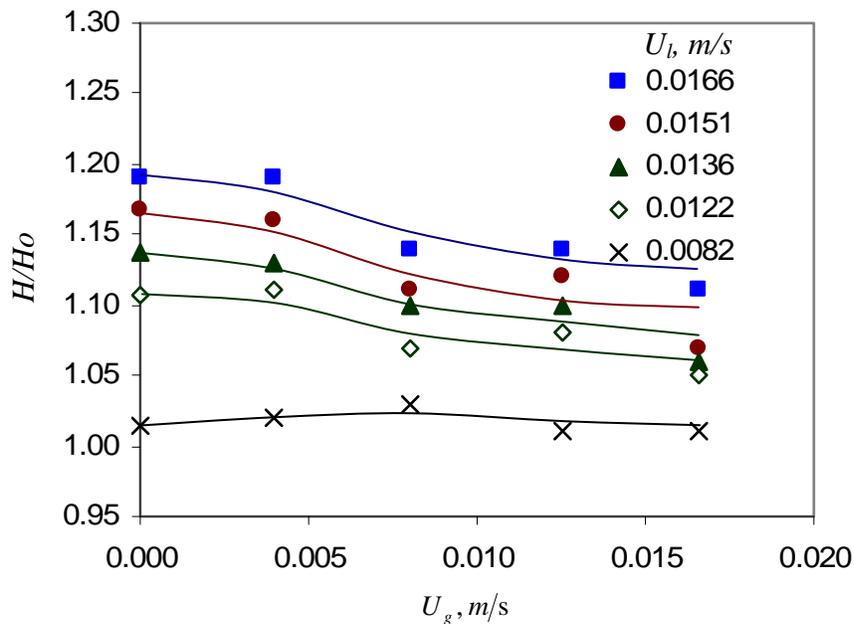


Figura 3.2. Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del líquido para el sistema aire-agua-catalizador fresco.

La variación de la expansión del lecho,  $H/H_0$ , con la velocidad superficial del gas se muestra en la Figura 3.3 para el sistema aire-agua-cat. fresco. Como puede verse, a una velocidad dada de líquido, un aumento en la velocidad del gas tiende en este sistema a producir una contracción del lecho respecto del valor del sistema líquido-sólido. Estos resultados contrastan con los de la Figura 3.2 en los que se aprecia una expansión continua del lecho al incrementarse la velocidad del líquido. La contracción del lecho observada con la introducción de la fase gas ha sido reportada en sistemas en el régimen de burbujas en coalescencia en los cuales las burbujas arrastran parte del flujo de líquido. Al parecer esta reducción en la cantidad de líquido que fluye entre los intersticios de las partículas es responsable de una menor expansión en la región líquido-sólido del lecho<sup>[120]</sup>.

Las Figuras 3.4 y 3.5 ilustran la expansión del lecho con la velocidad del gas respectivamente para los sistemas nitrógeno-diesel- catalizador fresco y nitrógeno-diesel- catalizador de equilibrio. Para estos sistemas no se observó la contracción del sistema con agua e, inclusive,

para el sistema con catalizador fresco se notó una clara tendencia del lecho a expandirse. Al parecer estos resultados están asociados a las características espumantes del diesel que favorecen la presencia de burbujas comparativamente más pequeñas que las observadas en sistemas con agua. Comportamiento similar en términos de expansión del lecho han sido reportados para otros líquidos espumantes como es el caso del queroseno y ello se ha atribuido a sus características inhibitorias de la coalescencia de burbujas<sup>[11]</sup>. Una comparación entre los niveles de expansión de lecho para los sistemas con agua y diesel (*Figuras 3.3 y 3.4*) muestra una mayor expansión para el diesel bajo velocidades superficiales comparables de gas y líquido. Esto al parecer se debe a la presencia de burbujas de menor tamaño en el sistema con diesel y a la mayor viscosidad de éste último.



*Figura 3.3.* Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del gas para el sistema aire-agua-catalizador fresco.

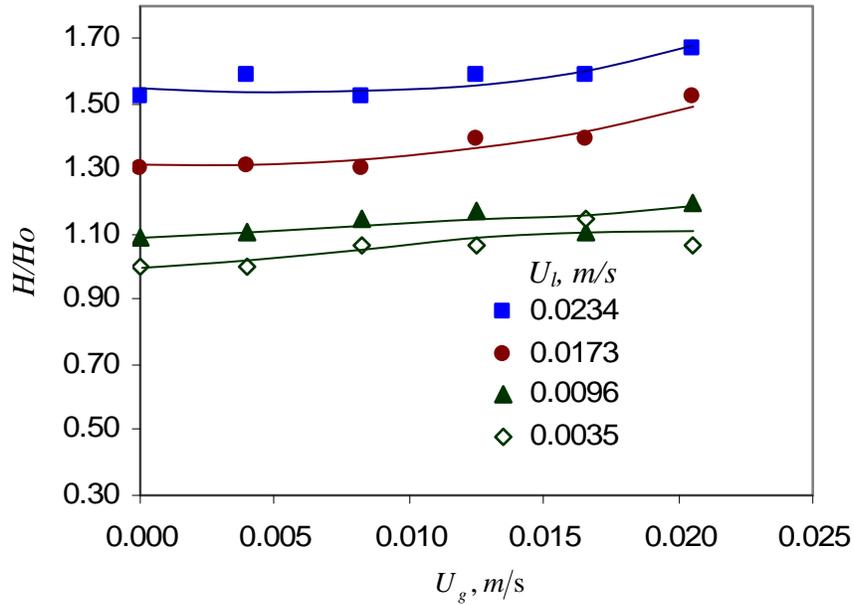


Figura 3.4. Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del gas para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador fresco.

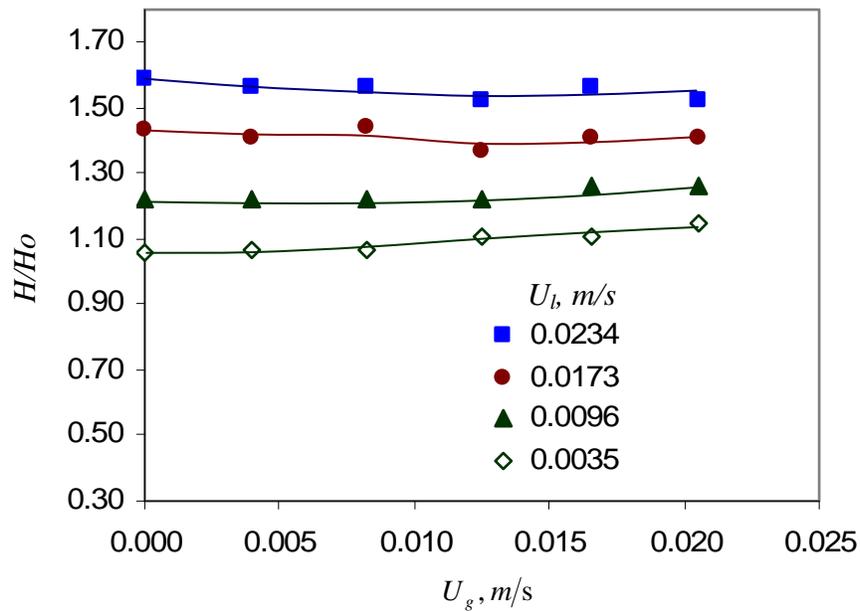


Figura 3.5. Variación de la expansión del lecho en función de la velocidad del gas para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador de equilibrio.

El comportamiento hidrodinámico de un sistema puede depender de la naturaleza del líquido empleado en el sentido de si éste se trata de uno que inhibe o no la coalescencia. De los resultados aquí presentados, así como de los de otros autores<sup>[11,120]</sup>, se observa que fracciones del petróleo como queroseno y diesel tienden a mostrar burbujas de menor tamaño que las que se detectan en lechos con fluidos como el agua. La hidrodinámica entre sistemas con agua o diesel resultó diferente en aspectos como la dependencia de la fracción de expansión con la velocidad del gas; así, mientras en un sistema con agua como fase líquida el lecho tendía a contraerse al incorporarse la fase gas, con diesel el lecho mostraba una ligera tendencia a expandirse.

### III.1.3 Efecto de las velocidades de líquido y gas sobre la porosidad

La porosidad del lecho se presenta en la *Figura 3.6(a)* para el sistema aire-agua-catalizador fresco, en función de la velocidad del gas y para varios valores de la velocidad del líquido. Como se puede apreciar, al introducirse gas al lecho su porosidad tiende a decrecer al principio para después aumentar con la velocidad del gas. También se puede ver en esta figura que la porosidad del lecho aumenta con la velocidad superficial del líquido. El efecto de la velocidad del líquido ha sido reportado anteriormente por otros investigadores<sup>[11,120]</sup> y se explica en términos de un incremento en la fuerza de arrastre sobre las partículas al aumentar la velocidad del líquido, lo cual produce un aumento en la porosidad. El efecto observado con respecto al gas habla de una reducción en la suma de las fracciones de gas y líquido ( $\varepsilon = \varepsilon_g + \varepsilon_l$ ) lo cual implica una reducción en la altura del lecho respecto al correspondiente para el sistema líquido-sólido. Esta reducción ha sido reportada en la literatura<sup>[11,121]</sup> para sistemas con burbujas de tamaño relativamente grande que arrastran en su estela parte del flujo de líquido que fluye por la columna. Este fenómeno provoca en la práctica, una reducción de la velocidad intersticial del líquido y, con ello, una menor porosidad al existir una menor fuerza de arrastre sobre las partículas.

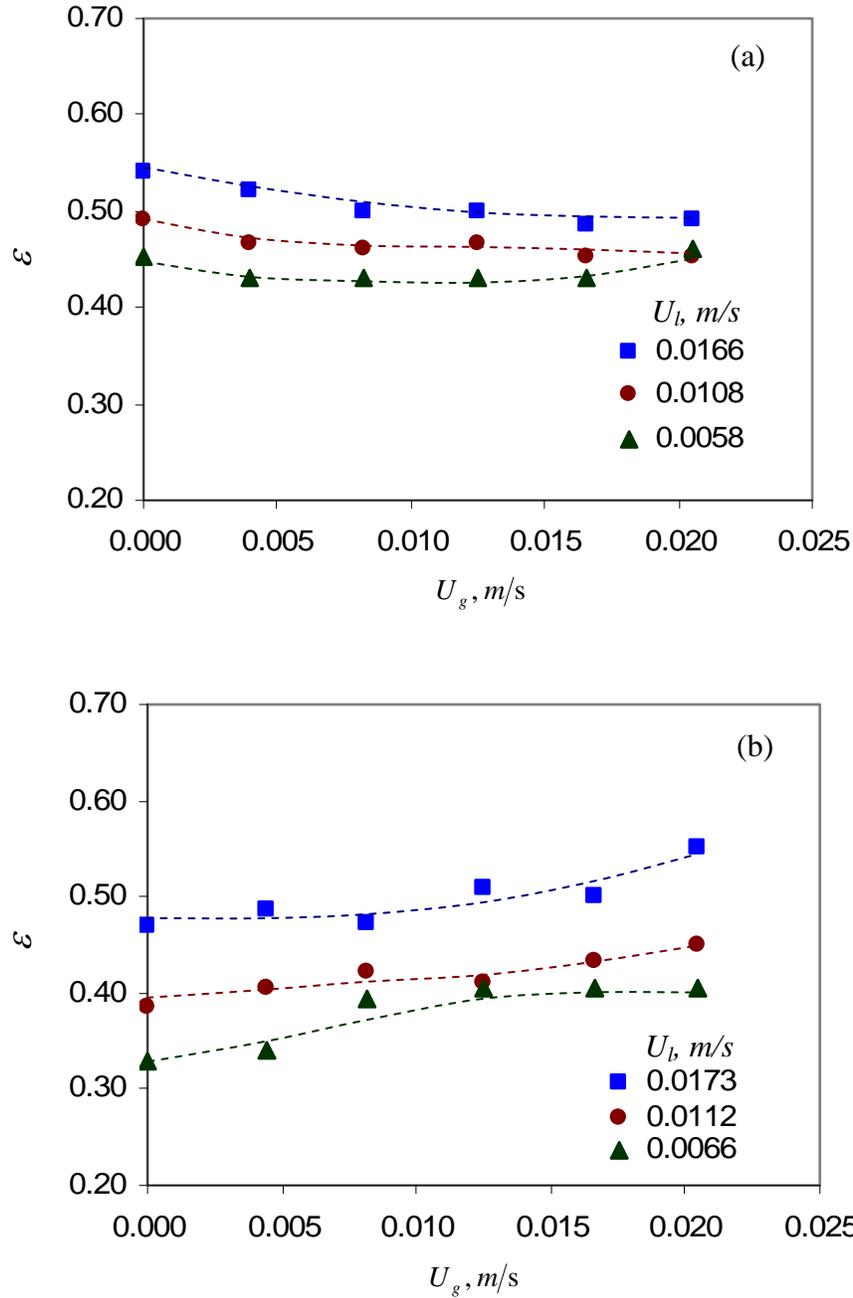


Figura 3.6. Efecto de las velocidades de gas y líquido sobre la porosidad para los sistemas: (a) aire-agua-catalizador fresco, y (b) nitrógeno-diesel-catalizador fresco.

La Figura 3.6(b) muestra la variación de la porosidad para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador fresco a una velocidad del gas dada y para distintas velocidades de líquido. A diferencia con el sistema con agua, en el presente caso se aprecia que la porosidad del lecho

tiende a aumentar con la velocidad del gas desde la introducción de éste al lecho. Este resultado al parecer se debe a las características del líquido sobre la coalescencia de las burbujas. Visualmente se observó que las burbujas en el sistema con diesel tendían a ser en su mayoría relativamente pequeñas, de alrededor de medio centímetro. Estas burbujas pequeñas tienden a ser relativamente lentas, lo que aumenta su densidad de población en el lecho y con ello la velocidad intersticial del líquido. El tamaño de las burbujas en estos sistemas resulta de un equilibrio entre la coalescencia y la ruptura de las burbujas, y si bien ambos fenómenos dependen de propiedades del líquido tales como su viscosidad y tensión superficial, éstas al parecer no resultan suficientes para calificar el carácter coalescente del líquido<sup>[13]</sup>. Por lo anterior, las correlaciones publicadas en la literatura deberán aplicarse con reservas a menos que se haya verificado experimentalmente su aplicabilidad al sistema de interés particular.

El efecto de las características de las partículas sobre la porosidad del lecho se indica en la *Figura 3.7*. Como puede verse, para el intervalo de condiciones manejadas el catalizador de equilibrio tiende a porosidades del lecho ligeramente mayores a los del catalizador fresco, siendo esto más evidente a velocidades de gas y líquido relativamente bajas. También es claro de esta figura que tiende a presentarse un mayor efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad para las partículas de catalizador fresco que para el de equilibrio.

La *Tabla 2.1* ilustra las propiedades físicas del catalizador en sus estados fresco y de equilibrio. En términos comparativos, resaltan las diferencias en el tamaño y densidad de las partículas. El proceso de fluidización trae aparejado un movimiento vigoroso de las partículas que favorece su ruptura y desgaste por atrición, de manera que se registra una reducción del tamaño de partícula del 57 por ciento. En cuanto al efecto de las reacciones de hidrotratamiento sobre el catalizador, se observa en el catalizador de equilibrio un aumento en la densidad respecto a la del material fresco como producto del depósito de coque y metales en su estructura porosa. Estas variaciones en el tamaño y densidad de las partículas tienen efectos encontrados sobre la porosidad del lecho; mientras una disminución en el tamaño de partícula favorece un aumento en la porosidad, un aumento en la densidad del sólido tiende a reducirla. Para el caso particular, la reducción del tamaño de partícula parece ser el efecto dominante.

Varias de las correlaciones más mencionadas en la literatura<sup>[9,91,98,113]</sup> se emplearon en el presente trabajo para comparar sus respectivas predicciones con los datos experimentales para sistemas con destilados de petróleo como fase líquida.

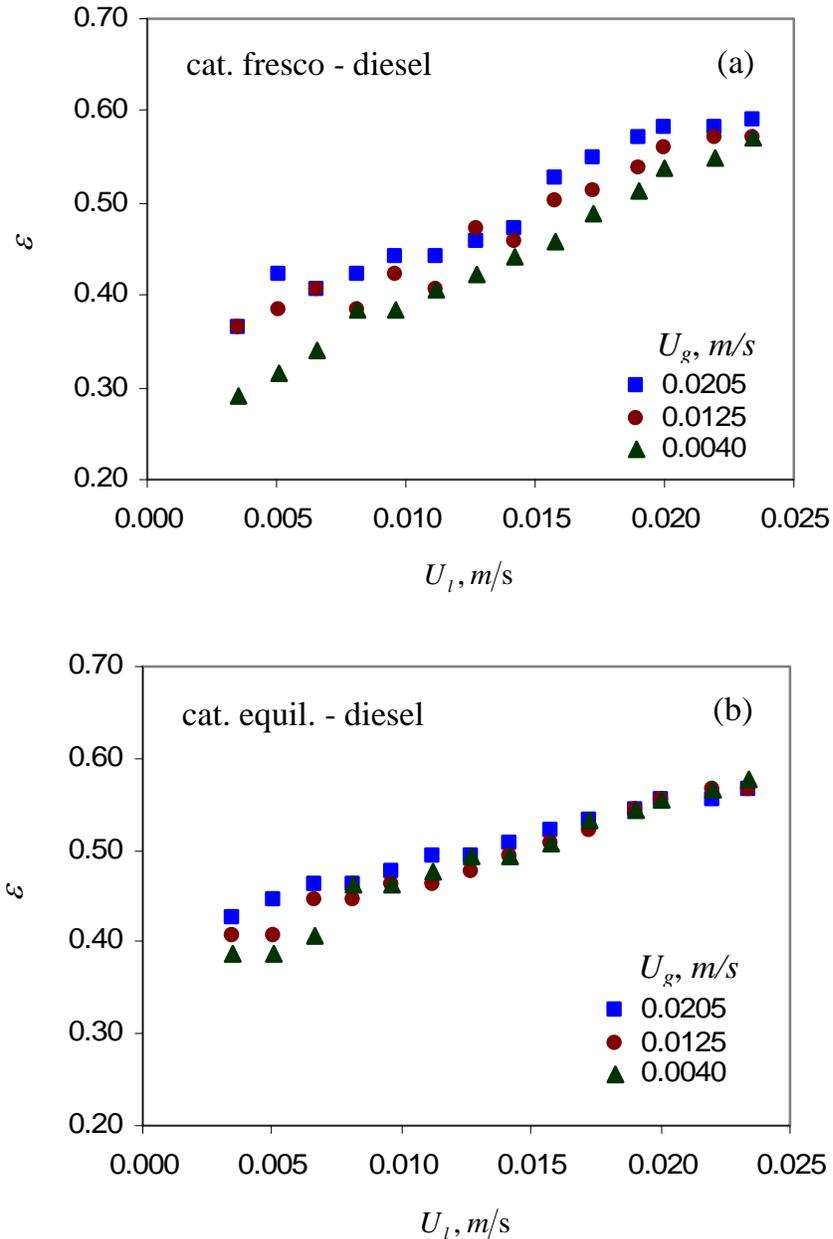


Figura 3.7. Efecto de las velocidades del líquido y el gas sobre la porosidad para sistemas con (a) catalizador fresco y (b) catalizador de equilibrio.

La *Tabla 3.2* muestra la comparativa en términos del ERAP para cerca de 200 datos experimentales, el cual se define como el valor absoluto de la diferencia entre el valor predicho y el valor experimental, entre el valor experimental; también se presenta la desviación estándar de la distribución de errores. Como puede verse en la tabla, de las correlaciones consideradas, la de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> y la de Grandjean y col.<sup>[113]</sup> en promedio tuvieron los menores errores de predicción. Se observó, sin embargo, que el error de estas correlaciones tiende a ser mayor para los sistemas con las partículas de catalizador de mayor longitud. Esta tendencia al parecer se debe al hecho de que dichas correlaciones emplean al diámetro equivalente como longitud característica de la partícula, lo cual puede ser insuficiente para describir el efecto de su forma cilíndrica sobre la hidrodinámica.

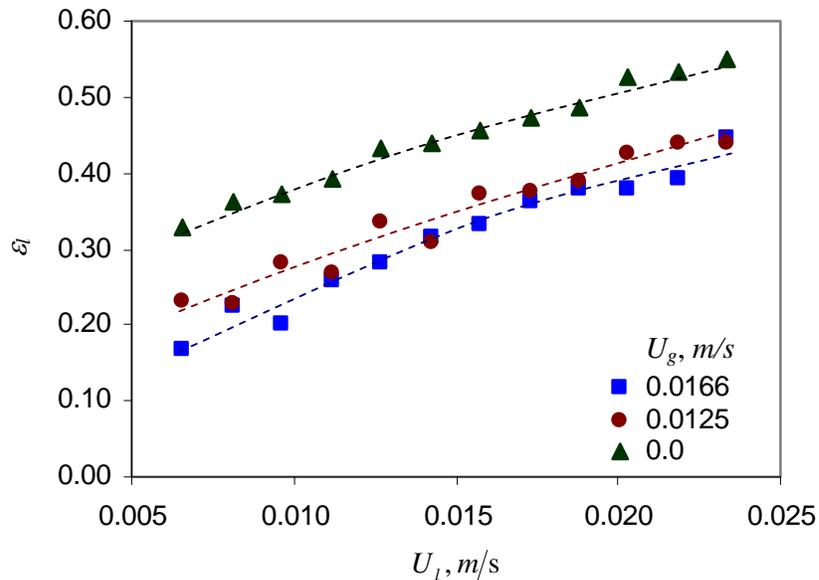
*Tabla 3.2.* Error relativo absoluto promedio de predicciones de correlaciones de la literatura.

	Correlación			
	Begovich y Watson <sup>[9]</sup>	Grandjean y col. <sup>[113]</sup>	Song y col. <sup>[91]</sup>	Larachi y col. <sup>[98]</sup>
ERAP, %	11.9	12.2	20.9	25.5
Desviación estándar, %	11.1	10.9	11.5	5.5

En resumen, se ha estudiado experimentalmente la variación de la porosidad de lechos fluidizados trifásicos en sistemas con catalizador comercial en sus estados fresco y de equilibrio, con agua, diesel y turbosina, como fase líquida. Se han encontrado diferencias cualitativas en las características hidrodinámicas entre lechos fluidizados con agua o con destilados de petróleo, asociadas a las propiedades coalescentes del líquido. Los resultados con partículas de catalizador fresco y de equilibrio muestran mayores porosidades para el segundo pero una menor dependencia con la velocidad del gas. Estas diferencias parecen estar asociadas a los cambios en las características físicas que sufren las partículas de catalizador por rompimiento, atrición y ensuciamiento por las reacciones de hidrotratamiento. Se probaron varias correlaciones encontrándose, en promedio, errores de un 12 por ciento en las predicciones de aquellas de Begovich y Watson<sup>[9]</sup>, y de Grandjean y col.<sup>[113]</sup>

### III.1.4 Fracción de líquido retenida

La fracción retenida de líquido,  $\varepsilon_l$ , varía principalmente con la velocidad superficial del líquido y en menor grado con la del gas. En la *Figura 3.8*, para el catalizador fresco existe un aumento de la fracción del líquido en el lecho con  $U_l$  mientras que se observa que la misma disminuye al crecer la velocidad del gas. A una velocidad fija del gas, un incremento de la velocidad del líquido produce una mayor expansión del lecho y con ello un incremento en  $\varepsilon_l$ . Por otro lado, a una velocidad fija de líquido, al incrementarse la velocidad del gas se suele impactar poco en la expansión del lecho comparado con el aumento en la retención del gas,  $\varepsilon_g$ , lo que redunda en una disminución de la fracción del líquido.



*Figura 3.8.* Variación de la fracción de líquido retenida para el sistema catalizador fresco-diesel-nitrógeno, en función de la velocidad del líquido para varias velocidades de gas.

Las características de las partículas influyen sobre hidrodinámica del lecho (*Figura 3.9*). Se aprecia que comparativamente los lechos con partículas de catalizador fresco cuentan con mayores fracciones de sólidos que los respectivos con catalizador de equilibrio. Como la

expansión del lecho varía en forma inversa con la retención de sólidos, se tiene entonces que el lecho con catalizador fresco expande menos que con catalizador de equilibrio. Las diferencias en las propiedades entre ambas partículas se ubican básicamente en el tamaño y densidad de éstas. Las partículas de catalizador de equilibrio son más cortas que las del material fresco como resultado de la atrición que sufren en el reactor; por otro lado tienden a ser también comparativamente más pesadas por el coque y metales que se depositan durante el proceso de reacción. El efecto de estas propiedades sobre la expansión es inverso, pues mientras una disminución en el tamaño de la partícula tiende a incrementarla, ésta tiende a disminuir con partículas más pesadas. Para el caso particular es claro que el efecto del tamaño de partícula domina sobre el de la densidad.

También en la *Figura 3.9* se aprecia que la fracción de líquido,  $\varepsilon_l$ , es sustancialmente mayor en el sistema de catalizador de equilibrio que el respectivo con catalizador fresco. Este es un resultado interesante desde el punto de vista de la operación de reactores de hidrotratamiento, pues en ocasiones se desea maximizar la conversión aumentando el tiempo de residencia del líquido a costa del volumen del gas<sup>[122]</sup>.

La *Tabla 3.3* presenta el error relativo absoluto promedio de las predicciones con cada una de las correlaciones en la *Tabla 1.5* respecto a los datos experimentales de  $\varepsilon_l$ . La comparativa se realizó con un total de 143 datos, que corresponden a pruebas en las que se emplearon catalizador fresco y de equilibrio, así como diesel y turbosina como líquido. Puede verse que la correlación de Saberian y col.<sup>[2]</sup> es la que menor error relativo promedio reportó (11%) con una desviación de 10%, mientras que las otras correlaciones se tuvieron errores entre 30 y 40 por ciento.

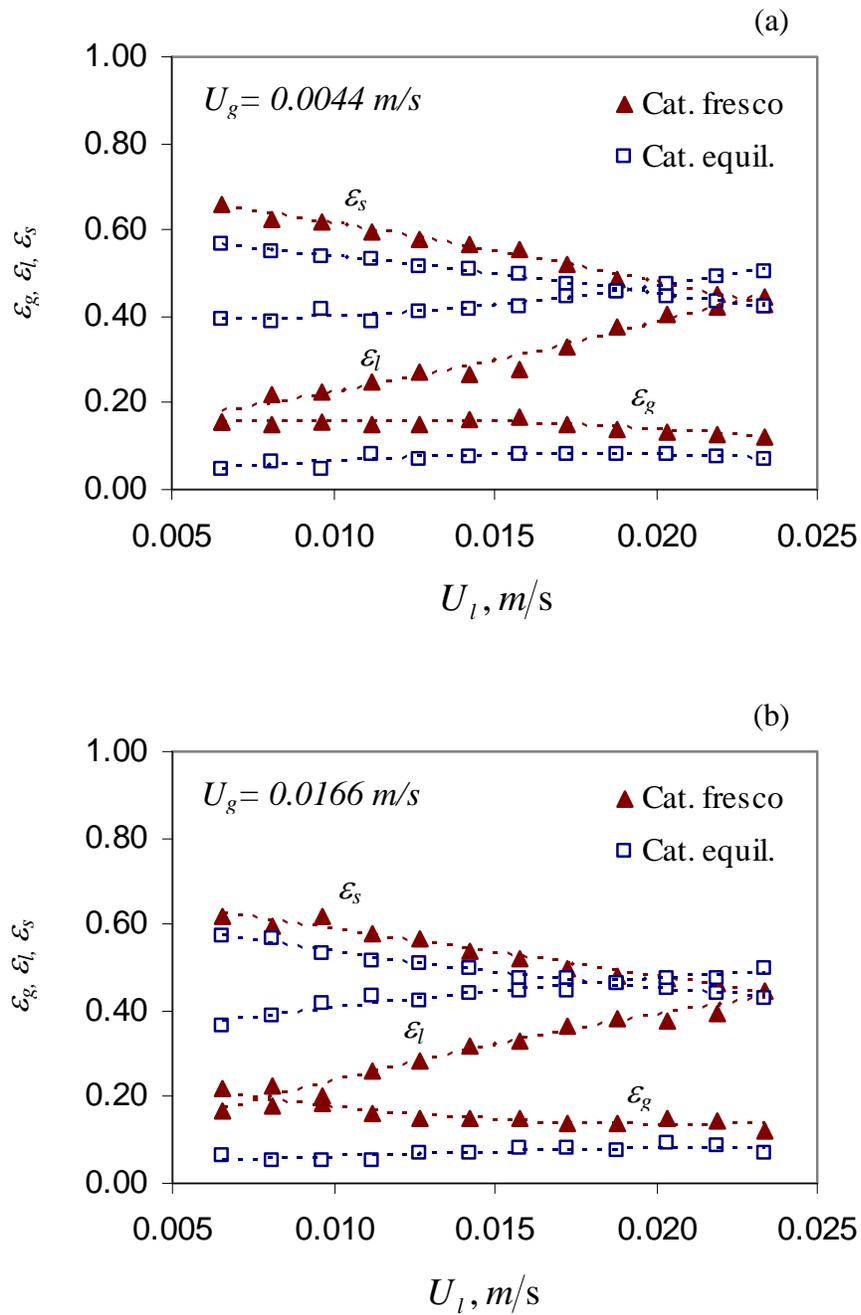


Figura 3.9. Variación de las fases retenidas en función de la velocidad del líquido para partículas de catalizador fresco y de equilibrio y para las velocidades de gas

(a)  $U_g = 0.44$  cm/s y (b)  $U_g = 1.66$  cm/s.

Para el cálculo de  $\varepsilon_l$  con la ecuación (21) de Saberian y colaboradores<sup>[2]</sup> {sección I.3.2, pag. 39} se requiere de la porosidad del lecho, para obtener los resultados de la *Tabla 3.3* se emplearon los datos experimentales respectivos. La comparación entre los valores predichos y los calculados con la ecuación (6) se presenta en la *Figura 3.10*. En caso de no contar con el valor experimental de la porosidad, se puede utilizar la correlación (48) propuesta por Ruiz y col.<sup>[23]</sup>

$$\varepsilon = 3.93\mu_l^{0.055}U_l^{0.271}U_g^{0.041}(\rho_s - \rho_l)^{-0.316}d_p^{-0.268}D_c^{-0.033}\phi^{0.378} \quad (48)$$

con la cual el ERAP obtenido fue del 14 por ciento (desv. std. = 14). Otra correlación que requirió información adicional fue la de Kato y col.<sup>[112]</sup>, para la cual se tuvo que estimar la velocidad terminal de las partículas con la correlación de Song y col.<sup>[91]</sup>

*Tabla 3.3.* Error relativo absoluto promedio de las estimaciones de  $\varepsilon_l$  con distintas correlaciones.

	Larachi y col. <sup>[98]</sup>	Saberian y col. <sup>[2]</sup>	Kato y col. <sup>[112]</sup>	Kim y col. <sup>[111]</sup>	Razumov y col. <sup>[110]</sup>
ERAP, %	31	11	39	33	30
Desviación Estándar, %	29	10	37	10	21

Finalmente, se determinó la fracción retenida de líquido en reactores de lecho ebullente con catalizador para reacciones de hidrodésintegración. Se ha encontrado que ésta crece con la velocidad del líquido pero tiende a decrecer con la velocidad del gas. Las propiedades del catalizador influyen en la porosidad y fracción de líquido retenida, encontrándose que comparativamente el catalizador de equilibrio expande más y alcanza mayores retenciones de líquido que el catalizador fresco.

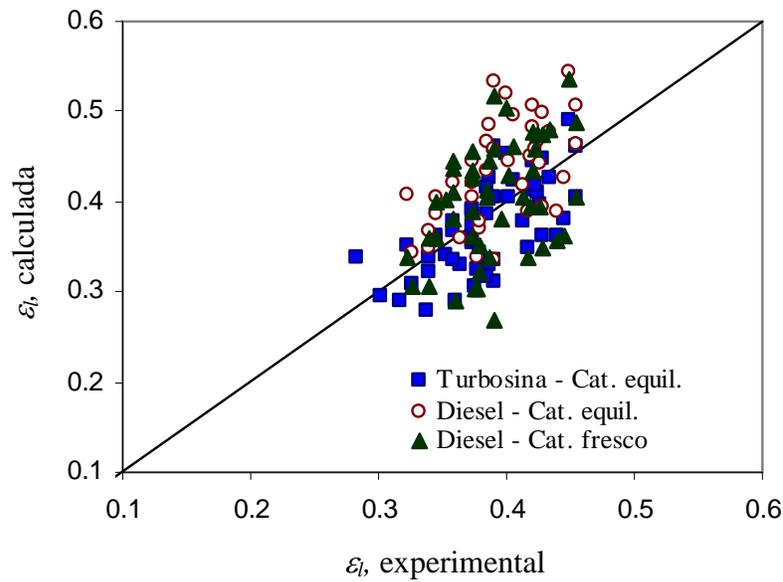


Figura 3.10. Comparación entre las fracciones de líquido retenida experimentales y calculadas con la correlación de Saberian y col.<sup>[2]</sup>

### III.1.5 Efecto de la forma del catalizador sobre la velocidad mínima de fluidización

Los datos experimentales de la velocidad mínima de fluidización se compararon con los valores obtenidos con algunas de las correlaciones más referenciadas en la literatura (*Tabla 1.3*). La mayoría de estas correlaciones se han derivado de sistemas que emplearon agua o soluciones acuosas para la fase líquida y partículas de vidrio para las partículas de sólido. Para las correlaciones que requieren de la velocidad incipiente del sistema líquido-sólido se empleó el correspondiente valor experimental. Existen también algunos modelos fenomenológicos semiempíricos para predecir la velocidad mínima de fluidización, los cuales se presentan en la *Tabla 1.4*.

Para las distintas correlaciones y modelos manejados se calcularon los correspondientes ERAP's para el total de experimentos con agua, diesel y turbosina, para los catalizadores fresco y de equilibrio. La *Tabla 3.4* presentan estos errores así como sus desviaciones estándar. Como puede apreciarse, en general se nota que las correlaciones tienden a presentar un mejor comportamiento para los sistemas en que se empleó agua que cuando se utilizaron

hidrocarburos. Ello al parecer se atribuye, como se mencionó antes, a que las correlaciones se derivaron preponderantemente de sistemas donde se empleó agua o soluciones acuosas. De las correlaciones se encontró que la que menor error y dispersión de éstos corresponde a la ecuación (11a) de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> y para la ecuación adimensional (16a y 16b) de Larachi y col.<sup>[93]</sup>, presentadas en la *Tabla 3.4*. Puede verse que el error correspondiente para estas dos correlaciones está dentro del 29 por ciento reportado por Larachi y col.<sup>[93]</sup> para su correlación adimensional.

Para los modelos semiempíricos se encontró que el de Song y col.<sup>[91]</sup> producía comparativamente los menores errores para los sistemas con hidrocarburos y además se encontraban cerca de las mejores predicciones de las correlaciones empíricas. Por otro lado, las predicciones de los demás modelos tienden a caer en el intermedio del intervalo de predicciones de las correlaciones.

En las correlaciones la forma de partícula no esférica se busca recoger a través del diámetro equivalente y sólo en los casos de Costa y col.<sup>[90]</sup> y Larachi y col.<sup>[93]</sup> consideran también la esfericidad de la partícula. Por otro lado, todos los modelos incluyen tanto el diámetro equivalente como la esfericidad de las partículas. Con la idea de buscar mejorar su desempeño, las correlaciones de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> y la de Ermakova y col.<sup>[106]</sup>, mostraron los errores más pequeños, se sometieron a un ajuste para incorporarles el factor de esfericidad del catalizador. La ecuación (9) de Ermakova y col.<sup>[106]</sup> {sección I.3.1.1, pag. 36} modificada queda de la forma<sup>[24]</sup>:

$$U_{mf} = U_{mf}^o (1 - 0.5U_g^{0.075} - \varepsilon_{mf} \beta_{gmf}) \phi^{-0.93} \tag{49}$$

Es evidente de la *Tabla 3.4* que la ecuación (49) mejora significativamente la reproducibilidad de los datos experimentales al haber reducido el error del 29 al 19 por ciento. Con la ecuación de Begovich y Watson modificada el error sólo se redujo del 23 al 21 por ciento.

Resumiendo, la incorporación del factor de esfericidad a la correlación empírica de Ermakova y col.<sup>[106]</sup> mejoró significativamente las predicciones de las velocidades mínimas de fluidización para sistemas experimentales con diferente tamaño de catalizador.

Tabla 3.4. Estadísticas para las correlaciones de la Tabla 1.3 y los modelos de la Tabla 1.4 en la predicción de  $U_{mf}$

Referencias	Sistema aire-agua-catalizador		Sistema nitrógeno-diesel-catalizador		Sistema nitrógeno-turbosina-catalizador		Datos totales	
	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	ERAP (%)	$\sigma$ (%)
Correlaciones Empíricas								
Ermakova y col. <sup>[106]</sup> Ec. (9)	36	8	35	18	10	6	29	17
Bloxom y col. <sup>[107]</sup> Ec. (10)	49	21	138	115	201	79	131	103
Begovich y Watson <sup>[91]</sup> Ec. (11a)	33	14	27	24	5	6	23	21
Begovich y Watson <sup>[91]</sup> Ec. (11b)	8	6	37	32	79	24	40	36
Fortin <sup>[108]</sup> Ec. (12)	13	14	152	82	57	12	91	83
Costa y col. <sup>[90]</sup> Ec. (13)	32	20	49	52	35	12	41	38
Song y col. <sup>[91]</sup> Ec. (14)	15	11	24	21	54	18	30	23
Nacef <sup>[92]</sup> Ec. (15)	11	8	32	33	65	16	35	31
Larachi y col. <sup>[93]</sup> Ec. (16)	22	15	28	17	11	11	23	16
Ec. (49)							19	13
Modelos Fenomenológicos								
Costa y col. <sup>[90]</sup> Ec. (17)	39	18	81	29	48	32	61	32
Song y col. <sup>[91]</sup> Ec. (18)	19	11	49	43	6	4	28	34
Song y col. <sup>[91]</sup> modificada por Zhang y col. <sup>[109]</sup> Ec. (18)	9	6	79	45	17	13	44	46
Zhang y col. <sup>[109]</sup> Ec. (19)	49	13	76	8	43	7	60	18

### III.1.6 Efecto de la forma del catalizador sobre la expansión del lecho

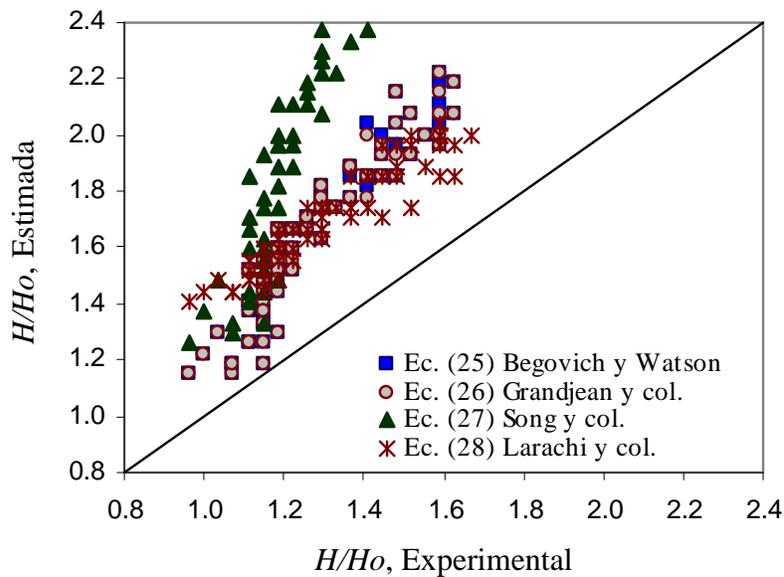
Existen varias correlaciones empíricas para estimar la porosidad del lecho y que pueden emplearse para calcular la altura del lecho. El empleo de estas correlaciones para estimar la expansión de un reactor de lecho ebulente es un asunto incierto pues la mayoría se ha derivado a partir de datos de sistemas que han empleado agua o soluciones acuosas para la fase líquida y partículas de vidrio como los sólidos. Para propósitos de comparación se han considerado cuatro correlaciones (*Tabla 1.6*) y sus predicciones se han contrastado con los datos experimentales obtenidos en el presente trabajo de tesis. Las predicciones de porosidad se convirtieron a altura del lecho con la ecuación (1) {sección I.2.1.1, pag. 19}.

La *Tabla 3.5* presenta los errores en las predicciones correspondientes a los sistemas con catalizador fresco, donde puede observarse que los valores para el sistema fluidizado con agua resultaron ser alrededor de la mitad de los obtenidos para diesel. Este resultado es muy probable que se atribuya al origen de las correlaciones asociado a sistemas basados en agua o soluciones de ésta. Para los sistemas con agua como fase líquida, las correlaciones de Begovich y Watson<sup>[9]</sup>, Grandjean y col.<sup>[113]</sup>, y Larachi y col.<sup>[93]</sup> mostraron valores similares de ERAP así como también de las desviaciones estándar de las distribuciones de errores. Comparativamente, los errores asociados a las predicciones de la correlación de Song y col.<sup>[91]</sup> resultaron mucho mayores a los de las otras tres correlaciones, ello como consecuencia de las porosidades predichas consistentemente por encima de las observadas experimentalmente en el presente trabajo.

También se puede notar que los errores en las predicciones son menores en los sistemas con catalizador de equilibrio que en los de catalizador fresco.

En la *Figura 3.11* los datos de expansión del lecho para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador fresco han sido comparados con las predicciones de las correlaciones consideradas; la gráfica correspondiente para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador de equilibrio se presenta en la *Figura 3.12*. De la comparación entre las *Figuras 3.11* y *3.12* es evidente que las predicciones

de las correlaciones reproducen mejor los datos para las partículas de catalizador de equilibrio. La diferencia observada en las predicciones parecen deberse a las propiedades de las partículas (ver *Tabla 2.1*). Entre ambos catalizadores existe una diferencia en la densidad y en las dimensiones de la partícula. Puede considerarse que los cambios en densidad están relativamente representadas en las correlaciones, no así las diferencias geométricas. La longitud de las partículas de catalizador fue de 4.39 mm y 1.87 mm, respectivamente para los catalizadores fresco y de equilibrio. Esta diferencia notable en la longitud de las partículas se debe a la atrición y rompimiento del catalizador en el reactor. Dicha diferencia geométrica interpretada en términos del factor de esfericidad da los valores de 0.61 y 0.81 para los catalizadores fresco y de equilibrio, respectivamente. Este resultado habla de que las partículas de catalizador fresco son menos esféricas que las del catalizador de equilibrio y, por lo tanto, es probable que las correlaciones para partículas esféricas muestren un mayor error con tales partículas.



*Figura 3.11.* Comparación de la fracción de expansión del lecho con las predicciones para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador fresco.

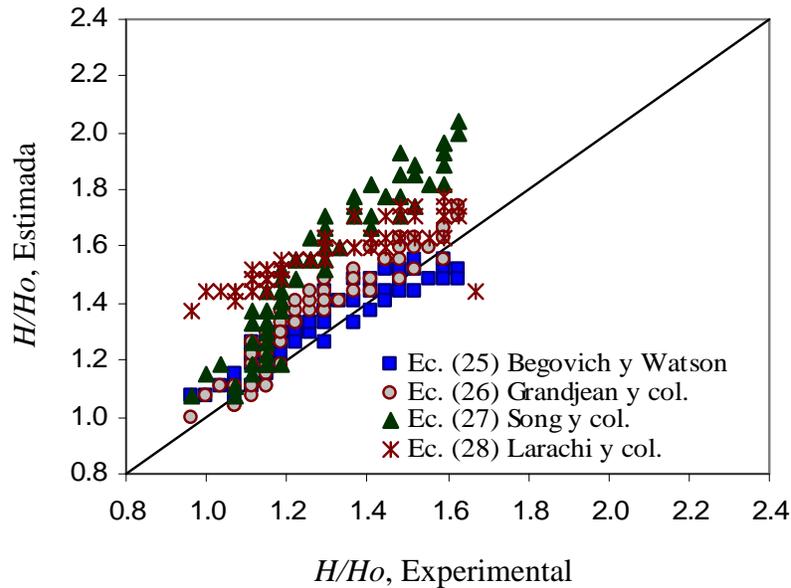


Figura 3.12. Comparación de la fracción de expansión del lecho con las predicciones para el sistema nitrógeno-diesel-catalizador de equilibrio.

Como se mencionó anteriormente, se incorporó el factor de esfericidad a la ecuación de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> obteniéndose la ecuación (48), misma con la que puede predecirse la porosidad del lecho.

La Figura 3.13 muestra las predicciones de la ecuación (48) junto con las de Begovich y Watson<sup>[9]</sup> para los catalizadores fresco y de equilibrio y los líquidos diesel y turbosina. Es evidente de esta figura que la ecuación (48) mejora sustancialmente la correspondencia con los datos experimentales. Además, como puede verse en la Tabla 3.5 los ERAP son de 6 por ciento con una desviación estándar de menos del 4 por ciento en la distribución de errores.

Describir la hidrodinámica de lechos ebullentes con partículas de catalizador de forma distinta a la esférica requiere de caracterizar la forma de la partícula. No parece suficiente una descripción con base a un tamaño equivalente de partícula por lo que se sugiere incorporar adicionalmente un factor de forma. Se encontró que para la expansión del lecho, la

incorporación del factor de esfericidad a las correlaciones empíricas de porosidad mejoró significativamente las predicciones para catalizadores de hidrotratamiento de distinto tamaño.

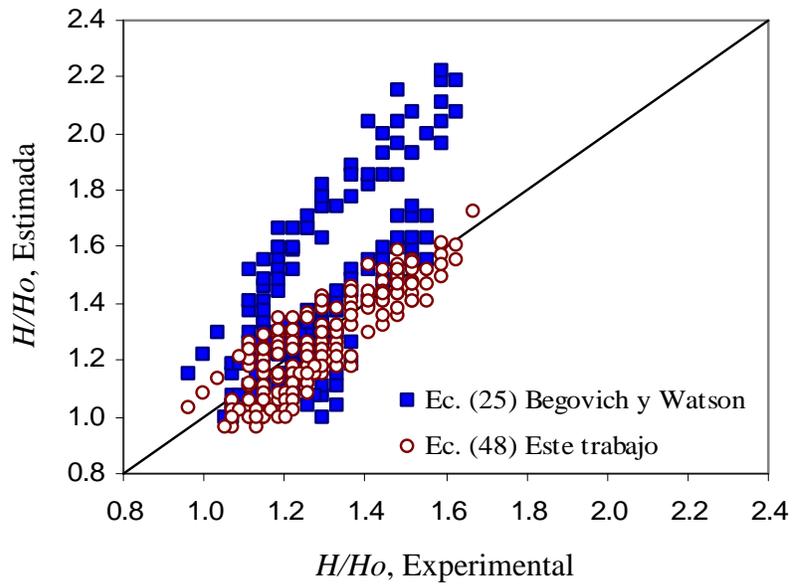


Figura 3.13. Expansiones de lecho experimentales y calculadas con la ecuaciones de Begovich y Watson<sup>[9]</sup>, y ecuación (48)

Tabla 3.5. Comportamiento de correlaciones de la literatura y del presente trabajo para predecir la expansión del lecho.

Referencias	Sistema agua-Catalizador fresco			Sistema diesel-Catalizador fresco			Sistema diesel-Catalizador de equilibrio			Sistema turbosina-Catalizador de equilibrio			Datos para diesel y turbosina		
	no. de datos	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	no. de datos	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	no. de datos	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	no. de datos	ERAP (%)	$\sigma$ (%)	no. de datos	ERAP (%)	$\sigma$ (%)
Begovich y Watson <sup>[9]</sup>	34	13.2	5.4	70	28.3	9.6	70	5	3.8	62	7.1	6.5	202	12.8	12.9
Grandjean y col. <sup>[113]</sup>	34	11.8	5.4	70	28.1	9.5	70	4.7	3.6	62	8.0	6.1	202	12.9	12.6
Song y col. <sup>[91]</sup>	34	31.1	6.3	70	64.3	23.9	70	15.3	8.8	62	7.2	6.0	202	29.2	30.0
Larachi y col. <sup>[98]</sup>	38	11.6	4.2	70	31.1	6.7	70	19.3	6.2	62	31.1	9.9	202	27.7	9.3
Ecuación (48)													202	6.1	3.6

## III.2 Experimentación a condiciones de temperatura y presión altas

### III.2.1. Efecto de la presión sobre la retención de fases

La presión de operación tiene un efecto significativo sobre la hidrodinámica de reactores de lecho ebullente. La retención de la fase gas se ve afectada a través de variaciones en las características de las burbujas y en los regímenes de flujo. Al incrementarse la presión, el tamaño promedio de burbuja disminuye y la distribución de tamaños se vuelve más estrecha<sup>[6]</sup>. Esta reducción en el tamaño de las burbujas conlleva, a su vez, un incremento en la velocidad de transición de gas entre el régimen de flujo de burbujas dispersas y el régimen de burbujas en coalescencia. Para sistemas en el régimen de burbujas dispersas tanto la retención de gas como la velocidad de las burbujas está uniformemente distribuida en el lecho, para este régimen ambas variables están relacionadas entre sí por la ecuación (50) propuesta por Fan<sup>[11]</sup>:

$$\varepsilon_g = U_g / U_b \quad (50)$$

La velocidad de las burbujas,  $U_b$ , disminuye con el tamaño de las burbujas, por lo que es claro de la ecuación (50) que podrán alcanzarse mayores retenciones de la fase gas en sistemas a alta presión donde prevalecen burbujas pequeñas en comparación con sistemas a presión atmosférica en los cuales son frecuentes las burbujas relativamente grandes.

La *Figura 3.14* presenta las retenciones de las fases gas y líquido a diferentes presiones. Como puede verse, a 1.0 MPa, la presión más baja manejada en este trabajo, la retención de la fase gas fue siempre menor que para presiones más altas. En contrapartida, se encontró que la retención de la fase líquida disminuye con la presión. De acuerdo a observaciones visuales de sistemas fluidizados trifásicos, la presión inhibe la coalescencia de las burbujas y promueve el rompimiento de burbujas por partículas, también se ha encontrado que a condiciones extremas de presión los distribuidores tienden a producir burbujas más pequeñas<sup>[6]</sup>. Todos estos factores promueven la existencia de burbujas pequeñas y lentas que incrementan la retención de la fase gas. El efecto de la presión sobre la retención de gas parece ocurrir a presiones relativamente bajas dentro del intervalo de interés, puesto que a presiones mayores su efecto comparativo tiende a reducirse apreciablemente.

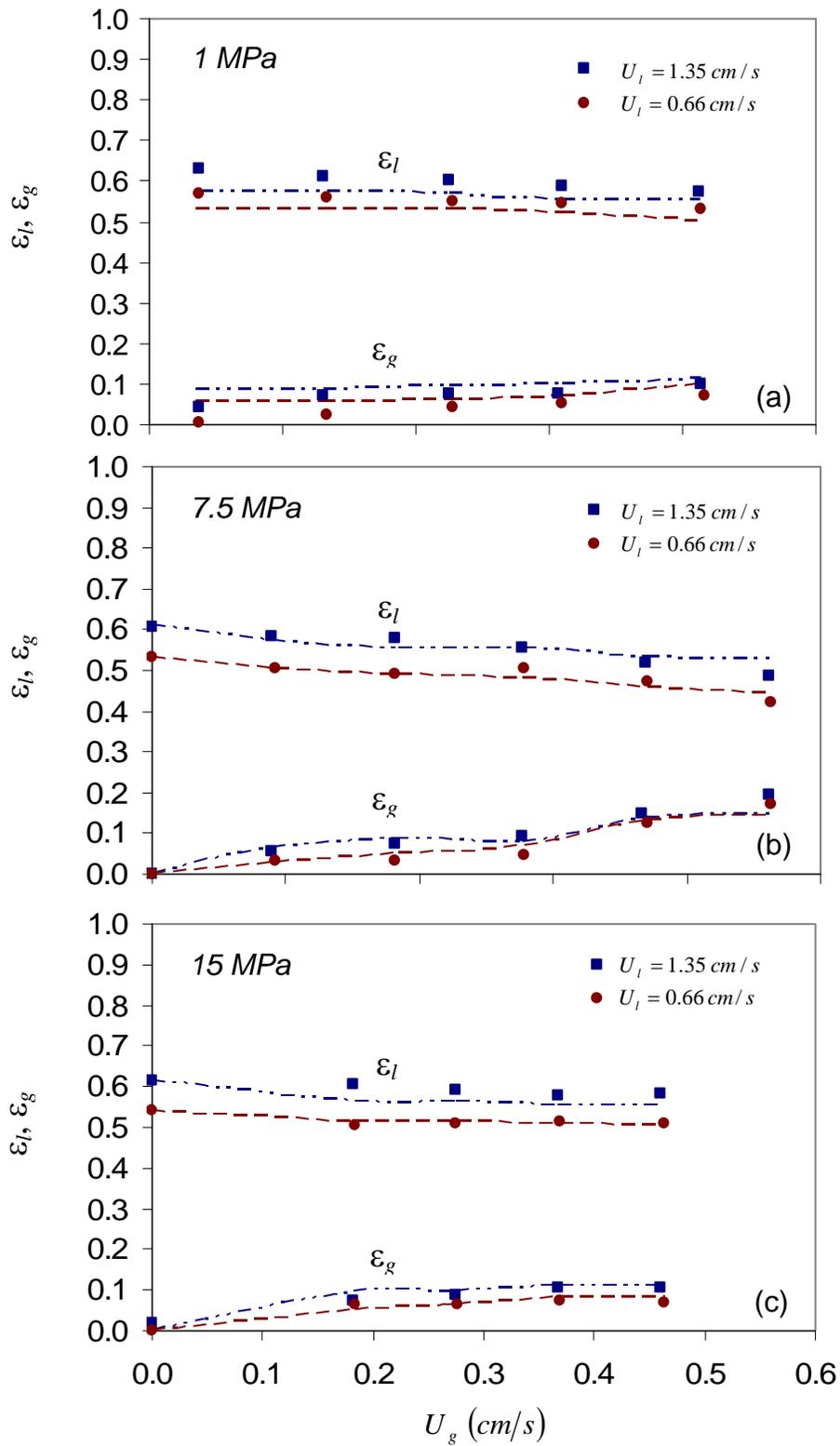
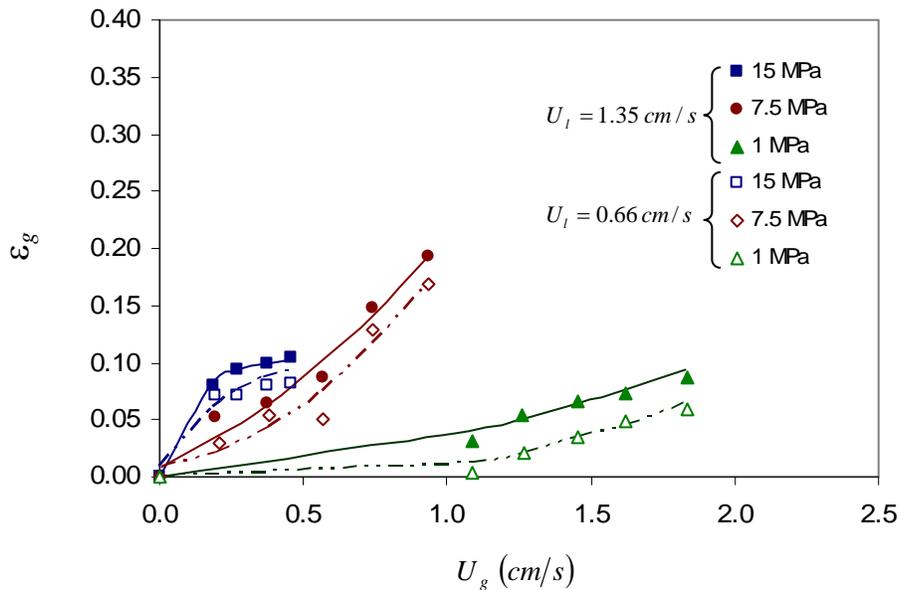


Figura 3.14. Efecto de la velocidad del gas para varias velocidades de líquido  
 (a)  $P = 1.0$  MPa; (b)  $P = 7.5$  MPa; (c)  $P = 15.0$  MPa

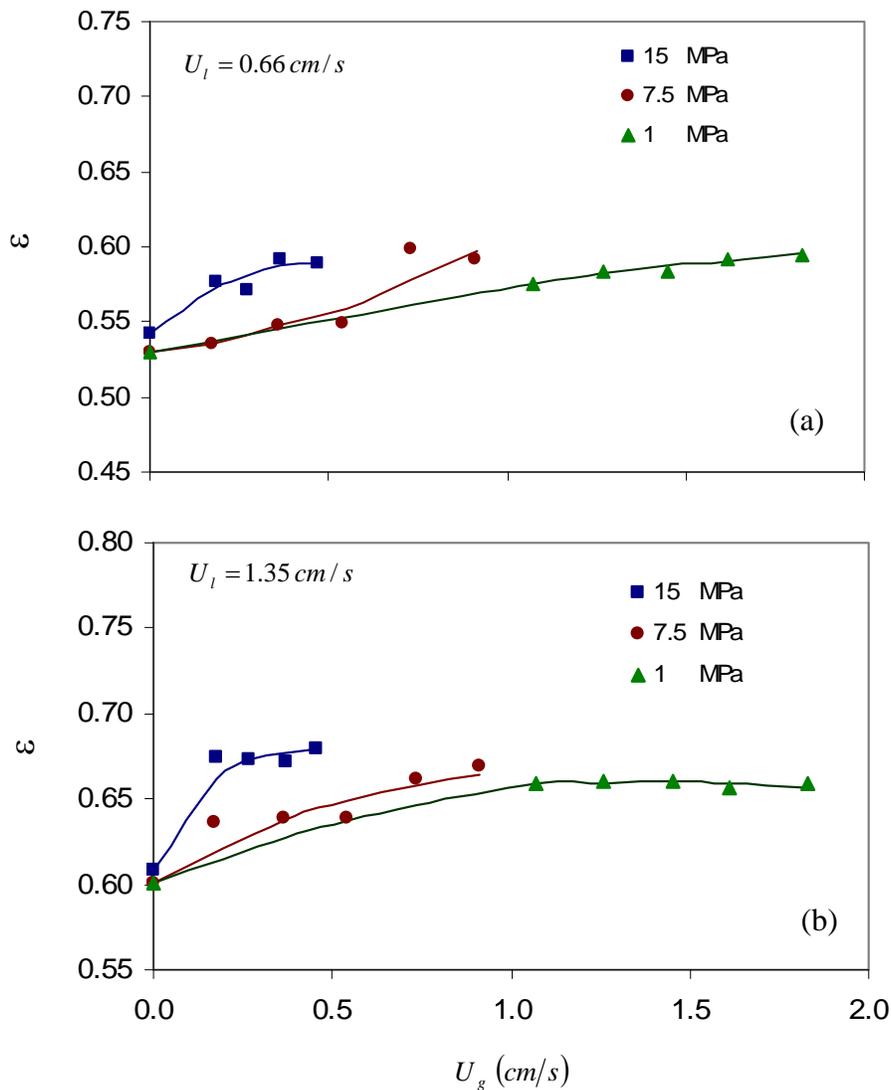
De acuerdo a resultados de Luo y col.<sup>[6]</sup>, la retención de la fase gas se incrementa significativamente con la presión hasta aproximadamente 6.0 MPa, sin embargo, para presiones mayores el aumento observado resulta substancialmente menor. Como puede apreciarse en la *Figura 3.15*, la retención de la fase gas en el presente trabajo parece estar de acuerdo con lo reportado en la literatura, así la magnitud de la retenciones de gas son similares entre sí para los sistemas a 7.5 y 10.0 MPa en comparación con los correspondientes para una presión de 1.0 MPa.



*Figura 3.15.* Efecto de la velocidad del gas sobre la retención del gas para varios valores de presión y de velocidad del líquido.

La expansión de lechos operados a presión atmosférica ha sido estudiada ampliamente en la literatura. Para tales sistemas se ha encontrado que la expansión del lecho crece con la velocidad del líquido. Adicionalmente, al introducir el gas a un sistema líquido-sólido el lecho puede expandirse o contraerse, dependiendo de las propiedades del sólido y velocidad del líquido. Comportamientos similares han sido reportados para lechos ebullentes operados a presiones elevadas<sup>[4]</sup>. La *Figura 3.16* presenta los resultados del efecto de la presión sobre la expansión o contracción del lecho de partículas de 1.71 mm de diámetro, en función de la velocidad superficial del gas. Como puede verse, para las dos velocidades de líquido consideradas, el lecho

mostró una tendencia a la expansión con la introducción de la fase gas para todas las condiciones de presión. Luo y col.<sup>[6]</sup> reportaron resultados similares para partículas de vidrio de 2.1 y 3.0 mm a bajas velocidades de líquido; sin embargo, para velocidades de líquido relativamente altas (2.6 cm/s) se observó contracción del lecho. Para las velocidades de gas y líquido consideradas en la *Figura 3.16* es clara la tendencia del lecho a expandirse con la presión.



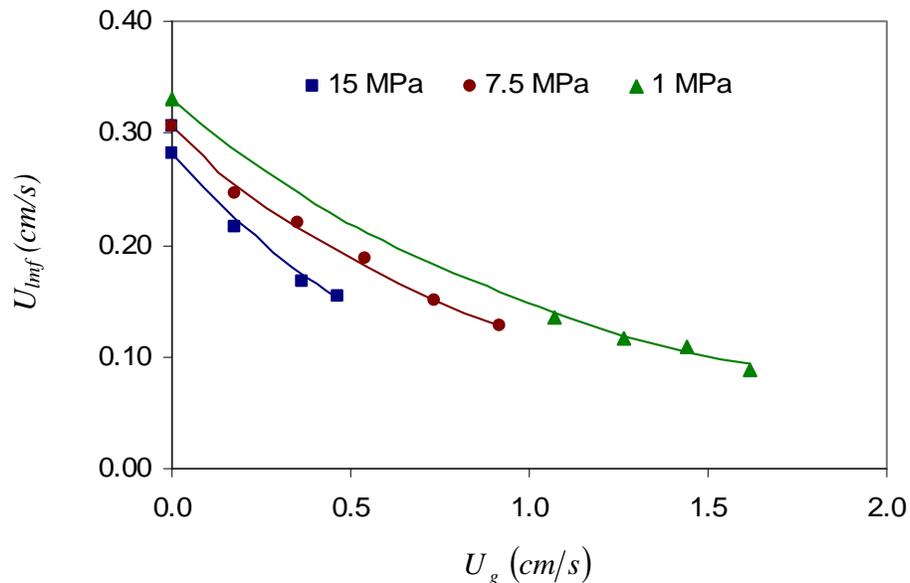
*Figura 3.16.* Efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho a varias presiones

(a)  $U_l=0.66$  cm/s; (b)  $U_l=1.35$  cm/s

En los lechos ebullentes las partículas están suspendidas tanto por el flujo de líquido como por el flujo que induce el movimiento de las burbujas. El efecto de la presión sobre la expansión o contracción del lecho puede atribuirse a sus efectos sobre los cambios en las propiedades físicas del líquido y sobre el comportamiento de las burbujas. La densidad y la viscosidad están entre las propiedades del líquido principalmente afectadas por la presión; así también, esta variable afecta las propiedades interfaciales gas-líquido provocando que las burbujas sean de menor tamaño a presiones altas que a bajas. El efecto neto es el de un incremento en la retención de gas y una reducción de la cantidad de líquido arrastrado en la estela de las burbujas, siendo ambos fenómenos propiciatorios para incrementar la expansión del lecho.

### III.2.2. Efecto de la presión sobre la velocidad mínima de fluidización

La *Figura 3.17* exhibe los resultados del efecto de la velocidad superficial del gas y de la presión sobre la velocidad mínima de fluidización a temperatura ambiente. Primeramente, se puede observar que en ausencia de gas existe una disminución de la velocidad mínima de fluidización como resultado de un incremento de presión. Este resultado es consecuencia de que la viscosidad del líquido aumenta con la presión y con ello la fuerza de arrastre del líquido sobre las partículas.



*Figura 3.17.* Efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización a 20 °C y distintas presiones de operación.

Al introducirse gas al lecho la velocidad mínima de fluidización requerida disminuye para las tres presiones consideradas. El mismo comportamiento ha sido reportado para sistemas operados a presión ambiente, y el cual es atribuido a un incremento en la velocidad superficial del líquido a consecuencia de que la presencia de burbujas reduce el área de flujo del líquido.

Sobre el efecto de la presión, un aumento de esta variable tiende a afectar las propiedades del líquido, principalmente incrementando la viscosidad. Adicionalmente, se ha reportado que al incrementarse la presión las burbujas grandes tienden a romperse de manera que el sistema de burbujas tiende a ser de burbujas pequeñas de tamaño uniforme; al generarse más burbujas pequeñas la energía cinética de éstas sobre el lecho tiende a aumentar en igual proporción y a reducirse por la disminución en la velocidad de éstas, siendo el aumento en la densidad del número de burbujas el efecto dominante<sup>[5]</sup>. Un aumento en la presión tenderá a reducir la velocidad incipiente tanto por su efecto sobre las propiedades del líquido como por su efecto sobre las características de las burbujas.

La *Figura 3.18* presenta el efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización normalizada por el correspondiente valor para el líquido-sólido. Como se puede apreciar, a una misma velocidad del gas tiende a presentarse una mayor disminución en el cociente  $U_{lmf} / U_{lmf}^o$ , efecto que al parecer tiende a crecer con la velocidad del gas. Como se comentó antes, el efecto de la presión sobre las características del flujo de burbujas se aprecia a través del rompimiento de las burbujas grandes en otras cuyo tamaño resulta independiente de la presión. Por lo tanto, a velocidades altas pueden esperarse mayor cantidad de burbujas grandes y consecuentemente un mayor efecto de la presión sobre el sistema.

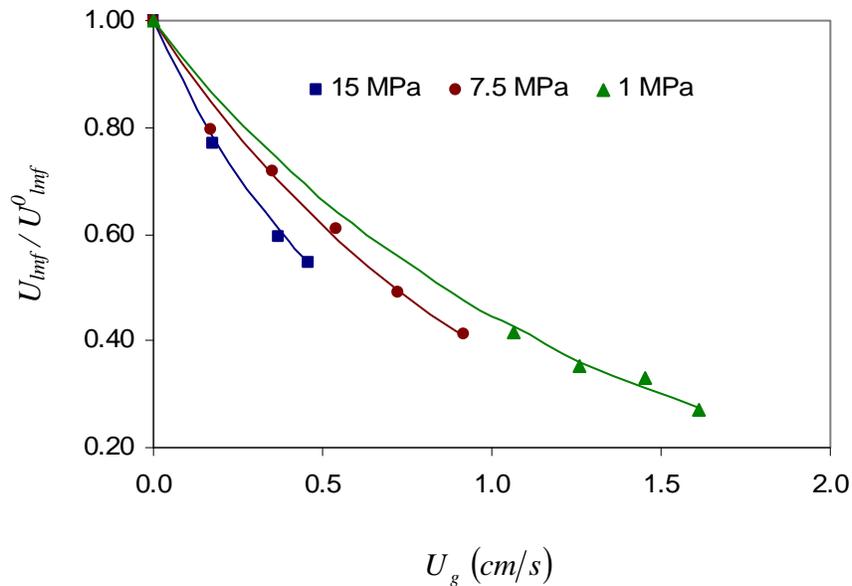


Figura 3.18. Efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización normalizada, a 20°C y distintas presiones de operación.

La Figura 3.19 presenta el efecto de la velocidad del gas a dos temperaturas y a la presión de 7.5 MPa. Se puede apreciar que un incremento en la temperatura produce un aumento en la velocidad mínima de fluidización, principalmente a bajas velocidades de gas y en el sistema líquido-sólido. No obstante, se aprecia una disminución en esta velocidad al aumentar la velocidad del gas. El incrementar la temperatura del sistema afecta propiedades tales como la viscosidad del líquido y la tensión superficial. En el sistema líquido-sólido el aumento en la velocidad incipiente es el resultado de la reducción en las fuerzas de arrastre como consecuencia de la reducción de la viscosidad. Por otro lado, en un sistema trifásico, adicionalmente a la disminución de la fuerza de arrastre del líquido sobre los sólidos, la disminución de la viscosidad y de la tensión superficial asociados a un incremento de temperatura provocan también cambios en la interfase gas-líquido que propician la ruptura de burbujas grandes<sup>[4,5]</sup>. Como se señaló previamente, el distribuir una masa de gas en burbujas de menor tamaño tiende a provocar una mayor fuerza del gas sobre las partículas y, consecuentemente, el efecto correspondiente es en la dirección de reducir la velocidad mínima de fluidización. El efecto se esperará que sea más notable a las velocidades más altas donde tenderá a haber burbujas de mayor tamaño.

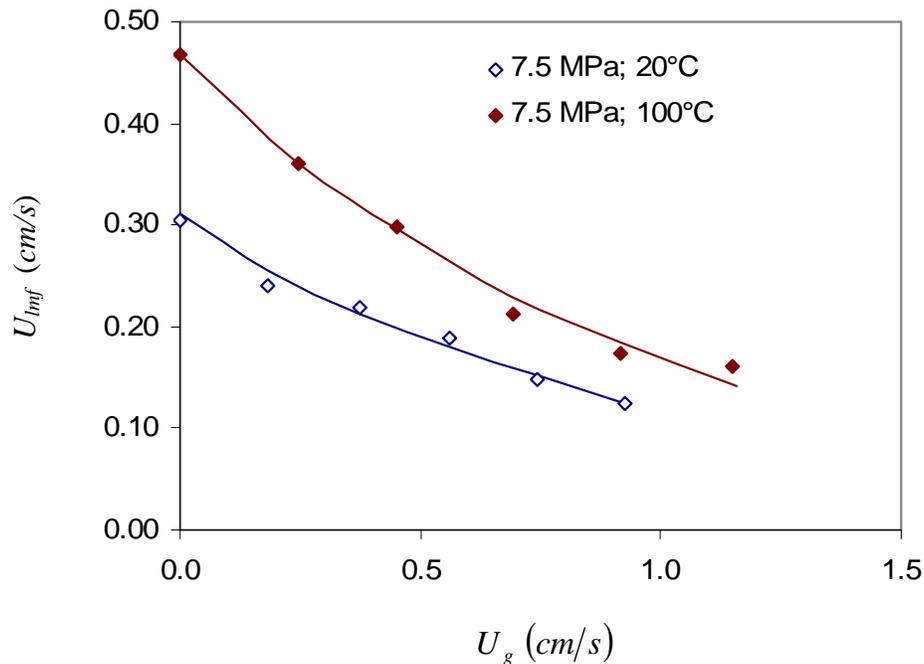


Figura 3.19. Efecto de la velocidad del gas sobre la velocidad mínima de fluidización, a 7.5 MPa, y 20° y 100°C de operación.

Por otro lado, como se mencionó anteriormente existen en la literatura varias correlaciones y modelos para estimar la velocidad mínima de fluidización, de las cuales las más referenciadas en la literatura se indican en la *Tabla 1.3*<sup>[93]</sup>. Estas correlaciones han sido obtenidas principalmente para sistemas operados a presión atmosférica y temperatura ambiente por lo que su aplicabilidad a sistemas a presiones y temperaturas elevadas es un tanto incierta. Por tal motivo se han estimado los valores de la velocidad mínima de fluidización correspondientes a los experimentos antes descritos y los resultados se presentan en la *Tabla 3.6* en términos del ERAP. Debe señalarse, que para las correlaciones que requieren del valor de la velocidad mínima de fluidización del sistema líquido-sólido ( $U_{mf}^0$ ), se empleó el valor experimental correspondiente.

Como puede verse de la *Tabla 3.6*, la variación entre los errores de las predicciones de las correlaciones es bastante amplia encontrándose que las mayores desviaciones corresponden a correlaciones que no tienen dependencia explícita con  $U_{mf}^0$ . Dichas correlaciones tienden a predecir velocidades incipientes por encima de los valores experimentales, lo cual sugiere que

éstas no recogen adecuadamente el efecto que sobre la hidrodinámica producen la presión y la temperatura, algo ciertamente comprensible al tratarse de correlaciones empíricas. Por otro lado, las correlaciones expresadas en términos de la velocidad mínima de fluidización del sistema líquido-sólido permitieron obtener errores relativamente pequeños, comparables estos con los de correlaciones a temperatura y presión ambiente. Entre dichas correlaciones, la de Ermakova y col.<sup>[106]</sup> produjo los menores errores, en promedio del 20 por ciento. La magnitud de este error es aceptable si se le compara con los publicados para otras correlaciones, como las de Larachi y col.<sup>[93]</sup>, de aproximadamente 16 y 30 por ciento en promedio, respectivamente para sus correlaciones expresadas en formas dimensional y adimensional. Cabe recordar que para estas correlaciones se empleó el valor experimental de  $U_{mf}^0$ , lo cual explica, aunque sea parcialmente, el motivo de las mejores predicciones con respecto a las que no manejan este parámetro. Por lo tanto, para poder predecir sin la necesidad de contar con valores experimentales de  $U_{mf}^0$ , se recomienda analizar la predictibilidad de los resultados a temperatura y presión elevadas por parte de correlaciones para sistemas líquido-sólido.

Recapitulando, durante el estudio del efecto de la presión sobre la velocidad mínima de fluidización del líquido, se encontró que un aumento en la presión tiende a reducir la velocidad incipiente, y esto parece deberse a que dicha variable de operación afecta tanto las propiedades del líquido como las características de las burbujas. Las pruebas realizadas a altas presiones y temperaturas muestran que al incrementarse esta última se tienen efectos encontrados con un resultado neto, al menos para las condiciones estudiadas, que produce un aumento en la velocidad incipiente. Las predicciones de la velocidad mínima de fluidización con correlaciones empíricas derivadas de datos a condiciones de temperatura y presión ambientes se encontraron que en general sobrepredicen los valores experimentales. Sin embargo, la correlación de Ermakova y col.<sup>[106]</sup> mostró el mejor comportamiento con errores absolutos promedio del 20 por ciento, valor que se encuentra dentro del orden de error original de las correlaciones.

Tabla 3.6. Comparación entre valores experimentales de  $U_{lmf}^0$  y predicciones de correlaciones.

Referencias	ERAP, %	Desviación estándar, %
Ermakova y col. <sup>[106]</sup>	0.20	0.13
Bloxom y col. <sup>[107]</sup>	3.30	9.32
Begovich y Watson <sup>[9]</sup>	4.28	0.85
Begovich y Watson <sup>[10]</sup>	0.70	0.49
Fortin <sup>[108]</sup>	10.4	2.30
Costa y col. <sup>[90]</sup>	9.23	1.28
Song y col. <sup>[91]</sup>	0.53	0.43
Nacef <sup>[92]</sup>	0.70	0.46
Larachi y col. <sup>[93]</sup>	33.90	13.36
Larachi y col. <sup>[93]</sup>	2.64	1.28

### III.2.3. Régimen de flujo de burbujas

El efecto de la presión sobre el régimen de flujo puede realizarse mediante un análisis de la velocidad de la deriva del gas o variación del flujo del gas (“drift flux”), mismo que puede calcularse mediante la ecuación (6) {sección I.2.1.5, pag. 31}.

La variación del flujo del gas,  $j_{cd}$ , se incrementa con la fracción retenida de gas, siendo la tasa de aumento para el régimen de burbujas en coalescencia mucho mayor que la del régimen de burbujas dispersas.

Se calcularon los valores de la variación del flujo del gas para la operación a distintas presiones y los resultados se presentan en la *Figura 3.20*. Como puede apreciarse, existe una diferencia importante entre la tasa de variación de  $j_{cd}$  con la fracción retenida de gas para la presión relativamente baja de 1 MPa y las otras dos presiones. Estos resultados sugieren que a la presión más baja se tienen burbujas más grandes y rápidas que a mayores presiones, es decir que el sistema se encuentra en régimen de burbujas en coalescencia. A las presiones de 7.5 MPa y 15 MPa, para las condiciones manejadas, los lechos parecen encontrarse en el régimen de burbujas dispersas. Sobre el régimen de flujo de las burbujas, los sistemas a alta presión muestran un

comportamiento asociado a burbujas en el régimen de burbujas dispersas mientras que a presiones bajas el comportamiento corresponde al de burbujas en coalescencia.

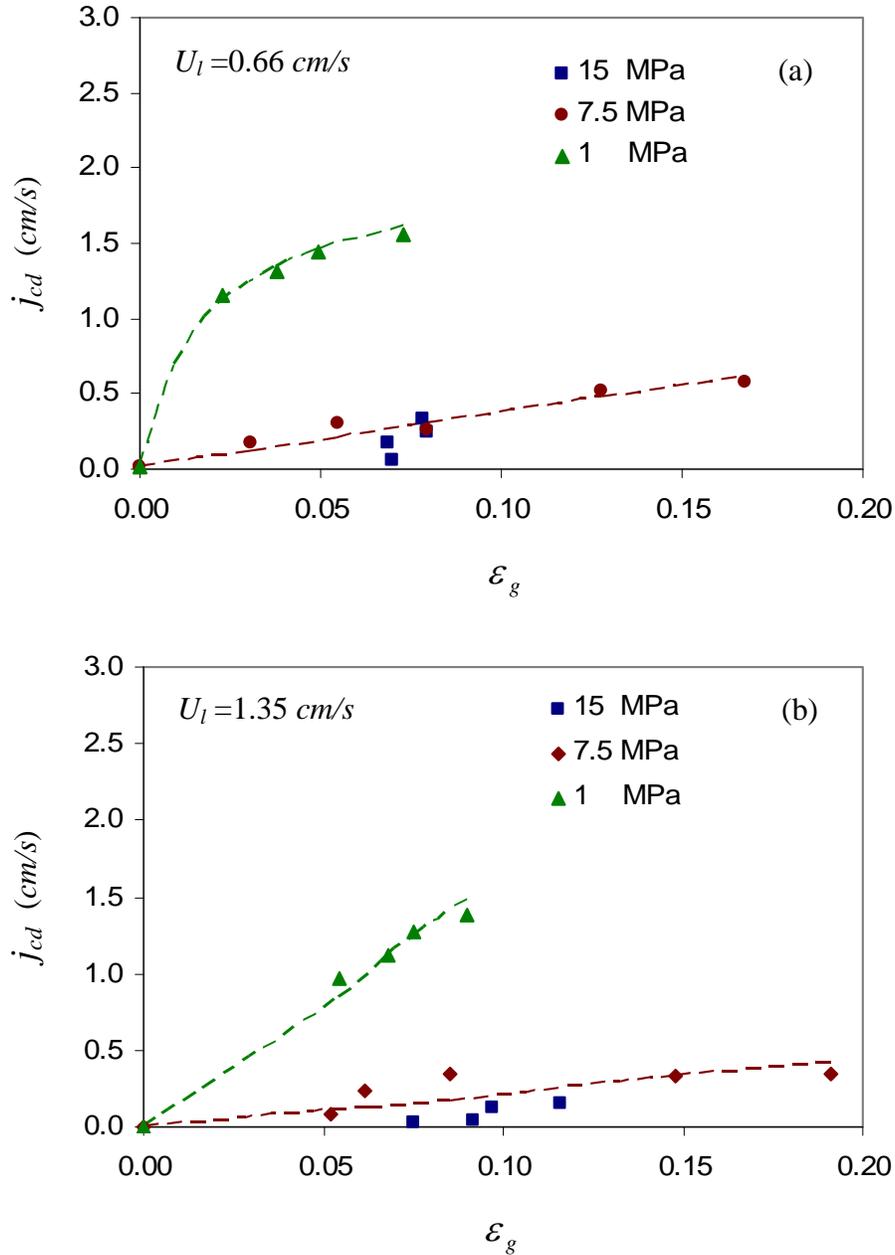


Figura 3.20. Efecto de la presión sobre la variación del flujo del gas “drift flux” con la fracción retenida de gas en el lecho.

### III.3 Resultados de los modelos matemáticos

#### III.3.1. Simulación con el modelo generalizado de la estela

El sistema experimental se simuló con el modelo generalizado de la estela, para lo cual se empleó la retención de sólidos para calcular las retenciones de las fases gas y líquido. La *Figura 3.14* presenta los valores calculados (líneas discontinuas) junto con los experimentales (puntos). Para los cálculos se empleó la expresión de Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup> para determinar el cociente entre el volumen de la estela y el volumen de la burbuja,  $k$ , sin embargo, se encontró que la correlación de Baker y col.<sup>[116]</sup> producía resultados semejantes. El índice,  $n$ , de la ecuación de Richardson Zaki<sup>[114]</sup> (ecuación 33) se obtuvo de los datos experimentales de los sistemas líquido-sólido a las respectivas presiones de operación. Las propiedades del líquido se estimaron con el simulador de procesos HYSYS. Como se puede ver en la *Figura 3.14* las predicciones reproducen satisfactoriamente los resultados experimentales ya que el error promedio de ellas fue de un cuatro por ciento, siendo los mayores errores a la menor presión considerada (1 MPa).

El modelo también se empleó para calcular las retenciones de las fases gas y líquido experimentales, a alta presión, reportados por Luo y col.<sup>[6]</sup>, y se muestran en las *Figuras 3.21* y *3.22*. Para los cálculos se emplearon valores de  $k$  tanto de la correlación de Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup> como de la correlación de Baker y col.<sup>[116]</sup>. En términos generales se observó que la ecuación de Bhatia y Epstein tiende a reproducir mejor los datos experimentales. Sin embargo, esta correlación tiende a presentar mayores errores a velocidades relativamente altas de gas, inclusive tiende a predecir valores negativos de  $V_{lf}$  en la ecuación (33) a menos que se consideren valores de  $x$  distintos de cero. No obstante estas limitaciones, el error de las predicciones en las *Figuras 3.21* y *3.22* utilizando la ecuación de Bhatia y Epstein fue del orden del 6 por ciento en promedio. Las retenciones de líquido experimentales del presente trabajo y de Luo y col.<sup>[6]</sup> se presentan en la *Figura 3.23* junto con los respectivos valores calculados con el modelo. Como se puede apreciar, la mayoría de los valores predichos se encuentran dentro del 10 por ciento del valor experimental lo que permite concluir que el modelo reproduce satisfactoriamente los sistemas y que por lo tanto se trata de una herramienta útil en la estimación de las retenciones de las fases

gas y líquida en casos en que se conoce la retención de sólidos o puede calcularse a partir de la expansión del lecho.

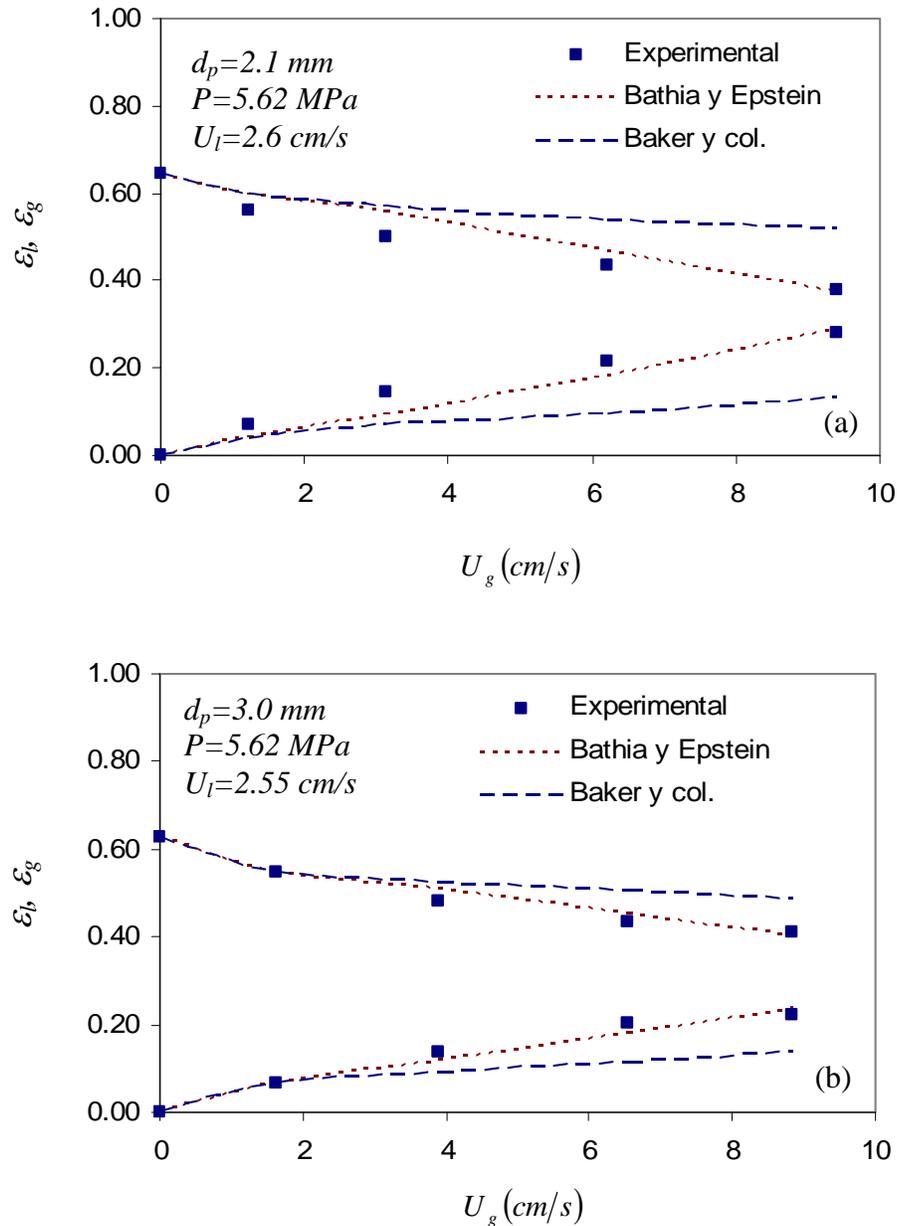


Figura 3.21. Retenciones experimentales de las fases gas y líquido de Luo y col.<sup>[6]</sup> y valores predichos usando valores de  $k$  calculados con las Ecs. (36) y (37) para

(a)  $d_p = 2.1$  mm; (b)  $d_p = 3.0$  mm

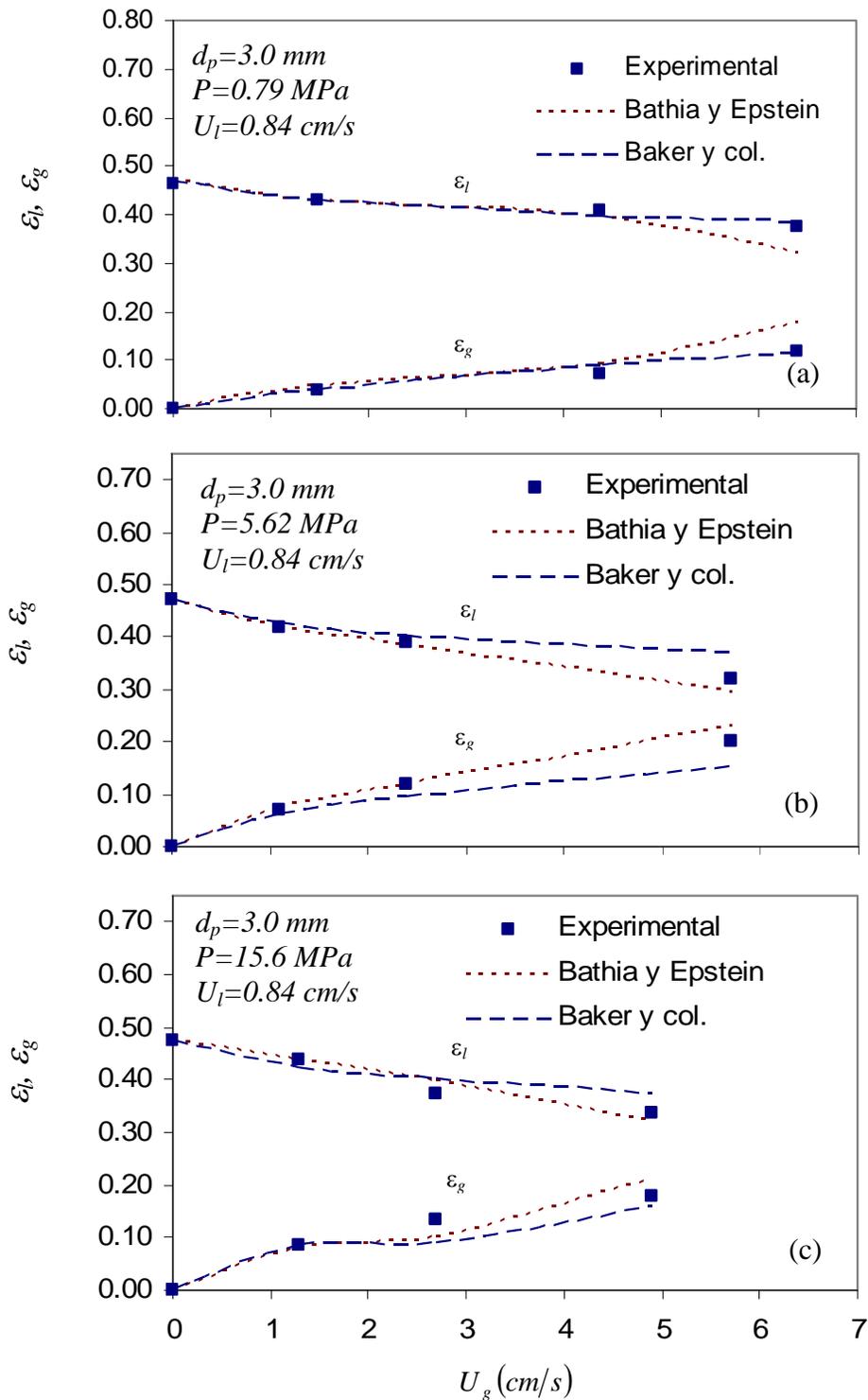


Figura 3.22. Retenciones experimentales de las fases gas y líquido de Luo y col.<sup>[6]</sup> y valores predichos usando valores de  $k$  calculados con las Ecs. (36) y (37) para

(a)  $P=0.79$  MPa; (b)  $P=5.62$  MPa; (c)  $P=15.6$  MPa

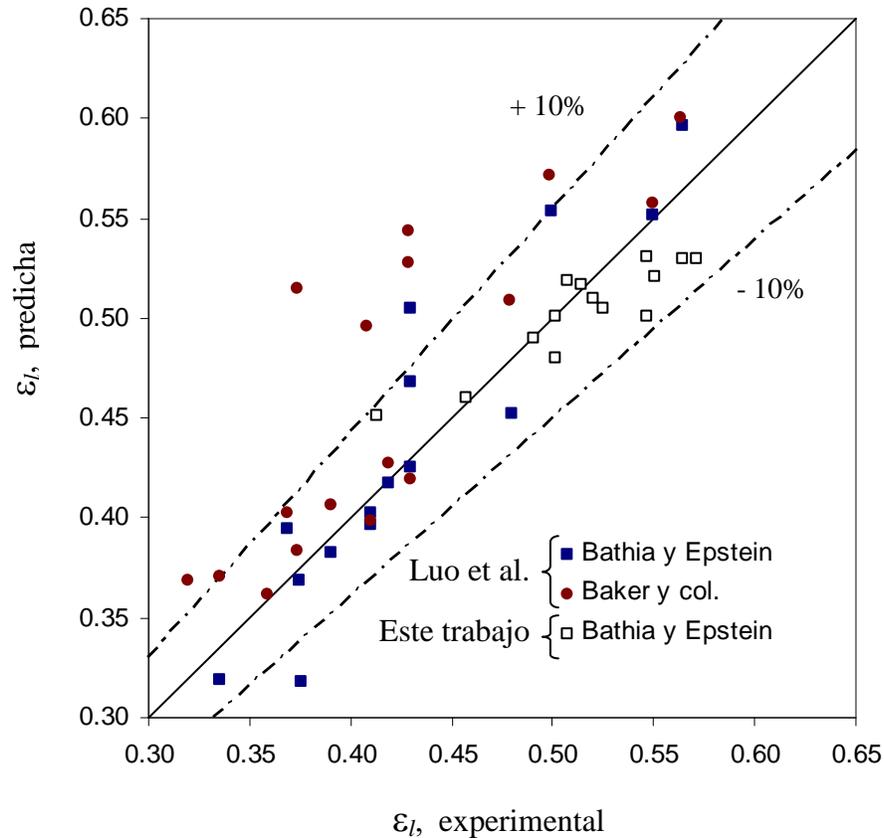


Figura 3.23. Comparación entre los datos experimentales de Luo y col.<sup>[6]</sup> y del presente trabajo con predicciones hechas usando valores de  $k$  de Bathia y Epstein<sup>[100]</sup> y de Baker y col.<sup>[116]</sup>

Como se observó, la presión de operación afecta la hidrodinámica de los reactores de lecho ebullente mediante el impacto que tiene sobre el comportamiento de las burbujas y las propiedades del líquido. Para partículas esféricas de vidrio de 1.7 mm fluidizadas con diesel y nitrógeno, un incremento en la presión desde 1 hasta 15 MPa produjo un incremento en la retención de gas y porosidad del lecho, con una reducción en las retenciones de líquido y sólido. El efecto principal de la presión parece ocurrir en la mitad inferior de este intervalo de presiones ya que comparativamente, a valores mayores de ésta el efecto disminuye en forma significativa. Estos resultados coinciden con lo reportado por otros investigadores para otros tamaños de partícula. El modelo generalizado de la estela de Bathia y Epstein<sup>[100]</sup> se empleó para describir la hidrodinámica de lechos a altas presiones y se encontró que sus predicciones se comparan de manera favorable con los datos obtenidos en el presente trabajo como con los reportados por otros autores.

### III.3.2. Simulación con el modelo del pseudo-fluido

En este trabajo, para aplicar el modelo de pseudo-fluido a condiciones de presión elevada, se considera el cálculo de la velocidad terminal de una sola burbuja en el líquido ( $U'_b$ ) por la ecuación (51) <sup>[4,123]</sup> para la velocidad de ascenso de una sola burbuja en un medio líquido ( $U_{b\infty}$ ), la cual se ha encontrado que funciona bien a condiciones de alta presión<sup>[6]</sup>.

$$U'_b = \left[ \left( \frac{Mo^{-1/4}}{13.58} D'_c \right)^{-1.6} + \left( \frac{2.8}{D'_c} + \frac{D'_c}{2} \right)^{-0.8} \right]^{-1/1.6} \quad (51)$$

donde

$$U'_b = U_{b\infty} (d_b) \left( \frac{\rho_l - \rho_g}{\sigma g} \right)^{1.4} \quad (52a)$$

$$D'_c = D_c \left[ \frac{(\rho_l - \rho_g)g}{\sigma} \right]^{1/2} \quad (52b)$$

El tamaño de una sola burbuja utilizado en la correlación anterior se asumió igual al tamaño de las burbujas en régimen de flujo disperso, este se estimó similar al tamaño de burbuja más pequeño observado en las distribuciones de tamaño de burbujas a presiones altas, el cual fue aproximadamente del orden de 1.7 mm<sup>[4]</sup>.

En este trabajo, el índice de Richardson-Zaki ( $n$ ) para la ecuación (43) se obtuvo a partir de datos de porosidad del sistema líquido-sólido.

El cálculo de la porosidad utilizando el modelo del pseudo-fluido se realizó resolviendo las ecuaciones (39)-(41), (43)-(44), (51) y (52).

Los resultados de las simulaciones realizadas con el modelo del pseudo-fluido se compararon con resultados experimentales a diferentes presiones y temperaturas.

La experimentación a alta presión y temperatura se realizó fluidizando el lecho solo con el líquido, después se introdujo el gas. La altura del lecho fluidizado se determinó a partir del perfil de densidad del reactor y la porosidad del lecho se calculó con la ecuación (46). A presiones elevadas a una velocidad de gas dada, la porosidad del lecho se incrementa al aumentar la viscosidad del líquido. Además, a una velocidad de líquido dada, al introducir el gas la porosidad del lecho puede disminuir o incrementarse dependiendo del patrón de flujo de las burbujas.

En la *Figura 3.24* se presentan resultados experimentales de la porosidad de lecho para partículas esféricas de vidrio de 1.7 mm de diámetro, como una función de la velocidad del gas a presiones de 7.5 y 15.0 MPa y a 20°C<sup>[25]</sup>. Como puede observarse, para ambas presiones la porosidad del lecho se incrementa con la velocidad del gas. También se observa que la porosidad del lecho se incrementa al incrementar la presión. Un incremento en la porosidad (o altura del lecho) con la velocidad del gas, como lo observado en la *Figura 3.24*, es típico de sistemas fluidizados bajo el llamado régimen de flujo de burbujas dispersas, cuya característica principal es la presencia de burbujas relativamente pequeñas y uniformemente distribuidas a lo largo del reactor. El comportamiento observado en la *Figura 3.24* está de acuerdo a las observaciones visuales de burbujas en la superficie del lecho de sistemas a alta presión, donde se observa que el tamaño principal de las burbujas disminuye significativamente y su distribución tiende a ser mucho más cerrada cuando se incrementa la presión de 1.8 a 17.4 MPa<sup>[4]</sup>.

A temperatura de 100°C, se observan resultados similares. Como se muestra en la *Figura 3.25*, la porosidad del lecho a esta temperatura también se incrementa con la velocidad del gas, y por consiguiente se observa una expansión del lecho continua. También es evidente que la porosidad del lecho disminuye cuando la temperatura aumenta de 20 a 100°C. Para el diesel a 15.0 MPa el incremento en la temperatura de 20 a 100°C, produce una reducción en la viscosidad y densidad del líquido del orden de 70 y 6 %, respectivamente. La reducción en la viscosidad del líquido reducirá la fuerza de arrastre o empuje ejercida sobre las partículas, mientras que una reducción

en la densidad reducirá la fuerza de la tendencia de las partículas a flotar. Una disminución de estas fuerzas, reducirá la porosidad el lecho.

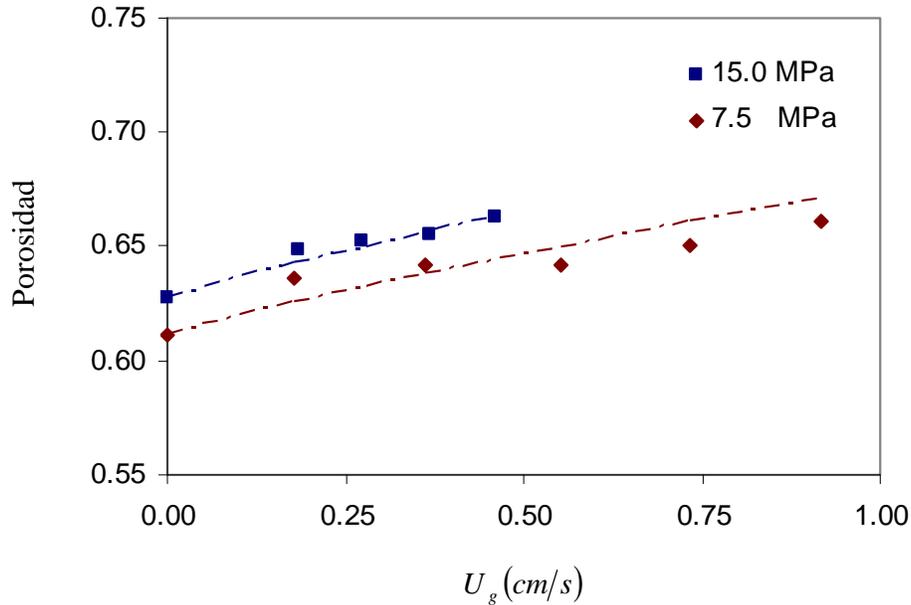


Figura 3.24. Efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho a dos presiones diferentes,  $U_l = 1.4$  cm/s y  $20^\circ\text{C}$ <sup>[25]</sup>

Las predicciones del modelo del pseudo-fluido de la porosidad del lecho de los sistemas de lecho ebullente operados a diferentes condiciones se muestran como una línea en las Figuras 3.24 y 3.25. Se ha visto que el modelo puede predecir razonablemente bien los datos experimentales a diferentes temperaturas y presiones. Estos resultados sugieren que en los sistemas experimentales descritos, el gas y el líquido pueden considerarse homogéneos desde el punto de vista de la partícula. Se ha encontrado que estos sistemas expanden monótonicamente con la velocidad superficial del gas, lo cual es una característica de los sistemas en régimen de burbujas dispersas. El modelo del pseudo-fluido también predice una expansión continua del lecho con la velocidad del gas y se ha reportado que esta aplicación está limitada al régimen de flujo de burbujas dispersas<sup>[117]</sup>; por lo tanto, sería inadecuado utilizar este modelo en sistemas en los que se presentara una contracción del lecho al introducir la fase gas en el sistema líquido-sólido.

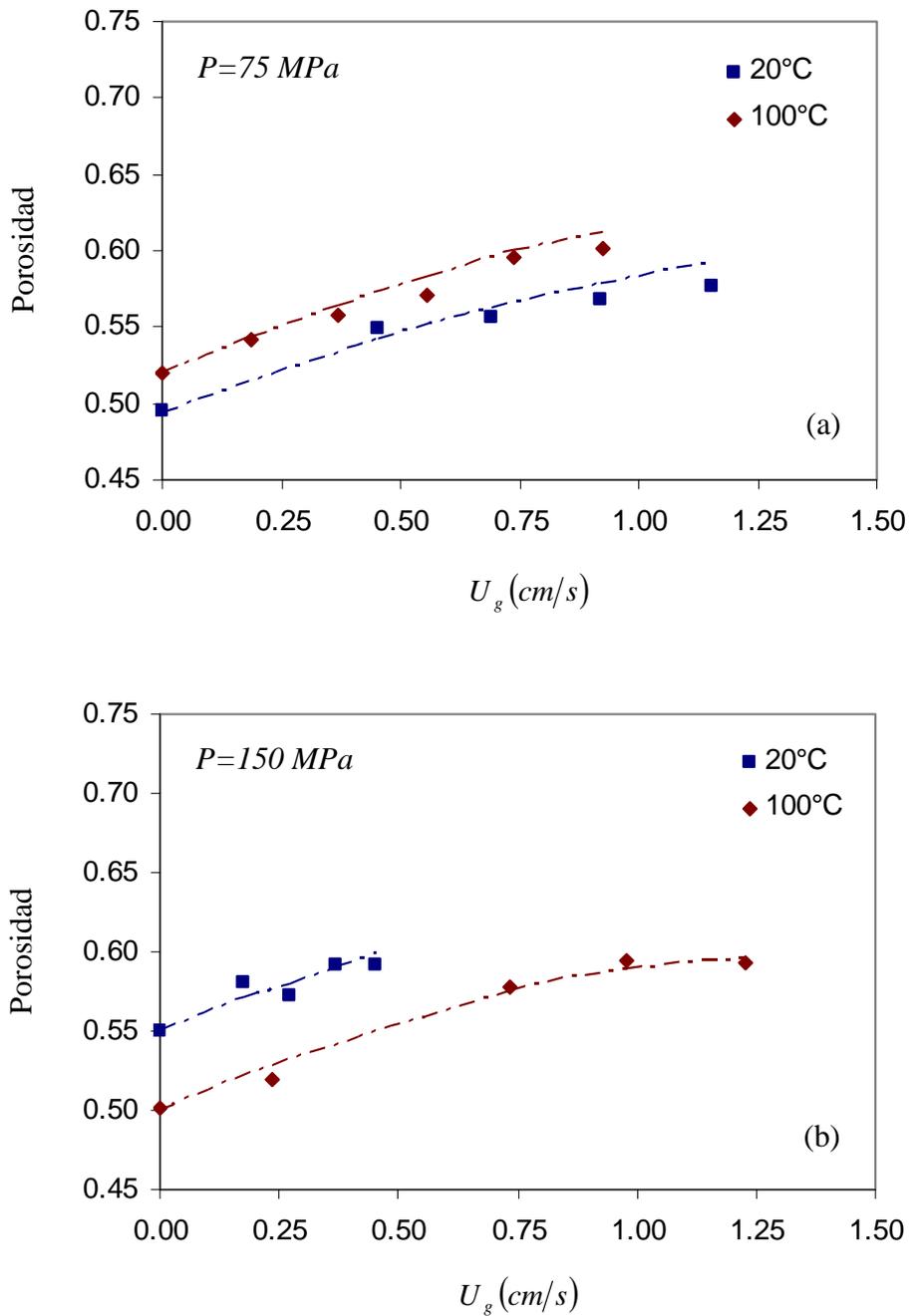


Figura 3.25. Efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho a dos presiones y temperaturas diferentes,  $U_l = 0.7$  cm/s, 20°C y 100°C<sup>[25]</sup> para

(a)  $P = 75$  MPa; (b)  $P = 150$  MPa

---

---

## Conclusiones

- El presente trabajo contribuyó a la obtención experimental de parámetros hidrodinámicos a condiciones de presión atmosférica y temperatura ambiente, así como presión y temperatura elevadas.
- Los resultados a presión atmosférica y temperatura ambiente de la velocidad mínima de fluidización, se contrastaron con las predicciones a partir de correlaciones empíricas y modelos fenomenológicos encontrándose que los menores errores de predicción son para los sistemas gas-agua-sólido, donde la correlación y el modelo fenomenológico con menores errores globales fue la de Larachi y col.<sup>[93]</sup> y el de Song y col.<sup>[91]</sup>.
- La expansión del lecho para los sistemas de lecho ebullente con agua y con diesel mostraron diferente comportamiento al introducir la fase gas al sistema líquido-sólido; en el sistema con agua se presentó contracción del lecho, en cambio al utilizar diesel se observó una ligera tendencia a expandirse.
- Para los sistemas que utilizaron partículas de catalizador, las correlaciones para la porosidad del lecho presentaron mejores predicciones en la expansión del lecho para los sistemas con agua que los que utilizaron diesel.
- El análisis de 202 datos experimentales de porosidad del lecho obtenidos con hidrocarburos mostró sensibilidad al factor de esfericidad de las partículas de catalizador, por consiguiente se modificó la correlación de Begovich-Watson<sup>[9]</sup> incorporándole dicho factor logrando mejorar notablemente las predicciones de la porosidad.

- La fracción volumétrica del líquido aumenta con la velocidad del líquido pero tiende a disminuir con la velocidad del gas. Asimismo, las propiedades del catalizador influyen en la porosidad y fracción de líquido retenida, encontrándose que comparativamente el catalizador de equilibrio expande más y alcanza mayores retenciones de líquido que el catalizador fresco.
- La incorporación del factor de esfericidad a la correlación empírica de Ermakova y col.<sup>[106]</sup> mejoró significativamente las predicciones de las velocidades mínimas de fluidización para sistemas experimentales que utilizaron catalizadores de diferente tamaño, normalmente utilizados en la hidrodesintegración de fracciones pesadas del petróleo.
- El efecto de la presión sobre la hidrodinámica de los reactores de lecho ebullente está influenciado por el comportamiento de las burbujas y las propiedades del líquido. Para el sistema nitrógeno-diesel-partículas esféricas de vidrio, al aumentar la presión de 1.0 a 15.0 MPa se produce un incremento en la fracción volumétrica del gas y la porosidad del lecho, con una disminución en las fracciones volumétricas del líquido y sólido.
- El efecto de la presión sobre la expansión o contracción del lecho puede atribuirse a sus efectos sobre los cambios en las propiedades físicas del líquido y sobre el comportamiento de las burbujas. El efecto neto de la presión es el de un incremento en la retención de gas y una reducción de la cantidad de líquido arrastrado en la estela de las burbujas, siendo ambos fenómenos los que propician el incremento de la expansión del lecho.
- Al aumentar la presión tiende a reducirse la velocidad mínima de fluidización, y esto parece deberse a que se afectan tanto las propiedades del líquido como las características de las burbujas. En las pruebas realizadas a altas presiones y temperaturas se mostró que al incrementar la temperatura (a presión elevada), se tienen efectos encontrados con un resultado neto, que al menos para las condiciones estudiadas se produce un aumento en la velocidad incipiente.

- Los sistemas de lecho ebullente a alta presión muestran un comportamiento en el régimen de burbujas dispersas, mientras que a presiones bajas el comportamiento corresponde al de burbujas en coalescencia.
- El modelo generalizado de la estela de Bhatia y Epstein<sup>[100]</sup> se empleó para describir la hidrodinámica de lechos a altas presiones y se encontró que sus predicciones se comparan de manera favorable con los datos obtenidos en el presente trabajo como con los reportados por otros autores.
- El modelo del pseudo-fluido predijo razonablemente el efecto de la velocidad del gas sobre la porosidad del lecho, correspondiente a los resultados experimentales obtenidos a diferentes temperaturas y presiones.
- También es posible utilizar el modelo del pseudo-fluido para predecir la expansión del lecho con la velocidad del gas, sin embargo esta predicción está limitada al régimen de flujo de burbujas dispersas; por lo tanto, sería inadecuado utilizar este modelo en sistemas en los que se presentara una contracción del lecho al introducir la fase gas en el sistema líquido-sólido.
- Los resultados del presente trabajo y particularmente los obtenidos a condiciones de presión y temperatura elevadas, así como las correlaciones propuestas constituyen una contribución al avance en el estudio de la hidrodinámica de los sistemas de lecho ebullente de tres fases, ya que a estas condiciones existe muy poca información reportada en la literatura.

---

## Recomendaciones

- Debido a la tendencia a procesar cargas cada vez más pesadas, es evidente la necesidad de realizar estudios hidrodinámicos de los reactores de lecho ebullente con miras a su diseño y escalamiento ya que a partir del diseño de un catalizador adecuado y de las condiciones específicas para el tipo de cargas, éstos reactores representan una alternativa viable para resolver en parte la problemática del procesamiento de las fracciones pesadas del petróleo.
- Como una continuación del presente trabajo, se sugiere estudiar la hidrodinámica de sistemas de lecho ebullente a presión y temperaturas elevadas, utilizando fracciones pesadas del petróleo tales como residuos atmosféricos y de vacío.
- Asimismo, se recomienda realizar estudios del efecto de los parámetros hidrodinámicos a condiciones de presión y temperatura elevadas sobre la calidad de los productos de reacción, utilizando diferentes catalizadores, es decir, estudiar la hidrodinámica de los reactores de lecho ebullente considerando la reacción involucrada.

---

---

## Referencias

- [1] Lee D.H., Macchi A., Epstein N., Grace J.R. Transition Velocities and Phase Holdups at Minimum Fluidization in Gas-Liquid-Solid Systems, *Can. J. Chem. Eng.* 79 (2001) 579-583
- [2] Saberian B.N., Wild G., Charpentier J.-C. Can. Fortin Y., Euzen J.-P., Patoux R. Contribution to the hydrodynamics study of gas-liquid-solid fluidized-bed reactors, *Int. Chem. Eng.* 27(3) (1987a) 423-440
- [3] Jiang P., Arters D., Fan L.-S. Pressure effects on the hydrodynamic behavior of gas-liquid-solid fluidized beds. *Ind. Eng. Chem. Res.* 31 (1992) 2322-2327
- [4] Jiang P., Luo X., Lin T.S., Fan L.S. High temperature and high pressure three phase fluidization-Bed expansion phenomena. *Powder Technol.* 90 (1997) 103-113
- [5] Jiang P., Luo X., Lin T.-J., Fan L.-S. (1994) Flow visualization of high pressure and high temperature three-phase fluidization-incipient fluidization. In *fluidization VIII*, 433-440
- [6] Luo X., Jiang P., Fan L.-S. High-pressure three-phase fluidization: Hydrodynamics and heat transfer. *AIChE J.* 43(10) (1997a) 2432-2445
- [7] Luo X., Zhang J., Tsuchiya K., Fan L.-S. On the rise velocity of bubbles in liquid-solids suspensions at elevated pressure and temperature. *Chem. Eng. Sci.* 52(21/22) (1997b) 3693-3699
- [8] Zhang J.-P., Grace J.R., Epstein N., Lim K.S. Flow regime identification in gas-liquid flow and three-phase fluidized beds. *Chem. Eng. Sci.* 52 (1997) 3979-3992
- [9] Begovich J.M., Watson J.S. Hydrodynamic Characteristics of Three-Phase Fluidized Beds. In *Fluidization*; Davidson J.F., Kearins D.L., Eds.; Cambridge University Press: Cambridge (1978a) 190-195
- [10] Begovich J.M, Watson J.S. An electroconductivity method for the measurement for axial variation of holdups in three-phase fluidized beds, *AIChE J.* 24 (1978b) 351-354
- [11] Fan L.-S. *Gas-Liquid-Solid Fluidization Engineering*, Butterworths Series in Chemical Engineering, Boston (1989)

- 
- [12] Schumpe A., Deckwer W.-D. Transport phenomena in three-phase reactors with fluidized solids. *Ger. Chem. Eng.* 7 (1984) 168-177
- [13] Wild G., Poncin S. Hydrodynamics. In K.D.P. Nigam, A. Schumpe (Eds.), *Three-Phase Sparged Reactors. Topics in Chem. Engng.* 8 (1996) Amsterdam: Gordon & Breach, Overseas Publishers Association.
- [14] Wisecarver K.D., Fan L.-S. Optimum particle size in a gas-liquid-solid fluidized bed catalytic reactor, *Chem. Eng. Sci.*, 43(10) (1988) 2741-2750
- [15] Tsutsumi A., Kim Y.H., Togawa S., Yoshida K. Classification of three-phase reactors. *Sadhana* 10 (1987) 247-259
- [16] Legile P., Ménard G., Laurent C., Thomas D., Bernis A. Contribution à l'étude hydrodynamique d'un lit fluidisé triphasique inverse fonctionnant à contrecourant. *Entropie* No. 143-144 (1988) 23-31
- [17] Ancheyta J., Speight J.G. Hydroprocessing of Heavy Oils and Residua, in *Chemical Industries: A Series of Reference Books and Textbooks*. H. Heineman and J.G. Speight (Eds), Taylor & Francis Group, LLC, Boca Raton, FL, USA (2007)
- [18] Quann R.J., Ware R.A., Hung Ch., Wei J. Catalytic hydrodemetallation of petroleum. *Adv. Chem. Eng.* 14 (1988) 95-259
- [19] Furimsky E. Selection of catalysts and reactors for hydroprocessing. *Appl. Catal. A* 171 (1998) 177-206
- [20] Gosselink J.W. Sulfide catalysts in refineries. *Cattech* 2 (1998) 127-144
- [21] Sie, S.T. Consequences of catalyst deactivation for process design and operation. *Appl. Catal. A* 212 (2001) 129-151
- [22] Babich I.V., Moulijn J.A. Science and technology of novel processes for dep desulfurization of oil refinery streams: a review. *Fuel* 82 (2003) 607-631
- [23] Ruiz R.S., Alonso F., Ancheyta J. Effect of high pressure operation on overall phase holdups in ebullated-bed reactors. *Catal. Today* 98 (2004a) 265-271
- [24] Ruiz R.S., Alonso F., Ancheyta J. Minimum fluidization velocity and bed expansion characteristics of hydrotreating catalysts in ebullated-bed systems. *Energy & Fuels* 18 (2004b) 1149-1155
- [25] Ruiz R.S., Alonso F., Ancheyta J. Pressure and temperature effects on the hydrodynamic characteristics of ebullated-bed systems. *Catal. Today* 109 (2005) 205-213

- 
- [26] Gianetto A., Specchia V. Trickle-bed reactors: state of art and perspectives. *Chem. Eng. Sci.* 47 (1992) 3197-3213
- [27] Al-Dahhan M.H., Larachi F., Dudukovic M.P., Laurent A. High pressure trickle-bed reactors: A review. *Ind. Eng. Chem. Res.* 36 (1997) 3292-3314
- [28] Ancheyta J., Betancourt G., Marroquín G., Centeno G., Alonso F., Muñoz J.A. Process for the catalytic hydrotreatment of heavy hydrocarbons of petroleum. U.S. Patent, pending. (2006)
- [29] Shah Y.T. (1979) *Gas-Liquid-Solid Reactor Design*. McGraw-Hill, New York.
- [30] Storch H.H. (1945) In "Chemistry of Coal Utilization", II, ed. By H.H. Lowry, John Wiley pp. 1750
- [31] Probstein R.F., Hicks R.E. (1982) *Synthetic Fuels*, McGraw-Hill
- [32] Wenzel F.W., Graeser U., Niemann K. trabajo presentado en el Japan Petroleum Institute, Petroleum Refining Conference, Tokio, Oct. (1986) 27-28
- [33] Johanson E.S. U.S. Patent 2,987,465 (1961)
- [34] Samejima H., Nagashima M., Azuma M., Noguchi S., Inozuka K. *Annals New York Academy of Sciences*, 434 (1984) 394
- [35] Schuman S.C., Wolk R.H., Chervenak M.C. Hydrogenation of coal. US Patent 3,301,393 (1967)
- [36] Li A., Liu D. *Proc. Second World Congress of Chemical Engineering IV* (1981) 170
- [37] Ashland Synthetic Fuels Inc. Final report to US Department of Energy. Contract No. DE-AC05-76ET10143 (1984)
- [38] Satterfield C.N., Pelosof A.A., Sherwood T.K. Mass transfer limitations in a trickle-bed reactor. *AIChE J.* 15 (1969) 226-234
- [39] Douglas W.J.M. *Chem. Eng. Prog.* 60(7) (1964) 66
- [40] Kunii D., Levenspiel O. (1969) *Fluidization Engineering*, John Wiley
- [41] Schuman S.C., Wolk R.H., Chervenak M.C. Hydrogenation of coal. US Patent 3,3183, 180 (1965)
- [42] Griswold C.R., Van Driesen R.P. Comercial experience with H-Oil. *Hydrocarbon Processing* 45(5) (1966) 153-158
- [43] Jhonson T.E., Murphy J.R., Tasker K.G. Technology. *Oil and Gas J.* 50 (1985)

- [44] Souza GL.M., Alfonso J.C., Schmal M., Cardoso J.N. Mild hydrocracking of and unstable feedstock in a three-phase fluidized bed reactor. *Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev.* 31 (1992) 2127-2133
- [45] Ermakova A., Ziganshin G.K., Stefoglo E.F., Slin'ko M.G. *Theor. Osnovy Khim. Tekhnol.* 7 (1973) 35
- [46] Garstman A.N., Ermakova A., Bakhbalova V.P., Rassadnikova N.I. Mass transfer with chemical reaction in the three phase system gas-liquid-solid catalyst. *Int. Chem. Eng.* 17 (1977) 697-70
- [47] Sherwin M.B., Frank M.E. Make methanol by three phase reaction. *Hydrocarbo Processing* 55 (1976) 122-124
- [48] Thompson A.R. *Encyclopedia of Chemical Technology* (R.R. Kirk and D.F. Othmer, Eds.) vol. 4, New York: Interscience Encyclopedia (1955) 619
- [49] Harada Y. Wet catalytic oxidation process for industrial effluent treatment. *Proc. Asian Conf. Fluidized-bed & Three-phase reactors.* (K. Yoshida and S. Morooka, eds.), Tokyo, Dec. 14-17 (1988)
- [50] Fan Z., Yuanguyu Z. Polydisperse behaviour of a leached uranium ore in a fluidized classifying and waging column. In *Fluidization Science and Technology, China-Japan Symp.* Hangaroa, China. April 4-9 (1982) (M. Kwauk and D. Kunii, Eds.) New York: Gordo and Breach Science Publishers Inc.
- [51] Brownell L.E. (1951) *Encyclopedia of Chemical Technology* (Kirk, R.F. and Othmer, D.F., Eds.) vol. 6, p. 516. New York; Interscience Encyclopedia.
- [52] Oloman C., Watkinson A.P. The electroreduction of oxygen by hydrogen peroxide on fluidized cathodes. *Can. J. Chem. Eng.* 53 (1975) 268-273
- [53] Kusakabe K., Morooka S., Kato Y. Chare transfer rate in liquid-solid and gas-liquid-solid fluidized beds electrodes. *J. Chem. Eng. Jap.* 14 (1981) 208-214
- [54] Blum D.B., Thoman J.J. Three-phase fluidization in a liquid phase methanator. *AIChE Symp. Ser. Vol. 73, no. 161* (1977) 115-120
- [55] Sastri N.V.S., Epstein N., Hirata A., Koshijima I., Izumi M. Zinc hydrosulphite by three-phase fluidization. *Experiments and model.* *Can. J. Chem. Eng.* 61 (1983) 635-646

- [56] Song B.H., Lee G.S., Yun C.K., Kim S.D. Growth of particles in drying of orthophosphate solution in a fluidized bed. Proc. Asian Conf. Fluidized-bed and Three-phase Reactors, Tokyo, Dec. 14-17 (1988) (K. Ypshida and S. Morooka, Eds.) pp. 278-288
- [57] Volpicelli G., Massimilia, L. Application of three-phase fluidization to calcium bisulphate acid production. Pulp and Paper Mag. Canada. 66(19) (1965) T512
- [58] Volpicelli G., Massimilia L. Three-phase fluidized bed reactors. A application to the production of calcium bisulfite acid solutions. Chem. Eng. Sci. 25 (1970) 1361-1373
- [59] Jones A.G., Wachi S., Delannoy C.-C. (1992) Precipitation of calcium carbonate in a fluidized bed reactor. Proc. 7<sup>th</sup> Engineering Foundation Conf. on Fluidization (O.E. Potter and D.J. Nicklin, Eds.), pp. 407-414. New York: Engineering Foundation.
- [60] Nagai K., Yanagihara M., Sugiyama S., Tano Y., Miyasaki H., Morishima T., Saito T. (1988) Tin replenishing unit with fluidized-bed in electrolytic tining process. Proc. Asian Conf. Fluidized-bed and Three-phase Reactors. Tokyo, Dec. 14-17, 1988 (K. Yoshida, and Morooka, Eds.), pp. 582-591
- [61] Sineriz F., Diaz H.F., Cordoba P.R. (1980) Fluidized bed reactor for the production of methane from suga cane bagasse. In Advances in Biotechnology (M. Moo-Young and C.W. Robinson, Eds.)
- [62] Scott D.C., Hancher C.W., Arcuri E.J. (1980) Tapered fluidized bed bioreactors for environmental control and fuel production. In Advances in Biotechnology, vol. I (M. Moo-Young and C.W. Robinson, Eds.)
- [63] Kobayashi T., Suda T., Naamune T., Endo I. Continuous production of penicillin in a fluidized bed reactor. J. Chem. Eng. Jap. 23 (1990) 505-507
- [64] Holladay D.W., Hancher C.W., Scott C.D., Chilcote D.D. J. Water Pollution Control Fed., 50 (1978) 2573
- [65] Lee D.D., Scott C.D., Hancher C.W. J. Water Pollution Control Fed. 51 (1979) 985
- [66] Hirata A., Hosaka Y., Mukai H., Kaiho M. Water Purification and Liquid Wastes Treatment 23 (1982) 15
- [67] Hosaka Y., Kaihou M., Hirata A. Water Sci. Technol. 17 (1985) 1437
- [68] Scott C.D., Hancher C.W. Biotechnol. Bioeng. 18 (1976) 1393
- [69] Qian W.X. Research report No. 5 (Jan.) Wuhan Institute of Municipal Engineering, China (quoted by Fan, 1989) (1980)

- [70] Shen Y.M., Wang B.L. Chen-du Institute of Municipal Engineering, China (quoted by Fan, 1989) (1980)
- [71] Chatib B., Grasmick A., Elmaleh S., Ben Aim. R. (1981) Biological fluidized bed treatment of water and wastewater (Cooper, P.F. and Atkinson, B., Eds.) Chapter 4, pp. 192: Ellis Horwood
- [72] Takase H., Ishibashi D., Sugimoto M. (1983) Proc. Symp. Biological Watsse Water Treatment, p. 7, Sendai, Japan: Soc. Chem. Engrs. Jap.
- [73] Donaldson T.L., Strandberg G.W., Hewitt J.D., Shields G.S. Biooxidation of coal gasification waste waters. Environ. Prog. 3 (1984) 248-253
- [74] Hogrefe W., Grossembacher H., Cook A.M., Hutter R. Biotreatment of S-triazine-containing wastewater in a fluidized bed reactor. Biotechnol. Bioeng. 28 (1986) 1577-1581
- [75] Forster C.F., Boyes A.P., Hay B.A., Butt J.A. An aerobic fluidized bed reactor for waste water treatment. Chem. Eng. Res. Des. 64 (1986) 425-430
- [76] Suh I.-S. (1992) Xanthanproduktion im Blasensäulen-Bioreaktor. Thesis, TU Braunschweig, FRG.
- [77] Merkel C., Laudamus C., Buchholz R. (1994) Alkaloid production with immobilized cells in fluidized bed reactors- A comparison of solid-suspended bubble column and water reduced gas/solid fluidized bed reactor. Third German/Japanese Symposium Bubble Columns. Schwerte, Germany, June 13-15, 1994. pp. 307-311. Düsseldorf: GVC.
- [78] Rana M.S., Sámano V., Ancheyta J., Diaz J.A.I. A review of recent advances on process technologies for upgradig of heavy oils and residua. Fuel 86 (2007) 1216-1231
- [79] Colyar J.J., Wisdom L.I. Upgrading vacuum residue from Mexican crudes for Petroleos Mexicanos hydrodesulfurization residue complex Miguel Hidalgo Refinery. Tokyo (Japan): Japan Petroleum Institute (1992)
- [80] Axens. IFP Group Technologies, [en línea]. Dirección URL: <<http://www.axens.net/>>. [Consulta: Agosto 2007].
- [81] Röbschaläger K.W., Deelen W.J., Naber J.E. The Shell residue hydroconversion process: development and future applications. In: Chongren H, Chu H, editors. Proc international symposium on heavy oil and residue upgrading and utilization. Beijing: International Academic Publishing (1992) 249
- [82] Eccles R.M. Fuel Process Technol 35 (1993) 21

- [83] Kressmann S., Colyar J.J., Peer E., Billon A., Morel F. H-Oil process based heavy crudes refining schemes. In: Proc 7th unitar conference on heavy crude and tar sands, Beijing (China), October 27–30 (1998) 857
- [84] Johns W.F., Clausen G., Nongbri G., Kaufman H. Texaco T-Star process for ebullated bed hydrotreating/hydrocracking. AM-93-21. Presented at the 1993 NPRA annual meeting, San Antonio, (TX), March 21–23 (1993)
- [85] Scherzer J., Gruia A.J. Hydrocracking science and technology. New York: Marcel Dekker, Inc.; 1996.
- [86] Daniel Mc., Lerman D.B., Peck L.B. Amocos LC-fining residue hydrocracker yield and performance correlations from a commercial unit. NPRA (1988)
- [87] Zhao R., Goodwing Jr. J.G., Jothimurugesan K., Spivey J.J., Gangwal S.K., Comparison of attrition test methods: ASTM Standard Fluidized Bed vs. Jet cup, Ind. Eng. Chem. Res., 39 (2000) 1155-1158
- [88] Østergaard K., Chem. Engng. Sci. 20 (1965) 165
- [89] Jean R.H., PhD. Dissertation, The Ohio State University (1988)
- [90] Costa N., De Lucas A., Garcia P. Fluid Dynamics of Gas-Liquid-Solid Fluidized Beds. Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev. 25 (1986) 849-854
- [91] Song G.H., Bavarian F., Fan L.S., Buttke R.D., Peck L.B. Catalysts. Can. J. Chem. Eng. 67 (1989) 265-275
- [92] Nacef S. Hydrodynamique des lits fluidisés gaz-liquide-solide. Effets du distributeur et de la nature de liquide. Ph.D. Thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France, 1991.
- [93] Larachi F., Iliuta I., Rival O., Grandjean B.P.A. Ind. Eng. Chem. Res. 40 (2000) 563-572
- [94] Briens L.A., Briens C.L., Margaritis A., Hay J. Minimum Liquid Fluidization Velocity in Gas-Liquid-Solid Fluidized Beds, AIChE J., 43 (1997) 1180-1189
- [95] Dudukovic M.P., Larachi F., Mills P.L., Multiphase reactors - revisited, Chem. Eng. Sci., 54 (1999) 1975-1995
- [96] Soung W.Y. Bed expansion in Three-Phase Fluidization, Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev. 17 (1978) 33-36
- [97] Nikov I., Grandjean B.P.A., Carreau P.J., Paris J. AIChE J. 36 (1990) 1613

- [98] Larachi F., Belfares L., Iliuta I., Grandjean B.P.A. Three-phase fluidization macroscopic hydrodynamics visited. *Ind. Eng. Chem. Res.* 40 (2001) 993-1008
- [99] Kim S.D., Baker C.G.J., Bergougnou M.A. *Can. J. Chem. Eng.* 50 (1972) 695
- [100] Bhatia V.K., Epstein N. In: *Proceedings of Int. Symp. on Fluidization and its Applications*, Cepadues-Editions, Toulouse (1974) 380
- [101] Shaikh A., Al-Dahhan M., A review of flow regime transition in bubble columns. *Int. J. Chem. Reactor Eng.* Vol. 5 (2007) 1-68
- [102] Rundell D.N., Schaefer R.J., Shou J.K. Hydrodynamics of four-phase fluidization: Comparison of cold-flow and operating reactor data for a gas/liquid/coal slurry fluidized bed. *Ind. Eng. Chem. Res.* 26 (1987) 613-617
- [103] Tarmy B., Chang M., Coulaloglou C., Ponzi P. *Chem. Eng.*, Oct. 18-23 (1984)
- [104] Darton R.C., Harrison D. Gas and liquid hold-up in three-phase fluidization. *Chem. Eng. Sci.* 30 (1975) 581
- [105] Wallis G.B. (1969) *One-dimensional two-phase flow*, McGraw-Hill, New York.
- [106] Ermakova A., Ziganshin G.K., Slin'ko M.G. Hydrodynamics of a Gas-Liquid Reactor with a Fluidized Bed of Solid Matter. *Theor. Found. Chem. Eng.* 4 (1970) 84-89
- [107] Bloxom V.R., Costa J.M., Herranz J., MaxWilliam G.L., Roth S.R. Determination and Correlation of Hydrodynamic Variables in a Three-Phase Fluidized Bed; MIT Report no. 219; Oak Ridge National Laboratory: Oak Ridge, TN (1975)
- [108] Fortin Y. Réacteurs à Lit Fluidisé Triphasique: Caractéristiques Hydrodynamiques et Mélange des Particules Solides. Ph.D. Thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine, Lorraine, France (1984)
- [109] Zhang J.P., Epstein N., Grace J.R., Zhu J. Minimum Liquid Fluidization Velocity of Gas-Liquid Fluidized Beds, *Chem. Eng. Res. Des.* 73 (1995) 347-353
- [110] Razumov I.M., Manshilin V.V., Nemets L.L. *Int. Chem. Eng.* 13 (1973) 57-61
- [111] Kim S.D., Baker C.G.J., Bergougnou M.A. *Can. J. Chem. Eng.* 53 (1975) 134-139
- [112] Kato Y., Uchida K., Kago T., Mooroka, S. *Power Technol.* 28 (1981) 173-179
- [113] Grandjean B.P.A., Carreau P.J., Nikov I., Paris J. Viscosity Effects in Cocurrent Three-phase Fluidization. *AIChE J.* 36 (1990) 1925
- [114] Richardson J.F., Zaki W.N. *Trans. Inst. Chem. Eng.* 32 (1954) 35
- [115] Schlichting H., *Boundary-Layer Theory*, McGraw-Hill, New York, 1979.

- 
- [116] Baker C.G.J., Kim S.D., Bergougnou M.A. Powder Technol. 18 (1977) 201
- [117] Di Felice R. The pseudo-fluid model applied to three-phase fluidization, Chem. Eng. Sci. 55 (2000) 3899-3906
- [118] ASTM Test Method C128-01: Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of Fine Aggregate (2001)
- [119] Alonso M.F., Ancheyta J.J., Ruiz M.R.S. Manual de operación de la planta para estudios hidrodinámicos en sistema de tres fases. Registro de Derecho de Autor No. 03-2005-061712061800-01 (2005) pp. 33
- [120] Epstein N. Three-Phase Fluidization: Some Knowledge Gaps. Can. J. Chem. Eng. 59 (1981) 649-657
- [121] Fan L.-S., Satija S., Wisecarver K. AIChE J., 32(2) (1986) 338
- [122] McKnight C.A., Hackman L., Grace J.R., Macchi A., Kiel D., Tyler J. Fluid Dynamic Studies in Support of an Industrial Three-Phase Fluidized Bed Hydroprocessor, Can. J. Chem. Eng. 81 (2003) 338-350
- [123] Fan L.-S., Tsuchiya K. Bubble wake dynamics in liquids and liquid-solid suspensions, Butterworths, Stoneham, MA (1990)

---

---

## Anexo 1

### ASTM C-128 - 01

#### Método Estándar de Prueba para la Densidad, la Densidad Relativa (Gravedad Específica), y la Absorción del Agregado Fino

##### 1. Alcance

- 1.1 Este método de prueba cubre la determinación de la densidad promedio de una cantidad de partículas de agregado fino (no incluyendo el volumen de espacios vacíos entre las partículas), la densidad relativa (gravedad específica), y la absorción del agregado fino. Dependiendo del procedimiento usado, la densidad, en  $\text{kg/m}^3$  ( $\text{lb/ft}^3$ ) se expresa como densidad de secado en horno (OD), densidad de la superficie de saturación seca (SSD), o como densidad aparente (gravedad específica aparente). Asimismo, la densidad relativa (gravedad específica), es una cantidad adimensional y se expresa como OD, SSD, o como densidad relativa aparente (gravedad específica aparente). La densidad OD y la densidad relativa OD se determinan después de secar el agregado. La densidad SSD, la densidad relativa SSD y la absorción se determinan después de empapar el agregado en agua durante un tiempo prescrito.
- 1.2 Este método de prueba se utiliza para determinar la densidad de la porción esencialmente sólida de una gran cantidad de partículas agregadas y proporciona un valor medio representativo de la muestra. Esto hace una distinción entre la densidad de partículas agregadas según lo determinado por este método de prueba y la densidad a granel de agregados según lo determinado por el Método de Prueba C 29/C 29M, que incluye el volumen de espacios vacíos entre las partículas de agregados.
- 1.3 Este método de prueba no está destinado para utilizarse en agregados ligeros.
- 1.4 Los valores indicados en unidades del Sistema Internacional (SI) deben considerarse como el estándar para llevar a cabo las pruebas. Los resultados de la prueba de densidad serán reportados en unidades del SI o unidades de libra-pulgada, según sea conveniente.
- 1.5 El texto de las notas y de las notas al pie de la página de referencias de este método de prueba proporcionan mayor explicación. Estas notas y notas al pie de la página (excepto las de tablas y figuras) no se considerarán como requisitos de este método de prueba.
- 1.6 *Este estándar no pretende tratar todas las precauciones de seguridad, si las hay, asociadas a su uso. Es responsabilidad del usuario de este estándar establecer prácticas apropiadas de seguridad y de salud, así como determinar la aplicabilidad de limitaciones reguladoras antes de su empleo.*

## 2. Documentos referenciados

### 2.1 Estándares ASTM:

- Método de prueba C 29/C 29M para la densidad a granel (“unidad de peso”) y espacios vacíos en el agregado.
- Método de prueba C 70 para la humedad superficial en un agregado fino
- Terminología C 125 referente a los concretos y los agregados de concretos
- Método de prueba C 127 para la densidad, la densidad relativa (gravedad específica) y la absorción del agregado grueso
- Método de prueba C 188 para la densidad del cemento hidráulico
- Método de prueba C 566 para el contenido total de humedad evaporable del agregado por secado
- Práctica C 670 para elaborar la precisión y las predisposiciones en los reportes de los métodos de prueba para los materiales de construcción
- Práctica C 702 para reducir muestras del agregado al tamaño de prueba
- Práctica D 75 para el muestreo de agregados

### 2.2 Estándar AASHTO

- AASHTO No. T 84 Gravedad específica y absorción de agregados finos

## 3. Terminología

### 3.1 Definiciones

- 3.1.1 *Absorción*, aumento del peso del agregado debido al agua que penetra en los poros de las partículas, durante un período de tiempo prescrito pero sin incluir el agua que se adhiere a la superficie exterior de las partículas, expresada como porcentaje del peso seco.
- 3.1.2 *Secado en horno (OD)*, está relacionado con las partículas agregadas y es la condición en la cual los agregados han sido secados calentándose en un horno a  $110 \pm 5$  °C por suficiente tiempo para alcanzar un peso constante.
- 3.1.3 *Superficie de Saturación Seca (SSD)*, está relacionada con las partículas agregadas y es la condición en la cual los poros permeables de partículas agregadas se llenan de agua al grado requerido sumergiéndose en agua durante un período de tiempo prescrito, pero sin el agua libre sobre la superficie de las partículas.
- 3.1.4 *Densidad*, es el peso de un material por unidad de volumen, expresado como kilogramos por metro cúbico (libras por pie cúbico)
- 3.1.4.1 *Densidad (OD)*, es el peso seco de las partículas agregadas por unidad de volumen de las partículas agregadas, incluyendo el volumen de poros permeables e impermeables dentro de las partículas, pero excluyendo los espacios vacíos entre las partículas.
- 3.1.4.2 *Densidad (SSD)*, es el peso del agregado de superficie de saturación seca por unidad de volumen de las partículas agregadas, incluyendo el volumen de espacios vacíos impermeables y de poros llenos de agua dentro de las partículas, pero excluyendo los espacios entre las partículas.
- 3.1.4.3 *Densidad aparente*, es el peso por unidad de volumen de la porción impermeable de las partículas agregadas.
- 3.1.5 *Densidad relativa (gravedad específica)*, es el cociente de la densidad de un material y la densidad del agua a una temperatura indicada; los valores son adimensionales.

- 3.1.5.1 *Densidad relativa (gravedad específica), (OD)*, es el cociente de la densidad (OD) del agregado y la densidad del agua a una temperatura indicada.
  - 3.1.5.2 *Densidad relativa (gravedad específica), (SSD)*, es el cociente de la densidad (SSD) del agregado y la densidad del agua a una temperatura indicada.
  - 3.1.5.3 *Densidad relativa aparente (gravedad específica aparente)*, es el cociente de la densidad aparente del agregado y la densidad del agua a una temperatura indicada.
- 3.1.6 Para las definiciones de otros términos relacionados con los agregados vea la terminología C 125.

#### **4. Resumen del método de prueba**

- 4.1 Una muestra del agregado se sumerge en agua durante  $24 \pm 4$  h esencialmente para llenar los poros. Entonces se saca del agua, se seca el agua de la superficie de las partículas y se determina el peso. Posteriormente, la muestra (o una porción de ella) se coloca en un recipiente graduado y se determina el volumen de la muestra por el método gravimétrico o volumétrico. Finalmente, la muestra se seca en el horno y se determina el peso otra vez. Usando los valores de los pesos obtenidos así como las fórmulas en este método de prueba, es posible calcular la densidad, la densidad relativa (gravedad específica) y la absorción.

#### **5. Significación y uso**

- 5.1 La densidad relativa (gravedad específica) es la característica usada generalmente para el cálculo del volumen ocupado por el agregado en varias de las mezclas que contienen el agregado incluyendo el concreto del cemento Portland, el concreto bituminoso y otras mezclas que se proporcionen o se analicen sobre una base absoluta de volumen. La densidad relativa (gravedad específica) también se utiliza para el cálculo de los espacios vacíos en el agregado por el método de prueba C 29/C 29M. La densidad relativa (gravedad específica) (SSD) se utiliza en la determinación de la humedad superficial del agregado fino por desplazamiento de agua en el método de prueba C 70. Se utiliza la densidad relativa (gravedad específica) (SSD) si el agregado está húmedo, es decir, si su absorción ha sido satisfecha. Inversamente, la densidad o la densidad relativa (gravedad específica) (OD) se utiliza para cálculos cuando el agregado es seco o se asume que está seco.
- 5.2 La densidad aparente y la densidad relativa aparente (gravedad específica aparente) pertenecen al material sólido de las partículas constitutivas sin incluir el espacio de poro dentro de las partículas al que puede acceder el agua. Este valor no se utiliza extensamente en la tecnología de agregados de la construcción.
- 5.3 Los valores de absorción se utilizan para calcular el cambio en el peso de un material agregado debido al agua absorbida en los espacios de poro dentro de las partículas constitutivas, comparadas con la condición seca, cuando se juzga que el agregado ha estado en contacto con agua bastante tiempo para satisfacer la mayoría del potencial de absorción. El estándar del laboratorio para la absorción es el obtenido después de sumergir el agregado seco por un período del tiempo prescrito. Los agregados extraídos por debajo del agua tienen comúnmente un contenido de humedad mayor que la absorción determinada por este método de prueba, si fueron utilizados sin oportunidad de secarse antes. Inversamente, algunos agregados que no se han

mantenido continuamente en condiciones húmedas hasta que son utilizados probablemente contienen una cantidad de humedad absorbida, menor que la condición de empapado de 24 h. Para un agregado que ha estado en contacto con agua y que tenga humedad libre en las superficies de la partícula, el porcentaje de humedad libre se determina deduciendo la absorción del contenido de agua total por el método de prueba C 566 por secado.

- 5.4 Los procedimientos generales descritos en este método de prueba son convenientes para determinar la absorción de los agregados que han tenido condicionamiento con excepción del empapado por 24 h, por ejemplo por ebullición de agua o por saturación a vacío. Los valores obtenidos para la absorción por otros métodos de prueba serán diferentes que los valores obtenidos por el empapado prescrito de 24 h, como la densidad (SSD) o la densidad relativa (gravedad específica (SSD)).
- 5.5 Los poros en agregados ligeros no se llenan necesariamente de agua después de la inmersión durante 24 h, de hecho, el potencial de absorción para muchos de tales agregados no se satisfacen después de la inmersión en agua durante varios días. Por lo tanto, este método de prueba no está destinado para utilizarse en agregados ligeros.

## 6. Aparatos

- 6.1 *Balanza.* Una balanza con capacidad de 1 Kg. o más, sensibilidad de 0.1 g o menor, exactitud dentro de 0.1 % de carga en el intervalo de uso para este método de prueba. Dentro del intervalo de 100 g de carga de la prueba, deberá haber una diferencia entre las lecturas con exactitud dentro de 0.1 g.
- 6.2 *Picnómetro (para su uso en el procedimiento gravimétrico).* Un frasco u otro envase conveniente en el cual la muestra de la prueba del agregado fino pueda ser introducida fácilmente y en el cuál se pueda reproducir el contenido del volumen dentro de  $\pm 0.1 \text{ cm}^3$ . El volumen del envase lleno a la marca será por lo menos 50 % mayor que el espacio requerido para acomodar la muestra de prueba. Un frasco volumétrico con capacidad de  $500 \text{ cm}^3$  o un recipiente con tapa de picnómetro para una muestra de prueba de 500 g de agregados finos será satisfactorio.
- 6.3 *Frasco (para su uso en el procedimiento volumétrico).* Un frasco de Le Chatelier según lo descrito en el método de prueba C 188 es satisfactorio para una muestra de prueba de aproximadamente 55 g.
- 6.4 *Molde y tapón para la prueba superficial de la humedad.* El molde metálico tiene la forma de un cono con las siguientes dimensiones:  $40 \pm 3 \text{ mm}$  de diámetro interno en la tapa,  $90 \pm 3 \text{ mm}$  de diámetro interno en el fondo y  $75 \pm 3 \text{ mm}$  de altura, con un espesor mínimo de 0.8 mm. El tapón metálico tendrá un peso de  $340 \pm 15 \text{ g}$  y una cara circular plana de  $25 \pm 3 \text{ mm}$  de diámetro.

## 7. Muestreo

- 7.1 Muestree el agregado de acuerdo con la práctica D 75. Mezcle perfectamente la muestra y redúzcala para obtener un espécimen de prueba de aprox. 1 kg usando el procedimiento descrito en la práctica C 702.

## 8. Preparación del espécimen de prueba

- 8.1 Seque el espécimen de prueba en una cacerola o un recipiente conveniente a peso constante a una temperatura de  $110 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Permita que se refresque a una

temperatura de manejo cómoda, cubriendo con agua, por inmersión o por adición de por lo menos 6 % de humedad del agregado fino y permita estar así durante  $24 \pm 4$  h.

8.1.1 Donde los valores de absorción y densidad relativa (gravedad específica) que se utilizan generalmente en mezclas de concreto que tienen humedad natural, el requisito de secado del punto 8.1 es opcional. Si las superficies de las partículas en la muestra se han mantenido continuamente húmedas hasta la prueba, el requisito de secado de  $24 \pm 4$ h también es opcional.

*Nota 1. Los valores para la absorción y para la densidad relativa (gravedad específica) (SSD) pueden ser perceptiblemente más altos para el agregado no secado antes de empapararlo que para el mismo agregado tratado de acuerdo con el punto 8.1.*

8.2 Decante el exceso del agua con cuidado para evitar la pérdida de finos, separe la muestra en una superficie no absorbente plana expuesta a una corriente suave de aire caliente y revuelva con frecuencia para asegurar un secado homogéneo. Si se desea, puede emplearse ayuda mecánica para lograr tener una superficie seca saturada. Continúe esta operación hasta que el espécimen de la prueba se acerque a una condición de flujo libre. Siga el procedimiento del punto 8.3 para determinar si la humedad superficial todavía está presente en las partículas constitutivas del agregado fino. Realice un primer ensayo para la humedad superficial cuando todavía haya un poco de agua superficial en el espécimen de prueba. Continúe el secado con agitación constante y pruebe frecuentemente hasta que la prueba indique que el espécimen ha alcanzado la condición de superficie seca. Si el primer ensayo de la prueba superficial de humedad indica que la humedad no está presente en la superficie, se ha secado más allá de la condición de superficie seca saturada. En este caso, mezcle completamente algunos mililitros de agua con el agregado fino y deje al espécimen en un envase cubierto durante 30 minutos. Entonces, reanude el proceso de secado y prueba frecuentemente para el inicio de la condición de superficie seca.

8.3 *Prueba de humedad superficial.* Sostenga el molde cónico firmemente sobre una superficie lisa no absorbente con el diámetro grande hacia abajo. Ponga una porción del agregado fino parcialmente seco en el molde llenándolo hasta desbordar y amontonando el material adicional sobre la tapa del molde sosteniéndolo con los dedos ahuecados de la mano. Apisone ligeramente el agregado fino en el molde con 25 golpecitos ligeros del pisón. Inicie cada golpe a aproximadamente 5 milímetros sobre la superficie superior del agregado fino. Permita que el pisón caiga libremente por atracción gravitacional en cada golpe. Ajuste la altura de inicio de una nueva elevación superficial después de cada golpe y distribuya los golpecitos sobre la superficie. Quite los gránulos sueltos de la base y levante el molde verticalmente. Si la humedad superficial todavía está presente, el agregado fino conservará la forma moldeada. El desmoronamiento leve del agregado fino moldeado indica que ha alcanzado una condición de superficie seca.

8.3.1 Algunos de los agregados finos con partículas de forma angular predominantemente o con alta proporción de finos no se desmoronan en la prueba del cono al alcanzar la condición de superficie seca. Pruebe dejando caer un puñado del agregado fino de la prueba del cono sobre una superficie desde una altura de 100 a 150 milímetros y observe si los finos llegan a ser

aerotransportados; la presencia de finos aerotransportados indica este problema. Para estos materiales, considere la condición de superficie seca saturada como el punto en que un lado del agregado fino cae levemente por encima al quitar el molde.

*Nota 2. Los criterios siguientes también se han utilizado en los materiales que no caen fácilmente:*

- (1) *Prueba Provisional Del Cono.* Llene el cono según lo descrito en 8.3, excepto que utilice sólo 10 golpecitos del pisón. Adicione más agregado fino y utilice 10 golpecitos del pisón otra vez. Entonces agregue el material dos veces más usando 3 y 2 golpecitos del pisón, respectivamente. Nivele el material incluso con la tapa del molde, quite el material desparramado de la base; y levante el molde verticalmente.
- (2) *Prueba Superficial Provisional.* Si se observan finos aerotransportados cuando el agregado fino es tal que no caerá cuando está en una condición de la humedad, agregue más humedad a las partículas, y en el inicio de la condición de superficie seca, con la mano suavemente tome aproximadamente 100 g del material y colóquelo sobre una superficie plana, seca, limpia, oscura o no absorbente tal como una hoja del plástico, galvanizada, una superficie de acero, o una superficie metálica pintada de negro. Después de 1 a 3 segundos, quite el agregado fino. Si se observa humedad sobre la superficie de prueba por más de 1 a 2 segundos, entonces se considera que el agregado fino está húmedo.
- (3) Procedimientos colorimétricos descritos por Kandhal y Lee, expediente No. 307, p. 44 de Highway Research
- (4) Para alcanzar la condición de superficie seca saturada de un material de un solo tamaño que se cae suavemente cuando está húmedo, puede utilizarse una toalla de papel para secar la superficie del material hasta el punto en que la toalla deja de absorber humedad de la superficie de las partículas de agregado fino.

## 9. Procedimiento

9.1 Prueba por el procedimiento gravimétrico del punto 9.2 o el procedimiento volumétrico del punto 9.3. Haga todas las determinaciones de peso a 0.1 g.

9.2 *Procedimiento gravimétrico (picnómetro).*

9.2.1 Llene parcialmente el picnómetro de agua. Introduzca en el picnómetro  $500 \pm 10$  g del agregado fino con superficie seca saturada preparado según lo descrito en la sección 8 y llene de agua adicional a aproximadamente 90 % de su capacidad. Agite el picnómetro según lo descrito en 9.2.1.1 (manualmente) o 9.2.1.2 (mecánicamente).

9.2.1.1 Ruede, invierta y agite manualmente el picnómetro para eliminar todas las burbujas de aire.

*Nota 3. Normalmente se requieren de 15 a 20 minutos para eliminar las burbujas de aire por métodos manuales. Se ha encontrado que sumergiendo la extremidad de una toalla de papel en el picnómetro se ayuda a la dispersión de la espuma que algunas veces se acumula al eliminar las burbujas de aire. Opcionalmente, puede utilizarse una cantidad pequeña de alcohol isopropílico para dispersar la espuma.*

- 9.2.1.2 Agite mecánicamente el picnómetro por vibración externa de tal manera que no se degrade la muestra. Se ajusta un nivel de agitación apenas para que el movimiento de las partículas sea suficiente para promover la eliminación de burbujas de aire sin degradación de la muestra. Un mezclador mecánico se considera aceptable para su uso si en las pruebas de comparación que se realizan cada seis meses, se observan variaciones menores que el intervalo aceptable entre dos resultados (d2s) como se indica en la **Tabla A1.1**, a partir de los resultados de la agitación manual con el mismo material.
- 9.2.2 Después de eliminar todas las burbujas de aire, ajuste la temperatura del picnómetro y de su contenido a  $23.0 \pm 2.0$  °C, si es necesario, ajuste la temperatura por inmersión parcial en agua de circulación y lleve el nivel del agua del picnómetro a su capacidad calibrada. Determine el peso total del picnómetro, del espécimen y del agua.
- 9.2.3 Quite el agregado fino del picnómetro, séquelo a peso constante a temperatura de  $110 \pm 5$  °C, enfríe con aire a temperatura ambiente por  $1 \pm \frac{1}{2}$  h y determine el peso.
- 9.2.4 Determine el peso del picnómetro lleno de agua a su capacidad calibrada a  $23 \pm 2.0$  °C.
- 9.3 *Procedimiento volumétrico (frasco Le Chatelier).*
- 9.3.1 Inicialmente, llene de agua el frasco a un punto en el vástago entre el 0 y la marca de 1 ml. Registre esta lectura inicial con el frasco y el contenido dentro del intervalo de temperaturas de  $23.0 \pm 2.0$  °C. Agregue  $55 \pm 5$  g del agregado fino en su condición de superficie seca saturada (u otra cantidad medida como sea necesario). Después de que se haya introducido todo el agregado fino, coloque el tapón en el frasco y ruede el frasco en una posición inclinada, o gírelo suavemente en un círculo horizontal para desalojar todo el aire encerrado, continuando hasta que ninguna otra burbuja salga a la superficie (nota 4). Tome la lectura final con el frasco y el contenido dentro de 1 °C de la temperatura original.
- Nota 4: Puede utilizarse una cantidad pequeña (no más de 1 ml) de alcohol isopropílico para eliminar la espuma que aparece en la superficie del agua. El volumen de alcohol usado se debe restar de la lectura final (R2).*
- 9.3.2 Para la determinación de la absorción, utilice una porción separada de  $500 \pm 10$  g del agregado fino con superficie seca saturada, séquese a peso constante y determine el peso.

**Tabla A1.1.** Precisión de las mediciones

	Desviación estándar (1s) <sup>A</sup>	Intervalo aceptable de 2 resultados (d2s) <sup>B</sup>
Precisión del operador:		
Densidad (OD), kg/m <sup>3</sup>	11	13
Densidad (SSD), kg/m <sup>3</sup>	9.5	27
Densidad aparente, kg/m <sup>3</sup>	9.5	27
Densidad relativa (gravedad específica) (OD)	0.011	0.032
Densidad relativa (gravedad específica) (SSD)	0.0095	0.027
Densidad relativa aparente (gravedad específica aparente)	0.0095	0.027
Absorción <sup>B</sup> , %	0.11	0.31
Precisión del multilaboratorio:		
Densidad (OD), kg/m <sup>3</sup>	23	64
Densidad (SSD), kg/m <sup>3</sup>	20	56
Densidad aparente, kg/m <sup>3</sup>	20	56
Densidad relativa (gravedad específica) (OD)	0.023	0.066
Densidad relativa (gravedad específica) (SSD)	0.020	0.056
Densidad relativa aparente (gravedad específica aparente)	0.020	0.056
Absorción <sup>B</sup> , %	0.23	0.66

<sup>A</sup> Estos números representan, respectivamente, los límites (1s) y (d2s) como se describe en la Práctica C 670. Las estimaciones de la precisión se obtuvieron de los análisis combinados de la muestra en los Laboratorios de Referencia de Materiales AASHTO utilizando tiempos de saturación 15 – 19 h y en otros laboratorios utilizando tiempos de saturación de 24 ± 4 h. La prueba se realizó con agregados de peso normal, y se comenzó con los agregados en su condición de secado en horno.

<sup>B</sup> Las estimaciones de la precisión se basan en los agregados con absorciones menores a 1 % y pueden diferenciarse de los agregados finos manufacturados y de los agregados que tienen valores de absorción mayores a 1 %.

## 10. Cálculos

### 10.1 Símbolos:

- A = Masa del espécimen secado en horno, g
- B = Masa del picnómetro lleno de agua hasta la marca de calibración, g
- C = Masa del picnómetro lleno del espécimen y agua a la marca de calibración, g
- R<sub>1</sub> = Lectura inicial del nivel del agua en el frasco de Le Chatelier, ml
- R<sub>2</sub> = Lectura final del nivel del agua en el frasco de Le Chatelier, ml
- S = Masa del espécimen de superficie seca saturada (usado en el procedimiento gravimétrico para la densidad y la densidad relativa (gravedad específica), o para la absorción con ambos procedimientos), g

$S_1$ = Masa del espécimen de superficie seca saturada (usado en el procedimiento volumétrico para la densidad y la densidad relativa (gravedad específica)), g

10.2 Densidad Relativa (Gravedad Específica):

10.2.1 Densidad relativa (gravedad específica) (secado en horno) - Calcule la densidad relativa (gravedad específica) en base al agregado seco en horno como sigue:

10.2.1.1 Procedimiento Gravimétrico:

$$\text{Densidad relativa (gravedad específica) (OD)} = \frac{A}{(B + S - C)} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

10.2.1.2 Procedimiento Volumétrico:

$$\text{Densidad relativa (gravedad específica) (OD)} = \frac{S_1 \left( \frac{A}{S} \right)}{[0.9975(R_2 - R_1)]} \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

10.2.2 Densidad relativa (gravedad específica) (Superficie saturada seca) - Calcule la densidad relativa (gravedad específica) en base al agregado secado en horno como sigue:

10.2.2.1 Procedimiento Gravimétrico:

$$\text{Densidad relativa (gravedad específica) (SSD)} = \frac{S}{(B + S - C)} \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

10.2.2.2 Procedimiento Volumétrico:

$$\text{Densidad relativa (gravedad específica) (SSD)} = \frac{S_1}{[0.9975(R_2 - R_1)]} \dots\dots\dots(\text{A.4})$$

10.2.3 Densidad relativa aparente (Gravedad Específica aparente) - Calcule la densidad relativa aparente (gravedad específica aparente) como sigue:

10.2.3.1 Procedimiento Gravimétrico:

$$\text{Densidad relativa aparente (gravedad específica aparente)} = \frac{A}{(B + A - C)} \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

10.2.3.2 Procedimiento Volumétrico:

$$\begin{aligned} &\text{Densidad relativa aparente (gravedad específica aparente)} \\ &= \frac{S_1 \left( \frac{A}{S} \right)}{0.9975(R_2 - R_1) - \left[ \left( \frac{S_1}{S} \right) (S - A) \right]} \dots\dots\dots(\text{A.6}) \end{aligned}$$

10.3 Densidad:

10.3.1 Densidad (Secado en horno). Calcule la densidad en base a los agregados secados en el horno como sigue:

10.3.1.1 Procedimiento Gravimétrico:

$$\text{Densidad (OD), kg/m}^3 = 997.5 \left[ \frac{A}{(B + S - C)} \right] \dots\dots\dots(\text{A.7})$$

$$\text{Densidad (OD), lb/ft}^3 = 62.27 \left[ \frac{A}{(B + S - C)} \right] \dots\dots\dots(\text{A.8})$$

## 10.3.1.2 Procedimiento Volumétrico:

$$\text{Densidad (OD), kg/m}^3 = \frac{997.5S_1 \left( \frac{A}{S} \right)}{[0.9975(R_2 - R_1)]} \dots\dots\dots(\text{A.9})$$

$$\text{Densidad (OD), lb/ft}^3 = \frac{62.27S_1 \left( \frac{A}{S} \right)}{[0.9975(R_2 - R_1)]} \dots\dots\dots(\text{A.10})$$

*Nota 5. Los valores constantes usados en los cálculos en 10.3.1-10.3.3 (997.5 kg/m<sup>3</sup> y 62.27 lb/ft<sup>3</sup>) son la densidad del agua a 23°C. Algunas autoridades recomiendan usar la densidad del agua a 4°C (1000 kg/m<sup>3</sup> o 1000 Mg/m<sup>3</sup> o 62,43 lb/ft<sup>3</sup>) como una aproximación suficientemente exacta.*

## 10.3.2 Densidad (superficie seca saturada). Calcule la densidad sobre la base del agregado de superficie seca saturada como sigue:

## 10.3.2.1 Procedimiento Gravimétrico:

$$\text{Densidad (SSD), kg/m}^3 = 997.5 \left[ \frac{S}{(B + S - C)} \right] \dots\dots\dots(\text{A.11})$$

$$\text{Densidad (SSD), lb/ft}^3 = 62.27 \left[ \frac{S}{(B + S - C)} \right] \dots\dots\dots(\text{A.12})$$

## 10.3.2.2 Procedimiento Volumétrico:

$$\text{Densidad (SSD), kg/m}^3 = \frac{997.5S_1}{[0.9975(R_2 - R_1)]} \dots\dots\dots(\text{A.13})$$

$$\text{Densidad (SSD), lb/ft}^3 = \frac{62.27S_1}{[0.9975(R_2 - R_1)]} \dots\dots\dots(\text{A.14})$$

## 10.3.3 Densidad aparente. Calcule la densidad aparente como sigue:

## 10.3.3.1 Procedimiento Gravimétrico:

$$\text{Densidad aparente (SSD), kg/m}^3 = \frac{997.5A}{(B + A - C)} \dots\dots\dots(\text{A.15})$$

$$\text{Densidad aparente (SSD), lb/ft}^3 = \frac{62.27A}{(B + A - C)} \dots\dots\dots(\text{A.16})$$

## 10.3.3.2 Procedimiento Volumétrico:

$$\text{Densidad aparente (SSD), kg/m}^3 = \frac{997.5S_1 \left( \frac{A}{S} \right)}{0.9975(R_2 - R_1) - \left[ \left( \frac{S_1}{S} \right) (S - A) \right]} \dots\dots\dots(\text{A.17})$$

$$\text{Densidad aparente (SSD), lb/ft}^3 = \frac{62.27S_1 \left( \frac{A}{S} \right)}{0.9975(R_2 - R_1) - \left[ \left( \frac{S_1}{S} \right) (S - A) \right]} \dots\dots\dots(\text{A.18})$$

10.4 Absorción. Calcule el porcentaje de absorción como sigue:

$$\text{Absorción, \%} = 100 \left[ \frac{(S - A)}{A} \right] \dots\dots\dots (\text{A.19})$$

## 11. Reporte

- 11.1 Reporte los resultados de densidad con una aproximación de 10 kg/m<sup>3</sup>, o 0.5 lb/ft<sup>3</sup>, los resultados de densidad relativa (gravedad específica) con aproximación de 0.01, e indique la base para la densidad o la densidad relativa (gravedad específica), una u otra, secada en horno (OD) como superficie seca saturada (SSD), o densidad aparente.
- 11.2 Reporte el resultado de la absorción con una aproximación de 0.1 %.
- 11.3 Si los valores de densidad y densidad relativa (gravedad específica) se determinaron sin el primer secado del agregado, según lo permitido en el punto 8.2, haga esta observación en el informe.

## 12. Precisión y tendencia

- 12.1 Precisión. Las estimaciones de la precisión de este método de la prueba (enumerado en **Tabla A1.1**) se basa en resultados del programa de muestra en el Laboratorio de Referencia de Materiales AASHTO, con la prueba realizada por este método y el método de prueba T 84 de AASHTO. La diferencia significativa entre los métodos es que el método de prueba C 128 requiere un período de saturación de 24 ± 4 h, y el método de prueba T 84 de AASHTO requiere un período de saturación de 15 a 19 h. Se ha encontrado que esta diferencia tiene un efecto insignificante en los índices de precisión. Estos datos se basan en el análisis de más de 100 resultados de la prueba por duplicado de entre 40 y 100 laboratorios. Las estimaciones de precisión para la densidad se calcularon a partir de los valores determinados para la densidad relativa (gravedad específica), utilizando la densidad del agua a 23°C para la conversión.
- 12.2 Tendencia. Puesto que no hay material de referencia conveniente aceptado para determinar la tendencia para este método de prueba, no se está haciendo ninguna declaración sobre la tendencia.

---

---

## **Anexo 2**

### **Procedimiento de operación de la planta de estudios hidrodinámicos a condiciones de presión atmosférica y temperatura ambiente**

#### **A2.1 Consideraciones importantes**

Las consideraciones más importantes que deben tomarse en cuenta antes de utilizar la planta de estudios hidrodinámicos son:

- Antes de utilizar la planta, verificar que esté limpia
- Evitar humedad en el sistema de tuberías
- Secar el catalizador antes de cargarlo a la columna
- Definir la cantidad de catalizador a utilizar dependiendo de los propósitos de la experimentación
- Utilizar nitrógeno cuando el líquido sea un hidrocarburo
- Verificar que no hayan fugas en el sistema
- Desmontar la columna de vidrio para realizar cambio de líquido y catalizador
- Calibrar la bomba y los rotámetros
- Evitar exceso de grasa de silicón en juntas, bridas y sellos
- Verificar la verticalidad de la columna

#### **A2.2 Cargado del catalizador**

Una vez realizada la limpieza de la columna de vidrio, se define el tipo de catalizador a utilizar y el propósito de la experimentación.

Dependiendo de los propósitos de la experimentación y de la densidad del catalizador será la cantidad del mismo que deberá cargarse a la columna de vidrio. Es decir, la experimentación

puede tener el propósito de determinar la velocidad mínima de fluidización ( $U_{mf}$ ) o la velocidad terminal ( $U_t$ ; o velocidad de arrastre del catalizador fuera de la columna).

- a. Para el caso de  $U_{mf}$ , el volumen que ocupa el catalizador en la columna de vidrio deberá estar preferentemente al nivel entre las salidas laterales 3 y 4 (numeradas de abajo hacia arriba).
- b. Para el caso de  $U_t$ , el volumen que ocupa el catalizador en la columna deberá estar entre las salidas laterales 1 y 2.

Una vez que se ha decidido lo anterior, el catalizador se seca a peso constante durante 4 h y se vierte a la columna de vidrio (mitad inferior). Enseguida se procede a ensamblar la parte superior de la columna y montar la columna, conectar todo el sistema de mangueras, y ajustar la verticalidad de la columna.

### **A2.3 Cargado del líquido**

Una vez realizada la limpieza general del sistema y el cargado del catalizador, se procede al cargado del líquido con ayuda de la bomba del sistema. Se alimenta líquido en sentido ascendente a la columna, procurando hacerlo a flujo lento al mojar por primera vez el catalizador. Una vez que el líquido desborda la columna y pasa al tanque de almacenamiento, se drena una cantidad del líquido y se procede a llenar el tanque hasta  $\frac{3}{4}$  de su capacidad. En este momento, se cierra el circuito de líquido del sistema y el líquido se recircula continuamente en el sistema.

Debe evitarse la presencia de burbujas de aire atrapadas en los manómetros diferenciales de presión. Si hay aire en los manómetros, se flexionan un poco las mangueras y se recorre la burbuja hasta la base de cada manómetro, donde finalmente subirá hasta liberarse.

#### **A2.4 Pruebas de hermeticidad**

Una vez que se ha cargado el líquido, se mantiene una recirculación de líquido constante durante el tiempo suficiente para verificar que no haya fugas en las conexiones de cada sección del sistema de tuberías y en los empalmes de todas las mangueras. En caso de fuga, debe detenerse la operación de la bomba y reparar dicha fuga.

Se procede a conectar la alimentación del gas y se presurizan las líneas, una vez hecho esto se verifica que no haya fugas de gas. En caso de fuga, se detiene la alimentación de gas y se repara dicha fuga.

#### **A2.5 Procedimiento de arranque**

Una vez realizada la limpieza general del sistema, el cargado del catalizador y el líquido; se procede al arranque de la planta de estudios hidrodinámicos siguiendo la secuencia siguiente:

- a. Verificar que no haya fugas de líquido y gas.
- b. Verificar la correcta verticalidad de la columna, y en caso de ser necesario, ajustarla utilizando un nivel y los tensores.
- c. Verificar que todas las válvulas estén alineadas de tal manera que el líquido pueda circular continuamente y sin obstáculos a lo largo de todo el circuito de líquido del sistema.
- d. Suministrar energía eléctrica al sistema y ajustar en el panel de control de la bomba, el flujo de líquido al mínimo.
- e. Encender la bomba y observar que el líquido circule libremente, es decir, que no hayan caídas de presión en las tuberías.
- f. Mantener circulando el líquido durante unos minutos, observar que las partículas de catalizador estén en constante movimiento y no se formen conglomerados de las mismas.

- g. Una vez verificado que no hay aglomerados de partículas, ni adherencias en las paredes, se procede a abrir la válvula de gas (ajustando la presión de salida del tanque a 0.2 MPa) e introducirlo a la columna a un flujo bajo y observar que exista una buena fluidización del lecho.
- h. Mantener el sistema en operación durante unos minutos e iniciar la experimentación.

## **A2.6 Medición de caídas de presión en el lecho**

La medición de las caídas de presión de líquido se realiza mediante los manómetros diferenciales. Como se describió anteriormente, la columna tiene 12 salidas laterales distribuidas a lo largo de la misma y están conectadas a los manómetros diferenciales a través de mangueras.

Cabe mencionar que la caída de presión a lo largo de la columna varía con la altura y se refleja en los niveles de líquido de los manómetros diferenciales. Adicionalmente, durante la operación de la planta los niveles de líquido de los manómetros diferenciales se encuentran en constante movimiento por lo que la única manera de realizar la medición de los 12 niveles de líquido a un mismo instante es a través de una fotografía.

Por lo anterior, debe colocarse una referencia física tal como una regla “T” de plástico en la estructura metálica, de tal manera que los niveles de líquido se encuentren dentro de la escala de dicha regla antes de tomar la fotografía. El procedimiento de medición de las caídas de presión es el siguiente:

- a. Iniciar el arranque de la planta y fijar las condiciones de flujo de líquido así como de gas.
- b. Para identificar el experimento, se coloca un rótulo de papel que indique la fecha, los flujos utilizados de gas y líquido, principalmente. De preferencia dicho rótulo debe estar a un lado de la regla “T” y arriba de los niveles del líquido.
- c. Mantener las condiciones estables durante al menos 5 minutos (tiempo de estabilización).

- d. Transcurrido el tiempo de estabilización, se toma una fotografía digital de los niveles de líquido, la regla “T” y el rótulo (ver *Figura A2.1*).
- e. A continuación, se cambian las condiciones de operación ya sea el flujo de líquido y/o el flujo de gas, se espera nuevamente el tiempo de estabilización y se toma la fotografía. Así sucesivamente hasta haber tomado las fotografías para todas las condiciones de operación del experimento en cuestión.
- f. Se descargan las fotografías en una computadora y se abre una a una con el software Microsoft Photo Editor.
- g. Se hace un zoom para mejorar la visualización de los meniscos de líquido y la graduación de la regla.
- h. Apoyándose con el botón de selección (recuadro con línea punteada) se traza un rectángulo cuya base coincida con la base del menisco y sea tan largo como sea necesario para que abarque la graduación de la regla.
- i. Tomar la lectura de los 12 meniscos (en cm), tabularlos en la bitácora correspondiente y después en la computadora. Cada medición corresponde a una caída de presión en el lecho.



*Figura A2.1.* Fotografía de los niveles de líquido, la regla “T” y el rótulo.

### **A2.7 Procedimiento de paro**

Después de haber realizado la experimentación deseada, se procede al paro de la planta según los siguientes pasos:

- a. Suspender la alimentación del gas.
- b. Apagar la bomba.
- c. Bloquear el suministro de energía eléctrica.
- d. Cerrar la válvula de alimentación de líquido a la columna para evitar que se vacíe el tanque.
- e. Drenar el líquido de la columna abriendo la válvula que está por debajo de la misma.
- f. En este momento, ya puede descargarse el catalizador.

### **A2.8 Descarga del catalizador**

Para la descarga del catalizador se siguen los siguientes pasos:

- a. Desconectar las mangueras de la parte superior de la columna.
- b. Desmontar la columna y desensamblar la parte superior de la columna, retirando los tornillos que sujetan las bridas entre la parte superior e inferior.
- c. Preparar un recipiente suficientemente grande para recibir el catalizador y la nafta dulce del lavado.
- d. Se sujeta la parte inferior de la columna (misma que contiene el catalizador) y se gira suavemente hasta colocarla dentro del recipiente colector. Parte del catalizador caerá por gravedad a la cubeta, sin embargo, una cantidad apreciable quedará adherida al plato distribuidor y a las paredes de la columna, misma que se baja utilizando un poco de nafta dulce.
- e. Una vez recuperado el catalizador, se separa de la nafta dulce, se seca en un horno y después se coloca en un recipiente con tapa.

Finalmente, se procede a la limpieza general del sistema.

---

---

## Anexo 3

### Programa experimental realizado en la planta piloto de lecho ebullente a condiciones de temperatura y presión elevadas

#### Sistema a presión atmosférica, temperatura ambiente y sin flujo de nitrógeno

Previamente a la experimentación debe realizarse la limpieza del sistema.

Inicialmente se inunda el reactor con diesel y sin introducir el termopozo, se toma el perfil de densidad nuclear. Posteriormente se realiza el cargado del reactor, utilizando 900 mL de partículas de vidrio de  $1.71 \times 10^{-3}$  m de diámetro y densidad de  $2509 \text{ kg/m}^3$ , y sin termopozo se toma el perfil de densidad nuclear a lo alto del reactor. Después se introduce el termopozo, se cierra el reactor y se vuelve a tomar el perfil de densidad nuclear a lo alto del reactor (ver *Figura A3.1*).

Se realiza la prueba de hermeticidad a 15.68 MPa para evitar fugas en el sistema y se procede según se describe a continuación.

#### Sistema a 1 MPa y 25°C

1. Se presiona el sistema hasta 1 MPa y se toma el perfil de densidad nuclear del reactor cargado con las partículas de vidrio, diesel y con termopozo.
2. Sin flujo de  $\text{N}_2$ , se ajusta el flujo de diesel de ebullición a 10.8 L/h, se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
3. Sin flujo de  $\text{N}_2$ , se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 21.6 L/h, se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
4. Sin flujo de  $\text{N}_2$ , se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 32.4 L/h, se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
5. Sin flujo de  $\text{N}_2$ , se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 46.7 L/h, se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
6. Sin flujo de  $\text{N}_2$ , se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 61.1 L/h, se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
7. Sin flujo de  $\text{N}_2$ , se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 75.5 L/h, se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

**Nota 1:** Se realizan lentamente todos los cambios de flujo de diesel y se verifica que la expansión de lecho no se lleve cerca del límite del equipo (45%).

**Introducción de flujo del nitrógeno a 306 LSPH**

8. Una vez comprobado que los flujos no exceden una expansión del 45%, se ajusta el flujo del diesel de ebullición a 37.8 L/h, se introduce un flujo de nitrógeno a 306 LSPH (a 1 MPa y 25°C). Se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
9. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 45.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
10. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 52.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
11. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 60.4 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
12. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 68.0 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
13. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 77.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

**Evaluación a flujos bajos de diesel**

14. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 30.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
15. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 23.2 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
16. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 15.5 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
17. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 306 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 7.7 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

**Cambio de flujo del nitrógeno a 360 LSPH**

18. Se ajusta el flujo de diesel de ebullición a 37.8 L/h y después el flujo de nitrógeno a 360 LSPH (a 1 MPa y 25°C). Se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
19. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 45.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
20. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 52.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

21. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 60.4 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
22. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 68.0 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
23. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 77.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

#### **Evaluación a flujos bajos de diesel**

24. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 30.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
25. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 23.2 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
26. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 15.5 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
27. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 360 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 7.7 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

#### **Cambio de flujo del nitrógeno a 414 LSPH**

28. Se ajusta el flujo de diesel de ebullición a 37.8 L/h y después el flujo de nitrógeno a 414 LSPH (a 1 MPa y 25°C). Se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
29. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 45.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
30. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 52.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
31. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 60.4 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
32. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 68.0 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
33. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 77.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

**Evaluación a flujos bajos de diesel**

34. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 30.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
35. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 23.2 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
36. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 15.5 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
37. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 414 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 7.7 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

**Cambio de flujo del nitrógeno a 461 LSPH**

38. Se ajusta el flujo de diesel de ebullición a 37.8 L/h y después el flujo de nitrógeno a 461 LSPH (a 1 MPa y 25°C). Se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
39. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 45.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
40. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 52.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
41. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 60.4 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
42. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 68.0 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
43. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se aumenta el flujo de Diesel de ebullición a 77.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

**Evaluación a flujos bajos de diesel**

44. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 30.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
45. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 23.2 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
46. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 15.5 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

47. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 461 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 7.7 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

#### **Cambio de flujo del nitrógeno a 522 LSPH**

47. Se ajusta el flujo de diesel de ebullición a 37.8 L/h y después el flujo de nitrógeno a 522 LSPH (a 1 MPa y 25°C). Se mantienen estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
48. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 45.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
49. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 52.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
50. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 60.4 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
51. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 68.0 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
52. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se aumenta el flujo de diesel de ebullición a 77.3 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

#### **Evaluación a flujos bajos de diesel**

53. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 30.9 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
54. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 23.2 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
55. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 15.5 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.
56. Se mantiene el flujo de nitrógeno a 522 LSPH y se disminuye el flujo de diesel de ebullición a 7.7 L/h. Se estabilizan estas condiciones durante 30 minutos y se toma el perfil de densidades a lo alto del reactor.

En las *Figuras A3.1 a A3.3*, se ejemplifica esquemáticamente el programa experimental del *Sistema a 1 MPa y 25°C*.

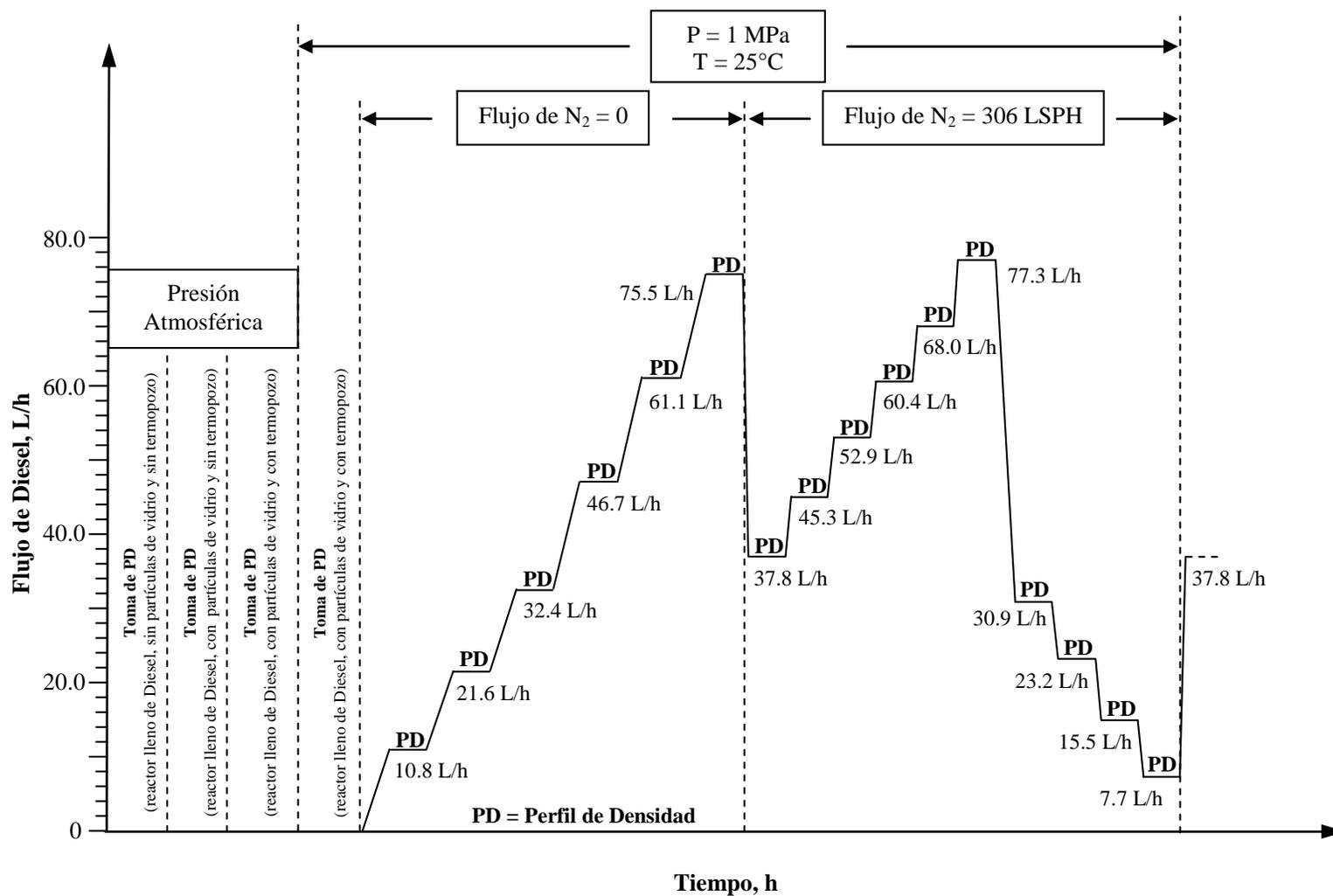


Figura A3.1. Representación esquemática del programa experimental del Sistema a 1 MPa y  $25^\circ\text{C}$ , sin flujo de nitrógeno y utilizando 306 LSPH de nitrógeno.

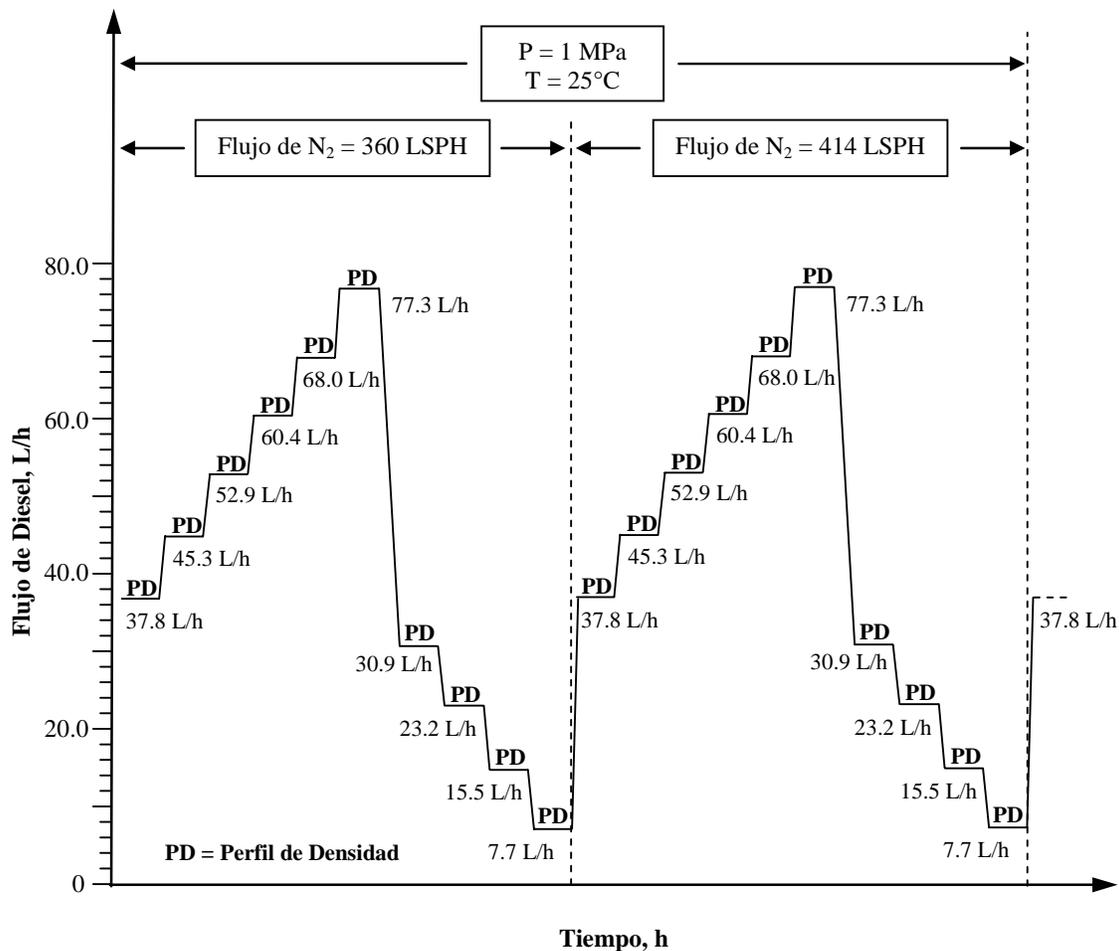


Figura A3.2. Representación esquemática del programa experimental del Sistema a 1 MPa y 25°C, utilizando 360 y 414 LSPH de nitrógeno.

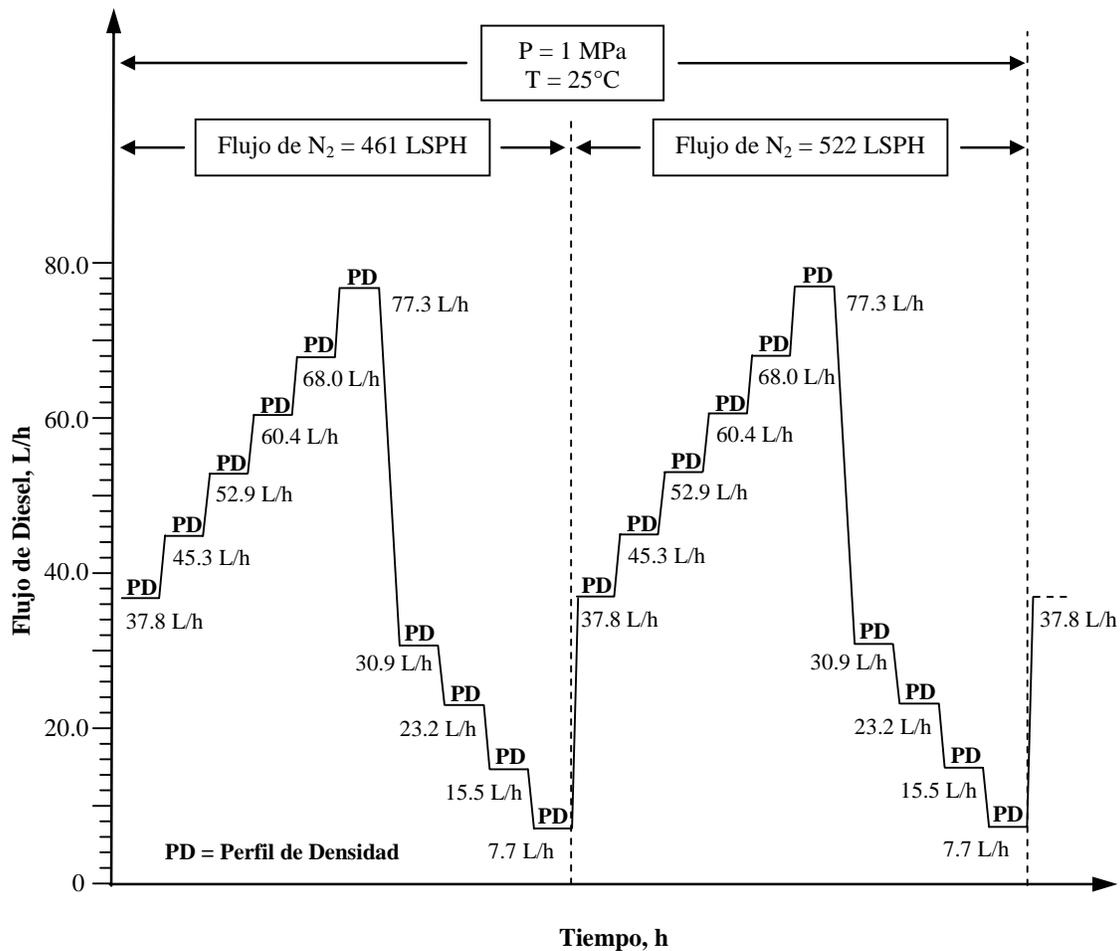


Figura A3.3. Representación esquemática del programa experimental del Sistema a 1 MPa y 25°C, utilizando 461 y 522 LSPH de nitrógeno.

Una vez concluida la experimentación del Sistema a 1 MPa y 25°C, se procede a modificar la presión y ajustar las condiciones para realizar la experimentación del Sistema a 7.5 MPa y 25°C, y posteriormente la del Sistema a 15 MPa y 25°C, siguiendo (para ambos sistemas) el mismo procedimiento descrito en los puntos del 1 al 56.

Al concluir con la experimentación de los sistemas anteriores, se fija la temperatura a 100°C y se procede a realizar la experimentación de los siguientes sistemas: Sistema a 1 MPa y 100°C; Sistema a 7.5 MPa y 100°C y Sistema a 15 MPa y 100°C, siguiendo el procedimiento descrito anteriormente.

---

---

## Trabajos derivados de esta investigación

### Publicaciones en revistas internacionales

1. Evaluation of the hydrodynamics of high-pressure ebullated beds based on dimensional similitude, *Catalysis Today* (2007) Article in Press
2. Pressure and temperature effects on the hydrodynamic characteristics of ebullated-bed systems, *Catalysis Today*, 109 (2005) 205-213
3. Effect of high pressure operation on overall phase holdups in ebullated-bed reactors, *Catalysis Today*, 98(1-2) (2004) 265-271
4. Minimum Fluidization Velocity and Bed Expansion Characteristics of Hydrotreating Catalysts in Ebullated-Bed Systems, *Energy & Fuels*, 18 (2004) 1149-1155

### Publicación en revista nacional

1. Formación de sedimentos durante la hidrodésintegración de residuos del petróleo, *Revista de la Sociedad Química de México*, Vol. 47, Núm. 3 (2003) 260-266

### Memorias en extenso

1. Porosidad de Lechos Fluidizados de tres fases con catalizador para hidrotratamiento (trabajo FEN-1), 25 Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química, A.C. (AMIDIQ), Puerto Vallarta, Jal., Mayo 4-7 (2004) 1-6
2. Influencia del Tamaño de Partícula en el Comportamiento de Sistemas de Lecho Ebulente (trabajo FEN-18), 25 Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química, A.C. (AMIDIQ), Puerto Vallarta, Jal., Mayo 4-7 (2004) 1-4

### Presentaciones en congresos

#### Internacionales

1. Use of dimensional hydrodynamic similitude for scale-up of ebullated beds operated at high pressure. International Symposium on Advances in Hydroprocessing of Oil Fractions (ISAHOF 2007). Morelia, Michoacán, México, June 26-29 (2007)
2. Estudio del comportamiento hidrodinámico de lechos fluidizados de tres fases usando la teoría del análisis dimensional y similitud. Mexican Congress on Chemical Reaction Engineering (MCCRE 2006), México City, April 19-21 (2006)
3. Effect of high pressure operation on overall phase holdups in ebullated-bed reactors, International Symposium on Advances in Hydroprocessing of Oil Fractions (ISAHOF 2004). Oaxaca, Oax., México, April 18-22 (2004)

## **Presentaciones en congresos (continuación...)**

### **Nacionales**

1. Efecto de la presión sobre la hidrodinámica de sistemas de lecho ebullente, IV Encuentro Nacional de Investigadores del Instituto Tecnológico de Cd. Madero, Cd. Madero, Tam., Diciembre 14-16 (**2005**)
2. Velocidad Mínima de Fluidización y Expansión de Lecho en Sistemas de Lecho Ebullente con Catalizador de Hidrotratamiento, III Encuentro Nacional de Investigadores del Instituto Tecnológico de Cd. Madero, Cd. Madero, Tam., Noviembre 3-5 (**2004**)
3. Influencia del Tamaño de Partícula en el Comportamiento de Sistemas de Lecho Ebullente, 25 Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química, A.C. (AMIDIQ), Puerto Vallarta, Jal., Mayo 4-7 (**2004**)
4. Porosidad de Lechos Fluidizados de tres fases con catalizador para hidrotratamiento, 25 Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química, A.C. (AMIDIQ), Puerto Vallarta, Jal., Mayo 4-7 (**2004**)
5. Velocidad mínima de fluidización en sistemas de lecho ebullente con catalizador para hidrotratamiento, XLIII Convención Nacional del Instituto Mexicano de Ingenieros Químicos (IMIQ), Villahermosa, Tab., Octubre 22-25 (**2003**)
6. Efecto de las velocidades de gas y líquido sobre la expansión de un fluidizado de tres fases con partículas cilíndricas de catalizador, XLIII Convención Nacional del Instituto Mexicano de Ingenieros Químicos (IMIQ), Villahermosa, Tab., Octubre 22-25 (**2003**)

### **Registro de Autor**

1. Manual de Operación de la Planta de Estudios Hidrodinámicos en Sistema de Tres Fases, Registro de Derecho de Autor No. 03-2005-061712061800-01, otorgado por el Instituto Nacional del Derecho de Autor el 29 de Junio del 2005.