



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

REGENERACIÓN DE CATALIZADORES AGOTADOS DE LA UNIDAD DE CRACKING CATALÍTICO FLUIDIZADO (FCC) DE REFINERÍA, PARA SU UTILIZACIÓN EN PIRÓLISIS CATALÍTICA.

Trabajo de titulación

Tipo: Proyecto de Investigación

Trabajo de titulación para optar por el título de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA: LISSETH ELIZABETH ANDRADE AVILA

DIRECTOR: PAUL GUSTAVO PALMAY PAREDES

Riobamba – Ecuador

2020

©2020, Lisseth Elizabeth Andrade Avila

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Lisseth Elizabeth Andrade Avila, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación.; El patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, **24/08/2020**

A handwritten signature in black ink, consisting of several overlapping loops and a long horizontal stroke at the bottom.

Lisseth Elizabeth Andrade Avila

171740606-8

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA DE CIENCIAS QUIMICAS

El Tribunal del trabajo de titulación certifica que: El trabajo de titulación: Tipo: Proyecto de Investigación, **“REGENERACIÓN DE CATALIZADORES AGOTADOS DE LA UNIDAD DE CRACKING CATALÍTICO FLUIDIZADO (FCC) DE REFINERÍA, PARA SU UTILIZACIÓN EN PIRÓLISIS CATALÍTICA”**, realizado por la señorita Lisseth Elizabeth Andrade Avila, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del trabajo de titulación, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

FIRMA

FECHA

Ing. Lic. PhD Nombres y Apellidos

PRESIDENTE DEL TRIBUNAL

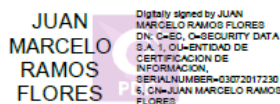


28 de agosto de 2020

Ing. Lic. PhD Nombres y Apellidos

DIRECTOR/A DEL TRABAJO

DE TITULACION



28 de agosto de 2020

Ing. Lic. PhD Nombres y Apellidos

MIEMBRO DE TRIBUNAL



28 de agosto de 2020

DEDICATORIA

Con mucho amor y cariño el presente trabajo de titulación es dedicado a mis padres Hugo y Elizabeth por el extraordinario esfuerzo que han realizado al apoyarme a cumplir este sueño y por nunca desmayar en el intento de hacer todo lo posible para que sea alcanzado, a mi hermana Lisbeth por ser mi fuerza y mi aliento todos estos años de lucha, a mis amigos que a pesar de las circunstancias siempre me han brindado su apoyo y sobre todo a Dios por permitirme poder cumplir con una más de las metas impuestas para mi vida.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mi familia, mis padres y mi hermana, por el entero apoyo económico y emocional, por ser el pilar fundamental para cumplir con mis metas y por ayudarme a no desfallecer y por tener los consejos primordiales en mi vida.

Agradezco a mis amigos por la amistad brindada y por el apoyo incondicional durante la realización de este sueño.

Agradezco al Ing. Paul Palmay y al Dr. Marcelo Ramos por la paciencia y el apoyo para realizar el trabajo de titulación presente.

TABLA DE CONTENIDOS

RESUMEN	xiii
ABSTRACT.....	xiv
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I	
1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	3
1.1 Antecedentes de la investigación	3
1.2 Marco teórico.....	5
<i>1.2.1 Unidad de craqueo catalítico fluidizado</i>	<i>5</i>
<i>1.2.2 Catalizadores FCC.....</i>	<i>6</i>
<i>1.2.3 Caracterización de catalizadores</i>	<i>8</i>
<i>1.2.4 Catalizadores agotados FCC</i>	<i>10</i>
<i>1.2.5 Desactivación de catalizadores</i>	<i>10</i>
<i>1.2.6 Sinterización</i>	<i>13</i>
<i>1.2.7 Regeneración de catalizadores</i>	<i>13</i>
<i>1.2.8 Pirólisis</i>	<i>14</i>
CAPÍTULO II	
2. MARCO METODOLÓGICO	22
2.1 Objetivos	22
2.1.1 General.....	22
2.1.2 Específicos.....	22
2.2 Hipótesis y especificación de variables.....	22
<i>2.2.1 Hipótesis General</i>	<i>22</i>
<i>2.2.2 Hipótesis Específicas</i>	<i>23</i>
<i>2.2.3 Identificación de variables</i>	<i>23</i>
<i>2.2.4 Operacionalización de variables</i>	<i>24</i>
<i>2.1.5 Matriz de consistencia</i>	<i>26</i>
2.3 Tipo y diseño de investigación	29
<i>2.3.1 Tipo de investigación</i>	<i>29</i>
<i>2.3.2 Diseño experimental de la investigación</i>	<i>29</i>
2.4 Unidad de análisis.....	32
2.5 Población de estudio.....	32
2.6 Tamaño de muestra.....	32
2.7 Selección de la muestra	32
2.8 Técnicas de recolección de datos	32

2.8.1	<i>Técnicas de caracterización</i>	32
2.8.2	<i>Pre-tratamiento del catalizador</i>	35
CAPÍTULO III		
3.	MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	40
3.1	Resultados	40
3.1.1	<i>Resultados de balance de masa por proceso</i>	40
3.1.2	<i>Resultados de pérdidas en masa por muestra</i>	40
3.1.3	<i>Resultados de pérdida en porcentaje en cada etapa del proceso</i>	41
3.1.4	<i>Resultados de la composición química en el catalizador regenerado</i>	42
3.1.5	<i>Tamaño de poro</i>	46
3.1.6	<i>Área Superficial</i>	46
3.1.7	<i>Microscopía de barrido</i>	47
3.1.6	<i>Análisis Termogravimétrico</i>	60
3.2	Pruebas de hipótesis	60
CONCLUSIONES		62
RECOMENDACIONES		63
BIBLIOGRAFÍA		
ANEXOS		

INDICE DE TABLAS

Tabla 1-1: Condiciones de operación de los tipos de pirólisis térmica.....	16
Tabla 1-2: Identificación de las variables que intervienen en el proceso de regeneración.....	23
Tabla 2-2: Operacionalización de las variables que intervienen en el proceso de regeneración.....	24
Tabla 3-2: Matriz de consistencia de regeneración de catalizadores.....	26
Tabla 4-2: Variables del proceso de regeneración.....	31
Tabla 1-3: Resultados de balance de masa por proceso.....	40
Tabla 2-3: Pérdidas de masa en proceso de calcinación 1.....	40
Tabla 3-3: Pérdidas de masa en proceso de calcinación 2.....	41
Tabla 4-3: Resultados de pérdida de masa en cada etapa del proceso.....	42
Tabla 5-3: Resultados de composición química del catalizador agotado.....	42
Tabla 6-3: Resultados obtenidos de composición del catalizador regenerado en el proceso de calcinación de rampa 1.....	44
Tabla 7-3: Resultados obtenidos de composición del catalizador regenerado en el proceso de calcinación de rampa 2.....	45
Tabla 8-3: Resultados obtenidos de tamaño de poro de catalizador.....	46
Tabla 9-3: Resultados obtenidos de área superficial de catalizador.....	47
Tabla 10-3: Resultados de composición de análisis de etanol 14h-R1.....	48
Tabla 11-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 14h-R1.....	49
Tabla 12-3: Resultados de composición de análisis de etanol 12h-R1.....	51
Tabla 13-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 12h-R1.....	53
Tabla 14-3: Resultados de composición de análisis de etanol 14h-R2.....	54
Tabla 15-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 14h-R2.....	56
Tabla 16-3: Resultados de composición de análisis de etanol 12h-R2.....	57
Tabla 17-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 12h-R2.....	58
Tabla 18-3: Resultados obtenidos de porcentaje de pérdida de catalizador.....	60
Tabla 19-3: Resultados de software utilizado en el proceso de regeneración.....	60

INDICE DE FIGURAS

Figura 1-1: Proceso de Cracking Fluidizado.....	6
Figura 2-1: Densidad aparente.....	9
Figura 3-1: Envenenamiento del catalizador.....	11
Figura 4-1: Coquización.....	12
Figura 5-1: Depósito de coque y de metales en el catalizador.....	12
Figura 6-1: Pérdida de fase activa.....	13
Figura 7-1: Mecanismo de degradación en la termólisis.....	15
Figura 1-2: Esquema de operación para la regeneración del catalizador.....	31
Figura 2-2: Rampa de temperatura para proceso uno de calcinación.....	38
Figura 3-2: Rampa de temperatura para proceso dos de calcinación.....	39
Figura 1-3: Análisis SEM en muestra de etanol 14h-R1.....	47
Figura 2-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 14h-R1.....	49
Figura 3-3: Análisis SEM en muestra de etanol 12h-R1.....	50
Figura 4-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 12h- R1.....	52
Figura 5-3: Análisis SEM en muestra de etanol 14h-R2.....	53
Figura 6-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 14h-R2.....	55
Figura 7-3: Análisis SEM en muestra de etanol 12h-R2.....	56
Figura 8-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 12h-R2.....	58

INDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-2: Espectrograma obtenido en el análisis SEM.....	34
Gráfico 1-3: Pérdidas de masa por tratamiento de muestras.....	41
Gráfico 2-3: Porcentaje de pérdidas de masa.....	42
Gráfico 3-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 14h-R1.....	48
Gráfico 4-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 14h-R1.....	49
Gráfico 5-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 12h-R1.....	51
Gráfico 6-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 12h-R1.....	52
Gráfico 7-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 14h-R2.....	54
Gráfico 8-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 14h-R2.....	55
Gráfico 9-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 12h-R2.....	57
Gráfico 10-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 12h-R2.....	58
Gráfico 11-3: Composición en análisis SEM de muestras.....	59

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: Tratamiento Químico de la Regeneración del catalizador

ANEXO B: Proceso de secado de la muestra

ANEXO C: Tratamiento Térmico de la Regeneración del catalizador

ANEXO D: Análisis SEM del catalizador regenerado

ANEXO E: Cálculos para determinación de pérdidas por fase

ANEXO F: Hoja de datos de seguridad del catalizador

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tiene como objetivo la regeneración de catalizadores agotados para su uso en pirólisis térmica de plásticos. Se muestrea catalizadores agotados de la unidad de craqueo catalítico Fluidizado de Refinería los mismos que se someten a un proceso de regeneración química y térmica, se plantean tratamientos en que se analiza dos tipos de solventes, tolueno y etanol absoluto, tiempos de contacto con dichos solventes en el proceso químico y tratamiento térmico en el que existe variación de dos rampas de calentamiento para determinar las condiciones óptimas en función del área superficial del catalizador regenerado. El proceso de regeneración se da mediante la eliminación de agua por secado, posteriormente la muestra se pone en contacto con un solvente por un tiempo de 12 o 14 horas para eliminar contaminantes, subsiguientemente se filtra y seca para calcinar por un tiempo de 20,5 o 22,5 horas que favorece a la sustracción del carbón de la composición del mismo. El catalizador regenerado obtenido con los diferentes tratamientos se sometió a caracterización fisicoquímica mediante pruebas de análisis. Las variables al ser combinadas arrojaron resultados de que el mejor tratamiento fue con etanol a tiempo de contacto 12 horas y en tiempo de calcinación de 20,5 horas debido a que su área superficial fue de 96.56 m²/g, el porcentaje de pérdida de 7,88% y la remoción de coque, azufre y otros metales fue alta, a su vez se determinó que tres procesos diferentes al mencionado proporcionaron un área superficial mayor a la obtenida con la regeneración propuesta pero la conversión en el análisis termogravimétrico para el proceso de pirólisis fue deficiente. El proceso de regeneración del catalizador proporciona un material dispuesto para su reutilización en el proceso de pirólisis térmica de plásticos debido a las propiedades obtenidas en la regeneración.

PALABRAS CLAVES: <INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA QUÍMICA>, <REGENERACIÓN DE CATALIZADORES>, <PIRÓLISIS>, <TRATAMIENTO QUÍMICO>, <TRATAMIENTO TÉRMICO>



Firmado electrónicamente por:
**PAUL GUSTAVO
PALMAY PAREDES**



17-06-2020

0062-DBRAI-UPT-2020

ABSTRACT

This research work aims at the regeneration of exhausted catalysts for use in the thermal pyrolysis of plastics. Exhausted catalysts from the Refinery Fluidized catalytic cracking unit are sampled, which undergo a process of chemical and thermal regeneration, exhausted catalysts from the Refinery Fluidized catalytic cracking unit are sampled which undergo a process of chemical and thermal regeneration, treatments are proposed in which two types of solvents are analyzed, toluene and absolute ethanol, contact times with said solvents in the chemical process and thermal treatment in which there is a variation of two heating ramps to determine the optimal conditions based on the surface area of the regenerated catalyst. The regeneration process occurs through the elimination of water by drying afterward the sample is contacted with a solvent for a time of 12 or 14 hours to eliminate contaminants subsequently, it is filtered and dried for calcination in an estimated time of 20.5 or 22.5 hours that favors the subtraction of carbon from its composition. The regenerated catalyst obtained with the different treatment was subjected to physicochemical characterization through analysis tests. The variables were combined produce positive results so that the best treatment was with ethanol at contact time 12 hours and at calcination time 20.5 hours because its surface area was 96.56 m² / g, the percentage of loss of 7, 88% and the removal of coke, sulfur, and other metals was high, in turn, it was determined three different processes to the one mentioned provided a greater surface area than obtained with the proposed regeneration but the conversion in the thermogravimetric analysis for the process of pyrolysis was deficient. The catalyst regeneration process provides a material ready for reuse in the plastics thermal pyrolysis process due to the properties obtained in the regeneration.

Keywords: <CHEMICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY>, <CATALYST REGENERATION>, <PYROLYSIS>, <CHEMICAL TREATMENT>, <THERMAL TREATMENT>

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la industria del petróleo es considerada una fuente de ingresos económicos para el país, por lo cual, al ser una empresa de transformación de materia prima requiere de diferentes materiales que ayuden a la obtención del producto deseado. Para obtener productos de alta calidad es necesario utilizar catalizadores y poder realizar el proceso de cracking de ciertas moléculas, los mismos que al ser utilizados de forma reiterada agotan la función que cumplen, por lo que es conveniente realizar la regeneración mediante procesos que garanticen la actividad del mismo.

En el Ecuador existen diferentes campos de procesamiento del petróleo así, en la Refinería Estatal Esmeraldas se refinan 32,68 millones de barriles de esta materia prima, debido a los procesos de producción de sus derivados se emplea del 5 al 10% de catalizador con relación a la cantidad de petróleo ingresado para el proceso de refinación en la unidad FCC. Por la cantidad de petróleo que se procesa en la unidad FCC ingresada a la refinería se producen 3'268,000g de catalizador desactivado que debe ser regenerado cuando este ha cumplido su vida útil dentro del proceso (EPPETROECUADOR, 2016).

Los catalizadores agotados son materiales que pueden sufrir de envenenamiento en las diferentes etapas del proceso de refinación del petróleo, las causas que producen la desactivación de los centros activos en dicho material son: envenenamiento de los centros activos, incorporación por residuos carbonosos, contaminación de metales que consigo lleva el petróleo, etc. lo que produce que los catalizadores no pueden ser utilizados nuevamente en el proceso sin previa regeneración, en la cual, se realizan técnicas de secado, tratamiento químico y tratamiento térmico para así eliminar la mayor cantidad de impurezas que no permiten su correcto funcionamiento.

Al ser regenerados los catalizadores pueden ser utilizados en diferentes procesos en los cuales no se requiera una estricta selectividad de los mismos, pero sí que cumplan la función de fraccionamiento adecuada para la obtención de los productos deseados.

Uno de los procesos en el cual se puede utilizar catalizadores regenerados es la pirólisis catalítica de plásticos, que es una técnica utilizada en procesos de reciclaje químico que sirve para convertir plásticos en combustibles y es considerado un tratamiento de descomposición química de materiales a temperaturas elevadas (400°C) en el que, el consumo energético es alto y los productos obtenidos son una mezcla de hidrocarburos.

El proceso mediante la utilización de catalizadores agotados promueve a la obtención de productos semejantes a la gasolina o diésel y evitará la adquisición de nuevas materias primas que generen mayor cantidad de desechos producidos por la actividad petrolera.

Por lo anterior expuesto se propone determinar las condiciones adecuadas para la regeneración de catalizadores previamente usados en la unidad FCC de Refinería Esmeraldas para así obtener fracciones útiles de petróleo y plantear una metodología su utilización en el proceso de pirolisis catalítica evitando la producción de desechos.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1 Antecedentes de la investigación

El tema petrolero dentro del país ha sido tratado con reserva durante muchos años ya que era el sustento de mayor porcentaje de los presupuestos generales del Estado, pero sólo después de dos décadas de explotación petrolera los impactos sociales y ambientales causados empezaron a ponerse de manifiesto. (Ramirez, 2016)

La actividad petrolera ha provocado desastres en todas las zonas donde se realiza, y produce la contaminación de aire, agua y suelo, junto a un acelerado proceso de colonización han puesto en riesgo los territorios de las nacionalidades indígenas. Ser un país petrolero al Ecuador le ha significado mayor empobrecimiento y mayores impactos ambientales. (Ramirez, 2016)

Debido al proceso de refinamiento del crudo, se han producido sustancias contaminantes que son desechadas sin darles un uso adecuado y de las cuales se pueden dar un aprovechamiento reactivando su función dentro del proceso, éstas sustancias son conocidas como catalizadores.

Estas sustancias químicas no se modifican durante la reacción, pero favorecen a la aceleración dentro del proceso por lo cual, al ser utilizadas en el mismo sufren de envenenamiento y son consideran desechos. Los catalizadores son sustancias idóneas para ser regenerados mediante tratamientos químicos y térmicos que favorezcan a la reactivación de los mismos.

La regeneración de catalizadores mediante tratamiento oxidativo es el método más utilizado para eliminar coque en los catalizadores desactivados. La selección de las condiciones experimentales, en particular de la temperatura son muy decisivas para eliminar el efecto perjudicial del agua sobre la zeolita, producida por la oxidación del coque, dado que puede dar procesos de alteración estructural, etc. (Navarro, 2007)

El proceso de regeneración de catalizadores determinará el funcionamiento del mismo en cuanto a su actividad catalítica en pirólisis, debido a las causas que promueven su desactivación, la acción regenerativa tiene determinadas etapas en las que se eliminan los contaminantes que debilitan la función del material dentro del proceso.

El catalizador para ser regenerado debe pasar por procesos como: eliminación de humedad, tratamiento químico y tratamiento térmico proveen una conversión dentro del proceso de pirólisis de aproximadamente 92,81%. (Toapanta, 2018)

El proceso de pirólisis térmica se lleva a cabo habitualmente a temperaturas de entre 400 °C y 800 °C. A estas temperaturas los residuos se transforman en gases, líquidos y cenizas sólidas denominadas “coque” de pirólisis. Las proporciones relativas de los elementos producidos dependen de la composición de los residuos, de la temperatura y del tiempo que ésta se aplique. La utilización de temperaturas altas determina la producción de compuestos líquidos y a su vez si ésta condición se disminuye durante un período más largo de tiempo el producto será una ceniza sólida (Mendez, 2016).

1.2 Marco teórico

1.2.1 Unidad de craqueo catalítico fluidizado

La unidad de craqueo catalítico fluidizado es la encargada de la transformación de los hidrocarburos para la obtención de fracciones de elevado octanaje mediante reacciones catalíticas favorecidas por el uso de catalizadores (Delgado, 2009).

Esta unidad está conformada por 3 partes fundamentales debido a la complejidad de sus procesos las cuales serán detalladas a continuación:

➤ **Reactor:** En esta unidad se producen una serie de reacciones catalíticas mediante el uso de temperaturas elevadas que oscilan a los 500°C. La alimentación es de compuestos hidrocarburiíferos como los gasóleos que son provenientes de la torre de destilación al vacío los mismos que son combinados con los catalizadores para obtener las reacciones de craqueo correspondientes.

Cuando las reacciones producidas en el craqueo culminan el catalizador se considera agotado por la deposición de partículas metálicas y coque en su estructura, lo que no favorece a su acción (Delgado, 2009).

➤ **Regenerador:** Este equipo consta de dos capas que trabajan a temperatura constante de 230°C, las mismas que son recubiertas con material aislante para poder proteger las paredes de metal del recipiente.

El catalizador es regenerado bajo estas condiciones ya que se produce la combustión del coque que se deposita en el centro activo del mismo y no permite que realice las funciones específicas determinadas (Delgado, 2009).

En el coque se producen reacciones exotérmicas que producen gran cantidad de calor, el catalizador agotado que contiene coque en su estructura va a ser regenerado a temperaturas altas de 520°C hasta 675°C para obtener una combustión adecuada en la cual ya se haya eliminado los contaminantes que no permiten la correcta función del catalizador. (Delgado, 2009)

La temperatura óptima para la operación del regenerador es de 650°C por efectos de la combustión y pérdidas de calor, a esta temperatura se puede regenerar el catalizador sin que éste sufra sinterización ni alteraciones en el área superficial.

➤ **Torre de fraccionamiento:** La torre de fraccionamiento es utilizada como un equipo de separación de los productos obtenidos en las reacciones de craqueo catalítico producidas en el reactor. En dónde los vapores efluentes deben ser condensados y fraccionados en los productos deseados.

En la parte superior de la columna se tienen los productos más ligeros como los vapores y las gasolinas de mayor índice de octano mientras que en la parte inferior de la columna se obtienen los productos de mayor densidad como coque, asfaltos y aceite de reciclo. (Delgado, 2009)

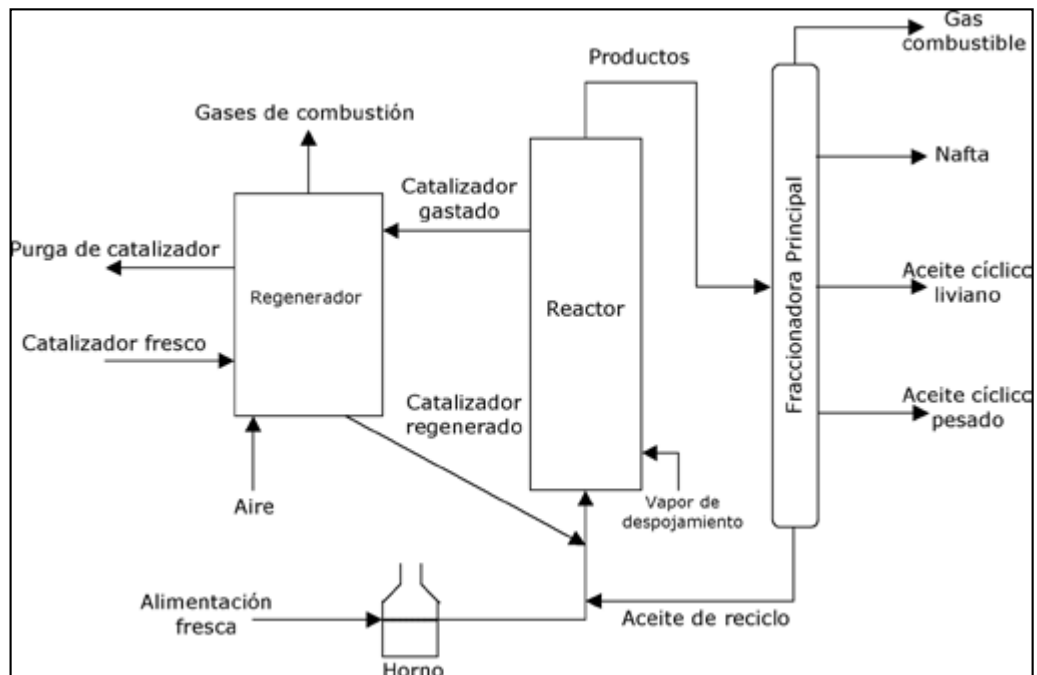


Figura 1-1: Proceso de Cracking Fluidizado

Fuente: (Delgado, 2009)

1.2.2 Catalizadores FCC

El craqueo catalítico es un proceso de la industria petroquímica cuyo objetivo es la modificación de la estructura molecular de ciertos hidrocarburos para obtener combustibles de calidad extra para automotores; y también, el de producir compuestos aromáticos, así como benceno y tolueno a partir de naftas seleccionadas. El catalizador usado para este proceso de craqueo es un material conformado por una zeolita tipo Y, la cual es un aluminosilicato cristalino y microporoso constituido por tetraedros de $[\text{SiO}_4]^{4-}$ y $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Durante el proceso de ruptura catalítica, este catalizador experimenta tratamientos rigurosos en el regenerador que modifica su comportamiento, formando así un material amorfo con su consecuente pérdida de actividad para el proceso de craqueo. Durante el uso de estos catalizadores en las unidades de craqueo, parte de ellos son retirados por tener baja actividad y sustituidos por nuevos catalizadores; y otra parte se recogen en precipitadores electroestáticos. (Uso del catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC) como adición puzolánica, 2010).

La velocidad de una reacción catalítica en la unidad FCC depende de la frecuencia de contacto con la superficie del catalizador, determinándose como una reacción normal.

Normalmente la velocidad está limitada por la cantidad de catalizador. Aunque los catalizadores no son consumidos por la propia reacción, pueden resultar inhibidos, desactivados o destruidos por procesos secundarios. En la unidad FCC se producen reacciones correspondientes a catálisis Heterogénea que es aquella en la que los catalizadores se encuentran en una fase diferente que los reactivos. Generalmente el catalizador es un sólido el cual proporciona una superficie en la que pueda tener lugar la reacción, mientras que los reactivos y productos son líquidos o gaseosos. (Ayala, 2016)

El proceso en la unidad FCC se lleva a cabo mediante el uso de catalizadores que promuevan la velocidad del proceso, éstos materiales tienen estructuras típicas como:

➤ **Componente Activo: Zeolitas**

Constituye normalmente del 10 al 50% en peso de catalizador y es el encargado de formar una red cristalina, dispersándose en la matriz del mismo. Las zeolitas se caracterizan por formar configuraciones tridimensionales constituidas por secuencias de tetraedros que se encuentran a distancias regulares en cuyo centro puede estar un átomo de silicio o un anión de aluminio produciendo una sucesión de poros que se comunican entre sí. La faujasita tipo Y es la única zeolita utilizada en craqueo catalítico pero debido a su baja actividad se somete a un cambio iónico en medio ácido y de sales de tierras raras que producen un aumento en su actividad. (Mosquera, 2016) Éste tipo de zeolita es comúnmente utilizada en dicho proceso lo que no significa que no existan otro tipo de zeolitas que pueden ser naturales o sintéticas de acuerdo a su origen:

- Zeolitas Naturales. Forman parte del grupo de minerales con una estructura cristalina tetraédrica. Se encuentran en yacimientos de origen hidrotermal, en cavidades y fisuras de rocas volcánicas o en masas de origen sedimentario.
- Zeolitas Sintéticas. Se producen mediante síntesis hidrotermal y se puede incluir elementos como metales alcalinos, alcalinos-térreos, lantánidos e incluso metales nobles. En el mercado se pueden obtener más de 150 variedades de zeolitas sintéticas con características diferentes. (Ayala, 2016)

➤ **Matriz del catalizador**

Por lo general la matriz se compone de sustancias que contienen zeolitas como arcillas y geles sintéticos de aluminosilicatos. La matriz del catalizador se compone de tres tipos de matrices:

- Matriz activa: es aquella que se encuentra constituida principalmente por alúmina y ocupa un 20% en peso del catalizador.

- Matriz inerte: éste tipo de matriz constituye un 25% en el catalizador proporcionando estabilidad mecánica y fluidización estable, se compone por arcillas naturales o modificadas químicamente, como caolinita, hallosita o montmorillonita. (Mosquera, 2016)
- Matriz sintética: es utilizado como elemento aglutinador manteniendo unidas a la faujasita y las matrices activa e inerte representando el 15% en el catalizador. (Mosquera, 2016)

➤ **Aditivos del catalizador**

Los aditivos son añadidos al catalizador para aumentar los rendimientos en el proceso y disminuir la contaminación ambiental. Los aditivos más usados son: promotores de combustión de monóxido de carbono (CO), aditivos sulfurosos (SO_x) y pasivadores de metales (Mosquera, 2016).

- Los promotores de combustión de CO, aceleran la combustión de dicha sustancia evitando que alcance altas temperaturas en la fase densa, ayuda a la combustión del CO a CO₂ en el regenerador. Los componentes activos de un promotor están formados por metales del grupo platino. (Mosquera, 2016)
- Aditivos sulfurosos (SO_x), son usados para disminuir el impacto ambiental debido a que se unen a óxidos metálicos para contrarrestar el gas que produce dicha sustancia. Los materiales más eficientes para la elaboración de éstos aditivos son óxidos de vanadio, cerio, magnesio y aluminio. (Mosquera, 2016)
- Pasivadores de metales, son usados para neutralizar los metales contaminantes: níquel, sodio y vanadio presentes en el gasóleo. Los pasivadores más usados son antimonio y bismuto. (Mosquera, 2016)

1.2.3 Caracterización de catalizadores

➤ **Caracterización física**

Se considera como propiedades de la muestra en la cual interviene la textura del catalizador y su incidencia en aspectos como:

- **Área superficial:** Es la superficie total del catalizador incluido las paredes del poro por gramo de catalizador. Depende de la cantidad de alúmina en la matriz y de la cantidad de faujasita (Mosquera, 2016). Su unidad está dada en m² g⁻¹. Se determina mediante pruebas de análisis por método BET (Lomelí, 2007).
- **Tamaño de poro:** Se utiliza una clasificación determinada en la cual existe: microporos cuya densidad es menor a 2nm, macroporo de densidad mayor a 50nm y mesoporo en la cual la densidad se encuentra entre 2nm y 50nm. Se determina mediante análisis SEM (Lomelí, 2007).

- **Volumen específico del poro:** Cada gramo de catalizador posee un volumen que corresponde al hueco disponible del mismo que es medido en $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$. Se determina mediante análisis SEM (Lomelí, 2007).
- **Porosidad:** Se determina como una relación entre el volumen total del adsorbente y el volumen poroso. Se determina mediante pruebas de análisis por método BET (Lomelí, 2007).
- **Densidad aparente:** Es la relación que existe incluyendo los poros y huecos que contenga el material de peso seco por unidad de volumen en g cm^{-3} , como se puede en la figura 2-1 (Sáenz Peña, et al., 2011).

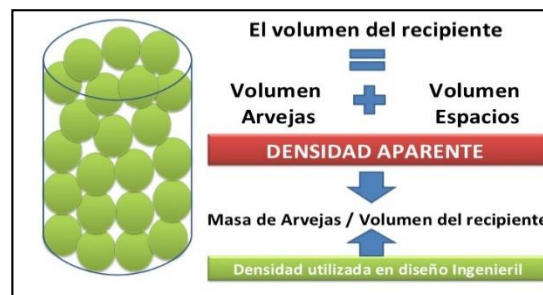


Figura 2-1: Densidad aparente.
Fuente: (Mendoza, 2009)

- **Densidad real:** Es la relación que existe omitiendo los huecos internos y externos entre la masa seca de un material y el volumen real (Gutierrez, 2018).

➤ **Caracterización química**

La caracterización química son las características propias de la estructura y composición química del catalizador para identificar y cuantificar los elementos presentes.

En este tipo de caracterización intervienen parámetros como:

- **Estructura química:** Es el agrupamiento geométrico de los átomos cristalinos, propiedades de electrones, su forma y los enlaces, y puede ser determinado por métodos de análisis de difracción de rayos x. (Gutierrez, 2018)
- **Composición química:** Es la determinación por espectroscopia de absorción atómica (AA), fluorescencia de rayos X, plasma de acoplamiento inductivo del peso de cada uno de los elementos químicos que se encuentran en la estructura del catalizador (Gutierrez, 2018).

➤ **Propiedades catalíticas**

- **Actividad:** Es una propiedad que se encarga de observar la relación entre el rendimiento obtenido del producto con la cantidad de catalizador utilizado. Propiedad que mide la destreza que tiene el catalizador para fraccionar hidrocarburos. La actividad del catalizador va ligada con

el envenenamiento del mismo destruyendo su cristalinidad, neutralización de sus centros ácidos y produciendo sinterización en el material (Mosquera, 2016).

- **Selectividad:** Es una propiedad que permite al catalizador realizar un alto rendimiento en la producción de naftas. La selectividad se obtiene mediante una prueba de laboratorio, en la que se mide la relación del rendimiento de los productos deseados respecto al rendimiento de coque y gas metano. Si en esta prueba se obtiene valores mayores a 0,5 se considera que el catalizador ha sido contaminado (Mosquera, 2016).

1.2.4 Catalizadores agotados FCC

Un catalizador de FCC se considera agotado cuando ha perdido sus propiedades catalíticas: selectividad y actividad. Esto se produce principalmente por el envenenamiento causado por los metales pesados (Ni, V, Fe y Na) presentes en el gasóleo cuando se llevan a cabo las reacciones de craqueo catalítico. Estos metales neutralizan los sitios ácidos, destruyen la zeolita, disminuyen el rendimiento de nafta y aumentan la producción de coque. En la actualidad la regeneración de catalizadores agotados aumenta el ciclo de vida del material, mediante la implementación de tratamientos industriales por diferentes métodos para su reutilización. El reciclaje del catalizador permite la recuperación de metales valiosos, pero con ello implica el uso de ácidos a gran escala para llevar a cabo los procesos, lo cual genera grandes volúmenes de residuos y emisiones gaseosas potencialmente peligrosas para el ambiente. Durante la regeneración el coque presente en el catalizador se combustiona con el fin de reestablecer su actividad, sin embargo, esta propiedad catalítica es limitada por lo que en un período corto de tiempo éste material se desactiva y es necesario reemplazarlo por uno fresco. Dichos costos económicos que conlleva el proceso de regeneración hacen que estos sean reemplazados por nuevos materiales y que sean utilizados en diferentes procesos que no requieran de una actividad selectiva tan estricta o a su vez en el área de construcción (Mosquera, 2016).

1.2.5 Desactivación de catalizadores

La desactivación de catalizadores se puede evidenciar por la mayor o disminución actividad catalítica que cumple este compuesto dentro de una reacción química determinada.

La desactivación de los catalizadores se debe al tipo de proceso sea físico o químico en el cual sea utilizado ya que el tiempo de vida del mismo puede variar desde un segundo hasta años dependiendo de la actividad que realice, en algunos procesos se puede regenerar el catalizador

cuando todavía se puede realizar procesos para recuperar su centro activo y en otros casos ya debe ser desechado (Vallejo, 2014).

La desactivación de catalizadores se debe a diferentes causas como:

1.2.5.1 Envenenamiento

Es producida por la interacción química de una molécula de compuestos de azufre, nitrógeno, dióxido de carbono, entre otros que son considerados venenos con la superficie catalítica, como se observa en la figura 3-1, como resultado de esta interacción se produce una formación irreversible de depósitos sobre los sitios activos ya la molécula es adsorbida enérgicamente en la superficie del catalizador. Por ejemplo, al reaccionar el H_2S con el platino da lugar a la reacción de la ecuación 1, por ende, disminuye la actividad catalítica y a su vez reduce el área de contacto metálico (Vallejo, 2014).

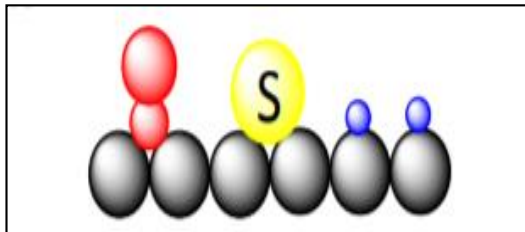
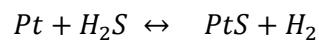


Figura 3-1: Envenenamiento del catalizador.
Fuente: (Cuevas, 2009)



Ecuación 1. Reacción de envenenamiento.
Fuente: (Vallejo, 2014)

1.2.5.2 Coquización

La desactivación por coquización da como resultado la formación de depósitos de carbono sobre la superficie del catalizador por la deshidrogenación de algunos hidrocarburos cíclicos, produciendo una desactivación reversible que con la utilización de una limpieza puede originar la reactivación (Muñoz, 2012).

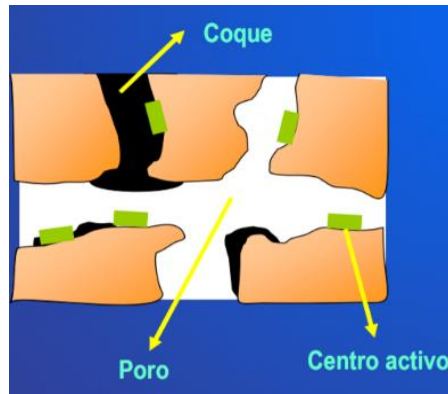


Figura 4-1: Coquización.
Fuente: (López, 2018)

1.2.5.3 Ensuciamiento

La producción de coque es inevitable en muchos de los casos donde los procesos se dan a altas temperaturas, en dichos procesos las moléculas de alto peso molecular reaccionan por mecanismos de radicales libres depositándose sobre la superficie del catalizador sin poder ser removidos, debido a esto, la entrada de la carga hacia los poros se bloquea provocando la desactivación irreversible ya que la superficie del catalizador se ve cubierta con depósitos de coque o metales (Lomelí, 2007).

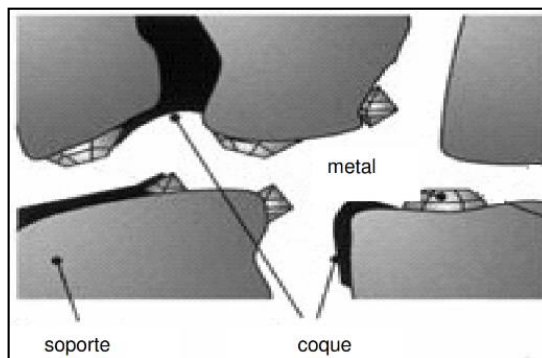


Figura 5-1: Depósito de coque y de metales en el catalizador.
Fuente: (Lomelí, 2007)

1.2.5.4 Pérdida de la fase activa

La formación de especies volátiles en forma de gas producida por la presencia de impurezas que interaccionan fuertemente con la fase activa provoca la pérdida de la fase activa del catalizador (López, 2018).

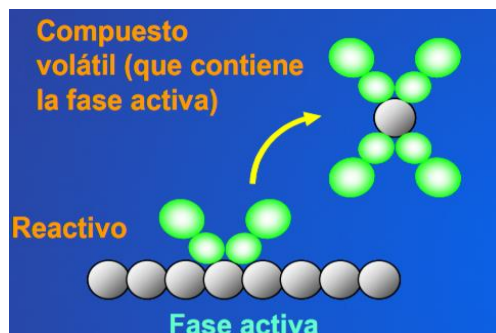


Figura 6-1: Pérdida de fase activa.
Fuente: (López, 2018)

1.2.6 Sinterización

La sinterización es un proceso en el cual la estructura cristalina del catalizador es modificada produciendo la disminución de actividad del material causada por la exposición a condiciones extremas. Es un proceso de desactivación independiente, ya que la disminución de la actividad del catalizador depende del tiempo en que esté en contacto con entornos de altas temperaturas sin verse afectada por la concentración de sustancias de la corriente gaseosa. La sinterización es causada por el crecimiento o aglomeración de los microcristales que conlleva a la disminución de los centros activos del catalizador por ende su actividad en los diferentes procesos en los cuales es utilizado (Conesa, 2016).

1.2.7 Regeneración de catalizadores

La conversión del petróleo en productos deseados lleva consigo una serie de procesos complejos en los que es necesario utilizar materiales como, catalizadores que promuevan la realización de dichas actividades con los requerimientos necesarios. Los catalizadores son materiales que se requieren para la transformación del petróleo, estos catalizadores después de su uso reiterado son desechados por lo cual se busca un modo que no solo se evite la acumulación de residuos tóxicos y los costes de su eliminación, sino que se consiga material reutilizable para seguir refinando o incluso “hacer minería inversa para extraer el platino, paladio y rodio que tiene porqué de este modo se generaría valor agregado en Ecuador y tendríamos un mayor conocimiento, sobre todo del proceso” (García, 2015).

Los catalizadores agotados necesitan un proceso de regeneración que puede llevarse a cabo industrialmente o a su vez a pequeña escala para posteriores estudios. En esta investigación se realizó una regeneración de catalizadores agotados de refinería en el cual se propuso diferentes etapas para la determinación del mismo.

Las etapas de regeneración de un catalizador agotado son:

- **Secado:** en esta etapa el catalizador es sometido a temperatura dentro de una estufa para eliminar la mayor cantidad de agua posible que contiene el material. El catalizador agotado para ser puesto en contacto con el solvente debe ser deshidratado y seco en su totalidad para evitar inconveniente (Toapanta, 2018).
- **Tratamiento químico:** el tratamiento químico se da mediante agitación constante del material con un solvente para realizar la remoción del azufre contenido en el catalizador agotado (Toapanta, 2018). El etanol, disulfuro de carbono, tolueno y benceno se consideran los solventes son utilizados para la remoción de dichas impurezas. El benceno y el etanol producen un rendimiento aceptable pero el mejor tratamiento se produjo con disulfuro de carbono. (Torres Martínez , et al., 2001).
- **Tratamiento térmico:** en esta etapa de regeneración el coque depositado en la estructura del catalizador es eliminado mediante calcinación a altas temperaturas para así obtener un material sin impurezas (Toapanta, 2018).

1.2.8 Pirólisis

La pirolisis es una degradación termoquímica, donde las moléculas de gran peso molecular se convierten en compuestos más ligeros. Este proceso se lleva a cabo en altas temperaturas y en ausencia de oxígeno. Como se ha establecido los productos de la pirolisis son hidrocarburos de cadena corta que se obtiene en fase líquida y gaseosa, estos pueden ser utilizados posteriormente como combustibles (Moreno, et al., 2018).

Al alcanzar temperaturas extremadamente altas se provoca la ruptura de los enlaces debido a que las macromoléculas incrementan su energía cinética. (Moreno, et al., 2018). De esta forma, los compuestos usados para elaborar el plástico pueden ser obtenidos nuevamente en un proceso de ingeniería inversa (Roncacio, 2017).

La reacción de pirolisis se lleva a cabo en ausencia de oxígeno para así evitar que los hidrocarburos ligeros formados durante el proceso entren en contacto con el agente oxidante y se produzca la combustión descontrolada de los mismos. También se ha demostrado experimentalmente que la presencia de oxígeno durante la pirolisis bloquea o inhibe la formación de los productos deseados. (Moreno, et al., 2018).

La ventaja que ofrece la pirolisis es que, al trabajar con moléculas pesadas, esta técnica puede aplicarse a los plásticos termoestables y a los termoplásticos. De esta manera el proceso de pirolisis contribuye a disminuir la contaminación que se genera debido al uso de estos plásticos.

El pirólisis puede llevarse a cabo de dos maneras diferentes, la primera se realiza en presencia de un catalizador y se denomina pirólisis catalítica; y la segunda se produce el calentamiento en ausencia de oxígeno, y es conocida como pirólisis térmica (Garrido, 2013).

1.2.8.1 Pirólisis Térmica

La pirólisis térmica, es una reacción de descomposición realizado en un entorno inerte a elevadas temperaturas (Garrido, 2013), se trata principalmente de un proceso endotérmico por lo que es necesaria la adición de calor al reactor. En este punto cabe recalcar que el factor decisivo sobre el proceso es la temperatura ya que la cinética no se ve afectada por un catalizador (Moreno, et al., 2018).

Se produce un proceso progresivo en el cual de manera sucesiva se obtienen los productos finales donde los polímeros iniciales son degradados, a estructuras secundarias, que posteriormente se descomponen en estructuras terciarias y así de manera sucesiva hasta la obtención de los productos finales (Garrido, 2013). Esencialmente se presentan dos tipos de reacciones durante la pirólisis, en la primera, ocurre la ruptura aleatoria dentro de la cadena hidrocarbonada esto genera compuestos de alto peso molecular. En el otro tipo de reacción ocurre la ruptura únicamente del final de la cadena lo que genera productos volátiles. La transferencia de radicales intramoleculares se origina por la ruptura al final de la cadena, conocida también como unzipping, produciéndose en la interface gas-líquido dentro del reactor, en ella se ha demostrado que al disminuir dicha interface decrece la formación de compuestos volátiles en la pirólisis de polietileno, polipropileno y poliestireno (Contreras, 2014).

Los mecanismos de la pirólisis térmica se pueden esquematizar de acuerdo a la Figura 7-1 donde la tercera representa la vía de ruptura aleatoria y las dos primeras reacciones representan la vía unzipping.

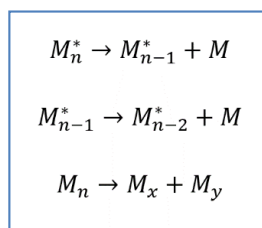


Figura 7-1: Mecanismo de degradación en la termólisis
Fuente: (Contreras, 2014)

➤ Tipos de pirólisis térmica

El proceso de termólisis se lleva a cabo en temperaturas que van desde 300 °C a 1000 °C. Se ha determinado experimentalmente que a temperaturas superiores a 600°C se obtiene esencialmente gases y por debajo de los 500°C prevalece la formación de aceites (Moreno, et al., 2018).

La pirólisis térmica puede darse de tres maneras: lenta, rápida y flash, esto varía de acuerdo al tiempo de residencia, velocidad de calentamiento y temperatura de operación.

- **Pirólisis lenta**

La pirólisis lenta, conocida también como convencional, se lleva a cabo a temperaturas inferiores, entre 300 y 550°C, debido a que la velocidad de calentamiento es lenta, se obtienen como productos fracciones de gas líquido y sólido en menores proporciones (Rincón, et al., 2014).

- **Pirólisis rápida**

Este tipo de pirólisis la cantidad de compuestos líquidos obtenidos es mayor que en el proceso de pirolisis convencional y se da a temperaturas altas, de entre 600-800°C (Millan, 2014). Para evitar la ruptura de los productos debido al progresivo aumento de la temperatura se debe enfriar de manera rápida (Rincón, et al., 2014).

- **Pirólisis flash**

Los productos predominantes de este tipo de pirolisis son gases como el monóxido de carbono e hidrocarburos ligeros ya que ocurre a temperaturas altas, más allá de los 800 °C. Por otra parte, el residuo sólido que queda de esta operación se ve disminuido al 10 %. El tiempo de residencia disminuye considerablemente al ser un proceso con alta transferencia de calor, en relación a los otros tipos de pirólisis (Millan, 2014).

En la tabla 1-1 se muestra los parámetros de operación en los que ocurre cada tipo de pirólisis.

Tabla 1-1: Condiciones de operación de los tipos de pirólisis térmica

Tipo de pirólisis	Productos	Rango de temperatura	Velocidad de calentamiento	Tiempo de residencia
Lenta o convencional	Sólidos, líquidos y gases en menor proporción	300-550°C	0,1-1°C/s	5-30 min
Rápida	Mayor rendimiento de la fracción líquida	600-800°C	10-200°C/s	0.5-10 s
Flash	Mayor rendimiento de la fracción gaseosa	800-1000°C	>1000°C/s	<0.5 s

Fuente: (Cortázar, 2014); (Rincón, et al., 2014).

La velocidad de calefacción, tiempo de residencia clase, tecnología de pirólisis, variables de operación como temperatura y composición del plástico van a determinar los productos a obtener por medio de la termólisis.

➤ **Productos de la pirólisis térmica**

La pirolisis térmica de plásticos, genera tres tipos de productos: gaseosos, líquidos y sólidos. Continuando la ley de la conservación de la materia se tiene que debe salir la mismo la cantidad total de materia que ingreso al proceso, y estará dividida en las tres fracciones anteriormente mencionadas. (Espinoza, et al., 2014).

- **Fracción sólida**

Los productos sólidos o residuos orgánicos de menor rendimiento son conocidos como char. Estos solidos están constituidos por carbón y por ciertas impurezas presentes en el plástico y se depositan al fondo y en las paredes del recipiente.

Generalmente se encuentran formados por compuestos aromáticos los cuales son inertes ante la pirolisis y anillos alifáticos. Forman un polvo negro en conjunto (Espinoza, et al., 2014).

- **Fracción líquida**

La fracción líquida o aceite, es una mezcla de varios hidrocarburos de hasta 35 átomos de carbono (Moreno, et al., 2018). Estos compuestos alcanzan un estado de vapor que mediante un mecanismo de condensación se transforman en la fracción líquida y son aquellos se someten a altas temperaturas. Son utilizados para la elaboración de gasolinas o Diesel debido a su alto contenido calorífico (Garrido, 2013), (Morocho, 2019).

- **Fracción gaseosa**

La fracción gaseosa está formada por moléculas de 1 a 4 carbonos como el metano , etano, propano y butano que son gases a temperatura ambiente y no se pueden condensar a la misma (Moreno, et al., 2018), (Morocho, 2019), además es posible la formación de otro tipo de gases como el dióxido de carbono entre 5 y 15% , hidrógeno entre el 10 y 20% y monóxido de carbono entre 15 y 30% (Valenzuela, 2016).

La fracción gaseosa forma en conjunto con otros compuestos combustibles de mayor valor por lo que se considera de mayor poder energético que la fracción líquida. Estos pueden ser utilizados para darle calor a la termólisis dentro de un sistema de recuperación o dentro de los propios procesos industriales (Garrido, 2013).

- **Parámetros que influyen en el proceso de pirólisis térmica**

Los parámetros que influyen en el proceso afectan de cierta manera al rendimiento de la pirólisis ya que son variados. Las variables más relevantes que inciden directamente en la pirólisis, se presentan a continuación:

- **Composición del material a pirolizar**

Los hidrocarburos a obtener van a depender del tipo de tipo de enlaces, de su estructura y del tipo de polímero a degradar, siendo este uno de los factores con mayor influencia. Por ejemplo, al comparar la pirólisis de los residuos PET con las poliolefinas, se tiene que las primeras al poseer en su estructura oxígeno se favorece la formación de gases, generalmente CO y CO₂, y las segundas presentan un mayor rango de hidrocarburos líquidos, entre C₃-C₂₅ (Valenzuela, 2016).

- **Temperatura**

La temperatura ya que además de determina el tipo de pirolisis que se va a desarrollar, la velocidad de calentamiento considerándose uno de los parámetros más importantes. Como ya se ha establecido anteriormente en función de la temperatura a la que se efectúa la operación determina la fracción predominante de productos que se obtiene del proceso, pues a mayor cantidad de fracciones ligeras se obtendrá de la reacción mayor temperatura de pirolisis. (Espinoza, et al., 2014).

Existen polímeros termosensitivos que pueden pirolizarse a valores inferiores de 300°C que se considera es la temperatura menor a la cual empieza el proceso de pirólisis (Valenzuela, 2016). Por otro lado, existen tecnologías en desarrollo que han tocado valores de hasta 1200°C siendo el pico de temperatura más alto de este proceso se encuentra en los 1000°C. Se corre el riesgo de iniciar reacciones de polimerización entre las cadenas cortas debido a temperaturas mayores a la antes mencionada (Rincón, et al., 2014).

- **Velocidad de calefacción**

Un cambio en la temperatura del sistema hace referencia a la cantidad de calor que se suministra en un determinado tiempo. Este factor es decisivo ya que al igual que determinara las necesidades de enfriamiento y remoción de los productos con la temperatura determinan el tipo de pirolisis que se llevara a cabo (Conesa, 2016). De acuerdo a la velocidad de calefacción se reconocen tres tipos de pirolisis: flash, lenta, y rápida. En el caso de las dos últimas, debido a que la velocidad de calefacción es menor, la producción de fracciones sólidas y líquidas es mayor en comparación a la primera, que genera mayores cantidades de gases debido a su alta, velocidad de calefacción (Moreno, et al., 2018).

- **Tiempo de residencia**

Hace referencia al tiempo que pasan los reactivos en el interior del reactor. Y al igual que la temperatura este determina en gran medida cuáles serán los productos principales del proceso. Se ha demostrado que entre mayor tiempo de residencia la formación de fracciones ligeras es favorecida (Conesa, 2016). La determinación de este parámetro se relaciona principalmente con la temperatura, además del tipo de reactor a utilizarse en la termólisis (Espinoza, et al., 2014).

- **Presión**

Pese a que la pirolisis es un proceso que se realiza en ausencia de oxígeno en una atmósfera inerte, se puede llevar a cabo con la formación de vacío o la anulación del mismo.

Es así que la formación de gases no condensables se incrementa causando una disminución en el porcentaje de productos líquidos a presiones altas (Valenzuela, 2016).

- **Humedad**

La humedad va a afectar al balance térmico del proceso ya que influye de una manera secundaria sobre el proceso. La mayor necesidad de calefacción se da por la presencia de agua en la alimentación, pues parte del calor suministrado se empleara en calentar al agua hasta las condiciones de operación, incrementando en gran medida la cantidad de calor requerido (Conesa, 2016). La mayoría de procesos termoquímicos exigen que el contenido de humedad de una muestra sea inferior al 30% ya que el contenido de humedad, provoca el desplazamiento de algunas reacciones y causa afecciones a los gases de salida (Fernández, 2010).

- **Tamaño de partícula**

En la velocidad de calentamiento del plástico influye la granulometría o tamaño de partícula. Pues entre más pequeño sea el tamaño granulométrico será mayor el calor se transmita de una muestra a otra dentro del reactor y mayor será el área de transferencia de calor. Se ha demostrado que 0.84mm es un tamaño de partícula óptimo. Este parámetro influye en gran medida en la velocidad de calentamiento del reactor y en el tiempo de residencia. Por otra parte, no es de mayor relevancia este parámetro si se va a llevar a cabo una pirolisis lenta o convencional (Conesa, 2016).

- **Cantidad de muestra**

Este parámetro, incide en menor medida en los mecanismos químicos y de mayor forma en la transferencia de calor dentro del reactor. El material a pirolizar y el tipo de reactor a utilizar son dos factores que determinan la cantidad de muestra (Conesa, 2016).

- **Atmósfera de reacción**

Comúnmente se hace empleo de gases inertes como como el nitrógeno o el helio (N₂, He) para propiciar el ambiente idóneo a la pirólisis, existen estudios que proponen el metanol o el etilglicol como la utilización de vapores condensables de disolventes. El metano o el hidrogeno son compuestos de posible aplicación para la generación de atmósferas reductoras (Conesa, 2016).

1.2.8.2 Pirólisis Catalítica

La tecnología de pirólisis catalítica necesita la condición anaeróbica para absorber una gran cantidad de calor aprovechando la inestabilidad térmica de la materia orgánica en los residuos, para formar una variedad de gas, líquido y sólido, proceso de extracción del aceite combustible, gas combustible, se necesita que los productos orgánicos fraccionarse, después de la condensación. (Castillo, 2014)

La esencia de la tecnología de pirólisis catalítica es el proceso mediante el calentamiento de moléculas orgánicas, fraccionándolas en muchas pequeñas moléculas, lo que contiene muchos procesos físico y químico complicados. El proceso de descomposición térmica tiene un método diferente estructura del horno de pirólisis catalítica, la figura del producto, y la diferente de pirólisis catalítica debido a la forma de calentamiento. De acuerdo con las diferentes temperaturas de pirólisis catalítica, 600-700 °C se llama solución tibia, más de 1000 °C se llama alta temperatura de pirólisis catalítica, bajo de 600 °C se denomina baja temperatura catalítica. La manera que la pirólisis catalítica tiene el método de calentamiento indirecto de acuerdo con los puntos de calefacción y el método de calentamiento directo (Castillo, 2014).

Las características principales de la innovación de la tecnología de pirólisis catalítica.

- Ajustar el dispositivo de reacción de gases mezclados, producir reacción con gas suficiente.
- Combinar calentamiento directo con calefacción indirecta
- Usar el sistema de eliminación del polvo avanzado, resolver el problema de emisiones de gas de pirólisis catalítica de residuos (Castillo, 2014).
- Las olefinas son el producto primario, y presentan más ramificaciones.
- Alta producción de compuestos de 3 y 4 carbonos, en la fase gaseosa.
- Se incrementa la producción de gases. Se produce una mayor fracción gaseosa respecto a reacciones sin catalizador bajo similares condiciones de operación (Poblete, 2013).
- Disminución significativa del tiempo y temperatura de reacción.
- La selectividad hacia aceites de hidrocarburos de menor tamaño es mayor, produciendo hidrocarburos dentro del rango de 5 a 10 carbonos. Se obtienen menos olefinas y más hidrocarburos ramificados y aromáticos (Poblete, 2013).

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1 Objetivos

2.1.1 General

- Regenerar catalizadores agotados de la unidad de Cracking Catalítico Fluidizado (FCC) para su utilización en pirólisis catalítica.

2.1.2 Específicos

- Determinar el mejor tratamiento evaluando las diferentes condiciones para la regeneración de catalizadores.
- Caracterizar las propiedades de los catalizadores mediante análisis físico-químico.
- Validar el mejor tratamiento en base al área superficial y el uso del catalizador en reacciones de pirólisis catalítica.

2.2 Hipótesis y especificación de variables

2.2.1 *Hipótesis General*

Es posible que los catalizadores agotados de la unidad de cracking catalítico de refinería pueden ser regenerados para su uso en el proceso de pirólisis catalítica en la obtención de combustibles y de esta manera contribuir en la minimización de este residuo y de los impactos ambientales generados.

2.2.2 Hipótesis Específicas

H1: Es posible realizar la determinación del mejor tratamiento mediante la selección del solvente entre tolueno y etanol que está en contacto con el catalizador y la rampa de calcinación adecuada para conocer el catalizador adecuado para su utilización en el proceso de pirólisis.

H2: Es posible realizar la caracterización mediante pruebas de análisis físico-químico para determinar las mejores propiedades de los catalizadores.

H3: Es posible validar la selección del catalizador en base al área superficial y la utilización de pruebas en reacciones de pirólisis catalítica.

2.2.3 Identificación de variables

Tabla 1-2: Identificación de las variables que intervienen en el proceso de regeneración.

Etapas del proceso	Variables independientes	Variables dependientes
Selección de la muestra	<ul style="list-style-type: none">➤ Humedad➤ Composición del catalizador agotado	<ul style="list-style-type: none">➤ Actividad catalítica
Proceso de Regeneración del Catalizador	<ul style="list-style-type: none">➤ Temperatura de calcinación➤ Tiempo de contacto con el solvente.➤ Tipo de solvente	<ul style="list-style-type: none">➤ Composición Porcentaje de Carbono, Azufre y metales➤ Área superficial.➤ Tamaño, forma y granulometría

Realizado por: Andrade, L. 2020

2.2.4 Operacionalización de variables

Tabla 2-2: Operacionalización de las variables que intervienen en el proceso de regeneración.

Variable	Tipo de variable	Definición operacional	Categorización	Indicadores	Instrumento de medición	Valor
Humedad	Independiente	Se conoce como la cantidad de agua contenida en un recipiente.	-	% de humedad	-	-
Temperatura	Independiente	Se define como la magnitud física térmica de un sistema que mide la cantidad de calor o energía.	Temperatura de secado	Calor	Estufa de secado	140 °C 120 °C
			Temperatura de calcinación	Calor	Mufla de calcinación	100-700 °C
Tipo de solvente	Independiente	Se define como compuestos orgánicos que sin sufrir ningún cambio químico se utilizan solos o en combinación con otros agentes.	etanol	-	Probeta	200 ml
			tolueno			
Tiempo de contacto	Independiente	Es la longitud de tiempo que está en contacto un líquido con una sustancia, antes de ser eliminada por filtración o por la presencia de un cambio químico.	12 horas	Tiempo	Equipo de agitación magnética.	300 rpm
			14 horas			

Composición química	Dependiente	Se define composición química como las cantidades en las cuales se encuentran dispuestas aquellas sustancias presentes en una determinada muestra.	Porcentaje de Azufre	%	Microscopio Electrónico de Barrido	-
			Porcentaje de Carbono			
			Cantidad de Metales			
Área superficial	Dependiente	Se define como una propiedad importante ya que controla la interacción química entre gases sólidos o líquidos.	Área superficial	$m^2 g^{-1}$	Equipo de análisis de área superficial (BET)	-
Tamaño, forma y granulometría	Dependiente	Se definen como propiedades para determinar el comportamiento y funcionamiento las muestras.	Tamaño	microporos	Equipo de análisis de área superficial (BET)	$d_p < 2 nm$
			Forma			
			Granulometría			
Actividad catalítica	Dependiente	Se define como la relación entre el producto obtenido y la muestra de ingreso, multiplicado por 100 o como la cantidad de producto obtenido en una reacción química.	Rendimiento de sólidos	%	Balanza analítica	3-18%
			Rendimiento de líquidos			30-42%
			Rendimiento de gases		-	41-66%

Realizado por: Andrade, L. 2020

2.1.5 *Matriz de consistencia*

Tabla 3-2: Matriz de consistencia de regeneración de catalizadores.

ASPECTOS GENERALES				
Problema general		Objetivo general		Hipótesis general
La generación de residuos de la producción de derivados del petróleo ha llevado consigo un aumento en problemas ambientales por lo que es necesario buscar alternativas de regeneración de catalizadores para que éste sea reutilizado en un proceso de menos requerimientos para su uso como la pirólisis térmica de plásticos.		Regenerar catalizadores agotados de la unidad de Cracking Catalítico Fluidizado (FCC) para su utilización en pirólisis catalítica.		Es posible que los catalizadores agotados de la unidad de cracking catalítico de refinería pueden ser regenerados para su uso en el proceso de pirólisis catalítica para la obtención de combustibles y de esta manera contribuir en la minimización de este residuo.
ASPECTOS ESPECÍFICOS				
Problemas específicos	Objetivos específicos	Hipótesis específicas	Variables de las hipótesis específicas	Técnicas de recolección de datos

<p>Se desconoce el mejor solvente orgánico y el tiempo de calcinación del catalizador para realizar la regeneración</p>	<p>Determinar el mejor tratamiento evaluando las diferentes condiciones para la regeneración de catalizadores.</p>	<p>H1: Es posible realizar la determinación del mejor tratamiento mediante la selección del solvente entre tolueno y etanol que está en contacto con el catalizador y la rampa de calcinación adecuada para conocer el catalizador adecuado para su utilización en el proceso de pirólisis.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Tipo de solvente (etanol o tolueno) ➤ Humedad ➤ Tiempo de contacto ➤ Tiempo de calcinación 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Pruebas humedad y espectroscopía IR, grado de concentración.
<p>Las características que deben poseer los catalizadores pueden perjudicar la actividad que realizan en el proceso de pirólisis.</p>	<p>Caracterizar las propiedades de los catalizadores mediante análisis físico-químico.</p>	<p>H2: Es posible realizar la caracterización mediante pruebas de análisis físico-químico para determinar las mejores propiedades de los catalizadores.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Tamaño, forma y granulometría ➤ Área superficial ➤ Composición química 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Ensayos de composición química ➤ Análisis de espectroscopía IR ➤ Ensayos por método BET.

<p>De manera específica, el área superficial y la conversión que tiene el catalizador en reacciones de pirolisis es desconocido.</p>	<p>Validar el mejor tratamiento en base al área superficial y el uso del catalizador en reacciones de pirólisis catalítica.</p>	<p>H3: Es posible validar la selección del catalizador en base al área superficial y la utilización de pruebas en reacciones de pirólisis catalítica.</p>	<p>➤ Comportamiento en pirólisis.</p>	<p>➤ Ensayos de pirólisis térmica</p>
--	---	--	---------------------------------------	---------------------------------------

Realizado por: Andrade, L. 2020

2.3 Tipo y diseño de investigación

2.3.1 Tipo de investigación

La presente investigación es de tipo exploratoria ya que se centra en el análisis, investigación e interpretación de aspectos significativos, que se puedan incorporar al desarrollo de explicaciones, referente a lo que ocurre en el proceso regeneración de catalizadores agotados para su estudio en el comportamiento en pirólisis catalítica debido a la inexistencia de estudios de aplicación en el mismo.

Método hipotético deductivo.

Mediante este método se trata que parte de una hipótesis o explicación inicial, para luego obtener conclusiones particulares de ella, que luego serán a su vez comprobadas experimentalmente. Es decir, comprende un paso inicial de inferencias empíricas que permiten deducir una hipótesis inicial que sea luego sometida a experimentación.

Método lógico inductivo

Mediante este método se propone el camino inverso: a partir de premisas particulares, se infieren conclusiones universales o generales, ya sea mediante inducciones completas (se consideran todos los elementos que integran el objeto de estudio) o incompletas (se consideran solamente algunos de los elementos que lo componen). La investigación se desarrolló fundamentándose en proyectos realizados dentro y fuera del país, estableciendo de esta manera una guía para la correcta regeneración de los catalizadores y utilizarlos en pirólisis catalítica.

2.3.2 Diseño experimental de la investigación

2.3.2.1 Descripción de los equipos materiales, reactivos y materia prima

El presente trabajo de investigación utiliza equipos y materiales disponibles en los laboratorios de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, y a su vez los reactivos son proporcionados por la misma facultad, la materia prima proveniente de la Refinería Estatal de Esmeraldas. A continuación, se detalla cada uno de ellos:

➤ **Equipos**

- Balanza analítica digital, marca OHAUS EXPLORER, modelo EX623. Serie: B704630506, Max 220 g, min 0,0001 mg.
- Estufa, marca ESCO, modelo Isotherm OFA-54-8, Máx. Temp. 300 °C / 572 °F, volumen 115 L, serial 2015-T01866.
- Mufla, marca THERMO SCIENTIFIC, modelo FB1415M, Máx. Temp. 1200 °C (2192 °F), Serie: 0146448301170117.
- Agitador magnético con placa calefactora, marca THERMO FISHER SCIENTIFIC, rango de velocidad 60-1110 1/min, Máx. Temp. 450 °C, serial C1928150309077.

➤ **Materiales**

- Varilla de agitación.
- Agitadores.
- Crisoles.
- Matracas erlenmeyer de 250 mL, 500 mL.
- Vasos de precipitación de vidrio de 100 mL, 250 mL, 500 mL.
- Probetas de 10 mL, 50 mL, 100 mL.
- Papel filtro.
- Vidrio reloj.
- Corchos de caucho.
- Espátula.

➤ **Reactivos**

- Etanol al 99.9%
- Tolueno
- Agua destilada

2.3.2.2 Pruebas Experimentales

El diseño experimental de la investigación se desarrolló en base al objetivo de regenerar catalizadores agotados para utilizarlos en pirólisis catalítica de plásticos. Las pruebas experimentales se basan en la interacción de diferentes condiciones para evaluar el mejor método de regeneración, como se muestra en la siguiente figura 1-3.

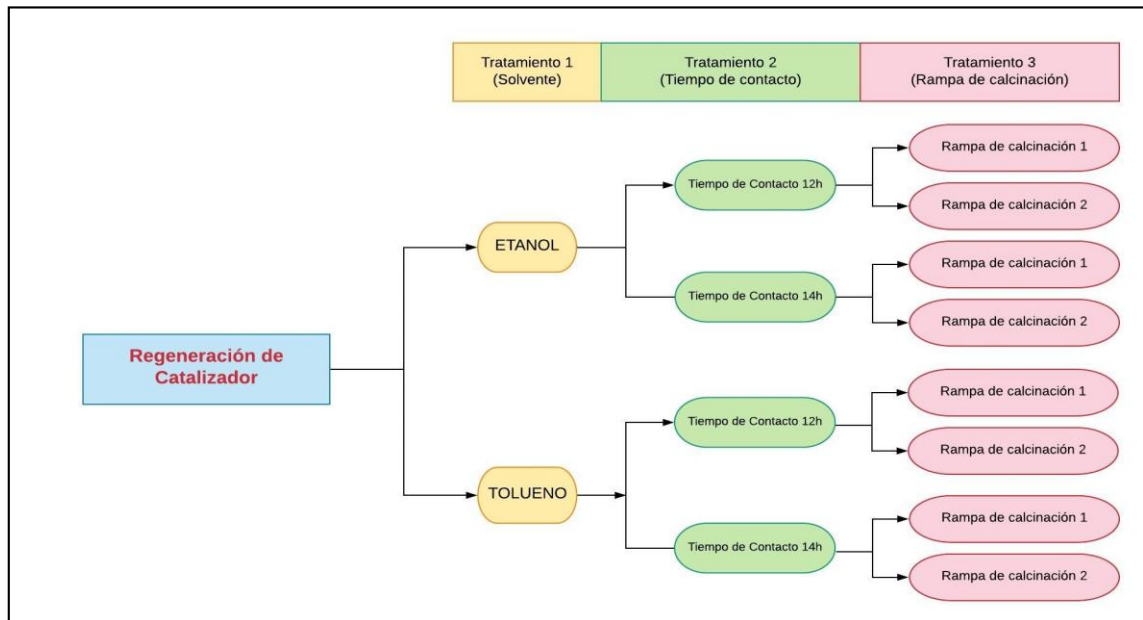


Figura 1-2. Esquema de operación para la regeneración del catalizador
 Realizado por: Andrade, L. 2020

Las combinaciones de los parámetros para la regeneración de catalizadores, se establecen mediante un diseño factorial 2^k .

Para lo cual se establecen factores en la regeneración de catalizadores, tales como: tiempo de calcinación(A), tiempo de contacto (C) y tipo de solvente (S). Los valores de cada factor se expresan como nivel inferior y superior, con los números 1 y 2 respectivamente, tal como se muestra en la tabla 4-2.

Tabla 4-2: Variables del proceso de regeneración.

Factores	Niveles para las variables	
	1	2
Tiempo de calcinación (A)	20,5	22,5
Tiempo de contacto (C)	12	14
Tipo de solvente (S)	etanol	tolueno

Realizado por: Andrade, L. 2020

2.4 Unidad de análisis

La unidad de análisis para el presente trabajo de investigación es el catalizador agotado de refinería, el cuál será sometido a un proceso de caracterización, realizando pruebas de determinación de humedad, espectroscopía IR, tamaño forma y granulometría y área superficial.

Posteriormente, el catalizador entrará como parte al proceso de degradación térmica para transformarse en fracciones de hidrocarburos de menor peso molecular. Una vez obtenido el combustible (fracción líquida) se realizarán pruebas para determinar, el mejor catalizador en sus características adecuadas, determinando el solvente.

2.5 Población de estudio

La población de estudio corresponde a la producción de catalizadores agotados producidos en Refinería durante el proceso de refinación del petróleo crudo.

2.6 Tamaño de muestra

En una producción de un día al azar se toma un lote de 20 kg una muestra de catalizador agotado de Refinería.

2.7 Selección de la muestra

La selección de la muestra se realizó al azar en un día de producción del mismo en Refinería.

2.8 Técnicas de recolección de datos

2.8.1 Técnicas de caracterización

Son técnicas que mediante procedimientos empleados ayudan a determinar la composición química, forma, tamaño etc. de las sustancias, ya se cuantitativa o cualitativamente. Estas técnicas pueden ser:

➤ **Difracción de rayos X**

Desde el descubrimiento de los rayos X, en 1895 éste método ha sido utilizado por sus grandes avances en la eficacia de análisis cuantitativo y cualitativo de fases cristalinas en materiales que son estudiados en campos como: Ingeniería Civil, Geotecnia, Paleontología, Mineralogía, Farmacia, Geoquímica, Petroquímica, etc. (Gómez, et al., 2018)

En el análisis por DRX de muestras en polvo se logra identificar y cuantificar especies minerales como fases cristalinas mixtas (policristalinas) y fases amorfas, asimismo proporciona información sobre el estado estructural de las mismas. Cada fase está caracterizada por diferentes posiciones angulares e intensidades relativas, siendo posible su diferenciación; dichas fases se cuantifican aplicando el método de refinamiento Rietveld (Tuesta, et al., 2014).

➤ **Análisis Termo gravimétrico.**

El análisis termogravimétrico (TGA) se utiliza de forma generalizada para realizar la caracterización de propiedades físico-químicas de algunos materiales. El TGA es un tipo de análisis que ayuda a medir la masa de una muestra mientras esta última se calienta o se enfría en una atmósfera definida (Toledo, 2016).

El análisis termogravimétrico realizado a la muestra de catalizador regenerado es de tipo dinámico a 500°C en una tasa de calentamiento de 15°C/min bajo una atmósfera neutra de nitrógeno de presión controlada.

➤ **Análisis BET**

El método BET se basa en el cálculo del número de moléculas de adsorbato, en este caso de nitrógeno, adsorbidas en monocapa (Cevallos, 2013).

Al ponerse en contacto un gas con la superficie de un sólido se produce un equilibrio entre las moléculas adsorbidas y las moléculas en fase gaseosa, que depende de la presión del gas y de la temperatura. La relación entre las moléculas adsorbidas y la presión a temperatura constante se puede recoger en una isoterma de adsorción. Estas isotermas informan directamente el volumen adsorbido a una determinada presión y permiten también calcular el área superficial del sólido, el tamaño y forma de poro y su distribución, los calores de adsorción, etc. (Cevallos, 2013).

El análisis BET es una prueba realizada en el equipo Macromeritics AutoChem 2920, serie 413841/14

Preparación de la muestra

Las muestras a modo de eliminar contaminantes absorbidos (principalmente H₂O del ambiente) son inicialmente desgasificadas a 200°C al vacío por una hora aproximadamente luego se enfrió hasta temperatura ambiente y se procede a la adsorción con nitrógeno a la temperatura de licuefacción de -196°C.

➤ Análisis SEM

La microscopía electrónica de barrido o SEM se basa en el principio de la microscopía óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones. Con esto conseguimos hasta los 100 Å, resolución muy superior a cualquier instrumento óptico. (Sanjuán, 2012)

Su funcionamiento consiste en hacer incidir un barrido de haz de electrones sobre la muestra. La muestra (salvo que ya sea conductora) está generalmente recubierta con una capa muy fina de oro o carbón, lo que le otorga propiedades conductoras. La técnica de preparación de las muestras se denomina “sputtering” o pulverización catódica. (Sanjuán, 2012)

Esta técnica de caracterización es aplicada en diferentes campos como: morteros y hormigones, materiales metálicos, determinación de espesores, productos cerámicos, geología, etc. (Sanjuán, 2012).

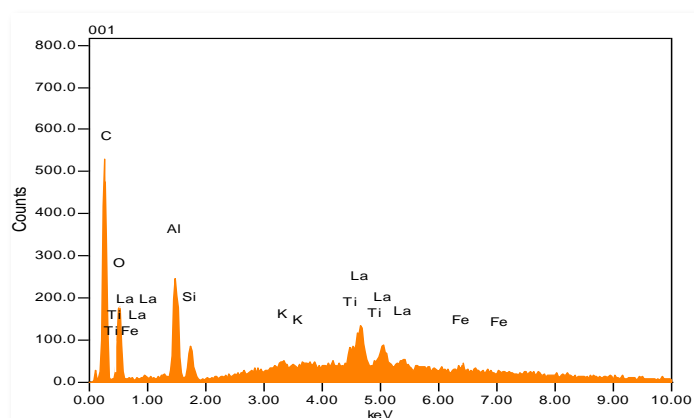


Gráfico 1-2: Espectrograma obtenido en el análisis SEM
Fuente: (Sanjuán, 2012)

Preparación del equipo

- Encender la unidad de protección o batería de respaldo UPS
- Revisar las condiciones del clima, humedad relativa (menor o igual a 60°C) y temperatura (menor o igual a 28°C)
- Encender el equipo, una vez que se enciende genera vacío casi absoluto (1×10^{-6} torr) celi)
- Esperar 5 minutos hasta que el equipo encuentre el equilibrio.
- Encender la computadora para poder correr la simulación

- Comprobar las condiciones internas con una cámara infrarroja y la posición de la mesa de trabajo.
- Quitar el vacío de la cámara y de ahí abrir la compuerta.
- Ingresar la muestra en un portamuestras mediante el uso de cinta doble fast conductora para así empezar con el análisis de la muestra.
- Apagar el equipo.

2.8.2 Pre-tratamiento del catalizador

2.8.2.1 Secado del catalizador

Para secar el catalizador agotado se sigue el siguiente procedimiento:

- Encender la estufa, marca ESCO, modelo Isotherm OFA, hasta alcanzar la temperatura de 140 °C.
- En un vidrio reloj pesar 26.5 gr de catalizador agotado en una balanza analítica digital, marca OHAUS EXPLORER, modelo EX623.
- Colocar el vidrio reloj dentro de la estufa cuando haya alcanzado a temperatura requerida.
- Al momento de introducir el vidrio reloj con la muestra, la estufa pierde calor, por tanto, esperar a que el equipo marque 140 °C.
- Dejar la muestra por 2 horas y 20 minutos.
- Al finalizar las 2 horas y 20 min., sacar el vidrio reloj de la estufa.
- Seguidamente colocar en un desecador por 20 min.
- Se pesó el catalizador agotado secado para poder determinar mediante fórmulas el porcentaje de agua retirada. (Toapanta, 2018)

2.8.2.2 Tratamiento químico

El propósito de tratamiento químico es remover azufre acumulado que se encuentra en la superficie del catalizador para evitar la considerable transformación de S a SO₂ en el tratamiento térmico y evitar así la contaminación.

Según (Torres Martínez , et al., 2001), realizaron el tratamiento químico con diferentes solventes como etanol, disulfuro de carbono, benceno y tolueno, el solvente con el que se recuperó mejor la cantidad de azufre fue el disulfuro de carbono seguidamente el etanol. En este proyecto de investigación se selecciona el etanol y tolueno debido a costos y su fácil separación de azufre posteriormente mediante destilación. (Toapanta, 2018).

Para el tratamiento químico que se realiza con etanol o tolueno se sigue el siguiente procedimiento:

- Colocar 200 mL de etanol al 99.9% o tolueno en matraz erlenmeyer de 500 mL y tapar.
- Pesar en reloj de vidrio 20 gr de catalizador agotado y secado en una balanza analítica digital, marca BOECO, modelo BPS 40 plus.
- Trasvasar el catalizador agotado en el matraz erlenmeyer.
- Seguidamente colocar en el agitador magnético con placa calefactora.
- Encender la perilla para agitación.
- Dejar durante 12 horas a una velocidad de agitación constante de 300 rpm a temperatura ambiente.
- Pasado este tiempo, apagar el equipo y filtrar.
- Lavar el matraz con 10 mL de etanol puro.
- Trasvasar al matraz, agitar unos 10 segundos y colocar en el sólido que se encuentra en el embudo.
- Recoger la muestra en vasos de precipitación de 250 mL.
- Dejar el tiempo suficiente para que la solución débil se separe del sólido.
- Prender la estufa, hasta alcanzar la temperatura de 120 °C.
- El sólido filtrado poner sobre el un vidrio reloj.
- Colocar el vidrio reloj dentro de la estufa cuando haya alcanzado a temperatura requerida (120 °C).
- Al momento de introducir el vidrio reloj con la muestra, la estufa pierde calor, por lo tanto, esperar a que el equipo marque nuevamente 120 °C.
- Dejar la muestra por 2 horas y 35 minutos.

- Al finalizar este tiempo, el vidrio reloj fue sacado de la estufa.
- Seguidamente colocar en un desecador por 30 min.
- Pesarse el catalizador agotado realizado el tratamiento químico, para poder determinar mediante fórmulas matemáticas, el porcentaje de pérdida de azufre. También se observó que, en un tiempo de 24 horas, no existe variación significativa (Toapanta, 2018).

2.8.2.3 Tratamiento térmico

El catalizador se calentó a diferentes temperaturas en una mufla THERMOLYNE, modelo F48010-33, con el fin de eliminar residuos de carbón y restos de azufre en forma de gaseosa, CO₂ y SO₂ respectivamente. Para lo cual se siguió un procedimiento estándar desde 100 °C hasta 450 °C, a partir de esta temperatura hasta 700 °C se realizó una rampa propia, ya que es necesario llegar a la temperatura de 700 °C, para obtener una mejor recuperación de lantano. (Zhao, et al., 2016).

Para el tratamiento térmico del catalizador agotado mediante el primer tiempo de calcinación se basa en el proceso mostrado a continuación:

- Encender la mufla hasta alcanzar la temperatura de 100 °C.
- Pesarse en un crisol de 50 mL, 20 g de catalizador agotado.
- Introducir el crisol en la mufla, cuando este haya alcanzado los 100 °C.
- Al momento de introducir el crisol con la muestra, la estufa pierde calor, por lo tanto, esperar a que el equipo marque nuevamente 100 °C y mantener en la estufa por 20,5 horas de la siguiente manera: incrementar la temperatura desde 100 °C hasta 350 °C, con una rampa de 50 °C h⁻¹, una vez alcanzado los 350 °C se mantiene la muestra durante una hora, luego se calienta a una velocidad de 25 °C h⁻¹ hasta 450 °C, se deja en esta temperatura por una hora y media, posteriormente se sube hasta 700 °C con una rampa de 50 °C h⁻¹, y se mantiene en esa temperatura por dos horas. Finalmente se apaga el equipo y se deja enfriar por dos horas.
- Al finalizar este periodo de tiempo, el crisol es sacado de la mufla.
- Dejar enfriar por una hora al ambiente.

- Pesar el catalizador calcinado, para poder determinar mediante ecuaciones matemáticas el porcentaje de pérdida de materia orgánica.

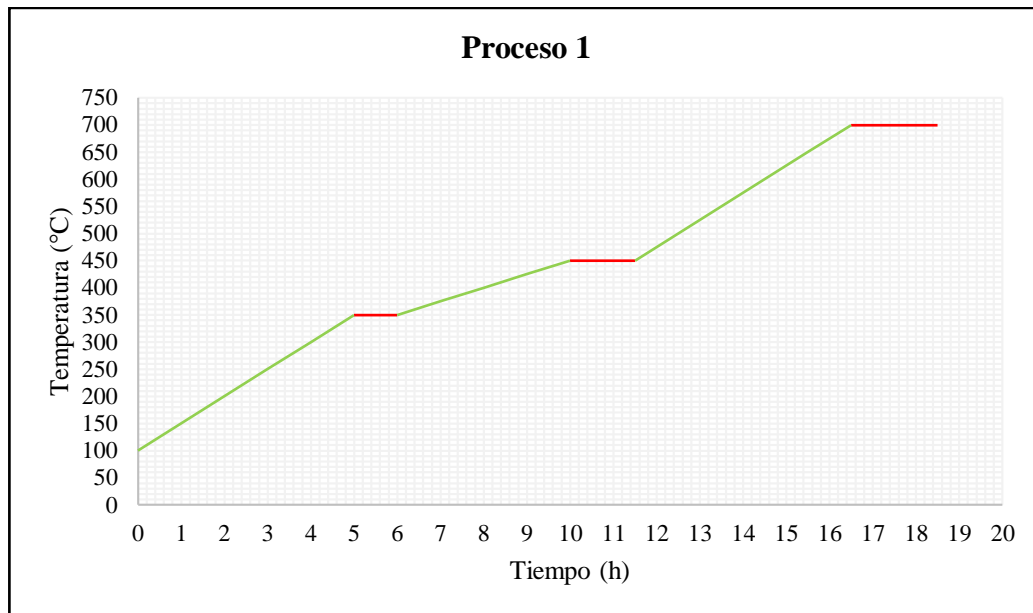


Figura 2-2: Rampa de temperatura para proceso uno de calcinación
Realizado por: Andrade, L. 2020

Para el tratamiento térmico del catalizador agotado mediante el segundo tiempo de calcinación se debe realizar los pasos anteriores con una variación en cuanto a la rampa de calcinación como se muestra a continuación:

- La estufa pierde calor por introducir el crisol debido a esto se debe esperar a que el equipo marque nuevamente 100 °C y mantener en la estufa por 22,5 horas de la siguiente manera: incrementar la temperatura desde 100 °C hasta 350 °C, con una rampa de 50 °C h⁻¹, una vez alcanzado los 350 °C se mantiene la muestra durante una hora y media, luego se calienta a una velocidad de 25 °C h⁻¹ hasta 450 °C, se deja en esta temperatura por una dos horas, posteriormente se sube hasta 700 °C con una rampa de 50 °C h⁻¹, y se mantiene en esa temperatura por dos horas y media. Finalmente se apaga el equipo y se deja enfriar por dos horas.
- Al finalizar este periodo de tiempo, el crisol es sacado de la mufla.
- Dejar enfriar por una hora al ambiente.

- Pesar el catalizador calcinado, para poder determinar mediante ecuaciones matemáticas el porcentaje de pérdida de materia orgánica.

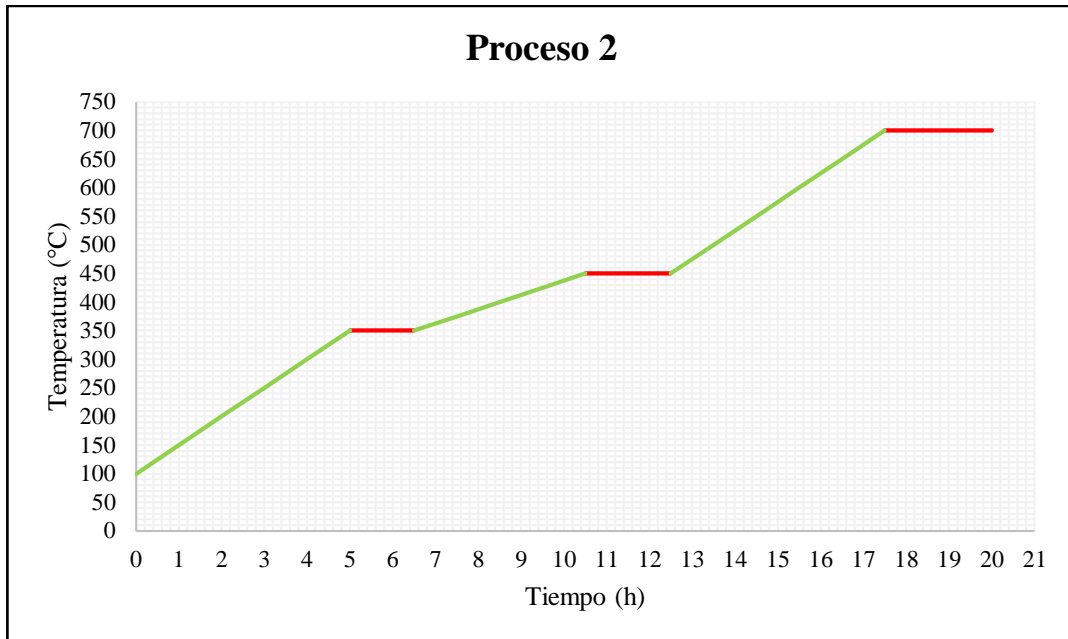


Figura 3-2: Rampa de temperatura para proceso dos de calcinación.
Realizado por: Andrade, L. 2020

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1 Resultados

3.1.1 Resultados de balance de masa por proceso

El proceso de regeneración de catalizadores puede realizarse por diferentes métodos cuyo propósito es eliminar la mayor cantidad de contaminantes y elementos que disminuyan la actividad de dicho material. Es así que en la investigación realizada por (Toapanta, 2018) para la recuperación de Lantano de catalizadores agotados se verifica que en el tratamiento químico existe la mayor eliminación de azufre presente en la muestra. La eliminación de agua es mayor en el primer proceso que se justifica con el manejo de la muestra debido a que existen condiciones climáticas que afectan el proceso. El tratamiento térmico tiene una eliminación de azufre similar en ambos procesos que indica que no existe diferencia en tiempo de permanencia de la muestra en la etapa de calcinación.

Tabla 1-3: Resultados de balance de masa por proceso

PROCESO	Regeneración de catalizadores (g)	Recuperación de Lantano (g)
Eliminación de agua	1,8280	0,25
Tratamiento Químico	3,1707	0,000205
Tratamiento Térmico	0,6071	0.6

Fuente: (Toapanta, 2018)

3.1.2 Resultados de pérdidas en masa por muestra

Tabla 2-3: Pérdidas de masa en proceso de calcinación 1

	tolueno 14h-R1			etanol 14h-R1			tolueno12h-R1			etanol 12h-R1		
	Antes	Después	Pérdida	Antes	Después	Pérdida	Antes	Después	Pérdida	Antes	Después	Pérdida
Tratamiento Químico	20,051	19,8796	0,1714	20,040	19,7303	0,3097	20,002	18,6175	1,3845	20,030	19,7273	0,3027
Tratamiento Térmico	19,870	19,738	0,132	19,7208	19,531	0,1898	18,6144	18,469	0,1454	19,7266	19,587	0,1396

Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 3-3: Pérdidas de masa en proceso de calcinación 2

	tolueno 14h-R2			etanol 14h-R2			tolueno 12h-R2			etanol 12h-R2		
	m _i (g)	m _f (g)	Δ	m _i (g)	m _f (g)	Δ	m _i (g)	m _f (g)	Δ	m _i (g)	m _f (g)	Δ
Tratamiento Químico	20,003	19,524	0,479	20,000	19,270	0,730	20,005	19,276	0,729	20,004	19,478	0,526
Tratamiento Térmico	19,024	18,197	0,827	19,129	18,946	0,183	19,113	18,887	0,226	19,202	19,172	0,030

Realizado por: Andrade, L. 2020

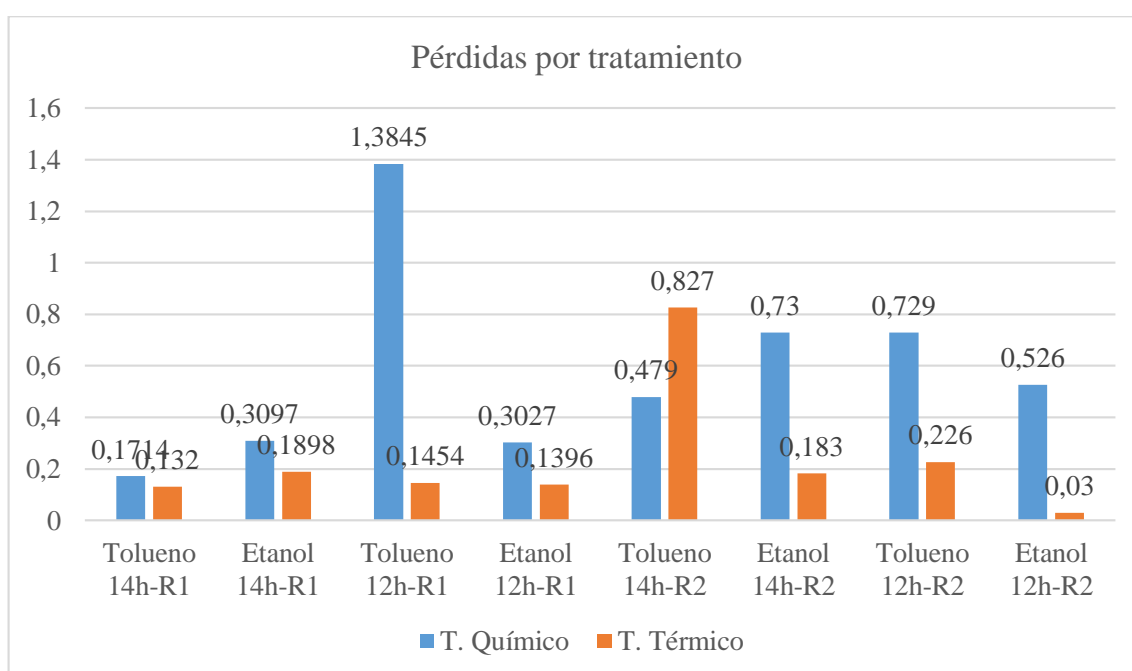


Gráfico 1-3: Pérdidas de masa por tratamiento de muestras

Realizado por: Andrade, L. 2020

El proceso de regeneración del catalizador de las muestras lleva consigo una pérdida en masa en las diferentes partes del proceso por lo que se evidencia que en el tratamiento químico existe la mayor eliminación de contaminantes y que la remoción es mejor con tolueno por la afinidad del compuesto con los contaminantes de la muestra.

3.1.3 Resultados de pérdida en porcentaje en cada etapa del proceso

En los resultados obtenidos en la tabla 4-3 se deduce que las pérdidas en masa se producen en mayor porcentaje en el proceso del tratamiento químico en el cual el catalizador en contacto con el solvente produce la eliminación del azufre contenido en su estructura, dándose una separación de los contaminantes en las diferentes etapas del proceso, a su vez en la calcinación se elimina la

mayor cantidad de coque contenida en la estructura del mismo por medio de la utilización de temperaturas elevadas para su remoción, estos resultados según (Toapanta, 2018) se deben por la remoción del solvente utilizado y por el poder que éste ejerce sobre la estructura del catalizador agotado.

Tabla 4-3: Resultados de pérdida de masa en cada etapa del proceso.

ETAPA	% DE PÉRDIDA
Secado	0,5079
Agitación	3,8777
Filtración y secado	0,0458
Calcinación	0,779

Realizado por: Andrade, L. 2020

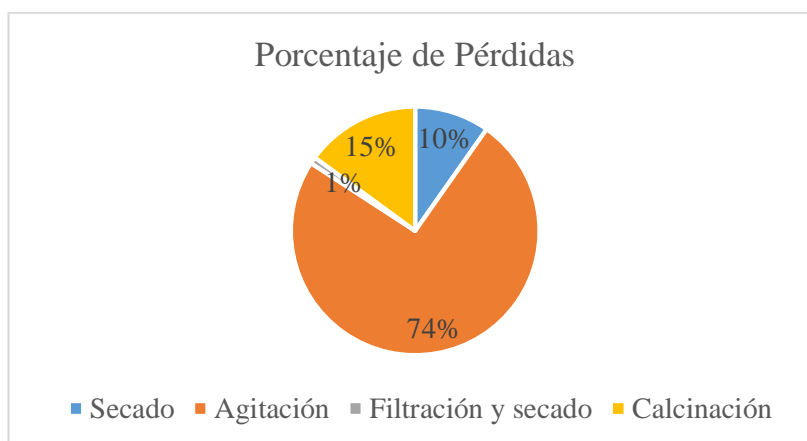


Gráfico 2-3: Porcentaje de pérdidas de masa

Realizado por: Andrade, L. 2020

3.1.4 Resultados de la composición química en el catalizador regenerado

Tabla 5-3: Resultados de composición química del catalizador agotado

Elemento	Contenido (%)
Si	23,56
Al	20,55
La	3,08
Ti	1,10
Fe	0,66
V	0,17
Nb	0,16
P	0,13
Ca	0,10
Ni	0,09
Mg	0,09

Fuente: (Toapanta, 2018)

Acorde a los resultados obtenidos en la tabla 6-3 y la tabla 7-3 se puede determinar que la cantidad de elementos presentes en la composición del catalizador regenerado varía de acuerdo al tiempo en que se encuentren en el proceso de calcinación debido a que mientras mayor tiempo sea sometido el catalizador a temperatura constante en un intervalo de tiempo determinado y el tiempo de contacto con el solvente mayor ser la eliminación de los elementos presentes en el mismo lo cual beneficia al proceso. Los resultados para determinar la composición química de un catalizador agotado aumentan con el proceso de regeneración del mismo, ya que el tratamiento químico y térmico al cual es sometido favorecen a la mejora de las propiedades del mismo según la investigación realizada por (Barrera, 2015) en la que sustenta que el catalizador agotado de Refinería Esmeraldas posee mayor cantidad de metales que no ayudan al proceso de fraccionamiento del petróleo pero si favorecen a un proceso menos selectivo como el de pirólisis catalítica de plásticos.

La composición de los catalizadores regenerados varía de acuerdo al tratamiento que fueron sometidos, debido a la variación de estas condiciones se produce aumento o disminución de los elementos presentes en el material, el proceso de calcinación ayuda a la eliminación de elementos no deseados según (Arregi, et al., 2018), en su investigación sobre la Regeneración de un catalizador de Ni en el reformado catalítico con vapor de volátiles de pirólisis de biomasa se determina que a temperaturas mayores a 700°C se produce la sinterización del catalizador lo que indica la acumulación de dichos elementos en cuanto a la toma de muestras y se evidencia un aumento en la composición del catalizador.

Tabla 6-3: Resultados obtenidos de composición del catalizador regenerado en el proceso de calcinación de rampa 1

Elemento	C	O	Na	Mg	Al	Si	Ti	Fe	Zn	Rh	Pd	Ba	La	Ce	Pt
Solvente															
etanol 12h	9,8786	43,9258	0,2654	0,2859	20,5523	19,5396	1,0397	0,5666	1,2028	0,1826	0,0313	0,3262	3,1136	0,0448	0,3788
tolueno 12h	1,9766	50,9489	0,2383	0,3949	22,8755	20,0198	0,8191	0,5510	0,1562	0,0491	0,0238	0,2246	2,7472	0,0563	0,3745
etanol 14h	13,4459	47,6527	0,2403	0,3387	18,9493	16,0887	0,7182	0,4051	0,1327	0,0000	0,0217	0,1989	1,5940	0,0240	0,3106
tolueno 14h	15,6324	49,3555	0,2799	0,4918	15,5820	15,0675	0,5691	0,3368	0,1124	0,0253	0,0308	0,0912	2,2088	0,0144	0,3395

Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 7-3: Resultados obtenidos de composición del catalizador regenerado en el proceso de calcinación de rampa 2

Elemento	C	O	Na	Mg	Al	Si	Ti	Fe	Zn	Rh	Pd	Ba	La	Ce	Pt
Solvente															
etanol 12h	5,6815	45,5424	0,1679	0,2459	22,5758	20,4147	0,8739	0,5696	0,1275	0,0022	0,0198	0,1595	3,5865	0,0832	0,4164
tolueno 12h	11,9431	48,1152	0,4980	0,5555	16,8666	15,0136	0,8584	0,3137	4,7266	1,6728	0,0045	0,0736	1,5288	0,0036	0,6536
etanol 14h	16,3825	39,7215	0,5867	0,7002	15,4864	13,9450		0,3689	9,1178	1,8671	0,0245	0,8092	3,0460	0,0000	0,7175
tolueno 14h	5,4434	42,6854	0,4198	0,4133	25,2738	21,3540		0,6623			0,0165	1,8464	2,0413	0,0000	0,3931

Realizado por: Andrade, L. 2020

3.1.5 *Tamaño de poro*

El tamaño de poro obtenido en los catalizadores en el proceso de regeneración es superior a los reportados por la investigación realizada por (Barrera, 2015) lo cual puede corresponder al tiempo y temperatura en el que se realizó el secado de dicho material a su vez también puede atribuirse a la distribución del mismo dentro de las placas de muestra. Pues como se conoce, al realizar el secado del sólido de manera brusca y rápida se evita que las moléculas del sólido formen estructuras ordenadas y conglomeradas entorno a un punto, mientras que los catalizadores reportados en el trabajo anteriormente mencionado son materiales que previamente fueron tratados para poder ser utilizados en la unidad FCC de refinería.

Tabla 8-3: Resultados obtenidos de tamaño de poro de catalizador

Muestra	Media	Desviación estándar
1. tolueno 14h R1	0,2098 mm	0,1012 mm
2. etanol 14h R1	0,2228 mm	0,1003 mm
3. tolueno 12h R1	0,2360 mm	0,1259 mm
4. etanol 12h R1	0,2339 mm	0,0968 mm
1. tolueno 14h R2	0,2216 mm	0,0989 mm
2. etanol 14h R2	0,2077 mm	0,0907 mm
3. tolueno 12h R2	0,2617 mm	0,1179 mm
4. etanol 12h R2	0,2530 mm	0,1200 mm

Realizado por: Andrade, L. 2020

3.1.6 *Área Superficial*

Los resultados obtenidos muestran un área específica de entre 66 a 115 m²/g. Estos datos muestran que en los experimentos realizados donde el tiempo de calcinación fue alto el área específica aumenta. Éste comportamiento va de acuerdo al presentado en el trabajo desarrollado por (Chungata, 2017) donde se muestra que entre más pequeña es la rampa (más lento es el calentamiento de la muestra) mayor será el área específica final del catalizador obtenido mediante el proceso de regeneración. De éstos resultados obtenidos se deduce que la muestra de tolueno de 14h en la rampa de calcinación 1, etanol 14h en la rampa de calcinación 2 y etanol 12h en la rampa de calcinación 1 obtienen la mejor área superficial por lo tanto se consideran materiales idóneos para la regeneración a gran escala.

Tabla 9-3: Resultados obtenidos de área superficial de catalizador

Muestra	Parámetro	Resultados [m^2/g]
1.tolueno 14h	Área superficial	115,48
2.etanol 14h		88,58
3.tolueno 12h		90,15
4.etanol 12h		96,56
1.tolueno 14h R2		80,10
2.etanol 14h R2		112,56
3.tolueno 12h R2		92,45
4. etanol 12h R2		66,11

Realizado por: Andrade, L. 2020

3.1.7 Microscopía de barrido

3.1.7.1 Microscopía de barrido en Rampa de calcinación 1

➤ **Solvente: etanol, tiempo de contacto: 14h**

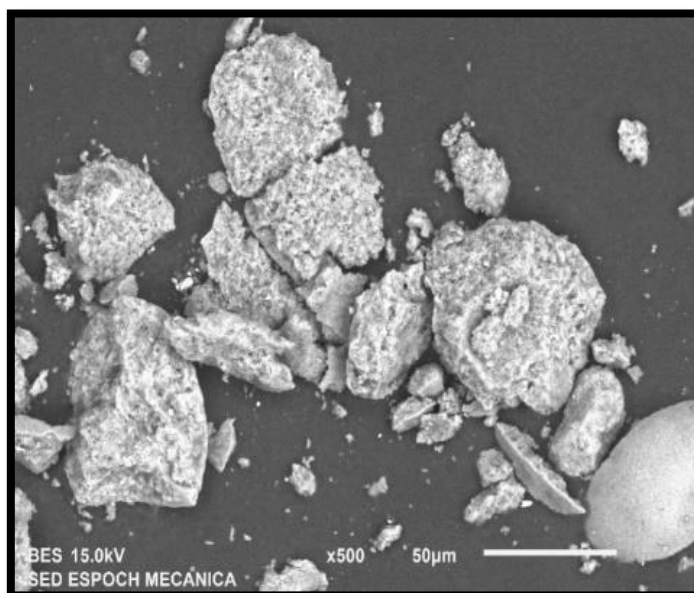


Figura 1-3: Análisis SEM en muestra de etanol 14h-R1

Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 1–3, muestra que la superficie del catalizador regenerado posee porosidades, presenta una morfología en el punto de medición es de tamaño variable, debido al alto contenido de oxígeno en su estructura, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de Al y Si que forman parte de su estructura, tal como indica el gráfico a continuación:

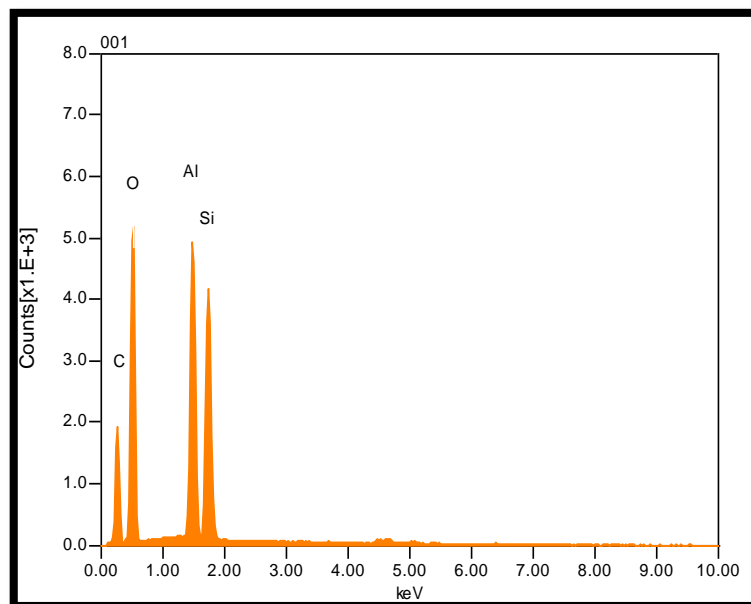


Gráfico 3-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 14h-R1
 Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 10-3: Resultados de composición de análisis de etanol 14h-R1

Tratamiento	etanol 14h	
	mass	% mass
C	86,39	100
La		
Ti		
TOTAL	86,39	

Realizado por: Andrade, L. 2020

➤ **Solvente: tolueno, tiempo de contacto: 14h**

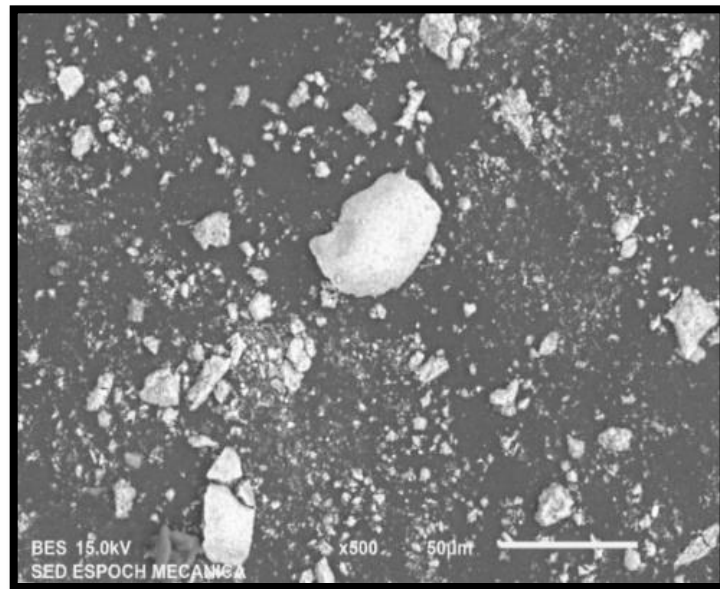


Figura 2-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 14h-R1
Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 2–3, muestra que la superficie del catalizador regenerado no tiene porosidades, presenta una morfología compacta en su estructura, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de C proporcionado por el uso de tolueno como disolvente, mientras que la composición inicial del mismo disminuyó en Al y Si que forman parte de su estructura y metales como La y Ti, tal como indica el gráfico a continuación:

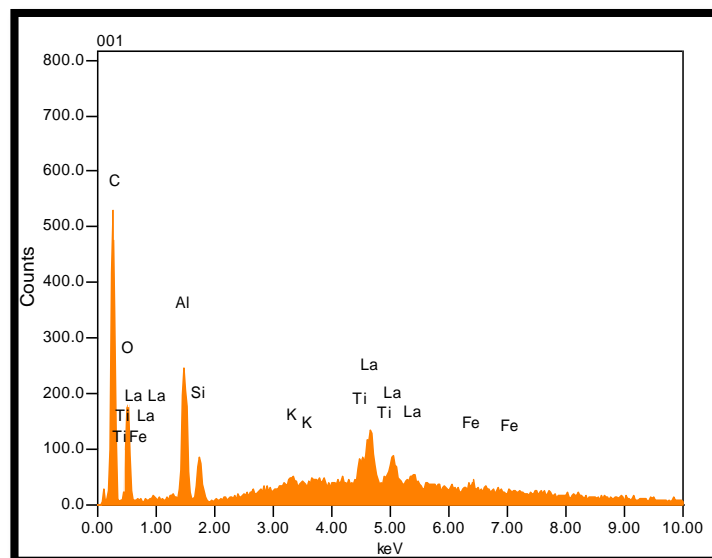


Gráfico 4-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 14h-R1
Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 11-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 14h-R1

Tratamiento	tolueno 14h	
	mass	%mass
C	10,64	50,76
La	8,81	42,03
Ti	1,51	7,20
TOTAL	20,96	

Realizado por: Andrade, L. 2020

➤ **Solvente: etanol, tiempo de contacto: 12h**

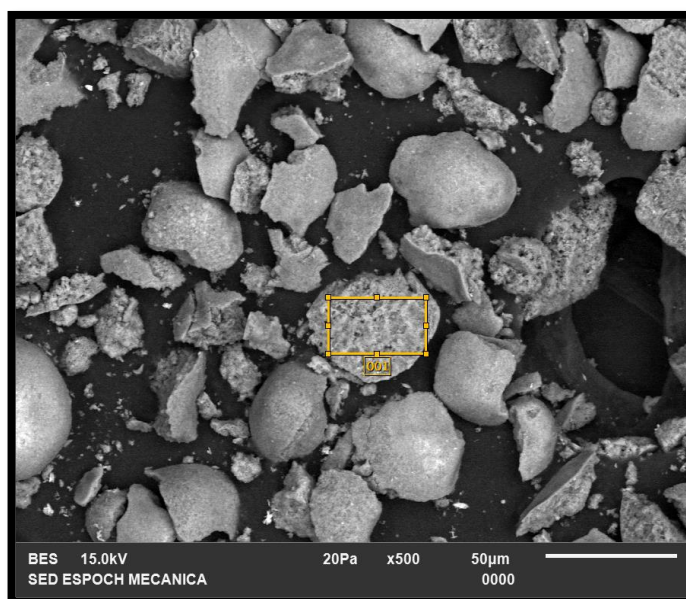


Figura 3-3: Análisis SEM en muestra de etanol 12h-R1
Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 3-3, muestra que la superficie del catalizador regenerado tiene cavidades debido a la presencia de O, la morfología en el punto de medición es de tamaño variable en su estructura debido a la posición de la toma del mismo, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de O, mientras que la composición inicial del mismo va en equilibrio con Al y Si que forman parte de su estructura, tal como indica el gráfico a continuación:

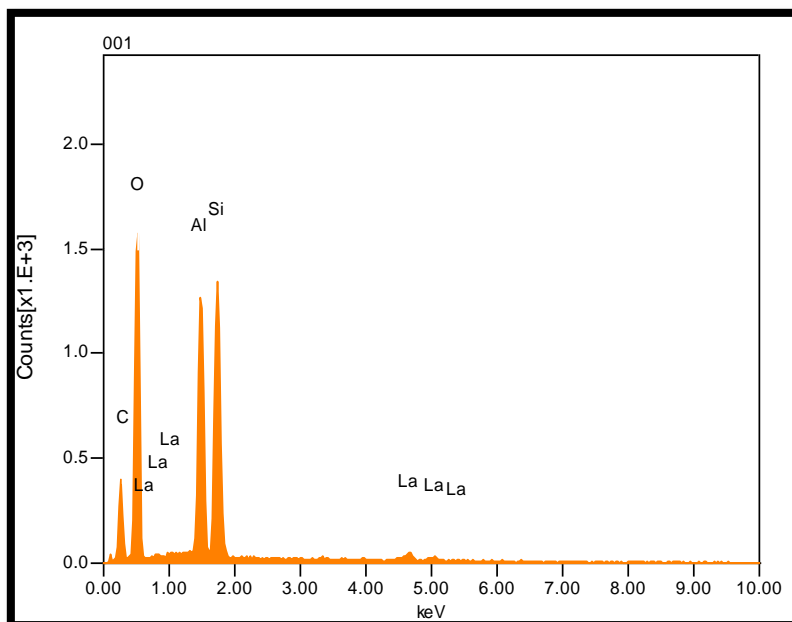


Gráfico 5-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 12h-R1
 Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 12-3: Resultados de composición de análisis de etanol 12h-R1

Tratamiento	etanol 12h	
	mass	%mass
C	17,45	85,50
La	2,96	14,50
Ti		
TOTAL	20,41	

Realizado por: Andrade, L. 2020

➤ **Solvente: tolueno, tiempo de contacto: 12h**

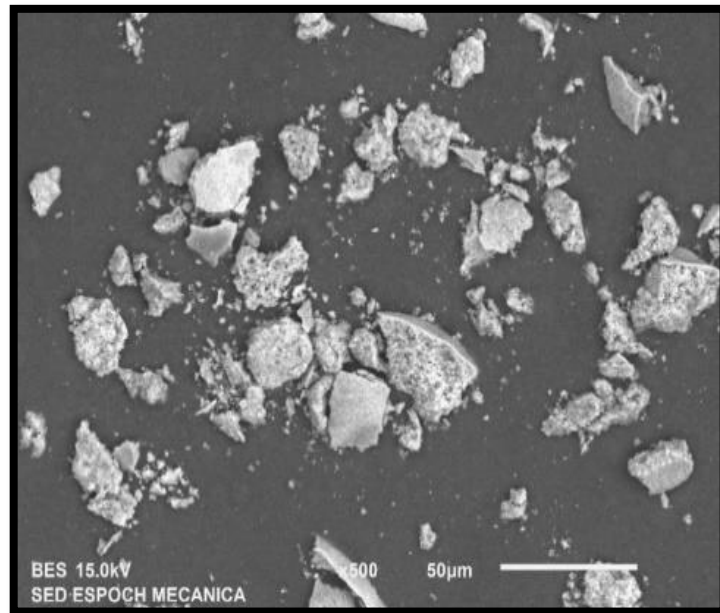


Figura 4-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 12h- R1
Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 4–3, muestra que la superficie del catalizador regenerado tiene porosidades debido a la presencia de O, presenta una morfología de tamaño variable en su estructura debido a la posición de la medición del mismo, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de Al y Si que forman parte de su estructura, tal como indica el gráfico a continuación:

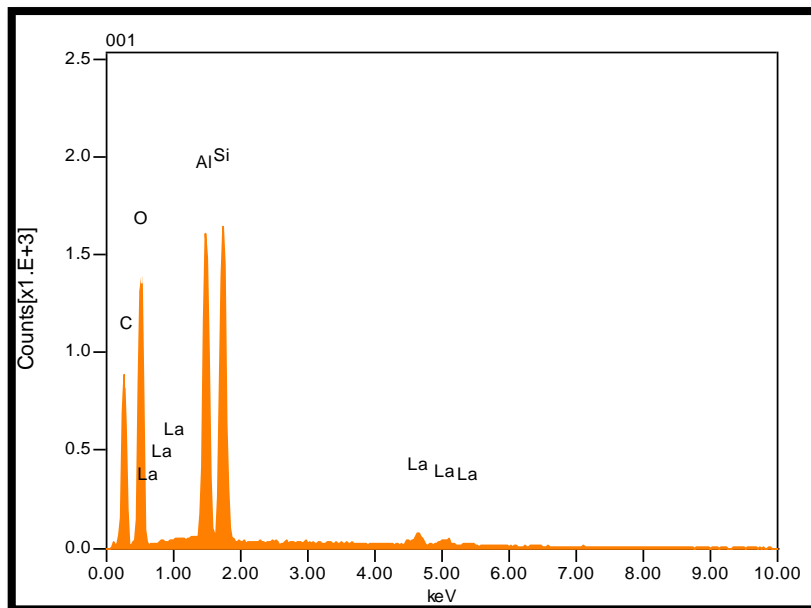


Gráfico 6-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 12h-R1
Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 13-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 12h-R1

Tratamiento	tolueno 12h	
	mass	mass
C	36,10	88,63
La	4,63	11,37
Ti		
TOTAL	40,73	

Realizado por: Andrade, L. 2020

3.1.7.2 Microscopía de barrido en Rampa de calcinación 2

➤ **Solvente: etanol, tiempo de contacto: 14h**

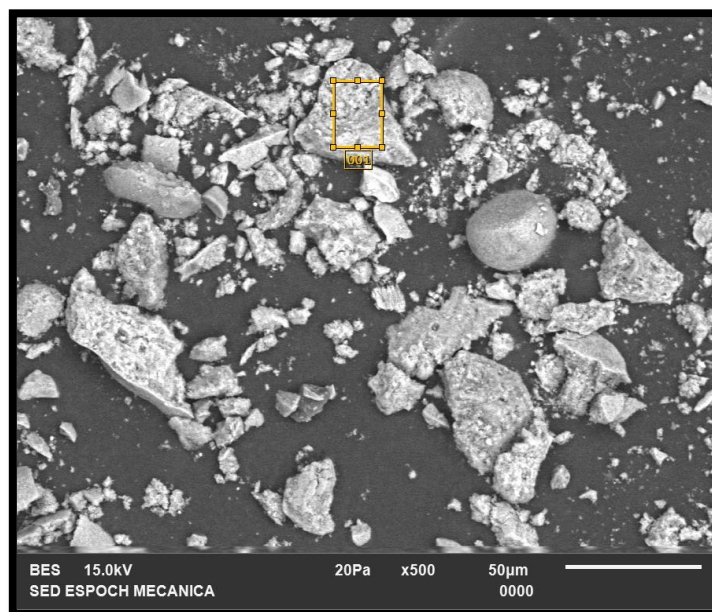


Figura 5-3: Análisis SEM en muestra de etanol 14h-R2

Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 5–3, muestra que la superficie del catalizador regenerado tiene porosidades debido a la presencia de O pero el C se presenta en una cantidad muy pequeña por el solvente utilizado, presenta una morfología de tamaño variable, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de O y la presencia de Al y Si que forman parte de su estructura, tal como indica el gráfico a continuación:

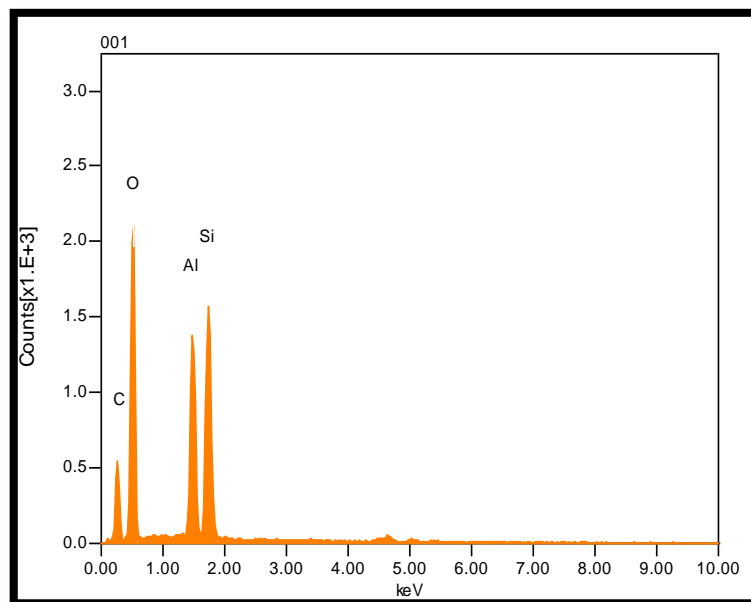


Gráfico 7-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 14h-R2
 Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 14-3: Resultados de composición de análisis de etanol 14h-R2

Tratamiento	etanol 14h	
	mass	%mass
C	23,98	100
La		
Ti		
TOTAL	23,98	

Realizado por: Andrade, L. 2020

➤ **Solvente: tolueno, tiempo de contacto: 14h**

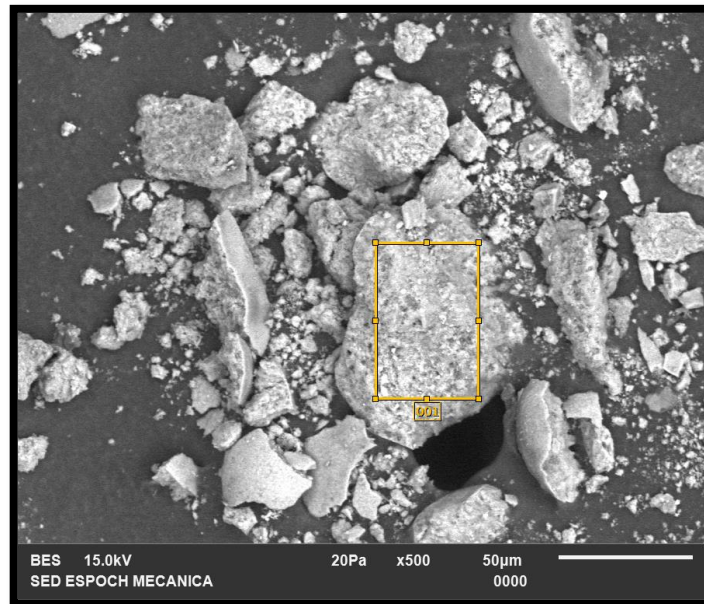


Figura 6-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 14h-R2
Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 6–3, muestra que la superficie del catalizador regenerado tiene cavidades debido a la presencia de alto contenido de O, presenta una morfología de tamaño variable, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de O y la presencia de Al y Si es notoria ya que forma parte de su estructura, tal como indica el gráfico a continuación:

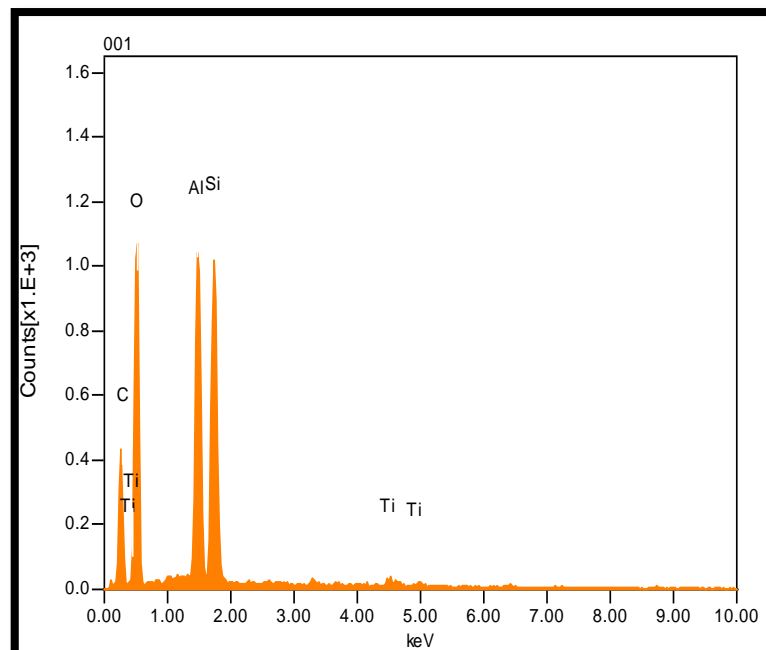


Gráfico 8-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 14h-R2
Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 15-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 14h-R2

Tratamiento	tolueno 14h	
	mass	%mass
C	18,46	97,52
La		
Ti	0,47	2,48
TOTAL	18,93	

Realizado por: Andrade, L. 2020

➤ **Solvente: etanol, tiempo de contacto: 12h**

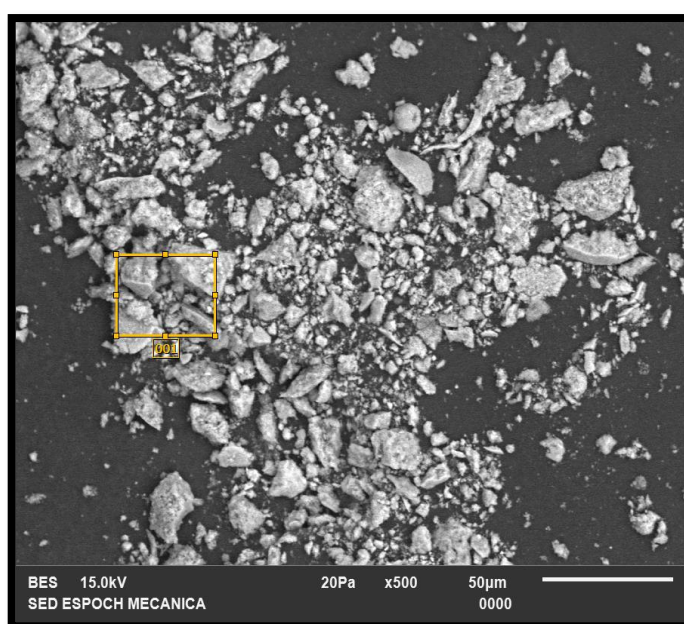


Figura 7-3: Análisis SEM en muestra de etanol 12h-R2

Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 7-3, muestra que la superficie del catalizador regenerado tiene porosidades debido a la presencia de alto contenido de O, presenta una morfología de tamaño variable, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de O y la presencia de Al y Si es notoria ya que forma parte de su estructura mientras que, el C es removido y está en menor cantidad en composición del catalizador, tal como indica el gráfico a continuación:

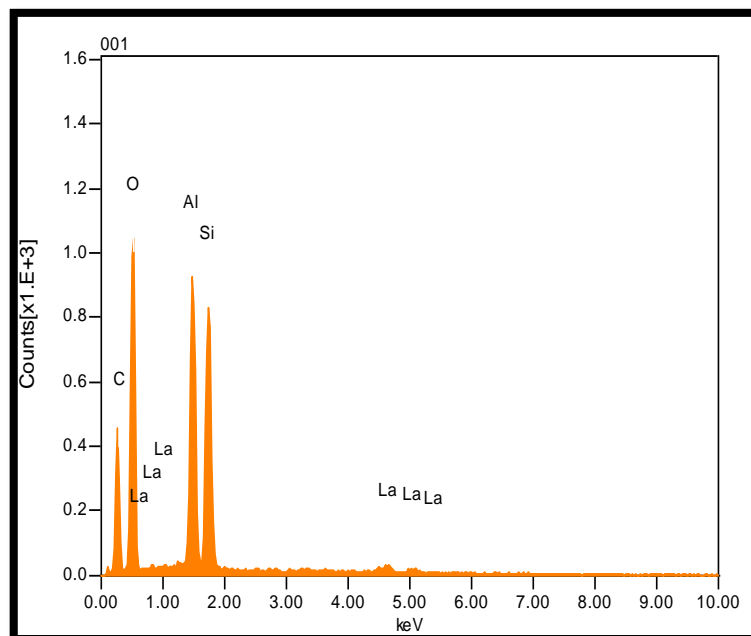


Gráfico 9-3: Composición en análisis SEM de muestra de etanol 12h-R2
Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 16-3: Resultados de composición de análisis de etanol 12h-R2

Tratamiento	etanol 12h	
Composición	mass	%mass
C	1,56	91,79
La	1,57	8,21
Ti		
TOTAL	19,13	

Realizado por: Andrade, L. 2020

➤ **Solvente: tolueno, tiempo de contacto: 12h**

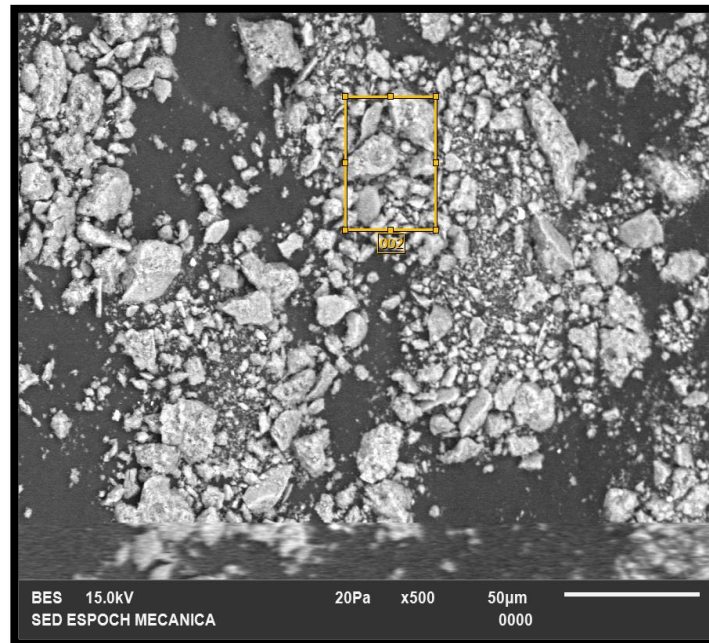


Figura 8-3: Análisis SEM en muestra de tolueno 12h-R2
Realizado por: Andrade, L. 2020

La Figura 8–3, muestra que la superficie del catalizador regenerado tiene porosidades debido a la presencia de alto contenido de O, presenta una morfología de tamaño variable, tras el análisis de composición se obtuvo que posee un alto contenido de O y la presencia de Al y Si es notoria ya que forma parte de su estructura mientras que, el C es removido y está en menor cantidad en composición del catalizador, tal como indica el gráfico a continuación:

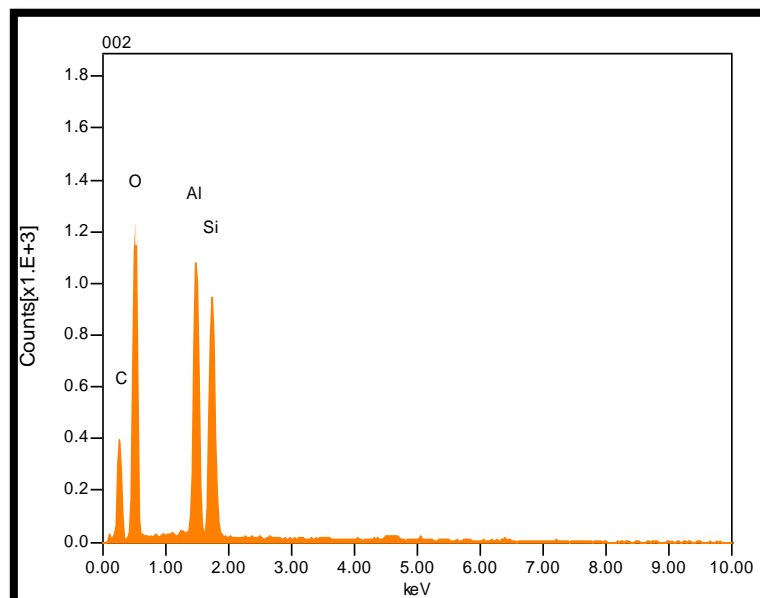


Gráfico 10-3: Composición en análisis SEM de muestra de tolueno 12h-R2
Realizado por: Andrade, L. 2020

Tabla 17-3: Resultados de composición de análisis de tolueno 12h-R2

Tratamiento	tolueno 12h	
	mass	%mass
C	17,73	100
La		
Ti		
TOTAL	17,73	

Realizado por: Andrade, L. 2020

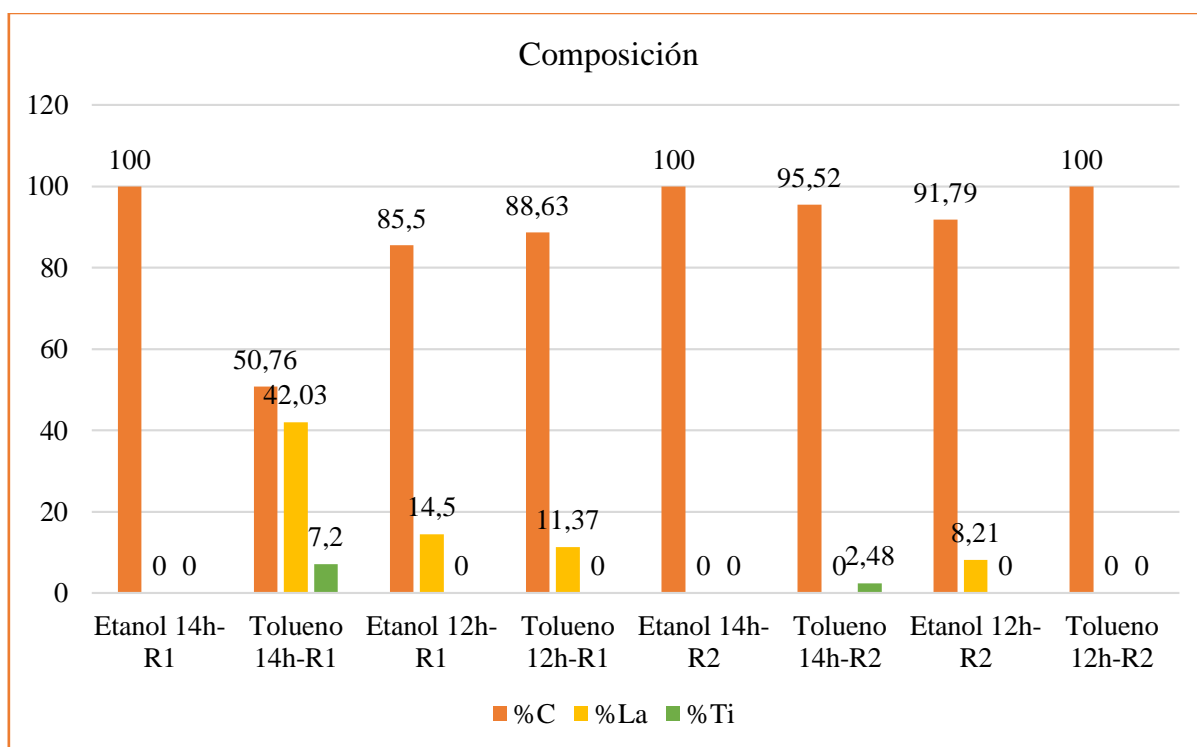


Gráfico 10-3: Composición en análisis SEM de muestras

Realizado por: Andrade, L. 2020

En la composición de los catalizadores posterior a su regeneración se observa la presencia de carbono, lantano y titanio que se consideran son los elementos más notorios dentro de la muestra, tomando en cuenta que sus porcentajes son aproximados basados en las medidas de análisis SEM. En la gráfica se observa que el porcentaje de carbono es significativo en todas las muestras, pero a su vez es removido mediante el tratamiento químico aplicado. La regeneración del catalizador es favorable ya que en porcentaje se admite la presencia de dichos materiales, pero en masa es insignificante debido a la remoción del mismo.

3.1.6 Análisis Termogravimétrico

Tabla 18-3: Resultados obtenidos de porcentaje de pérdida de catalizador

Muestra	Parámetro	Resultados	Temperatura
1.etanol 12h R1	%Pérdida	92,1152059	443,5
2.etanol 14h R2		88,8865141	450
3.tolueno 14h R1		91,6335081	443,5
4.tolueno 14h R2		87,4039718	443,5

Realizado por: Andrade, L. 2020

Las pérdidas durante el proceso no superan al 15% p/p, esto indica que el proceso de regeneración es eficiente. La mayoría de estas pérdidas se genera en su mayoría debido al movimiento de materiales de una zona de operación a otra, un porcentaje menor de pérdidas se obtiene en el momento de realizar las filtraciones. Al igual que las características del catalizador el porcentaje de perdidas (y por ende el rendimiento del proceso) está condicionado debido a las condiciones de operación, es así que en este parámetro el valor optimo se obtuvo utilizando como solvente el etanol en un tiempo de contacto de 12h y con rampa de calcinación de 20,5 horas.

Las zeolitas ZM-5 son las más usadas dentro de procesos industriales debido a su alto poder de selectividad y degradación de plásticos, estas proporcionan la obtención de los productos requeridos por los fabricantes según (Pyrolysis of Plastic Waste, 2019).

3.2 Pruebas de hipótesis

De acuerdo a lo antes expuesto en la tabla 4-3 donde se indican las variables del proceso de regeneración, se utilizó el software minitab obteniéndose el mejor proceso para la investigación en cuanto a la variable de área superficial del catalizador.

Tabla 19-3: Resultados de software utilizado en el proceso de regeneración.

Orden Est	Orden Corrida	Pt Central	Bloques	Tiempo C	Tiempo Cal	Solvente	Response
2	2	1	1	14	20,5	A	88,58
3	3	1	1	12	22,5	A	66,11
6	4	1	1	14	20,5	B	115,48
5	5	1	1	12	20,5	B	90,15
1	8	1	1	12	20,5	A	96,56
4	9	1	1	14	22,5	A	112,56
8	10	1	1	14	22,5	B	80,10
7	11	1	1	12	22,5	B	92,45

Realizado por: Andrade, L. 2020

Los resultados cualitativos obtenidos mediante el software evidencian que existen cuatro procesos debidamente aptos para el uso de la zeolita en pirólisis de plásticos. En estas cuatro muestras se observa que el área superficial es mayor en cuanto a las otras, dicho indicador ayuda a determinar el mejor proceso de regeneración del catalizador agotado. La regeneración seleccionada corresponde al proceso cuyo solvente es etanol en un tiempo de contacto de 12 horas y una rampa de calcinación de 20,5 horas ya que esta muestra posee un área superficial de 96,56 m²/g y la degradación térmica en el proceso de pirólisis fue la mejor debido a que en su composición existía la menor cantidad de contaminantes para el fraccionamiento del plástico, lo cual beneficia el proceso. El proceso mencionado anteriormente no es el único proceso de regeneración adecuado, ya que existen muestras con mayor área superficial pero no brindan los resultados esperados, comprobándose así que el mejor solvente para la eliminación de sustancias que perjudican a la actividad del catalizador es el etanol y la calcinación del carbón que posee en su estructura puede ser eliminado a menor tiempo homogenizando la muestra, para así obtener una regeneración adecuada sin producir la sinterización de los componentes del mismo.

CONCLUSIONES

- Las condiciones de evaluación del mejor tratamiento variando el tipo de solvente, tiempo de contacto con el solvente y el tiempo de calcinación determinaron que el catalizador regenerado con etanol a 12 horas y con la rampa de calcinación de 20,5 horas es idóneo para la realización del proceso de pirólisis catalítica de plásticos, debido a que los resultados obtenidos en cuanto al área superficial, porcentaje de pérdidas y composición se presentó la menor cantidad de carbono y oxígeno, aumentando así la proporción de su actividad catalítica por la presencia de aluminio y silicio pertenecientes a su estructura.
- Los catalizadores regenerados mediante 8 experimentos diferentes fueron caracterizados por pruebas de análisis físico-químico de área superficial en los cuales se obtuvo resultados de entre 115,48 a 66,11 m²/g, tamaño de poro entre 0,2077 a 0,2617mm, la composición varía de acuerdo al tratamiento, pero se tiene porcentaje de carbono, oxígeno, aluminio, silicio y metales que van a favorecer al proceso de pirólisis catalítica y el porcentaje de pérdida varía de entre 12,596 a 7,884 %.
- El mejor tratamiento en base al área superficial del catalizador se dio con el solvente tolueno a tiempo de contacto 14 horas y rampa de calcinación de 20,5 horas, pero en dicho catalizador al analizar el porcentaje de pérdida fue mayor que en el proceso de utilización de etanol a tiempo de contacto 12 horas y rampa de calcinación de 20,5 horas, es por esto que se analizó la composición de los métodos seleccionados, por tanto se observó que el segundo tratamiento se eliminó la mayor cantidad de coque y el contenido de aluminio y silicio aumentaron en su estructura. Debido a lo anterior se dedujo que el mejor tratamiento se dio con el solvente etanol a tiempo de contacto 12 horas y rampa de calcinación de 20,5 horas que en el proceso de pirólisis catalítica producirá un mejor rendimiento en cuanto al porcentaje de pérdidas que se produce.

RECOMENDACIONES

- Trabajar en un ambiente libre de oxígeno en la manipulación del catalizador regenerado para que no se altere la composición del material a analizar.
- Realizar una buena homogeneización de la muestra ya que las mediciones puntuales como el análisis de elementos, arrojan mediciones más conscientes.
- En la adquisición de etanol como solvente verificar que éste sea absoluto en su grado de alcohol para la remoción de los contaminantes del catalizador regenerado.
- Se recomienda que la muestra de catalizador agotado a regenerar sea de una producción diaria para que no varíe las propiedades del mismo en el proceso.
- Se recomienda realizar estudios subsiguientes del impacto que producen los tratamientos de recuperación sobre la estructura cristalina del catalizador.

BIBLIOGRAFÍA

ARREGI, A; et al. *Regenerability of a Ni catalyst in the catalytic steam reforming of biomass pyrolysis volatiles*. España : s.n., 2018.

AYALA, C. Craqueo catalítico para modificar las características del asfalto. [En línea] 2016. <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/7178/1/T-UCE-0017-0032-2016.pdf>.

BARRERA, A. *Recuperación de níquel, vanadio y molibdeno del catalizador agotado de la unidad de craqueo catalítico fluidizado (FCC)*. Quito : s.n., 2015.

CASTILLO, J. Tecnología de pirólisis catalítica. [En línea] 24 de Enero de 2014. [Citado el: 8 de Diciembre de 2019.] http://es.wastetireoil.com/Pyrolysis_faq/Pyrolysis_Plant/catalytic_pyrolysis_technology_146.html.

CEVALLOS, M. *Métodos y Técnicas de caracterización*. Lima : s.n., 2013.

CHUNGATA, L. *Estudio del área superficial específica en la caracterización de los catalizadores a utilizarse en la gasificación catalítica para la producción de hidrógeno*. Cuenca : s.n., 2017.

CONESA, J. Estudio de la pirólisis de residuos plásticos de polietileno y neumáticos usados. Universitat d'Alacant. : s.n., 2016.

CONESA, J. Rua. [En línea] 19 de Enero de 2016. https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/15296/2/Tema2_desactivacion_rua.pdf.

CONTRERAS, F. Estudio de la pirólisis catalítica de polietileno en un reactor semi-batch. [En línea] 2014. [Citado el: 03 de Diciembre de 2019.] http://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/116264/cf-contreras_fc.pdf?sequence=1.

CORTÁZAR, M. Estudio Comparativo De Tecnologías Comerciales De Valorización De Residuos Sólidos Urbanos. [En línea] 2014. [Citado el: 04 de Diciembre de 2019.] https://addi.ehu.es/bitstream/handle/10810/14888/tfg_maria_cortazar.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

CUEVAS, R. *Métodos de preparación de catalizadores sólidos*. 2009.

DELGADO, J. Balances de masa y energía simplificados, aplicados a un proceso de craqueo catalítico de petróleo. [En línea] 2009. https://www.researchgate.net/publication/277719034_Balances_de_Materia_y_EneEner_simplificados_aplicados_a_un_proceso_de_craqueo_catalitico_de_petroleo.

EPPETROECUADOR. Informe estadístico 2016. [En línea] 2016. <https://www.eppetroecuador.ec/wp-content/uploads/downloads/2018/02/INFORME-ESTAD%3%8DSTICO-2016.pdf>.

ESPINOZA, J & NARANJO, T. *Estudio de viabilidad técnica preliminar para la obtención de combustibles mediante la pirólisis de residuos plásticos generados en la Universidad Politécnica Salesiana*. 2014.

FERNÁNDEZ, Y. Tratamientos térmicos asistidos con microondas en procesos de valorización energética. Universidad de Oviedo : s.n., 2010.

- GARCÍA, L.** *Regenerar los catalizadores usados para refinar petróleo.* Loja : s.n., 2015.
- GARRIDO, P.** *Diseño e implementación de un reactor continuo para la degradación química de polímeros.* 2013.
- GÓMEZ ISABEL & ARROYO XABIER.** *Técnicas Geológicas.* [En línea] Abril de 2018. [Citado el: 05 de Enero de 2020.] <https://www.ucm.es/tecnicasgeologicas/difraccion-de-rayos-x-drx>.
- GUTIERREZ, K.** *Scrib.* [En línea] 05 de 01 de 2018. <https://es.scribd.com/document/333992351/Densidad-aparente-y-densidad-real-del-suelo-edafologia>.
- LOMELÍ, C.** *Caracterización de catalizadores gastados del proceso de hidrotreamiento de crudos pesados.* México : s.n., 2007.
- LÓPEZ, R.** *Catalizadores sólidos.* [En línea] 05 de 01 de 2018. https://ocw.ehu.es/pluginfile.php/3882/mod_resource/content/1/cineticaqui/transparencias-de-los-temas/transparencias_tema_06.pdf.
- MENDEZ, L.** *Pirólisis.* [En línea] 29 de Junio de 2016. [Citado el: 2 de Diciembre de 2019.] <https://saludsindanio.org/sites/default/files/documents-files/1463/Pirolisis.pdf>.
- MENDOZA, D.** *Densidad real y densidad aparente.* Ecuador : s.n., 2009.
- MILLAN, T.** *Estudio de Factibilidad Técnica y Económica de una Planta de Pirolisis para la Valorización Energética de Residuos Sólidos Urbanos en el Distrito Federal.* 2014.
- MORENO, A & SAÉNZ, P.** *Evaluación de la obtención de diésel a nivel de laboratorio mediante pirólisis a partir de residuos plásticos provenientes del proceso de empacado en la Empresa ATLANTIC FS S.A.S.* 2018.
- MOROCHO, S.** *Obtención de combustible mediante pirólisis térmica a partir de polipropileno reciclado.* Riobamba : s.n., 2019.
- MOSQUERA, A.** *Bibdigital. Obtención de hormigón y mortero a partir del catalizador agotado de la unidad de craqueo catalítico fluidizado de la Refinería Esmeraldas como adición puzolánica.* [En línea] Marzo de 2016. <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/15090/1/CD-6902.pdf>.
- MUÑOZ, V.** *Análisis de proceso de hidrodeshulfuración y de alternativas para mejorar la remoción de azufre en el diesel producido en la Refinería de Esmeraldas.* Quito : s.n., 2012.
- NAVARRO, R.** *Pirólisis Catalítica de polietileno.* [En línea] 2007. <file:///C:/Users/EQUIPO-USER/Downloads/Navarro-Martinez-Rosa-Maria.pdf>.
- POBLETE, E.** *Pirólisis catalítica de desechos plásticos mediante zeolitas modificadas con cobre.* [En línea] Enero de 2013. [Citado el: 15 de Diciembre de 2019.] <http://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/114579/Pirolisis-catalitica-de-desechos-plasticos-mediante-zeolitas-modificadas-con-cobre.pdf?sequence=4>.
- OASMAA; et al.** *Pyrolysis of Plastic Waste.* 2019, Science Direct, pág. 20.
- RAMIREZ, C.** *Acción Ecológica. Petróleo.* [En línea] 2016. [Citado el: 24 de Noviembre de 2019.] <http://www.accionecologica.org/petroleo>.
- RINCÓN, J & SILVA, E.** *Bioenergía: Fuentes, conversión y sustentabilidad (Primera).* [En línea] 2014. [Citado el: 05 de Diciembre de 2019.]

<https://books.google.com.ec/books?id=YpnxCAAAQBAJ&lpg=PA190&dq=mecanismo de pirolisis del propileno&pg=PA193#v=onepage&q&f=false>.

RONCACIO, K. Análisis del reciclaje químico como alternativa tecnológica para la valorización y disposición final de residuos plásticos post-consumo. [En línea] 2017. <https://repository.unimilitar.edu.co/bitstream/handle/10654/16986/RoncancioCardonaKellyLizzeth2017.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.

SÁENZ PEÑA & ROJAS, JULIETA. *Comparación de métodos de determinación en Ensayo de rotaciones en siembra directa*. 2011.

SANJUÁN, C. *La microscopía electrónica de barrido SEM (I) Concepto y usos*. Madrid : s.n., 2012.

TOAPANTA, G. *Recuperación de metales pesados de catalizador agotado de la unidad de hidrotratamiento (HDT)*. Latacunga : s.n., 2018.

TOLEDO, M. Análisis termogravimétrico (TGA). [En línea] 19 de 07 de 2016. mt.com/es/es/home/library/on-demand-webinars/lab-analytical_instruments/Thermogravimetric_Analysis.html.

TORRES M; et al. *Recuperación de V y Mo de catalizadores gastados de la industria petroquímica*. México : s.n., 2001.

TUESTA, ERIKA & VASQUEZ, YEZEÑA. *Aplicación de la técnica de difracción de rayos x (drx) en la industria minera*. Chile : s.n., 2014.

CASTELLANOS, N; et al. *Uso del catalizador gastado de craqueo catalítico (FCC) como adición puzolánica*. 2010.

VALENZUELA, T. Evaluación de la pirólisis térmica de residuos de polietileno proveniente de la producción de banano en un reactor Batch. [En línea] 2016. [Citado el: 07 de Diciembre de 2019.] <https://doi.org/10.1103/PhysRevX.7.041008>.

VALLEJO, M. *Diseño de una planta de recuperación de platino a partir de un catalizador que fue utilizado en la unidad de continuous catalytic reforming (CCR)*. Quito : s.n., 2014.

ZHAO, Z; et al. *Recovery of earth elements from spent fluid catalytic cracking catalysts using leaching and solvent extraction techniques*. China : s.n., 2016.

ANEXO A: Tratamiento Químico de la Regeneración del catalizador



a)



b)

- a) Secado del catalizador agotado
- b) Agitación de catalizador con etanol

ANEXO B: Proceso de secado de la muestra



a)



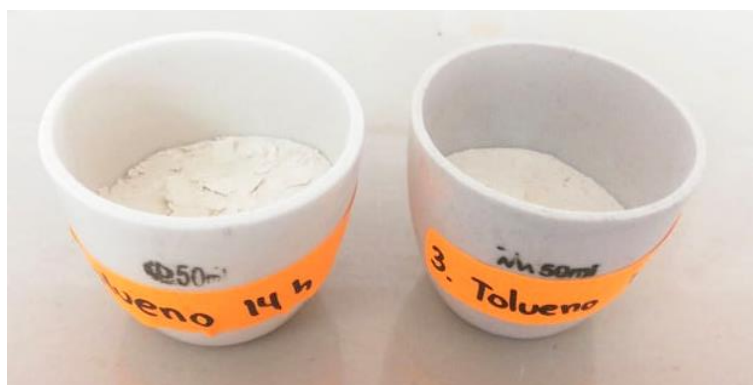
b)

- a) Agitación de catalizador agotado con tolueno
b) Torta formada posterior al proceso de agitación

ANEXO C: Tratamiento Térmico de la Regeneración del catalizador



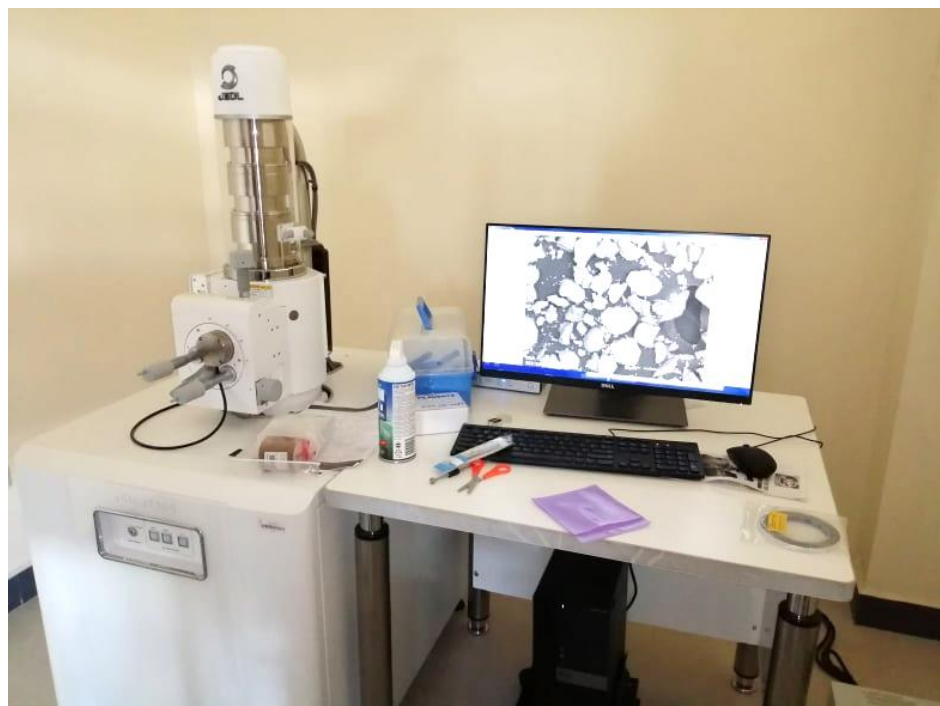
a)



b)

- a) Proceso de calcinación de las muestras
b) Muestras de catalizador regenerado

ANEXO D: Análisis SEM del catalizador regenerado



a)

a) Análisis SEM de catalizador regenerado

ANEXO E: Cálculos para determinación de pérdidas por fase

SECADO

Entrada = Salida

$$F = S+R$$

Dónde:

F = alimentación

S = salida

R = residuos

$$\text{Sólido Húmedo} = 359,8980$$

$$\text{Sólido seco} = 344,5630$$

$$\text{Cantidad de agua evaporada} = 13,5070$$

Balance General

$$\text{Sólido húmedo} = \text{Sólido seco} + \text{Agua evaporada} + \text{Residuo}$$

$$359,8980 = 344,5630 + 13,5070 + \text{Residuo}$$

$$\text{Residuo} = 1,8280g$$

$$\%Pérdida = \left(\frac{1,8280}{359,8980} \right) * 100 = 0,5079\%$$

AGITACIÓN

Entrada = Salida

$$F = S+R$$

$$\text{Sólido} = 80,123$$

$$\text{Sólido en solución} = 77,016$$

Balance general:

$$\text{Sólido} = \text{Sólido en solución} + \text{Residuo}$$

$$80,123 = 77,016 + \text{Residuo}$$

$$\text{Residuo} = 3,107g$$

$$\%Pérdida = \left(\frac{3,107}{80,123} \right) * 100 = 3,8777\%$$

FILTRACIÓN Y SECADO

Entrada = Salida

$$F = S+R$$

$$\text{Sólido Húmedo} = 139,0257$$

$$\text{Sólido Seco} = 77,882$$

$$\text{Agua Evaporada} = 61,08$$

$$\text{Sólido húmedo} = \text{Sólido seco} + \text{Agua evaporada} + \text{Residuo}$$

$$139,0257 = 77,882 + 61,08 + \text{Residuo}$$

$$\text{Residuo} = 0,0637g$$

$$\%Pérdida = \left(\frac{0,0637}{139,0257} \right) * 100 = 0,0458\%$$

CALCINACIÓN

$$\text{Entrada} = \text{Salida}$$

$$F = S+R$$

$$\text{Sólido seco} = 77,9321$$

$$\text{Sólido calcinado} = 77,325$$

$$\text{Sólido seco} = \text{Sólido calcinado} + \text{Residuo}$$

$$77,9321 = 77,325 + \text{Residuo}$$

$$\text{Residuo} = 0,6071g$$

$$\%Pérdida = \left(\frac{0,6071}{77,9321} \right) * 100 = 0,779\%$$

TOTAL

$$\text{Residuo Secado} = 1,8280g$$

$$\text{Residuo Agitación} = 3,107g$$

$$\text{Residuo Filtración y secado} = 0,0637g$$

$$\text{Residuo Calcinación} = 0,6071g$$

$$\Sigma \text{Residuos} = 5,6058g$$

$$\%Pérdida_{TOTAL} = \left(\frac{5,6058}{106} \right) * 100 = 5,2884\%$$

ANEXO F: Hoja de datos de seguridad del catalizador

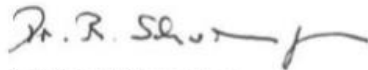
SIGMA-ALDRICH

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103 USA
Email USA: techserv@sial.com Outside USA: eurtechserv@sial.com

Certificate of Analysis

Product Name: Zeolite
To be determined
Product Number: 96096
Batch Number: BCCB8476
Brand: Sigma
CAS Number: 1318-02-1
Formula:
Formula Weight:
Quality Release Date: 15 AUG 2019

TEST	SPECIFICATION	RESULT
APPEARANCE (COLOR)	WHITE TO OFF WHITE	WHITE
APPEARANCE (FORM)	POWDER	POWDER
PARTICLE SIZE	CORRESPONDS TO REQUIREMENTS	CORRESPONDS
LOSS ON IGNITION	≤ 4.5 %	4.0 %



Dr. Reinhold Schwenninger
Quality Assurance
Buchs, Switzerland

SAFETY DATA SHEET

according to Regulation (EC) No. 1907/2006

Version 7.4

Revision Date 18.10.2019

Print Date 11.12.2019

GENERIC EU MSDS - NO COUNTRY SPECIFIC DATA - NO OEL DATA

SECTION 1: Identification of the substance/mixture and of the company/undertaking

1.1 Product Identifiers

Product name : Zeolite

Product Number : 96096

Brand : Sigma

REACH No. : A registration number is not available for this substance as the substance or its uses are exempted from registration, the annual tonnage does not require a registration or the registration is envisaged for a later registration deadline.

CAS-No. : 1318-02-1

1.2 Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Identified uses : Laboratory chemicals, Manufacture of substances

1.3 Details of the supplier of the safety data sheet

Company : Sigma-Aldrich Inc.
3050 Spruce Street
ST. LOUIS MO 63103
UNITED STATES

Telephone : +1 314 771-5765
Fax : +1 800 325-5052

1.4 Emergency telephone number

Emergency Phone # : +1-703-527-3887

SECTION 2: Hazards Identification

2.1 Classification of the substance or mixture

Not a hazardous substance or mixture according to Regulation (EC) No. 1272/2008.

2.2 Label elements

Not a hazardous substance or mixture according to Regulation (EC) No. 1272/2008.

2.3 Other hazards

This substance/mixture contains no components considered to be either persistent, bioaccumulative and toxic (PBT), or very persistent and very bioaccumulative (vPvB) at levels of 0.1% or higher.



SECTION 3: Composition/Information on Ingredients**3.1 Substances**

CAS-No. : 1318-03-1
EC-No. : 215-283-8

No components need to be disclosed according to the applicable regulations.

SECTION 4: First aid measures**4.1 Description of first aid measures****If inhaled**

If breathed in, move person into fresh air. If not breathing, give artificial respiration.

In case of skin contact

Wash off with soap and plenty of water.

In case of eye contact

Flush eyes with water as a precaution.

If swallowed

Never give anything by mouth to an unconscious person. Rinse mouth with water.

4.2 Most important symptoms and effects, both acute and delayed

The most important known symptoms and effects are described in the labelling (see section 2.2) and/or in section 11.

4.3 Indication of any immediate medical attention and special treatment needed

No data available

SECTION 5: Firefighting measures**5.1 Extinguishing media****Suitable extinguishing media**

Use water spray, alcohol-resistant foam, dry chemical or carbon dioxide.

5.2 Special hazards arising from the substance or mixture

Nature of decomposition products not known.

5.3 Advice for firefighters

Wear self-contained breathing apparatus for firefighting if necessary.

5.4 Further information

No data available

SECTION 6: Accidental release measures**6.1 Personal precautions, protective equipment and emergency procedures**

Avoid dust formation. Avoid breathing vapours, mist or gas.

For personal protection see section 8.

6.2 Environmental precautions

No special environmental precautions required.

6.3 Methods and materials for containment and cleaning up

Sweep up and shovel. Keep in suitable, closed containers for disposal.

Sigma 96095

Page 3 of 5

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada



6.4 Reference to other sections

For disposal see section 13.

SECTION 7: Handling and storage

7.1 Precautions for safe handling

Provide appropriate exhaust ventilation at places where dust is formed.
For precautions see section 2.2.

7.2 Conditions for safe storage, including any incompatibilities

Store in cool place. Keep container tightly closed in a dry and well-ventilated place.
hygroscopic

7.3 Specific end use(s)

Apart from the uses mentioned in section 1.2 no other specific uses are stipulated

SECTION 8: Exposure controls/personal protection

8.1 Control parameters

Components with workplace control parameters

8.2 Exposure controls

Appropriate engineering controls

General industrial hygiene practice.

Personal protective equipment

Eye/face protection

Use equipment for eye protection tested and approved under appropriate government standards such as NIOSH (US) or EN 166(EU).

Skin protection

Handle with gloves. Gloves must be inspected prior to use. Use proper glove removal technique (without touching glove's outer surface) to avoid skin contact with this product. Dispose of contaminated gloves after use in accordance with applicable laws and good laboratory practices. Wash and dry hands.

The selected protective gloves have to satisfy the specifications of Regulation (EU) 2016/425 and the standard EN 374 derived from it.

Full contact

Material: Nitrile rubber

Minimum layer thickness: 0,11 mm

Break through time: 480 min

Material tested: Dermatril® (KCL 740 / Aldrich Z677272, Size M)

Splash contact

Material: Nitrile rubber

Minimum layer thickness: 0,11 mm

Break through time: 480 min

Material tested: Dermatril® (KCL 740 / Aldrich Z677272, Size M)

data source: KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, phone +49 (0)6659 87300, e-mail sales@kcl.de, test method: EN374

If used in solution, or mixed with other substances, and under conditions which differ from EN 374, contact the supplier of the CE approved gloves. This



recommendation is advisory only and must be evaluated by an industrial hygienist and safety officer familiar with the specific situation of anticipated use by our customers. It should not be construed as offering an approval for any specific use scenario.

Body Protection

Choose body protection in relation to its type, to the concentration and amount of dangerous substances, and to the specific work-place. The type of protective equipment must be selected according to the concentration and amount of the dangerous substance at the specific workplace.

Respiratory protection

Respiratory protection is not required. Where protection from nuisance levels of dusts are desired, use type N95 (US) or type P1 (EN 143) dust masks. Use respirators and components tested and approved under appropriate government standards such as NIOSH (US) or CEN (EU).

Control of environmental exposure

No special environmental precautions required.

SECTION 9: Physical and chemical properties

9.1 Information on basic physical and chemical properties

a) Appearance	Form: solid
b) Odour	No data available
c) Odour Threshold	No data available
d) pH	No data available
e) Melting point/freezing point	No data available
f) Initial boiling point and boiling range	No data available
g) Flash point	Not applicable
h) Evaporation rate	No data available
i) Flammability (solid, gas)	No data available
j) Upper/lower flammability or explosive limits	No data available
k) Vapour pressure	No data available
l) Vapour density	No data available
m) Relative density	No data available
n) Water solubility	No data available
o) Partition coefficient: n-octanol/water	No data available
p) Auto-ignition temperature	No data available
q) Decomposition	No data available



temperature

- r) Viscosity No data available
- s) Explosive properties No data available
- t) Oxidizing properties No data available

9.2 Other safety information

No data available

SECTION 10: Stability and reactivity

10.1 Reactivity

No data available

10.2 Chemical stability

Stable under recommended storage conditions.

10.3 Possibility of hazardous reactions

No data available

10.4 Conditions to avoid

Avoid moisture.

10.5 Incompatible materials

Strong acids, Strong bases, Hydrogen fluoride, Chlorine trifluoride, Ethylene oxide, Halogenated hydrocarbon, Oxygen difluoride, Sodium nitrate, Vinyl compounds
Strong acids, Strong oxidizing agents

10.6 Hazardous decomposition products

Hazardous decomposition products formed under fire conditions. - Nature of decomposition products not known.

Other decomposition products - No data available

In the event of fire: see section 5

SECTION 11: Toxicological information

11.1 Information on toxicological effects

Acute toxicity

LD50 Oral - Rat - > 10.000 mg/kg

LC50 Inhalation - Rat - 4 h - > 5.300 mg/m³

LD50 Dermal - Rabbit - > 2.000 mg/kg

Skin corrosion/irritation

Skin - Human

Result: No skin irritation

Serious eye damage/eye irritation

Eyes - Rabbit

Result: No eye irritation

Respiratory or skin sensitisation

No data available

Germ cell mutagenicity

Human

Lymphocyte

Cytogenetic analysis

Sigma- 98095

Page 5 of 8

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada



Mouse

Cytogenetic analysis

Carcinogenicity

This product is or contains a component that is not classifiable as to its carcinogenicity based on its IARC, ACGIH, NTP, or EPA classification.

IARC: No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as probable, possible or confirmed human carcinogen by IARC.

Reproductive toxicity

No data available

Specific target organ toxicity - single exposure

No data available

Specific target organ toxicity - repeated exposure

No data available

Aspiration hazard

No data available

Additional Information

RTECS: Z66800000

prolonged or repeated exposure can cause:; Damage to the lungs.
Cough, Difficulty in breathing, Gastrointestinal disturbance, prolonged or repeated exposure can cause:; Damage to the lungs., To the best of our knowledge, the chemical, physical, and toxicological properties have not been thoroughly investigated.

SECTION 12: Ecological Information

12.1 Toxicity

No data available

12.2 Persistence and degradability

No data available

12.3 Bioaccumulative potential

No data available

12.4 Mobility in soil

No data available

12.5 Results of PBT and vPvB assessment

This substance/mixture contains no components considered to be either persistent, bioaccumulative and toxic (PBT), or very persistent and very bioaccumulative (vPvB) at levels of 0.1% or higher.

12.6 Other adverse effects

No data available



Continuación-ANEXO F

The branding on the header and/or footer of this document may temporarily not visually match the product purchased as we transition our branding. However, all of the information in the document regarding the product remains unchanged and matches the product ordered. For further information please contact misbranding@siel.com.

Sigma 98098

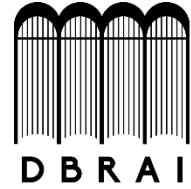
The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

Page 8 of 8





ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS PARA EL
APRENDIZAJE Y LA INVESTIGACIÓN



UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS
REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 25 / 06 / 2020

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: Lisseth Elizabeth Andrade Avila
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Facultad de Ciencias
Carrera: Ingeniería Química
Título a optar: Ingeniera Química
f. Analista de Biblioteca responsable: Lic. Luis Caminos Vargas Mgs.



25-06-2020

0062-DBRAI-UPT-2020