

DEPARTAMENTO DE ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

1. “RECUPERACIÓN DE METALES PESADOS DEL CATALIZADOR AGOTADO PROCEDENTE DE LA UNIDAD DE HIDROTRATAMIENTO (HDT) DE LA REFINERÍA DE ESMERALDAS (REE), PARA EL USO EN LA IMPREGNACIÓN DE CATALIZADORES SOPORTADOS”

Toapanta Guanoquiza, Germania Maritza





CONTENIDO



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

RESULTADOS

CONCLUSIONES

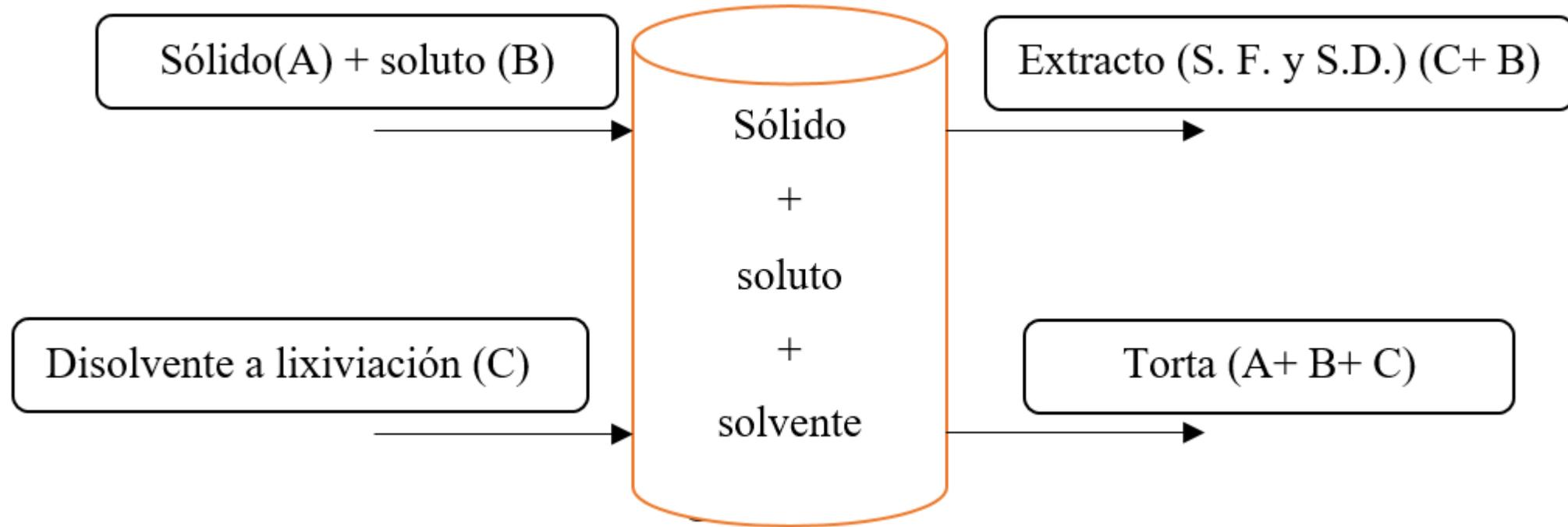


Figura 1. Proceso de lixiviación.



CONTENIDO



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

RESULTADOS

CONCLUSIONES

OBJETIVO GENERAL

- Recuperar metales pesados del catalizador agotado procedente de la unidad de hidro-tratamiento (HDT) de la Refinería Estatal de Esmeraldas (REE), para uso en la impregnación de catalizadores.

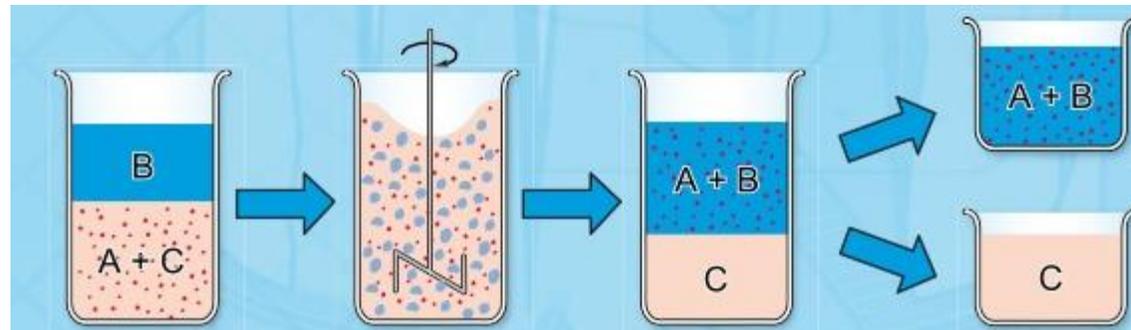


Figura 2. Lixiviación de catalizadores

OBJETIVO ESPECÍFICOS

- Evaluar el porcentaje de recuperación del lantano u otros metales pesados presente en el catalizador agotado procedente de la unidad de hidrotratamiento, empleando ácido nítrico.
- Determinar el incremento en el porcentaje de recuperación del lantano u otros metales pesados al trabajar con multietapas en contracorriente.
- Obtener las mejores condiciones para la recuperación de lantano u otros metales con ácido nítrico.
- Realizar un estudio de factibilidad económico para justificar la implementación de la lixiviación de catalizadores agotados con ácido nítrico.



CONTENIDO



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

RESULTADOS

CONCLUSIONES



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

“RECUPERACIÓN DE METALES PESADOS DEL CATALIZADOR AGOTADO DE LA UNIDAD DE HIDROTRATAMIENTO (HDT) DE LA REFINERÍA DE ESMERALDAS (REE), PARA EL USO DE LA IMPREGNACIÓN DE CATALIZADORES SOPORTADOS”

AUTORA: Toapanta Guanoquiza, Germania Maritza

TUTORA: Donoso Quimbita, Caterine Isabel



Granulometría

Tamiz malla #	Abertura (µm)
100	147
150	104
200	74
270	53
325	45
400	38
Fondo	<38

Norma
ASTM 136-05

Tiempo
15 min.

Método estadístico diseño factorial 2^k.

Variables	Valores para las variables	
	1	2
Temperatura (C)	20	60
Concentración del agente lixiviante	3	6
Tiempo (horas)	1	4
Porcentaje de sólidos	10	20

Trat.	Variables Patrón				Variables Modificadas				Recuperación
	Temperatura (A)	Concentración (B)	Tiempo (C)	Porcentaje de sólidos (D)	Temperatura (°C)	Concentración (M de HNO3)	Tiempo (horas)	Porcentaje de sólidos(%)	
M1	1	1	1	1	20	3	1	10	Y1
M2	1	1	1	2	20	3	1	20	Y2
M3	1	1	2	1	20	3	4	10	Y3
M4	1	1	2	2	20	3	4	20	Y4
M5	1	2	1	1	20	6	1	10	Y5
M6	1	2	1	2	20	6	1	20	Y6
M7	1	2	2	1	20	6	4	10	Y7
M8	1	2	2	2	20	6	4	20	Y8
M9	2	1	1	1	60	3	1	10	Y9
M10	2	1	1	2	60	3	1	20	Y10
M11	2	1	2	1	60	3	4	10	Y11
M12	2	1	2	2	60	3	4	20	Y12
M13	2	2	1	1	60	6	1	10	Y13
M14	2	2	1	2	60	6	1	20	Y14
M15	2	2	2	1	60	6	4	10	Y15
M16	2	2	2	2	60	6	4	20	Y16



CONTENIDO



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

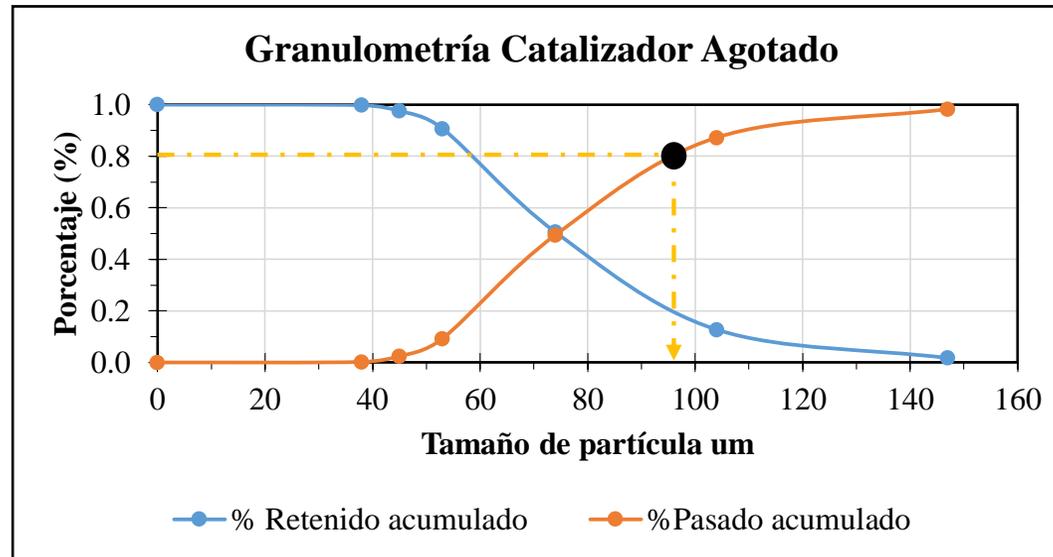
RESULTADOS

CONCLUSIONES

Análisis químico 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

Propiedades físicas del catalizador



Propiedad Física	Unidades	Valor
Densidad aparente	g/cm ³	0.89
Densidad real	g/cm ³	1.01
Granulometría d ₈₀	μm	89.98

Tratamiento Químico del catalizador

Tiempo de secado

2 h y 20 min.



Pérdida de masa (%)

3.41

Pérdida de Azufre				
		Días	Secado previo	Ppm
Etanol				126.8
Muestra 1	1	Agitación	Si	131.7
Muestra 2	1		No	129.4
Muestra 3	2		Si	129.6

Tiempo de secado

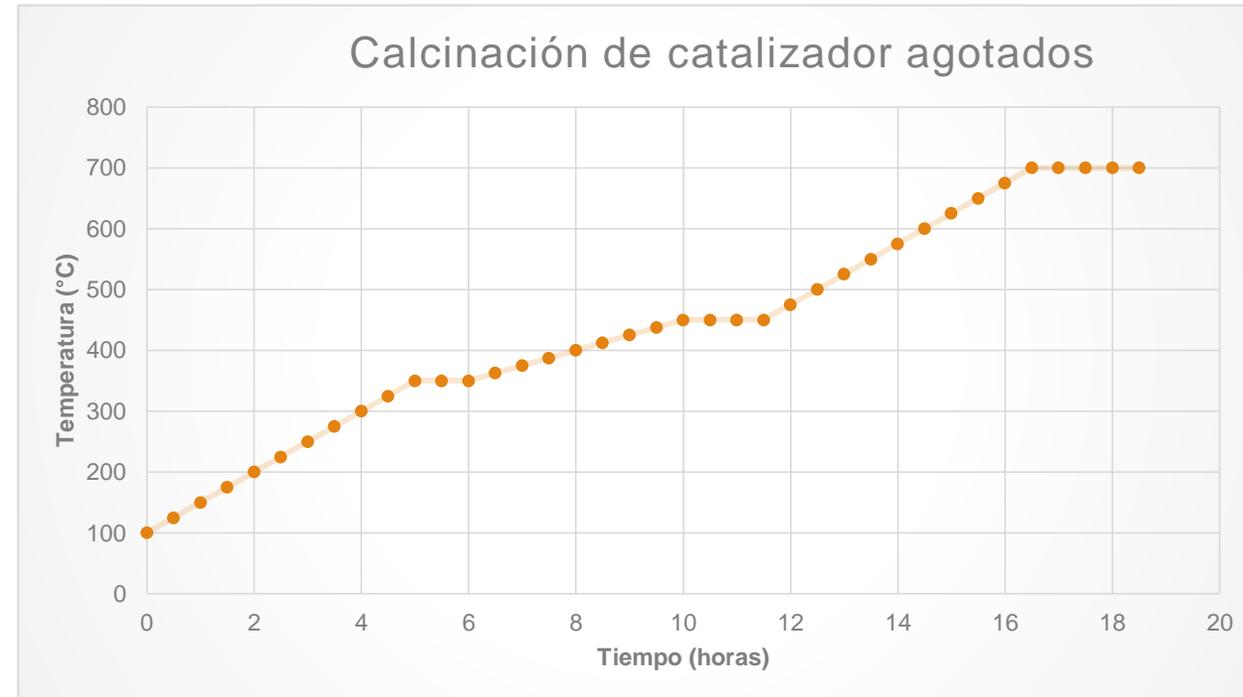
2 h y 35 min.



Pérdida de masa (%)

1.25

Tratamiento térmico



Pérdida de masa (%)

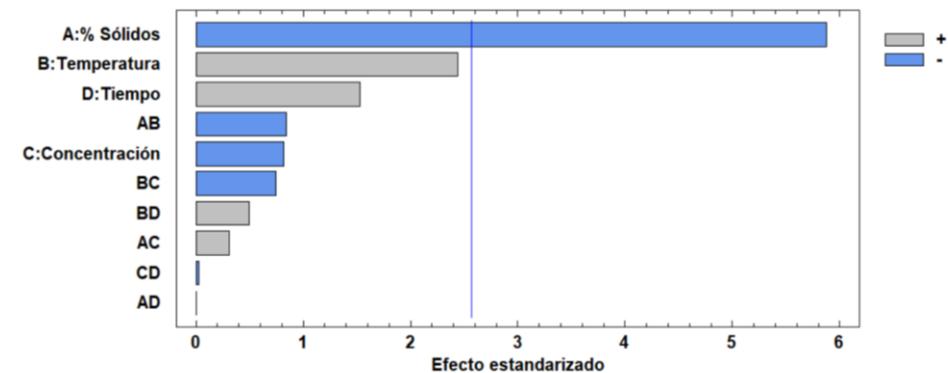
2.40

Lixiviación

Tratamientos	Tiempo	Concentración	Temperatura	Porcentaje de sólidos	Solución fuerte (%)	Solución débil (%)	Extracto (%)
1	1	3	20	10	82.88	15.53	98.41
2	1	3	20	20	75.92	23.53	99.44
3	1	3	64	10	88.76	10.72	99.48
4	1	3	60	20	75.55	24.10	99.65
5	1	6	19	10	84.19	14.85	99.04
6	1	6	19	20	68.73	30.46	99.19
7	1	6	61	10	88.57	11.08	99.65
8	1	6	60	20	74.83	24.82	99.65
9	4	3	19	10	84.24	14.40	98.64
10	4	3	19	20	73.26	25.08	98.34
11	4	3	60	10	86.28	13.42	99.70
12	4	3	61	20	78.79	20.85	99.63
13	4	6	20	10	85.78	13.80	99.57
14	4	6	20	20	76.88	22.41	99.29
15	4	6	58	10	87.39	12.29	99.68
16	4	6	59	20	78.86	20.80	99.66

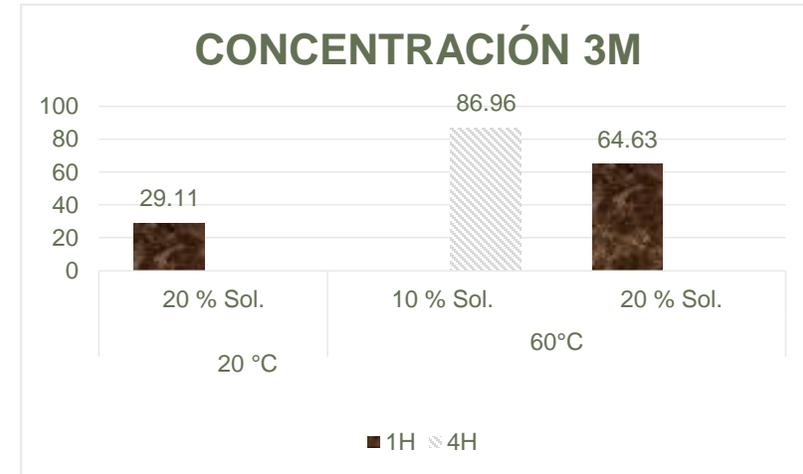
Análisis de varianza ANOVA

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F
A:% Sólidos	0.0608	1	0.060784	34.5
B:Temperatura	0.0104	1	0.010442	5.9
C:Concentración	0.0012	1	0.001183	0.7
D:Tiempo	0.0041	1	0.004096	2.3
AB	0.0012	1	0.001239	0.7
AC	0.0002	1	0.000172	0.1
AD	0.0000	1	0	0
BC	0.0010	1	0.000972	0.6
BD	0.0004	1	0.000437	0.3
CD	0.0000	1	0.000001	0
Error total	0.0088	5	0.00176	
Total (corr.)	0.0881	15		

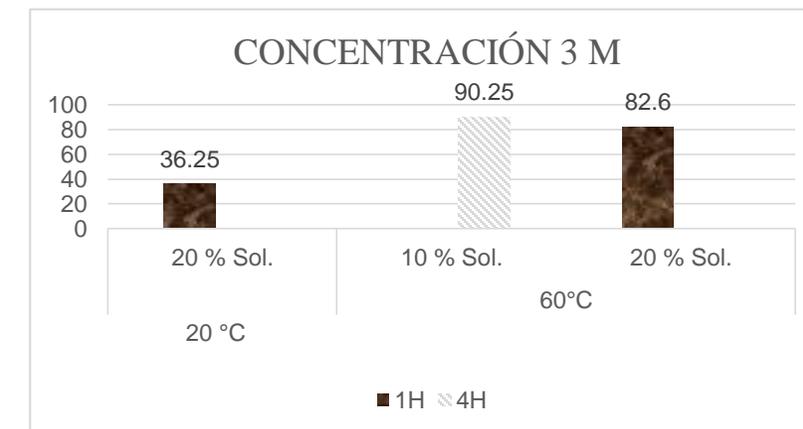


Recuperación Níquel y Hierro

# de tratamiento	Tiempo	Concentración	Temperatura (° C)	% sólidos	Extracto Fe (%)	Extracto Ni (%)
2	1	3	20	20	36.25	29.11
4	1	3	60	20	82.60	64.63
5	1	6	19	10	29.36	23.46
6	1	6	19	20	41.03	30.00
11	4	3	60	10	90.25	86.96

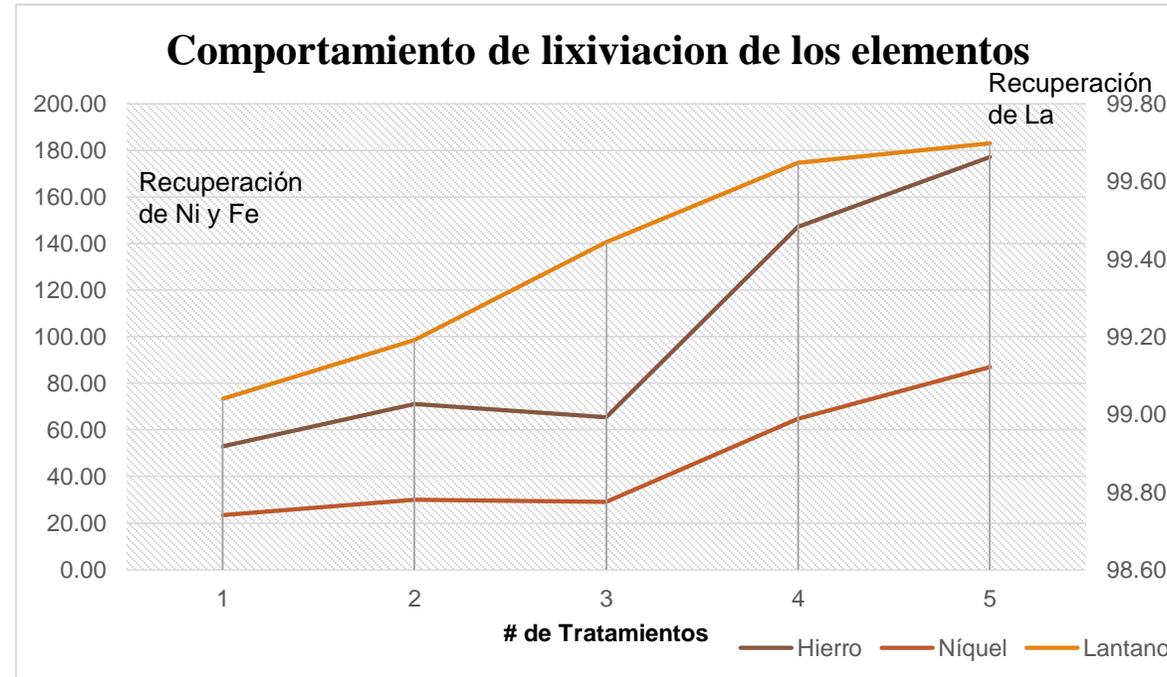


Níquel



Hierro

Comportamiento de níquel y hierro respecto al lantano



Métodos de recuperación

# de tratamiento	Tiempo (h)	Concentración (M)	Temperatura (°C)	Porcentaje de sólidos (%)	Método	Método	Método
					1	2	3
1	1	3	20	10	98.41	99.59	98.07
4	1	3	60	20	99.65	98.72	99.37
5	1	6	19	10	99.04	99.56	98.89
15	4	6	58	10	99.68	99.52	99.42

# de tratamiento	pH	
	Método 2	Método 3
1	5.2	2.27
4	5.13	5.17
5	5.25	5.26
15	5.29	5.25

COSTOS

# Tratamiento	Tiempo (h)	Concentración (M)	Temperatura (°C)	Porcentaje de sólidos (%)	Pretratamiento US\$	Lixiviación US\$	Costo fijo total por tratamiento US\$	Pretratamiento US\$	Costo por lixiviación US\$	Costo variable total por tratamiento US\$
1	1	3	20	10	0.83	0.45	1.28	16.39	2.41	18.8
2	1	3	20	20	1.86	0.45	2.31	36.88	2.41	39.29
3	1	3	64	10	0.83	0.47	1.3	16.4	2.41	18.81
4	1	3	60	20	1.86	0.46	2.33	36.89	2.41	39.3
5	1	6	19	10	0.83	0.77	1.6	16.4	2.41	18.81
6	1	6	19	20	1.86	0.77	2.64	36.89	2.41	39.3
7	1	6	61	10	0.83	0.79	1.62	16.4	2.41	18.81
8	1	6	60	20	1.86	0.79	2.66	36.89	2.41	39.3
9	4	3	19	10	0.83	0.48	1.31	16.4	9.65	26.05
10	4	3	19	20	1.86	0.48	2.35	36.89	9.65	46.54
11	4	3	60	10	0.83	0.5	1.33	16.4	9.65	26.05
12	4	3	61	20	1.86	0.5	2.37	36.89	9.65	46.54
13	4	6	20	10	0.83	0.81	1.64	16.4	9.65	26.05
14	4	6	20	20	1.86	0.81	2.67	36.89	9.65	46.54
15	4	6	58	10	0.83	0.83	1.66	16.4	9.65	26.05
16	4	6	59	20	1.86	0.83	2.69	36.89	9.65	46.54

Equipo	Potencia	kWh (US\$)
Agitación	600	0.01
Mufla	1800	
Estufa	440	

Sueldo básico del Ecuador

US\$ 386

Relación costo variable

Precios del lantano, hierro y níquel en Ecuador 2018

	Concentración (M)	Cantidad (L)	Costo (US\$/g)
Lantano	0.1	1	4.81
Níquel			0.01
Hierro			0.096

Venta al público con 20% de ganancia
US\$ 2.90

US\$ 1.91

Costo del proceso US\$ 2.33

	Extracto tratamiento 2			Extracto tratamiento 4		
	Lantano	Níquel	Hierro	Lantano	Níquel	Hierro
Recuperación (%)	99.44	29.11	36.25	99.65	64.63	82.6
Recuperación (mg)	609.51	0.66	12.66	968.33	0.66	12.66
Costo de producción (US\$)/g	3.31	3530.3	184.04	2.41	3530.3	184.04

US\$/g 43

Pérdida de US\$ 38.19



CONTENIDO



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

RESULTADOS

CONCLUSIONES

- El catalizador agotado como desecho de la unidad de hidrotreatmento de la Refinería de Esmeraldas, se puede utilizar como recurso secundario para recuperar metales pesados especialmente lantano.
- De los 16 tratamientos aplicados, las máximas recuperaciones de este trabajo de titulación son de 99.70 %, 86.96 % y 90.25 % para el lantano, níquel y hierro respectivamente, obtenido con el porcentaje de solidos de 10% y temperatura de 60 °C concentración de ácido nítrico 3M, tiempo de cuatro horas con un tamaño de partícula de 89.98 μm con 300 rpm.
- La metodología planteada en este trabajo elimina la posibilidad de lixiviar en multietapas, debido a que en una etapa se obtiene la mayor recuperación de lantano, 99.70 %, por lo tanto la metodología seleccionada es económicamente atractivo a la industria.

- Desde el punto de vista técnico y económico, las mejores condiciones de operación son a 60 °C, 3M de concentración del ácido nítrico, 20% de porcentaje de sólidos y una hora de lixiviación son las condiciones de operación más adecuadas, en la que se obtiene una recuperación de lantano de 99.65 %.
- El incremento de temperatura, tiempo y disminución de porcentaje de sólidos tienen efecto positivo en la recuperación de hierro y níquel.
- El aplicar un pretratamiento químico y térmico a los sólidos que fueron lixiviados favorece la recuperación de lantano, hierro y níquel con porcentajes de 99.70%, 90.25% y 86.96% respectivamente, comparado con los resultados máximos obtenidos en los trabajos de Zhao que obtuvo una recuperación de lantano de 98.04% y Barrera que obtuvo una recuperación de níquel alrededor del 60%.

- La extracción de solvente es aceptada como la tecnología más comercial para la separación y recuperación de metales debido a la capacidad de manejar volúmenes enormes de diluyentes de soluciones, incluyendo la necesidad por la alta concentración, sin embargo este proceso tiene ventaja en cuanto a la concentración porque la concentración no influye en la recuperación.
- La solución de lixiviación del presente proyecto una vez recuperada el lantano y el níquel se puede utilizar para la impregnación de catalizadores debido a que contiene un alto porcentaje de lantano.