



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**RECUPERACIÓN DE TITANIO A PARTIR DE CATALIZADORES
AGOTADOS DE LA UNIDAD FCC, MEDIANTE LIXIVIACIÓN
SELECTIVA**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA:

JESSICA ALEXANDRA LLANGOMA SISA

Riobamba – Ecuador

2023



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**RECUPERACIÓN DE TITANIO A PARTIR DE CATALIZADORES
AGOTADOS DE LA UNIDAD FCC, MEDIANTE LIXIVIACIÓN
SELECTIVA**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA: JESSICA ALEXANDRA LLANGOMA SISA

DIRECTOR: ING. HUGO JAVIER SÁNCHEZ MORENO

Riobamba – Ecuador

2023

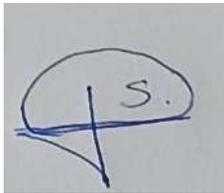
© 2023, Jessica Alexandra LLangoma Sisa

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, Jessica Alexandra Llangoma Sisa, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados de este son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor/autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 25 de mayo de 2023

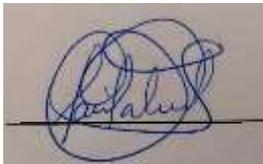
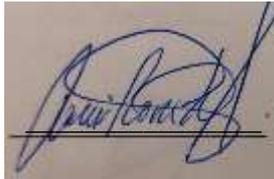
A handwritten signature in blue ink, consisting of a stylized circle with a vertical line through it and a horizontal line below, with the letter 'S.' written inside the circle.

Jessica Alexandra LLangoma Sisa

1600714289

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; tipo: Proyecto de Investigación, **RECUPERACIÓN DE TITANIO A PARTIR DE CATALIZADORES AGOTADOS DE LA UNIDAD FCC, MEDIANTE LIXIVIACIÓN SELECTIVA**, realizado por la señorita: **JESSICA ALEXANDRA LLANGOMA SISA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Ing. Paul Gustavo Palmay Paredes. PhD. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2023-05-25
Ing. Hugo Javier Sánchez Moreno. MsC. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-05-25
Ing. Segundo Hugo Calderón. MsC. ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-05-25

DEDICATORIA

Este Proyecto de Investigación va dedicado con mucho cariño y amor a mi abuelita María Rosa, quién desde que tengo uso de razón me inculcó buenos valores y principios, y con más énfasis en el aspecto académico y emprendedor, ya que gracias a ella que sembró un pilar fundamental en mi persona pude llegar donde me encuentro el día de hoy, dando un paso tan anhelado por mí y mi familia, que me llena de alegría y lágrimas el sólo pensar en la sonrisa de mi abuelita al escuchar del triunfo de un paso más en mi vida. A mi hermano Christian con quien compartí los mejores años de mi vida y padres Esther y Luis, quienes son mi guía y ejemplo a seguir, a mis tíos: Ángel, Juan, Franklin y Efraín, y tías: Gladys, Enriqueta y Flor, quienes fueron padres y madres en los momentos de flaqueza. Finalmente, a Bryan una persona muy especial quién jamás me dejó de caer en el transcurso de la vida universitaria y a quién amo mucho.

Jessica

AGRADECIMIENTO

Un agradecimiento especial a Dios por darme salud y vida para lograr mis propósitos, a mis padres (Luis Llangoma y Esther Sisa), y amigos en especial a Bryan, Danny, Rosita, quienes me impulsaron a seguir adelante apoyándome de alguna u otra forma para el desarrollo de este proyecto. De igual forma al Ing. Hugo Sánchez Moreno por su disposición y buena apertura para solventar las dificultades e inquietudes que se presentaron en el desarrollo del trabajo de investigación, y al Ing. Segundo Hugo Calderón por la apertura y confianza para el desarrollo del proyecto.

Jessica

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS	xii
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY	xiv
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN	2
1.1 Planteamiento de problema	2
1.2 Objetivos.....	2
1.2.1 <i>Objetivo general</i>.....	2
1.2.2 <i>Objetivos específicos</i>	3
1.3 Justificación.....	3
1.4 Hipótesis o pregunta de investigación.....	4

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO	5
2.1 Antecedentes de investigación	5
2.2 Referencias teóricas.....	6
2.2.1 <i>Refinería Estatal de Esmeraldas</i>	6
2.2.2 <i>Unidad de craqueo catalítico fluidizado (FCC)</i>.....	7
2.2.3 <i>Catalizador de FCC</i>	9
2.2.4 <i>Titanio (Ti)</i>.....	10
2.2.4.1 <i>Historia</i>.....	10
2.2.4.2 <i>Apariencia</i>	10
2.2.4.3 <i>Usos</i>.....	11
2.2.4.4 <i>Función biológica</i>.....	12
2.2.4.5 <i>Abundancia natural</i>	12
2.2.4.6 <i>Riesgo de suministro</i>.....	12
2.2.5 <i>Hidrometalurgia</i>	13

2.2.6	<i>Lixiviación</i>	13
2.2.7	<i>Agente de lixiviación</i>	14

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	15
3.1	Enfoque de investigación	15
3.2	Alcance de investigación	15
3.3	Diseño de investigación	15
3.3.1	<i>Cuasiexperimental</i>	15
3.4	Tipo de estudio	16
3.5	Metodología, técnicas e instrumentos de investigación	16
3.5.1	<i>Caracterización física del catalizador agotado de FCC</i>	17
3.5.1.1	<i>Análisis granulométrico</i>	17
3.5.1.2	<i>Densidad (ρ) aparente del catalizador agotado de FCC</i>	18
3.5.1.3	<i>Densidad real del catalizador agotado de FCC</i>	18
3.5.2	<i>Caracterización química del catalizador agotado de FCC</i>	18
3.5.3	<i>Influencia del agente de lixiviación</i>	18
3.5.4	<i>Proceso de lixiviación ácida en base al agente de lixiviación</i>	22
3.5.4.1	<i>Evaluación de la lixiviación ácida a diferente concentración</i>	22
3.5.4.2	<i>Evaluación de la influencia del tiempo de lixiviación</i>	23
3.5.4.3	<i>Evaluación de la influencia del porcentaje de sólidos en la lixiviación ácida</i>	23
3.5.4.4	<i>Evaluación de la influencia del tratamiento térmico (calcinación) previa lixiviación ácida</i>	24

CAPÍTULO IV

4.	MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	25
4.1	Resultados de la caracterización física del catalizador agotado de FCC	25
4.1.1	<i>Resultado del análisis granulométrico</i>	25
4.1.2	<i>Cálculo de la densidad aparente del catalizador agotado de FCC</i>	26
4.1.3	<i>Cálculo de la densidad real del catalizador agotado de FCC</i>	27
4.2	Resultado de la caracterización química del catalizador agotado de FCC	28
4.2.1	<i>Análisis de la composición química elemental del catalizador de FCC agotado</i>	29
4.2.2	<i>Análisis de la Espectroscopia Infrarroja (IR) de la muestra del catalizador agotado de FCC.</i>	29

4.3	Resultado de la influencia del agente de lixiviación.....	31
4.3.1	<i>Análisis de la influencia del agente de lixiviación con ácidos inorgánicos.....</i>	32
4.3.2	<i>Análisis de la influencia del agente de lixiviación con ácidos orgánicos</i>	34
4.3.3	<i>Análisis de la influencia del agente de lixiviación en comparativa de ácidos orgánicos vs inorgánicos</i>	37
4.4	Resultados de la evaluación de la lixiviación ácida.....	37
4.4.1	<i>Resultado y análisis de la evaluación de la lixiviación ácida a diferente concentración.....</i>	37
4.4.2	<i>Resultado y análisis de la evaluación de la influencia del tiempo de lixiviación</i>	38
4.4.3	<i>Resultado y análisis de la evaluación de la influencia del porcentaje de sólidos en la lixiviación ácida</i>	39
4.4.4	<i>Resultado, interpretación y análisis de la evaluación de la influencia del tratamiento térmico (calcinación) previa lixiviación ácida</i>	40
4.5	Comprobación de la hipótesis.....	41
4.6	Diseño de lixiviación	42
4.6.1	<i>Tanque de lixiviación</i>	42
4.7	Recuperación mensual de Titanio a partir de catalizador agotado de FCC en base al diseño de lixiviación.....	47

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES.....	48
--------------------------	-----------

RECOMENDACIONES.....	50
-----------------------------	-----------

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1: Datos Generales del Ti.	12
Tabla 3-1: Serie de tamices utilizados para el análisis granulométrico.	17
Tabla 3-2: Condiciones de trabajo que se emplearon para ensayos en la influencia del agente de lixiviación con ácidos inorgánicos.....	21
Tabla 3-3: Condiciones de trabajo que se emplearon para ensayos en la influencia del agente de lixiviación con ácidos orgánicos.....	22
Tabla 3-4: Condiciones de trabajo que se emplearon para ensayos de lixiviación en influencia de la variación de concentración del ácido tartárico.....	22
Tabla 3-5: Condiciones de trabajo en la influencia del tiempo de lixiviación en los ensayos de acuerdo con el mejor agente y tiempo de lixiviación.	23
Tabla 4-1: Resultados de la caracterización física del catalizador agotado.	25
Tabla 4-3: Caracterización química del catalizador agotado de FCC.....	28
Tabla 4-5: Datos de las condiciones de trabajo para el ensayo con ácidos inorgánicos.	31
Tabla 4-6-: Datos de las condiciones de trabajo para el ensayo con ácidos orgánicos.	31
Tabla 4-7: Espesores críticos.	44
Tabla 4-8: Potencia requerida para algunos procesos.	47

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 2-1:	Diagrama de Procesos de la REE.....	7
Ilustración 2-2:	Principales unidades de proceso en la REE.	7
Ilustración 2-3:	Esquema del reactor de craqueo catalítico fluido.	8
Ilustración 2-4:	Proceso hidrometalúrgico general.....	13
Ilustración 3-1:	Proceso aplicado para obtención de Ti a partir de catalizador agotado FCC.16	
Ilustración 3-2:	Solución de HNO ₃ con 1 % de sólidos.....	19
Ilustración 3-3:	Proceso de agitación durante 24h a 350 rpm.	19
Ilustración 3-4:	Equipo de filtración.	20
Ilustración 3-5:	Papel filtro de 45µm	20
Ilustración 3-6:	Bomba de vacío BIOBASE VC100 (GM-1 0P).	21
Ilustración 4-1:	Análisis granulométrico del % pasado acumulado- Abertura (µm).....	26
Ilustración 4-2:	Análisis granulométrico del % retenido acumulado- Abertura (µm).....	26
Ilustración 4-3:	Espectroscopia Infrarroja (IR) del catalizador agotado.	30
Ilustración 4-5:	Diagrama de Puorbaix para Ti ³⁺ y HCl a T 25°C.	33
Ilustración 4-6:	Diagrama de Puorbaix para Ti ³⁺ y H ₂ SO ₄ a T 25°C.	33
Ilustración 4-7:	Diagrama de Puorbaix para TiO ²⁺ y HCl a T 25°C.	34
Ilustración 4-9:	Recuperación de Titanio con lixiviación ácida del C ₆ H ₈ O ₇ y C ₄ H ₆ O ₆ a 2M, 24h.....	35
Ilustración 4-10:	Formula estructural y molecular del ácido tartárico	36
Ilustración 4-12:	Recuperación (Ti) con ácidos orgánicos e inorgánicos a 2 M, 24 h y 1% de sólidos.	37
Ilustración 4-14:	Porcentaje de recuperación Titanio (Ti) con ácido tartárico a 3 M con 1 % de sólido en 6, 12 y 24 horas.....	39
Ilustración 4-15:	Porcentaje de recuperación Titanio (Ti) con ácido tartárico a 3 M con 1, 10 y 20 % de sólido a 12 h.	40

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** ESPECIFICACIÓN DEL DISEÑO DEL TANQUE DE LIXIVIACIÓN
- ANEXO B:** FICHA TÉCNICA DEL ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO.
- ANEXO C:** FICHAS TÉCNICAS DE LA DENSIDAD APARENTE Y REAL
- ANEXO D:** FICHA TÉCNICA DE LA CARACTERIZACIÓN QUÍMICA ELEMENTAL
- ANEXO E:** ECUACIONES PARA CÁLCULOS DE PREPARACIÓN DE SOLUCIONES
- ANEXO F:** FICHAS TÉCNICAS DE LIXIVIACIÓN ÁCIDOS INORGÁNICOS
- ANEXO G:** FICHAS TÉCNICAS DE LIXIVIACIÓN CON ÁCIDOS ORGÁNICOS
- ANEXO H:** FICHAS TÉCNICAS DE LA INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN
- ANEXO I:** FICHAS TÉCNICAS DE INFLUENCIA DE LA CANTIDAD DE SÓLIDO
- ANEXO J:** FICHA TÉCNICA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO AL CATALIZADOR
- ANEXO K:** RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X
- ANEXO L:** RESULTADOS DE ANÁLISIS DE LAS LIXIVIACIONES

RESUMEN

En la actualidad se producen 60 ton mensuales como residuo de catalizador agotado proveniente de la Unidad de Craqueo Catalítico Fluidizado (FCC) de la Refinería Estatal de Esmeraldas (REE) siendo desechados en vertederos y causando la contaminación al medio ambiente, mediante la presente investigación se realiza un tratamiento final a estos residuos; el objetivo del proyecto de investigación es la recuperación de Titanio (Ti) a partir de catalizadores agotados de FCC de la REE. La metodología implementada fue la hidrometalurgia mediante la lixiviación ácida trabajando con; ácidos orgánicos e inorgánicos en la influencia del agente de lixiviación, a 1 M, 2 M, y 3 M en la influencia de la concentración, a 6, 12 y 24 horas como tiempos de lixiviación, a 1 %, 10 % y 20 % en porcentajes de sólidos (cantidad de catalizador agotado) y tratamiento térmico previa lixiviación con las mejores condiciones obtenidas para la recuperación de Ti. Mediante esta metodología se recuperó el 99,88 % de Ti mediante la lixiviación con el ácido tartárico a 3 M, 1 % de sólidos y 12 horas sin previo tratamiento térmico, en base a los resultados alcanzados se realizó el diseño del tanque de lixiviación. Se concluye que se alcanza más del 99 % de recuperación con el ácido tartárico y que mediante el diseño realizado se logra la recuperación de 0,4 ton mensuales de Ti para su venta comercial además de la posibilidad de recuperar a la vez otros elementos abundantes como el Silicio, Aluminio y Lantano en el tratamiento final del catalizador agotado de FCC.

Palabras clave: <LIXIVIACIÓN>, <TITANIO>, <ÁCIDO TARTÁRICO>, <RECUPERACIÓN>, <TIERRAS RARAS>, <CATALIZADOR AGOTADO DE FCC>, <TANQUE DE LIXIVIACIÓN>.

1428-DBRA-UPT-2023



SUMMARY

Nowadays, 60 tons per month are produced as spent catalyst waste from the Fluidized Catalytic Cracking Unit (FCC) of the Esmeraldas State Refinery (REE) being discarded in landfills and causing environmental pollution, through this research a final treatment of these wastes is carried out; the objective of the research project is the recovery of Titanium (Ti) from spent catalysts from FCC of the REE. The implemented methodology was hydrometallurgy by means of acid leaching working with; organic and inorganic acids in the influence of the leaching agent, at 1 M, 2 M, and 3 M in the influence of the concentration, at 6, 12 and 24 hours as leaching times, at 1 %, 10 % and 20 % in percentages of solids (amount of catalyst exhausted) and thermal treatment prior leaching with the best conditions obtained for the recovery of Ti. By means of this methodology, 99.88 % of Ti was recovered by leaching with tartaric acid at 3 M, 1 % of solids and 12 hours without previous thermal treatment, based on the results obtained, the design of the leaching tank was carried out. It is concluded that more than 99% recovery is achieved with tartaric acid and that the design achieves the recovery of 0.4 tons of Ti per month for commercial sale, in addition to the possibility of recovering other abundant elements such as Silicon, Aluminum and Lanthanum in the final treatment of the FCC spent catalyst.

Keywords: <LEACHING>, <TITANIUM>, <TARTARIC ACID>, <RECOVERY>, <RARE EARTH>, <FCC DEPLETED CATALYZER>, <LEACH TANK>.

1428-DBRA-UPT-2023



Dra. Nanci M. Inca Ch.

0602926719

INTRODUCCIÓN

La demanda global de catalizadores continúa incrementándose rápidamente debida a la gran necesidad de las industrias petroquímicas (Wang et al., 2020, p.1468). La refinería estatal de la ciudad de Esmeraldas posee como una unidad principal el craqueo catalítico fluidizado cuyo objetivo es la preparación de naftas, durante esta operación se genera lo que se conoce como catalizador agotado (Eras et al., 2017, p.28). Los catalizadores de FCC no se pueden regenerar ya que después de varios ciclos de reutilización obtiene una acumulación de impurezas, disminuyendo su actividad y evitando su regeneración, para luego ser desechado en forma de residuo (Eras et al., 2017, p.30).

La forma tradicional de eliminar catalizadores usados es el vertedero que no es respetuoso con el medio ambiente, en ocasiones estos desechos provocan contaminación de aguas subterráneas (Chiranjeevi et al., 2016, p.615). Es por ello, que en este proyecto de investigación se buscará implementar un método como una alternativa de residuos de catalizadores agotados, debido a que en su caracterización química contienen metales como el Ti (Sánchez et al., 2021, p.1435).

El Ti es el noveno metal con más abundancia y muy importante en el ámbito industrial, debido a que es utilizado como agente de aleación con otros metales como; el aluminio, hierro y molibdeno, no obstante, su extracción no es fácil. El proceso metodológico que se utiliza para su recuperación es el hidrometalúrgico mediante lixiviación ácida, primero se seleccionará al mejor agente de lixiviación para luego trabajar con variables de: concentración, tiempo, porcentaje de sólidos y tratamiento térmico previa lixiviación, así determinar la metodología precisa para obtener el mayor rendimiento en la recuperación de Ti de manera que se contribuya a la disminución de la problemática en la contaminación ambiental que involucra el manejo de catalizadores agotados de FCC, dando un valor agregado, sustentable e innovador en su tratamiento final.

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1 Planteamiento de problema

La demanda global de catalizadores continúa incrementándose rápidamente debida a la gran necesidad de las industrias petroquímicas (Oil Gas Journal, 2005). La Refinería Estatal de Esmeraldas (REE) posee como una unidad de operación el craqueo catalítico fluidizado (FCC), generando lo que se conoce como catalizador agotado de FCC. En catalizadores agotados de FCC no existe la posibilidad de la regeneración siendo reemplazados completamente por otros nuevos; ya que después de varios ciclos de reutilización obtienen una acumulación de impurezas hasta llegar al punto donde no existe actividad alguna, siendo desechados como basura residual (Eras et al, 2017, p.45).

En el Ecuador, los procesos de operación para el refinamiento de petróleo y coque provocan grandes residuos de catalizadores agotados señalados como desechos contaminantes de riesgo para el medio ambiente por su rango de toxicidad ambiental (CRITIB) acorde al Listado Nacional de Desechos Peligrosos por el Ministerio del Ambiente de Ecuador (YE et al., 2017, p.720) especificada en el Acuerdo Ministerial N°142. En la REE en promedio anual se producen 703,85 ton aproximadamente de catalizador agotado de FCC, a escala global más de 400.000 ton anuales y en la actualidad no existe tratamiento específico para el proceso final de estos residuos (catalizadores agotados) (Alvear, 2017, p.35).

El catalizador agotado de FCC en su formulación contiene: metales, óxidos metálicos, sulfuros metálicos y soportes inorgánicos (por ejemplo: Ti), que son contaminantes al medio ambiente (Boutillier, Fourmentin y Laperche, 2022, p. 1019), debido a que el catalizador se ensucia con otros metales y al ser desechado al medio ambiente provoca su contaminación, por esto la necesidad de recuperar metales presentes en el catalizador después de su uso en la REE.

1.2 Objetivos

1.2.1 *Objetivo general*

Establecer la efectividad del proceso de Lixiviación en la recuperación de titanio a partir de catalizadores gastados de la unidad de craqueo catalítico fluidizado (FCC) de la Refinería Estatal de Esmeraldas (REE), mediante la evaluación en base a los agentes de lixiviación.

1.2.2 Objetivos específicos

- Cuantificar las propiedades físicas y químicas de los catalizadores gastados de la unidad de FCC de la REE.
- Seleccionar el agente lixivante que permita mayor porcentaje en la recuperación de titanio en función de la lixiviación con ácidos orgánicos e inorgánicos.
- Determinar las condiciones óptimas para la obtención del mejor rendimiento en la recuperación de titanio.

1.3 Justificación

Debido a los objetivos ambientales descritos en nuestra sociedad, es un requisito la regeneración y el reciclado total de metales de forma sostenible y económica en la industria de los metales. La presente investigación tiene como objeto dar una alternativa para el uso final de estos catalizadores agotados de FCC de la REE, mediante la recuperación de Ti. Teniendo en consideración que estos desechos mencionados no presentan ningún tratamiento, el siguiente estudio se plantea como una alternativa sustentable e innovadora para contribuir con la disminución de la problemática que involucra el manejo de estos para su disposición final (Sánchez et al., 2021, p.1445).

La forma tradicional de eliminar catalizadores usados es el vertedero que no es respetuoso con el medio ambiente, provocando contaminación en aguas marinas y subterráneas (Chiranjeevi et al., 2016, p.617). El tratamiento de metales con el objetivo de su recuperación a base de catalizadores agotados ha llamado cada vez más la atención, donde el grado de interés e investigación en esta área se relaciona directamente con la variación de costos en el mercado de manera que estos pueden ser tratados para la recuperación de metales importantes en la industria como el Ti. (Alonso et al., 2008, pp.65-67).

Las características metalúrgicas del metal de Ti hacen que sea la principal alternativa para los usos y aplicaciones en la industria envolviendo productos de: procesos químicos, industriales, marinos, de consumo y médicos. Se muestra como una alternativa factible la recuperación del Ti al ser un elemento necesario en la industria por su alta demanda y elevado precio en el mercado permitiendo la disminución del depósito incontrolado de catalizadores agotados en vertederos. (Akcil et al., 2015, pp. 265-276).

Hasta la actualidad hay dos métodos principales para la extracción de metales que son: hidrometalúrgico y pirometalúrgico (Alonso et al., 2008, p.58). El presente trabajo se enfocará en el

hidrometalúrgico. Por lo que se pretende utilizar como variables del proceso de lixiviación selectiva: ácidos inorgánicos (sulfúrico (H_2SO_4), nítrico (HNO_3) y clorhídrico (HCl)) también ácidos orgánicos como (cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) y tartárico ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$), mediante la recuperación del Ti se pretende demostrar la viabilidad del mejor agente de lixiviación en base a sus variables.

1.4 Hipótesis o pregunta de investigación

Mediante el proceso de lixiviación se obtiene un mayor porcentaje de recuperación con el uso de ácidos inorgánicos como agente lixivante, que con el uso de ácidos orgánicos.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes de investigación

Debido a sus altos precios de mercado, la producción de procesos hidrometalúrgicos nuevos o actualizados para el alejamiento de metales no ferrosos y metales preciosos ha sido de creciente interés junto con diversas aplicaciones industriales. Hasta la actualidad existen varias investigaciones realizadas para recuperar elementos metálicos de interés mediante catalizadores agotados pertenecientes a las unidades de FCC, como es el caso de la autora (Barrera, 2015, p.15) quién investigó mediante ensayos a nivel de laboratorio el proceso de lixiviación ácida a base del residuo (catalizador agotado) proveniente de unidad de FCC (unidad de la refinería de Esmeraldas) con el fin de recuperar metales: Vanadio (V), Molibdeno (Mb) y Níquel (Ni), mediante la caracterización física, química y mineralógica determinó la cantidad de elementos que hay en la materia prima, utilizó diversas metodologías óptimas en experimentos de lixiviación usando: ácidos inorgánicos (H_2SO_4 , HCl, HF, HNO_3), ácidos orgánicos ($C_2H_2O_4$, $C_6H_8O_7$, $C_4H_6O_6$) y bases (NaOH y H_2O_2) (Barrera, 2015, p.17).

La autora (Barrera, 2015, p. 20) trabajo con las siguientes variables: concentración del agente de lixiviación, tamaño de partícula, tratamiento térmico o calcinación de la muestra, porcentaje de sólidos y tiempo de la lixiviación, obteniendo resultados elevados de recuperación del: 70 % de Ni, 67 % de Va y 56 % de Mb trabajados sin previo tratamiento térmico, con una concentración de 250 g/L de ácido sulfúrico y 10 % de sólidos con un tamaño de partícula de 106 μm durante 3 horas (Barrera, 2015, p.20).

Basándose en la investigación anterior el autor (Sánchez, 2017, p.44) se concentró en un solo elemento con mayor cantidad e importancia dentro de la composición química elemental del catalizador agotado, evaluó la recuperación del óxido de lantano, elemento con alta presencia dentro del catalizador haciéndolo susceptible de recuperación utilizando la metodología planteada por (Barrera, 2015, p.25) para el proceso de lixiviación ácida, el autor utilizó tres agentes de lixiviación: ácido clorhídrico, ácido nítrico y ácido sulfúrico, variando la concentración de la solución ácida, incidencia del porcentaje de sólidos y la influencia del tiempo de lixiviación.

Obteniendo como resultado elevados porcentajes del óxido de lantano con el 93,7 % de recuperación al trabajar con el HCl como agente de lixiviación de acuerdo con ensayos realizados

por el autor a una concentración de 2 M por 24 horas y con un contenido de sólidos del 10 % (10g de muestra).

Dentro de las caracterizaciones químicas realizadas por autores (Barrera, 2015, p.30) y (Sánchez, 2017, p.49), se ha comprobado la existencia de varios metales de interés contenidos dentro del catalizador agotado de FCC, con altos y bajos porcentajes, como el Ti que se encuentra en un porcentaje alto siendo susceptible para su recuperación, en este proyecto de investigación se verá la viabilidad de la recuperación de Ti, misma que aún no se ha realizado en ninguna otra investigación utilizando como materia prima el catalizador agotado de FCC de la REE.

2.2 Referencias teóricas

2.2.1 Refinería Estatal de Esmeraldas

La Refinería Estatal de la ciudad de Esmeraldas se encuentra a 3,8 km de distancia del Océano Pacífico en el sector noroccidental del país provincia de Esmeraldas - Ecuador. Petroecuador es la compañía petrolera nacional encargada del correcto funcionamiento de la refinería que fue construida en los años de 1975 - 1977 con el fin de procesar 55 mil barriles diarios de petróleo, alrededor de los 20 años posteriores a su creación la refinería progreso con las unidades de operación con el objetivo de aumentar a 110 mil barriles diarios (OBSERVATORIO ANTICORRUPCIÓN, 2020).

La REE carga 110.000 barriles por día siendo la principal planta procesadora de petróleo en el Ecuador, produciendo a través de sus diferentes unidades combustibles como: gasolinas de alto octano, diésel, gas de uso doméstico y asfaltos para todo el país, gracias a estos procesos en la actualidad se producen el 50 % de residuos (Fuel Oil) y un 50 % de productos ligeros (gasolina, diésel y GLP) (OBSERVATORIO ANTICORRUPCIÓN, 2020).

En la Ilustración 2-1. se muestra el esquema del procedimiento que se ha llevado a cabo para el refinamiento del crudo, con el propósito de la obtención de algunos derivados que produce la REE, Petroecuador (EP).

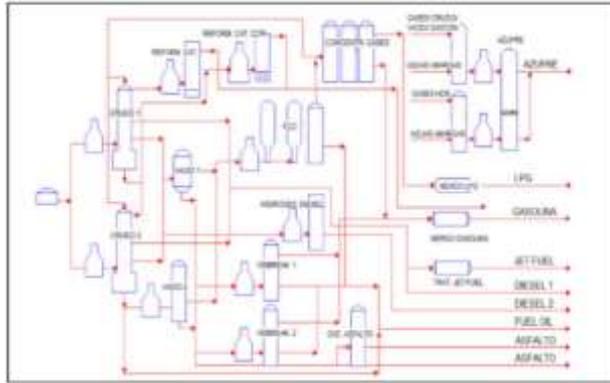


Ilustración 2-1: Diagrama de Procesos de la REE.

Fuente: (Quiñonez, 2015, p.55).

La refinería consta de varias unidades para el procesamiento del crudo dentro de las cuales se encuentra la Unidad Catalítica 1 donde se realiza el Cracking Catalítico Fluidizado (FCC).

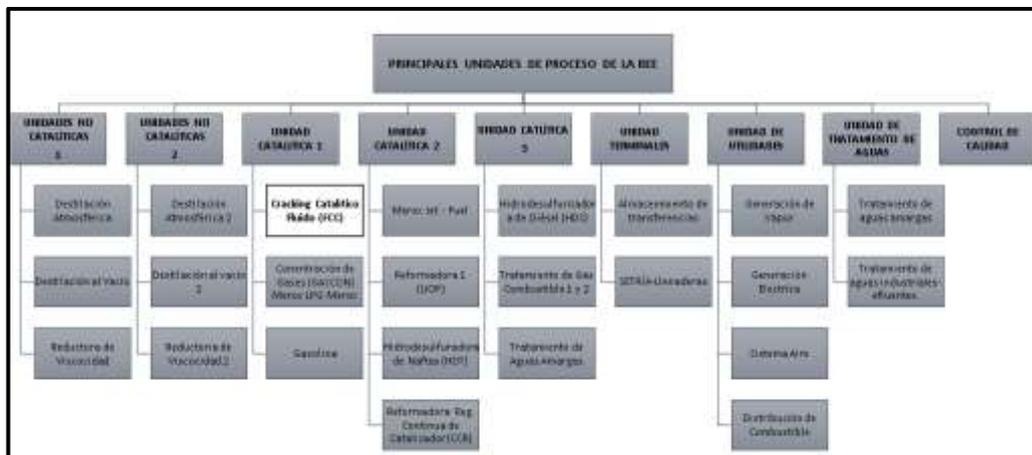


Ilustración 2-2: Principales unidades de proceso en la REE.

Fuente: (Quiñonez, 2015, p.80).

2.2.2 Unidad de craqueo catalítico fluidizado (FCC)

La unidad de operación de FCC, unidad sustancial en la REE; por tanto la obtención del gasóleo que se da en las Unidades de Destilación al Vacío gracias a la ayuda de la acción de un catalizador y la temperatura, es transformado en gasolina de alto octano y el LPG como productos de alto valor económico (Quiñonez, 2015, p.79).

La unidad de Fraccionamiento Catalítico Fluidizado funciona con el fin de procesar el crudo mediante la desintegración a elevada temperatura para transformar los hidrocarburos pesados en otros más livianos de cadenas más cortas, pero con un valor económico más elevado gracias a la acción de un catalizador o aplicación del calor. Las unidades de FCC se desarrollaron inicialmente para convertir la materia prima de bajo valor en gasolina, pero al aumentar la demanda de algunos de sus subproductos como el propileno, han realizado algunas

modificaciones en el proceso y en la unidad para que se logre ese objetivo (Akah, Williams y Ghrami, 2019, p.445).

La unidad, el proceso y los catalizadores de FCC fueron actualizados y rediseñados para producir propileno como coproducto en lugar del subproducto (Akah y Al-Ghrami, 2015, pp. 2-5). El empleo de un catalizador en una reacción de craqueo también puede proporcionar la posibilidad de ajustar la selectividad del producto, como el aumento de la selectividad del propileno en lugar del etileno (Rahimi y Karimzadeh, 2011, pp.1-17).

El proceso de FCC fue diseñado inicialmente para producir gasolinas mediante la mejora de materias primas de bajo valor, como el gasóleo al vacío y residuos atmosféricos. Las materias primas más ligeras como la nafta necesitan una temperatura de craqueo relativamente más alta que las materias primas más pesadas debido a la flexibilidad del proceso de FCC, las condiciones de manipulación y el tipo de catalizadores se pueden cambiar de acuerdo con el tipo y la calidad de la materia prima a utilizarse (Akah y Al-Ghrami, 2015, p.10).

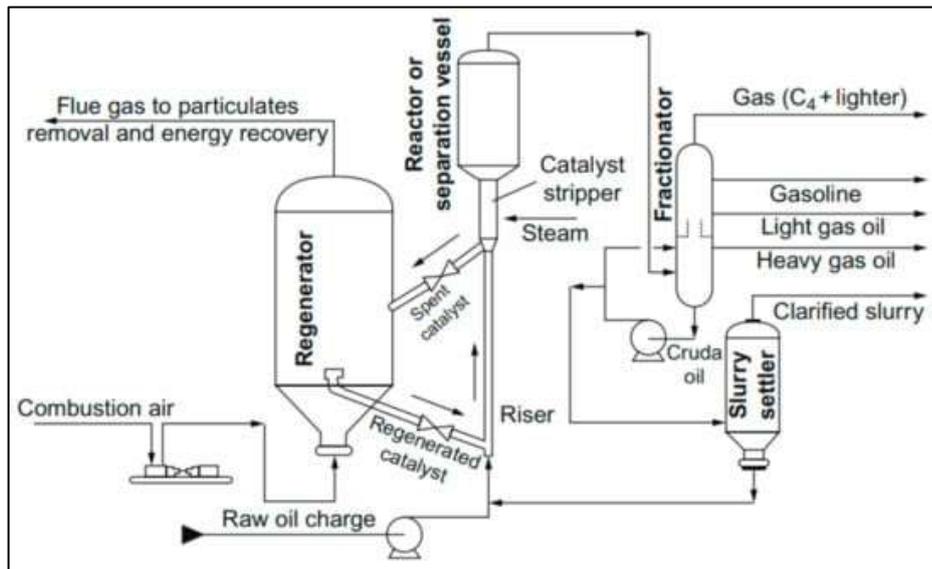


Ilustración 2-3: Esquema del reactor de craqueo catalítico fluido.

Fuente: (Gholami et al., 2021, p.1089).

En el proceso de FCC el material del catalizador caliente se ventila con aire o materia prima precalentada que se encuentra en la parte inferior del reactor provocando el movimiento ascendente del catalizador a través de las tuberías; por lo que una materia prima vaporizada y un catalizador fluidizado avanzan simultáneamente hacia una cámara reacción donde el catalizador forma lechos y se producen las reacciones de agrietamiento (Vogt y Weckhuysen, 2015, p.7350).

La reacción de craqueo y la formación de gases dan como resultado: la expansión de la mezcla de reactivos, la mezcla de la materia prima y el catalizador que se transportan rápidamente hacia

el reactor ascendente hasta la parte alta del reactor donde se disminuye la temperatura a unos 500 °C debido a la naturaleza endotérmica del proceso de craqueo catalítico (Vogt y Weckhuysen, 2015, pp.7360-7363).

Los vapores agrietados pasan a través del ciclón colocado en la cámara de reacción (sección superior) y catalizadores gastados se separan de los vapores agrietados utilizando la fuerza centrífuga. Luego los vapores agrietados limpios se fraccionan en productos como: gasolina, gasóleos pesados y ligeros agrietados, durante el proceso de craqueo los catalizadores se contaminan con coque, y el coque depositado en catalizadores se elimina quemándose en el regenerador (Vogt y Weckhuysen, 2015, p.7367).

Los catalizadores regenerados lo añaden al catalizador nuevo para ser utilizados nuevamente en el proceso de FCC cuya temperatura en el regenerador puede alcanzar los 760 °C, el calor de los catalizadores en la entrada de la cámara de reacción es suficientemente alto para la evaporación de la alimentación fresca antes de entrar en el reactor (Vogt y Weckhuysen, 2015, p.7369).

Las altas capacidades que tiene una unidad de FCC y su efecto positivo en la economía general de la refinería la han convertido en un objeto esencial en la innovación para investigadores que han hecho más esfuerzos en el rediseño de las unidades de FCC con el fin de mejorar la producción de olefinas (Gholami et al., 2021, p.1089).

2.2.3 Catalizador de FCC

Estos catalizadores se encargan de la disminución de la energía de activación y la temperatura de función del agrietamiento rompiendo los enlaces C-C, la selectividad a los productos deseados mejora mediante el uso del catalizador adecuado en la reacción donde la regeneración de catalizador ayuda a eliminar el coque formado durante el proceso del craqueo (Akah, Williams y Ghrami, 2019, p.441).

El diseño y el funcionamiento de la unidad de FCC están influenciados por el tipo de catalizador que se utiliza en el proceso existiendo tres grupos diferentes de catalizadores disponibles: catalizadores ácidos, catalizadores básicos y catalizadores de óxido de metales de transición (Gholami et al., 2021, p.1089).

Los catalizadores de FCC consisten en un componente activo generalmente zeolita con: una matriz como sílice-alúmina amorfa, un aglutinante como la arcilla de bentonita y un relleno para proporcionar un catalizador de resistencia física. El catalizador consiste en partículas esféricas que son apropiadas para ser utilizadas en un reactor de circulación fluidizada, las partículas esféricas contienen grandes poros y huecos necesarios para el transporte masivo de las materias primas pesadas cuya matriz ayuda a las funciones catalíticas y físicas (Perego y Millinib, 2013, p.10).

La calidad del producto, la selectividad del catalizador y la resistencia del catalizador a los venenos pueden verse afectadas por la matriz debido a que las funciones físicas de la matriz proporcionan una estructura porosa que permite que los hidrocarburos se difundan dentro y fuera de las microesferas del catalizador: actuando como un medio de transferencia de calor, proporcionando integridad de partículas y resistencia al desgaste (Akah, Williams y Ghrami, 2019, pp.447-448).

Los materiales a base de zeolita son ampliamente utilizados en las industrias para la adsorción y las reacciones catalíticas: incluida la refinación de petróleo, productos petroquímicos y el control de la contaminación (Perego y Millinib, 2013, pp.13-15).

2.2.4 Titanio (Ti)

2.2.4.1 Historia

El primer mineral de Ti fue encontrado en una arena negra denominada menacanita, el Ti fue descubierto en los años de 1791 en la ciudad de Cornualles gracias al reverendo William Gregor, quién se encargó de su análisis y deducción de las características físicas y químicas en la composición de esta arena que contenía óxidos de hierro y un metal desconocido para la época (Ti), dato curioso que fue informado a la Royal Geological Society of Cornwall. En los años de 1795 el científico alemán Martin Heinrich Klaproth de Berlín realizó su investigación sobre el mineral rojo conocido como Schörl perteneciente a Hungría (Boutillier, Fourmentin y Laperche, 2022, p.1034).

El mineral rojo es una forma de rutilo (TiO_2) y Klaproth al darse cuenta de que estaba compuesto por el óxido de un elemento previamente desconocido lo denominó Ti, luego de informar sobre el nuevo elemento descubierto por Gregor, se realizó la investigación de la menacanita confirmando que también contenía Ti, no fue hasta el año de 1910 que M. A. Hunter quién se encontraba trabajando para el General Electric en los Estados Unidos de América, fue el responsable de preparar el metal de Ti puro mediante el calentamiento del tetracloruro de Ti conjuntamente con el metal de sodio (Boutillier, Fourmentin y Laperche, 2022, p.1045).

2.2.4.2 Apariencia

Un metal duro, brillante y fuerte (Boutillier, Fourmentin y Laperche, 2022, p.1065).

2.2.4.3 Usos

El Ti con características menos densas que el acero es igual de fuerte, característica que hace de este metal uno de los más sustanciales para la formulación de aleaciones con varios elementos, incluidos el aluminio, el molibdeno y el hierro (Koizumi et al., 2019, p.266).

Gracias a su elevada capacidad para soportar extremas temperaturas y a su baja densidad, se utiliza en mayor cantidad dichas aleaciones en la fabricación de aviones tanto para las naves espaciales y sobre todo los misiles, además que se utilizan en la fabricación de herramientas para: golf, computadoras, electrodomésticos, bicicletas, muletas, etc. y sin fin de materiales para el uso cotidiano de la humanidad (Koizumi et al., 2019, p.267).

Otra característica del Ti que lo hace sustancial en la fabricación de equipos es su alta capacidad de evitar la corrosión; las tuberías hechas de Ti sirven para las centrales eléctricas siendo fuertemente utilizadas en el sector de condensadores, en el agua de mar también se realizan aplicaciones de este metal en plantas de desalinización, en la protección de cascos de barcos submarinos e infinidad de estructuras pequeñas y grandes que se encuentran con el fin de exponerlas al agua de mar, gracias a que posee una excelente resistencia a la corrosión (Koizumi et al., 2019, p.270).

El metal de Ti se conecta muy bien con el hueso humano, por lo que han encontrado aplicaciones quirúrgicas como reemplazos en articulares (especialmente articulaciones de cadera) e implantes dentales (Koizumi et al., 2019, p.270).

El mayor uso del Ti es en forma de óxido de titanio (IV). El TiO_2 se aplica ampliamente: como pigmento en pintura de casas, pintura de artistas, plásticos, esmaltes, maquillaje, protectores solares, papel, etc. Este óxido de titanio es un pigmento blanquecino brillante con un elevado poder de cobertura, igualmente se utiliza en los observatorios solares donde las temperaturas altas causan poca visibilidad, ya que posee otra gran característica para evitar la radiación infrarroja actuando como un reflector de este (Koizumi et al., 2019, p.269).

El TiO_2 se usa en protectores solares, protegiendo de los rayos UV evitando daños en la piel, además que forma parte de infinidad de productos de belleza que incluyen protección solar gracias a las nanopartículas de óxido de titanio (IV) que aparecen invisibles cuando se aplican en la piel (Koizumi et al., 2019, p. 269).

2.2.4.4 Función biológica

El Ti no tiene ningún papel biológico conocido y no es tóxico, pero el polvo fino de dióxido de titanio es un carcinógeno sospechoso (Kim et al., 2019, p.11).

2.2.4.5 Abundancia natural

El Ti es el noveno elemento más abundante en la Tierra, casi siempre está presente en: las rocas ígneas, en los sedimentos derivados de ellas, en los minerales ilmenita, rutilo, esfena, titanatos y muchos minerales de hierro (Kim et al., 2019, pp. 25-26).

2.2.4.6 Riesgo de suministro

En la Ilustración 2-1 se puede observar, los datos generales del Ti a nivel mundial como: el riesgo relativo de suministro, abundancia en la corteza, tasa de reciclado, tipo de sustitución, concentración de la producción, los productores principales del metal, los principales titulares de reservas y la estabilidad política de productores y titulares de reservas.

Tabla 2-1: Datos Generales del Ti.

> Riesgo relativo de suministro	4.8	> Top 3 productores	1. Canadá
> Abundancia de corteza (ppm)	4136		2. Australia
> Tasa de reciclado (%)	<30	> Los 3 principales titulares de reservas	3. Sudáfrica
> Sustitución	Medio		1. China
> Concentración de la producción (%)	21	> Estabilidad política del principal productor	2. Australia
> Distribución de reserva (%)	29	> Estabilidad política del máximo titular de reservas	3. India
			81.1
			24.1

Fuente: («Titanium - Element information, properties and uses | Periodic Table» 2023)

Existen diferentes métodos para la extracción de metales, hidrometalúrgicos, pirometalúrgicos y una combinación de ambos son los tres procesos principales. La pirometalurgia implica fundir y refinar el concentrado de metal y la hidrometalurgia implica extraer metales de solución acuosa (Hampton, 2021, pp. 29-67).

2.2.5 Hidrometalurgia

Es un proceso de recuperación de metales que implica reacciones químicas realizadas en soluciones acuosas u orgánicas. El proceso hidrometalúrgico ofrece varias ventajas sustanciales como: la capacidad de controlar el nivel de impurezas, bajo costo de inversión (muy adecuado para aplicaciones a pequeña escala), menor impacto ambiental y alto potencial de recuperación de metales (Krishnan et al., 2020, p.35).

Todo proceso de recuperación de metales consta de tres pasos principales:

1. Pretratamiento mecánico de desechos
2. Lixiviación de metales con un lixiviante apropiado
3. Purificación de la solución de lixiviación cargada.

El proceso hidrometalúrgico general que se utiliza se puede visualizar en Ilustración 2-4. (Krishnan et al., 2021, p.38).



Ilustración 2-4: Proceso hidrometalúrgico general.

Fuente: (Krishnan et al. 2021, p.25)

2.2.6 Lixiviación

Es una operación la cual consiste en la separación de sustancias solubles de insolubles con el fin de disolver las primeras soluciones en agua u otro solvente. La solución preparada de sustancias con las que se trabaja se coloca en un recipiente conforme al fin de ensayos, el disolvente escogido según el caso se vierte sobre la solución y el conjunto o también denominado solución pulpa se

deja reposar hasta que se obtiene una solución fuerte, esta solución fuerte pasa a ser tratada por diversos métodos dependiendo el fin para la eficaz extracción del residuo. Todo el procedimiento se repite la cantidad de ensayos necesarios según el objetivo, hasta llegar a la eliminación de la cantidad máxima deseada de materia soluble (Lenntech, 2019).

Existen dos tipos de lixiviación; la lixiviación ácida cuya característica principal es la alta selectividad entre metales útiles e impurezas y la lixiviación alcalina en medios amoniacales por el método de extracción. Los resultados mostraron que la lixiviación alcalina es un proceso específico, pero hay poca productividad general dentro de las investigaciones para la extracción de metales valiosos (Krishnan et al., 2021, p. 26).

2.2.7 Agente de lixiviación

La etapa de lixiviación es donde los residuos sólidos se convierten en iones metálicos y no metálicos libres, por lo que los agentes de lixiviación más utilizados por los investigadores son manejados para la recuperación de metales como se muestran en la Ilustración 6-4. La solubilización también consiste en la reacción con ácidos o alcalinos, ya que estudios previos han demostrado varias solubilizaciones ácidas de óxidos metálicos en desechos como cenizas de carbón y lodos de aguas residuales, lo que indica la eficiencia de la solución ácida como un buen agente de lixiviación (Lenntech, 2019).

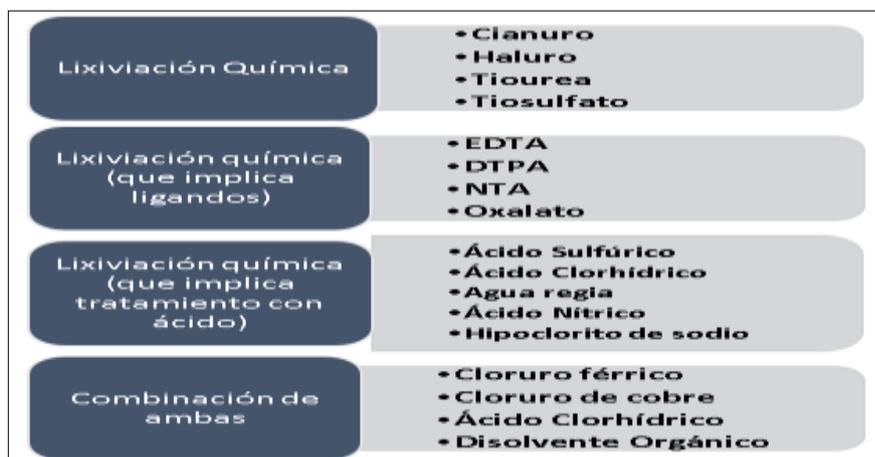


Ilustración 2-5: Agentes de lixiviación en procesos de hidrometalúrgicos.

Fuente: (Krishnan et al. 2021, p.27).

La purificación de las soluciones lixiviadas implica la separación de sólidos y líquidos mediante la disolución de las impurezas con la utilización de métodos disponibles como: la neutralización o precipitación convencional, la recristalización, la extracción con solventes, la adsorción, la separación por membrana, la reducción electroquímica, el electro obtención y el intercambio de iones antes de la recuperación de metales deseados (Shalchian et al., 2019, p. 160).

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1 Enfoque de investigación

La naturaleza del actual trabajo de investigación se basa en el enfoque cuantitativo, de esta manera generando un proceso de investigación, donde se requieren la cuantificación de las características tanto físicas como la composición química del catalizador agotado, con el fin de determinar la metodología eficaz para la recuperación de Ti mediante la preparación de soluciones ácidas con específicos porcentajes de sólidos y otras condiciones de valor variable para efectuar la lixiviación selectiva de la materia prima a trabajar.

3.2 Alcance de investigación

El nivel de investigación está basado en el tipo exploratoria-descriptiva, al ser un estudio nuevo en cuanto a recuperación de Ti a base de nuestra materia prima (catalizador agotado FCC), es muy escaso encontrar investigaciones similares, por ello, esta investigación está dirigida a explorar nueva alternativa de recuperación del metal, en consecuencia, una descripción del proceso para su obtención, después de determinar el agente de lixiviación y condiciones que influyen en la misma.

3.3 Diseño de investigación

3.3.1 *Cuasiexperimental*

El proyecto de investigación está enfocado en un diseño cuasiexperimental, debido a que se realiza la valoración de: la atribución del agente de lixiviación, la diversificación de la concentración del agente en la solución ácida, el tiempo al que se somete la lixiviación, porcentaje de sólidos (catalizador agotado), todo esto mediante diversos ensayos en base a los resultados obtenidos posterior evaluación y análisis en cada una de ellas, resultados que determinaran el proceso efectivo para una eficaz recuperación del Ti con un elevado porcentaje del metal de interés, para aquello se diseñó el siguiente procedimiento experimental como se describe en el siguiente esquema.

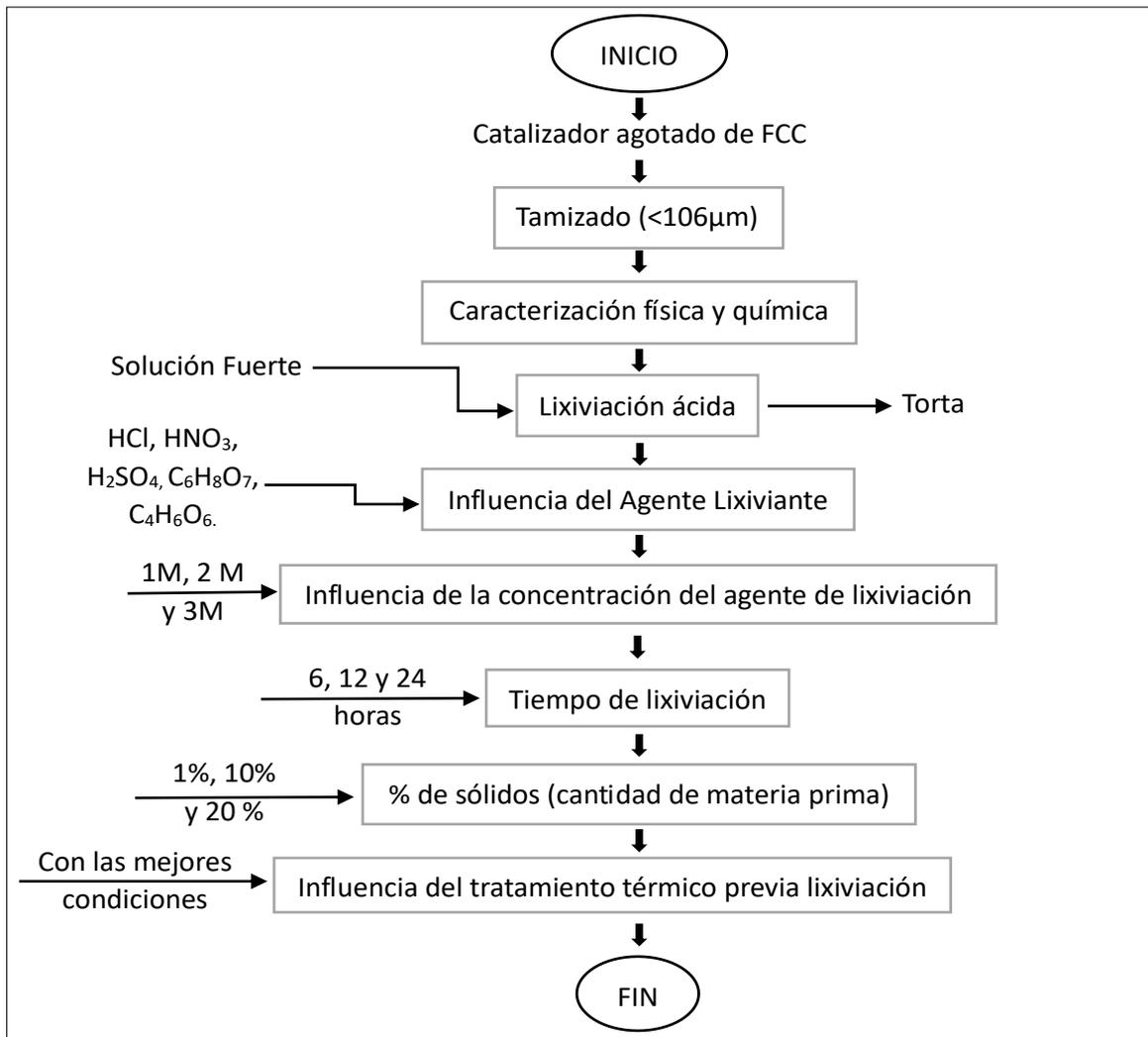


Ilustración 3-1: Proceso aplicado para la obtención de Ti a partir de catalizador agotado de FCC.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

3.4 Tipo de estudio

Esta investigación tiene como tipo de estudio experimental, ya que, para el proceso de recuperación de Ti, se necesita un control óptimo de las variables que intervienen con el propósito de formular la metodología adecuada en la recuperación de Ti mediante la materia prima considerados como residuos sin ser modificados. La finalidad del estudio es investigar el procedimiento y un método adecuado para la obtención del Ti, para su posterior aprovechamiento en el ámbito industrial y beneficio ambiental.

3.5 Metodología, técnicas e instrumentos de investigación.

Para el perfeccionamiento del presente trabajo de investigación se utiliza como materia prima el catalizador agotado de FCC que corresponde a la Refinería Estatal del Ecuador, previamente para

la cuantificación de la composición química y física se pasó el catalizador agotado por la malla # 20 para separar los sólidos más grandes como piedras e impurezas de la materia prima, y trabajar con mayor eficiencia.

3.5.1 Caracterización física del catalizador agotado de FCC

3.5.1.1 Análisis granulométrico

En el análisis granulométrico se realizó la separación de forma mecánica mediante la metodología estandarizada de Tamices Tyler de acuerdo con la Norma ISO 565. Para el resultado del análisis granulométrico se utilizó una columna de tamices apilados, empezando con un tamiz de abertura 38 μm y culminado con la apertura de 850 μm , el tamiz de número de malla más grande es colocado en la última parte de la columna malla #20, cada tamiz en la columna tiene una malla inferior a la que se encuentra por encima de la otra, donde en un recipiente adecuado se recolecta la muestra más fina que se encuentre dentro del catalizador agotado, recipiente que se colocó al inicio de la columna debajo del tamiz más fino.

Tabla 3-1: Serie de tamices utilizados para el análisis granulométrico.

Malla #	Abertura (μm)
20	850
40	425
50	300
60	250
80	180
100	150
150	106
230	63
270	53
325	45
400	38

Realizado por: LLangoma, Jessica, 2023.

Una vez finalizado se pesó la muestra que quedó en cada tamiz según su tamaño de partícula, registrando los resultados conseguidos, con los datos obtenidos se construyó la curva granulométrica; además de encontrar el d_{80} (80 % del catalizador agotado) para la determinación del tamaño de partícula del catalizador agotado.

Se vertió en la cabeza de la columna de tamices una muestra de 200 g de catalizador pulverizado agotado de FCC, se cubrió la parte superior y se empezó a tamizar manualmente con movimientos verticales sobre una superficie plana y estable, hasta que al fondo cayó el material con el tamaño de partícula más pequeño.

3.5.1.2 Densidad (ρ) aparente del catalizador agotado de FCC

Para la determinación de la ρ aparente del catalizador agotado se utilizó una probeta de 10 ml, previamente lavada, se añadió 4 ml de agua destilada en la probeta, posteriormente fue pesada 1 g de muestra del catalizador agotado, con la ayuda de un vidrio reloj en la balanza analítica EXPLORER, para luego colocar la muestra en la probeta; finalmente se registró el volumen obtenido para el cálculo de la ρ aparente.

3.5.1.3 Densidad real del catalizador agotado de FCC

Para la determinación de la ρ real se realizó el ensayo mediante la metodología del picnómetro conforme la Norma INEN NTE 0856:2010, se comenzó por pesar el picnómetro en la balanza analítica EXPLORER registrando el resultado, luego se añadió 1 g de muestra de catalizador agotado en el picnómetro y se pesó, posteriormente se añadió agua al picnómetro con la muestra y nuevamente se registra su peso. Luego se lavó y se secó el picnómetro, finalmente se llenó el picnómetro con agua destilada al desborde y tapando de manera que no quede ninguna burbuja de aire, se pesó y se registró el dato para la determinación de la ρ real del catalizador agotado.

3.5.2 Caracterización química del catalizador agotado de FCC

Mediante una muestra de 10 g del catalizador agotado de FCC se determinó la composición química elemental mediante el análisis químico en el equipo S8 TIGER, el espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos X (XRF), utilizando el programa Spectra Pluss, donde la muestra fue analizada mediante pastilla prensada por lo cual los resultados obtenidos son semicuantitativos.

3.5.3 Influencia del agente de lixiviación

Para estos ensayos en el proceso de recuperación de Ti se utilizó la metodología de lixiviación ácida según (Barrera, 2015, p.106) y (Sánchez 2017, p.50) para lo cual se trabajó con el tamaño de partícula menor a $106\mu\text{m}$ del catalizador agotado, en primer lugar se evaluó y determinó la

influencia del agente de lixiviación, para ello se prepararon soluciones ácidas estableciendo valores constantes como la concentración que se trabajó a 2 M y el volumen de la solución a 100 ml, para lo cual se realizaron los cálculos respectivos con los cuales se determinó a cantidad necesaria para la preparación de las soluciones con los siguientes ácidos inorgánicos (clorhídrico, nítrico y sulfúrico) y ácidos orgánicos (cítrico, tartárico y oxálico).

Una vez ya preparadas las soluciones se procedió al proceso de lixiviación, para lo cual se estableció las condiciones de trabajo de los siguientes valores constantes: porcentaje de sólido (10 %) y tiempo de lixiviación (24h), se trabajó con un matraz erlenmeyer de 250 ml, al cual se añadió la solución de ácido clorhídrico a 2 M y al 1 % de porcentaje de sólidos que representa 1 g de muestra, enseguida se tapó la boca del matraz con parafina de manera que no exista abertura alguna, ya que en la reacción surgen gases que puede escaparse influyendo en los resultados de la recuperación del metal de interés.



Ilustración 3-2: Solución de HNO₃ con 1 % de sólidos.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

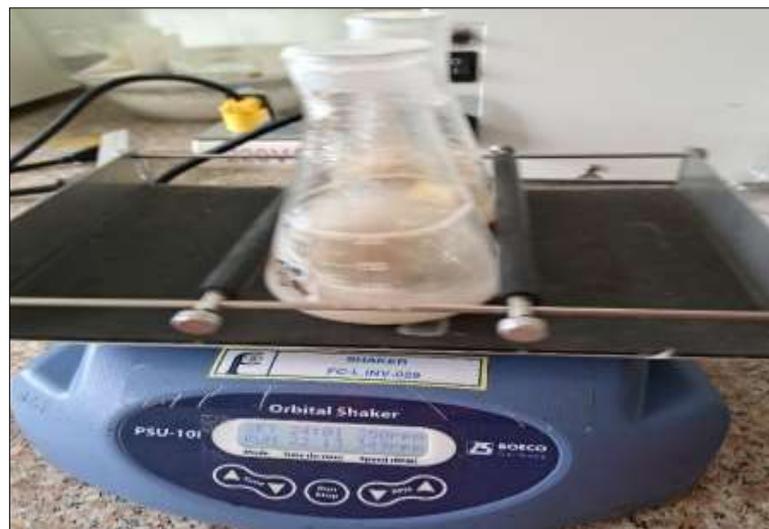


Ilustración 3-3: Proceso de agitación durante 24h a 350 rpm.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Una vez finalizado el tiempo de lixiviación se procedió con la filtración de las soluciones de lixiviación, para ello se ocupó el equipo de filtración al vacío como se puede observar en la siguiente Figura., además se trabajó con el papel filtró EZ PAK 081 de $0,45\mu\text{m}$ de abertura y 47 mm de diámetro, para una mejor filtración debido a que el catalizador posee el tamaño de partículas de menor al tamaño de abertura de un papel filtro normal, dejando pasar sólido a la nueva solución filtrada, de tal manera que se dificulta la lectura del análisis químico en la determinación de la cantidad de Ti.



Ilustración 3-4: Equipo de filtración.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023



Ilustración 3-5: Papel filtro de $45\mu\text{m}$

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Para la filtración se utilizó la Bomba de vacío BIOBASE VC100 (GM-1 0P) con el sistema de escape de refrigeración automática, utilizando como parámetros de vacío 1000 mbar y una presión de $0,06\text{ MPa}$, gracias a la utilización de este equipo se reduce el tiempo de filtración consiguiendo un rendimiento con mayor eficiencia.



Ilustración 3-6: Bomba de vacío BIOBASE VC100 (GM-1 0P).

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Por último, una vez finalizada la filtración quedó la solución fuerte y la torta, con la solución fuerte se procedió a aforar con un balón de aforo de 100 ml y agua destilada, para finalmente envasar la muestra en un frasco de vidrio ámbar y sellar muy bien con la tapa de este, se repitió el procedimiento con las demás lixiviaciones: de ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido cítrico y ácido tartárico.

Ya las soluciones fuertes envasadas y debidamente etiquetas se envió al laboratorio de la Escuela Superior Politécnica Nacional para el análisis y la determinación de la cantidad de Ti presentes en dichas soluciones mediante el uso del equipo de Espectrometría de Absorción Atómica (Modelo: Analyst 300 y Marca: Perkin Elmer), una vez obtenido los resultados se pudo determinar el agente de lixiviación para la recuperación de Ti en base a la mayor cantidad de porcentaje en peso del metal, es decir mayor rendimiento de recuperación.

En las siguientes tablas 3-2 y 3-3, se exponen las condiciones de trabajo.

Tabla 3-2: Condiciones de trabajo que se emplearon para los ensayos en la influencia del agente de lixiviación con ácidos inorgánicos.

Agente lixiviante	Ácido Clorhídrico	Ácido Nítrico	Ácido Sulfúrico
Concentración del Agente de lixiviación (M)	2		
Tipo de Muestra	Catalizador Agotado de FCC (<106µm)		
Porcentaje de sólidos (%)	1		
Cantidad de muestra (g)	1		
Volumen de la solución (ml)	100		
Tiempo de lixiviación (horas)	24		
Velocidad de agitación (rpm)	350		

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Tabla 3-3: Condiciones de trabajo que se emplearon para los ensayos en la influencia del agente de lixiviación con ácidos orgánicos.

Agente de lixiviación	Ácido Cítrico	Ácido Tartárico	Ácido Oxálico
Concentración del Agente de lixiviación (M)	2 M		
Tipo de Muestra	Catalizador Agotado de FCC (<106µm)		
Porcentaje de sólidos (%)	1		
Cantidad de muestra (g)	1		
Volumen de la solución (ml)	100		
Tiempo de lixiviación (horas)	24		
Velocidad de agitación (rpm)	350		

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

3.5.4 Proceso de lixiviación ácida en base al agente de lixiviación

Para la realizar el proceso de lixiviación ácido con el agente de lixiviación determinado se procedió a variar los valores de la concentración, tiempo de lixiviación, porcentaje de sólidos y finalmente la evaluación del tratamiento térmico (calcinación) previa lixiviación.

3.5.4.1 Evaluación de la lixiviación ácida a diferente concentración

En la evaluación se varió los valores de concentración de las soluciones ácidas, estas variaciones se aplicaron con el mejor agente de lixiviación, previa evaluación de resultados de la Sección 3.5.3, para la recuperación de Ti que es este caso es el ácido tartárico. Se preparó las soluciones de ácido tartárico con las siguientes concentraciones: 1.0 M, 2.0 M, 3.0 M con 1 % de sólidos, para realizar el proceso de lixiviación utilizado previamente descrito en la Sección 3.5.3.

A continuación, se puede observar las circunstancias de trabajo que se establecieron para la efectucción de los ensayos.

Tabla 3-4: Condiciones de trabajo que se emplearon para los ensayos de lixiviación en la influencia de la variación de concentración del ácido tartárico.

Agente de lixiviación	Ácido Tartárico		
Concentración del Agente de lixiviación (M)	1	2	3
Tipo de Muestra	Catalizador Agotado de FCC (<106µm)		
Porcentaje de sólidos (%)	1		
Cantidad de muestra (g)	1		
Volumen de la solución (ml)	100		
Tiempo de lixiviación (horas)	24		
Velocidad de agitación (rpm)	350		

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

3.5.4.2 Evaluación de la influencia del tiempo de lixiviación

En la evaluación de la lixiviación ácida a diferentes concentraciones se lo realizó, en base a la mejor concentración del agente de lixiviación para la recuperación de Ti que es este caso fue la solución de 3 M de ácido tartárico.

En los ensayos siguientes se variaron las horas (6 h, 12 h y 24 h) como tiempo de lixiviación, bajo la mejor condición de concentración del ácido tartárico, trabajando de acuerdo con la metodología descrita anteriormente, con el fin de determinar acorde al porcentaje de recuperación de Ti, el mejor tiempo y a la vez visualizar la cinética de lixiviación.

Tabla 3-5: Condiciones de trabajo en la influencia del tiempo de lixiviación en los ensayos de acuerdo con el mejor agente y tiempo de lixiviación.

Agente de lixiviación	Ácido Tartárico		
Concentración del Agente de lixiviación (M)	3		
Tipo de Muestra	Catalizador Agotado de FCC (<106µm)		
Porcentaje de sólidos (%)	1		
Cantidad de muestra (g)	1		
Volumen de la solución (ml)	100		
Tiempo de lixiviación (horas)	6	12	24
Velocidad de agitación (rpm)	350		

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

3.5.4.3 Evaluación de la influencia del porcentaje de sólidos en la lixiviación ácida

En los ensayos se evaluó la atribución de ciertas cantidades de muestra como influencia en los resultados de recuperación del metal, utilizando las mejores condiciones de concentración 3 M de la solución de ácido tartárico como agente de lixiviación y tiempo de lixiviación (12 h) acorde con los resultados de la sección 3.5.4.1 y 3.5.4.2 respectivamente.

El proceso de lixiviación se realizó con diferentes porcentajes de sólidos: 1 %, 10 % y 20 % de acuerdo con el procedimiento descrito en la Sección 5.3.3. En la Tabla se muestran las condiciones de operación establecidas para los ensayos.

Tabla 3-6: Condiciones de trabajo para los ensayos en la influencia del porcentaje de sólidos (materia prima).

Agente de lixiviación	Ácido Tartárico		
Concentración del Agente de lixiviación (M)	3		
Tipo de Muestra	Catalizador Agotado de FCC (<106µm)		
Porcentaje de sólidos (%)	1	10	20

Cantidad de muestra (g)	1
Volumen de la solución (ml)	100
Tiempo de lixiviación (horas)	12
Velocidad de agitación (rpm)	350

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

3.5.4.4 Evaluación de la influencia del tratamiento térmico (calcinación) previa lixiviación ácida

Para la calcinación o tratamiento térmico del catalizador y evaluación de su influencia en el proceso de la lixiviación ácida, se trabajó con 1 g catalizador agotado con un tamaño de partícula <math><106 \mu\text{m}</math>, primero se encendió y calentó la mufla a una temperatura de

Una vez finalizado el tratamiento térmico o calcinación se procedió a realizar el proceso de lixivitaciones ácidas respectivas acorde a los excelentes valores resultantes obtenidas en las secciones anteriores, que se detallan en la siguiente tabla.

Tabla 3-7: Condiciones de trabajo para el ensayo en la influencia del tratamiento térmico del catalizador agotado previa lixiviación.

Agente de lixiviación	Ácido Tartárico
Concentración del Agente de lixiviación (M)	3
Tipo de Muestra	Catalizador Agotado de FCC (<math><106\mu\text{m}</math>)
Porcentaje de sólidos (%)	1
Cantidad de muestra (g)	1
Volumen de la solución (ml)	100
Tiempo de lixiviación (horas)	12
Velocidad de agitación (rpm)	350

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

CAPÍTULO IV

4. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

4.1 Resultados de la caracterización física del catalizador agotado de FCC

A continuación, en la Tabla 4-1 se muestran los valores obtenidos de la densidad aparente, densidad real y la granulometría d80, caracterizaciones del catalizador agotado FCC.

Tabla 4-1: Resultados de la caracterización física del catalizador agotado.

PROPIEDAD FÍSICA	VALOR
Densidad aparente (g/ml)	0,99
Densidad real (g/ml)	1,0133
Granulometría d80 (µm)	105

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

4.1.1 Resultado del análisis granulométrico

En la Tabla 4-2, se muestran los valores obtenidos del análisis granulométrico, donde se puede observar que el 86,41 % del catalizador agotado, la mayor cantidad de la muestra pertenece a un tamaño menor a 106 µm, valor que es aceptable dentro del rango establecido ya que el catalizador tiene un tamaño de partícula promedio de 75µm.

Tabla 4-2: Valores obtenidos del análisis granulométrico para la determinación del d80.

Malla (#)	Abertura (µm)	Peso retenido (g)	Retenido (%)	Retenido Acumulado (%)	Pasado Acumulado (%)
20	850	0.5871	0.30	0.30	99.70
40	425	0.3979	0.20	0.50	99.50
50	300	0.1067	0.05	0.56	99.44
60	250	0.1103	0.06	0.61	99.39
80	180	0.2130	0.11	0.72	99.28
100	150	2.3578	1.20	1.92	98.08
150	106	22.8753	11.66	13.59	86.41
230	63	134.4273	68.53	82.12	17.88
270	53	26.3956	13.46	95.58	4.42
325	45	6.3956	3.26	98.84	1.16
400	38	2.2795	1.16	100.00	0.00
TOTAL		196.1461	100	d80=	106

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

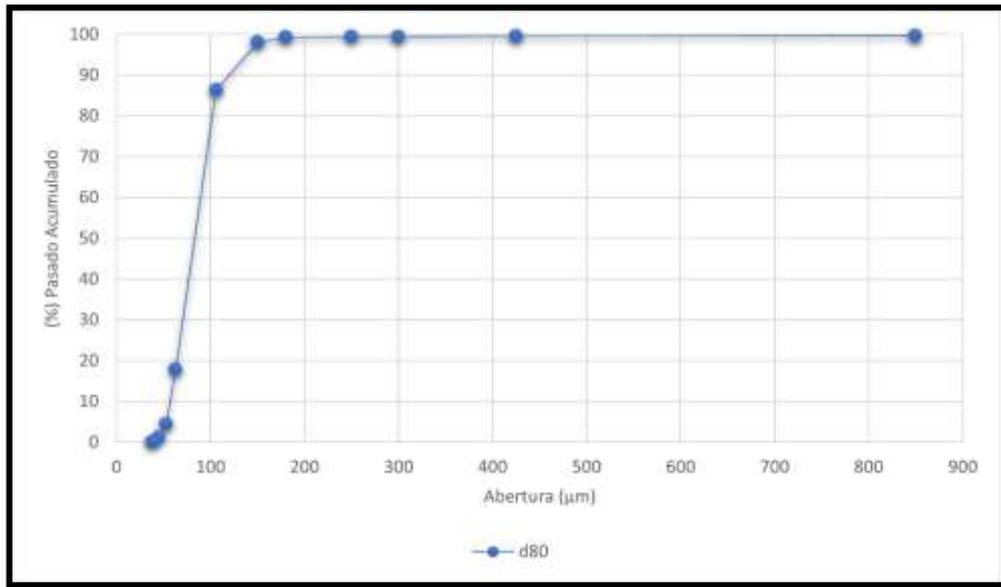


Ilustración 4-1: Análisis granulométrico del % pasado acumulado- Abertura (µm)

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

La Ilustración 4-2 muestran la curva granulométrica que indica que en el análisis realizado para el (d80) más del 80 % posee un tamaño de partícula $\leq 105\mu\text{m}$ en la muestra del catalizador agotado.

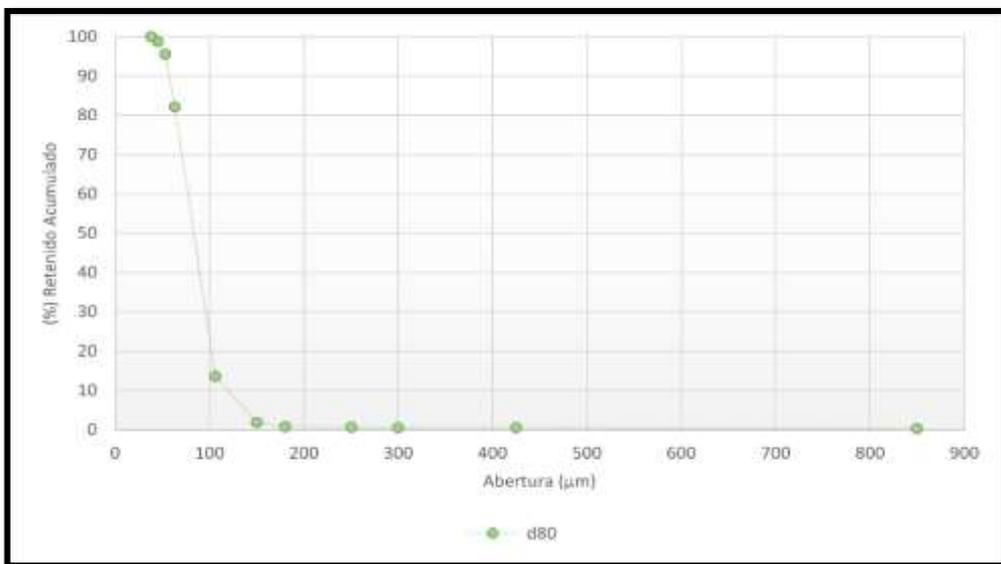


Ilustración 4-2: Análisis granulométrico del % retenido acumulado- Abertura (µm)

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

4.1.2 Cálculo de la densidad aparente del catalizador agotado de FCC

Para el cálculo de la densidad aparente se utilizó la siguiente ecuación:

$$\rho_{\text{aparente}} = \frac{m \text{ (g)}}{V_f - V_i \text{ (ml)}}$$

Ec. 1-4

Donde:

ρ_{aparente} = densidad aparente en (g/ml)

m = masa de la muestra en (g)

V_f = Volumen final en (ml)

V_i = Volumen inicial en (ml)

Datos:

Volumen inicial = 4 ml

Muestra = 1,1891g

Volumen final = 5,20 ml

Reemplazando los datos se obtiene:

$$\rho_{\text{aparente}} = \frac{1,1891 \text{ (g)}}{5,20 - 4 \text{ (ml)}}$$

$$\rho_{\text{aparente}} = \frac{1,1891 \text{ (g)}}{1,20 \text{ (ml)}}$$

$$\rho_{\text{aparente}} = 0,99 \text{ (ml)}$$

4.1.3 Cálculo de la densidad real del catalizador agotado de FCC

Para el cálculo de la densidad real se utilizó la siguiente ecuación:

$$\rho_{\text{real}} = \frac{1}{1 + \left(\frac{W_{p+a} - W_{p+m+a}}{W_{p+m} + W_p} \right)} \left[\frac{\text{g}}{\text{ml}} \right]$$

Ec. 2-4

Donde:

ρ_{real} = densidad real en (g/ml)

W_p = peso del picnómetro (g)

W_{p+a} = peso del picnómetro + agua (g)

W_{p+m} = peso del picnómetro + masa de la muestra (g)

W_{p+m+a} = peso del picnómetro + masa de la muestra + agua (g)

Datos:

W_p = 13,8011 g

$$W_{p+m} = 14,8120 \text{ g}$$

$$W_{p+m+a} = 24,1647 \text{ g}$$

$$W_{p+a} = 23,7903 \text{ g}$$

Reemplazando los datos se obtiene:

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \left(\frac{23,7903 - 24,1647}{14,8120 + 13,8011} \right)} \left[\frac{g}{ml} \right]$$

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \left(\frac{-0,3744}{28,6131} \right)} \left[\frac{g}{ml} \right]$$

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + (-0,0131)} \left[\frac{g}{ml} \right]$$

$$\rho_{real} = \frac{1}{0,9869} \left[\frac{g}{ml} \right]$$

$$\rho_{real} = 1,0133 \left[\frac{g}{ml} \right]$$

4.2 Resultado de la caracterización química del catalizador agotado de FCC

A continuación, en la Tabla 4-3, se muestran los valores de contenido en porcentaje de la cuantificación química de la composición elemental mediante espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos X (XRF) del catalizador agotado, obteniendo los siguientes resultados.

Tabla 4-3: Caracterización química del catalizador agotado de FCC.

Elemento	Símbolo	Contenido (%)
Silicio	Si	19,83
Aluminio	Al	16,78
Lantano	La	3,17
Titanio	Ti	0,67
Hierro	Fe	0,65
Magnesio	Mg	0,23
Sodio	Na	0,16
Fósforo	P	0,10
Calcio	Ca	0,09
Vanadio	V	0,08
Azufre	S	0,08
Potasio	K	0,06
Níquel	Ni	0,05
Zinc	Zn	0,04
Cerio	Ce	0,03
Cloro	Cl	0,01
Zirconio	Zr	0,01
Plomo	Pb	0,01

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

4.2.1 *Análisis de la composición química elemental del catalizador de FCC agotado*

Los valores de silicio(Si), aluminio (Al), lantano(La) y titanio(Ti) contienen el mayor porcentaje según se muestra en la Tabla 4-3, con 19,83 %, 16,78 %, 3,17 % y 0,67 % respectivamente, esto se debe a que la composición del catalizador posee una aglomeración de sílice (SiO₂) y alúmina (Al₂O₃), la variación de la presencia o ausencia de las tierras raras (RE) en los resultados que se muestran en la Tabla 4-3 se deben a que los elementos de tierras raras (RE) como el lantano y el Cerio sirven como un "puente" para estabilizar los átomos de aluminio en la estructura de la zeolita. Evitan que los átomos de aluminio se separen de la zeolita cuando el catalizador se expone al vapor a una alta temperatura en el regenerador. Una zeolita completamente intercambiada con tierras raras se equilibra a un UCS alto, mientras que una zeolita sin tierras raras se equilibra a un UCS muy bajo de aproximadamente 24,25 A°. Se pueden producir todos los niveles intermedios de zeolita intercambiada con tierras raras. La tierra rara aumenta la actividad de la zeolita y la selectividad de la gasolina con una pérdida de octanaje. La inserción de tierras raras mantiene más y mayor densidad de sitios ácidos, lo que promueve reacciones de transferencia de hidrógeno. Además, las tierras raras mejoran la estabilidad térmica e hidrotérmica de la zeolita (Hayton, 2020, pp.84-89).

Para mejorar la actividad de una zeolita, los proveedores de catalizadores agregan con frecuencia un poco de tierra raras a la zeolita como el Ti formando parte de la composición química del catalizador agotado de FCC. Cuando una refinería cambia el catalizador de FCC, a menudo es necesario determinar el porcentaje del nuevo catalizador en la unidad. Para ello se pueden usar otros marcadores químicos, incluido el Ti, para realizar dicho cálculo.

Los resultados obtenidos también se pueden expresar de la siguiente forma: Ti 6,7 g/kg, He 6,5 g/Kg, Mg 2,3 g/Kg de catalizador, etc., siendo estos valores representativos para la recuperación eficiente del metal de interés. (Hayton, 2020, p.98)

4.2.2 *Análisis de la Espectroscopia Infrarroja (IR) de la muestra del catalizador agotado de FCC.*

El espectro infrarrojo que se muestra en la Ilustración 4-3, indica las bandas de absorción de grupos funcionales que contiene la muestra del catalizador agotado de FCC, el espectro que se observa posee un número de onda en un rango de 540 a 4000 cm⁻¹.

La banda de absorción de 2881.13, 2811.70 y 2765.42 cm⁻¹, son característica del grupo funcional (OH) de alcoholes, es decir que indican un estiramiento muy ancho y una intensidad fuerte debido

a su enlace (OH). Por otro lado, la banda de absorción de 2472.29 y 2348.87 cm^{-1} son característica del grupo funcional de alquinos, indica la presencia de un triple enlace ($\text{C} \equiv \text{N}$), es decir que por su mayor momento dipolar se desplaza a frecuencias más altas y su absorción es también más aguda más notoria.

Tabla 4-4: Resultado del Análisis IR del catalizador agotado.

Bandas de absorción [cm^{-1}]	%T
2881,13	94,6343
2811,70	92,7389
2765,42	92,3487
2472,29	92,4400
2348,87	91,8819
1685,48	93, 3219
1072,23	88,4687
817,67	91,6722
755,96	91,8430
690,39	92,2900
593,97	92,1078
555,40	92,3027

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

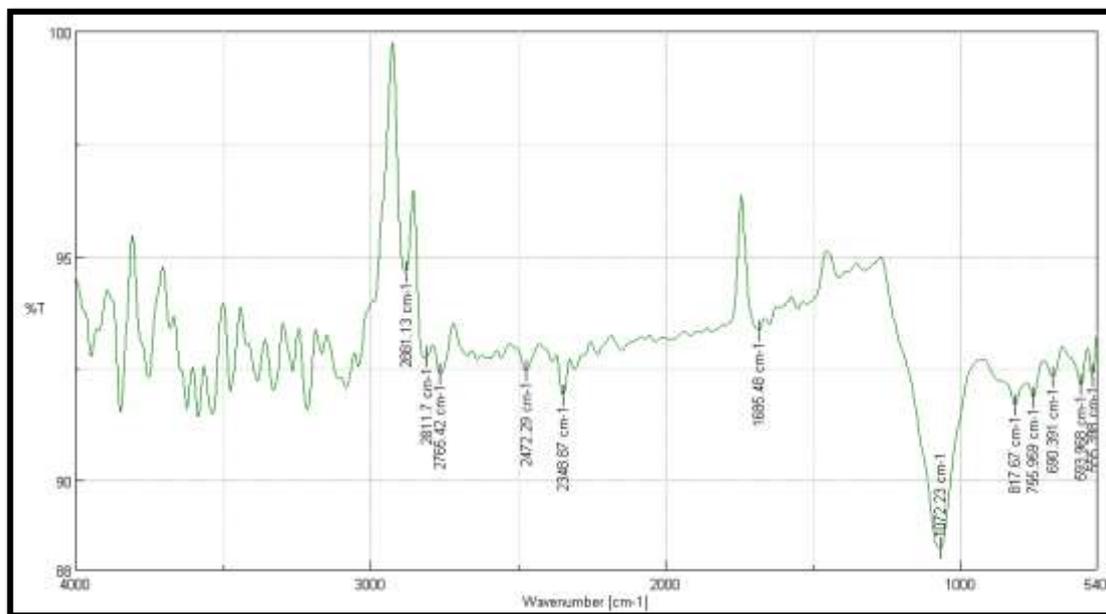


Ilustración 4-3: Espectroscopia Infrarroja (IR) del catalizador agotado.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

La banda de absorción de 1685,48 cm^{-1} , indica la presencia de un doble enlace ($\text{C}=\text{N}$, $\text{C}=\text{O}$, $\text{C}=\text{C}$), debido a que presenta una intensidad débil, se puede considerar que pertenece a un grupo de iminas y oximas ($\text{C}=\text{C}$). La banda de absorción de 1072.23, 817.67, 755.96, 690.39 y 593.97 cm^{-1}

1, corresponde a un enlace simple (C - N, C - O, C - C), el cual representa al grupo funcional (C - C), ya que muestra una intensidad débil. Finalmente, la banda absorción de 555.40 cm^{-1} representan al grupo funcional cloruro (C - Cl), el cual representa una señal débil.

4.3 Resultado de la influencia del agente de lixiviación

Para los siguientes ensayos se usaron los ácidos inorgánicos: ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico (HNO_3) y ácido sulfúrico (H_2SO_4), y los ácidos orgánicos: ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) y ácido tartárico ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$) como agentes de lixiviación, se trabajó a concentración de 2 M con un tiempo de 24 h, se operó con un porcentaje de sólidos del 1 %, donde se evaluó la recuperación de Ti, de acuerdo con el procedimiento descrito en la sección 3.5.3, determinando el agente de lixiviación más efectivo.

En las Tablas 4-5 y 4-6 se muestran los datos con los que se trabajó para la preparación de las soluciones ácidas con un volumen de 100 ml y el porcentaje de sólidos reales utilizados.

Tabla 4-5: Datos de las condiciones de trabajo para el ensayo con ácidos inorgánicos.

Agente de Lixiviación	PM (g/mol)	ρ (g/ml)	Pureza (%)	V (ml)	[M] de la solución en 100 ml	Catalizador Agotado (g)
Ácido Clorhídrico	36,458	1,19	38	16,12	2	1,0052
Ácido Nítrico	63,01	1,42	70	12,68	2	1,0039
Ácido Sulfúrico	98,079	1,83	98	10,94	2	1,0015

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Tabla 4-6-: Datos de las condiciones de trabajo para el ensayo con ácidos orgánicos.

Agente de Lixiviación	PM (g/mol)	Pureza (%)	m (g)	[M] de la solución en 100 ml	Catalizador Agotado (g)
Ácido Cítrico	210,14	97	43,3287	2,00	1,0028
Ácido Oxálico	126,07	99	25,4687	---	---
Ácido Tartárico	150,087	98	30,3806	1,99	1,0082

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

No se trabajó con ensayos de cada solución ácida a diferente concentración puesto que, en anteriores investigaciones en la recuperación de metales, en base a los resultados obtenidos se observa que para la influencia del agente de lixiviación la variación de concentración de cada solución ácida no influye versus la comparativa entre los resultados de recuperación de cada agente de lixiviación, motivo por el cual se condiciona a una sola concentración.

4.3.1 Análisis de la influencia del agente de lixiviación con ácidos inorgánicos

En la Ilustración 4-4 se muestran los resultados en porcentaje de recuperación de Ti en 1 g de muestra de catalizador, se observa que los valores obtenidos exponen porcentajes bajos de recuperación del metal en los tres ensayos, consiguiendo el 19,40 %, 20,75 % y 40,15 % en las soluciones fuertes a 2 M con ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico (HNO₃) y ácido sulfúrico (H₂SO₄), respectivamente, sin alcanzar ni el 50 % de recuperación.



Ilustración 4-4: Recuperación de Ti con lixiviación ácida de HCl, HNO₃, H₂SO₄ a 2 M, 24H y 1 % de sólidos.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Como se evidencia al trabajar con los ácidos inorgánicos a una concentración de 2 M, no interactúan en favor del Ti, siendo los menos favorables para la recuperación del Ti a partir del catalizador agotado de FCC, aun trabajando con ensayos a menores concentraciones como lo hizo la autora (Barrera, 2015, p.115), logrando recuperaciones aún menores, por lo que no se justifica la utilización de dichos ácidos, esto se debe a que el Ti en su forma elemental está en la fase termodinámicamente estable como se observa en los siguientes diagramas de Pourbaix, esto indica las condiciones de inmunidad. La región entre las dos líneas representa una zona donde el agua es estable con respecto al oxígeno y al hidrógeno. Por encima de la línea las (condiciones oxidantes), el agua se descompone por desprenderse oxígeno en forma de gas. Por debajo de la

línea (condiciones reductoras), el agua se descompone por desaparecer los protones en forma de hidrógeno gaseoso.

En los siguientes diagramas de Pourbaix se muestra que el Ti es un metal relativamente alcalino, debido a que su zona de inmunidad tiene una parte en común con la zona de estabilidad del agua. Esto significa que el Ti no podrá reducir al agua en esta área. Sin embargo, la resistencia a la corrosión del Ti depende fuertemente del pH y de la presencia de agentes de oxidación. En disoluciones ácidas y neutras, el Ti se corroe a través de la predominancia del ion Ti^{2+} . En disoluciones débiles y fuertemente alcalinas, el Ti se pasiva con formación del compuesto sólido $Ti(OH)_3(s)$ y $TiO(s)$. A potenciales muy altos, el Ti se forman los iones TiO_2^{2+} y a bajos potenciales, el Ti en su forma cristalina. por lo que se observa que no existe buena interacción ya que con el ácido clorhídrico solo tiende a formarse el ión $TiCl^{2+}$ obteniendo bajos porcentajes de recuperación, aumenta levemente con el ácido nítrico y sulfúrico ya que tiende a formar los hidruros y óxidos, con más afinidad del ácido sulfúrico con un mayor porcentaje entre los ácidos inorgánicos.

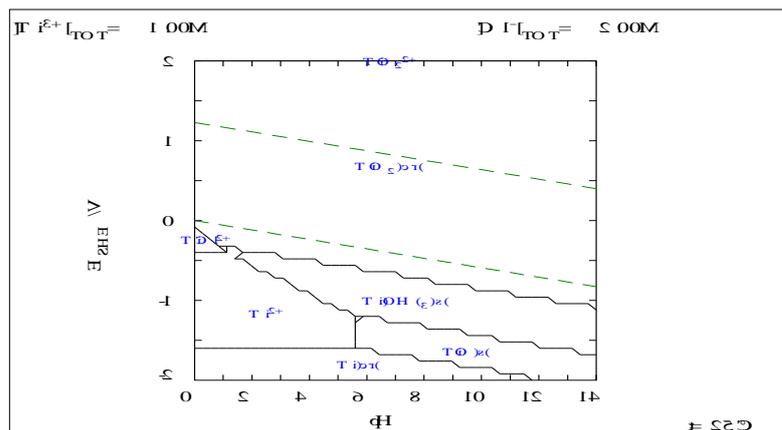


Ilustración 4-5: Diagrama de Pourbaix para Ti^{3+} y HCl a T 25°C.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

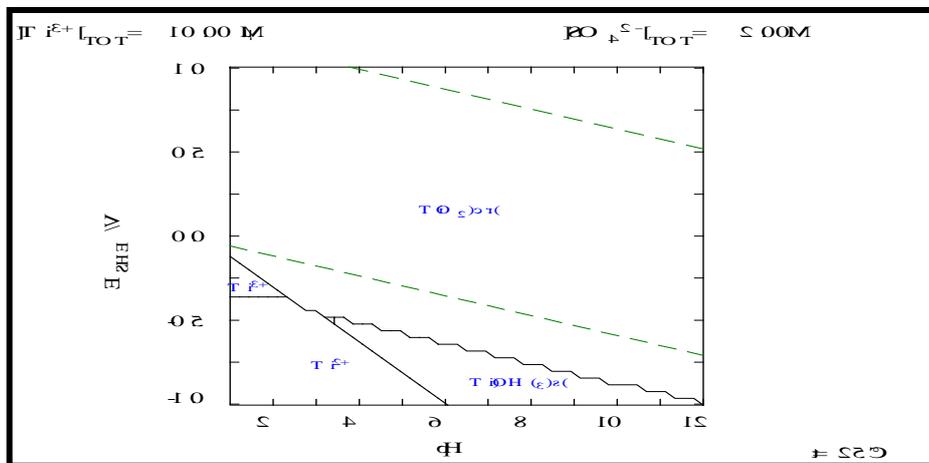


Ilustración 4-6: Diagrama de Pourbaix para Ti^{3+} y H_2SO_4 a T 25°C.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

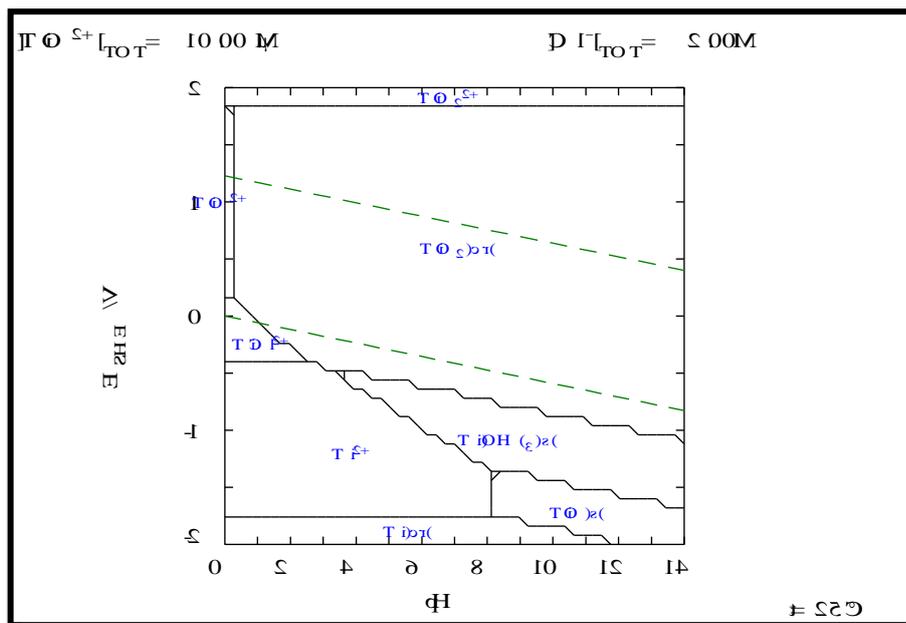


Ilustración 4-7: Diagrama de Pourbaix para TiO^{2+} y HCl a $T\ 25^\circ\text{C}$.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

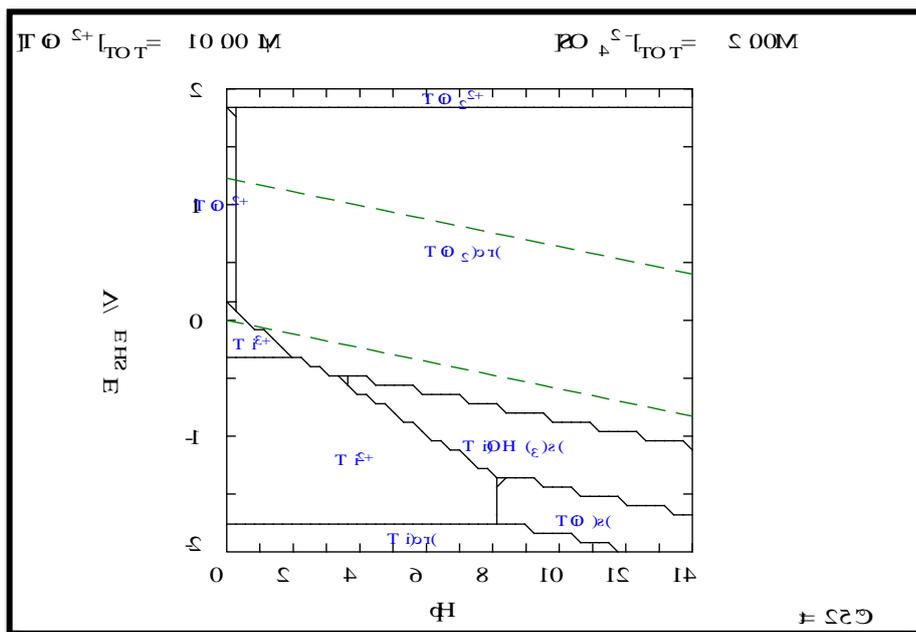


Ilustración 4-8: Diagrama de Pourbaix para TiO^{2+} y H_2SO_4 a $T\ 25^\circ\text{C}$.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

4.3.2 Análisis de la influencia del agente de lixiviación con ácidos orgánicos

Con respecto a los ácido orgánicos ocurre todo lo contrario como se puede observar en la Ilustración 14-4 que se logra superar el 50 % de recuperación del metal de interés, solo se pudo realizar ensayos con el ácido cítrico y tartárico, ya que para las condiciones establecidas para la

preparación del ácido oxálico supera los niveles de solubilidad (9.5 g/100 ml) a temperatura ambiente tendiendo a saturarse, ya que solo se puede preparar las soluciones a $T = 65^{\circ}\text{C}$ que al enfriarse se cristaliza impidiendo su manipulación, existen investigaciones que utilizan este ácido pero a concentraciones menores al 1 M que no logran un porcentaje de recuperación mayor al 50 % (Barrera, 2015, p.145).

En la Ilustración 4-9 se puede observar los resultados obtenidos de ácidos orgánicos como se evidencian son bastante elevados con un 62,24 % con Ácido Cítrico y 99,10 % con Ácido Tartárico respectivamente, a concentración de 2 M y 1 % de sólidos con un tiempo de 24 horas.



Ilustración 4-9: Recuperación de Ti con lixiviación ácida del $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ y $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ a 2 M, 24h y 1% de sólidos.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Los altos resultados obtenidos se deben a que en la estructura molecular del ácido tartárico ya este es un compuesto orgánico polifuncional donde su principal grupo funcional es el ácido carboxílico, teniendo más afinidad con el metal Ti gracias a que tiene dos grupos carboxílicos y dos grupos alcohol en una cadena de hidrocarburo lineal de longitud cuatro.

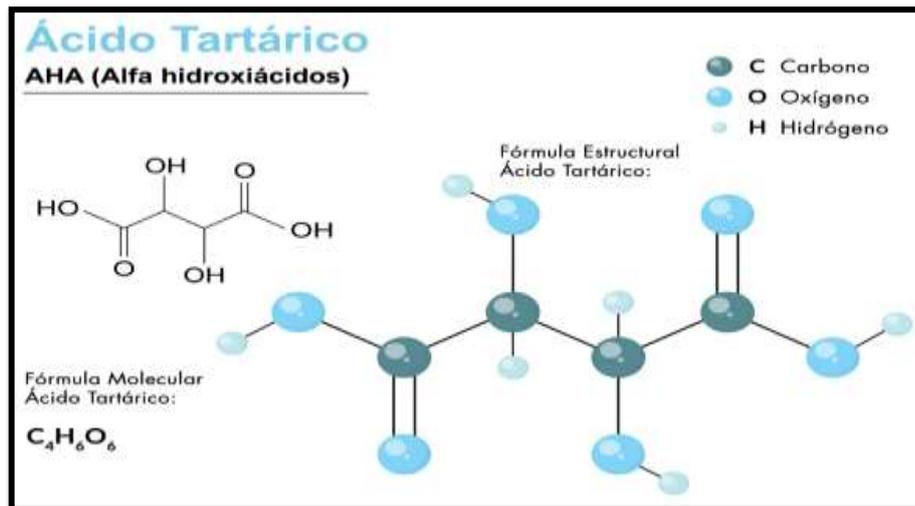


Ilustración 4-10: Formula estructural y molecular del ácido tartárico

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

También ocurre lo mismo con el ácido cítrico que es un ácido orgánico tricarbóxico, que tiene tres grupos carboxílicos y un grupo alcohol en una cadena de hidrocarburo lineal 6, siendo a fin con el Ti por el grupo alcohol, pero menos que el ácido tartárico que tiene dos grupos alcohol.

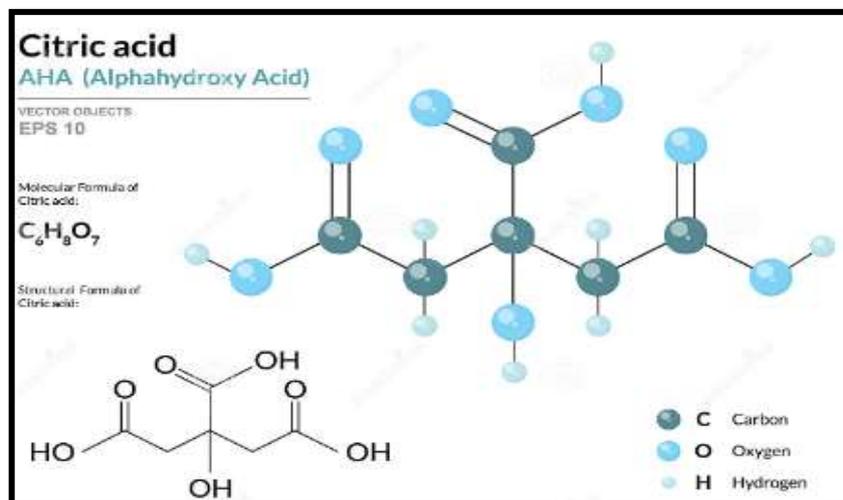


Ilustración 4-11: Formula estructural y molecular del ácido cítrico.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

4.3.3 Análisis de la influencia del agente de lixiviación en comparativa de ácidos orgánicos vs inorgánicos.

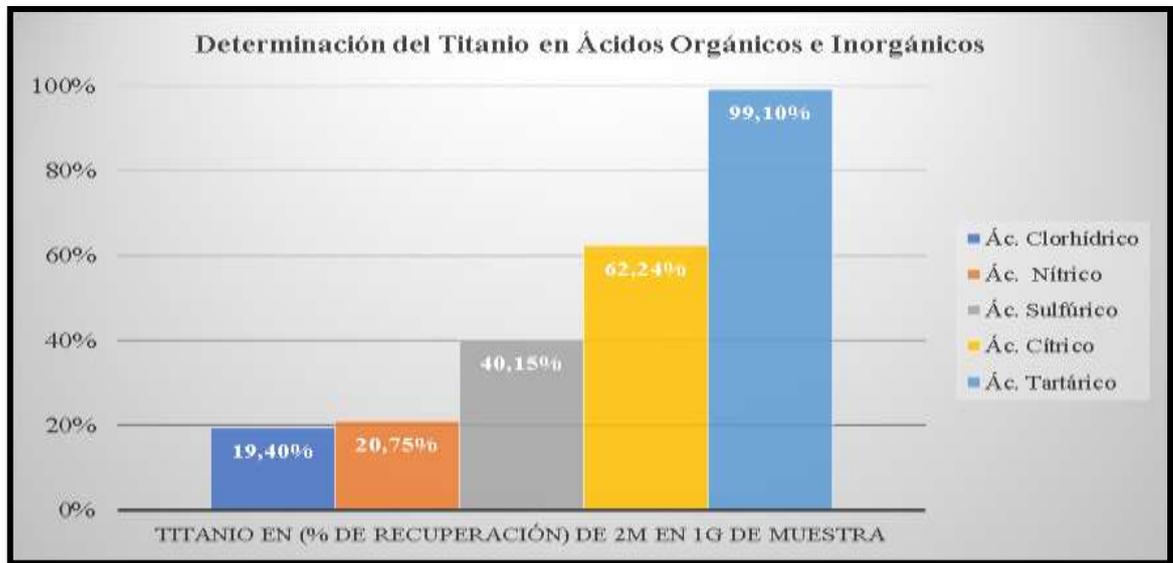


Ilustración 4-12: Recuperación (Ti) con ácidos orgánicos e inorgánicos a 2 M, 24 h y 1% de sólidos.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

En la Ilustración 4-12 se muestran los valores en conjunto de ácidos orgánicos e inorgánicos, de manera que en una comparativa entre los mismo a las condiciones anteriormente expuestas se obtiene que el mayor rendimiento de recuperación lo logramos con el ácido tartárico con un porcentaje de 99,10 % de sólidos, este valor corresponde al más alto de todos los ensayos trabajados con ácidos inorgánicos y orgánicos, esto se debe además a que el ácido tartárico posee mejores propiedades de disolución en comparación con el restos de ácidos utilizados, tendiendo mayor afinidad con el Ti debido a su estructura molecular.

4.4 Resultados de la evaluación de la lixiviación ácida

4.4.1 Resultado y análisis de la evaluación de la lixiviación ácida a diferente concentración

Para los siguientes ensayos se trabajó con el mejor agente de lixiviación el ácido tartárico a concentraciones de 1 M, 2 M y 3 M, con las siguientes condiciones: 1 % de sólidos y 24 horas como tiempo de lixiviación siguiendo el procedimiento descrito anteriormente, los resultados obtenidos se muestran en la Ilustración 25-4.



Ilustración 4-13: Porcentaje de recuperación de Ti con ácido tartárico a 1, 2 y 3 M con 1 % de sólido.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Al trabajar con una concentración de 1 M, se obtiene el 58,1 mg/L que es el 86.72 % de recuperación de Ti en 1 % de sólido, al trabajar a 2 M se obtiene el 66,4 mg/L que representa el 99,10 % y con el ensayo de 3 M se obtiene 66,8 mg/L es decir el 99,7 % en proporción a la cantidad de Ti que posee el 1 g de catalizador agotado. De acuerdo con los resultados obtenidos se puede mostrar que la mejor concentración de la solución ácida de tartárico es a 3 M, es decir que a mayor concentración mayor es la capacidad de recuperación por parte del agente de lixiviación.

Cabe recalcar la importancia de las propiedades de solubilidad que posee este ácido tartárico, a medida que se aumenta la concentración superando el 3 M, puede ocurrir la tendencia a la sobresaturación de la solución como ocurre con otros ácidos orgánicos, impidiendo la eficiencia del proceso de recuperación, pero como ya se logra llegar a la máxima capacidad de recuperación superando el 99 %, no es necesario trabajar a mayores concentraciones del ácido tartárico.

4.4.2 Resultado y análisis de la evaluación de la influencia del tiempo de lixiviación

Para la evaluación del tiempo óptimo de lixiviación se utilizaron como condiciones los resultados ya obtenidos en la Sección 4.4.1 y Sección 4.3, siendo estos los siguientes: solución de ácido

tartárico a 3 M en 100 ml con 1 % de sólidos y variando el tiempo de lixiviación 6, 12, y 24 horas como se observa en la Ilustración 4-14, acorde a al procedimiento mencionado.



Ilustración 4-14: Porcentaje de recuperación Ti con ácido tartárico a 3 M con 1 % de sólido en 6, 12 y 24 horas.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

De acuerdo con los resultados obtenidos, se observa que, trabajando en las mismas condiciones, para el porcentaje de recuperación de Ti en las 6 primeras horas se logra recuperar 59.7 mg/L que representa el 89,10 %, a las 12 horas de lixiviación se logra recuperar 66,92 mg/L es decir el 99,88 % y con el ensayo de 24 horas de lixiviación se logra recuperar el 66,8mg/L que representa el 99,70 %, el mejor resultado se obtuvo al trabajar con el tiempo de 12 horas.

Los resultados mostrados en la Ilustración 4-14, muestra que a partir de las 12 horas de lixiviación se obtienen recuperaciones casi iguales superando más del 99 % de recuperación, esto se debe a que el tiempo ya no afecta en la recuperación, por lo que las 12 horas es el mejor tiempo de lixiviación para el Ti, evitando gastos innecesarios de energía eléctrica del equipo y evidentemente el tiempo.

4.4.3 Resultado y análisis de la evaluación de la influencia del porcentaje de sólidos en la lixiviación ácida

Una vez obtenido las mejores condiciones de trabajo en las secciones anteriores para la evaluación del porcentaje de sólidos como se muestra en la Ilustración 4-15, trabajamos con el ácido tartárico a una concentración de 3 M, con un tiempo de 6 horas, variando la cantidad de catalizador agotado

trabajando con el 1 %, 10 % y el 20 %, acorde al procedimiento mencionado en la sección 3.5.3, dando como resultado lo siguiente.

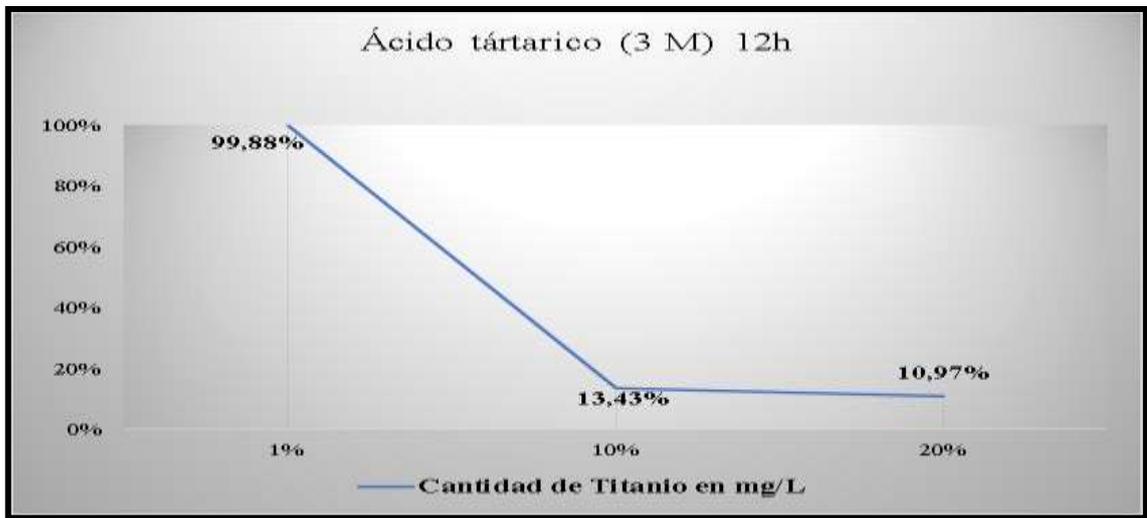


Ilustración 4-15: Porcentaje de recuperación Ti con ácido tartárico a 3 M con 1, 10 y 20 % de sólido a 12 h.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Como se observa en la Ilustración 4-15, se obtuvieron con el ensayo de 1 % de catalizador agotado el 66.92 mg/L es decir el 99,88%, con el ensayo del 10 % se obtuvo 90 mg/L que representa el 13,43 % de Ti y al trabajar con el ensayo a 20 % de sólido se obtuvo un 147 mg/L representando el 10,97 % del Ti existente en 20 g de catalizador agotado, por lo que el mejor resultado se obtuvo al trabajar con el 1 % de sólido.

Los resultados obtenidos se deben a que a medida que aumenta la cantidad del porcentaje de sólidos, aumenta la cantidad de Ti presente en la misma, por lo que al trabajar a las mismas condiciones de concentración del agente de lixiviación en este caso a 3 M, al reaccionar mediante la lixiviación existe mayor cantidad de Ti y queda cada vez menor cantidad o nada del agente de lixiviación, el porcentaje de recuperación disminuye en base a la cantidad de Ti, esto se debe a que la solución pulpa se encuentra con mayor concentrado de catalizador agotado por lo que no existe suficiente cantidad de agente de lixiviación para que estas reaccionen entre sí.

4.4.4 Resultado, interpretación y análisis de la evaluación de la influencia del tratamiento térmico (calcínación) previa lixiviación ácida



Ilustración 4-16: Porcentaje de recuperación Ti con ácido tartárico a 3 M con 1 % de sólido en 12 h, con y sin tratamiento térmico.

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

En la evaluación del proceso de calcinación o tratamiento térmico previo al procedimiento de lixiviación ácida para la recuperación de Ti se trabajó con las condiciones óptimas de acuerdo con los resultados obtenidos en los ensayos anteriores, como agente de lixiviación el ácido tartárico a una concentración de 3 M con 1 % de sólidos y 12 horas como tiempo de lixiviación.

De acuerdo con los resultados del tratamiento térmico realizado a 800 °C previa lixiviación ácida se observa en la ilustración 4-16, que se obtuvo un valor más bajos del 50 % en la recuperación del metal de interés (Ti) es decir obteniendo el 26.7 mg/L es decir el 37,16 % de Ti, esto sucede porque a la hora de calcinar la muestra, el metal Ti se oxida transformándose en TiO_2 que no es soluble con la solución ácida de manera que los resultados obtenidos no justifican la utilización del tratamiento térmico previa lixiviación ácida aun encontrándose con las mejores condiciones de trabajo.

4.5 Comprobación de la hipótesis

H: “Mediante el proceso de lixiviación se obtiene un mayor porcentaje de recuperación con el uso de ácidos inorgánicos como agente de lixiviación, que con el uso de ácidos orgánicos”.

Mediante la presente investigación se pudo comprobar que la hipótesis es nula debido a que los resultados de ácidos orgánicos, doblan o triplican los resultados obtenidos con respecto a los ácidos inorgánicos, obteniéndose hasta el 99,88 % de recuperación de Ti con el ácido tartárico a

una concentración de 3 M y un porcentaje de sólido del 1 % de catalizador agotado con un tiempo de lixiviación de 12 horas, condiciones trabajadas para el proceso de lixiviación ácida sin previo tratamiento térmico.

4.6 Diseño de lixiviación

4.6.1 Tanque de lixiviación

Para el diseño del tanque de lixiviación es necesario saber el flujo másico que se encuentra en función de la cantidad de material que entra al proceso de lixiviación, tomando en cuenta que se trabajó con un porcentaje de 1 % de sólidos. El valor del flujo lo tomamos de (Robles, 2022) en función al volumen generado de 2 ton/día, equivalente a 60 ton/mes para el catalizador agotado de FCC de la REE, a continuación, se muestra el cálculo del volumen:

$$Flujo = 60 \frac{ton}{mes} = 60.000 \frac{Kg}{mes} = 60.000.000 \text{ g/mes}$$

La densidad de la solución es de 1.000 kg/m^3 para lo cual se aplicará la fórmula del volumen que es la relación entre la masa y la densidad, como se observa en la ecuación.

$$V_l = \frac{m}{\rho} \quad \text{Ec. 3-5}$$

$$V_l = \frac{60.0000 \text{ kg/mes}}{1.000 \text{ kg/m}^3}$$

$$V_l = 60 \text{ m}^3/\text{mes}$$

La planta trabajará 30 días:

$$V_l = 60 \frac{\text{m}^3}{\text{mes}} * \frac{1 \text{ mes}}{30 \text{ dias}} = 2 \text{ m}^3/\text{día}$$

El volumen obtenido es de 2 m^3 , para el cual se aplicará un factor de sobredimensionamiento de 1.2, de esta manera se obtiene un tanque con un sobredimensionamiento del 20 %, por criterios de diseño para lo cual se utilizará la ecuación:

$$V_s = V_l * f_{SD} \quad \text{Ec. 4-5}$$

$$V_s = 2 \text{ m}^3 * 1,2 = \mathbf{2,4 \text{ m}^3}$$

El volumen del tanque con un sobredimensionamiento del 20 % es de 2.4 m^3 , con el cual se encontró el valor del diámetro y la altura, tomando en cuenta que por criterio de diseño la relación entre la altura y el diámetro es de 1.5. Se utilizó la Ecuación 5-5.

$$h = 1,5 D_i \quad \text{Ec. 5-5}$$

$$V_s = \pi r^2 h = 1,5 * \pi * \frac{D_i^3}{4}$$

$$2.4 = 1,5 * \pi * \frac{D_i^3}{4}$$

$$\mathbf{D_i = 1,27m}$$

$$h = 1,5 D_i$$

$$h = 1,5 * 1,27 \text{ m}$$

$$\mathbf{h = 1,90 m}$$

Una vez calculada la altura y el diámetro del cilindro, se procede a encontrar el espesor del tanque para el cual se aplicará la Ecuación.

$$t_s = \frac{P_H * R_i}{2 * S * E - 0,6 * P_H} + f_c \quad \text{Ec. 6-5}$$

Donde:

P_H : Presión dentro del tanque agitado (psi)

R_i : Radio del tanque (in)

S: Resistencia del material

E: Eficiencia en la soldadura

f_c : Factor de seguridad por la corrosión

La presión interna corresponde a la presión hidrostática en la cual se emplea la Ecuación.

$$P_h = g * \rho * h \quad \text{Ec. 7-5}$$

Donde:

P_h : Presión dentro del tanque agitado (psi)

ρ : Densidad (kg/m^3)

h: altura (m)

g: gravedad (m/s^2)

$$P_h = 9,8 \frac{m}{s^2} * 1.000 \frac{kg}{m^3} * 1,9 m * \frac{14,7 psi}{101 325 Pa}$$
$$P_h = 2,70 (psi)$$

El material que se elegirá para la construcción del tanque es el acero AISI 316 porque se trabaja con ácidos fuertes, y además este material ofrece una resistencia de 23 937,82 psi. La eficiencia de soldadura normalmente es 0,85. El factor de seguridad es de 3 mm, para evitar problemas de corrosión.

Con estos datos se procede a calcular el espesor:

$$t_s = \frac{P_H * R_i}{2 * S * E - 0,6 * P_H} + f_c \quad Ec. 8-5$$

$$t_s = \frac{2,70 * 1,27 * 0,5}{(2 * 23 937,82 * 0,85) - 0,6 * 2,70} * \frac{1.000 (mm)}{1 (m)} + 3 (mm)$$

$$t_s = 3,04 mm$$

En la Tabla 4-7 se muestra el espesor mínimo para un tanque de 1.27 m de diámetro.

Tabla 4-7: Espesores críticos.

Vessel Diameter (m)	Minimum Thickness (mm)
1	5
1 to 2 (1.5)	7
2 to 2.5 (2.25)	9
2.5 to 3 (2.25)	10
3.0 to 3.5 (3.25)	12

Fuente: (Sánchez et al., 2021, p.1456)

Según la Tabla 5-4 el espesor mínimo que deben tener los tanques de 1,27 m de diámetro es 7mm por lo tanto se elegirá este valor y no el que se calculó. Como se tiene una presión de 2,70 psi la

tapa del tanque puede ser plana o toriesférica. A continuación, se muestran las ecuaciones para el cálculo de la altura, volumen y espesor de la tapa donde se definió también que es plana.

Altura:

$$h_t = D_i - \sqrt{(r_k + r_i - D_i) * (r_k - r_i - D_i)} \quad \text{Ec. 9-5}$$

Donde:

r_k : radio del nudillo (m)

r_i : radio del tanque (m)

D_i : diámetro del tanque (m)

$$r_k = 0,06 * D_i \quad \text{Ec. 10-5}$$

$$r_k = 0,06 * 1,27 \text{ m}$$

$$r_k = 0,08 \text{ m}$$

$$h_t = 0,42 \text{ m}$$

Volumen

$$V_t = 0,0809 * D_i^3 \quad \text{Ec. 11-5}$$

$$V_t = 0,809 * 1,27^3 \text{ m}^3$$

$$V_t = 0,17 \text{ m}^3$$

Volumen Total

$$V_{total} = V_s + V_t \quad \text{Ec. 12-5}$$

$$V_{total} = 2,4 \text{ m}^3 + 0,17 \text{ m}^3$$

$$V_{total} = 2,57 \text{ m}^3$$

Espesor

$$t_t = \frac{0,885 * P * D_i}{S * E - 0,1 * P} + f_c \quad \text{Ec. 13-5}$$

$$t_t = \frac{0,885 * 2,7 * 1,27}{23.937,82 * 0,85 - 0,1 * 2,7} * \frac{1000 \text{ (mm)}}{1 \text{ (m)}} + 3 \text{ (mm)}$$

$$t_t = 3,15 \text{ mm}$$

Para diseñar el sistema de agitación se procede de la siguiente manera:

- **Sistema de agitación para el tanque de lixiviación**

Según el proceso se escoge el sistema de agitación adecuado, a continuación, se muestra en la tabla 4-8 la información necesaria:

En el proceso de recuperación de Ti el material utilizado son catalizadores agotados de FCC, material sólido en suspensión por lo cual de acuerdo con la ecuación 18-5 se recomienda usar turbinas o hélices. Las turbinas Rushton fueron elegidas por su versatilidad y la capacidad de suspender líquidos de manera uniforme, utilizados para el dimensionamiento de esta turbina.

Las relaciones para diseñar las turbinas Rushton son:

$$\frac{D_i}{d} = 3 \quad \text{Ec. 14-5}$$

$$\frac{W_i}{d} = 0,2 \quad \text{Ec. 15-5}$$

$$\frac{L_i}{d} = 0,25 \quad \text{Ec. 16-5}$$

$$\frac{H_i}{d} = 1 \quad \text{Ec. 17-5}$$

$$\frac{W_b}{D_i} = 0,1 \quad \text{Ec. 18-5}$$

De cálculos anteriores se obtuvo que el diámetro del reactor es 1.27 m; por lo tanto, se tendrá:

$$\frac{D_i}{d} = 3 \rightarrow d = 0,42 \text{ m}$$

$$\frac{W_i}{d} = 0,2 \rightarrow W_i = 0,08 \text{ m}$$

$$\frac{L_i}{d} = 0,25 \rightarrow L_i = 0,10 \text{ m}$$

$$\frac{H_i}{d} = 1 \rightarrow H_i = 0,42 \text{ m}$$

$$\frac{W_b}{D_i} = 0,1 \rightarrow W_b = 0,13 \text{ m}$$

Se asume una potencia de agitación, para ellos se puede usar la siguiente Ilustración 4-8:

Tabla 4-8: Potencia requerida para algunos procesos.

Agitation	Applications	Power, kW/m ³
Mild	Blending, mixing	0.04–0.10
	Homogeneous reactions	0.01–0.03
Medium	Heat transfer	0.03–1.0
	Liquid-liquid mixing	1.0–1.5
Severe	Slurry suspension	1.5–2.0
	Gas absorption	1.5–2.0
	Emulsions	1.5–2.0
Violent	Fine slurry suspension	>2.0

Fuente: (Sánchez et al., 2021, p.1456)

Para sólidos suspendidos indica una potencia de 1,5 kW/m³, para lo cual este valor se multiplicará con el volumen total del tanque y se tendrá la potencia necesitada.

$$Potencia = 1,5 \frac{Kw}{m^3} * 2,57 m^3 = 3,85 Kw$$

4.7 Recuperación mensual de Ti a partir de catalizador agotado de FCC en base al diseño de lixiviación.

Partiendo de los 60 000 000g de flujo mensual de catalizador agotado de FCC, se calcula:

$$60.000.000 \frac{g \text{ muestra}}{mes} * \frac{0,006692 g \text{ Ti rec}}{1 g \text{ muestra}} * \frac{1 kg}{1.000g} = 401,52 \frac{kg}{mes} = 0,4 \text{ ton/ mes}$$

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- Se estableció la efectividad del proceso para la realización de la lixiviación ácida con el fin de recuperar el metal de Ti a partir de catalizadores agotados pertenecientes a la unidad de FCC de la REE gracias a los ensayos de evaluación de la influencia del agente de lixiviación, siendo los ácidos orgánicos los que obtuvieron el mayor porcentaje de recuperación, en la influencia del tiempo de lixiviación no fue elevada ya que hasta máximo 12 horas se recupera más del 99 % y a partir de las 12 horas se obtienen valores similares y constantes, y en la influencia de porcentajes de sólidos a utilizarse se demostró que a mayor cantidad de catalizador agotado utilizado menor será la cantidad del agente de lixiviación libre para reaccionar con el metal de interés (Ti), surgiendo además un exceso en la pulpa de la materia prima evitando una eficiente recuperación.
- Se realizó la caracterización de las propiedades físicas del catalizador agotado donde se obtiene gracias al análisis granulométrico la determinación del d_{80} siendo $<106 \mu\text{m}$ (tamaño de partícula de catalizador agotado de FCC), además se comprobó la densidad real obteniendo como resultado 1.00 g/ml y de la densidad aparente el 0.99 g/ml.
- Se cuantificó la composición química del catalizador agotado, mostrando que se encuentran en mayor porcentaje el Si, Al, La y Ti, con los valores más elevados en comparativa al resto de elementos que se encuentran dentro de la composición química del catalizador agotado, haciendo de estos elementos susceptibles para una recuperación, ayudando a la disminución de la contaminación, ya que el Ti al oxidarse se convierte en TiO_2 , compuesto que es un contaminante catalogado como dañino para los peces y otros organismos, o a la vez recuperación del TiO_2 ya que también se considera como descontaminante del aire.
- Se seleccionó el mejor agente de lixiviación en base a la evaluación de cinco ensayos de acuerdo con las condiciones de trabajo de acuerdo con investigaciones anteriores: concentración de 2 M, 1 % de sólidos con un tiempo de 24 horas utilizando ácidos inorgánicos y orgánicos: ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido cítrico y ácido tartárico, donde se obtuvo el mayor valor de 66.4 mg/L es decir el 99,10 % de Ti recuperado gracias a su afinidad con el metal de interés, rendimiento que se mejoró al variar las condiciones de trabajo.

- Se evaluó el tratamiento térmico previo al proceso de lixiviación ácida obteniendo un rendimiento del 39,85 %, debido a que el metal de Ti se oxida convirtiéndose en TiO_2 , evitando la reacción con la solución ácida en la lixiviación, ya que este compuesto no es soluble con el ácido, resultado que no justifica el uso del tratamiento térmico previa lixiviación.
- Se determinó las óptimas condiciones para la obtención del mayor rendimiento de recuperación de Ti, siendo estas las siguientes: agente de lixiviación el ácido tartárico, debido a sus altas propiedades de solubilidad, con una concentración de 3 M, porcentaje de sólidos del 1 % (1 g de catalizador agotado de FCC) y tiempo de 12 horas de lixiviación sin previo tratamiento térmico, dando como resultado 66.92 mg/L es decir el 99,88 % de Ti recuperado en la solución fuerte analizada.
- Se realizó el diseño de un tanque de lixiviación para un flujo de 60 ton/mes de catalizador agotado donde el equipo trabaje los 30 días del mes, obteniendo los resultados que se detallan en la hoja de especificaciones que se encuentra en el ANEXO A, mediante el cual se puede realizar una recuperación de 0.4 ton/mensuales de Ti, en base a las mejores condiciones de trabajo determinadas con anterioridad.

RECOMENDACIONES

- Se puede realizar más investigaciones para la recuperación y factibilidad económica de otros elementos susceptibles de recuperación como el Silicio y Aluminio, gracias a su elevada presencia dentro de la estructura química de acuerdo con el análisis de la muestra.
- Se debe comparar la afinidad de otros ácidos para la recuperación del metal de Ti o TiO₂, ya que poseen grandes aplicaciones dentro de la industria, como por ejemplo el ácido fluorhídrico que muestra grandes porcentajes de recuperación de Ti en menores cantidades de concentración.
- Se puede perfeccionar el diseño del tanque de lixiviación para que la misma pueda ser construida como un equipo para los laboratorios de nuestra querida Facultad de Ciencias, ya que al ser diseñada para sólidos suspendidos con la turbina Rushton, este tanque se podría utilizar no solamente con sólidos como el catalizador agotado, si no con otro tipo de materia prima para su lixiviación.

BIBLIOGRAFÍA

AKAH, A. y AL-GHRAMI, M., “Maximizing propylene production via FCC technology”. *Applied Petrochemical Research*, [En línea], 2015. 5(4), pp. 1-16. [Consulta: 22 de septiembre 2022]. ISSN 2190-5525. Disponible en: DOI 10.1007/S13203-015-0104-3.

AKAH, A., WILLIAMS, J. y GHRAMI, M., “An Overview of Light Olefins Production via Steam Enhanced Catalytic Cracking.” *Catalysis Surveys from Asia*, [En línea], 2019. 23(4), pp.441-444. [Consulta: 10 de octubre del 2022]. ISSN 15749266. Disponible en: DOI 10.1007/S10563-019-09280-6.

AKCIL, A., VEGLIÒ, F., FERELLA, F., OKUDAN, M.D. y TUNCUK, A., “A review of metal recovery from spent petroleum catalysts and ash.” *Waste Management* [En línea], 2015.45(1), 265-276. [Consulta: 10 de octubre del 2022]. ISSN 0956-053X. Disponible en: DOI 10.1016/J.WASMAN.2015.07.007.

ALONSO, F., RAMÍREZ, S., ANCHEYTA, J. y MAVIL, M., “ALTERNATIVAS PARA LA RECUPERACIÓN DE METALES A PARTIR DE CATALIZADORES GASTADOS DEL HIDROTRATAMIENTO DE HIDROCARBUROS PESADOS: UN CASO DE ESTUDIO”. *Rev. Int. Contam. Ambiente*, [En línea], 2008, 24(2), pp. 55-69. [Consulta: 20 de octubre del 2022]. ISSN 0188-4999. Disponible en: https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0188-49992008000200002

ALVEAR, J., REUTILIZACIÓN DEL CATALIZADOR GASTADO DE CRAQUEO CATALÍTICO FLUIDIZADO DE LA REFINERÍA ESMERALDAS COMO AGREGADO PARA EL HORMIGÓN (Trabajo de Titulación) (Grado). [En línea]. UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR. QUITO-ECUADOR. 2017. pp. 1-67. [Consulta: 23-10-22]. Disponible en: <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/9678>

BARRERA, A.L. “Recuperación de níquel, vanadio y molibdeno del catalizador agotado de la unidad de Craqueo Catalítico Fluidizado (FCC)” (Trabajo de titulación) (Grado). [En línea]. Escuela Politécnica Nacional. Quito-Ecuador. 2015- pp. 1-206. [Consulta: 22-10-23]. Disponible en: <https://pdfslide.tips/documents/escuela-politecnica-nacional-repositorio-115-propiedades-cataliticas-del.html?page=2>

BOUTILLIER, S., FOURMENTIN, S. y LAPERCHE, B., History of titanium dioxide regulation as a food additive: a review. *Environmental Chemistry Letters*, [En línea], 2022, 20(2),

pp. 1017-1033. [Consulta: 11-11-22]. ISSN 16103661. Disponible en: DOI 10.1007/S10311-021-01360-2.

CHIRANJEEVI, T., PRAGYA, R., GUPTA, S., GOKAK, D.T. y BHARGAVA, S., Minimization of Waste Spent Catalyst in Refineries. *Procedia Environmental Sciences*, [En línea], 2016, 35(1), pp. 610-617. [Consulta: 12-12-22] ISSN 1878-0296. Disponible en: DOI 10.1016/J.PROENV.2016.07.047.

ERAS, W.E.G., SUÁREZ, D., CORAL, K. y TAPIA, D., Estrategias de gestión ambiental para el manejo y disposición final del catalizador gastado de la Unidad de Craqueo Catalítico Fluidizado (FCC) generado en una refinería estatal de Ecuador. *INNOVA Research Journal* [en línea], 2017, 2(5). pp. 28-55. ISSN 2477-9024. Disponible en: <https://doi.org/10.33890/innova.v2.n5.2017.163>.

GHOLAMI, Z., GHOLAMI, F., TIŠLER, Z., TOMAS, M. y VAKILI, M., A Review on Production of Light Olefins via Fluid Catalytic Cracking. *Energies*. [En línea]. 2021, 14(4), p. 1089. [Consulta: 10-01-23]. ISSN 1996-1073. Disponible en: <https://www.mdpi.com/1996-1073/14/4/1089/htm>.

HAMPTON, A.P., Zinc Cementation - The Merrill Crowe Process. *Mineral Processing Plant Design, Practice, and Control Proceedings* [en línea], 2021. pp.29-67. [Consulta: 12-02-23]. Disponible en: <https://emew.com/es/lixiviacion-en-metalurgia-y-en-la-recuperacion-de-metales/>.

HAYTON JOE. *Fluid Catalytic Cracking Handbook* [En línea]. 4 ed. Estados Unidos: Project. 2020. [Consulta: 06-01-23]. ISBN: 978-0-12-812663-9. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812663-9.00005-9>

KIM, K.T., EO, M.Y., NGUYEN, T.T.H. y KIM, S.M., General review of titanium toxicity. *International Journal of Implant Dentistry* [En línea], 2019, 5(10), pp.11-20. [Consulta: 12-02-23]. Disponible en: DOI 10.1186/S40729-019-0162-X.

KOIZUMI, H., TAKEUCHI, Y., IMAI, H., KAWAI, T. y YONEYAMA, T., Application of titanium and titanium alloys to fixed dental prostheses. *jstage.jst.go.jp* [en línea], 2019, 63(3). pp. 266-270. [Consulta: 20-02-23]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jpjor.2019.04.011>

KRISHNAN, S., ZULKAPLI, N.S., DIN, M.F.M., MAJID, Z.A., HONDA, M., ICHIKAWA, Y., SAIRAN, F.M., NASRULLAH, M. y GUNTOR, N.A.A., Statistical optimization of

titanium recovery from drinking water treatment residue using response surface methodology. *Journal of Environmental Management* [En línea], 2020, 255(1), pp. 35-50. [Consulta: 20-02-23]. ISSN 0301-4797. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.109890>

KRISHNAN, S., ZULKAPLI, N.S., KAMYAB, H., TAIB, S.M., DIN, M.F.B.M., MAJID, Z.A., CHAIPRAPAT, S., KENZO, I., ICHIKAWA, Y., NASRULLAH, M., CHELLIAPAN, S. y OTHMAN, N. Current technologies for recovery of metals from industrial wastes: An overview. *Environmental Technology & Innovation* [En línea], 2021, 22(1). pp.23-25. [Consulta:20-02-23]. ISSN 2352-1864. Disponible en: DOI 10.1016/J.ETI.2021.101525.

LENNTech. *Lixiviation: Inorganic Chemistry for Industries* [blog], 2019. [Consulta: 23-02-23]. Disponible en: <https://www.lenntech.com/chemistry/lixiviation.htm>.

OBSERVATORIO ANTICORRUPCIÓN. *Refinería de Esmeraldas Petroecuador* [blog], 2020. Disponible en: <https://www.observatorioanticorruccion.ec/casos-de-corrupcion/refineria-de-esmeraldas-petroecuador>.

PEREGO, C. y MILLINIB, R., Porous materials in catalysis: Challenges for mesoporous materials. *Chemical Society Reviews* [En línea], 2023, 42(9), pp.10-15. [Consulta: 24-02-23]. ISSN 14604744. Disponible en: DOI 10.1039/C2CS35244C.

QUIÑONEZ, R.J., Incidencia en pérdidas de producto (Crudo petrolero) en la Empresa Petroecuador EP Refinería Estatal Esmeraldas. (Trabajo de titulación) (Grado). [En línea]. Universidad de Guayaquil. Ecuador. 2015. pp. 55-89. [Consulta 23-02-23]. Disponible en: <http://repositorio.ug.edu.ec/handle/redug/9784>.

RAHIMI, N. y KARIMZADEH, R., Catalytic cracking of hydrocarbons over modified ZSM-5 zeolites to produce light olefins: A review. *Applied Catalysis A: General* [En línea], 2011. 398(1-2), pp.1-17. [Consulta: 24-02-23]. ISSN 0926860X. Disponible: DOI 10.1016/J.APCATA.2011.03.009.

SÁNCHEZ, H.J., Recuperación de óxido de lantano del catalizador agotado de la unidad de craqueo catalítico fluidizado (FCC). (Trabajo de titulación) (Grado). [en línea]. Escuela Politécnica Nacional. Quito-Ecuador. 2017. pp. 1-50. Disponible en: <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/17316>.

SÁNCHEZ, H.J., CARRERA, I.E., VILLEGAS, C.N. y GUADALUPE, M.A., Evaluación del proceso de purificación de soluciones lixiviadas de catalizador agotado de la unidad de craqueo catalítico fluidizado FCC, para la recuperación de óxido de lantano, por medio de extracción de solventes y precipitación con ácido oxálico. *Polo del Conocimiento* [en línea], 2021. 6(12). pp. 1428-1445. [Consulta: 02-02-23]. ISSN 2550-682X. Disponible en: DOI 10.23857/PC.V6I12.3451. Disponible en: <https://polodelconocimiento.com/ojs/index.php/es/article/view/3451/html>.

SHALCHIAN, H., FERELLA, F., BIRLOAGA, I., MICHELIS, I. de y VEGLIÒ, F., Recovery of molybdenum from leach solution using polyelectrolyte extraction. *Hydrometallurgy*, [En línea]. 2019. 190(1), pp. 105-167. [Consulta: 03-03-23]. ISSN 0304-386X. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.105167>.

OIL GAS JOURNAL. Catalyst prices, demand on the rise. [blog]. 2005. Disponible en: <https://www.ogj.com/general-interest/companies/article/17236240/catalyst-prices-demand-on-the-rise>

VOGT, E.T.C. y WECKHUYSEN, B.M., Fluid catalytic cracking: recent developments on the grand old lady of zeolite catalysis. *Chemical Society Reviews*, [En línea], 2015, 44(20), pp.7342-7370. [Consulta: 10-03-23]. ISSN 14604744. Disponible en: <https://doi.org/10.1039/C5CS00376H>

WANG, H.S., REN, Y.J., DENG, S., HUANG, J.Y., GUO, F.Y. y TIAN, G., Removal of Hg0 from simulated coal-fired flue gas by using activated spent FCC catalysts. *Journal of Fuel Chemistry and Technology*, [En línea], 2020. 48(12), pp. 1466-1475. [Consulta: 10-03-23]. ISSN 1872-5813. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S1872-5813\(20\)30093-1](https://doi.org/10.1016/S1872-5813(20)30093-1)

YE, S., JING, Y., WANG, Y. y FEI, W., Recovery of rare earths from spent FCC catalysts by solvent extraction using saponified 2-ethylhexyl phosphoric acid-2-ethylhexyl ester (EHEHPA). *Journal of Rare Earths*, [En línea], 2017. 35(7), pp.716-722. [Consulta:11-03-23]. ISSN 10020721. Disponible en: DOI 10.1016/S1002-0721(17)60968-2.



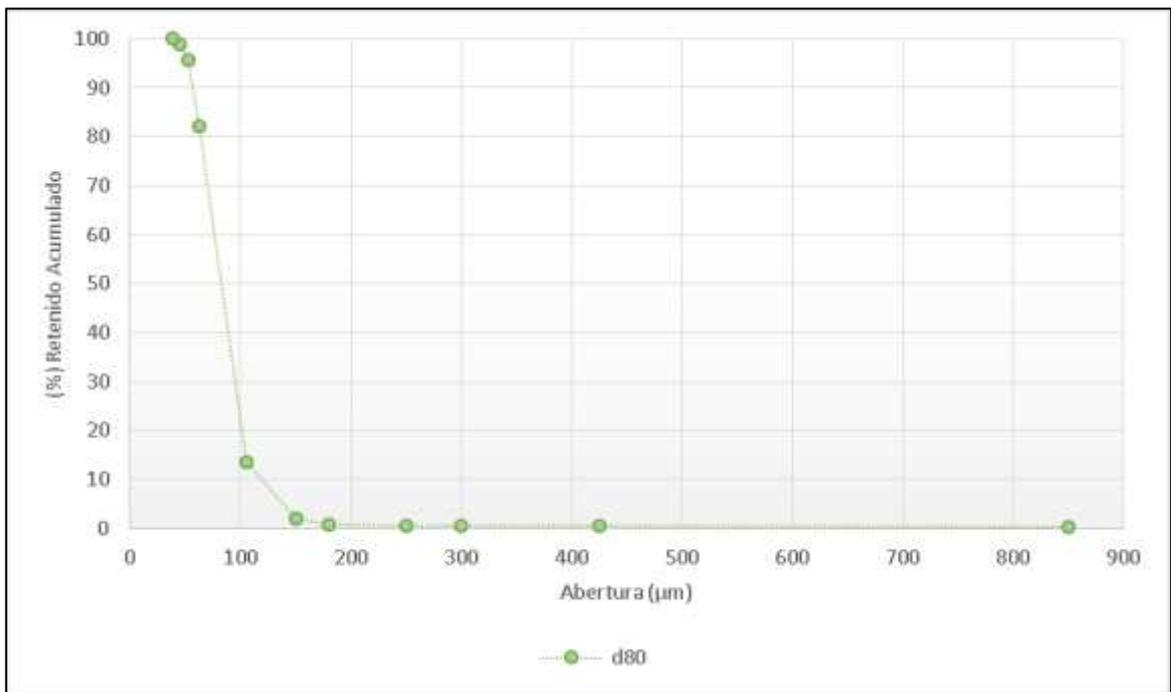
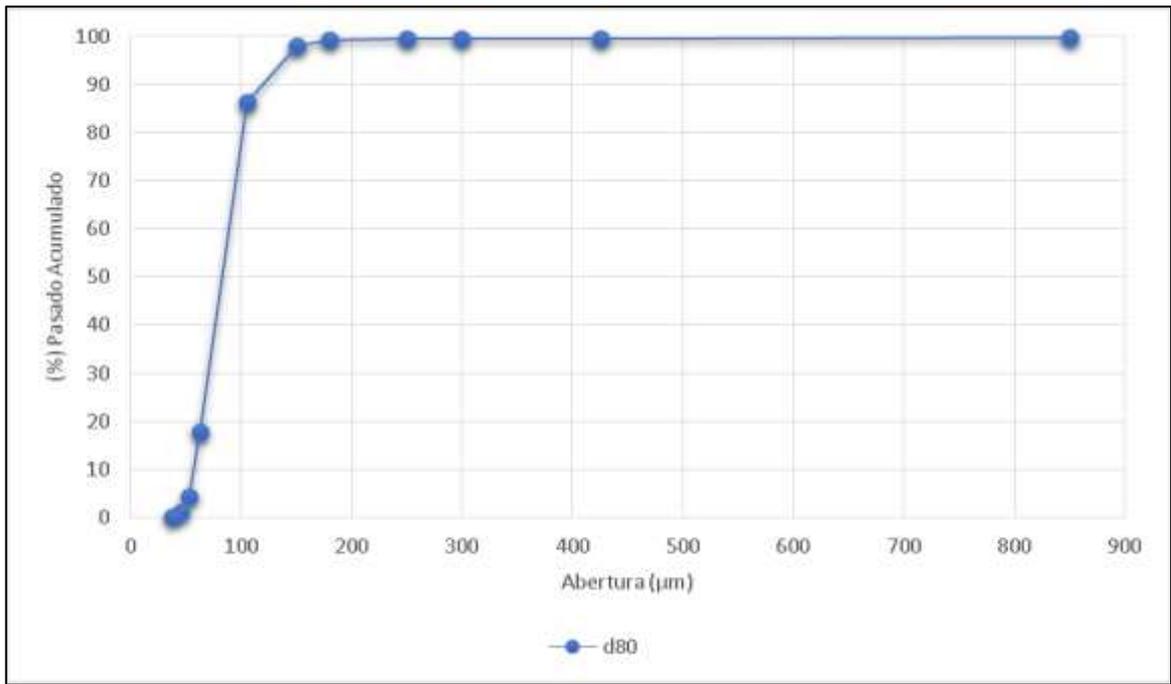
ANEXOS

ANEXO A: HOJA DE ESPECIFICACIÓN DEL DISEÑO DEL TANQUE DE LIXIVIACIÓN

HOJA DE ESPECIFICACIÓN			
NOMBRE DEL EQUIPO:		TANQUE DE LIXIVIACIÓN (TK-105)	
Fabricante:	Nanxing Manchineiry Co, Ltd.	Material de construcción:	Acero inoxidable AISI 316
Modelo:	N/A	Número en planta:	1
DIMENSIONES		PARÁMETROS DE DISEÑO	
Volumen tanque:	1,025 m ³	Capacidad:	17 600 kg/mes
Diámetro interno:	0,93 m	Presión:	1 bar
Altura tanque:	1,39 m	Temperatura:	20 °C
Espesor tanque:	5,00 mm	Potencia de agitación:	1,54 Kw
Tapa:	Plana	Sistema de agitación:	Turbina Rushton
Espesor Tapa:	3,08 mm		
V tapa:	0,065 m ³		
PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO			
<p>Por la parte superior ingresa el material a lixiviar y la solución que se usará como agente de lixiviación, mediante un sistema de agitación (Tipo: TURBINA RUSHTON) permite recuperar la solución de interés.</p>			
			
<p>Ilustración 1-D: Tanque de lixiviación. Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.</p>			

ANEXO B: FICHA TÉCNICA DEL ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO.

FICHA TÉCNICA N°1					
ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LA MATERIA PRIMA					
Nombre:	Análisis Granulométrico	N° de Ensayo:	01		
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado		
Cantidad (g):	200	Equipo:	Torre de Tamices de Tyler		
Objetivo:	Determinar el tamaño de la partícula y el d80.				
Resultado del ensayo:					
Valores obtenidos del análisis granulométrico para la determinación del d80.					
Malla #	Abertura (µm)	Peso retenido (g)	Retenido (%)	Retenido Acumulado (%)	Pasado Acumulado (%)
20	850	0.5871	0.30	0.30	99.70
40	425	0.3979	0.20	0.50	99.50
50	300	0.1067	0.05	0.56	99.44
60	250	0.1103	0.06	0.61	99.39
80	180	0.2130	0.11	0.72	99.28
100	150	2.3578	1.20	1.92	98.08
150	106	22.8753	11.66	13.59	86.41
230	63	134.4273	68.53	82.12	17.88
270	53	26.3956	13.46	95.58	4.42
325	45	6.3956	3.26	98.84	1.16
400	38	2.2795	1.16	100.00	0.00
TOTAL		196.1461	100	d80=	106



ANEXO C: FICHAS TÉCNICAS DE LA DENSIDAD APARENTE Y REAL

FICHA TÉCNICA N° 2													
DENSIDAD APARENTE CATALIZADOR AGOTADO DE FCC													
Nombre:	Densidad Aparente	N° de Ensayo:	01										
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado										
Cantidad (g):	1	Materiales:	Probeta, espátula y vidrio reloj.										
Objetivo:	Determinar la densidad aparente.	Reactivos:	Agua destilada										
Metodología:	Método de la Probeta	Equipos:	Balanza Analítica										
Resultado del ensayo:													
<p>Formula que se utilizó para el cálculo de la densidad aparente:</p> $\rho_{aparente} = \frac{m (g)}{V_f - V_i (ml)}$ <p>Donde:</p> <p>m= masa ; Vi: Volumen inicial ; Vf: Volumen final</p> <p>Tabla 2-F: Datos obtenidos en el ensayo.</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <tbody> <tr> <td>Volumen Inicial (ml)</td> <td>4</td> </tr> <tr> <td>Masa (g)</td> <td>1,1891</td> </tr> <tr> <td>Volumen Final (ml)</td> <td>5,20</td> </tr> </tbody> </table> <p>Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.</p> <p>Reemplazando los datos en la fórmula para el cálculo de la densidad aparente se obtiene:</p> <p>Tabla 3-F: Resultado de la determinación de la densidad aparente.</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th>Muestra</th> <th>Densidad aparente (g/ml)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Catalizador Agotado de FCC</td> <td>$\rho_{aparente} = 0,99$</td> </tr> </tbody> </table> <p>Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.</p>				Volumen Inicial (ml)	4	Masa (g)	1,1891	Volumen Final (ml)	5,20	Muestra	Densidad aparente (g/ml)	Catalizador Agotado de FCC	$\rho_{aparente} = 0,99$
Volumen Inicial (ml)	4												
Masa (g)	1,1891												
Volumen Final (ml)	5,20												
Muestra	Densidad aparente (g/ml)												
Catalizador Agotado de FCC	$\rho_{aparente} = 0,99$												

FICHA TÉCNICA N.º 3

DENSIDAD REAL CATALIZADOR AGOTADO DE FCC

Nombre:	Densidad Real	N.º de Ensayo:	01
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1 g	Materiales:	Picnómetro, espátula y vidrio reloj.
Objetivo:	Determinar la densidad real	Reactivos:	Agua destilada
Metodología:	Método del Picnómetro	Equipos:	Balanza Analítica

Resultado del ensayo:

Formula que se utilizó para el cálculo de la densidad real:

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \left(\frac{W_{p+a} - W_{p+m+a}}{W_{p+m} + W_p} \right)} \left[\frac{g}{ml} \right]$$

Donde:

ρ_{real} = densidad real en (g/ml) ; W_p = peso del picnómetro (g)

W_{p+a} = peso del picnómetro + agua (g) ; W_{p+m} = peso del picnómetro + masa de la muestra (g)

W_{p+m+a} = peso del picnómetro + masa de la muestra + agua (g)

Tabla 4-F: Datos obtenidos en el ensayo.

Peso del picnómetro	13.8011 g
Peso del picnómetro + masa de la muestra	14.8120 g
peso del picnómetro + masa de la muestra + agua	24.1647 g
peso del picnómetro + agua	23.7903 g

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

Reemplazando los datos en la fórmula para el cálculo de la densidad real se obtiene:

Tabla 5-F: Resultado de la determinación de la densidad aparente.

Muestra	Densidad real
Catalizador Agotado de FCC	$\rho_{real} = 1,0133 \left[\frac{g}{ml} \right]$

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

ANEXO D: FICHA TÉCNICA DE LA CARACTERIZACIÓN QUÍMICA ELEMENTAL

FICHA TÉCNICA N.º 4																																																												
CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL CATALIZADOR AGOTADO																																																												
Nombre:	Composición química elemental	N.º de Ensayo:	01																																																									
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado																																																									
Cantidad (g):	10 g	Materiales:	-----																																																									
Objetivo:	Determinar la composición química elemental	Reactivos:	-----																																																									
Metodología:	Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X (XRF) con el programa SPECTRA PLUS.	Equipos:	Equipo de Fluorescencia de Rayos X S8 Tiger																																																									
Resultado del ensayo:																																																												
<p>La muestra fue analizada mediante pastilla prensada, por lo cual los resultados que se muestran en la Tabla 6-G son semicuantitativos.</p> <p>Composición química elemental semicuantitativa.</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Símbolo</th> <th>Contenido (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Silicio</td><td>Si</td><td>19,83</td></tr> <tr><td>Aluminio</td><td>Al</td><td>16,78</td></tr> <tr><td>Lantano</td><td>La</td><td>3,17</td></tr> <tr><td>Titanio</td><td>Ti</td><td>0,67</td></tr> <tr><td>Hierro</td><td>Fe</td><td>0,65</td></tr> <tr><td>Magnesio</td><td>Mg</td><td>0,23</td></tr> <tr><td>Sodio</td><td>Na</td><td>0,16</td></tr> <tr><td>Fósforo</td><td>P</td><td>0,10</td></tr> <tr><td>Calcio</td><td>Ca</td><td>0,09</td></tr> <tr><td>Vanadio</td><td>V</td><td>0,08</td></tr> <tr><td>Azufre</td><td>S</td><td>0,08</td></tr> <tr><td>Potasio</td><td>K</td><td>0,06</td></tr> <tr><td>Níquel</td><td>Ni</td><td>0,05</td></tr> <tr><td>Zinc</td><td>Zn</td><td>0,04</td></tr> <tr><td>Cerio</td><td>Ce</td><td>0,03</td></tr> <tr><td>Cloro</td><td>Cl</td><td>0,01</td></tr> <tr><td>Zirconio</td><td>Zr</td><td>0,01</td></tr> <tr><td>Plomo</td><td>Pb</td><td>0,01</td></tr> </tbody> </table>				Elemento	Símbolo	Contenido (%)	Silicio	Si	19,83	Aluminio	Al	16,78	Lantano	La	3,17	Titanio	Ti	0,67	Hierro	Fe	0,65	Magnesio	Mg	0,23	Sodio	Na	0,16	Fósforo	P	0,10	Calcio	Ca	0,09	Vanadio	V	0,08	Azufre	S	0,08	Potasio	K	0,06	Níquel	Ni	0,05	Zinc	Zn	0,04	Cerio	Ce	0,03	Cloro	Cl	0,01	Zirconio	Zr	0,01	Plomo	Pb	0,01
Elemento	Símbolo	Contenido (%)																																																										
Silicio	Si	19,83																																																										
Aluminio	Al	16,78																																																										
Lantano	La	3,17																																																										
Titanio	Ti	0,67																																																										
Hierro	Fe	0,65																																																										
Magnesio	Mg	0,23																																																										
Sodio	Na	0,16																																																										
Fósforo	P	0,10																																																										
Calcio	Ca	0,09																																																										
Vanadio	V	0,08																																																										
Azufre	S	0,08																																																										
Potasio	K	0,06																																																										
Níquel	Ni	0,05																																																										
Zinc	Zn	0,04																																																										
Cerio	Ce	0,03																																																										
Cloro	Cl	0,01																																																										
Zirconio	Zr	0,01																																																										
Plomo	Pb	0,01																																																										

ANEXO E: ECUACIONES PARA CÁLCULOS DE PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

ECUACIONES:

$$M = \frac{\text{\#moles de soluto}}{V_{\text{solución}} (L)}$$

$$\text{\#moles soluto} = M \left(\frac{\text{mol}}{L} \right) * V_{\text{solución}}(L)$$

$$\text{\#moles} = \frac{\text{masa (g)}}{PM \left(\frac{g}{\text{mol}} \right)}$$

$$m(g) = \text{\#moles} * PM \left(\frac{g}{\text{mol}} \right)$$

$$\rho \left(\frac{g}{ml} \right) = \frac{m (g)}{v (ml)}$$

$$V(ml) = \frac{m (g)}{v (ml)}$$

FICHA TÉCNICA N.º 6

INFLUENCIA DEL AGENTE DE LIXIVIACIÓN DEL CATALIZADOR AGOTADO

Nombre:	Agente de lixiviación	N.º de Ensayo:	02
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1 g	Objetivo:	Determinar la influencia del agente de lixiviación.
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Nítrico
Concentración (M):	2	Cantidad de Reactivo (ml):	12,68
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	24	Velocidad de Agitación (rpm):	350
% de sólidos:	1		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con HNO₃ a 2 M.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	13,9	1,39	0,00139/0,0067	20,75 %
Torta	---	531	5,31	0,00531/0,0067	79,25 %
					100 %

Recuperación de Ti en la solución: **20,75 % ; 0,00139 g**

Ácido Nítrico: V=100 ml= 0,1(L) % P=70 ; $\rho= 1,42 \text{ g/ml}$; PM= 63,01 g/mol ; [HNO₃]= 2 M

$$\#moles_{HNO_3} = 2 \left(\frac{mol}{L} \right) * 0,1(L) = 0,2 \text{ mol}$$

$$m_{HNO_3} = 0,2 \text{ (mol)} * 63,01 \left(\frac{g}{mol} \right)$$

$$m_{HNO_3} = 12,6020 \text{ (g)} * \frac{100(g)}{70 (g)}$$

$$m_{HNO_3} = 18,0029 \text{ g}$$

$$V_{HNO_3} = \frac{18,0029 \text{ (g)}}{1,42 \text{ (g/ml)}}$$

$$V_{HNO_3} = 12,6781 \text{ (ml)} \rightarrow V_{HNO_3} = 12,68 \text{ (ml)}$$

FICHA TÉCNICA N.º 7

INFLUENCIA DEL AGENTE DE LIXIVIACIÓN DEL CATALIZADOR AGOTADO

Nombre:	Agente de lixiviación	N.º de Ensayo:	03
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1	Objetivo:	Determinar la influencia del agente de lixiviación.
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Sulfúrico
Concentración (M):	2	Cantidad de Reactivo (ml):	10,72
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	24	Velocidad de Agitación (rpm):	35
% de sólidos:	1		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con H₂SO₄ a 2 M.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	26,90	2,69	0,00269/0,0067	40,15 %
Torta	---	40,01	4,01	0,00401/0,0067	59,85 %
					100 %

- Recuperación de Ti en la solución: **40,15 % ; 0,00401 g**

Ácido Sulfúrico: V=100 ml=0,1(L) %P=98; $\rho = 1,83 \text{ g/ml}$; PM= 98,079 g/mol ; [H₂SO₄] = 2 M

$$\#moles_{H_2SO_4} = 2 \left(\frac{mol}{L} \right) * 0,1(L) = 0,2 \text{ mol}$$

$$m_{H_2SO_4} = 0,2 \text{ (mol)} * 98,079 \left(\frac{g}{mol} \right)$$

$$m_{H_2SO_4} = 19,6158 \text{ (g)} * \frac{100(g)}{98 (g)}$$

$$m_{H_2SO_4} = 19,6158 \text{ g}$$

$$V_{H_2SO_4} = \frac{19,6158 \text{ (g)}}{1,83 \text{ (g/ml)}}$$

$$V_{H_2SO_4} = 10,7190 \text{ (ml)} \rightarrow V_{H_2SO_4} = 10,72 \text{ (ml)}$$

FICHA TÉCNICA N.º 9

INFLUENCIA DEL AGENTE DE LIXIVIACIÓN DEL CATALIZADOR AGOTADO

Nombre:	Agente de lixiviación	N.º de Ensayo:	02
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1	Objetivo:	Determinar la influencia del agente de lixiviación.
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico
Concentración (M):	2	Cantidad de Reactivo (g):	30,3806
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	24	Velocidad de Agitación (rpm):	350
% de sólidos:	1 %		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico a 2 M.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	66,4	6,64	0,00664/0,0067	99,10 %
Torta	---	0,6	0,06	0,00006/0,0067	0,90 %
					100 %

- Recuperación de Ti en la solución: **99,10 %** ; **0,0066 g**

Ácido Tartárico: V=100 ml= 0,1(L) ; %P=98 ; PM= 150,087 g/mol ; [C H(OH).COOH]₂ =2 M

$$\#moles_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 2 \left(\frac{mol}{L} \right) * 0,1(L)$$

$$\#moles_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 0,2 mol$$

$$m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 0,2 (mol) * 150,087 \left(\frac{g}{mol} \right)$$

$$m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 30,0174 (g) * \frac{100(g)}{98(g)}$$

$$\rightarrow m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 30,3806 g$$

ANEXO H: FICHAS TÉCNICAS DE LA INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN

FICHA TÉCNICA N.º 10			
INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR AGOTADO			
Nombre:	Concentración del ácido	N.º de Ensayo:	01
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1	Objetivo:	Determinar la influencia de la concentración
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico
Concentración (M):	1	Cantidad de Reactivo (g):	15,3150
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	24	Velocidad de Agitación (rpm):	350
% de sólidos:	1		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico a 1 M.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	58,10	5,81	0,00581/0,0067	86,72%
Torta	---	8,90	0,89	0,00089/0,0067	13,28 %
					100 %

- Recuperación de Ti en la solución: **86.72 % ; 0.0058 g**

Ácido Tartárico: V=100 ml= 0,1(L) ; %P=98 ; PM= 150,087 g/mol ; [C H(OH).COOH]₂ =1 M

$$\#moles_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 1 \left(\frac{mol}{L} \right) * 0,1(L)$$

$$\#moles_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 0,1 mol$$

$$m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 0,1 (mol) * 150,087 \left(\frac{g}{mol} \right)$$

$$m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 15,0087 (g) * \frac{100(g)}{98(g)}$$

$$\rightarrow m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 15,3150 g$$

FICHA TÉCNICA N.º 11

INFLUENCIA DE LA CONCENTRACIÓN DEL CATALIZADOR AGOTADO

Nombre:	Concentración del ácido	N.º de Ensayo:	02
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1 g	Objetivo:	Determinar la influencia de la concentración
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico
Concentración (M):	3	Cantidad de Reactivo (g):	45,9450
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	24	Velocidad de Agitación (rpm):	350
% de sólidos:	1		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico a 3 M.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	66,8	6,68	0,00668/0,0067	99,70 %
Torta	---	0,20	0,02	0,00002/0,0067	0,30 %
					100 %

- Recuperación de Ti en la solución: **99,70 % ; 0,00668 g**

Ácido Tartárico: V=100 ml= 0,1(L) ; %P=98 ; PM= 150,087 g/mol ; [C H(OH).COOH]₂ =3 M

$$\#moles_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 3 \left(\frac{mol}{L} \right) * 0,1(L)$$

$$\#moles_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 0,3 mol$$

$$m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 0,3 (mol) * 150,087 \left(\frac{g}{mol} \right)$$

$$m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 45,0261 (g) * \frac{100(g)}{98(g)}$$

$$\rightarrow m_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} = 45,9450 g$$

ANEXO I: FICHAS TÉCNICAS DE LA INFLUENCIA DEL TIEMPO DE LIXIVIADO

FICHA TÉCNICA N.º 12																											
INFLUENCIA DEL TIEMPO DE LIXIVIADO DEL CATALIZADOR AGOTADO																											
Nombre:	Tiempo de Lixiviación	N.º de Ensayo:	01																								
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado																								
Cantidad (g):	1	Objetivo:	Determinar la influencia del tiempo de lixiviado																								
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico																								
Concentración (M):	3	Cantidad de Reactivo (g):	45,9450																								
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente																								
Tiempo de Agitación (horas):	6	Velocidad de Agitación (rpm):	350																								
% de sólidos:	1																										
Resultado del ensayo:																											
<p>Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico en 6 horas.</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>Muestra</th> <th>Volumen (L)</th> <th>Conc. (mg/L)</th> <th>Peso(mg)</th> <th>g/Ti / g cat.</th> <th>Recuperación</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Solución Fuerte</td> <td>0,1</td> <td>59,7</td> <td>5,97</td> <td>0,00597/0,0067</td> <td>89,10 %</td> </tr> <tr> <td>Torta</td> <td>---</td> <td>7,30</td> <td>0,73</td> <td>0,00073/0,0067</td> <td>10,90 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td style="text-align: center;">100 %</td> </tr> </tbody> </table> <p>- Recuperación de Ti en la solución: 89,10 % ; 0,0059 g</p>				Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación	Solución Fuerte	0,1	59,7	5,97	0,00597/0,0067	89,10 %	Torta	---	7,30	0,73	0,00073/0,0067	10,90 %						100 %
Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación																						
Solución Fuerte	0,1	59,7	5,97	0,00597/0,0067	89,10 %																						
Torta	---	7,30	0,73	0,00073/0,0067	10,90 %																						
					100 %																						

FICHA TÉCNICA N.º 13

INFLUENCIA DEL TIEMPO DE LIXIVIADO DEL CATALIZADOR AGOTADO

Nombre:	Tiempo de lixiviación	N.º de Ensayo:	02
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	1	Objetivo:	Determinar la influencia del tiempo de lixiviado
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico
Concentración (M):	3	Cantidad de Reactivo (g):	45,9450
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	12	Velocidad de Agitación (rpm):	350 rpm
% de sólidos:	1		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico en 12 horas.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	66,92	6,69	0,00669/0,0067	99,88 %
Torta	---	0,08	0,01	0,00001/0,0067	0,12 %
					100 %

- Recuperación de Ti en la solución: **99,88 %** ; **0,0066 g**

ANEXO J: FICHAS TÉCNICAS DE LA INFLUENCIA DE LA CANTIDAD DE SÓLIDO

FICHA TÉCNICA N.º 14																											
INFLUENCIA DEL PORCENTAJE DEL CATALIZADOR AGOTADO																											
Nombre:	Porcentaje de Sólidos	N.º de Ensayo:	01																								
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado																								
Cantidad (g):	10	Objetivo:	Determinar la influencia del porcentaje de sólidos																								
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico																								
Concentración (M):	3	Cantidad de Reactivo (g):	45, 9450																								
Volumen solución:	100	Temperatura (°C):	Ambiente																								
Tiempo de Agitación:	12	Velocidad de Agitación (rpm):	350																								
% de sólidos:	10																										
Resultado del ensayo:																											
<p>Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico con el 10%.</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Muestra</th> <th>Volumen (L)</th> <th>Conc. (mg/L)</th> <th>Peso(mg)</th> <th>g/Ti / g cat.</th> <th>Recuperación</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Solución Fuerte</td> <td>0,1</td> <td>90</td> <td>9,0</td> <td>0,009/0,067</td> <td>13,43 %</td> </tr> <tr> <td>Torta</td> <td>---</td> <td>580,02</td> <td>58,0</td> <td>0,0580/0,067</td> <td>86,57 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>100 %</td> </tr> </tbody> </table> <p>- Recuperación de Ti en la solución: 13,43 % ; 0,0090 g</p>				Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación	Solución Fuerte	0,1	90	9,0	0,009/0,067	13,43 %	Torta	---	580,02	58,0	0,0580/0,067	86,57 %						100 %
Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación																						
Solución Fuerte	0,1	90	9,0	0,009/0,067	13,43 %																						
Torta	---	580,02	58,0	0,0580/0,067	86,57 %																						
					100 %																						

FICHA TÉCNICA N.º 15

INFLUENCIA DEL PORCENTAJE DEL CATALIZADOR AGOTADO

Nombre:	Porcentaje de Sólidos	N.º de Ensayo:	02
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado
Cantidad (g):	20	Objetivo:	Determinar la influencia del porcentaje de sólidos
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico
Concentración (M):	3	Cantidad de Reactivo (g):	45,9450
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	Ambiente
Tiempo de Agitación (horas):	12	Velocidad de Agitación (rpm):	350
% de sólidos:	20		

Resultado del ensayo:

Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico con el 20%.

Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación
Solución Fuerte	0,1	147,0	14,70	0,0147/0,134	10,97 %
Torta	---	1 193,0	119,30	0,1193/0,134	89,03 %
					100 %

- Recuperación de Ti en la solución: **10,97 %** ; **0,0147g**

ANEXO K: FICHA TÉCNICA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO AL CATALIZADOR AGOTADO

FICHA TÉCNICA N.º 16																											
INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO AL CATALIZADOR AGOTADO PREVIA LIXIVIACIÓN																											
Nombre:	Calcinación	N.º de Ensayo:	01																								
Muestra:	Catalizador agotado de FCC	Tipo:	Sólido pulverizado																								
Cantidad (g):	1	Objetivo:	Determinar la influencia del tratamiento térmico al catalizador agotado previa lixiviación																								
Metodología:	Lixiviación ácida	Reactivo:	Ácido Tartárico																								
Concentración (M):	3	Cantidad de Reactivo (g):	45,9450																								
Volumen solución (ml):	100	Temperatura (°C):	80																								
Tiempo de Agitación (horas):	12	Velocidad de Agitación (rpm):	350																								
% de sólidos:	1																										
Resultado del ensayo:																											
<p>Balance metalúrgico de la lixiviación química con ácido tartárico previo tratamiento térmico.</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>Muestra</th> <th>Volumen (L)</th> <th>Conc. (mg/L)</th> <th>Peso(mg)</th> <th>g/Ti / g cat.</th> <th>Recuperación</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Solución Fuerte</td> <td>0,1</td> <td>26,7</td> <td>2,67</td> <td>0,00267/0,0067</td> <td>39,85 %</td> </tr> <tr> <td>Torta</td> <td>---</td> <td>40,30</td> <td>4,03</td> <td>0,0040/0,0067</td> <td>60,15 %</td> </tr> <tr> <td colspan="5"></td> <td style="text-align: center;">100 %</td> </tr> </tbody> </table> <p>- Recuperación de Ti en la solución: 39,85 % ; 0,0027g</p>				Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación	Solución Fuerte	0,1	26,7	2,67	0,00267/0,0067	39,85 %	Torta	---	40,30	4,03	0,0040/0,0067	60,15 %						100 %
Muestra	Volumen (L)	Conc. (mg/L)	Peso(mg)	g/Ti / g cat.	Recuperación																						
Solución Fuerte	0,1	26,7	2,67	0,00267/0,0067	39,85 %																						
Torta	---	40,30	4,03	0,0040/0,0067	60,15 %																						
					100 %																						

ANEXO L: RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA

Resultados Análisis Fluorescencia de Rayos X

Solicitante: Srta. Jessica Liangoma

Referencia: RM - 10498

Fecha: 22/12/2022

Muestras recibidas: Una muestra sólida denominada:

Muestra 1: Catalizador agotado. (Código registrado según cliente).

El análisis químico de la muestra se determinó en el equipo de Fluorescencia de rayos X SS Tiger, con el programa Spectra Plus. A continuación, se detallan los resultados obtenidos del análisis:

Elemento	Muestra 1
	Contenido (%)
Si	19,83
Al	16,78
La	3,17
Ti	0,67
Fe	0,65
Mg	0,23
Na	0,16
P	0,10
Ca	0,09
V	0,08
S	0,08
K	0,06
Ni	0,05
Zn	0,04
Ce	0,03
Cl	0,01
Zr	0,01
Pb	0,01

Nota: La muestra fue analizada mediante pastilla prensada, por lo cual los resultados son semi-cuantitativos.



Escanea aquí el código QR
DIANA ENDARA
DRANICHNEKOVA

Ing. Diana Endara PhD.
Jefa de Departamento



Escanea aquí el código QR
EVELYN FANELA
CRIOLLO TIRADO

MSc. Evelyn Criollo
Jefa de Laboratorio

ANEXO M: RESULTADOS DE ANÁLISIS DE LAS LIXIVIACIONES



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



RESULTADO DE ANALISIS

Solicitante: Jéssica Llangoma
Referencia: ST - 8466
Fecha: 22-12-22
Muestra: Cinco soluciones

Para la cuantificación de los metales se empleó el espectrómetro de Absorción Atómica marca Perkin Elmer modelo Aanalyst 300.

Muestra	Determinación	Resultados
HCl Sol. fuerte	Titania	13,0 mg/L
HNO ₃ 2M Sol. Fuerte	Titania	13,9 mg/L
H ₂ SO ₄ 2M Sol. fuerte	Titania	26,9 mg/L
Ac. cítrico Sol. fuerte	Titania	41,7 mg/L
Ac. Tartárico 2M Sol fuerte	Titania	66,4 mg/L



firmado electrónicamente por:
DIANA ENDARA
DRANICHNIKOVA

Ing. Diana Endara D. PhD.
Jefe de Departamento



firmado electrónicamente por:
EVELYN PAMELA
CRIOLLO TIRADO

MSc. Evelyn Criollo T.
Jefe de Laboratorio



ESCUELA POLITECNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



RESULTADO DE ANÁLISIS

Solicitante: Jessica Alexandra Llangoma
Referencia: ST - 8490
Fecha: 24-01-23
Muestra: Dos soluciones ácidas

Para la cuantificación de los metales se empleó el espectrómetro de Absorción Atómica marca Perkin Elmer modelo Analyst 300.

Muestra	Determinación	Resultados
Acido Tartárico 1 M	Titanio	58,1 mg/L
Acido Tartárico 3 M	Titanio	66,8 mg/L



DIANA ENDARA
GRANICHNIKOVA

Ing. Diana Endara D. PhD.
Jefe de Departamento



EVELYN PAMELA
CRIOLLO TIRADO

MSc. Evelyn Criollo T.
Jefe de Laboratorio



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



RESULTADO DE ANÁLISIS

Solicitante: Jessica Alexandra Llangoma
Referencia ST - 8509
Fecha: 15-02-23
Muestra: Dos soluciones con ácido tartárico

Para la cuantificación de los metales se empleó el espectrómetro de Absorción Atómica marca Perkin Elmer modelo Aanalyst 300.

Muestra	Determinación	Resultados
Acido Tartárico 3 M 6 h	Titanio	59,7 mg/L
Acido Tartárico 3 M 12 h	Titanio	66,92 mg/L



Escuela Politécnica Nacional
DIANA ENDARA
GRANICHNIKOVA

Ing. Diana Endara D. PhD.
Jefe de Departamento



Escuela Politécnica Nacional
EVELYN PAMELA
CRIOLLO TIRADO

MSc. Evelyn Criollo T.
Jefe de Laboratorio



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



RESULTADO DE ANÁLISIS

Solicitante: Jessica Alexandra Llangoma
Referencia: ST - 8512
Fecha: 22-02-23
Muestra: Dos soluciones en ácido tartárico

Para la cuantificación de los metales se empleó el espectrómetro de Absorción Atómica marca Perkin Elmer modelo Analyst 300.

Muestra	Determinación	Resultados
Acido Tartárico 10%	Titania	90 mg/L
Acido Tartárico 20%	Titania	147 mg/L



DIANA ENDARA
URANICHNIKOVA

Ing. Diana Endara D. PhD.
Jefe de Departamento



EVELYN PAMELA
CRIOLLO TIRADO

MSc. Evelyn Criollo T.
Jefe de Laboratorio



ESCUELA POLITECNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



RESULTADO DE ANÁLISIS

Solicitante: Jessica Alexandra Llangoma
Referencia: ST - 8559
Fecha: 22-02-23
Muestra: Una solución en ácido tartárico

Para la cuantificación de los metales se empleó el espectrómetro de Absorción Atómica marca Perkin Elmer modelo Analyst 300.

Muestra	Determinación	Resultados
Acido Tartárico Con tratamiento térmico	Titanio	26,7 mg/L



DIANA ENDARA
GRANICHNIKOVA

Ing. Diana Endara D. PhD.
Jefe de Departamento



EVELYN PAMELA
CRIOLLO TIRADO

MSc. Evelyn Criollo T.
Jefe de Laboratorio

ANEXO N: CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DEL CATALIZADOR AGOTADO DE FCC



a)



b)



c)

NOTAS:

- a) Peso del picnómetro + agua + catalizador agotado.
- b) Método de la probeta
- c) Muestra para análisis químico elemental del catalizador agotado.

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE
CHIMBORAZO**

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2022.

**PROCESO DE RECUPERACIÓN DE TITANIO A
PARTIR DE CATALIDOR AGOTADO DE FCC**

LAMINA

ESCALA

FECHA

1

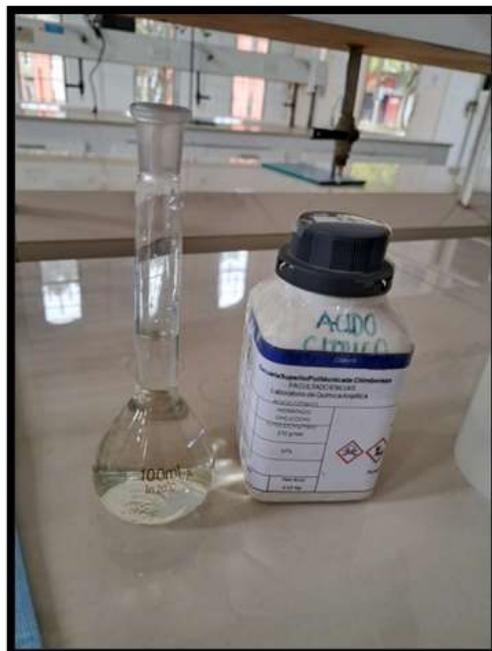
1:1

23-12-2022

ANEXO O: AGENTES DE LIXIVIACIÓN.



a)



b)



c)

NOTAS:

- a) Ácido Clorhídrico, Ácido Nítrico y Ácido Sulfúrico.
- b) Ácido Cítrico
- c) Ácido Tartárico

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

PROCESO DE RECUPERACIÓN DE TITANIO A PARTIR DE CATALIDOR AGOTADO DE FCC

LAMINA	ESCALA	FECHA
2	1:1	23-12-2022

ANEXO P: PROCESO DE PREPARACIÓN DE SOLUCIONES



a)



b)



c)

NOTAS:

- a) Pesaje del catalizador agotado de FCC.
- b) Aforar la solución.
- c) Soluciones ácidas con el 1% de catalizador agotado.

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE
CHIMBORAZO**

FACULTAD DE CIENCIAS

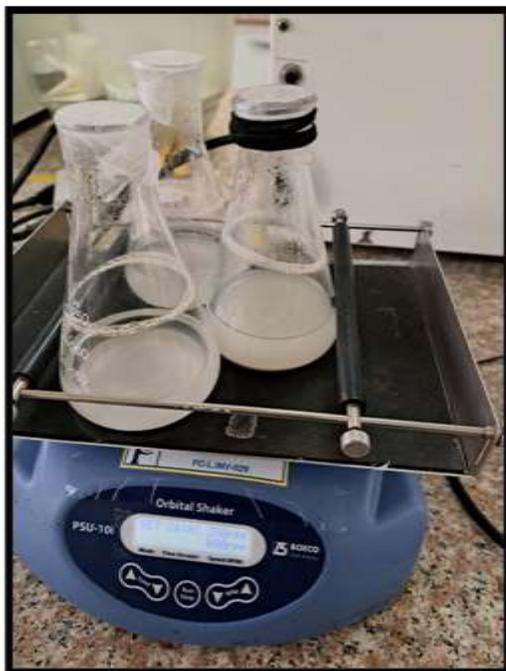
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

**PROCESO DE RECUPERACIÓN DE TITANIO A
PARTIR DE CATALIDOR AGOTADO DE FCC**

LAMINA	ESCALA	FECHA
3	1:1	19-01-2023

ANEXO Q: PROCESO DE LIXIVIACIÓN Y FILTRADO



a)



b)



c)

NOTAS:

- a) Equipo de agitación SHAKER.
- b) Equipo de Filtración + Bomba.
- c) Tortas resultantes de las filtraciones.

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE
CHIMBORAZO**

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Realizado por: Llangoma, Jessica, 2023.

**PROCESO DE RECUPERACIÓN DE TITANIO A
PARTIR DE CATALIDOR AGOTADO DE FCC**

LAMINA

ESCALA

FECHA

4

1:1

13-02-2023



epoch

Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje

UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 02 / 08 / 2023

INFORMACIÓN DE LA AUTORA
Nombres – Apellidos: Jessica Alexandra Llangoma Sisa
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Ingeniería Química
Título a optar: Ingeniera Química
f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo

1428-DBRA-UPT-2023

