



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

“RECUPERACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO DE LA SOSA
GASTADA DEL PROCESO MEROX DEL GAS LICUADO DE
PETRÓLEO (GLP) DE LA REFINERÍA ESTATAL DE ESMERALDAS”

INFORME DE MATERIA DE GRADUACIÓN

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presentado por:

VANESSA LISETH LOAYZA SÁNCHEZ

MARÍA MERCEDES YTURRALDE TORRES

Guayaquil – Ecuador

Año: 2016

AGRADECIMIENTO

Queremos agradecer en primer lugar a Dios, por estar siempre a nuestro lado llenándonos de fortaleza ante cualquier adversidad y permitirnos ver la luz al final del camino.

A nuestros padres por ser ejemplo de perseverancia e inspiración para cumplir todos nuestros objetivos y metas.

A nuestros familiares y amigos por estar a nuestro lado motivándonos para no rendirnos.

A nuestro tutor de tesis, Raúl Serrano C., y a todos los docentes de la carrera de Ingeniería Química por tener el agrado de compartirnos su experiencia profesional y su tiempo durante estos años dentro de la institución.

Y por último, pero no menos importante, al personal de la Refinería Estatal de Esmeraldas, por permitirnos conocer las instalaciones y su colaboración para la obtención de información de los procesos y de la muestra.

DEDICATORIA

Este logro va dedicado especialmente a mi madre, por enseñarme a ser una mujer luchadora y valiente, gracias por tus consejos, tu apoyo y amor en el momento que más lo necesite, gracias por demostrarme que nada es imposible porque como siempre decimos: “de peores hemos salido”; sin ti nada de esto hubiera pasado, te amo.

A Dios, por ser la guía de mi vida, a mis hermanos, que siempre fueron mi refugio cuando estaba cansada, a mis abuelitos, por tenerme presente en sus oraciones para que no decaiga y siga el camino que desde pequeña me inculcaron, con principios y valores, a mi papá, por confiar en mí, a mi enamorado, por su apoyo incondicional, por su cariño y comprensión en esta etapa de mi vida.

Y a mis amigos y demás familiares, que siempre estuvieron pendientes durante el transcurso de cada año de mi etapa universitaria.

Vanessa L. Loayza S.

DEDICATORIA

Para ti hija, mi motor, mi batería, mi motivación para seguir adelante todos los días. Recuerda que todo lo que hago, lo hago por ti.

Para ustedes padres, saben que nada de esto sería posible sin su apoyo incondicional. Gracias por nunca permitirme tirar la toalla y por inculcar en mí el pensamiento de mi abuelita Ida María: “Querer es poder”.

Para todos los que con sus acciones grandes y pequeñas me ayudaron a culminar esta etapa de mi vida académica, familiares que me cuidan desde la Tierra y desde el Cielo, amigos que siempre han sabido apoyarme, novio por estar siempre para mí, jefe por permitirme dedicarme a mi proyecto de graduación; sin el soporte de cada uno de ustedes no lo habría logrado.

María M. Yturralde T.

TRIBUNAL DE SUSTENTACIÓN

MSc. Pablo Tejada Hinojosa.

DOCENTE DE LA FCNM

MSc. Raúl Serrano Carlín.

TUTOR DEL PROYECTO INTEGRADOR

Dr. Oswaldo Valle Sánchez

DOCENTE DE LA FCNM

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad por los hechos, ideas y doctrinas expuestas en este informe; y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”.

Vanessa Liseth Loayza Sánchez

María Mercedes Yturralde Torres

RESUMEN

La sosa cáustica es usada en las refinerías de petróleo comúnmente para la eliminación de compuestos indeseables como sulfuros de hidrógeno y otros compuestos de azufre de los hidrocarburos. La corriente resultante de este proceso es la sosa gastada, nuestro proyecto se basa en el tratamiento de la sosa gastada del proceso Merox del GLP (Merox 300) de la Refinería Estatal de Esmeraldas, con el objetivo de recuperar el hidróxido de sodio y que éste pueda ser reutilizado en los procesos operativos.

Para el tratamiento de la sosa gastada y recuperación de la misma, se sigue la metodología de separación por gravedad, centrifugación, aireación y evaporación. Con esta metodología se pudo obtener una solución de sosa cáustica al 9.3% en peso, representando una recuperación del 70% del hidróxido de sodio, siendo una alternativa viable para el tratamiento de la sosa gastada y obtención de un producto útil para la REE.

ABSTRACT

Caustic soda is commonly used in oil refineries for the removal of undesirable compounds such as hydrogen sulfide and other sulfur compounds of hydrocarbons. The result of this process is spent caustic; our project is based on the treatment of spent caustic in the Merox LPG process (Merox 300) of the State Esmeraldas Refinery, with the aim of recovering sodium hydroxide that can be used in operative processes.

For the treatment and recovery of the spent caustic, we followed this methodology: gravity separation, centrifugation, aeration and evaporation. With this methodology we could obtain a 9.3% solution (weight) of caustic soda, representing a recovery of 70 % sodium hydroxide; becoming a viable option for the treatment of spent caustic and obtaining a useful product for SER.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTO	I
DEDICATORIA	II
DEDICATORIA	III
TRIBUNAL DE SUSTENTACIÓN	IV
DECLARACIÓN EXPRESA	V
RESUMEN	VI
ABSTRACT	VII
ÍNDICE GENERAL.....	VIII
ABREVIATURAS	XIII
ÍNDICE DE IMÁGENES.....	XIII
ÍNDICE DE TABLAS	XV
ÍNDICE ANEXOS.....	XVIII
INTRODUCCIÓN	XIX
CAPÍTULO 1	1
1. GENERALIDADES.....	1
1.1 ANTECEDENTES.....	1
1.2 UBICACIÓN GEOGRÁFICA DE LA REE	1

1.3	JUSTIFICACIÓN.....	3
1.4	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	4
1.5	HIPÓTESIS.....	7
1.6	OBJETIVOS.....	8
1.6.1	Objetivo General	8
1.6.2	Objetivos Específicos	8
1.7	DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN.....	8
	CAPÍTULO 2.....	12
2.	MARCO TEÓRICO.....	12
2.1	GAS LICUADO DE PETRÓLEO (GLP)	12
2.1.1	Absorbedor de Amina.....	13
2.1.2	Pre-lavador Cáustico.....	14
2.1.3	Extractor	14
2.1.4	Sedimentador Cáustico	15
2.1.5	Filtro de Arena.....	15
2.2	SOSA CÁUSTICA.....	16
2.2.1	Tratamiento de Sosas Gastadas	17
2.3	CARACTERÍSTICAS DE LOS COMPUESTOS PRESENTES EN LA SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX 300 DE LA REE	18

2.3.1	Fenoles	19
2.3.2	Mercaptanos	20
2.3.3	Disulfuros	21
2.3.4	Sulfuro de Sodio.....	21
2.4	TRATAMIENTOS PREVIOS PARA LA RECUPERACIÓN DE LA SOSA GASTADA	23
2.4.1	Tratamiento de las Sosas Gastadas Sulfhídricas.....	23
2.4.2	Proceso para el tratamiento de sosas gastadas y del producto obtenido en el mismo proceso.....	25
2.4.3	Alternativa Seleccionada.....	27
	CAPÍTULO 3.....	28
3.	METODOLOGÍA.....	28
3.1	OBTENCIÓN DE LA MUESTRA DE SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX GLP	28
3.2	REQUISITOS PARA LA OBTENCIÓN DE LA MUESTRA.....	28
3.3	DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DEL LABORATORIO	29
	CAPÍTULO 4.....	37
4.	EJECUCIÓN DEL PROYECTO.....	37
4.1	TOMA DE LA MUESTRA DE SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX GLP	37

4.2	REQUISITOS PARA LA OBTENCIÓN DE LA MUESTRA.....	38
4.3	ANÁLISIS DE LA SOSA GASTADA	39
4.3.1	Separación por Gravedad	41
4.3.2	Centrifugación	44
4.3.3	Aireación	46
4.3.4	Evaporación	48
4.4	ANÁLISIS COMPLEMENTARIOS	52
4.4.1	Titulación de la sosa gastada: Determinación del NaOH libre ..	52
4.4.2	Titulación de la muestra final tratada.....	53
4.5	ANÁLISIS DE RESULTADOS	55
	CAPÍTULO 5.....	60
5.	VIABILIDAD DEL PROYECTO.....	60
5.1	INTRODUCCIÓN.....	60
5.2	PRODUCCIÓN DE SOSA GASTADA	60
5.2.1	Almacenamiento de la sosa gastada en la REE	61
5.2.2	Desalojo y traslado de la sosa gastada al área de almacenamiento	62
5.3	IMPORTANCIA ECONÓMICA DEL PROYECTO.....	63
5.3.1	Balance de Materia	63

5.3.2	Consumo de sosa cáustica virgen en la REE	65
5.3.3	Simulación de recuperación de sosa cáustica al 9.3%.....	66
CONCLUSIONES		68
RECOMENDACIONES.....		71
BIBLIOGRAFÍA.....		73
ANEXOS.....		75

ABREVIATURAS

GLP:	Gas Licuado de Petróleo
REE:	Refinería Estatal de Esmeraldas
EP:	Empresa Pública
FCC:	Unidad de Craqueo Catalítico Fluido
TULSMA:	Texto Unificado de Legislación Ambiental del Ministerio del Ambiente
ALC:	Aceite Liviano de Fresco
PSI:	Productos y Servicios Industriales
NaOH:	Hidróxido de Sodio
COT:	Carbono Orgánico Total
TPH:	Hidrocarburos Totales de Petróleo
H ₂ S:	Sulfuro de Hidrógeno
Na ₂ S:	Sulfuro de Sodio
DQO:	Demanda Química de Oxígeno
RPM:	Revoluciones por minuto
pH:	Potencial de Hidrógeno
°Bx:	Grados Brix
ppm:	Partes por millón

SST: Sólidos Suspendidos Totales

SDT: Sólidos Disueltos Totales

ST: Sólidos Totales

PPAD: Polipropileno de Alta Densidad

EPP's: Equipos de protección personal

ÍNDICE DE IMÁGENES

IMAGEN 1. MAPA DE LA UBICACIÓN TERRESTRE DE LA PROVINCIA DE ESMERALDAS.....	2
IMAGEN 2. MAPA SATELITAL DE LA REFINERÍA ESTATAL DE ESMERALDAS.....	2
IMAGEN 3. PROCESO PARA LA RECUPERACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO.....	30
IMAGEN 4. INSTALACIONES DE LA REFINERÍA ESTATAL DE ESMERALDAS.....	38
IMAGEN 5. TOMA DE MUESTRA DE LA SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX-GLP.....	39
IMAGEN 6. SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX GLP.....	39
IMAGEN 7. CAPA OLEOSA FORMADA POR MERCÁPTIDOS, FENOLES Y DISULFUROS DE SODIO.....	42
IMAGEN 8. SEDIMENTACIÓN NATURAL DE SULFUROS DE SODIO EN LA MUESTRA TRATADA A 25 °C.....	43
IMAGEN 9. MUESTRA CENTRIFUGADA A 25 °C Y 400 RPM.....	45
IMAGEN 10. PROCESO DE FILTRACIÓN AL VACÍO.....	46
IMAGEN 11. CAPA OLEOSA FORMADA EN LA AIREACIÓN.....	47
IMAGEN 12. SISTEMA PARA LA EVAPORACIÓN.....	50
IMAGEN 13. SÓLIDOS FORMADOS LUEGO DE LA EVAPORACIÓN.....	50

IMAGEN 14. MUESTRA FINAL DEL TRATAMIENTO DE RECUPERACIÓN DEL NAOH.....	51
IMAGEN 15. MUESTRA FINAL TITULADA.....	53
IMAGEN 16. ALMACENAMIENTO DE LA DE SOSA GASTADA EN LA REE	61
IMAGEN 17. EMPRESA ENCARGADA DE LA SOSA GASTADA	62
IMAGEN 18. BALANCE DE MATERIA DEL PROCEDIMIENTO	64

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. MATERIA PROCESADA EN REFINERÍAS DEL PAÍS (MILES DE BARRILES DE CRUDO)-2016	5
TABLA 2. PRODUCCIÓN DE GLP EN LA REE, AÑO 2016.....	6
TABLA 3. UNIDAD QUE GENERAN GLP EN REE	12
TABLA 4. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LOS FENOLES	19
TABLA 5. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE LOS MERCAPTANOS	20
TABLA 6. CARACTERÍSTICAS DEL DISULFURO DE SODIO	21
TABLA 7. CARACTERÍSTICAS DEL Na_2S COMERCIAL.	22
TABLA 8. RESULTADOS DEL TRATAMIENTO DE LAS SOSAS GASTADAS SULFHÍDRICAS	24
TABLA 9. RESULTADOS DEL TRATAMIENTO DE LA SOSA GASTADA ..	26
TABLA 10. PARÁMETROS A REALIZAR A LA SOSA GASTADA	29
TABLA 11. MATERIALES PARA LA SEPARACIÓN POR GRAVEDAD.....	31
TABLA 12. MATERIALES OCUPADOS EN LA CENTRIFUGACIÓN	32
TABLA 13. MATERIALES PARA LA FILTRACIÓN.....	33
TABLA 14. MATERIALES PARA REALIZAR LA AIREACIÓN.....	34
TABLA 15. MATERIALES PARA LA EVAPORACIÓN.....	36
TABLA 16. ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO DE LA SOSA GASTADA	40

TABLA 17.COMPORTAMIENTO DE LAS FASES A DIFERENTES TEMPERATURAS.....	41
TABLA 18. PORCENTAJE EN VOLUMEN DE LA CAPA OLEOSA	42
TABLA 19. RESULTADOS Y CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA SEPARACIÓN POR GRAVEDAD.....	43
TABLA 20. Na_2S FORMADO A DISTINTAS CONDICIONES DE OPERACIÓN.....	44
TABLA 21. RESULTADOS Y CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA CENTRIFUGACIÓN.....	44
TABLA 22. CARACTERÍSTICA DE LA MUESTRA AIREADA VS TIEMPO DE AIREACIÓN.....	46
TABLA 23. RESULTADOS Y CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA AIREACIÓN.....	48
TABLA 24. EVAPORACIÓN DE LAS MUESTRAS.....	48
TABLA 25. PROPIEDADES DEL CONDENSADO	49
TABLA 26. RESULTADOS Y CONDICIONES DE OPERACIÓN EN LA EVAPORACIÓN.....	51
TABLA 27. RESULTADOS DE LA TITULACIÓN DE LA SOSA GASTADA.	52
TABLA 28. RESULTADOS DE LA TITULACIÓN DE LA SOSA TRATADA..	53
TABLA 29. PROPIEDADES DE LA SOSA CÁUSTICA (9,3% PESO).....	54
TABLA 30. RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN	55
TABLA 31. COMPARACIÓN DE LOS PARÁMETROS INICIALES Y FINALES DE LA SOSA.....	58

TABLA 32. TABLA DE GENERACIÓN DE SOSA GASTADA EN LA REE...	61
TABLA 33. RESULTADO TOTAL DEL BALANCE.....	63
TABLA 34. ESPECIFICACIONES DE LA SOSA CÁUSTICA DE LA REE....	65
TABLA 35. CONSUMO DE SOSA PARA LOS PROCESOS MEROX EN LA REE.....	65

ÍNDICE ANEXOS

ANEXO 1. PROPIEDADES DE LA SOSA CÁUSTICA	76
ANEXO 2. ESQUEMA DEL PROCESO MEROX DEL GLP	77
ANEXO 3. MEDIDAS DE PREVENCIÓN Y SEGURIDAD PARA REALIZAR EL PROCESO DE LABORATORIO DESCRITO EN EL CAPÍTULO 3...	79
ANEXO 4. RESULTADOS DEL LABORATORIO PSI S.A.....	80
ANEXO 5. MANUAL DE PROCEDIMIENTO DE LABORATORIO.....	84

INTRODUCCIÓN

Las refinerías de nuestro país y particularmente la Refinería Estatal de Esmeraldas (REE), están obligadas a cumplir con ciertos parámetros y estándares para los distintos derivados del crudo que se obtienen con la refinación; para cumplir con estos parámetros es necesario realizar tratamientos como Hidrodesulfuración, Oxidación de Mercaptanos (Merox), entre otros, los cuales ayudan en la disminución de la concentración de compuestos presentes en los derivados; lo que origina una posterior contaminación en la descarga de los efluentes de dichos tratamientos.

El objeto de la presente investigación se centra en la sosa gastada que se genera en la Unidad Catalítica 1 del proceso Merox-GLP, siendo un desecho peligroso y además que representa un problema para su disposición final, ya que, en la actualidad, en el Ecuador no existe un gestor ambiental que se encargue de este tipo de desecho peligroso, por lo que la solución más conveniente es exportarlo para su tratamiento y disposición final en otro país.

Tomando en cuenta que en el transcurso del 2016, se han generado alrededor de 620m³ de sosa gastada en REE y considerando los paros programados en la unidad catalítica 1; el presente proyecto busca encontrar un tratamiento adecuado para la recuperación de la sosa gastada, y que sirva para los procesos de tratamiento Merox que se producen en la REE, disminuyendo así costos de almacenamiento y exportación, promoviendo así la reutilización de

los recursos, tal como lo dice el Ministro de los Recursos no Renovables del Ecuador, el MSc. Pedro Pavón en una entrevista para la memoria de sostenibilidad de REE, “Es de vital importancia que el país aproveche al máximo sus recursos y continúe los procesos de industrialización de materia prima. Y aún más importante que estos cambios estén fundamentados en el desarrollo sostenible”

CAPÍTULO 1

1. GENERALIDADES

1.1 ANTECEDENTES

La refinería REE produce y almacena cerca de 166m³ al mes de sosa gastada de los procesos Merox GLP y Merox Gasolina, presentando así un desecho peligroso que manipular y gestionar para reducir su impacto dentro de la refinería y los alrededores.

Dado el caso de que no se dispone en la refinería de algún tipo de tratamiento o proceso para recuperar la sosa para su reutilización en el mismo proceso o ya sea la recuperación de algunos de los compuestos presentes en la misma, como mercaptanos, sulfuros de sodio, disulfuros entre otros, que de algún u otro modo, se les puede dar un mejor uso en comparación con un desecho contaminante y peligroso, y sumándole a esto el gasto que causa su almacenamiento para la exportación y el tratamiento del mismo en el exterior; surge la posibilidad de buscar una alternativa viable, rentable y económica para la recuperación del hidróxido de sodio presente en la sosa gastada de la REE y minimizar el impacto ambiental dentro del área de influencia de esta refinería.

1.2 UBICACIÓN GEOGRÁFICA DE LA REE

La Refinería Esmeraldas se ubica en la Provincia de Esmeraldas, a siete kilómetros de la ciudad del mismo nombre en dirección suroeste, junto a la

vía que conduce al cantón Atacames; en la coordenada 645576 este y 103028 norte, coordenadas UTM en WGS 84.

Las instalaciones ocupan un área de 160 hectáreas y se encuentran a 300 metros del Río Teaone, a tres kilómetros del Río Esmeraldas y a 3.8 kilómetros del Océano Pacífico en línea recta.

Imagen 1. Mapa de la ubicación terrestre de la Provincia de Esmeraldas.



Fuente: Memoria de Sostenibilidad, 2013

Autor: EP Petroecuador

Imagen 2. Mapa Satelital de la Refinería Estatal de Esmeraldas.



Fuente: Google Maps

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

1.3 JUSTIFICACIÓN

Es importante reconocer que en Ecuador y en el mundo, con el cambio en las políticas ambientales y la concientización sobre el daño ambiental, resulta necesario contar con procedimientos que, por un lado, eliminen los contaminantes en un proceso, y que, por otro, se logre reutilizar una parte de los recursos o compuestos que se generan en el mismo.

En la Refinería Estatal de Esmeraldas se acumuló durante más de 20 años de forma antitécnica y sin las medidas de seguridad industrial adecuada, desechos peligrosos como dietanolamina y sosas gastadas (1), de las cuales en el año 2014, se trasladaron 2100 toneladas de estos desechos hacia plantas procesadoras en Europa como Sedivex (Francia) y ATM (Holanda) (2) y se tiene previsto un embarque adicional de aproximadamente 2.500 toneladas de estos residuos, para el año 2017.

Por otro lado, para finales del 2016 está previsto que entre en operación la planta de tratamiento de sosa gastada, en donde se eliminarán compuestos de azufre y se neutralizarán, para luego enviar el efluente resultante a la planta de tratamiento de aguas residuales. Esta planta va a tratar alrededor de 250 m³ por hora por lo que se reduciría en gran magnitud la necesidad de almacenamiento y se elimina la necesidad de exportación (3); sin embargo, a la sosa gastada se la sigue tomando como un desecho, cuando es posible recuperar un compuesto importante, como lo es el hidróxido de sodio.

Con esto queda claro que en Ecuador aún no existe un procedimiento oficial que detalle la forma de tratar la sosa gastada para reutilizarla en procesos dentro de la refinería y de esta manera, lo que es considerado como un desecho, se transformaría en un producto útil, siendo todas estas razones, un impulso importante la investigación y futura ejecución del mismo, para el tratamiento de la sosa gastada y la recuperación del hidróxido de sodio mediante procesos físicos como la separación por gravedad, centrifugación, aireación y evaporación.

1.4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Una de las consecuencias del desarrollo de la industria en el mundo es el incremento de problemas ambientales. En la actualidad por el notable deterioro o afectación al recurso agua, suelo y aire, se ha hecho necesario manejar políticas ambientales a nivel mundial que velen por el cuidado del ambiente; entre estas políticas destacan los tratamientos que se debe dar a los desechos industriales y particularmente a aquellos considerados peligrosos.

Una industria conocida por su gran impacto ambiental y los residuos que genera es la del petróleo, y nuestro país tiene una economía que se ve altamente influenciada por su explotación, por lo que debe estar incluido entre los países que cumplen con normativas y políticas que minimicen los daños ambientales que esta industria puede causar.

Entre enero y julio del 2016, la producción nacional de petróleo, alcanzó un total de 32917 miles de barriles, equivalentes a un promedio diario de 1097 miles de barriles. (4)

Por refinera, la de Esmeraldas consume en promedio 3168 miles de barriles de petróleo mensualmente, equivalente a refinar en promedio 106 miles de barriles diarios. (4)

Tabla 1. Materia Procesada en Refinerías del País (miles de barriles de crudo)-2016

MESES DEL 2016	REFINERÍAS			
	ESMERALDAS	LIBERTAD	AMAZONAS	TOTAL
ENERO	3123	1152	623	4898
FEBRERO	3026	1159	584	4769
MARZO	3415	1313	622	5350
ABRIL	2985	1220	597	4802
MAYO	3055	676	622	4353
JUNIO	3227	469	606	4302
JULIO	3342	474	627	4443
PROMEDIO	3168	923	612	4702

Fuente: EP Petroecuador

Autor: EP Petroecuador

El presente proyecto se enfoca en el proceso de refinación de petróleo, específicamente en el proceso Merox 300 que se le da al GLP en la Refinería Estatal de Esmeraldas.

El GLP contiene ciertos componentes nocivos tales como sulfuros, fenoles, mercaptanos entre otros. Es necesario la reducción de estos componentes

para obtener un producto de alta calidad y de igual manera evitar la corrosión de los equipos de la industria. La Refinería Estatal de Esmeraldas cuenta con el proceso Merox 300 para el tratamiento del GLP, en este proceso se utiliza sosa caústica para retirar los contaminantes del GLP y se genera una sosa gastada. La sosa gastada, contiene hidróxido de sodio sin reaccionar, mercaptanos de sodio, naftenatos, sulfuros de sodio y otros compuestos contaminantes. (5)

En la unidad Merox 300 de la REE se procesa un valor mensual promedio de 132 miles de barriles de GLP, como se puede observar en la tabla 2.

Tabla 2. Producción de GLP en la REE, año 2016

MESES	PRODUCCIÓN GLP (BARRILES)
ENERO	146081
FEBRERO	85043
MARZO	161701
ABRIL	130493
MAYO	119350
JUNIO	138905
JULIO	142341
Valor Promedio	131988

Fuente: Informe Estadístico Enero-Julio 2016, EP Petroecuador

Autor: Gerencia de refinación EP Petroecuador

Como parte de los desechos generados en los procesos Merox tanto del GLP como de la gasolina de la refinería, en septiembre del 2014 partió la primera carga de 2.100 toneladas de dietanol amina y sosa gastadas para su traslado y disposición final hacia plantas procesadoras en Europa,

debido a que el Ecuador no cuenta con la tecnología para disponer de estos pasivos ambientales. (6)

La alternativa de este proyecto es de seguir mejorando las condiciones ambientales aprovechando los recursos y los componentes presentes en la sosa gastada del GLP, poniendo así en práctica el Art.160, numeral 8 del libro VI del TULSMA: “Antes de entregar sus desechos peligrosos a un prestador de servicios, deberá demostrar ante la autoridad competente que no es posible aprovecharlos dentro de su instalación”. Y dado el caso de que no existe una disposición de la sosa gastada del GLP para ser tratada de forma local, brinda una opción de recuperación de sosa gastada del GLP para ser tratada de forma local, se brinda una opción de recuperación de los compuestos presentes en ésta, generando un ingreso extra para la REE y para el país. Por lo que resulta la siguiente interrogante:

¿Es posible tratar la sosa gastada del tratamiento Merox - GLP para recuperar el hidróxido de sodio?

1.5 HIPÓTESIS

Presumiblemente en la sosa gastada existe una concentración residual de hidróxido de sodio factible de recuperar; a través de la presente investigación se aspira lograr una recuperación del 80% de dicho hidróxido de sodio.

1.6 OBJETIVOS

1.6.1 Objetivo General

- Establecer un proceso de recuperación del hidróxido de sodio de la sosa gastada del proceso Merox-GLP de la REE.

1.6.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar la sosa gastada del proceso Merox-GLP de la REE.
- Evaluar a escala de laboratorio el tratamiento de recuperación del NaOH de la sosa gastada del proceso Merox-GLP de la REE.
- Desarrollar una guía de referencia que haga factible la reproducibilidad en el método de recuperación del NaOH de la sosa gastada del proceso Merox-GLP de la REE.
- Determinar un porcentaje de recuperación del NaOH de la sosa gastada del proceso Merox-GLP de la REE con el método seleccionado.
- Realizar una estimación económica del ahorro que se tendrá al recuperar el hidróxido de sodio y reutilizarlo en los procesos de la REE.

1.7 DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

En la primera fase del proyecto, el objetivo fue recopilar toda la información sobre la sosa gastada del proceso Merox-GLP, los posibles tratamientos para su reutilización y qué tratamientos se realizan actualmente y cuál es más viable para su futura aplicación en la REE.

La visita a la refinería de Esmeraldas fue un factor clave, ya que se pudo observar la planta donde se produce la sosa y el funcionamiento de las diferentes unidades catalíticas; así como también se obtuvo la muestra de sosa gastada del proceso, en la que se efectuó la parte experimental de esta investigación.

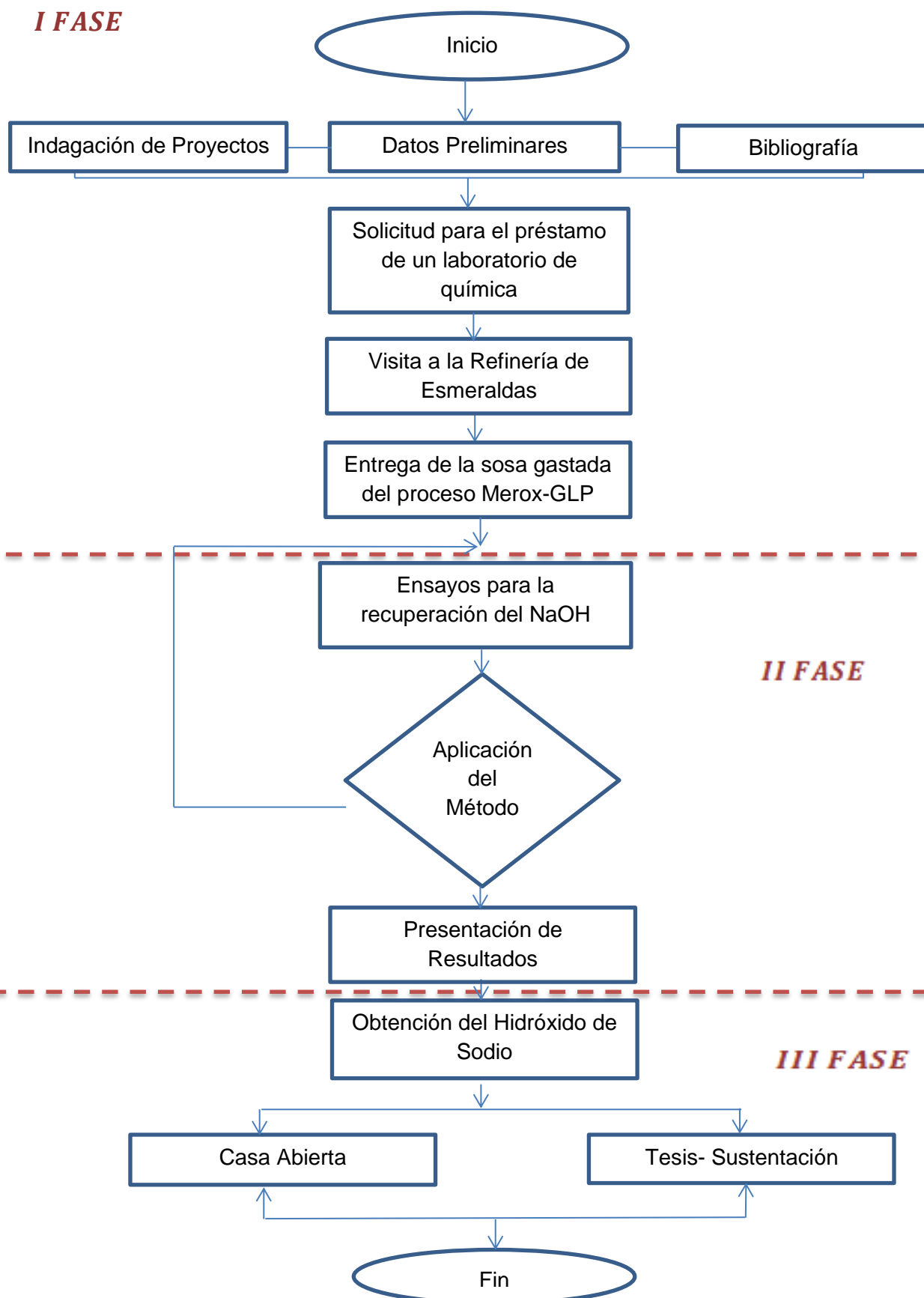
I FASE

Figura1.7 Flujo de diagrama del proceso de metodología general

Fuente: Loayza V. - Yturalde M.

En la segunda fase, inicia la parte experimental del proyecto, en el cual, se realizaron los diferentes análisis en un laboratorio certificado con las normas ISO/IEC 17025 para la caracterización de la sosa gastada y su posterior tratamiento con la metodología de separación por gravedad, centrifugación, aireación y evaporación en un laboratorio en las instalaciones de la ESPOL.

Como fase final, se presenta una comparación entre los parámetros de la muestra inicial (sosa gastada), y la muestra tratada (NaOH), alcanzando el objetivo general y logrando los objetivos específicos; en donde se muestra el tratamiento que recibió la sosa gastada para la recuperación del hidróxido de sodio presente en ésta.

CAPÍTULO 2

2. MARCO TEÓRICO

Es necesario tener conocimiento de varios conceptos, propiedades físico-químicas de los compuestos y procedimientos industriales que intervienen para la obtención de la sosa gastada, para que sea posible cumplir este proyecto. A continuación, se presenta cada uno de estos conceptos, profundizando en los temas de interés acorde con la investigación.

2.1 GAS LICUADO DE PETRÓLEO (GLP)

El GLP es una mezcla compuesta principalmente por propano y butano, C3 y C4, respectivamente. En la refinería de Esmeraldas el GLP se obtiene de diferentes procesos, como se indica en la tabla 3:

Tabla 3. Unidad que generan GLP en REE

PROCESO	TM/Día Nominal
Destilación Atmosférica:	--
Crudo 1	50
Crudo 2	50
Unidad de Craqueo Catalítico Fluido	480
Reformación Catalítica	10
TOTAL	590

Fuente: EP Petroecuador, 2016

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

Se puede observar que el proceso que mayor cantidad de GLP genera es el FCC. Luego de obtenerse el GLP, desde los diferentes procesos, es necesario que pase por el tratamiento Merox 300, para mejorar su calidad y eliminar posibles productos nocivos de azufre dosificando sosa cáustica.

Es importante conocer de manera detallada el procedimiento Merox que se realiza a la corriente de Gas Licuado de Petróleo en la Refinería Estatal de Esmeraldas, debido a que en este procedimiento se genera el flujo de desecho de sosa gastada que se quiere recuperar con el proyecto propuesto.

El proceso Merox 300 consta de varios sistemas encargados de la remoción de compuestos indeseados. A continuación, se describirán estos sistemas. Para poder visualizar el diagrama de flujo, ir al Anexo 2.

2.1.1 Absorbedor de Amina

El sistema consta de una columna de platos perforados diseñado para proveer una mezcla entre la solución de amina y el GLP. Esta mezcla se genera por el ingreso del GLP a la columna de destilación por el plato número 10 (plato de fondo) en contracorriente con la amina.

En el proceso el Sulfuro de Hidrógeno (H_2S) contenido en el GLP, es absorbido por la solución amina. La amina rica en H_2S es colectada en el fondo del reservorio y enviada hacia el tambor de flash de amina en la sección existente. (7)

2.1.2 Pre-lavador Cáustico

A continuación de que el GLP es extraído del absorbedor de amina, ingresa al pre-lavador cáustico. En este sistema se retira del GLP las últimas trazas de H₂S que no fueron eliminadas en el absorbedor de amina con un lecho de sosa cáustica de 10°Be o de 7% en peso. El posible arrastre de sosa en la corriente de GLP se evita con una malla de acero inoxidable localizada en la cima del pre-lavador.

El sistema consta de dos distribuidores de entrada, uno inferior y otro superior. El primero es utilizado durante la operación normal del sistema, mientras que el segundo entra en uso cuando existe un agotamiento de la sosa cáustica debido a que se la debe drenar.

Luego del que el GLP pasa por este sistema, se dirige hacia el extractor y la sosa gastada hacia el tambor desgasificador localizado en esta unidad.

(8)

2.1.3 Extractor

El sistema extractor consta de platos perforados y un flujo en contracorriente entre el flujo de GLP y de sosa cáustica. La sosa utilizada en este sistema es de 20°Be o de 14% en peso.

Al existir el contacto entre el GLP y la sosa cáustica, ésta se enriquece de mercaptanos, eliminando de esta manera otro componente indeseable en el Gas Licuado de Petróleo.

Por último, el GLP abandona el extractor por la parte superior del sistema, mientras que la sosa cáustica enriquecida de mercaptanos se acumula en el fondo y es enviada hacia el oxidador de esta unidad (8), obteniéndose de esta manera una corriente de desecho de sosa cáustica gastada.

2.1.4 Sedimentador Cáustico

A continuación de que el GLP abandona el extractor, ingresa al sedimentador cáustico. Este sistema es utilizado para eliminar cualquier arrastre de sosa en el GLP mediante la gravedad.

La solución cáustica acumulada en el sedimentador puede ser enviada hacia el oxidador para su regeneración. (8)

2.1.5 Filtro de Arena

Por último, el filtro de arena se encarga de que las últimas trazas de sosa cáustica sean eliminadas de la corriente del GLP.

El GLP entra en el filtro de arena a través de un distribuidor, fluyendo hacia abajo a través del lecho de arena. El lecho de arena es soportado sobre una grilla de acero con 0.6mm de abertura específicamente diseñado. La salida del GLP está protegida por una placa desviadora especial, que permite la separación de la solución cáustica que desciende por las paredes y es colectada en el fondo del recipiente. La solución cáustica acumulada es periódicamente enviada al oxidador para su regeneración, hasta que se agote por completo. (8)

2.2 SOSA CÁUSTICA

La sosa cáustica (Hidróxido de sodio), es una base fuerte típica, en donde el hidróxido de sodio existe en un estado de cristal translúcido blanco y se utiliza en forma de solución acuosa en la que el hidróxido de sodio se disuelve en agua. En particular, la sosa cáustica se usa de manera constante como reactivo primario para la eliminación de impurezas, ya que es eficaz y económicamente viable.

La sosa cáustica que ha sido utilizada en la eliminación de impurezas se convierte en la sosa cáustica gastada.

En particular, una solución cáustica gastada es difícil de ser tratada directamente por un método de eliminación biológico general de aguas residuales, ya que tiene pH elevado, alta demanda química de oxígeno (DQO), carbono orgánico total (COT) y similares. (9)

Dependiendo de las corrientes a ser tratadas con sosa cáustica, resultan los diferentes tipos:

Sulfhídricas: Producidas a partir del lavado cáustico de etileno o GLP, contiene altas concentraciones de sulfuros y mercáptidos de sodio.

Cresílicas: Generadas durante el lavado cáustico de las gasolinas producidas en los procesos de lecho fluidizado. Contiene compuestos orgánicos que incluyen: fenolatos, cresolatos y xilenolatos de sodio con sus respectivos compuestos de azufre.

Nafténicas: Producidas a partir del lavado cáustico de queroseno y diésel. Contienen altas concentraciones de policíclicos orgánicos, compuestos como naftenatos de sodio. (9)

De acuerdo con la clasificación descrita, la sosa gastada que se obtiene en la corriente de desecho del proceso Merox del GLP, y que es la fuente de estudio, es del tipo de sosa gastada sulfhídrica.

2.2.1 Tratamiento de Sosas Gastadas

A las corrientes cáusticas con un alto contenido de compuestos fenólicos y otros compuestos aromáticos peligrosos, se le puede dar diversos tratamientos para disminuir el alto impacto negativo que tiene hacia el ambiente y/o para reutilizarla en los procesos operativos.

Se han propuesto varios métodos con el fin de tratar dicha sosa cáustica gastada entre éstos:

-Incineración, los componentes líquidos de una solución de sosa cáustica gastada se evaporan por la combustión de Fuel Oil o similares para producir dióxido de carbono, carbonato de metal alcalino y similares. Los componentes nocivos son eliminados por un incinerador y se descargan a la atmósfera. Este método tiene el inconveniente de que su coste de operación es alto, y que causa la contaminación del aire. (9)

-Oxidación con aire húmedo, en el método de oxidación con aire húmedo, la sosa cáustica gastada es tratada con micro burbujas de gas de oxígeno para causar una reacción de oxidación y después difundir el producto de

reacción condensado, usando líquido a granel. En este caso, el material orgánico se convierte en dióxido de carbono y agua, y el material inorgánico (sulfuro) se convierte en tiosulfato o sulfato. El método de oxidación con aire húmedo es problemático por su alto costo de inversión debido a que necesita un pre calentador, un reactor de oxidación, un refrigerador y un separador. (9)

-Proceso Fenton, la oxidación se la pueda dar por la adición de peróxido de hidrógeno y compuestos de hierro (por ejemplo, sulfato ferroso (FeSO_4), cloruro de hierro (FeCl_2), etc.), este método es conocido como Fenton. Este método de tratamiento de oxidación de Fenton es problemático debido a que se genera una gran cantidad de lodo inorgánico. (9)

- Tratamiento propuesto en la presente investigación: Recuperación del Hidróxido de Sodio de la Sosa Gastada, con la metodología de separación por gravedad, centrifugación, aireación y evaporación se puede recuperar el hidróxido de sodio presente en la sosa gastada, logrando reutilizarla en los procesos operativos de la REE.

2.3 CARACTERÍSTICAS DE LOS COMPUESTOS PRESENTES EN LA SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX 300 DE LA REE

Las sosas gastadas resultantes de procesos de refinación contienen compuestos contaminantes entre los que destacan los fenoles, mercáptidos y disulfuros de sodio. A continuación, se dará detalle de las características y propiedades de los compuestos mencionados.

2.3.1 Fenoles

El fenol es un derivado del benceno, de fórmula C_6H_5OH , se conoce también con los nombres de ácido fénico, ácido carbónico, hidroxibenceno, ácido carbólico. Los derivados del fenol también se emplean comúnmente como germicidas.

El fenol se degrada con dificultad debido a la estabilidad y baja solubilidad en agua. Se pueden distinguir dos tipos de métodos para el tratamiento de efluentes fenólicos industriales:

No destructivos, permiten la recuperación y la reutilización del fenol, como la adsorción en carbón activado y extracción con solventes (métodos usados para una descarga de fenol elevada).

Destructivos, el fenol es transformado por oxidación, ya sea biológica, química o electroquímica (para concentraciones bajas de fenol). (7)

Tabla 4. Propiedades Físicas y Químicas de los Fenoles

Temperatura de Autoignición	715°C
Punto de inflamación	79°C
Presión de vapor, Pa a 20°C	47
Densidad	1.06 g/cm ³
Solubilidad en agua	Baja
Solubilidad en soluciones alcalinas	Alta
Punto de fusión	43°C
Punto de ebullición	182°C

Fuente: Comité Internacional de Expertos del IPCS

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

2.3.2 Mercaptanos

Los mercaptanos o también llamados tioles, están compuestos por un grupo funcional formado por un átomo de azufre y un átomo de hidrógeno, son compuestos ácidos por la función S-H; son corrosivos y de olor desagradable.

Los mercaptanos inferiores, son los que reaccionan con la sosa cáustica formando mercáptidos de sodio (CH_3NaS) que son compuestos térmicamente inestables, su concentración en los crudos es muy baja, o nula, pero se crean a partir de los otros compuestos sulfurados en el curso de las operaciones de refino, y se encuentran sobre todo en los cortes ligeros. (10)

Tabla 5. Propiedades Físicas y Químicas de los Mercaptanos

Olor y Apariencia	Líquido incoloro con olor repulsivo
Punto de inflamación	-48°C
Presión de vapor	16.2 psia
Densidad	0.845 g/ml a 15.6°C
Solubilidad en agua y otros disolventes	ligeramente
Punto de fusión	-148°C
Punto de ebullición	35°C
Volátiles	100%
Estado físico	Líquido incoloro de olor acre

Fuente: RECOPE

Autor: Loayza V. - Yturralde M

2.3.3 Disulfuros

Los disulfuros presentes en las sosas gastadas de las refinerías son específicamente disulfuros de sodio.

El disulfuro de sodio es un agente/aditivo inorgánico, presentado en forma de escamas de muy alta solubilidad en agua. Es también conocido como sulfuro di-sódico y posee las siguientes características:

Tabla 6. Características del disulfuro de sodio

Fórmula Química	Na ₂ S ₂
Punto de Ebullición	70.7 °C Max.
Peso Molecular	110.11 g/mol
Densidad	1.79 g/cm ³

Fuente: Guide Chem

Autor: Loayza V. - Yturralde M

2.3.4 Sulfuro de Sodio

El sulfuro de sodio se fabrica y se vende en cristales de color amarillo o lila tornasol y su olor es sulfuroso, semejante al de un huevo podrido, es aplicable en varias industrias como, la industria del papel, en el tratamiento del cuero para eliminar el pelo de las pieles, se puede utilizar en la fabricación de colores y tintes, también se puede utilizar en la fabricación de otros productos químicos, metales o en la minería (procesamiento de mineral) y en el tratamiento de aguas residuales, lodos y en el proceso de suelos.

Las principales características del sulfuro de sodio, se las presenta en la siguiente tabla:

Tabla 7. Características del Na₂S comercial.

Densidad	1850 Kg/m ³
Punto de Fusión	Aprox. 90°C
Punto de Ebullición	Aprox. 165°C
Solubilidad en Agua	160 g/L a 20°C
pH	12.9 (10 g/L a 20°C)

Fuente: Solvay América Inc.

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

- Riesgos en la exposición al Sulfuro de Sodio - Na₂S

La exposición a sulfuro de sodio puede causar irritación severa en la piel, los ojos y el tracto respiratorio, puede causar sensibilización (desarrollar una reacción alérgica). Respirar el polvo de sulfuro puede agravar el asma u otras enfermedades pulmonares, causa dolores de cabeza, mareos, náuseas y vómitos. La ingestión puede causar quemaduras en la boca y peligro de perforación al estómago, náuseas, vómitos y diarrea. La sobreexposición puede provocar la muerte. (11)

2.4 TRATAMIENTOS PREVIOS PARA LA RECUPERACIÓN DE LA SOSA GASTADA

En la indagación de la bibliografía se encontraron trabajos de graduación donde el objetivo es tratar la sosa, para su disposición final en una planta de tratamiento de aguas o para obtener un producto comercial como los fenoles; este trabajo de investigación se enfoca en el tratamiento de la sosa gastada para la recuperación del hidróxido de sodio.

2.4.1 Tratamiento de las Sosas Gastadas Sulfhídricas

En la investigación del Ing. Alejandro F. Franco, de la Universidad Nacional de Barranca, Perú, (12) el objetivo del tratamiento es la remoción del sulfuro de sodio al reaccionar con el ácido sulfúrico concentrado, produciendo la liberación de ácido sulfhídrico gaseoso al cual es necesario determinar la calidad, para poder recomendar su disposición final, que puede ser el envío a la Planta de Recuperación de Azufre o a la de Producción de Ácido Sulfúrico.

El ácido utilizado es de dos calidades: fresco y gastado, el primero es el que alimenta a la planta de alquilación, utilizado como catalizador, mientras el segundo es el ácido que ya ha sido utilizado. La muestra seleccionada para este tratamiento es la sosa de tratamiento de propano (Ruptura Catalítica N° 1). Obteniendo los resultados que se reflejan en la tabla No.8:

Tabla 8. Resultados del tratamiento de las Sosas Gastadas Sulfhídricas

Efluente	Ruptura Catalítica N°1				
	DQO mgr	Fenol T mgr	Hidroc. Lit	Mercap gr	Sulf. Gr
Ácido Sulfúrico Gastado					
Sosa Inicial	55800	1560	699	10.32	28.8
Ef. Sin filt. % de remoción	92.5	3.8	62.5	97.3	100
Ef. Filtrado % Remoción	94.4	93.4	70.1	98.5	100
% Volumen Gas Natural	-	0.05	0.31	19.01	80.63
Ácido Sulfúrico Fresco					
Sosa Inicial	55800	1560	195	10.32	28.8
Ef. Sin filt. % de remoción	98.9	16.5	40.3	98.3	100
Ef. Filtrado % Remoción	99.1	88.5	53.4	100	100
% Volumen Gas Natural	-	0.16	0.08	19.42	80.34

Fuente: Alejandro Fierro, 1985

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

Se puede destacar que la remoción de los sulfuros es del 100% al cabo de 8 horas de operación, momento en el cual, es apreciable el cambio de color de la sosa gastada, de negro a amarillo claro, que es signo de tal remoción y con una apreciable disminución en el olor desagradable.

La disminución en la DQO es cercana al 50% y la de mercaptanos es del 94% al cabo de 8 horas.

El tiempo durante el cual se realizó el tratamiento fue de 10 días, siendo un buen tratamiento para las sosas sulfhídricas gastadas debido a su bajo costo, facilidades de operación y a la sencillez de los equipos a usar.

2.4.2 Proceso para el tratamiento de sosas gastadas y del producto obtenido en el mismo proceso.

El proyecto de investigación del Ing. Jorge Sanabria, de la empresa Ecopetrol S.A, (13), contempla el tratamiento de la sosa gastada mediante neutralización controlada con ácidos preferiblemente de tipo inorgánico, seguida de la separación por gravedad de la fase acuosa tratada y la fase orgánica, la cual se destina como materia prima para procesos petroquímicos, adicionalmente la separación de gases producto de la neutralización y finalmente, la extracción de contaminantes de la fase acuosa con un solvente, preferiblemente aceite liviano de ciclo (ALC), proveniente de procesos de craqueo catalítico. La sosa procesada y con bajo contenido de compuestos orgánicos, es dispuesta hacia la planta de tratamiento de aguas residuales y el aceite liviano de ciclo enriquecido con compuestos orgánicos se retorna al proceso de mezcla y preparación de combustóleo.

Este proceso recupera los compuestos contaminantes orgánicos presentes en la sosa gastada como: fenoles, ácidos cresílicos y nafténicos, los cuales antes de la invención, se eliminaban por medios biológicos y de oxidación, que son procesos destructivos.

Se realizó una prueba de extracción a 31.8 m³ de sosa neutralizada con un contenido inicial de 18000 ppm de fenol. Se usaron para la extracción 31.8 m³ de ALC provenientes de una planta de craqueo catalítico. La prueba se realizó recirculando la sosa neutralizada e inyectando el ALC fresco en línea, en una relación 1/1 de ALC/sosa recirculada.

Se obtuvieron los siguientes resultados de remoción: (14)

Tabla 9. Resultados del Tratamiento de la Sosa Gastada

Identificación del momento de toma de las muestras	Concentración de Fenoles (fase acuosa) en línea durante la extracción (ppm)	Concentración de Fenoles (fase acuosa) en el depósito durante la extracción con recirculación (ppm)
Hora 0	-	18000
Hora 1	700	17600
Hora 2	500	16500
Hora 3	500	15000
Hora 4	1100	11600
Hora 5	1000	10000
Hora 6	1500	8500
Hora 7	2500	6000
Hora 8	1800	4500
Hora 9	1250	3500

Fuente: Jorge Sanabria, 2010

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

Con estos resultados llegaron a las siguientes conclusiones; partiendo en la hora cero con 18000 ppm de compuestos fenólicos, correspondientes a su concentración inicial, llegando a 3500 ppm de compuestos fenólicos al finalizar la prueba, alcanzándose un grado de extracción de 80.5%, recuperándose de la corriente residual original un total de 462 kilogramos de fenoles.

2.4.3 Alternativa Seleccionada

La propuesta escogida se basa en la recuperación del hidróxido de sodio, con miras a revalorizar la sosa gastada en sosa fresca para reutilizarla en el proceso Merox – GLP. De esta manera, disminuiría la cantidad mensual de adquisición de la misma, ya que es factible devolverle las propiedades originales para combinarla con la sosa cáustica fresca para la unidad Merox tanto del GLP como de la Gasolina.

CAPÍTULO 3

METODOLOGÍA PARA LA RECUPERACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO DE LA SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX GLP

3. METODOLOGÍA

3.1 OBTENCIÓN DE LA MUESTRA DE SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX GLP

Para obtener la muestra de sosa gastada y visitar las instalaciones del proceso Merox-GLP es necesario realizar una carta por parte de la Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL), dirigida al Superintendente de la REE EP Petroecuador, el Ingeniero José Enriquez Campaña.

3.2 REQUISITOS PARA LA OBTENCIÓN DE LA MUESTRA

Como parte de la seguridad de la refinería, es necesario visitar las instalaciones con camisa manga larga, botas punta de acero, pantalón jean, protectores auditivos, casco de seguridad; y para el contacto directo con desechos peligrosos es indispensable el uso de mascarilla y guantes.

La recepción de la muestra se la debe realizar en tanques de almacenamiento apropiados para sustancias tóxicas, cerrados herméticamente y manipulados con cuidado.

3.3 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DEL LABORATORIO

Antes de realizar las pruebas en el laboratorio es indispensable conocer las medidas de seguridad a seguir descritas en el Anexo 3.

3.3.1 Caracterización de la Sosa Gastada

Para iniciar con la experimentación, se debe caracterizar la muestra de sosa gastada, realizando los análisis reportados en la tabla 10:

Tabla 10. Parámetros a realizar a la Sosa Gastada

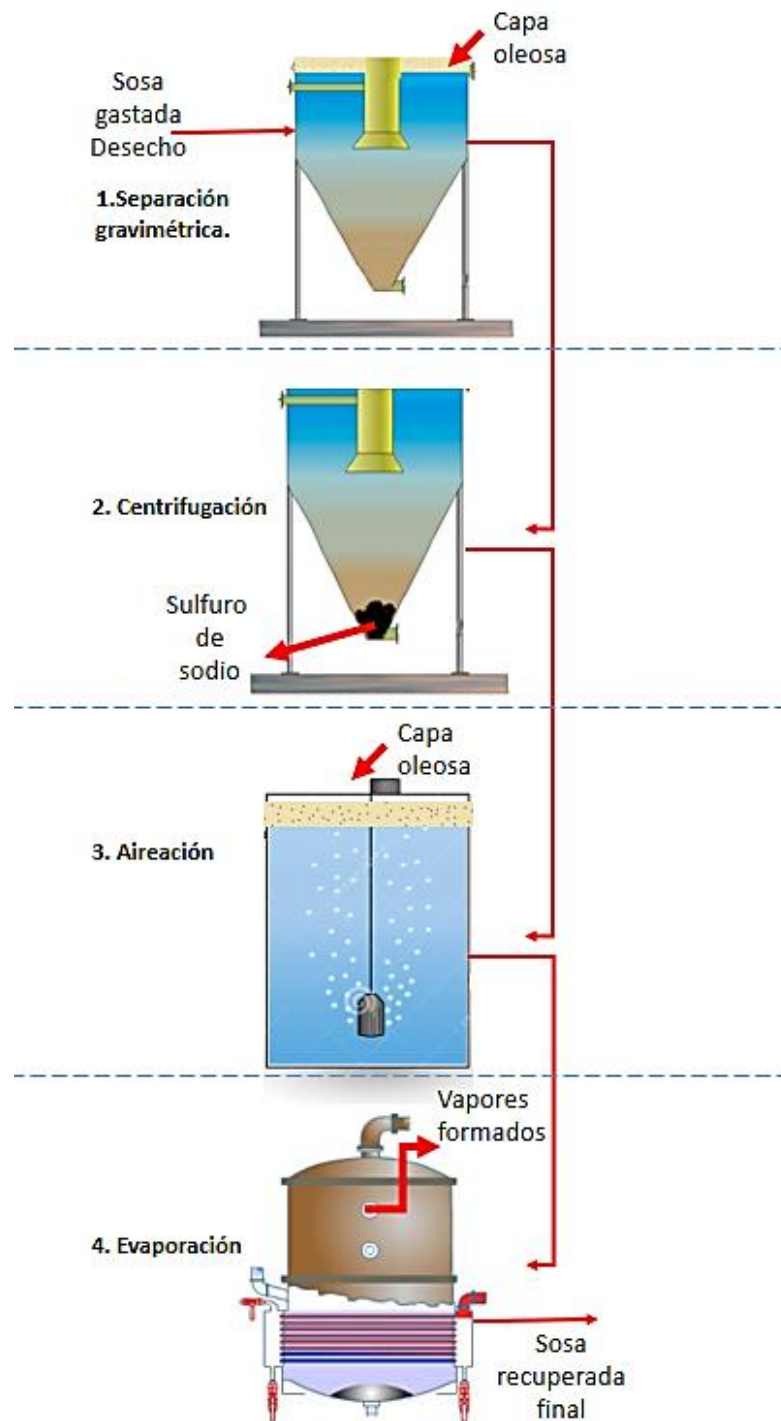
PARÁMETRO	MÉTODO DE ANÁLISIS
Alcalinidad	SM 2320 - B
Demanda Química de Oxígeno	EPA 410.4
Fenoles	EPA 420.1
Hidrocarburos Totales de Petróleo	EPA 418.1
Potencial de Hidrógeno	SM 4500 H ⁺ B
Sólidos Suspendidos Totales (SST)	EPA 160.2
Sólidos Disueltos Totales (SDT)	EPA 160.1
Sólidos Totales (ST)	EPA 160.3
%NaOH libre	Titulación

Fuente: Laboratorio Productos & Servicios Industriales, S.A

Autor: Loayza V. - Yturralde M.

3.3.2 Descripción del Proceso

Imagen 3. Proceso para la recuperación del Hidróxido de Sodio



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

La metodología que se sigue es la separación por gravedad, centrifugación, aireación y evaporación de la sosa gastada. Para leer el manual del procedimiento ver el Anexo 5.

a) Separación por Gravedad

En la primera etapa lo que se quiere lograr es separar la fase oleosa compuesta por mercáptidos, aprovechando la diferencia de densidades de éstos contra el hidróxido de sodio y los sulfuros. Los materiales a usar, se detallan en la tabla No.11:

Tabla 11. Materiales para la Separación por Gravedad

MATERIAL	CARACTERÍSTICAS	IMAGEN
Matraz Erlenmeyer	Cantidad: 1 Marca: Capacidad: 250 ml	
Probeta	Cantidad: 1 Marca: LMS Capacidad: 500ml ± 5	
Embudo de Decantación	Cantidad: 1 Marca: Pyrex Capacidad: 500 mL	

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

b) Centrifugación

El objetivo de que la sosa gastada ingrese a la centrifuga, es acelerar la precipitación de los sulfuros de sodio y poder retirarlos de la muestra.

Los materiales para la centrifugación son los siguientes:

Tabla 12. Materiales ocupados en la Centrifugación

MATERIAL	CARACTERÍSTICAS	IMAGEN
Centrífuga	Damon/IEC Division Koehler Volt/Hz: 115-50/60	
Tubos para Centrífuga	Cantidad: 4 Marca: Pyrex Capacidad: 100mL	
Termómetro	Cantidad: 1 -10 a 180°C	
Mechero de Bunsen	Cantidad: 1	

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

- Filtración al Vacío

Es un tratamiento ligado con la centrifugación, ya que se lo realiza para asegurar que los sólidos precipitados (sulfuro de sodio), se retengan en el filtro y no contaminen posteriormente la muestra. Los materiales para el filtrado al vacío son los siguientes:

Tabla 13. Materiales para la Filtración

MATERIAL	CARACTERÍSTICAS	IMAGEN
Kitazato	Cantidad: 1 Marca: Glassco Capacidad: 1000mL	
Bomba de vacío	Cantidad: 1	
Embudo + Papel Filtro	Cantidad: 1 Tipo: Papel filtro estándar	
Probeta	Cantidad: 1 Marca: LMS Capacidad: 100mL ± 1	

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

c) Aireación

En la aireación se inyecta oxígeno a la sosa, con el propósito que los mercáptidos presentes sean transformados en disulfuros, que al ser de característica oleosa se pueden separar por su poca solubilidad en la mezcla al igual que los fenoles al ser expuestos a la aireación. Los materiales para la aireación son los siguientes:

Tabla 14. Materiales para realizar la Aireación

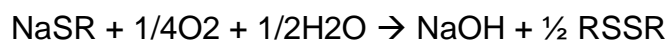
MATERIAL	CARACTERÍSTICAS	IMAGEN
Aireador+Manguera 1/4 "	Cantidad: 1 Marca: Resun Flujo del aire: 12 L/h	
Matraz Erlenmeyer	Cantidad: 1 Marca: Glassco Capacidad: 250 ml	
Kitazato	Cantidad: 1 Marca: Glassco Capacidad: 1000mL	

Bomba de vacío	<p>Cantidad: 1</p> <p>Modelo: CAT93971</p> <p>Marca: Cenco General Eléctric.</p>	
<p>Embudo</p> <p>+</p> <p>Papel Filtro</p>	<p>Cantidad: 1</p> <p>Marca: Pyrex</p>	
Probeta	<p>Cantidad: 1</p> <p>Marca: LMS</p> <p>Capacidad: 100mL ± 1</p>	

Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Este tratamiento busca oxidar los sulfuros y mercáptidos de sodio a formas más estables y menos contaminantes a la presión atmosférica y temperatura ambiente.



La reacción, es irreversible, el disulfuro es esencialmente insoluble en soluciones cáustica y puede ser separado por gravedad.

d) Evaporación

En la evaporación se quiere eliminar compuestos presentes en la sosa como, agua, disulfuros y H_2S , al tener puntos de ebullición menor a la temperatura que se quiere alcanzar ($110\text{ }^{\circ}C$) concentrándose de esta manera el hidróxido de sodio presente en la muestra.

Los materiales para la evaporación son los siguientes:

Tabla 15. Materiales para la Evaporación

MATERIAL	CARACTERÍSTICAS	IMAGEN
Balón de destilación	Cantidad: 1 Marca: Pyrex Capacidad: 500mL	
Equipo de Evaporación	<ul style="list-style-type: none"> - Refrigerante Marca: Pyrex - 2 Soportes - Mangueras - Termómetro $^{\circ}C$ - Mechero Bunsen 	
Probeta	Cantidad: 1 Marca: LMS Capacidad: 100mL ± 1	

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturalde M.

CAPÍTULO 4

ANÁLISIS Y RESULTADOS DEL TRATAMIENTO DE LA SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX DEL GLP

4. EJECUCIÓN DEL PROYECTO

4.1 TOMA DE LA MUESTRA DE SOSA GASTADA DEL PROCESO MEROX GLP

La visita a la Refinería de Esmeraldas se la realizó el 25 de junio del 2016, a partir de las 08:00 a.m., con guía de la Ingeniera Andrea Quinde, encargada del Departamento Ambiental de la Refinería.

Durante la visita a las instalaciones de la REE, se recorrieron las áreas de unidad catalítica 1 y 2, que incluyen los procesos Merox 100, 200, y 300, para tratar el Jet Fuel, Gasolina y GLP respectivamente. Cada coordinador de área explicó el funcionamiento de operación de estos procesos, indicando así, flujos, temperatura, presión, y demás parámetros a controlar.

Se pudo observar el área para el tratamiento de aguas provenientes de todos los procesos de la refinería, que se divide en tres unidades: para el agua residual aceitosa, agua salada y otra para las aguas lluvias.

Para concluir la visita, se recorrió el área de almacenamiento de los diferentes derivados del petróleo que se producen en la refinería, como Gasolina, GLP y Jet Fuel.

Imagen 4. Instalaciones de la Refinería Estatal de Esmeraldas



Fuente: Refinería Estatal de Esmeraldas

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

4.2 REQUISITOS PARA LA OBTENCIÓN DE LA MUESTRA

La toma de muestra la realiza el personal capacitado en el manejo de desechos peligrosos desde una válvula para toma de muestra de la sosa proveniente de la unidad Merox del GLP, antes de que se mezcle en el tanque SC-T01 con la sosa de los demás procesos, este tanque tiene una capacidad de almacenamiento de 35m³ y está ubicado en el área de la unidad catalítica 1.

Para evitar la contaminación con la muestra se requiere una posterior limpieza con vapor de agua, tanto de la vestimenta como de los tanques en donde se la almacenó.

Imagen 5. Toma de muestra de la sosa gastada del proceso Merox-GLP



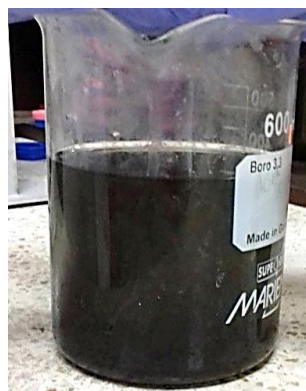
Fuente: Refinería Estatal de Esmeraldas

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

4.3 ANÁLISIS DE LA SOSA GASTADA

Los análisis efectuados en la sosa gastada se indican en la tabla No. 16, los cuales fueron realizados por el Laboratorio PSI, tal y como se indicó en el capítulo 3. En la imagen No. 6 se muestran las características visuales de la sosa gastada al inicio de la experimentación.

Imagen 6. Sosa Gastada del Proceso Merox GLP



Fuente: Refinería Estatal de Esmeraldas

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Se inicia la experimentación con la caracterización de la sosa gastada, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 16. Análisis físico-químico de la Sosa Gastada

PARÁMETRO	UNIDADES	RESULTADOS M1	LÍMITES MÁX. PERMITIDOS ¹	MÉTODO DE ANÁLISIS
Alcalinidad	mg/L	147500	-	SM 2320 - B
DQO	mg/L	482298	250	EPA 410.4
Fenoles	mg/L	53.62	0.2	EPA 420.1
TPH	mg/L	4131	20	EPA 418.1
pH	--	12.49	6 - 9	SM 4500 H ⁺ B
SST	mg/L	500	100	EPA 160.2
SDT	mg/L	94500	1500	EPA 160.1
ST	mg/L	95000	1600	EPA 160.3
Sulfuros	%	0.45	0.000027	HACH 8131

Fuente: Laboratorio Productos & Servicios Industriales, S.A

Autor: Productos & Servicios Industriales, S.A

Se puede observar en la tabla No.16, que los valores reportados para la sosa gastada, sobrepasan los límites permitidos para la descarga a un cuerpo de agua dulce, estos valores están dados por la legislación ambiental, tal y como aparece en la columna 4, demostrando que sería

¹ Valores teóricos del límite de descarga a un cuerpo de agua dulce (17)

necesaria la implementación de varios tratamientos en la sosa gastada por su alto contenido de compuestos nocivos, gases tóxicos y peligrosos para la salud y el medio ambiente; por lo que en el presente proyecto se lo tratará como materia prima para la recuperación del hidróxido de sodio y no, como un desecho con destino a la planta de tratamiento de los efluentes. A continuación, se describe a detalle los resultados obtenidos en cada etapa del procedimiento de recuperación.

4.3.1 Separación por Gravedad

En la separación por gravedad se presentaron tres fases, la capa oleosa, capa acuosa y precipitados, los resultados de la operación a diferentes temperaturas se detallan en la tabla No.17, observando así, que el sulfuro de sodio precipita únicamente cuando se encuentra a temperatura ambiente y que el tiempo necesario para que la capa oleosa se forme es de 5 minutos y que luego de este tiempo no incrementa.

Tabla 17. Comportamiento de las fases a diferentes temperaturas.

Tiempo (min)	Temp. (40°C)	Temp. (25°C)		Temp. (10 °C)
	Capa oleosa %(v/v)	Capa oleosa %(v/v)	Na ₂ S precipitado (gr)	Capa oleosa %(v/v)
5	2.0	2.4	--	2.4
30	2.0	2.4	0.150	2.4
50	2.0	2.4	0.372	2.4

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

En promedio el porcentaje en volumen de la capa oleosa formada es de 2.40, tal y como se observa en la tabla No.18, manifestando que en las diferentes repeticiones del proceso no se presentó una mayor variación de este volumen.

Tabla 18. Porcentaje en volumen de la capa oleosa

Muestra a 25 °C	Vol. de sosa gastada (ml)	Volumen de capa oleosa (ml)	% de Capa oleosa (v/v)
M1	10	0.25	2.5
M2	10	0.25	2.5
M3	10	0.25	2.5
M4	10	0.20	2.0
Promedio			2.40

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

En la imagen No.7, se observa la capa oleosa que fue removida de la muestra y, en la imagen No.8 los sulfuros de sodio que sedimentaron al cabo de 30 minutos.

Imagen 7. Capa oleosa formada por mercáptidos, fenoles y disulfuros de sodio



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Imagen 8. Sedimentación natural de sulfuros de sodio en la muestra tratada a 25 °C



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

En la tabla No.19, se presenta un resumen de los resultados y condiciones de operación con las que se trabajaron para el proceso de separación por gravedad.

Tabla 19. Resultados y Condiciones de operación en la separación por gravedad

Volumen muestra inicial (ml)	205
Volumen de capa oleosa retirada (ml)	5
% (v/v) capa oleosa	2.4
Volumen final muestra tratada (ml)	200
% (v/v) muestra final tratada	97.6
CONDICIONES DE OPERACIÓN	
Temperatura (°C)	25
Tiempo (min)	30

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

4.3.2 Centrifugación

En la tabla No. 20, se indican las diferentes condiciones para la precipitación del sulfuro de sodio en la centrifuga, implicando que, a 25°C y a 400 RPM, precipita la mayor cantidad de sulfuro de sodio.

Tabla 20. Na₂S formado a distintas condiciones de operación.

°C/RPM	200	400	500	800
10	0.0465	0.093	0.0465	0.0465
25	0.186	0.4464	0.186	0.093
40	0.0744	0.093	0.0558	0.0465

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Tabla 21. Resultados y Condiciones de operación en la centrifugación.

Volumen muestra inicial (ml)	200
Gramos sulfuro de sodio retirados	0.89
ml de sulfuro de sodio retirados	0.48
% (v/v) Sulfuro de sodio	0.24
Volumen final muestra tratada (ml)	199.52
% (v/v) Muestra final tratada	97.6
CONDICIONES DE OPERACIÓN	
Temperatura (°C)	25
Tiempo (min)	30
RPM	400

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

En la tabla No.21, se presenta un resumen de los resultados y condiciones de operación del proceso de centrifugación y en la imagen No.9, se observa como los sulfuros de sodio precipitan en los tubos de centrifuga.

Imagen 9. Muestra centrifugada a 25 °C y 400 RPM



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos.

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Para evitar que los sulfuros precipitados contaminen nuevamente la muestra, se procede a someterla a una filtración al vacío.

En la imagen No.10, se observa el proceso de filtración al vacío de la muestra centrifugada.

Imagen 10. Proceso de Filtración al Vacío



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos.

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

4.3.3 Aireación

Para el estudio del comportamiento de la muestra en diferentes intervalos de tiempo, se tomaron muestras para medir las propiedades de pH, densidad y grados Brix. En la tabla No.22 se presentan los resultados:

Tabla 22. Característica de la muestra aireada vs tiempo de aireación

Tiempo aireación/Propiedades	pH	Densidad	Grados Brix
4 horas	12.57	1.07	41.50
8 horas	12.62	1.08	44.10
24 horas	12.73	1.10	53.60

Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Se puede observar en la tabla No.22, que el pH de la muestra se eleva de 12.57 a 12.73, lo que indica un aumento en la cantidad de hidróxido de sodio presente en la muestra.

En la imagen No.11, se puede observar la capa oleosa formada luego de 24 horas de someter la muestra a la aireación; para la separación de la misma se realiza una decantación por 30 minutos.

Imagen 11. Capa oleosa formada en la aireación



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

La aireación es un factor clave en la recuperación del hidróxido de sodio, ya que en esta etapa se eliminan los fenoles y disulfuros presentes, por lo que es necesario que la muestra cumpla ciertos parámetros de operación que se indican en la tabla No.23, en conjunto con los resultados finales de esta etapa.

Tabla 23. Resultados y Condiciones de operación en la aireación.

Volumen muestra inicial (ml)	199.52
Volumen de capa oleosa retirada (ml)	10.52
% (v/v) Capa oleosa	5.27
Volumen final muestra tratada (ml)	189
% (v/v) Muestra final tratada	94.73
CONDICIONES DE OPERACIÓN	
Temperatura (°C)	25
Tiempo (horas)	24
Flujo de aire (L/h)	12

Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

4.3.4 Evaporación

La evaporación fue realizada para tres muestras de sosa y, en la tabla No.24 se presentan los resultados obtenidos en las repeticiones de la experimentación. Se puede observar que en la muestra 1, se alcanzan 95°C, mientras que en las dos se llega a una temperatura de 110°C.

Tabla 24. Evaporación de las muestras.

Muestras	Temperatura	% (v/v) vapores formados	% (v/v) sulfuro de sodio precipitado	pH de la muestra
M1	95	25	0.06	12.8
M2	110	55.2	0.06	13.0
M3	110	57.14	0.06	13.4

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Analizando los resultados y las condiciones con las que se trabajó, se elige la muestra 3 para continuar con el tratamiento por presentar un pH más alcalino lo que indica una mayor presencia de hidróxido de sodio.

Los vapores formados en la evaporación fueron condensados para poder medir sus propiedades, este condensado contenía un olor fuerte característico al disulfuro de sodio y un color turbio.

En la tabla No.25 se presentan los resultados de las mediciones de las propiedades del condensado.

Tabla 25. Propiedades del condensado

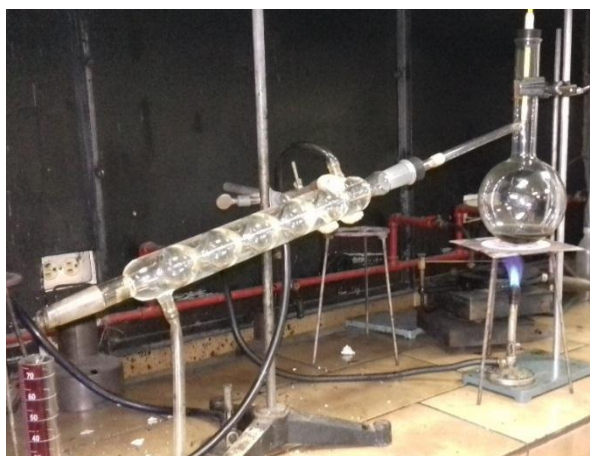
Densidad	pH	°Brix
0.99 g/mL	8.30	53.60

Fuente: Quality Corporation

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

El sistema utilizado para realizar la evaporación se puede observar en la imagen No.12, el sistema consta de un refrigerante para poder condensar los vapores formados y medir sus respectivas propiedades. Cabe mencionar que industrialmente estos vapores deberían de someterse a un proceso de incineración para su eliminación.

Imagen 12. Sistema para la Evaporación



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Inmediatamente al finalizar la evaporación se pudo distinguir en la muestra la presencia de sólidos, sulfuros de sodio, precipitados en el balón, lo que se puede observar en la imagen No.13, fue necesario separarlos por una filtración al vacío y recuperarlos para ser tomados en cuenta en el balance.

Imagen 13. Sólidos formados luego de la evaporación



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Al ser el proceso de evaporación el paso final para la obtención del hidróxido de sodio, se puede observar en la imagen No.14 las características visuales de la muestra final tratada, evidenciándose un color más claro que el inicial y un olor menos sulfuroso.

Imagen 14. Muestra final del tratamiento de recuperación del NaOH



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Tabla 26. Resultados y Condiciones de Operación en la evaporación.

Volumen muestra inicial (ml)	189
Volumen de vapores formados(ml)	108
% (v/v) Vapores formados	57.14
Volumen sulfuro de sodio precipitado (ml)	0.1
% (v/v) Sulfuro de sodio	0.06
Volumen final muestra tratada (ml)	80.9
% (v/v) Muestra final tratada	42.8
CONDICIONES DE OPERACIÓN	
Temperatura (°C)	110
Tiempo (minutos)	30

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

En la tabla No.26 se presenta un resumen de los resultados y las condiciones de operación con las que se realizó el proceso de evaporación para obtener el mejor porcentaje de recuperación del hidróxido de sodio.

4.4 ANÁLISIS COMPLEMENTARIOS

4.4.1 Titulación de la sosa gastada: Determinación del NaOH libre

Es importante conocer el porcentaje de hidróxido de sodio presente en la muestra inicial para poder conocer la eficiencia de recuperación del proceso, por lo que se realiza una titulación con HCl a 0.1M.

En la tabla No.27 se presentan los resultados de la titulación realizada a la muestra de la sosa gastada del proceso Merox-300, a la que posteriormente se le realiza el tratamiento para la recuperación del hidróxido de sodio.

Tabla 27. Resultados de la titulación de la sosa gastada.

pH inicial de la muestra	12.49
pH final de la muestra	7
Consumo de HCl (ml)	31
Volumen de la muestra (ml)	2
gr de NaOH presentes en la muestra	12.25
% (p/p) NaOH	5.7

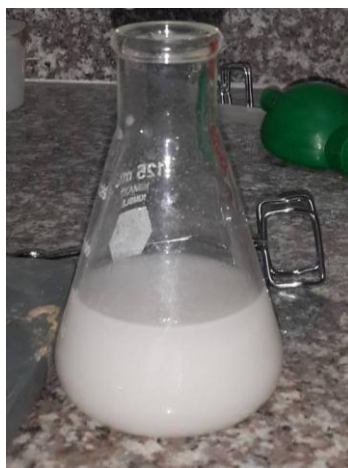
Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

4.4.2 Titulación de la muestra final tratada

La muestra final, luego de haber pasado por los tratamientos mencionados anteriormente, se le realiza una titulación con ácido clorhídrico a 0.1M para determinar el porcentaje de hidróxido de sodio contenido en la muestra.

Imagen 15. Muestra final titulada



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Tabla 28. Resultados de la titulación de la sosa tratada.

pH inicial de la muestra	13.4
pH final de la muestra	7
Consumo de HCl (ml)	86.5
Volumen de la muestra (ml)	3.4
gr de NaOH en la muestra	8.2
% (p/p) NaOH	9.3

Fuente: Laboratorio de Petróleo

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

En la tabla No.28 se presentan los resultados de la titulación realizada a la muestra final obtenida.

Con los resultados obtenidos en la titulación, se puede efectuar una comparación de sus propiedades físico-químicas con las tabuladas en tablas y curvas para el hidróxido de sodio (Anexos 1), y corroborar que es una muestra del mismo con un porcentaje del 9.3% en peso.

Las propiedades analizadas fueron pH y densidad a diferentes temperaturas, 25°C y 15°C. Los resultados de sus propiedades se presentan a continuación en la tabla No.29.

Tabla 29. Propiedades de la Sosa Cáustica (9,3% peso)

Propiedades	Experimental	Teórica
Densidad a 25 °C	1.0893	1.1
Densidad a 15 °C	1.1049	1.105
pH²	13.4	13.5

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos y Laboratorio Productos & Servicios Industriales, S.A

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

² Debido a la dificultad de obtener lectura de pH precisa en valores por encima de 12, el pH no es un método válido para determinar la concentración. (16)

4.5 ANÁLISIS DE RESULTADOS

A continuación, se presenta en la tabla No.30, un resumen de los resultados obtenidos en cada uno de los procesos realizados para la recuperación del hidróxido de sodio de la sosa gastada. Con esta tabla se puede analizar el comportamiento de la muestra en cada etapa.

Tabla 30. Resultados de la experimentación

Proceso	Resultados
Separación por Gravedad	<p>-Se retira de la muestra la capa oleosa compuesta por mercáptidos de sodio.</p> <p>-La capa oleosa representa el 2.4% del volumen inicial.</p>
Centrifugación	<p>Las mejores condiciones de operación son:</p> <p>-Temperatura de 25 °C y velocidad angular de 400 RPM.</p> <p>-Se retira de la muestra sulfuro de sodio precipitado, que presenta el 0.24% del volumen inicial.</p>
Aireación	<p>-El tiempo de aireación en el que se obtuvo un mayor incremento del pH de la muestra fue de 24 horas.</p>

	<p>-Con la aireación se formó una capa oleosa compuesta por disulfuros y fenoles que fue retirada de la muestra.</p> <p>-La capa oleosa retirada representa el 5.27% de la muestra inicial.</p>
Evaporación	<p>-La temperatura de operación para la evaporación es de 110 °C.</p> <p>-El tiempo que dura la evaporación es de 30 minutos.</p> <p>-Los vapores retirados están compuestos de disulfuros de sodio, H₂S y agua que representan un 57.14% de la muestra inicial.</p> <p>-El pH del condensado de la evaporación es de 8.3 y su densidad 0.99 g/mL.</p> <p>-Precipitan sulfuro de sodio y son retirados de la muestra, representan el 0.06% de la muestra inicial.</p> <p>-El volumen recuperado representa el 42.8% del volumen de la muestra inicial.</p> <p>-La muestra final obtenida tiene un pH de 13.4 y una densidad de 1.0893 a 25 °C.</p>

Procedimiento	- Sulfuro de sodio total retirado: 0.28
Total	- Capa oleosa total retirada: 7.57
(%v/v)	- Vapores formados totales: 52.68
	- Hidróxido de sodio al 9.3% en peso: 39.46

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos y Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Con la titulación inicial realizada a la sosa gastada, y al final, a la muestra tratada, se puede encontrar que el rendimiento del proceso de la recuperación es del 70%, tomando en cuenta que al inicio existían 12.25g de NaOH y al final se recuperaron 8.2g, en una muestra de 205mL de sosa gastada.

Además del rendimiento y porcentajes de volúmenes calculados también es importante conocer los parámetros iniciales y finales de la muestra tratada, para de esta manera realizar un análisis profundo de los resultados y conseguir unas correctas conclusiones de la investigación.

En la siguiente tabla se presenta a detalle los parámetros físico-químicos medidos en la muestra inicial y final:

**Tabla 31. Comparación de los parámetros iniciales y finales de la
sosa**

PARÁMETRO	UNIDADES	RESULTADOS INICIALES	RESULTADOS FINALES	MÉTODO DE ANÁLISIS
Alcalinidad	mg/L	147500	236	SM 2320-B
DQO	mg/L	482298	682078	EPA 410.4
Fenoles	mg/L	53,62	298,80	EPA 420.1
TPH	mg/L	4131	7011,9	EPA 418.1
Sulfuros	% v/v	0.45	0.09	HACH 81.1
SST	mg/L	500	2530	EPA 160.2
SDT	mg/L	94500	518610	EPA 160.1
ST	mg/L	95000	521140	EPA 160.3
pH ³	--	12.49	13.4	SM 4500 H ⁺ B
Hidróxido de sodio libre ⁴	g	12.25	8.2	-

Fuente: Laboratorio Productos & Servicios Industriales, S.A

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Se puede observar un aumento de la DQO, que demuestra un mayor consumo de oxígeno en la muestra, dado por el hidróxido de sodio recuperado; de igual manera el aumento de ST, SDT y SST se debe a que la muestra fue concentrada al evaporarse y, el pH se manifiesta de la misma manera por el incremento del hidróxido de sodio.

³ Parámetro realizado por las autoras.

⁴ Parámetro realizado por las autoras.

El porcentaje final del sulfuro de sodio demuestra la eliminación del mismo en las etapas de centrifugación y evaporación, y se puede corroborar este valor con los resultados de la tabla No.30, que da como consecuencia una remoción total de sulfuro de sodio de 0.28%, similar al valor dado por el laboratorio PSI.

Y como es evidente, la cantidad de hidróxido de sodio obtenido en la etapa final, testifica una recuperación del mismo.

La alcalinidad no afecta en la calidad del hidróxido de sodio obtenido, ya que está relacionada con la presencia de carbonatos y bicarbonatos y no solo de los iones hidroxilos (OH^-)

CAPÍTULO 5

RENTABILIDAD ECONÓMICA DE LA RECUPERACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO DE LA SOSA GASTADA

5. VIABILIDAD DEL PROYECTO

5.1 INTRODUCCIÓN

Tomando en cuenta la cantidad de sosa cáustica virgen que se consume en el proceso Merox-GLP, y la cantidad que se recupera de hidróxido de sodio de la sosa gastada; es posible determinar la ganancia por cantidad de hidróxido de sodio producido con el procedimiento propuesto.

5.2 PRODUCCIÓN DE SOSA GASTADA

En la refinería de Esmeraldas la gestión y disposición final de sosa gastada se hace de forma general, es decir no se clasifica por la fuente de origen. En ocasiones los tanques a granel en donde se descarga la sosa gastada queda a poca capacidad y se termina de llenar con lo que sale de los otros recipientes de proceso que almacenan sosa. Para lo cual se adjunta la siguiente tabla de la generación de sosa gastada de los procesos merox Gasolina, GLP y la sosa utilizada para la limpieza de equipos y tuberías en la refinería, desde el año 2013 hasta el presente año.

Tabla 32. Tabla de generación de sosa gastada en la REE

Periodo de Generación	Peso (TN)
Almacenado hasta el 2013	3713
Generación 2014	902
Generación 2015	144
Generación hasta jul 2016	1084

Fuente: Entrevista personal técnico de REE

5.2.1 Almacenamiento de la sosa gastada en la REE

La sosa gastada es almacenada en áreas externas a los procesos productivos de la refinería y cuenta con una capacidad de almacenamiento para acopiar alrededor de 1500m³, lo que equivale a un aproximado de 1700 toneladas de sosa gastada. Los tanques a granel para la sosa son de polipropileno de alta densidad (PPAD) y de 1 m³ de capacidad, los cuales son dispuestos en un área ventilada, contando con las debidas precauciones de seguridad, tal y como se observa en la imagen No.16

Imagen 16. Almacenamiento de la de sosa gastada en la REE

Fuente: Refinería Estatal de Esmeraldas

5.2.2 Desalojo y traslado de la sosa gastada al área de almacenamiento

La Refinería contrata periódicamente el servicio de desalojo y traslado a las áreas externas de almacenamiento. Este servicio comprende la provisión de tanques a granel, bombeo hacia los tanques, movimiento a la plataforma de transporte, etiquetado, empacado y transporte hacia el área de almacenamiento. Este servicio le cuesta a la refinería \$320 por metro cúbico desalojado y almacenado. Mensualmente se desalojan en promedio 166m³ de sosa gastada, desde que la refinería está operando al 100% de capacidad. Cabe recalcar que estas cantidades se refieren a la sosa gastada de los procesos Merox Gasolina y GLP.

La generación de sosa gastada del GLP es aproximadamente el 60% del total generado, dando un valor de 106m³ al mes de sosa gastada para la unidad Merox 300.

Imagen 17. Empresa encargada de la Sosa Gastada



Fuente: Refinería Estatal de Esmeraldas

5.3 IMPORTANCIA ECONÓMICA DEL PROYECTO

5.3.1 Balance de Materia

Conforme a la experimentación realizada en el laboratorio se encuentran los porcentajes de generación y recuperación de los diversos compuestos que conforman la sosa gastada.

Tomando en cuenta los porcentajes anteriores se realiza un balance general para todo el sistema, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 33. Resultado total del balance

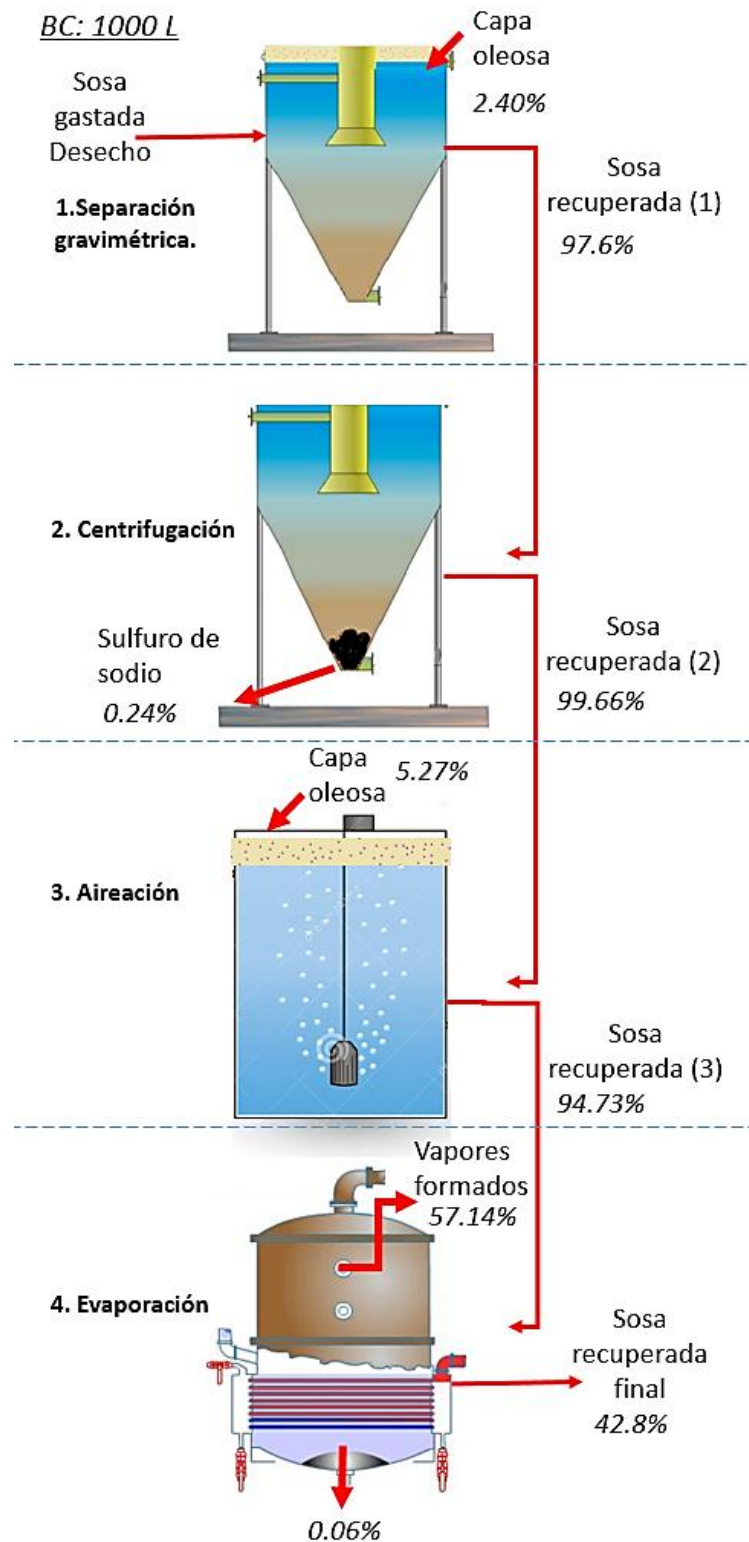
Descripción	% v/v
Porcentaje de sulfuro de sodio precipitado	0.28
Porcentaje de capa oleosa retirada	7.57
Porcentaje de vapores formados	52.68
Porcentaje de solución NaOH (9.3% p/p) obtenida	39.46

Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos y Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Con estos porcentajes se puede simular cualquier escenario que se presente, y se los utilizará para calcular la cantidad de hidróxido de sodio al 9.3% en peso que se puede obtener en la REE con el flujo de sosa gastada mensual.

Imagen 18. Balance de Materia del procedimiento



Fuente: Laboratorio de Hidrocarburos y Operaciones Unitarias

Autor: Loayza V.- Yturralde M.

5.3.2 Consumo de sosa cáustica virgen en la REE

Para las unidades Merox 200 y 300, para Gasolina y GLP respectivamente, es importante que la sosa cáustica que ingresa a los procesos cumpla con las especificaciones establecidas mencionadas en la tabla No.34.

Tabla 34. Especificaciones de la sosa cáustica de la REE

Estado	Sólido
Forma	Perlas
Pureza	99% Mínimo
Insolubles	0.05% Máximo
Peso Molecular	40.0 g/mol

Fuente: Entrevista con personal técnico de REE

En las unidades mencionadas, se tiene un consumo mensual promedio de 21110 kg de sosa cáustica al 100% de pureza, por lo que en la tabla No. 35, se puede observar el consumo de sosa durante el presente año, a partir del mes de mayo.

Tabla 35. Consumo de sosa para los procesos Merox en la REE

Periodo de Generación	Peso (Kg)
Mayo	21275
Junio	21111
Julio	20944
Promedio	21110

Fuente: Entrevista con personal técnico de REE

5.3.3 Simulación de recuperación de sosa cáustica al 9.3%.

Como se indica en la tabla anterior, el consumo promedio de sosa cáustica virgen al mes es de 21110 Kg, esta cantidad es utilizada para obtener una solución al 14% en peso para los procesos Merox de la gasolina y del GLP, es decir, que mensualmente se tiene un consumo de 150785 Kg de solución cáustica. (Anexo 1.1).

De los 166000 L de sosa gastada producida al mes, aproximadamente 106240 L, son producidos en el proceso Merox 300, este volumen será el volumen de entrada para el tratamiento de recuperación del hidróxido de sodio. El 39.46%⁵ es el porcentaje de recuperación del NaOH de la sosa gastada.

$$106240\text{L sosa gastada} \times (0.3946) = 41922\text{ L sosa cáustica } 9.3\% \text{ en peso.}$$

Con el tratamiento propuesto se podría obtener 41922 L de sosa cáustica al 9.3% en peso al mes o 46115 Kg (Anexo 1.1), y puede ser reutilizado en los procesos Merox, disminuyendo así el consumo de hidróxido de sodio puro al mes. A continuación, se realiza un cálculo para conocer la cantidad de hidróxido de sodio que se generaría en la REE. El 5.7%⁶ en peso, es la cantidad de hidróxido de sodio presente en la sosa gastada.

$$116864\text{ Kg} \times (0.057) = 6666.25\text{Kg}$$

⁵ Porcentaje de recuperación del hidróxido de sodio obtenido en el balance. Ver tabla No.33

⁶ Porcentaje obtenido en el punto 4.4.1. Ver tabla No.27.

$$6666.25Kg \times \left(\frac{70}{100}\right) = 4666.40 Kg \text{ de hidróxido de sodio}$$

La cantidad de hidróxido recuperado es de 4666.40 Kg al mes. Monetariamente se tendría un ahorro de \$3453 mensuales, tomando en cuenta que el precio del hidróxido de sodio en escamas en el mercado nacional, es de \$0.74/Kg. (15)

La refinería mensualmente gasta \$320 por metro cúbico de sosa gastada, para su desalojo y almacenamiento por parte de la empresa gestora.

Conociendo que el volumen de sosa gastada producida mensualmente en la unidad Merox-GLP es de 106m³, conlleva a tener un ahorro de \$33920 al dejar de solicitar el servicio cada mes con la implementación del proyecto propuesto.

CONCLUSIONES

1. El tratamiento planteado es viable para la recuperación del hidróxido de sodio de la sosa gastada del proceso Merox del GLP con un rendimiento del 70% y consta de operaciones unitarias que no requieren de mayor inversión para su implementación en la REE.
2. Como hipótesis de la presente investigación, se plantea recuperar el 80% del hidróxido de sodio contenido en la sosa gastada, experimentalmente se logró una recuperación del 70%.
3. La puesta en práctica de los resultados de esta investigación, permitirá tener un ahorro mensual en la REE de \$33920 al eliminar costos de exportación y almacenamiento de este desecho; y más bien, representaría una ganancia de \$3453 al mes, el obtener sosa cáustica que se reutiliza en los procesos.

4. El proceso propuesto reduce en grandes magnitudes el vertimiento de contaminantes alcalinos concentrados al medio ambiente en corrientes de aguas residuales de refinería, con la consiguiente recuperación del hidróxido de sodio para reutilizarlo en los procesos Merox de la REE.

5. La sosa recuperada tiene una concentración del 9.3% en peso de hidróxido de sodio y puede ser mezclada con sosa virgen para ser nuevamente utilizada en los procesos Merox de la REE.

6. La REE tiene un proyecto de construcción de una planta de tratamiento de sosa gastada, pero en ésta se invertirá para neutralizarla y enviarla al tratamiento de aguas residuales de la misma, siendo un desecho formado y no un producto recuperado como lo es la presente investigación.

7. El sulfuro de sodio precipitado de la sosa gastada, puede ser secado y almacenado en silos, como un producto secundario de la recuperación del hidróxido de sodio.

8. En la etapa de evaporación de la sosa gastada, los vapores formados pueden dirigirse a uno de los incineradores que tiene la refinería para poder ser destruidos.

9. Los fenoles, mercáptidos y disulfuros retirados en la capa oleosa, formada en la primera etapa del tratamiento puede ser enviada al tratamiento de aguas aceitosas de la REE.

RECOMENDACIONES

1. Difundir los resultados del presente proyecto en los centros de investigación de la comunidad universitaria del país y revistas técnicas de la ESPOL.
2. Hacer conocer esta alternativa de tratamiento de la sosa gastada de la REE, a la gerencia de refinación de EP Petroecuador.
3. Evaluar el tratamiento propuesto en esta investigación a escala piloto, para establecer los requerimientos reales de equipos y de inversión.
4. Continuar con el estudio de la alternativa de recuperación de hidróxido de sodio, centrándose en los tratamientos secundarios para las corrientes formadas dentro de este proceso (sulfuro de sodio, vapores, capa oleosa).
5. Como la sosa recuperada contiene aún hidrocarburos, tales como los fenoles, se plantea realizar una investigación complementaria para la eliminación de los mismos.

6. Ampliar la presente investigación, a otros desechos de la refinería, tales como la sosa gastada de la unidad Merox de Gasolina producida del FCC.

7. Es necesario incorporar a los laboratorios de la FCNM, nuevos equipos de análisis de la industria petrolera, para el desarrollo de los trabajos de investigación de la carrera.

BIBLIOGRAFÍA

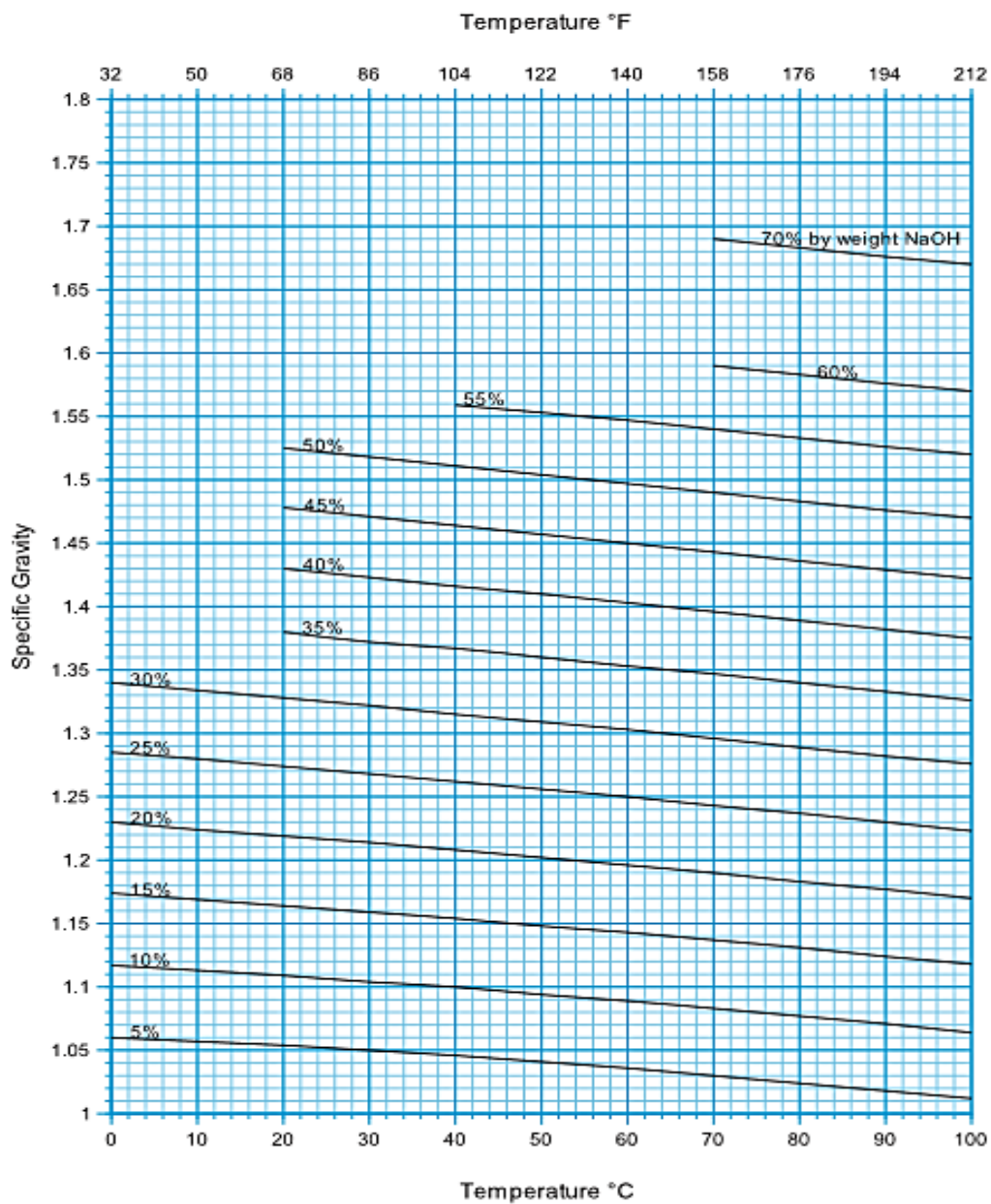
- [1]. **Araujo, Victor.** Inteligencia Petrolera. [En línea] 31 de marzo de 2015. [Citado el: 13 de julio de 2016.] <http://inteligenciapetrolera.com.co/inicio/tecnologia-y-ambiente-petroecuador-elimina-desechos-acumulados-en-refineria-esmeraldas-por-victor-hugo-araujo/>.
- [2]. **estratégicos, Ministerio Coordinador de Sectores.** Sectores estratégicos. [En línea] mayo de 2014. [Citado el: 13 de julio de 2016.] <http://www.sectoresestrategicos.gob.ec/ep-petroecuador-realiza-la-exportacion-mas-grande-de-residuos-industriales-para-disposicion-final/>.
- [3]. **Quinde, Andre.** *Especialista de Gestión Ambiental de la REE.* [entrev.] Yturalde M. Loayza V. 20 de Agosto de 2016.
- [4]. **EPPetroecuador, Subgerencia de Planificación.** EP Petroecuador. [En línea] Agosto de 2016. [Citado el: 15 de Agosto de 2016.] http://www.eppetroecuador.ec/wp-content/uploads/downloads/2016/08/INFORME-ESTADISTICO-JUL-2016_V1.0_17082016.pdf.
- [5]. **Calderón, Carlos.** Repositorio UTE. [En línea] 2010. [Citado el: 26 de abril de 2016.] http://repositorio.ute.edu.ec/bitstream/123456789/5963/1/42751_1.pdf.
- [6]. **Veolia.** Veolia. [En línea] 20 de julio de 2014. <http://www.veolia.com.mx/servicios/industrial/casos-de-estudio/petroleo-y-gas/veolia-y-petroecuador>.
- [7]. **Morales, Dalila Mejía.** Instituto Tecnológico de Toluca. [En línea] Febrero de 2004. [Citado el: 20 de junio de 2016.] http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/_Public/36/016/36016191.pdf.
- [8]. **Díaz, Glubis Cuero.** Repositorio Universidad de Guayaquil. [En línea] junio de 2006. [Citado el: 10 de octubre de 2016.] <http://repositorio.ug.edu.ec/handle/redug/2527>.
- [9]. **Song, Bang Un.** Google Patentes. [En línea] 26 de Junio de 2012. <http://www.google.com/patents/US20140140906>.
- [10]. **Wauquier, J P.** *El Refino del Petróleo.* París : Technip, 1994. pág. 323.
- [11]. **Solvay.** Solvay.US. [En línea] 2011. [Citado el: 14 de agosto de 2016.] <http://www.solvay.us/en/binaries/PSS-Sodium-Sulfide-164363.pdf>.

- [12]. **Franco, Alejandro Fierro.** [En línea] 1985.
file:///C:/Users/Usuario/Downloads/Dialnet-
TratamientoDeSodasGastadasSulfhidricas-4902863.pdf.
- [13]. **Sanabria, Jorge.** [En línea] 17 de junio de 2010.
<https://www.google.com/patents/WO2010067198A1?cl=es>.
- [14]. —. Patentes. [En línea] 17 de Junio de 2010. [Citado el: 27 de Agosto de 2016.] <https://www.google.com/patents/WO2010067198A1?cl=es>.
- [15]. **C., Ing. Raúl Serrano.** *Quality Corporation.* Guayaquil, Agosto de 2016.
- [16]. **OxyChem.** OxyChem Caustic Soda Handbook. [En línea]
[http://www.cheresources.com/invision/uploads/images/technical_q_a_database/
oxy_caustic.pdf](http://www.cheresources.com/invision/uploads/images/technical_q_a_database/oxy_caustic.pdf).
- [17]. **Ambiente, Ministerio del.** Industrias. [En línea] Mayo de 2015. [Citado el: 27 de Agosto de 2016.]
<http://www.industrias.ec/archivos/CIG/file/CARTELERA/Reforma%20Anexo%2028%20feb%202014%20FINAL.pdf>.

ANEXOS

Anexo 1. Propiedades de la Sosa Cáustica

1.1 Curva de Gravedad específica de soluciones de Sosa Cáustica a diferentes temperaturas.



Fuente: Caustic Soda Handbook.

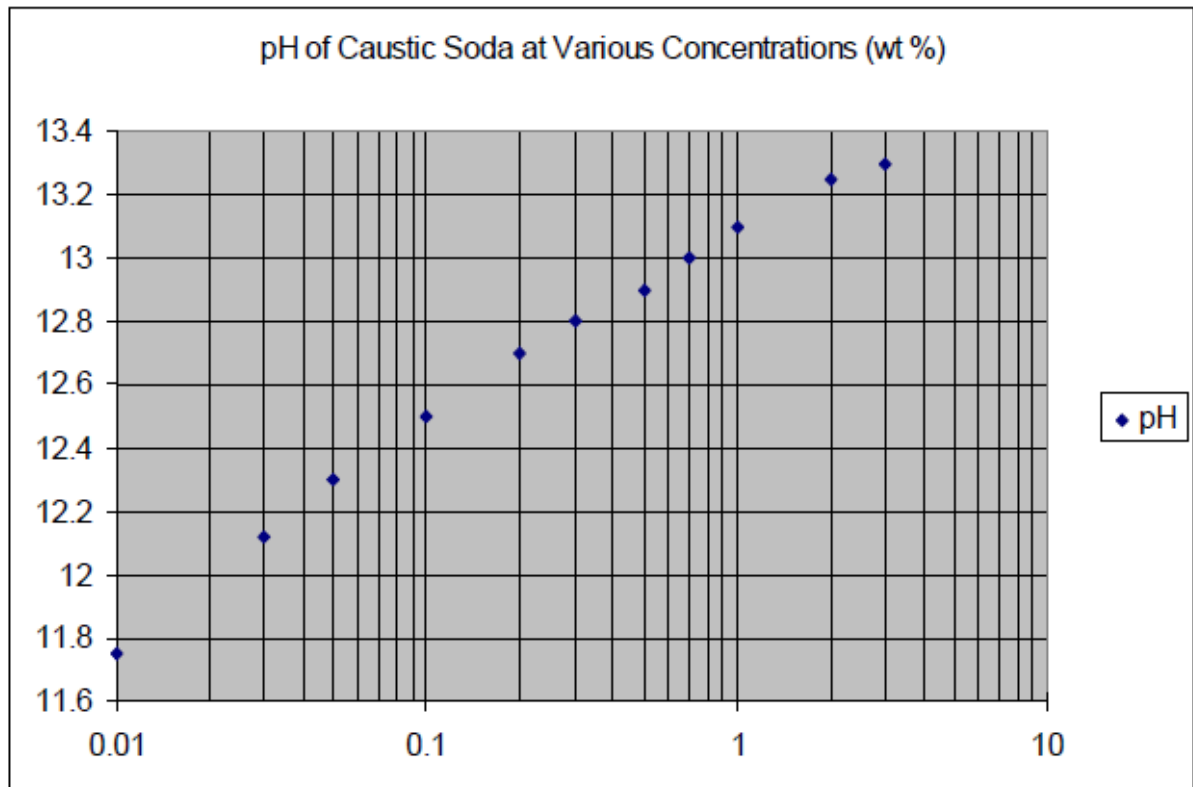
Autor: Occidental Chemical Corporation.

1.2 Tabla de Gravedad específica y concentración de soluciones de Sosa Cáustica

$d^{15/4}$	Bé	NaOH %	NaOH g/ℓ	$d^{15/4}$	Bé	NaOH %	NaOH g/ℓ
1.007	1	0.59	6.0	1.220	26	19.65	239.7
1.014	2	1.20	12.0	1.231	27	20.60	253.6
1.022	3	1.85	18.9	1.241	28	21.55	267.4
1.029	4	2.50	25.7	1.252	29	22.50	281.7
1.036	5	3.15	32.6	1.263	30	23.50	296.8
1.045	6	3.79	39.9	1.274	31	24.48	311.9
1.052	7	4.56	47.3	1.285	32	25.50	327.7
1.060	8	5.20	55.0	1.297	33	26.58	344.7
1.067	9	5.86	62.5	1.308	34	27.65	361.7
1.075	10	6.58	70.7	1.320	35	28.83	380.6
1.083	11	7.30	79.1	1.332	36	30.00	399.6
1.091	12	8.07	88.0	1.345	37	31.20	419.6
1.100	13	8.78	96.6	1.357	38	32.50	441.0
1.108	14	9.50	105.3	1.370	39	33.73	462.1
1.116	15	10.30	114.9	1.383	40	35.00	484.1
1.125	16	11.06	124.4	1.397	41	36.36	507.9
1.134	17	11.90	134.9	1.410	42	37.65	530.9
1.142	18	12.69	145.0	1.424	43	39.06	556.2
1.152	19	13.50	155.5	1.438	44	40.47	582.0
1.162	20	14.35	166.7	1.453	45	42.02	610.6
1.171	21	15.15	177.4	1.468	46	43.58	639.8
1.180	22	16.00	188.8	1.483	47	45.16	669.7
1.190	23	16.91	201.2	1.498	48	46.73	700.0

Fuente: Japan Soda Industry Association.

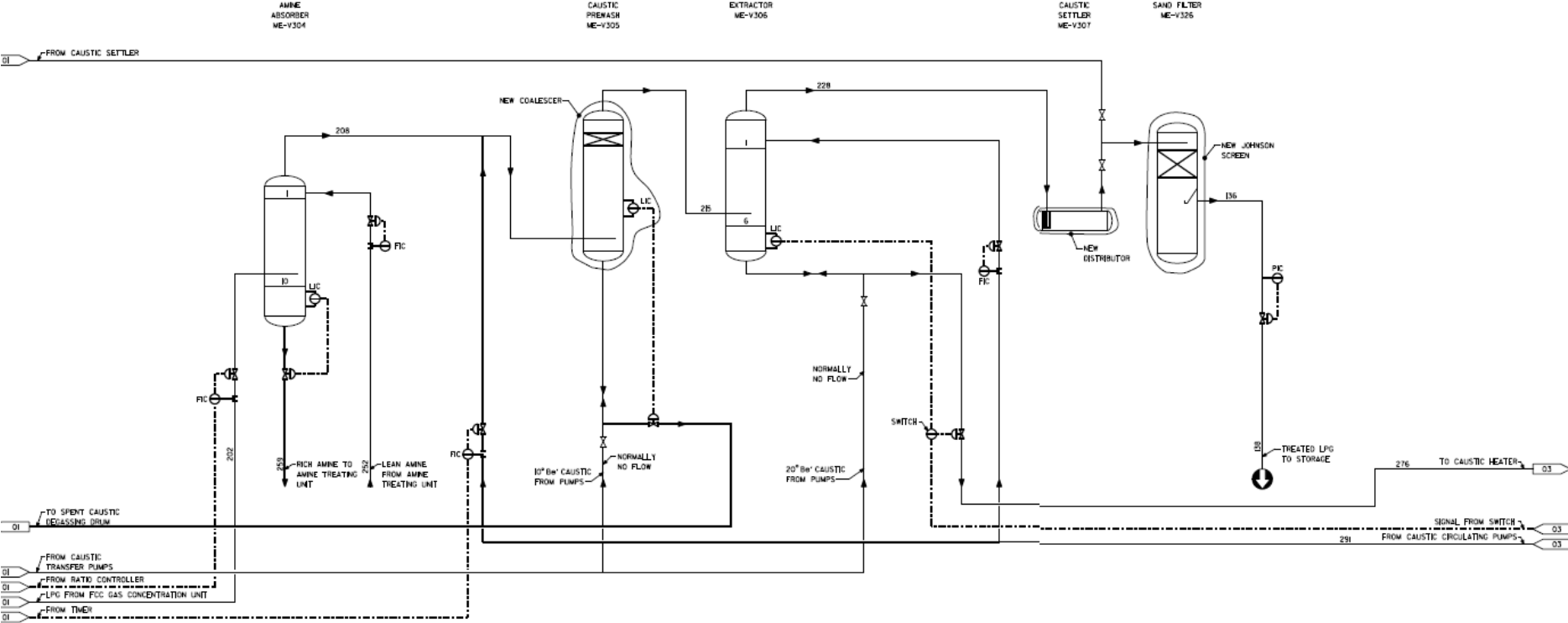
1.3 Curva de pH vs concentración de NaOH en peso.



Fuente: Información Técnica DOW

Autor: Información Técnica DOW

Anexo 2. Esquema del proceso Mercox del GLP



Fuente: Refinería Estatal de Esmeraldas

Anexo 3. Medidas de prevención y seguridad para realizar el proceso de laboratorio descrito en el Capítulo 3.



Autor: Loayza V.- Yturralde M.

Anexo 4. Resultados del Laboratorio PSI S.A

4.1 Análisis realizados a la Sosa Gastada

RP-LABPSI-16 0010

INFORME DE RESULTADOS ANÁLISIS DE PRODUCTOS

PARA:	BYRON RAMIREZ ANAZCO		
DIRECCIÓN DE LA EMPRESA:	Av. Carlos Julio Arosemena		
REPRESENTANTE LEGAL :	---		
SOLICITADO POR:	Vanessa Loayza		
TOMA DE MUESTRA EFECTUADA POR:	Cliente		
MÉTODO DE MUESTREO:	PET/LAB-PSI/02		
SITIO DE MUESTREO:	M1: Residuos de proceso de limpieza GLP		
POSICIÓN GEOGRÁFICA:	UTM-WGS84	M1	
	Este		
	Norte		
FECHA DE MUESTREO:	09 de julio de 2016		
HORA DE MUESTREO:	---		
TIPO DE MUESTRA:	Análisis físico químico de producto		
CODIGO DE LA MUESTRA:	M1: 16 0010		
FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA:	15 de julio de 2016		
ANALIZADO POR:	Ing. Juleisy Macias ; Ing. Aracely Quirumbay		
FECHAS DE REALIZACION DE ENSAYO:	15 de Julio -08 de Agosto del 2016		
EMISION DEL INFORME:	09 de Agosto del 2016		

Tabla 1. Resultados del análisis físico-químico

Parámetros	Unidades	Resultados	U k=2 ±	Método de análisis
		M1		
Alcalinidad	mg/l	147500	---	SM 2320-B
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	mg/l	482298	---	EPA 410.4
Fenoles	mg/l	53,62	---	EPA 420.1
Hidrocarburos Totales de Petróleo	mg/l	4131	---	EPA 418,1
Potencial de Hidrógeno	U de pH	14,0	---	SM 4500 H ⁺ B
Sólidos Suspendedos Totales (SST)	mg/l	500	---	EPA 160.2
Sólidos Totales Disueltos (SDT)	mg/l	94500	---	EPA 160.1
Sólidos Totales (ST)	mg/l	95000	---	EPA 160,3

U: Incertidumbre

⁽¹⁾ **Observaciones:** Muestra trabajada en dilución (1/500), presencia de fuerte olor.


Ing. Melissa Moyano

Coordinador de Análisis LAB-PSI Aguas - Suelos

Guayaquil, 09 de Agosto del 2016

4.2 Análisis del porcentaje inicial del sulfuro en la sosa gastada

RP-LABPSI-16 0013

INFORME DE RESULTADOS ANÁLISIS DE PRODUCTOS

PARA:	VANESSA LOAYZA		
DIRECCIÓN DE LA EMPRESA:	Av. Carlos Julio Arosemena		
REPRESENTANTE LEGAL :	---		
SOLICITADO POR:	Vanessa Loayza		
TOMA DE MUESTRA EFECTUADA POR:	Cliente		
MÉTODO DE MUESTREO:	---		
SITIO DE MUESTREO:	M1: Soda gastada		
POSICIÓN GEOGRÁFICA:	UTM-WGS84	M1	
	Este		
	Norte		
FECHA DE MUESTREO:	5 de Agosto del 2016		
HORA DE MUESTREO:	---		
TIPO DE MUESTRA:	Análisis físico químico de producto		
CODIGO DE LA MUESTRA:	M1: 16 0013		
FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA:	5 de Agosto del 2016		
ANALIZADO POR:	Ing. Aracely Quirumbay		
FECHAS DE REALIZACION DE ENSAYO:	5 - 16 de Agosto del 2016		
EMISION DEL INFORME:	16 de Agosto del 2016		

Tabla 1. Resultados del análisis físico-químico

Parámetros	Unidades	Resultados	U k=2 ±	Método de análisis
		M1		
Sulfuro de Sodio	%	0,45	---	HACH 8131

U: Incertidumbre

Observación: Asumiendo que los sulfuros dentro de la muestra están directamente y solamente relacionados al sulfuro de sodio


Ing. Melissa Moyano

Coordinador de Análisis LAB-PSI Aguas - Suelos

Guayaquil, 16 de Agosto del 2016

4.3 Análisis del porcentaje final del sulfuro de sodio en la muestra tratada

RP-LABPSI-16 0014

INFORME DE RESULTADOS ANÁLISIS DE PRODUCTOS

PARA:	BYRON RAMIREZ ANAZCO		
DIRECCIÓN DE LA EMPRESA:	Av. Carlos Julio Arosemena		
REPRESENTANTE LEGAL :	---		
SOLICITADO POR:	Vanessa Loayza		
TOMA DE MUESTRA EFECTUADA POR:	Cliente		
MÉTODO DE MUESTREO:	PET/LAB-PSI/02		
SITIO DE MUESTREO:	M1: Soda gastada tratada		
POSICIÓN GEOGRÁFICA:	UTM-WGS84	M1	
	Este		
	Norte		
FECHA DE MUESTREO:	17 de agosto de 2016		
HORA DE MUESTREO:	---		
TIPO DE MUESTRA:	Análisis físico químico de producto		
CODIGO DE LA MUESTRA:	M1: 16 0014		
FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA:	17 de agosto de 2016		
ANALIZADO POR:	Ing. Julio Cedeño		
FECHAS DE REALIZACIÓN DE ENSAYO:	17 -19 de Agosto del 2016		
EMISION DEL INFORME:	19 de Agosto del 2016		

Tabla 1. Resultados del análisis físico-químico

Parámetros	Unidades	Resultados	U	Método de análisis
		M1	k=2 ±	
Sulfuro de Sodio	%	0,09	---	HACH 8131

U: Incertidumbre

⁽¹⁾ Observaciones: Muestra trabajada en dilución (1/1000), presencia de fuerte olor.


Ing. Melissa Moyano

Coordinador de Análisis LAB-PSI Aguas - Suelos

Guayaquil, 19 de Agosto del 2016

4.4 Análisis realizados a la muestra final tratada

RP-LABPSI-16 0015

**INFORME DE RESULTADOS
ANÁLISIS DE PRODUCTOS**

PARA:	BYRON RAMIREZ ANAZCO		
DIRECCIÓN DE LA EMPRESA:	Av. Carlos Julio Arosemena		
REPRESENTANTE LEGAL :	---		
SOLICITADO POR:	Vanessa Loayza		
TOMA DE MUESTRA EFECTUADA POR:	Cliente		
MÉTODO DE MUESTREO:	PET/LAB-PSI/02		
SITIO DE MUESTREO:	M1: Soda gastada tratada		
POSICIÓN GEOGRÁFICA:	UTM- WGSS4	M1	
	Este		
	Norte		
FECHA DE MUESTREO:	18 de agosto de 2016		
HORA DE MUESTREO:	---		
TIPO DE MUESTRA:	Análisis físico químico de producto		
CODIGO DE LA MUESTRA:	M1: 16 0015		
FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA:	18 de agosto de 2016		
ANALIZADO POR:	Ing. Juleisy Macias		
FECHAS DE REALIZACIÓN DE ENSAYO:	18-29 de Agosto del 2016		
EMISION DEL INFORME:	29 de Agosto del 2016		

Tabla 1. Resultados del análisis físico-químico

Parámetros	Unidades	Resultados	U k=2 ±	Método de análisis
		M1		
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	mg/l	682078	---	EPA 410.4
Potencial de Hidrógeno	U de pH	14	---	SM 4500 H ⁺ B
Sólidos Totales (ST)	mg/l	521140	---	EPA 160.3
Sólidos Suspendedos Totales (SST)	mg/l	2530	---	EPA 160.2
Sólidos Totales Disueltos (SDT)	mg/l	518610	---	EPA 160.1
Fenoles	mg/l	298,80	---	EPA 420.1
Alcalinidad	mg/l	236	---	SM 2320-B
Hidrocarburos Totales de Petróleo	mg/l	7011,9	---	EPA 418.1

U: Incertidumbre

⁽¹⁾ Observaciones: Muestra trabajada en dilución (1/1000), presencia de fuerte olor.

Ing. Melissa Moyano

Coordinador de Análisis LAB-PSI Aguas - Suel Guayaquil, 29 de Agosto del 2016

Garantía de Confiabilidad y Confidencialidad: LAB-PSI garantiza resultados confiables y respaldo técnico al cliente. Se mantendrá absoluta confidencialidad de los resultados.

Nota: Los resultados no podrán ser reproducidos de forma parcial. Las incertidumbres calculadas están a disposición del cliente. Los resultados obtenidos corresponden solo a la muestra ensayada.

Anexo 5. Manual de Procedimiento de Laboratorio

❖ Separación por gravedad.

- Colocar en una probeta 205 ml de la muestra de sosa gastada. Esto debe realizarse en un espacio abierto y con los debidos EPP's.
- Traspasar los 205 ml al embudo de decantación, asegurándose de que el sistema esté cerrado para evitar pérdidas.
- Luego de 5 minutos se diferencia la capa oleosa de la acuosa, por lo que se dispone a separarlas y colocar la muestra tratada en una probeta.
- Se mide el volumen final obtenido para los cálculos del balance.

❖ Centrifugación

- Se mide en una probeta 100 ml de la muestra separada anteriormente y se la coloca en un tubo de centrifugación.
- Se repite el paso anterior para el segundo tubo de centrifugación.
- En el caso de que la centrífuga cuente con más de dos tubos de centrifugación, éstos deben estar llenos con agua.
- Luego de colocar la totalidad de tubos de la centrífuga, se dispone a colocar el tiempo y las revoluciones por minuto en la centrífuga, siendo 30 min y 400 RMP respectivamente.
- Se retiran los tubos de centrífuga y se mide la cantidad de precipitado para el balance.
- Para evitar que el precipitado contamine nuevamente la muestra se lo separa mediante una filtración al vacío.

❖ Filtración al vacío:

- Debe conectarse el kitazato a la bomba de vacío y en la parte superior un embudo con papel filtro.
- Las muestras de los tubos de centrifugación se vierten en el embudo y se enciende la bomba de vacío.
- En el kitazato se obtiene la muestra que pasará al siguiente procedimiento.

❖ Aireación

- Se coloca la muestra tratada en un vaso de precipitado que triplique el volumen de la muestra, debido a que en este procedimiento existe un

gran movimiento de la muestra por la aireación y se debe evitar la pérdida de muestra.

- La manguera del aireador se ingresa hasta el fondo de la muestra y se enciende con un flujo de aire de 12 L/h.
- La aireación tiene un tiempo de 24 horas y debe realizarse en un espacio abierto debido a que en este procedimiento se emanan gases tóxicos
- Al finalizar la aireación debe medirse el volumen final obtenido para el balance.

❖ Evaporación.

- Debe armarse el sistema de evaporación y asegurarse que no existan fugas y de que exista circulación de agua en el refrigerante.
- La muestra tratada se coloca en el balón y se cierra nuevamente el sistema. El termómetro debe estar colocado por encima de la solución.
- Se enciende el mechero siguiendo las debidas precauciones por un tiempo de 30 min.
- La temperatura de operación es de 110 °C
- Se mide el condensado obtenido, y la muestra tratada para realizar el balance correspondiente.

-

❖ Titulación de las muestras.

- Se debe preparar la solución de HCl 0.1 M, para lo que se requiere de 2.5 ml de HCl de 4M para un volumen de 100 ml.
- Se coloca la solución de HCl de 0.1 M en una bureta asegurándose que ésta esté cerrada.
- La muestra se coloca por debajo de la bureta en un matraz Erlemeyer (3 ml de muestra).
- Se mide el pH inicial y empieza la titulación hasta que la muestra alcance el pH neutro.
- Se mide el volumen total de ácido consumido para los correspondientes cálculos.