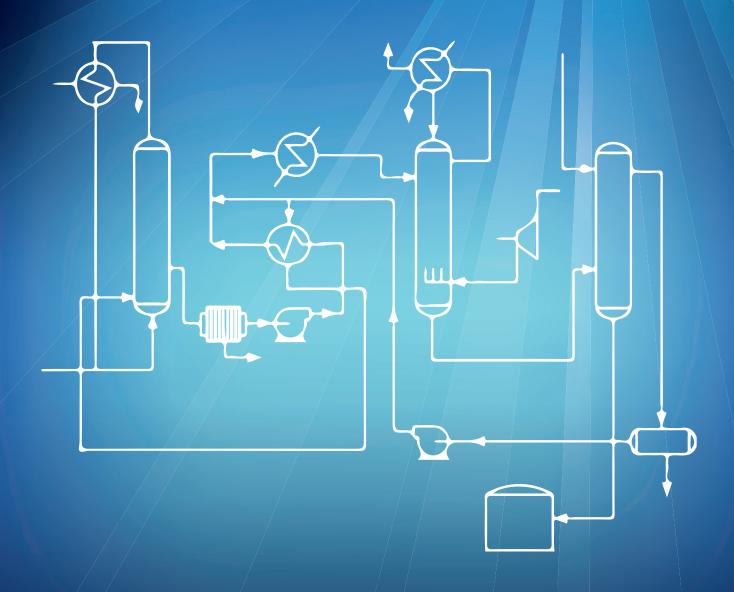


## PROCESOS Y ENERGÍA

REVISTA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR



#### ISSN 1390-7727

#### **AUTORIDADES:**

Dr. Edgar Samaniego Rojas RECTOR

Dr. Clímaco Egas Arroyo VICERRECTOR ACADÉMICO Y DE INVESTIGACIÓN

Dr. José Villavicencio Rosero VICERRECTOR ADMINISTRATIVO Y FINANCIERO

Ing. Luis Calle Guadalupe DECANO

DIRECTOR Patricio Peñaherrera S.

COORDINADOR Jorge Medina C.

CONSEJO EDITORIAL Pablo Paredes M. Andrés De La Rosa M. Rosario Hidalgo L. Ian Narváez T.

COMITÉ CIENTÍFICO Petronio Alvarez S., Ecuador Boris Alvarez S., Ecuador Ulrich Stahl, Alemania

CONSEJO DE REDACCIÓN Diego Montesdeoca E. Lorena Villarreal V.

TRADUCCIÓN Julio Terán Z.

DISEÑO E IMPRESIÓN Editorial Universitaria

© Derechos reservados. Ninguna parte de esta publicación puede ser reproducida, almacenada en un sistema de recuperación, o transmitida en cualquier forma o por cualquier medio electrónico, mecánico, fotográfico u otro, sin el permiso previo de los autores.

Tiraje: 500 ejemplares

#### Reseña histórica

Los profesores europeos que dictaron clases en la naciente carrera de Ingeniería Química, en la década de los 50 del siglo pasado, motivaron a los estudiantes a que en compañía de ellos publiquen artículos de sus trabajos de grado, lo que dio como resultado la edición de la revista "Industria Química", en el período 1956 a 1960.

En la década de los 60 se publicaron las revistas "Ingeniería Química" y "Ciencia y Técnica".

Hoy, como Facultad de Ingeniería Química, se ha tomado la decisión de publicar la revista "Procesos y Energía".

#### Objetivos y alcance

Es la revista oficial de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Central del Ecuador, para difundir la producción científica y técnica, original y relevante de esta Facultad y de otros centros de investigación nacionales e internacionales, en áreas especializadas como: Procesos Industriales, Petróleo y Gas, Biotecnología Industrial, Energía, Medio Ambiente y temas relacionados.

Es una publicación que se difunde en versión impresa y digital en forma semestral y está dirigida a profesores, investigadores, profesionales, técnicos y estudiantes de las áreas de Ingeniería Química y afines.

OFICINA EDITORIAL

Universidad Central del Ecuador.
Facultad de Ingeniería Química.
Francisco Viteri S/N y Gilberto Gatto Sobral.
Ciudad Universitaria. Casilla 17-01-3972
Quito, Ecuador
Telf. +593+02+2544631.
Telefax +593+02+2529676
decanato.fiq@uce.edu.ec
http://www.uce.edu.ec/ web/ingenieria- quimica

## PROCESOS Y ENERGÍA Revista de la Facultad de Ingeniería Química

### **CONTENIDO**

Presentación	iii
<b>Aprovechamiento de partículas de neumáticos en mezclas asfálticas</b> Catalina Díaz, Silvia Paola Recalde, Gonzalo Chiriboga, Jorge Medina	1
Caracterización fisicoquímica y destilación simulada de petróleos crudo Darío Burbano, Luis Calle	os11
Análisis cromatográfico del asfalto producido en la Refinería Estatal de	17
<b>Esmeraldas</b> Julio César Sosa, Luis Calle	17
Caracterización físico-química de naftas producidas en la Refinería Estatal de Esmeraldas, mediante cromatografía de gases Danny Sinche, Andrés De La Rosa	25
Pérdidas por evaporación de acetato de etilo y cloruro de metileno controlados por el CONSEP	33
Recuperación de metales de residuos líquidos generados por la industria galvánica Silvia Barbosa, César Alvarado	41
Análisis de la contaminación radioactiva emitida por el crudo que recibe la refinería Amazonas  Lorena Checa, Patricio Peñaherrera	47
Instrucciones para la publicación de artículos científicos y técnicos	55

#### **PRESENTACIÓN**

Esta novel Facultad de nuestra Institución arranca con brío y muy pegada a la esperanza: lo primero es consustancial a los colectivos que anhelan grandes espacios y procuran metas productivas; lo último, viene adherido a los espíritus que abrazan tareas efectivas. Ingeniería Química solo conoce de obligaciones y pasos presurosos, no hay lugares comunes en su contextura ni medios cosméticos para amilanar sus decisiones. Acá se trabaja con temperamento, con ambición para estar y ser y, desde luego, con enorme respeto para el hombre y la naturaleza.

Cómo habrán caminado sus docentes, que en apenas meses de existencia ya tienen una publicación sólida, misma que ha de trascender y proyectarse. No tiene una población universitaria grande, por lo mismo que nace de apenas una decisión próxima, pero la vocación de protagonizar jornadas de ciencia y técnica de lo más significantes, ha unido a sus actores con energía fija para robustecer a plenitud su propio destino. Fue creada para responder a las demandas sociales de los tiempos nuevos, sincronizada con los planes de desarrollo del país, adherida a las perspectivas de producción que la sociedad nacional anhela. El Rector está satisfecho por la historia hasta hoy transitada y la contribución entregada con disciplina y responsabilidad a favor de la Casona. Las 52 carillas con los 7 trabajos de investigación, que se condensan en la revista "**Procesos y Energía**", son evidencia del trabajo y constancia de mis colegas docentes, a quienes extiendo mi respeto y deferencia.

En el país las publicaciones vienen con entusiasmo y tienen en la carilla inicial esta inscripción: Volumen 1, número 1, y allí mismo ponen un epitafio que el tiempo cubre de gris. Esto no tiene porque ocurrirle a **Procesos y Energía** si el trabajo y reflexión diarios ponen nutrimento a la búsqueda y construcción del conocimiento, tarea sustantiva de la universidad. Este es mi anhelo: que vuestra revista se proyecte en el tiempo y trascienda fronteras.

Edgar Samaniego Rojas

Rector

# APROVECHAMIENTO DE PARTÍCULAS DE NEUMÁTICOS EN MEZCLAS ASFÁLTICAS

Catalina Díaz, Silvia Paola Recalde, Gonzalo Chiriboga, Jorge Medina catalina\_diaz22@hotmail.com; sprecald\_h@hotmail.com; gonzalo\_chiriboga@hotmail.com; jmedina.25@iquce.edu.ec

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 15 abril 2013 Aceptado: 10 mayo 2013

#### **RESUMEN**

Investigación realizada en tres etapas, en la primera se identificaron las propiedades fisicoquímicas de las partículas, tales como: forma geométrica, densidades real y aparente, porosidad, contenido de caucho natural y área interfacial; en la segunda se estudió la reología de las mezclas caucho en asfalto, utilizando el viscosímetro Brookfield, variando tamaño, concentración de partículas y temperaturas. y la tercera fue una caracterización fisicoquímica de estas mezclas, siguiendo ensayos ASTM para productos asfálticos y contenido de parafinas.

De los resultados experimentales se puede concluir que, las partículas de 0,5 mm y concentración de 7,5% en peso es lo recomendable; mientras que de la caracterización ASTM se observa que las mezclas de 7,5 y 10,0% en peso presentan las mejores condiciones como carpeta asfáltica.

**PALABRAS CLAVES:** Reciclaje; neumáticos; caucho; partículas; área interfacial; asfalto; mezclas asfálticas; reología; caracterización de asfaltos.

#### **ABSTRACT**

The research was done in three stages. At the first one, we identified the crumb rubber's physical chemistry properties, such as: geometrical form, real and apparent density, porosity, content of natural rubber and interfacial area; at the second one, the rheological behavior of the mixes asphalt-rubber was studied using a Brookfield viscometer, varying size, concentration of particles and temperatures; and, at the third one, the physical chemistry characterization of these mixes was done following ASTM essays for asphalts products and content of paraffins.

According to the experimental result, we could conclude that the particles of 0,5 mm and concentration of 7,5% in weight are recommendable; the ASTM characterization define that the mixes of 7,5 and 10,0% in weight present the best conditions for the asphalt.

**KEYWORDS:** Recycling; tires; rubber; particles; interfacial area; asphalt; asphaltic mixture; rheology; characterization of asphalt.

#### 1. INTRODUCCIÓN

La creciente utilización de automotores para diferentes propósitos ha generado una enorme cantidad de neumáticos usados cada año. El almacenamiento o el desecho de los neumáticos usados contaminan el ambiente. Su resistencia contra la descomposición de cualquier tipo, su enorme necesidad de espacio para almacenarlos así como el desperdicio de las materias primas si no se usan, y el riesgo de incendio cuando están apilados, los convierten en un grave problema ambiental en muchos países.

Para solucionar la disposición final de neumáticos usados, que además de ser un problema ambiental es económico y de salud pública, que ha llevado a ciertas empresas como Amandus Kahl de Alemania, a construir maquinarias industriales para desintegrar neumáticos y obtener diferentes tamaños de partículas para diversas aplicaciones, ha motivado a la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Central del Ecuador a incorporar este tema dentro de sus actividades de investigación.

En 1920 empezaron los estudios y las primeras pruebas de la modificación del asfalto con caucho molido, sin mucho éxito. El primer proceso de incorporación por vía húmeda fue llamado el proceso McDonald. Debido a los estudios realizados en 1960, por Charles McDonald, su estudio se basó en buscar una fórmula de tiempo/ temperatura para la adición de caucho reciclado al asfalto.

En nuestro país, los agregados para carpetas asfálticas se han limitado al uso de material pétreo procedente de la desintegración mecánica de rocas de canteras, arena de río y en pequeñas cantidades arena silícica.

Dada la composición de los neumáticos y cierta afinidad con el asfalto, hace intuir que al incorporarle partículas de neumáticos usados desintegradas, éstas absorberán los aceites, lo que

permitirá mejorar las propiedades mecánicas del asfalto destinado para la construcción de carpetas asfálticas. Esta suposición puede verificarse con la ayuda de estudios reológicos y la caracterización fisicoquímica de las mezclas asfálticas mediante ensayos ASTM.

Los resultados indican que las partículas de 0,5 mm tienen la mayor área interfacial que es de: 5.657,85 m²/m³, y que la concentración de 7,5% en peso de partículas agregadas al asfalto indican un mejor contacto superficial asfalto-caucho, generando mejores propiedades reológicas por su equitativa dispersión en el seno del asfalto; además, muestran características pseudoplásticas y al aumentar la temperatura se acercan al comportamiento newtoniano. De la caracterización se concluye que las mejores mezclas son aquellas con 7,5 y 10,0% en peso de caucho, por su estabilidad térmica, elasticidad e índice de penetración.

#### 2. COMPOSICIÓN DE LOS NEUMÁTICOS

Un neumático automotriz moderno es un producto compuesto de hasta 34 componentes distintos, cada uno de los cuales puede ser a su vez un material compuesto. Aparte de las diferencias de diseño y tamaño, los neumáticos en general son un producto homogéneo con una composición promedio1 que se muestra en la siguiente tabla.

**Tabla 1.** Composición de los neumáticos referido a la masa total

COMPONENTE	PORCENTAJE EN PESO
Caucho natural o sintético	48
Negro de humo	23
Cable de acero	18
Bandas textiles	3
Otros productos químicos	8

#### 3. EL ASFALTO

Generalmente se denomina asfalto a determinadas sustancias de color oscuro que pueden ser líquidas, semisólidas o sólidas, compuestas esencialmente de hidrocarburos solubles en sulfuro de carbono o tricloroetileno la mayor parte; y procedentes de yacimientos naturales u obtenidas como resultado del procesamiento de determinados crudos de petróleo por destilación o extracción y cuyas propiedades físicas y químicas los hacen aptos para múltiples aplicaciones.

#### 4. REOLOGÍA

La Reología es la rama de la Física que estudia las propiedades de deformación y fluencia de la materia, como la viscosidad, elasticidad, ductilidad, fragilidad, entre otras.

De acuerdo con la ley de Newton de la viscosidad, al representar gráficamente el esfuerzo cortante,  $\tau_{vx}$ , en función de la velocidad de deformación, -(dvx/dy), para un fluido newtoniano, debe obtenerse una línea recta que pasa por el origen de las coordenadas, y cuya pendiente es la viscosidad del fluido a cierta temperatura y presión. La ecuación de esta ley es la siguiente:

$$\mathbf{T}_{yx} = -u \frac{dv_x}{dy} \tag{1}$$

Donde:

 $\tau_{vx}$ , es el esfuerzo cortante.

u, es la viscosidad del fluido.  $\frac{dv_x}{dy}$ , es la velocidad de deformación.

#### 5. EL CAUCHO EN MEZCLAS ASFÁLTICAS

La incorporación de estos materiales permite formar una red polimérica tridimensional en el interior del asfalto y de esta manera modifica y mejora sus propiedades mecánicas que permiten absorber gran parte de la energía de deformación que sufren las carpetas asfálticas al estar sujetas a esfuerzos extremos, causados por la acción de los agentes atmosféricos, la heterogénea calidad de los materiales que se emplean y el hecho de no tener en consideración las condiciones climáticas del lugar.

#### 6. MATERIALES Y MÉTODOS

#### 6.1. Caracterización fisicoquímica de partículas

- Tamizado utilizando los tamices de la serie
- Determinación de la densidad real.
- Determinación de la densidad aparente de las muestras y la porosidad de lecho que forman.
- Determinación del contenido de cenizas en las muestras por calcinación.
- Determinación de caucho natural.
- Determinación de la geometría de la partícula según DIN 4022.

#### 6.2. Mezcla asfalto-caucho

- La incorporación de partículas de neumáticos en el asfalto convencional se realizó mediante calentamiento de éste con ayuda de un agitador de paletas.
- La caracterización reológica se realizó según la norma ASTM D2196, Método A.

#### 6.3. Caracterización fisicoquímica del asfalto base y las mezclas asfálticas

Los diferentes ensayos fisicoquímicos se realizaron de acuerdo con las normas ASTM que se indican a continuación.

– Penetración a 25 °C, 100 g, 5 s	ASTM D-5
– Viscosidad Saybolt, SSF a 135 °C	ASTM D-88
<ul> <li>Viscosidad Cinemática a 135 °C</li> </ul>	ASTM D-2170
– Punto de Inflamación en Copa	
Abierta Cleveland	ASTM D-92
<ul> <li>Ductilidad a 25 °C, 5 cm/min</li> </ul>	ASTM D-113
<ul> <li>Solubilidad en Tricloroetileno</li> </ul>	ASTMD-2042
– Pérdida de la Masa por	
Calentamiento 163 °C, 5 rpm	ASTM D-1754
<ul> <li>Punto de Ablandamiento</li> </ul>	ASTM D-36

- Contenido de Asfaltenos

ASTM D-3279

#### 7. RESULTADOS

 Determinación del Contenido de Parafinas

EN 12606-1

Los resultados del presente trabajo se presentan en las diferentes tablas y en representaciones gráficas, que se indican a continuación:

Tabla 2. Caracterización física de las partículas

Tamaño mm	preal	paparente	ε1	τ1	ε2	τ2	a1, m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup>	a2, m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup>
0,5	1,1623	0,3835	0,6700	0,3300	0,6709	0,3291	5657,8484	5642,042
0,5-2	1,1661	0,3683	0,6842	0,3158	0,6797	0,3203	2165,7740	2196,108
2-4	1,1630	0,4143	0,6438	0,3562	0,6484	0,3516	1017,8477	1004,558
4-6	1,1658	0,4073	0,6506	0,3494	0,6576	0,3424	598,9719	586,966

Tabla 3. Caracterización química de las partículas

Tamaño mm	% ceniza	% Caucho natural	% Caucho Sintético
0,5	9,3887	6, 0343	93,966
0,5-2	7,5818	8,9945	91,005
2-4	13,5809	5,0755	94,924
4-6	12,2343	4,9148	95,085

Tabla 4. Resultados de los ensayos fisicoquímicos comparativos de las diferentes muestras

			Mezcla %			
ENSAYO	UNIDAD	Teórico	0%	5%	7,5%	10%
Penetración	1/10 mm	90,00	91,33	53,11	52,22	50,77
Viscosidad Saybolt	SSF	201,00	198,80			
Viscosidad	cР			2183,33	4241,67	7525,00
Punto de inflamación	°C	256,00	256,00	263,67	265,00	263,00
Ductibilidad	cm					
150,00	133,33	11,33	11,27	10,33		
Pérdidas por calentamiento	%	0,07	0,1614	0,0374	0,0114	0,0844
Densidad relativa	60/60 °F	1,0129	1,0129	1,0709	1,0923	1,1035
Punto de ablandamiento	°C	47,00	49,67	52,67	56,33	63,00
Solubilidad de tricloroetileno	%	99,96	99,61	94,41	92,1650	89,6190
Parafinas	%		1,5312	1,4549	1,4166	1,3783
Asfaltenos	%		16,21	14,81	17,39	20,35

**Tabla 5.** Especificación de las mezclas asfalto-caucho, según ASTM D6114-97

		Asfa	lto Caucho		Mezcla %		
Ensayos	Límite	Asfalto Tipo I	Asfalto Tipo II	Asfalto Tipo III	5%	7,5%	10%
Viscosidad Aparente 135°C, cP	min	1500	1500	1500	800	1550	2025
Standard Test Method ASTM D2196	max	5000	5000	5000	000	1330	2023
Penetración 25°C, 100g. 5s	min	25	25	50	53,11	52,22	50,77
Standard Test ASTMD3	max	75	75	100		-,	
Punto de Ablandamiento 25°C.	min	57,2	54,4	51,7	52,67	56,33	63,00
Standard Test ASTM D36	max				32,07	30,33	03,00
Punto de Inflamación, °C	min	232	232	232	263,67	265,00	263,00
Standard Test ASTM D93	max				,	,	
Perdidas por calentamiento, %	min				0,0374	0,0114	0,0844
Standard Test ASTM D1754	max	1	1	1	0,0374	0,05/4   0,0114	0,0011

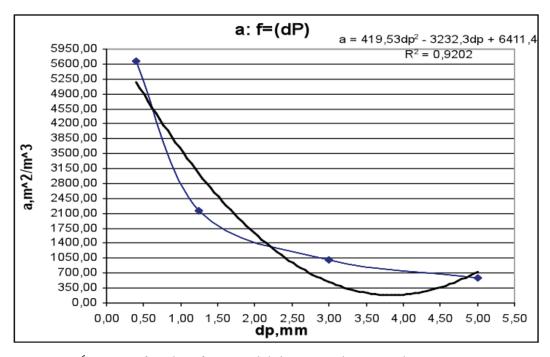
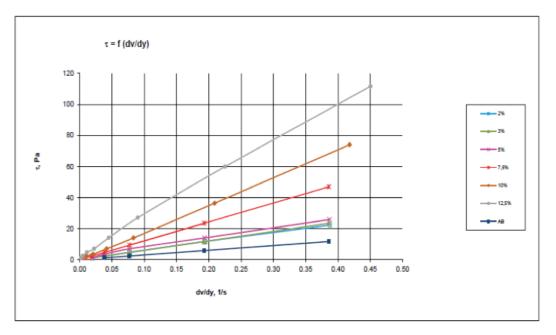
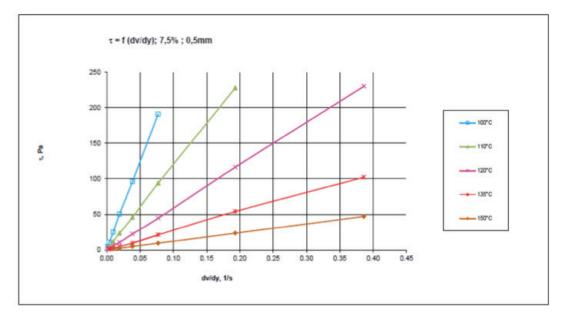


Figura 1. Área interfacial en función del diámetro de partícula



F**igura 2.**  $\tau$  en función de dv/dy; partículas de caucho de 0,5 mm, a 150 °C



**Figura 3.**  $\tau$  en función de dv/dy, concentración y diámetro de partículas: 7,5% y 0,5 mm a diferentes temperaturas

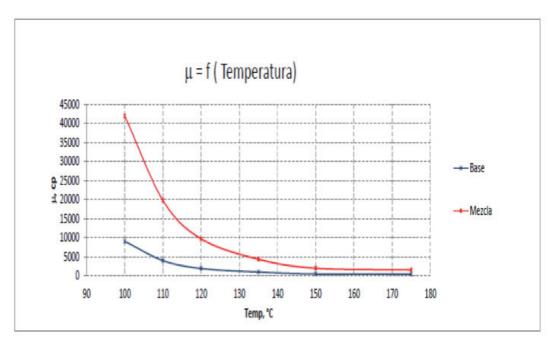


Figura 4. Perfil de viscosidad del asfalto y mezcla asfáltica

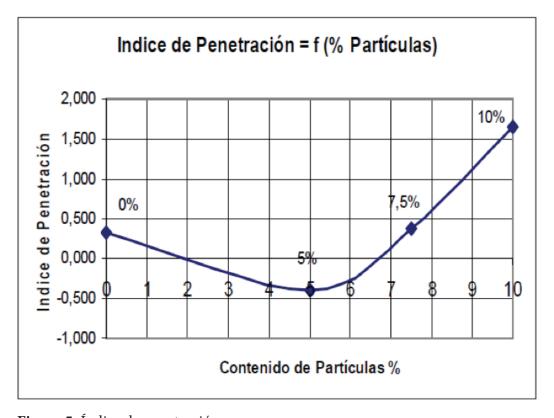


Figura 5. Índice de penetración

Temperatura, °C	Ecuación, τ, Pα	$\mathbb{R}^2$
100	$\tau = 2480.0 \left(\frac{dv}{dy}\right)^{0,992}$	0,999
110	$\tau = 1180.0 \left(\frac{dv}{dy}\right)^{0.994}$	1,000
120	$\tau = 581,2 \left(\frac{dv}{dy}\right)^{0,995}$	0,999
135	$\tau = 262.3 \left(\frac{dv}{dy}\right)^{0.998}$	0,997
150	$\tau = 121.8 \left( \frac{dv}{dy} \right)$	1,000

**Tabla 6.** Modelos matemáticos, Ley de la Potencia; 7,5% 0,5 mm.

#### 8. DISCUSIÓN

- La esfericidad de las partículas se la determinó por comparación con figuras geométricas. Las que eran muy pequeñas se las observó en el microscopio y corresponden a valores de esfericidad de: 0,5 0,7 (esfericidad para sólidos triturados).
- El área interfacial se determinó considerando la teoría de esfericidad.
- La porosidad del lecho que forman las partículas, se determinó por dos métodos diferentes, el primero depende de la densidad real y aparente, y el segundo del volumen hueco del lecho. Los resultados obtenidos muestran que por cualquiera de estos métodos es posible determinar la porosidad, además, esto confirma que el líquido que se usó para la caracterización es el adecuado.
- Para el estudio reológico se utilizaron partículas de tamaños comprendidos entre 0,5 a 6 mm, y concentraciones desde 2 a 12,5% en peso; con los resultados se graficó τ = f(dv/dy) para cada concentración de partículas. Se aprecia que las partículas de menor tamaño presentan curvas que tienden a la misma trayectoria, lo que implica que existe una mejor dispersión determinante por su factor de acomodo.
- La mezcla caucho asfalto reduce la susceptibilidad térmica y aumenta la viscosidad; sin embargo, altas viscosidades producen dificultades en la manipulación y en la aplicación.
- Con respecto a la composición del asfalto base, la presencia de asfaltenos fue del 16%, lo que indica la cantidad de aromáticos presentes; el 84% restante corresponde a los mal-

tenos dentro del cual se incluye 1,53% de parafinas y el resto a compuestos nafténicos con un pequeño número de anillos aromáticos. Este mismo criterio se extendería para evaluar la composición de las mezclas tomando en cuenta el porcentaje que representan las partículas de caucho.

• El estudio de los resultados y las tendencias de las curvas comparativas conduce a diferentes interpretaciones y generalizaciones, como por ejemplo, la penetración disminuye en forma proporcional al contenido de las partículas; esto indica un aumento de la dureza del asfalto y de su consistencia con un valor aproximadamente de 50 mm. Esto se debe posiblemente a que la aguja pasaba por puntos donde se encontraba el caucho impidiendo que ésta le atraviese, o en su defecto, porque el caucho es un material que absorbe los aceites del asfalto que disminuye los espacios entre las micelas y aumenta la compactación, evitando el paso de la aguja.

#### 9. CONCLUSIONES

- La superficie específica de las partículas de caucho, disminuye con el aumento del tamaño de la partícula, es decir, las partículas más pequeñas presentan la mayor área superficial.
- El factor de acomodo de las partículas es una propiedad que influye en la caracterización de los lechos porosos, pues si no se tiene cuidado al colocarlas en la probeta, estas se acomodan de tal forma que el lecho se compacta obteniendo resultados erróneos.
- El asfalto base procedente de la Refinería Estatal de Esmeraldas es de grado III y tiene un comportamiento pseudoplástico, defini-

do por el modelo matemático de Ostwald de Waele, denominado Ley de la Potencia. Al aumentar la temperatura su comportamiento se acerca a newtoniano.

- Los valores de concentración de 7,5% en peso y 0,5 mm de tamaño de partícula agregada al asfalto modifican sus características reológicas dándole mayor estabilidad debido a la equitativa dispersión en la mezcla, formando un sistema cuasi homogéneo.
- Uno de los resultados más importantes fue el índice de penetración, puesto que correlaciona la penetración (consistencia) con el punto de ablandamiento (susceptibilidad térmica), lo que permite establecer un criterio de la viabilidad del uso de las mezclas asfálticas como ligante en la construcción de carreteras; puesto que todas las mezclas están dentro del rango -2<IP<+2 especificado como flujo viscoso y elástico adecuado para ser usado en autopistas.
- Del estudio realizado se concluye que, las mejores mezclas son aquellas que contienen 7,5% y 10% en peso de partículas, porque poseen una composición y elasticidad que mejoran las propiedades mecánicas de las mezclas y además cumplen con todas las especificaciones de la ASTM D 6114-97 que regula las mezclas asfalto-caucho.

#### **AGRADECIMIENTO**

Los autores expresan su gratitud al ingeniero Marco Crespo por la ayuda con bibliografía y el suministro de partículas de caucho usado. De igual manera al Prof. Dr. Ing. Diego Larsen de la Universidad Nacional de la Plata-Argentina por su asesoramiento científico.

#### **BIBLIOGRAFÍA**

- ACOSTA, M. Influencia del contenido de parafina en el comportamiento reológico de los asfaltos. Trabajo de graduación. Ingeniero Químico. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Ingeniería Química. Quito, 2002. 183 p.
- ASTM, American Society of Testing and Materials. *Annual Book of Standard Petroleum Heavy Products. Philadelphia*: ASTM, 1998.
- BRAVO, R.; AVECILLAS, L. Regeneración de caucho a partir de neumáticos usados. Trabajo de graduación. Ingeniero Químico. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Ingeniería Química. Quito, 1974. 189 p.

- COSTA López, J. et al. *Curso de Química Técnica*. Barcelona: Editorial Reverté S.A., 1985. 440 p.
- DIN, Deutsches Institut Für Normung. Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel-Bestimmung des Paraffingehaltes- Teil 1: Destillationsverfahren. Deutsche Fassung EN 12606-1: Deutschland, 2007.
- OLAZÁBAL, P. et al. Análisis del efecto térmico en la reología de asfaltos modificados. Archivo PDF. Universidad Nacional de la Plata. Buenos Aires, 2005.
- TRAXLER, R. El asfalto composición, propiedades y usos. 1º edición. México: Compañía Editorial Continental S.A., 1961.

## CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y DESTILACIÓN SIMULADA DE PETRÓLEOS CRUDOS

Darío Burbano, Luis Calle dariojvr@hotmail.com; lcalle@iquce.edu.ec

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 8 agosto 2012 Aceptado: 21 noviembre 2012

#### **RESUMEN**

Destilación simulada y propiedades fisicoquímicas de crudos ecuatorianos, para evaluar el rendimiento de las fracciones características del petróleo crudo.

Se recolectaron muestras de pozos ubicados en varias locaciones de la Amazonía ecuatoriana, como: Auca, Cononaco, Drago, Parcayacu, Shuara, Yuca, Yulebra y del crudo de carga de la Refinería Estatal de Esmeraldas. Se determinaron las principales propiedades fisicoquímicas mediante procedimientos normalizados, se obtuvieron las curvas de los puntos de ebullición utilizando técnicas cromatográficas. En el simulador de procesos Hysys se determinaron la composición de las fracciones predominantes.

Los crudos estudiados presentan un factor de caracterización Kuop que oscila entre 10,7-11,7, es decir, son de base nafténica.

**PALABRAS CLAVES:** Destilación simulada; análisis cromatográfico; petróleo crudo; fracciones del petróleo; propiedades fisicoquímicas; caracterización fisicoquímica; Simulador Hysys.

#### **ABSTRACT**

Simulated distillation and physicochemical properties of Ecuadorian crude oils were done to evaluate yields of crude oil fractions.

Samples of Wells situated in multiple locations of the Ecuadorian Amazon like: Auca, Cononaco, Drago, Parcayacu, Shuara, Yuca, Yulebra and Esmeraldas' Refinery crude oil input were collected. The principal physicochemical properties were determined by standardized procedures. The boiling point curves were obtained by chromatographic techniques. The predominant fractions compositions were determined with Hysys Processes Simulator.

The crude oils has a characterization factor Kuop that oscillates between 11-11.8, in other words, these crudes have a naphthenic base.

**KEYWORDS:** Simulated distillation; chromatographic analysis; crude oil; petroleum fractions; physicochemical properties; physicochemical characterization; Hysys simulator.

#### 1. INTRODUCCIÓN

Los ensayos de caracterización fisicoquímica de petróleo crudo, tales como: destilación ASTM, curvas de destilación TBP, análisis FIA, factor Kuop, entre otros, permiten definir el funcionamiento de torres de destilación atmosférica y de vacío. Ensayos como los de la determinación de los puntos de ebullición verdaderos TBP, indican el porcentaje de las fracciones del petróleo y permiten ajustar las condiciones de operación para la obtención de los diferentes cortes.

La cromatografía gaseosa ha sustituido satisfactoriamente al ensayo de puntos de ebullición verdaderos, ya que permite un análisis en menor tiempo, con una cantidad de muestra mínima y con un porcentaje de recuperación del 100% lo que no ocurre con la destilación TBP en la que se limita el fraccionamiento.

En este trabajo se analizaron crudos de diferentes campos ecuatorianos, como: Auca, Cononaco, Drago, Parcayacu, Shuara, Yuca, Yulebra y del crudo de carga de la Refinería Esmeraldas, con el fin de determinar las características y composiciones de cada uno de ellos.

De los resultados obtenidos, las curvas de ebullición para los crudos livianos tienen una pendiente inicial menor por lo que cuentan con puntos de ebullición bajos y las fracciones ligeras se encuentran en mayor cantidad; en cambio para los crudos pesados se tiene puntos de ebullición más altos, la pendiente inicial es elevada y la pendiente de los cortes pesados disminuye al final.

## 2. DESTILACIÓN SIMULADA POR CROMATOGRAFÍA DE GASES

El método de destilación simulada consiste en utilizar la cromatografía en fase gaseosa con una columna apolar; es decir, una columna en la cual la elución de los productos se realiza en función de su punto de ebullición. La temperatura de la columna se incrementa a una velocidad controlada (programación de temperatura) y el cromatograma es registrado en función de los tiempos de elución.

La correspondencia entre los tiempos de retención y las temperaturas de ebullición se establece a través de una calibración realizada con una mezcla conocida de hidrocarburos, generalmente normal parafinas cuyos puntos de ebullición están definidos.

#### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

El estudio de los petróleos crudos provenientes de los pozos Auca, Cononaco, Drago, Parcayacu, Shuara, Yuca, Yulebra y el crudo de carga de la Refinería Estatal de Esmeraldas, se hizo mediante una caracterización fisicoquímica utilizando procedimientos normalizados de la ASTM e INEN. Entre los ensayos realizados se encuentran:

- Determinación de agua y sedimentos,(BSW), en petróleo crudo por el método de la centrífuga. Norma ASTM D 4007.
- Densidad API de petróleo crudo y productos del petróleo por el método del hidrómetro. Norma ASTM D 287.
- Viscosidad cinemática de líquidos transparentes y opacos. Norma ASTM D 445.
- La destilación simulada de los diferentes crudos se realizó utilizando los procedimientos de las normas ASTM D 5134 y ASTM D 7169.

#### 4. RESULTADOS

A continuación se detalla los resultados obtenidos:

**Tabla 1.** Resultados de los porcentajes de BSW en el crudo de los diferentes pozos

Pozo	% BSW Inicial	% BSW Final
Auca Sur 6	10,0	4,0
Cononaco 13	2,0	0,5
Cononaco 27	24,0	1,5
Cononaco 34	54,0	0,0
Cononaco 9	26,0	1,5
CrudoCarga	0,5	0,5
Drago 1	44,0	8,0
Drago Este 1	48,0	10,0
Drago Este 9D	10,0	0,5
Drago Norte 1D	4,0	0,6
Parcayacu 6	40,0	3,0
Shuara 25	72,0	0,5
Yuca 25D	60,0	34,0
Yulebra 15D	0,5	0,6

**Tabla 3.** Resultados del factor de caracterización Kuop obtenido mediante la ecuación de Nelson-Watson

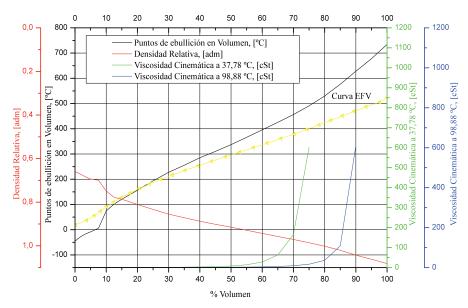
Pozo	Kuop	Base del petróleo crudo u origen del material
Auca Sur 6	11,1	Nafténica
Cononaco 13	10,9	Naf-Arom
Cononaco 27	11,1	Nafténica
Cononaco 34	10,8	Naf-Arom
Cononaco 9	11,0	Nafténica
CrudoCarga	11,4	Nafténica
Drago 1	11,3	Nafténica
Drago Este 1	11,5	Nafténica
Drago Este 9D	11,7	Nafténica
Drago Norte 1D	11,5	Nafténica
Parcayacu 6	10,9	Naf-Arom
Shuara 25	11,5	Nafténica
Yuca 25D	10,7	Naf-Arom
Yulebra 15D	11,1	Nafténica

**Tabla 2.** Resultados del grado API a 60°F de los crudos de los diferentes pozos

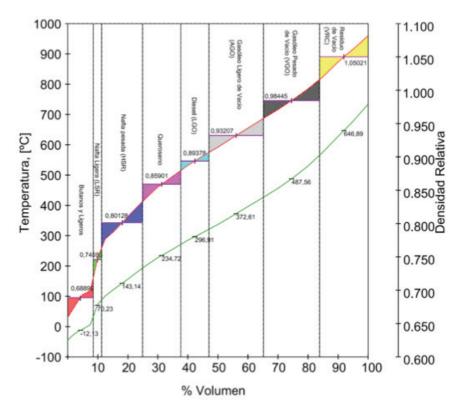
Pozo	API <sup>60F/60F</sup>	API <sup>60F/60F</sup> SECO
Auca Sur 6	16,2	16,5
Cononaco 13	14,5	14,5
Cononaco 27	16,1	16,2
Cononaco 34	10,2	10,2
Cononaco 9	15,9	16
CrudoCarga	24,7	24,7
Drago 1	20,5	21,5
Drago Este 1	21,1	22,4
Drago Este 9D	30	30,1
Drago Norte 1D	25,4	25,5
Parcayacu 6	14,5	14,6
Shuara 25	25,7	25,8
Yuca 25D	11,6	12,4
Yulebra 15D	19	19

**Tabla 4.** Resultados del factor de caracterización Kuop ( $\mu$  vs  $\rho$ ) de los crudos de los diferentes pozos

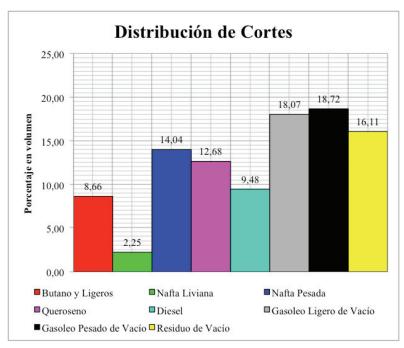
Pozo	Kuop (μ vs ρ)	Base del petróleo
Auca Sur 6	11,5	Nafténica
Cononaco 13	11,6	Nafténica
Cononaco 27	11,5	Nafténica
Cononaco 34		
Cononaco 9	11,5	Nafténica
CrudoCarga	11,7	Nafténica
Drago 1	11,5	Nafténica
Drago Este 1	11,5	Nafténica
Drago Este 9D	11,7	Nafténica
Drago Norte 1D	11,6	Nafténica
Parcayacu 6	11,4	Nafténica
Shuara 25	11,6	Nafténica
Yuca 25D		
Yulebra 15D	11,5	Nafténica



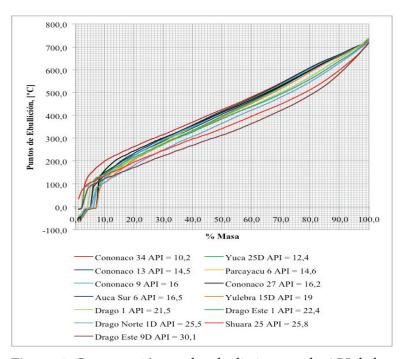
**Figura 1.** Curvas de puntos de ebullición en función del destilado en % volumen para el petróleo que ingresa a la Refinería Estatal de Esmeraldas.



**Figura 2.** Temperatura media y densidad relativa media para los cortes de las fracciones del petróleo de carga de la Refinería Estatal de Esmeraldas.



**Figura 3.** Comparación de los cortes en porcentaje en volumen del crudo de carga a la Refinería Estatal de Esmeraldas



**Figura 4.** Comparación crudos de distinto grado API de las curvas de destilación de petróleos

#### 5. DISCUSIÓN

• El factor de caracterización Kuop se obtuvo mediante dos métodos, 1) gráfico viscosidad en función de densidad y 2) utilizando la ecua-

ción de Nelson-Watson. El uso de la ecuación es un método más confiable debido a que los datos se obtuvieron mediante cromatografía gaseosa, la cual es una técnica reconocida y moderna; en cambio, el método gráfico conlleva a errores de apreciación en la lectura.

Los resultados experimentales fueron alimentados al programa de simulación HYSYS, para obtener información adicional de propiedades fisicoquímicas del crudo a diferentes cortes de destilado, como: temperatura y presión crítica, factor acéntrico, densidad relativa, viscosidad cinemática y curva de vaporización EFV.

#### 6. CONCLUSIONES

- Para el crudo de carga a la Refinería Estatal de Esmeraldas se observa que los cortes que están en mayor cantidad son aquellos que en la curva de destilación tienen una menor pendiente con respecto al eje de la fracción de recuperado. En cambio se puede observar que el porcentaje de compuestos que se pueden separar mediante destilación atmosférica es del 47,11 % resultando un residuo del 52,89 % considerado un valor alto por lo que esta carga deberá ser sometida a destilación al vacío.
- El crudo de carga a la Refinería Estatal de Esmeraldas se puede apreciar que la fracción en menor cantidad es la de la nafta liviana con un 2,25 % y la de mayor cantidad es el gasóleo pesado de vacío con un 18,72%. Las fracciones más importantes como nafta pesada, queroseno y el diesel tienen un porcentaje 36,20%, el residuo tiene un porcentaje de 52,89 lo cual nos lleva a concluir que el crudo de carga tiene mayor cantidad de compuestos pesados que se procesarán en una unidad de destilación al vacío.
- Se observa que en la mayoría de petróleos crudos el factor de caracterización Kuop oscila entre 10,7-11,7 indicando que la base del petróleo es nafténica, el crudo de carga a la Refinería Estatal de Esmeraldas presenta también esta familia hidrocarburífera como predominante.
- Para los crudos Cononaco 13 y Parcayacu 6 se observa que el comportamiento de la curva no es igual a pesar que tienen la misma densidad, permitiendo conocer que no siempre la densi-

- dad puede ser considerada como una propiedad para la caracterización de un crudo ya que no proporciona una idea clara de la composición de esta mezcla de hidrocarburos.
- Para las curvas de grado API en función de las fracciones del crudo se observa que para la nafta ligera, nafta pesada, queroseno, diesel, gasóleo ligero de vacío al aumentar la densidad API aumenta la cantidad de dichas fracciones, en cambio para el gasóleo pesado de vacío y residuo de vacío la cantidad de la fracción disminuye conforme el crudo es más liviano.

#### **AGRADECIMIENTO**

Los autores expresan sus agradecimientos a Petroecuador, en la persona del Ing. David Flor, por la ayuda brindada para realizar el presente estudio.

#### **BIBLIOGRAFÍA**

- AGILENT Technologies Inc. ABC Instrumentación Analítica: Cromatógrafo de Gases 7890A. México, D.F. 2009. [Fecha de consulta: 10 de mayo de 2012]. Disponible en: http://www.abcia.com.mx/7890.html.
- AGILENT Technologies Inc. Guía de selección de columnas Agilent J&W para GC [en línea]. U.S.A., 2010. [Fecha de consulta: 28 de mayo de 2012]. Disponible en: http://www.chem.agilent.com/Library/selectionguide/Public/5990-5488ES.pdf.
- AMERICAN Petroleum Institute. Technical Data Boo: Petroleum Refining. Fifth Edition, Washington, D.C. 1992.
- GARY, James. *Petroleum Refining Technology* and *Economics*. Fourth edition. New York: Marcel Dekker, Inc, 2001.
- MAXWELL, J. Data Book on Hydrocarbons. Eighth Printing. Toronto-New York-London: D. Vanstrand Company, Inc., 1950.
- NELSON, W. L. *Refinación de Petróleos*. Cuarta edición. Barcelona-Buenos Aires-México: Editorial Reverté S.A., 1958.
- WAUQUIER, J. *El Refino del Petróleo*. París: Imprenta Díaz de Santos, 1994.
- WHUITIER, Pierre. *Le Pétrole, Raffinage et Génie Chimique Tome I.* Segunda Edición. París: Editorial Technip, 1972. 939 p.

## ANÁLISIS CROMATOGRÁFICO DEL ASFALTO PRODUCIDO EN LA REFINERÍA ESTATAL DE ESMERALDAS

Julio Sosa, Luis Calle juliok42@hotmail.com; lcalle@iquce.edu.ec

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 10 septiembre 2012 Aceptado: 28 noviembre 2012

#### **RESUMEN**

Caracterización y cuantificación de micro y macro parafinas, asfaltenos y maltenos del asfalto de la Refinería Estatal de Esmeraldas.

Mediante ensayos normalizados ASTM, INEN y DIN se realizó la caracterización fisicoquímica de: viscosidad Saybolt Furol, penetración, punto de ablandamiento, punto de inflamación, densidad, pérdidas por calentamiento, solubilidad en tricloroetileno, ductiblidad, contenido de asfaltenos, y las parafinas se cuantificaron con ayuda de destilación simulada utilizando cromatografía de gases.

Los resultados indican que el contenido total de parafinas en el asfalto está en un promedio de 4,05%, del cual el 75,29% corresponde a microparafinas y el resto a macroparafinas, cumpliendo con la especificación que establece la norma ecuatoriana. El contenido de asfaltenos y maltenos tienen en promedio 20,66% y 75,30% respectivamente y un Kuop de 11,3; por lo que se concluye que el asfalto es de carácter nafténico.

**PALABRAS CLAVES:** Asfalto; caracterización fisicoquímica; cromatografía de gases; destilación simulada; parafinas.

#### **ABSTRACT**

This research defines the characterization and quantification of micro and macro paraffins, asphaltenes and maltenes from the Asphalt of Esmeraldas' State Refinery.

Through standard tests ASTM, INEN and DIN, was carried out the characterization of: Saybolt Furol viscosity, penetration, softening point, flash point, density, heat losses, trichloroethylene solubility, ductility and asphaltene content and the paraffins were quantified with help of simulated distillation using gas chromatography.

The results indicated that the total content of paraffins in asphalt is in an average of 4.05%, from which 75,29% corresponds to microparaffins and the rest is macroparaffins, meeting the specification that es-

tablish the Ecuadorian Standard. The content of asphaltenes and maltenes, have in average 20,66% and 75,30% respectively and a Kuop of 11,3; so it is concluded that the asphalt has a naphthenic character.

**KEYWORDS:** Asphalt; physicochemical characterization; gas chromatography; simulated distillation; paraffins.

#### 1. INTRODUCCIÓN

El asfalto producido en la Refinería Estatal de Esmeraldas ha sido objeto de una serie de cuestionamientos debido a su calidad y durabilidad, lo cual ha causado preocupación en muchas instancias nacionales y locales. Esto motivó la realización una investigación que permita conocer con exactitud la estructura química de estos asfaltos, ya que se sabe que la mayoría de propiedades fisicoquímicas están íntimamente relacionadas con la composición y tipo de hidrocarburos presentes en este derivado del petróleo.

En este trabajo se realizó la caracterización físicoquímica y cuantificación de micro y macro parafinas, asfaltenos y maltenos contenidos en el asfalto. Mediante ensayos normalizados ASTM se determinó el contenido de asfaltenos y maltenos que en promedio corresponden a un 20,65% y 75,29% respectivamente; y con ayuda de la destilación simulada utilizando cromatografía de gases (ASTM D7169), se encontró que este derivado presenta parafinas totales en un 4,05%; valores que están dentro de las especificaciones nacionales y de la norma europea EN 12606-1. Del porcentaje de parafinas totales, el 78,50% corresponde a microparafinas y el 21,50% a macroparafinas.

## 2. ESTRUCTURA QUÍMICA DEL ASFALTO

#### 2.1 Asfaltenos

Están formados por sistemas de anillos aromáticos polinucleares, rodeados de cadenas alquílicas con un peso molecular que va de 1.000

a 4.000 unidades de masa atómica (uma) de estructura plana, mejor conocida como microestructura. Estos se agrupan en cinco o seis cadenas para formar un cristal cuyo peso molecular está entre 4.000 y 10.000 uma y éstos a la vez podrían formar micelas de mayor tamaño y de grandes pesos moleculares.

#### 2.2 Maltenos

Los hidrocarburos aromáticos constituyen entre el 40 y 65% de la composición total de los asfaltos y corresponden a las fracciones de menor peso molecular en su estructura, representan la mayor proporción de los dispersantes de los asfaltenos peptizados[1].

#### 2.3 Parafinas

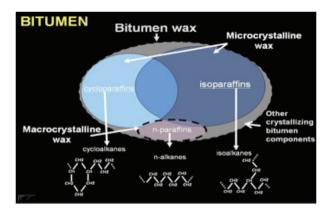
Se definen como ceras que se presentan de modo natural en diversas fracciones del petróleo crudo. Se dividen principalmente en dos grupos: parafinas normales y microcristalinas. Las macroparafinas varían de peso molecular desde 400 a 700 y sus moléculas contienen como promedio de 40 a 50 átomos de carbono y las microparafinas tienen en promedio de 20 a 30 átomos de carbono [2].

En lo concerniente a la influencia del contenido de parafinas en el comportamiento del asfalto, hay mucha controversia. En los estudios de laboratorio es conocido el efecto sobre propiedades como la penetración y la viscosidad a 60°C, estos efectos son más visibles en el caso de parafinas ricas en n-alcanos.

De lo antes indicado se puede apreciar que, de acuerdo con la norma europea EN 12591 (1999)

"Bitumen and bituminous binders – Specifications for paving grade bitumens" (Asfaltos y mezclas asfálticas-Especificaciones para asfaltos grado de pavimentación), el contenido de parafinas no debe ser mayor a 4,5% y de acuerdo con el método EN 12606-1 de extracción no debe sobrepasar el 2,2 %.

La compleja estructura química de un asfalto se puede apreciar en la figura 1 que muestra la distribución de parafinas en este derivado del petróleo.



**Figura 1.** Estructura química y distribución típica de las parafinas en asfaltos

Fuente: EDWARDS, Ylva. Influence of Waxes on Bitumen and Asphalt Concrete Mixture Performance. Estocolmo. 2008. p. 6.

#### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

Los ensayos normalizados ASTM, INEN y DIN realizados en el asfalto de la Refinería Estatal de Esmeraldas, se indican a continuación:

- Muestreo de materiales bituminosos. ASTM D 140, INEN 922.
- Materiales bituminosos. Determinación de la penetración. ASTM D 5, INEN 917.

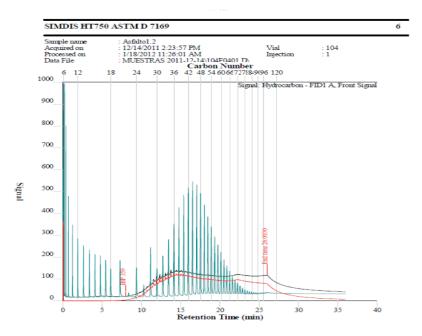
- Productos derivados del petróleo. Determinación de la viscosidad Saybolt. ASTM D 88, INEN 1981.
- Productos derivados del petróleo. Determinación del punto de inflamación. ASTM D 92, INEN 808.
- Materiales bituminosos. Determinación de la ductibilidad. ASTM 113, INEN 916.
- Materiales bituminosos. Determinación de la pérdida por calentamiento. ASTM D 6, INEN 924
- Standard Test Method for API Gravity of Crude Petroleum and Petroleum Products (Hydrometer Method). ASTM D 1298.
- Método estándar para punto de ablandamiento de bitúmenes (Aparato de la bola y el anillo. Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus). ASTM D 36.
- Materiales bituminosos. Determinación de la solubilidad en tricloroetileno. ASTM D 2042, INEN 915.
- Método estándar para la determinación de asfaltenos (Insolubles en n-heptano) en crudo y derivados de petróleo). (Standard Test Method for Determination of Asphaltenes (Heptane Insolubles) in Crudo Petroleum and Petroleum Products). ASTM D 3279.
- Método estándar para distribución de puntos de ebullición de muestras y residuos como crudo, residuos atmosféricos y de vacío por cromatografía de alta temperatura. (Standard Method for Boiling Point Distribution of Samples with Residues Such as Crude Oils and Atmospheric and Vacuum Residues by High Temperature Gas Chromatography). ASTM D 7169.
- Betunes y ligantes bituminosos Determinación del contenido de parafina. (Bitumen und Bitumenhaltige Bindemittel Bestimmung des Paraffingehaltes). DIN EN 12606-1.

#### 4. RESULTADOS

A continuación se detalla los resultados obtenidos.

Tabla 1. Resultado de los análisis clásicos del asfalto

Ensayo	Viscosidad a 35°C ASTM D88 INEN 1981	Penetración 25°C, 100g. 5s ASTM D 5 INEN 917	Punto de Inflamación ASTM D92 INEN 808	Ductibilidad 25°C 5 cm/min ASTM D 113	Pérdidas por Calentamiento ASTM D 1754 INEN	Punto de Ablandamiento ASTM D36	Solubilidad en Tricloroetileno ASTM D 2042	Densidad API 15,6 °C ASTM D287	Densidad Relativa 15,6°C/15,6°C ASTM D1298	Porcentaje de Parafinas DIN EN 12606-1
	SSF	1/10 mm	۰C	cm	%m/m	۰C	%m/m	°API	1	%m
1	165.10	40,33	250,00	116,00	0,1731	45	99,7052	7,3	1,0195	1,8986
2	147,33	40,33	253,33	114,33	0,1759	49	99,7052	7,2	1,0202	1,9087
3	147,33	42,00	254,00	115,67	0,1726	47	99,7052	7,3	1,0195	1,9336
4	164,83	42,67	257,00	112,33	0,1830	48	99,7052	7,3	1,0195	1,9510
5	165,87	41,67	266,33	113,33	0,1742	45	99,7052	7,3	1,0195	1,7206
6	165,53	42,33	263,33	113,00	0,1751	47	99,7052	7,3	1,0195	1,8338
7	155,97	43,67	255,33	114,33	0,1770	46	99,7052	7,3	1,0195	1,9183
8	164,53	41,67	261,00	112,33	0,1739	47	99,7052	7,3	1,0195	1,9115
9	143,37	41,67	247,33	104,00	0,1681	47	99,5544	7,3	1,0195	2,1345
10	168,17	43,67	251,00	106,00	0,1480	46	99,4154	7,2	1,0202	2,0369
11	158,07	41,33	250,67	106,67	0,1632	46	99,5544	7,1	1,0209	2,1037
12	145,97	41,33	257,67	105,33	0,1651	47	99,5544	7,2	1,0202	2,1164
13	147,07	41,33	259,33	104,67	0,1449	47	99,4154	7,2	1,0202	2,0938
14	167,47	43,00	259,00	107,67	0,1441	46	99,4154	7,1	1,0209	2,0419
15	155,53	41,33	258,33	107,00	0,1489	46	99,4154	7,1	1,0209	2,0421
16	156,17	41,67	259,33	105,67	0,1920	46	99,4154	7,1	1,0209	2,0609
17	148,60	46,33	260,00	110,33	0,2001	49	99,8351	7,5	1,0180	2,0041
18	143,33	46,00	258,33	112,00	0,1940	48	99,8351	7,5	1,0180	2,0268
19	157,10	47,67	260,33	110,00	0,2030	48	99,8351	7,5	1,0180	2,0703
20	140,73	47,67	250,67	111,33	0,1980	48	99,8351	7,5	1,0180	2,1266



**Figura 2.** Cromatograma del asfalto producido en la Refinería Estatal de Esmeraldas

Tabla 2. Caracterización química de la parafinas

Muestra	Parafinas Microcristalizadas	Carbonos Presentes	Parafinas Macrocristalizadas	Carbonos Presentes
	(%P)		(%P)	
1	2,67	24-26	0,93	19-24
2	2,57	24-26	0,93	22-24
3	2,77	24-26	1,00	22-24
4	2,77	24-26	0,87	22-24
5	2,50	24-26	0,70	23-24
6	2,87	24-26	0,57	23-24
7	3,10	24-26	0,63	21-24
8	2,73	24-26	0,77	21-24
9	3,63	24-25	1,30	20-24
10	3,53	24-26	1,00	19-24
11	3,80	24-26	1,10	19-24
12	3,43	24-26	0,83	20-24
13	3,67	24-26	1,23	17-24
14	3,07	24-26	0,73	22-24
15	3,23	24-26	0,77	21-24
16	3,73	24-26	0,97	18-24
17	3,10	24-26	0,67	22-24
18	3,20	24-26	0,77	20-24
19	3,27	24-26	0,77	20-24
20	3,80	24-25	0,93	20-24
Promedio	3,17	24-26	0,87	17-24

<b>Tabla 3.</b> Caracterización química del asfalto de la Refinería Esta	tal de Esmeraldas
--	-------------------

Muestra	Parafinas (%P)	Maltenos (%P)	Asfaltenos (%P)	Peso Molecular
1	3,60	75,4716	20,9284	543,33
2	3,50	75,5517	20,9483	550,00
3	3,77	75,0288	21,2045	550,00
4	3,63	76,2487	20,1180	543,33
5	3,20	76,5736	20,2264	543,33
6	3,43	75,7597	20,8069	550,00
7	3,73	76,0752	20,1915	540,00
8	3,50	76,2581	20,2419	533,33
9	4,93	73,8617	21,2050	533,33
10	4,53	74,7877	20,6790	550,00
11	4,90	74,9521	20,1479	536,67
12	4,27	75,6126	20,1207	520,00
13	4,90	73,9212	21,1788	520,00
14	3,80	74,5516	21,6484	510,00
15	4,00	74,3548	21,6452	520,00
16	4,70	73,5616	21,7384	530,00
17	3,77	75,7819	20,4515	540,00
18	3,97	76,0636	19,9697	540,00
19	4,03	75,3648	20,6019	540,00
20	4,73	74,2972	20,9695	526,67
Promedio	4,05	75,2039	20,7511	536,00

#### 5. DISCUSIÓN

El trabajo se llevó a cabo con asfalto AC-20, procedente de la Refinería Estatal de Esmeraldas. Su caracterización fisicoquímica y determinación del contenido de asfaltenos y maltenos se la realizó mediante normas internacionales ASTM, DIN y normas nacionales NTE INEN. La cuantificación de parafinas microcristalizadas y macrocristalizadas, así como la determinación del rango de números de carbonos de estos componentes, se lo hizo mediante el uso de la Norma ASTM D7169

que maneja el cromatógrafo de destilación simulada.

- En el ensayo con la Norma DIN EN 12606-1 se tiene porcentaje menor de parafinas a las calculadas con la ayuda del la destilación simulada, esto se debe a que la cromatografía es un método más riguroso y menos propenso a errores.
- En el caso de los números de carbono tanto de las parafinas microcristalizadas como las macrocristalizadas no corresponden a los espe-

rados teóricamente; eso se debió en gran parte a que hay muchos compuestos que tienen la misma distribución de carbonos que las parafinas, lo que produce interferencia en las señales del cromatógrafo; además de causar incertidumbre en la frontera de los diferentes componentes químicos de los asfaltos.

#### 6. CONCLUSIONES

- El asfalto AC-20 procedente de la Refinería Estatal de Esmeraldas tiene un contenido total de parafinas promedio de 4,05% en peso, del cual se observa que un 21,5% corresponde a macrocristalizadas y un 78,5% a microcristalizadas, con lo que se evidencia que las muestras cumplen con las recomendaciones planteadas en la norma europea EN 12591, que indica que el contenido de parafinas máximo es de 4,5%.
- El contenido de asfaltenos y maltenos en el asfalto de refinería tiene en promedio 20,6588% y 75,2972% respectivamente en masa y un Kuop de 11,3; por lo que se concluye que este derivado es de carácter nafténico.
- Como se ve en la figura 2, en el asfalto de refinería predominan los compuestos con número de carbono 24 al 48 que se debe en gran medida al crudo que se está procesando de 24 a 26 API.
- Los ensayos ejecutados en todas las muestras de asfalto en cuanto a la viscosidad Saybolt, punto de ablandamiento, punto de inflamación, solubilidad en tetracloroetileno, pérdidas por calentamiento, penetración y ductibilidad cumplen con las especificaciones de la Norma NTE 2515 para el asfalto de tipo I de penetración.

#### **AGRADECIMIENTO**

Los autores expresan sus agradecimientos a la empresa pública EP PETROECUADOR.

#### CITAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1. REPSOL Perú. Fisicoquímica del Asfalto. [En línea]. [Fecha de consulta: el 27 de abril de 2012 a las 17:45]. Disponible en: <a href="http://www.repsol.com/pe\_es/productos\_y\_servicios/productos/peasfaltos/fisicoquimica/composicion/">http://www.repsol.com/pe\_es/productos\_y\_servicios/productos/peasfaltos/fisicoquimica/composicion/</a>>.
- 2. Ibid [1]

#### BIBLIOGRAFÍA

- ACOSTA, M. Influencia del contenido de parafina en el comportamiento reológico de los asfaltos. Trabajo de graduación. Ingeniero Químico. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Ingeniería Química. Quito, 2002. 183 p
- ASTM, American Society of Testing and Materials. ASTM D7129. Section 05. Standard Test Method for Boiling Point Distribution of Samples with Residues Such as Crude Oils and Atmospheric and Vacuum Residues by High Temperature Gas Chromatography. Philadelphia: ASTM, 2005. 17 p.
- COMINSKY, Ronald et al. *The Super Pave Mix Design Manual for New Construction and Overlays*. Strategic Highway Research Program. Washington D.C., 1994. 171 p.
- EDWARDS, Ylva. Influence of Waxes on Bitumen and Asphalt Concrete Mixture Performance. Estocolmo Royal Institute of Technology KTH [en línea]. [Fecha de consulta: 17 de junio de 2011]. Disponible en: http://kth.diva-portal.org/smash/get/diva2:14419/FULLTEXT01>. 48 p.

- GARZÓN, Carlos. Caracterización de las Parafinas de los Asfaltos de la Refinería Estatal de Esmeraldas. Trabajo de Grado. Ingeniero Químico. Escuela de Ingeniería Química. Quito, 2002. 86 p.
- NELSON, W.L. *Petroleum Refinery Engineering.* Fourth edition. New York: Editorial McGraw Hill Book Company, 1955. 566 p.
- WAUQUIER, J.P. El Refino del Petróleo, Pe-
- tróleo crudo, Productos petrolíferos, Esquemas de Fabricación. Vol.1. Traducida del francés. Madrid: Editorial Edígrafos S.A., 2004. 461 p.
- WHUITIER, Pierre. *Le Pétrole, Raffinage et Génie Chimique Tome I.* Segunda Edición. Paris: Editorial Technip, 1972. 939 p.

## CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE NAFTAS PRODUCIDAS EN LA REFINERÍA ESTATAL DE ESMERALDAS, MEDIANTE CROMATOGRAFÍA DE GASES

Danny Sinche, Andrés De La Rosa danny19\_07@hotmail.com; anferdelarosa@hotmail.com

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 10 febrero 2013 Aceptado: 15 marzo 2013

#### **RESUMEN**

Se caracterizaron las naftas que produce la Refinería Estatal de Esmeraldas por medio de un análisis cromatográfico y se compararon los resultados con los datos de propiedades físicas obtenidos por medio de ensayos ASTM no cromatográficos.

Se tomaron tres muestras de las naftas en refinería, siguiendo un procedimiento normalizado de muestreo, estas se transportaron en refrigeración para que los componentes volátiles se conserven. Manteniendo fría la muestra, se tomó dos mililitros de ella, para ser sometida al método cromatográfico, y el resto de la muestra se utilizó para hacer ensayos ASTM de: destilación, densidad API y presión de vapor. Del método cromatográfico se obtuvo la identificación y cuantificación de los constituyentes de la muestra, además de propiedades físicas calculadas a partir de la composición de ésta.

Los resultados del método cromatográfico son de gran valía para el control de operación en refinería y, además, proporcionan una caracterización más detallada de los componentes de la nafta (C3-C13), que los obtenidos a partir de ensayos básicos ASTM.

**PALABRAS CLAVES:** Naftas; cromatografía de gases; análisis de hidrocarburos; caracterización fisicoquímica; Refinería Estatal de Esmeraldas.

#### ABSTRACT

The naphthas produced by the Esmeraldas' State Refinery were characterized by chromatographic analysis and these results were compared with the physical properties data obtained by no chromatographic ASTM tests.

The naphthas' samples were taken at three different times from the refinery, following a standard procedure of sampling. These were transported on a cooling system to ensure that volatile components are retained. Two milliliters of the sample were taken for the GC method; the remaining of it was used for ASTM tests of: distillation, API gravity and vapor pressure. The identification and quantification of the constituents of the sample were obtained by the Chromatographic method, and the physical properties were calculated from the composition of this sample.

The results of the chromatographic method are of great value for the refinery operator control and also provide a more detailed characterization of the components of naphtha (C3-C13) than the basic tests ASTM

**KEYWORDS:** Naphtha; gas chromatography; hydrocarbon analysis; physico-chemical characterization; Esmeraldas' State Refinery.

#### 1. INTRODUCCIÓN

La caracterización química de naftas es de interés de muchas instancias nacionales y locales. La Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Central del Ecuador es una de las instituciones donde se han realizado varios trabajos de investigación sobre productos derivados del petróleo. Una caracterización detallada de la composición química de las naftas producidas en la Refinería Estatal de Esmeraldas presenta cierto grado de dificultad debido a que son mezclas complejas, formadas por una gran variedad de hidrocarburos parafínicos, nafténicos, olefínicos y aromáticos. Aunque la destilación y los análisis clásicos de los productos proporcionan buena información, el desarrollo de nuevas tecnologías en cromatografía permite generar información ágil y confiable para conocer con exactitud la composición química de naftas por medio de un método más sencillo, con lo cual también se lograría verificar los resultados de los métodos tradicionales de análisis.

Generar esta información para la Refinería Estatal de Esmeraldas resultaría muy útil en la valoración de crudos, la predicción de propiedades físicas de gasolinas, el control y evaluación de procesos de refinación, la evaluación de la calidad del producto.

#### 2. MEDIDA DE HIDROCARBUROS CONTENIDOS EN UNA GASOLINA POR CROMATOGRAFÍA DE GASES

La resolución de las columnas capilares permite hoy en día la separación de todos los componentes principales de una gasolina de destilación directa. Las fases estacionarias más utilizadas son a base de siliconas, que dan un orden de elución de los hidrocarburos próximo al orden creciente de sus puntos de ebullición. En la cromatografía en fase gaseosa, al no ser un método de identificación, se deben identificar los componentes después de separarlos en la columna capilar. Esto se realiza acoplando dicha columna a un espectrómetro de masas, que permitirá la identificación de los compuestos por comparación con el catálogo de espectros. Pero se necesita realizar un trabajo considerable (una gasolina contiene alrededor de 200 compuestos) que no se puede repetir de una forma regular.

Por ello, los analistas han desarrollado técnicas que permiten identificar los componentes a partir de índices que relacionan su tiempo de retención en la columna con los de las parafinas normales (índices de Kovats).

## 2.1 Identificación de componentes por DHA método ASTM D 5134

Este método de ensayo cubre la determinación de hidrocarburos componentes de naftas de petróleo. Componentes que eluyen después de n-nonano (Tb 150,8 °C) se determina como un solo grupo. Este método de ensayo es aplicable a mezclas líquidas de hidrocarburos libres de olefinas (<2% olefinas por volumen de líquido) incluyendo naftas vírgenes, reformados y alquilados.

#### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

El estudio de las naftas que produce la Refinería Estatal de Esmeraldas fue realizado por

medio de un análisis cromatográfico y se compararon los resultados, con los datos de las propiedades físicas obtenidos por medio de ensayos ASTM no cromatográficos.

Los ensayos realizados fueron los siguientes:

 Muestreo del petróleo crudo y sus derivados. ASTM D 4057, INEN 930.

- Densidad API de petróleo crudo y productos del petróleo por el método del hidrómetro. ASTM D 287.
- Presión de vapor de productos de petróleo. Método Reid, ASTM D 323.
- Destilación de productos del petróleo a presión atmosférica. ASTM D 86.
- Análisis cromatográfico DHA. ASTM D 5134.

#### 4. RESULTADOS

A continuación se indican los resultados obtenidos

Tabla 1. Número de componentes en las naftas

	NÚMERO DE COMPONENTES						
Nafta liviana NC1	Nafta liviana NC2	Nafta Pesada NC1	Nafta Pesada NC2	Nafta Viscorred.	Nafta FCC	Nafta CCR	
25	24	162	164	135	170	206	

NC: Proceso no catalítico

FCC: Craqueo catalítico fluidizado

CCR: Reformado catalítico

**Tabla 2.** Número de octano por cromatografía

NÚMERO DE OCTANO CALCULADO							
	Nafta liviana NC1	Nafta liviana NC2	Nafta Pesada NC1	Nafta Pesada NC2	Nafta Viscorred.	Nafta FCC	Nafta CCR
Muestra1	76,9	75,7	69,9	69,9	74,8	89,6	-
Muestra 2	77,9	70,9	72,5	70,8	-	-	78,6
Muestra.3	76,3	78,4	71,4	70,6	73,5	90,2	85,0
PROMEDIO	77,1	75,0	71,3	70,4	74,1	89,9	81,8

Tabla 3. Análisis PIONA de gasolina súper

Gasolina súper %vol.					
RON	n-parafinas	Isoparafinas	Olefinas	Nafténicos	Aromáticos
90	8,4	46,7	12,2	12,8	19,9
91	10,5	41,9	13,5	11,2	22,7

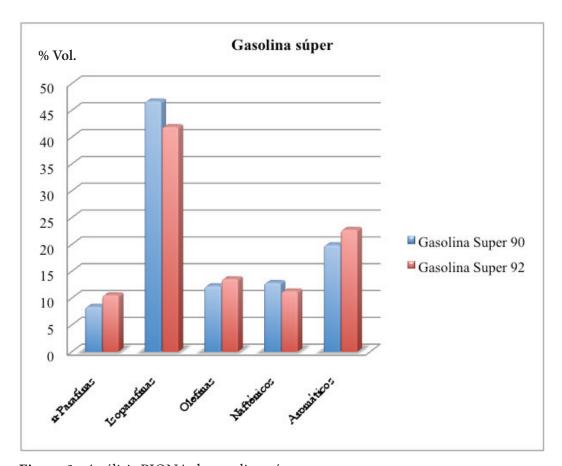


Figura 1. Análisis PIONA de gasolina súper

Tabla 4. Análisis PIONA de gasolina extra

Gasolina Extra % vol					
RON	n-parafinas	Isoparafinas	Olefinas	Nafténicos	Aromáticos
81	12,5	44,4	6,8	21,2	15,0
87	13,5	41,7	10,1	14,8	19,9

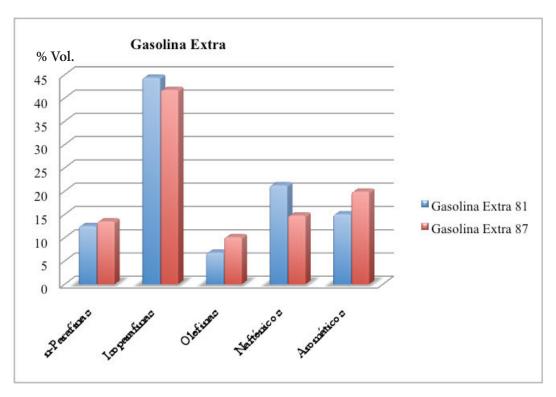
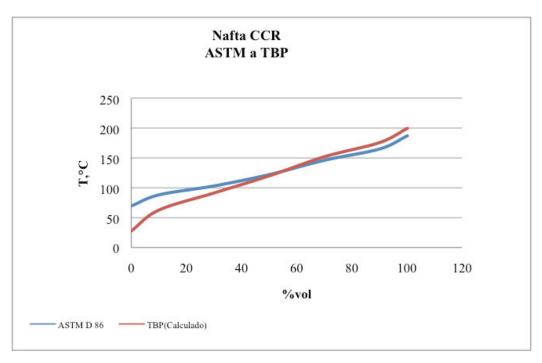


Figura 2. Análisis PIONA de gasolina extra

**Tabla 5.** Correlación entre destilación TBP-ASTM D 86

Nafta CCR					
T,℃					
%V	T <sub>ASTM</sub>	$T_{TBP}$			
IBP	70	28			
10	89	63			
30	104	92			
50	123	121			
70	147	153			
90	166	177			
FBP	188	201			



**Figura 3.** Correlación destilación TBP-ASTM D 86

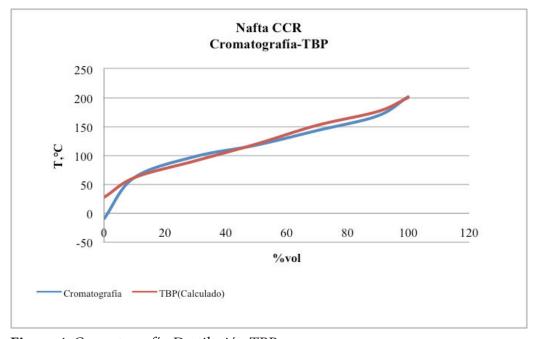


Figura 4. Cromatografía-Destilación TBP

### 5. DISCUSIÓN

- Los análisis cromatográficos realizados a las muestras proporcionan la composición química de las mismas, en la que los constituyentes quedan identificados y cuantificados, pero no es su totalidad en algunos casos, ya que el programa de procesamiento de datos utilizado (DHA plus versión 07.06.00), cuenta con una base de datos limitada de 330 componentes. Es por ello que cuando la nafta tiene un gran número de picos en el cromatograma, es muy posible que existan varios de ellos que no puedan ser asociados con un componente de la base de datos.
- Al representar por medio de una gráfica la distribución de puntos de ebullición que reporta el cromatógrafo, se obtiene una curva con pequeñas ondulaciones en ciertas partes, debido a que los datos de temperatura en función del porcentaje de recuperado, son valores calculados a partir de la composición de las muestras. Si comparamos las curvas obtenidas de cromatografía y del método de destilación ASTM D 86, se parecía que para las naftas livianas las curvas difieren hasta el 70% de recuperado, de ahí en adelante las curvas aproximadamente se sobreponen, lo que se debe a que la columna cromatográfica tiene una gran eficiencia y por ello separa e identifica a los componentes muy livianos (propano, butano, i-butano, etc.) y demás constituyentes, es por ello que la curva de destilación obtenida por este método se asemeja a una destilación TBP.
- El método cromatográfico, a pesar de utilizar una columna capilar que posee una gran eficiencia para separar los componentes, tiene la limitación de no separar las olefinas de un número de átomos de carbono superior a ocho, debido a que por encima de este valor el número de isómeros crece rápidamente con la posición del doble enlace, las ramificaciones y los isómeros cis-trans. Además, las olefinas coeluyen con algunas parafinas, iso-parafinas, por lo que la identificación de componentes

para mezclas de gran variedad de constituyentes la identificación, separación y cuantificación no es 100% fiable. Se tiene este inconveniente en las naftas que provienen de FCC y del proceso de viscorreducción.

### 6. CONCLUSIONES

- La cantidad de componentes identificados depende de la complejidad de la nafta y por ello del proceso del cual se la obtiene. Las naftas livianas y pesadas que provienen de la destilación atmosférica del petróleo presentan una identificación completa de sus constituyentes, no siendo así aquellas que provienen de procesos catalíticos y de craqueo térmico.
- Las propiedades físicas de las muestras calculadas a partir de la identificación y cuantificación de los componentes, son aproximaciones que, mientras mayor sea la cantidad de componentes identificados, más se aproximan a los valores de los datos obtenidos de los ensayos no cromatográficos.
- Las gasolinas súper y extra de nuevo octanaje que se comercializan en el país tienen un aumento en el contenido de hidrocarburos aromáticos y olefínicos, con respecto a las anteriores, razón por la cual se tiene un incremento del número de octano.
- La nafta del proceso de craqueo catalítico fluidizado está constituida por una mezcla de 170 hidrocarburos aproximadamente. La nafta reformada es la que mayor cantidad de hidrocarburos presenta en su composición teniendo aproximadamente 206 hidrocarburos.
- Las naftas de FCC y CCR, son corrientes constituidas por hidrocarburos que van desde los tres átomos de carbono hasta componentes con trece carbonos, existiendo en gran cantidad hidrocarburos insaturados, tanto cíclicos, lineales y ramificados, como resultado del proceso catalítico del que provienen respectivamente.

### **AGRADECIMIENTO**

A los directivos de la Refinería Estatal de Esmeraldas por el apoyo brindado durante la ejecución del trabajo.

### BIBLIOGRAFÍA

- AC. ANALYTICAL Control by PAC, AC DHA. Operator Manual Version 2007/2.2. Houston, 2007.
- CHRISTIE, William W. Gas Chromatography and Lipids, Chapter 3 [en línea]. 2012. [fecha de consulta: 05 de mayo del 2012]. Disponible en: http://lipidlibrary.aocs.org/ gc\_lipid/03\_theor/index.htm
- MAXWELL, J.B. *Data Book On Hydrocar-bons*. Ninth edition. Florida: Robert E. Krieger Publishing Company, Inc., 1977.
- IUPAC. Nomenclatura para Cromatografía

- [en línea]. Madrid, 1995. [fecha de consulta: 05 de mayo de 2012]. Disponible en: http://www.secyta.org/secyta/documentos/nomenclatura/Libro\_Completo\_Nomenclatura.pdf
- UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENE-ZUELA. *Guía para cromatografía* [en línea]. Caracas. 2008. [fecha de consulta: 10 de abril de 2012]. Disponible en: http://www. ciens.ucv.ve:8080/generador/sites/LIApregrado/archivos/Guia%20para%20cromatografia.pdf
- SKOOG, Douglas; HOLLER, F. James; NIEMAN, Timothy. *Principios de Análisis Instrumental*. Quinta edición. Madrid: McGraw Hill, 2001. 1004 p.
- WAUQUIER, J.P. El Refino del Petróleo, Petróleo crudo, Productos petrolíferos, Esquemas de Fabricación. Vol.1. Traducida del francés. Madrid: Editorial Edígrafos S.A., 2004. 461 p.

# PÉRDIDAS POR EVAPORACIÓN DE ACETATO DE ETILO Y CLORURO DE METILENO CONTROLADOS POR EL CONSEP

Andrea Chamba, Pablo Paredes andreavcq33@hotmail.com; pparedes26@gmail.com

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 15 enero 2013 Aceptado: 25 febrero 2013

### **RESUMEN**

Se estudiaron las pérdidas por evaporación de los solventes acetato de etilo y cloruro de metileno, sustancias controlados por el CONSEP, para lo cual se trabajó a nivel de laboratorio en la ciudad de Quito.

Se consideraron dos condiciones: 1) un sistema estático donde se midió el peso de los solventes en reposo a 22, 24 y 26°C; y 2) un sistema dinámico en el cual se midió el peso de los solventes, que fueron sometidas a velocidades de agitación de: 100, 500 y 900 rpm y a las temperaturas antes mencionadas. En ambos casos se utilizaron dos recipientes de diferente área para evidenciar la evaporación.

Se registraron las pérdidas de peso para el acetato de etilo y cloruro de metileno cada 60 minutos por 8 horas, datos con los que se establece un modelo matemático que relaciona las pérdidas de peso con la temperatura, área de evaporación, número de Reynolds y el tiempo.

Se concluye que las pérdidas por evaporación para las dos sustancias en estudio están relacionadas en forma directamente proporcional con las variables antes mencionadas y que el cloruro de metileno presenta mayor pérdida en peso que el Acetato de Etilo.

**PALABRAS CLAVES:** Pérdidas por evaporación; acetato de etilo; cloruro de metileno; sustancias químicas; solventes; modelos matemáticos; CONSEP

### **ABSTRACT**

The Ecuadorian Agency of Drug Control has as control substances the Ethyl Acetate and Methylene Chloride. The weight losses by evaporation of these substances were studied at the laboratory of the Chemical Engineering Faculty (2.870 m.s.n.m.).

The research considered two conditions: 1) The weight of the two substances at 22, 24 and 26°C was measured in a static system; and 2) In a dynamic system the weight of the substances under an agitation speed of 100, 500 and 900 RPM, at the same temperatures mentioned was measured it. In both cases, two vessels with different areas were used to evidence the evaporation.

The weight loss of Ethyl Acetate and Methylene Chloride were registered every sixty minutes for eight

hours. With this data, a mathematical model that associates the weight losses with temperature, evaporation area, Reynolds number and the time was established.

The results of this research show that the Methylene Chloride presents more weight loss than Ethyl Acetate.

**KEYWORDS:** Evaporation losses; ethyl acetate; methylene chloride; chemical substances; solvents; mathematical models; CONSEP

### 1. INTRODUCCIÓN

Los solventes acetato de etilo y cloruro de metileno son sustancias químicas controladas por el Consejo Nacional de Sustancias Estupefacientes y Psicotrópicas, CONSEP, y son empleadas ampliamente en la industria química.

Una de las exigencias del CONSEP es solicitar a los laboratorios o empresas que desearen elaborar medicamentos y otros productos que contengan vehículos volátiles o solventes, un informe mensual de los datos actuales, reales y precisos sobre la elaboración, existencia y venta de las sustancias sometidas a control.

Según lo anteriormente mencionado se solicita a las empresas proporcionar datos precisos, sin tomar en cuenta las pérdidas a las que puedan estar sujetas las sustancias en el transporte, almacenamiento y proceso, es decir, no existe un control técnico respecto a las pérdidas por evaporación, lo cual perjudica a las empresas.

El propósito de este estudio es analizar las pérdidas por evaporación del acetato de etilo y cloruro de metileno, que se producen cuando se hallan sometidas a un sistema estático y a un sistema dinámico.

La experimentación que se planteó a nivel de laboratorio en la ciudad de Quito (2.870 msnm) se basa en la cuantificación del peso existente en un recipiente y la variación del mismo en función del tiempo, del área de evaporación, temperatura y número de Reynolds.

De este modo se generó una serie de datos que permitieron obtener tendencias lineales de evaporación.

El tratamiento estadístico y la regresión de multivariable, hacen posible obtener una ecuación que logra predecir la pérdida en peso del solvente, generada por la evaporación a determinadas condiciones de temperatura, número de Reynolds y tiempo.

De la experimentación se concluye que para los dos solventes existe un mayor porcentaje de pérdida en un sistema dinámico (proceso), debido a la agitación que involucra, en comparación con el sistema estático (almacenamiento) donde la pérdida es menor.

### 2. PÉRDIDAS POR EVAPORACIÓN DE LOS SOLVENTES

#### 2.1 Solventes

El término solventes se refiere a sustancias orgánicas en estado líquido, utilizadas para disolver sólidos, gases u otros líquidos.

La mayoría de ellos son derivados del petróleo o sintéticos. Es importante mencionar que no hay ningún solvente 100% seguro, todos son tóxicos en distintos niveles.

**2.1.1 Cloruro de metileno**. El cloruro de metileno es un compuesto halogenado, líquido incoloro de leve aroma dulce, también conocido

como diclorometano. El cloruro de metileno no se presenta de forma natural en el medio ambiente. Su fórmula es CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

**2.1.2** Acetato de etilo. El acetato de etilo, también llamado etanoato de etilo según la IUPAC, es un éster de fórmula CH3-COO-CH2-CH3. Es un líquido incoloro, olor característico a frutas, muy inflamable. Es poco soluble en agua y miscible en cloroformo y éter.

### 2.2 Pérdidas por evaporación

La evaporación es el proceso físico por el cual una sustancia en fase líquida pasa a la fase de vapor o estado gaseoso a una temperatura determinada, tras haber adquirido energía suficiente para vencer la tensión superficial. A diferencia de la ebullición, este proceso se produce a cualquier temperatura, siendo más rápida la evaporación cuando más elevada es ésta y no es necesario que toda la masa alcance el punto de ebullición. En la evaporación, el cambio de estado ocurre solamente en la superficie del líquido.

Existen pérdidas en cantidades considerables de acetato de etilo y cloruro de metileno, sustancias químicas sujetas a control por el CONSEP, que son frecuentemente empleadas a nivel industrial. A continuación se indica las actividades en las cuales existen pérdidas por evaporación de estas sustancias:

- Transporte de los solventes vía marítima de diferentes países productores.
- Transporte a través de tuberías.
- Almacenamiento en tanques.
- Transporte en carro tanques a las distintas ciudades.
- Almacenamiento en centros de distribución final.
- Envasado del solvente en contenedores IBC y tambores.
- Proceso.

### 2.3 Análisis de Regresión Multivariable

Se conoce como Análisis de Regresión Multivariable al método estadístico que permite establecer una relación matemática entre un

conjunto de variables x1, x2 ...xk (covariantes o factores) y una variable dependiente Y.

$$Y = f(x_1, x_2, x_3, ..., x_k)$$

El objetivo de un modelo de regresión es obtener una ecuación que permita "predecir" el valor de Y una vez conocidos los valores de X1, X2 ...Xk. Se conocen como modelos predictivos. El modelo que se plantea en regresión múltiple viene expresado por:

$$Yi = \beta o + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots \beta kxk + \varepsilon$$

Donde:

Y= Variable dependiente.

xi= Variables independientes.

βo= Origen cuando todas las variables independientes son 0.

βi= Pendiente o coeficiente de regresión de la va riable i.

 $\varepsilon$  = Componente de error

Además para ajustar el modelo se utilizó el método de los mínimos cuadrados

### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

#### 3.1. Sistema estático

- Se selecciona dos recipientes cilíndricos con diferentes áreas, que se colocan en un ambiente hermético con el propósito de mantener la temperatura constante (caja aislada, un foco y un regulador de intensidad de luz), para lo cual se utilizó una caja aislada.
- Se mide un volumen determinado de sustancia con la ayuda de una probeta y se coloca en el recipiente, se cierra y se pesa.
- Se coloca el recipiente con el solvente sin la tapa dentro de la caja aislada y se introduce el termómetro dentro de la sustancia, fijando la temperatura en 22°C y procurando mantenerla constante, con la ayuda del regulador de intensidad de luz.

- A intervalos de 60 minutos se saca el recipiente, se lo tapa y se mide el peso.
- Este procedimiento se lo realiza para tres muestras tanto para el acetato de etilo como para el cloruro de metileno. En el primer caso con una duración de 480 minutos y para el segundo de 360 minutos.
- El procedimiento anterior se lo repite para las temperaturas de 24 y 26°C.

#### 3.2. Sistema dinámico

- Para crear un sistema dinámico se cuenta con la ayuda de un agitador magnético.
- Se sigue el procedimiento anterior del sistema estático con la diferencia que se somete a cada solvente a tres agitaciones, 100, 500 y 900 rpm.
- Para cada solvente se determina la cantidad evaporada, por diferencia de pesos en el transcurso del tiempo.

### 4. RESULTADOS

Los resultados obtenidos se muestran en las tablas 1 y 2 para los dos recipientes.

**Tabla 1.** Peso evaporado de acetato de etilo a diferentes condiciones de temperatura y turbulencia.temperatura y turbulencia.

			AE1-10.70 a	2	AE2- 20 60 -	2
t,			AE1= 19,78 c m Ecuación de	AE2= 39,69 cm <sup>2</sup> m Ecuación de		
	To, K	Re		Dono a		Dono a
1111111	min		Regresión Múltiple	Peso, g	Regresión Múltiple	
	295,15	0,00	5,56*10-4	5,28	06,32*10-4	12,04
	297,15	0,00	5,99*10-4	5,69	07,96*10 <sup>-4</sup>	15,16
	299,15		6,81*10-4	6,46	09,05*10-4	17,24
	295,15	2137,11	5,71*10-4	5,42	06,94*10-4	13,22
	297,15		6,17*10-4	5,86	08,54*10-4	16,27
480	299,15		7,02*10-4	6,67	09,60*10-4	18,28
480	295,15	10685,53	6,45*10-4	6,13	09,02*10-4	17,19
	297,15	10925,42	7,06*10-4	6,70	10,46*10-4	19,93
	299,15	11182,34	8,06*10-4	7,65	11,35*10-4	21,61
	295,15	19233,95	7,44*10-4	7,06	10,48*10-4	19,96
	297,15	19665,76	8,19*10-4	7,78	11,72*10-4	22,34
	299,15	20128,21	9,35*10-4	8,88	12,41*10-4	23,64

			AE1= 19,78 c	em²	AE2= 39,69 c	em²
t	T°, K	Re	m Ecuación de		m Ecuación de	
min	1C	KC	Regresión Múltiple	Peso, g	Regresión Múltiple	Peso, g
	295,15	0,00	34,17*10-4	24,33	42,21*10-4	60,32
	297,15	0,00	41,53*10-4	29,57	52,50*10-4	75,01
	299,15	0,00	48,90*10-4	34,82	60,37*10-4	86,26
	295,15	3278,33	35,43*10-4	25,23	45,60*10-4	65,16
	297,15	3318,31	42,97*10-4	30,60	55,90*10-4	79,88
260	299,15	3369,14	50,53*10-4	35,98	63,81*10-4	91,17
360	295,15	16391,66	40,22*10-4	28,64	59,58*10-4	85,13
	297,15	16591,55	48,49*10-4	34,53	69,96*10-4	99,97
	299,15	16845,70	56,80*10-4	40,45	77,99*10-4	111,44
	295,15	29504,99	44,63*10-4	31,78	74,21*10-4	106,04
	297,15	29864,78	53,61*10-4	38,17	84,70*10-4	121,02
	299,15	30322,27	62,67*10-4	44,62	92,88*10-4	132,71

**Tabla 2.** Peso evaporado de cloruro de metileno a diferentes condiciones de temperatura y turbulencia.

Mediante regresión múltiple se obtiene la pendiente de la curva m (g/cm² min), en función de la temperatura en Kelvin y el número de Reynolds para las dos substancias:

### a. Acetato de etilo

### Recipiente 1

$$\begin{split} m &= 0,4195808 - 0,0028511T - 1,9572738*10^{-7}\,Re + 4,8499312*\\ 10^{-6}T^2 + 1,6706180*10^{-13}Re^2 + 6,8535407*10^{-10}T*Re \end{split}$$

### Recipiente 2

$$m = -0.61858 + 0.00410T + 3.64322 * 10^{-7}Re - 6.78506 * 10^{-6}T^2 - 4.28756 * 10^{-13}Re^2 - 1.13322 * 10^{-9}T * Re$$

#### b. Cloruro de metileno

#### Recipiente 1

$$m = -0.09712 + 0.00031T - 7.02052 * 10^{-7}Re + 9.21077 * 10^{-8} - 1.11779 * 10^{-13}Re^2 + 2.50992 * 10^{-9}T * Re$$

### Recipiente 2.

$$m = -2,787482 + 0,018342T + 2,06519*10^{-7}Re - 3,01009*10^{-5}T^2 + 1,91639*10^{-13}Re^2 - 3,51409*10^{-10}T*Re$$

#### 4.1 Modelo matemático

El tratamiento estadístico de los datos, permite obtener un modelo matemático que cuantifica la pérdida de peso del solvente en función del tiempo y del número de Reynolds

$$W_{Evap} = m * AE * t \tag{1}$$

Donde:

W Evap= Peso del solvente evaporado, g m= Constante de condiciones de operación (pendiente de la curva), g/cm²min.

$$m_{\text{sistema estático}} = f(T)$$
 $m_{\text{sistema dinámico}} = f(T, Re)$ 

t= Tiempo de almacenamiento o de agitación,

T= temperatura del sistema, K AE= Área de evaporación, cm²

Si el recipiente posee un área de superficie del líquido, A y otro de salida de vapores, a, el área de evaporación es:

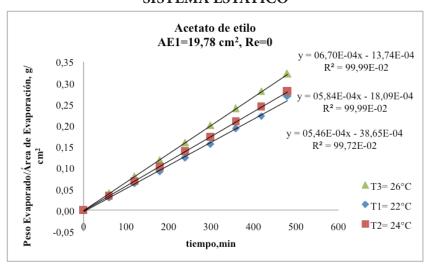
$$AE = \frac{A - a}{In(\frac{A}{a})} \tag{2}$$

### 4.2 Relación de la pérdida del solvente evaporado en función del tiempo

Se presentan cuatro gráficos representativos para los dos solventes, en los que se visualizan

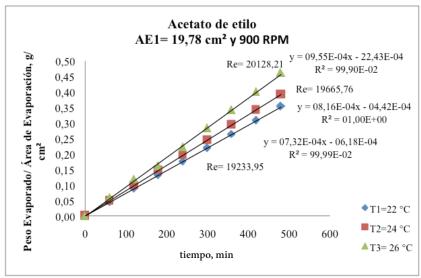
las pérdidas por evaporación en gramos para un área, temperatura y número de Reynolds determinados, en función del tiempo.

### SISTEMA ESTÁTICO



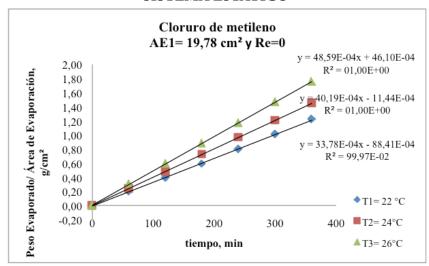
**Figura 1**. Relación peso evaporado / Área de Evaporación en función del tiempo, para el acetato de etilo con  $AE1=19,78 \text{ cm}^2\text{a Re}=0$ 

### SISTEMA DINÁMICO



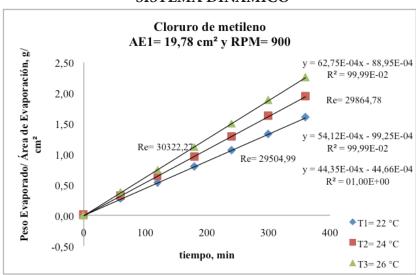
**Figura 2.** Relación Peso evaporado / Área de evaporación en función del tiempo, para el acetato de etilo con AE1= 19,78 cm<sup>2</sup>a 900 rpm

### SISTEMA ESTÁTICO



**Figura 3.** Relación Peso evaporado / Área de evaporación en función del tiempo, para el cloruro de metileno con  $AE1=19,78 \text{ cm}^2 \text{ a Re} = 0$ 

### SISTEMA DINÁMICO



**Figura 4.** Relación Peso evaporado / Área de evaporación en función del tiempo, para el cloruro de metileno con AE1= 19,78 cm<sup>2</sup> a 900 rpm

### 5. DISCUSIÓN

Para la experimentación se utilizaron dos recipientes de diferente diámetro para evidenciar el efecto del área en la evaporación. Cada recipiente posee dos áreas a considerarse: una es el área de superficie del líquido y la otra es la de salida de vapores. Con este antecedente se consideró pertinente determinar un área representativa de evaporación, para lo cual se hizo uso de la media logarítmica, que es un

valor intermedio entre la media aritmética y la media geométrica. La media logarítmica se la representa mediante la ecuación 2:

$$AE = \frac{A - a}{In(\frac{A}{a})} \tag{2}$$

Donde:

AE=Área de evaporación

A= Área de la superficie del líquido

a= Área de salida de vapores

- Para el tratamiento estadístico se propuso un modelo que relaciona las pérdidas por evaporación con la temperatura y el número de Reynolds, este modelo se lo representa con la ecuación de un paraboloide, llamado también modelo completo de segundo grado, porque contiene todos los términos de primer y segundo orden. Con esta ecuación los errores obtenidos son menores que con la ecuación lineal.
- La ecuación de un paraboloide permite elevar al máximo el flujo másico de un solvente (la pendiente de la regresión WEvap/AE=f (t)), en función de la temperatura y el Número de Reynolds, esto se debe a que va a existir un valor máximo de flujo másico, es decir, un punto donde todo el solvente contenido en un recipiente se habrá evaporado en un determinado tiempo.
- En lo que respecta al peso evaporado de los solventes, se observa que el porcentaje de evaporación es más alto en el sistema dinámico que en el estático. Esta evaporación es más evidente para el cloruro de metileno debido a que su volatilidad es mayor que la del acetato de metilo, en un 0,14% en el sistema estático y de 29,72% en el sistema dinámico a una temperatura de 299,15 K en un tiempo de 8 horas.

### 6. CONCLUSIONES

- La pérdida por evaporación de los solventes depende tanto del área del líquido en el recipiente como del área de salida de los vapores del solvente.
- La evaporación de los solventes depende de la temperatura debido a que la presión de vapor de los líquidos varía con la temperatura en forma creciente, por lo que deberá tenerse cuidado en el almacenamiento y manejo de los solventes en sitios adecuados.
- Se concluye que un factor importante en la evaporación es la agitación, ya que esta facilita el transporte de masa, sin embargo en un sistema estático también se registran pérdidas

mínimas, debido al movimiento interno de las moléculas de los solventes.

### **AGRADECIMIENTO**

Al Consejo Nacional de Sustancias Estupefacientes y Psicotrópicas, CONSEP, por su colaboración para el desarrollo de este trabajo

### **BIBLIOGRAFÍA**

- ARIAS, Víctor Hugo. Coeficiente de transporte de masa para evaporación de metil isobutil cetona, butil cellosolve y metanol. Trabajo de Grado. Ingeniero Químico. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Ingeniería Química. Quito. 1995. 66 p.
- CONSEP. Gobierno Nacional de la República de Ecuador. *Ley de sustancias estupefacientes y psicotrópicas, codificación* [en línea]. Quito. 2011. [fecha de consulta: 23 de septiembre de 2011]. Disponible en: http://www.consep.gob.ec/index.php?cod\_categoria=4&cod\_sub=39
- MÁRQUEZ, Fernando. Sistema de Gestión para el Manejo de Sustancias Químicas y Residuos Tóxicos [en línea]. Concepción, Chile, 2011. [fecha de consulta: 29 de septiembre de 2011]. Disponible en: http://www2.udec.cl/sqrt/fich/ACETATO.htm
- NOBOA, Gabriel. Modelo matemático predictivo para determinar las pérdidas por evaporación de la gasolina. Trabajo de Grado. Ingeniero Químico. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Ingeniería Química. Quito. 1999. 25 p.
- ORTIZ, Nelly. Diseño del sistema de fiscalización para el CONSEP de químicos y reactivos utilizados en los campos petroleros de Petroproducción. Trabajo de Grado. Ingeniero Químico. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Ingeniería Química. Quito. 2009. 223 p.
- PACHACAMA Caiza, Juan. Cinética de evaporación de los solventes orgánicos acetonas, acetato de etilo, tolueno y xileno. Trabajo de Grado. Doctor en Química. Universidad Central del Ecuador. Escuela de Química. Quito. 2011. 20 p.
- TREYBAL Robert E. *Operaciones de transferencia de masa*. 2° edición. Madrid: Mc Graw Hill, 1980. 862 p.

### RECUPERACIÓN DE METALES DE RESIDUOS LÍQUIDOS GENERADOS POR LA INDUSTRIA GALVÁNICA

Silvia Barbosa, César Alvarado silvia@corporacionalquimia.org; calvarado@iquce.edu.ec

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 12 marzo 2013 Aceptado: 10 abril 2013

### **RESUMEN**

Recuperación de los metales cobre y cinc a partir de los residuos líquidos generados por la industria galvánica, empleando procesos fisicoquímicos y electroquímicos. La experimentación se definió mediante el diseño factorial 2<sup>k</sup>, que establece como variables la concentración de la solución, el voltaje y la relación del área anódica/catódica. Antes de la electrólisis, se procede a pre concentrar la solución para el caso del cinc, mediante el proceso de ósmosis inversa. El proceso electrolítico aplicado a las aguas de enjuague, se efectuó en una celda electroquímica, que utiliza electrodos inertes de grafito y/o cátodos del mismo metal a recuperar y su funcionamiento es regulado por las condiciones de operación establecidas en las matrices de ensayos.

Para la recuperación del cobre y cinc, se establecieron como condiciones apropiadas, concentración de la solución del 1%, relación área anódica/catódica de 2:1 y voltaje 2,5 y 4 V respectivamente. El rendimiento del proceso de recuperación fue de 96% para el cobre y 76% para el cinc.

PALABRAS CLAVES: Recuperación; metales; osmosis inversa; celda electroquímica

### **ABSTRACT**

The research tried to recover cooper and zinc, from liquid waste produced by the galvanic industry, using physiochemical and electrochemical processes. The factorial design 2<sup>k</sup> was used for the experimental part, defining as variables: the concentration of the solution, voltage and anodic/ cathodic area relation. Before the electrolysis, it is necessary make a pre concentrated solution of zinc through inverse osmosis method. An electrolytic process apply to the rinse water was done in an electrochemical cell that uses inert electrodes of graphite and/ or cathodes of the same metals that are going to be recovered. The operation is regulated by the conditions established in the essay matrices.

For the recovery of cooper and zinc the appropriated conditions were the following: solution concentration 1%; 2:1 anodic/cathodic area relation; and, voltage 2.5 and 4 V respectively. The recovery process yield was 96% for copper and 76% for zinc.

**KEYWORDS:** Recovery; metals; inverse osmosis; electrochemical cell.

### 1. INTRODUCCIÓN

La recuperación de metales para la industria galvánica utiliza métodos gravimétricos, fisico-químicos, para concentrar las soluciones que contienen los metales pesados y finalmente recuperarlos aplicando la electroquímica.

Parte de las actividades normales de la industria metalmetálica es aplicar el mejor tratamiento para los residuos líquidos que genera, con el objeto de cumplir con la Ordenanza Municipal Ambiental, en cuanto a los parámetros específicos de concentración de metales en los desechos líquidos.

Con este propósito se plantea la recuperación de los metales de los residuos líquidos a nivel de laboratorio, considerando que los metales pesados generados producen daños al ecosistema, especialmente si se encuentran en solución acuosa.

El cobre y cinc, metales semipreciosos, se utilizan en mayor cantidad como base para los recubrimientos galvánicos, y su recuperación es el objeto del presente estudio.

El diseño experimental estadístico utilizado 2<sup>k</sup>, genera un método en el cual se estima el efecto que causan las variables: concentración de la solución, voltaje y relación área anódica/catódica en el proceso de recuperación de estos metales.

### 2. RECUPERACIÓN DE METALES

### 2.1. Principios electroquímicos usados en procesos galvánicos

La cantidad de electricidad que circula por una celda electrolítica puede determinarse hallando el producto de la intensidad de la corriente, expresada en amperios por el tiempo transcurrido, expresado en segundos.

$$Q (columbios) = I * t$$
 (1)

**2.1.1 Primera Ley de Faraday.** La masa depositada por electrólisis es directamente proporcional a la cantidad de electricidad que ha circulado.

2.1.2 Segunda Ley de Faraday. Si varias celdas electrolíticas conectadas en serie y provistas de electrodos inertes son atravesadas por la misma cantidad de corriente eléctrica, las cantidades de sustancias depositadas en cada electrodo son proporcionales a los equivalentes-gramo de las sustancias depositadas.

Se denomina equivalente electroquímico de una sustancia a la masa en gramos de dicha sustancia depositada por el paso de un culombio. De acuerdo con esta definición se puede escribir:

$$m = \frac{P * I * t}{96500 * n} \tag{2}$$

Donde:

m = masa de una sustancia electrodepositada

P = peso atómico

n = valencia

I = Intensidad de corriente

t = tiempo

Equivalente electroquímico =  $\frac{P}{96500 * n}$ 

### 2.2. Recuperación de metales en fase acuosa $(Me^{n+})$

La industria galvánica utiliza metales pesados y otros compuestos para los recubrimientos metálicos, los cuales constituyen agentes contaminantes para el medio ambiente, por tal motivo, las descargas deben cumplir ciertos parámetros emitidos por normas ambientales y, por tanto, cada muestra de agua que se utilice en el proceso es tratada de diferente manera.

2.2.1. Método Gravimétrico. Se basa en hacer un análisis de los afluentes tanto cualitativo como cuantitativo y conociendo sus características, se dosifican diferentes productos químicos, que permiten precipitar los componentes iónicos que formen compuestos de reducida solubilidad en medio acuoso (lodos), estos últimos poseen los contami-

nantes de metales pesados, los cuales se encapsulan y se depositan en sitios apropiados para su disposición final.

- 2.2.2. Método Biológico. Consiste en la utilización de microorganismos. Es una técnica que está siendo cada vez más aceptada; sin embargo, existe un microorganismo para cada metal o agente a tratar, por lo tanto hay que analizar, buscar y tener cuidado con los microorganismos en el proceso.
- 2.2.3. Membranas de Osmosis Inversa. Es el uso de membranas semipermeables con ayuda de alta presión, ingresa el agua a tratar y salen dos corrientes simultáneas, la primera agua de alta calidad (conductividades bajas), mientras que en la segunda corriente se obtienen soluciones concentradas.
- 2.2.4. Resinas de Intercambio Iónico. Es un proceso rápido y reversible en el cual los iones impuros presentes en el agua son reemplazados por iones que se liberan de una resina de intercambio de iones.
- 2.3. Recuperación de metales de una matriz sólida
- **2.3.1. Método Extractivo.** Es un proceso mediante el cual se trata una sustancia sólida con una sustancia adecuada para obtener la parte soluble de ella en el medio aplicado.
- 2.3.2. Método Electroquímico. Para este propósito se utilizan celdas electroquímicas, como por ejemplo la llamada "célula de Chemelec". Teóricamente, la solución de metal debería contener un solo metal; el cátodo ya recubierto se puede quitar y usar como ánodo en un baño de recubrimiento electrolítico, o venderlo como material de grado electrolítico

### 2.4. Aspectos económicos de la recuperación de metales

Muchas disoluciones para aplicar el recubrimiento electrolítico representan una inversión considerable y, excepto la cantidad de metal que se aplica sobre las piezas, el resto se va perdiendo poco a poco al menor descuido, lo cual es una insensatez desde el punto de vista económico. La recuperación de metales para volverlos a usar, aunque pueda incluir una tercera partida de costos, representado por la captura de lodo o la inversión en resinas intercambiadores de iones, debe ser la actividad principal en el tratamiento de metales.

### 2.5. Aspectos ambientales de los metales pesados

Desde hace mucho tiempo se han detectado diversos problemas de contaminación, toxicidad y ecotoxicidad atribuidos a ciertos metales y algunos de sus compuestos. Algunos de los denominados metales pesados ingresan habitualmente a nuestro organismo en porciones menores, vehiculizados por los alimentos, el agua o el aire que respiramos. Varios persisten o se bioacumulan durante largo tiempo en los organismos vivos.

- 2.6. Análisis del sistema del diseño experimental y variables estadísticas para el análisis de los resultados
- **2.6.1. Diseño Factorial** 2<sup>k</sup>. Ciertos tipos de diseños factoriales son muy útiles. Uno de estos es un diseño factorial con k factores, cada uno en dos niveles. Debido a que cada réplica completa del diseño tiene 2<sup>k</sup> ejecuciones o combinaciones de tratamiento, el arreglo se llama diseño factorial 2<sup>k</sup>.

**Diseño 2**<sup>k</sup> para  $k \ge 3$ .Un diseño factorial 2³, tiene 8 combinaciones de tratamiento. En este diseño se estiman tres factores principales (A, B y C) junto con tres interacciones de dos factores (AB, AC Y BC) y una interacción de tres factores (ABC).

### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

El proceso de recuperación de metales ( $Me^{n+}$ ) de descargas líquidas para los enjuagues de cobre y cinc en los diferentes procesos galvánicos, se realizó con muestras de aguas de enjuague, cuantificando las siguientes variables del proceso: voltaje, amperaje, incremento de masas de los electrodos de prueba y tiempo de depósito, con n=2 réplicas.

Los ensayos realizados fueron:

### a) Recuperación de metales en soluciones estándares

- Preparar soluciones de concentración conocida al X% P/P de cobre y cinc, éstas no deben tener ningún tipo de interferentes o impurezas para que no afecten al proceso.
- Dejar reposar un día.
- Cortar y medir la distancia de los electrodos tanto cátodos como ánodos (distancia en el que los electrodos se sumergen en la solución, la misma debe ser aproximadamente 1/3 del electrodo total).
- Para el caso del cinc, se debe retirar el recubrimiento de cobre de los electrodos de grafito.
- Armar la celda.
- Conectar un voltímetro al rectificador y del rectificador con ayuda de las pinzas de batería, al amperímetro (en paralelo) y en serie a los ánodos y cátodos.
- Comprobar que las conexiones estén bien realizadas con la ayuda de un multímetro (se mide la conductividad en cada uno de los puntos).
- Medir la temperatura y pH de las soluciones.
- Tomar una muestra inicial de la solución.
- Encender el rectificador, regular el voltaje y to-

- mar el tiempo con la ayuda de un cronómetro.
- Leer lo que marca el amperímetro. La medida tanto de voltaje como amperaje deben mantenerse constantes durante el proceso de recuperación.
- Después de un tiempo determinado apagar el rectificador y al mismo tiempo retirar el cátodo de la celda.
- Enjuagar de forma muy suave con agua destilada y dejar secar.
- Pesar el cátodo (masa final).
- Tomar la muestra final de la solución.

### b) Recuperación de metales en aguas de enjuague para el cobre

- Preparar una solución al 1%P/P del baño de cobre ácido procedente de los baños electrolíticos.
- Una vez analizadas las condiciones óptimas de proceso, repetir el literal a.

### c) Recuperación de metales en aguas de enjuague para el cinc

- Tomar muestras de aguas de enjuague procedentes de los baños electrolíticos.
- Medir pH, temperatura y densidad de la solución.
- Preconcentrar el agua residual utilizando el sistema de ósmosis inversa, obteniéndose dos corrientes: la primera agua de baja conductividad que retorna al proceso y la segunda solución de alta concentración de iones (metales a recuperar). El proceso de concentración se realiza varias veces hasta obtener la concentración deseada del baño a recuperar.
- Analizar la solución concentrada.
- Una vez analizadas las condiciones óptimas de proceso, se procede a repetir el literal a.

### 4. RESULTADOS

<b>Tabla 1.</b> Variables pa	ara la recuperación	de metales cobre	y cinc
------------------------------	---------------------	------------------	--------

Metal a recuperar	Concentración, %P/P	Voltaje, V	Relación área anódica/catódica
Cobre	1	2,5	2:1
Cinc	1	4	2:1

Tabla 2. Concentración de agua de enjuague de cobre y cinc

Metal que contiene la solución	*		Rendimiento del proceso, %	
Cobre	1.902,92	4,8	96	
Cinc	2.000,82	5,0	76	

### 5. DISCUSIÓN

- Las variables determinantes para la recuperación de cobre y cinc simultáneamente son la concentración y el voltaje, ya que son variables que estadísticamente tienen un menor error en su tratamiento, lo que se evidenció al momento de realizar la recuperación a nivel de laboratorio.
- La experimentación permite recuperar metal electrolítico y obtener solución de baja conductividad, pH neutro.
- Para la recuperación del cobre se utilizó una solución preparada de concentración definida; en el caso del cinc se realizó la pre concentración de la muestra y la recuperación electrolítica del metal, obteniendo rendimientos según la tabla 2 del 96% y 76% respectivamente.

- En la recuperación de cobre se utilizaron los principios electroquímicos y las leyes de Faraday, para determinar la cantidad de masa depositada.
- Ambientalmente la recuperación de metales reduce la concentración de los metales de las aguas de enjuague de los procesos electroquímicos producidos en la industria galvánica, reduciendo el impacto ambiental.

### 6. CONCLUSIONES

- De acuerdo a la tabla 1 se concluye que las condiciones apropiadas para recuperar cobre son: concentración 1%P/P, voltaje: 2,5 V y relación de área anódica/catódica de 2:1.
- Los parámetros condicionales adecuados para recuperar cinc son: concentración 1%P/P,

- voltaje: 2.5 V y relación de área anódica/catódica de 2:1.
- El rendimiento del proceso para la recuperación del cobre es de 96% mientras que para el cinc fue del 76%.
- La recuperación de metales a partir de las aguas de enjuague de cinc y cobre es un proceso que contribuye con la reducción del impacto ambiental, generando producción limpia, porque trata el problema de contaminación en la fuente.

### **BIBLIOGRAFÍA**

• AMMEN, C. W. Recovery and Refining of Precious Metals. New York: Van Nostrand Rein-

- hold Company, 1984. 328 p.
- ARUNDEL, John. *Tratamiento de aguas negras y efluentes industriales*. Edición en lengua española. Zaragoza: Editorial Acribia S.A., 2000. 337 p.
- GLAYMAN, J.; FARKAS, G. *Galvanotecnia*. *Técnicas y Procedimientos*. Valencia: Editores Asociados, 1980. 383 p.
- SCHINITMAN, N. *Metales pesados, ambiente y salud* [en línea]. España, 2004. [Fecha de consulta: 25 de septiembre de 2010]. Disponible en: http://www.ecoportal.net/Temas\_Especiales/Contaminacion/Metales\_Pesados\_Ambiente\_y\_Salud.
- WILEY JOHN & SON. Modern Electroplating. Third Edition. New York: Edited by Lowenheim, 1974.130 p.

### ANÁLISIS DE LA CONTAMINACIÓN RADIACTIVA EMITIDA POR EL CRUDO QUE RECIBE LA REFINERÍA AMAZONAS

Lorena Checa, Patricio Peñaherrera lowilec@gmail.com; patriciopenaherrera@gmail.com

Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química. Casilla 17-01-3972 Recibido: 6 enero 2013 Aceptado: 7 Febrero 2013

### **RESUMEN**

El agua de formación y el petróleo crudo separado antes de la refinación, que recibe la refinería Amazonas – Ecuador, fueron sometidos a un análisis por espectrometría gamma. Las muestras fueron obtenidas en las estaciones de producción ubicadas en Shushufindi: Sur Oeste, Sur, Aguarico, Norte y Central.

El resultado de la actividad radiactiva para el agua de producción está en el rango de 94,1-123 Bq/l y están presentes los siguientes elementos radioactivos: <sup>238</sup>U, <sup>226</sup>Ra, <sup>212</sup>Pb, <sup>214</sup>Pb, <sup>208</sup>Tl, <sup>214</sup>Bi, <sup>40</sup>K. Para el petróleo crudo la concentración está en el rango 53,6-74,9 Bq/l y la actividad de sus elementos radiactivos es menor a la mínima detectable (MDA), que no representa un valor significativo por lo que puede ser despreciable, excepto la del <sup>40</sup>K. Se evidencia que el agua de formación tiene una mayor contaminación de elementos radiactivos y que la radiación del petróleo crudo proviene fundamentalmente del <sup>40</sup>K. En consecuencia, considerando la norma de protección establecido por UNSCEAR que permite una tasa de dosis máxima de 20 mSv/año (promediado en 5 años), los efectos de la radiación del agua o del petróleo crudo no son significativos para el personal ocupacionalmente expuesto (POE), público en general, ni para el ambiente.

**PALABRAS CLAVES**: Refinería Amazonas; petróleo crudo; agua de formación; contaminación por radiación; espectrometría gamma; elementos radioactivos.

### ABSTRACT

The formation water and the crude oil received by the Amazonas Refinery from Ecuador and separated before the refinement processes, were submitted to gamma spectrometry analysis. Samples from the following work stations placed at Shushufindi were obtained: South west, Aguarico, North and Central.

The results for the formation water are in the range of 94.1-123 Bq/l and the following elements were present: <sup>238</sup>U, <sup>226</sup>Ra, <sup>212</sup>Pb, <sup>214</sup>Pb, <sup>208</sup>Tl, <sup>214</sup>Bi, <sup>40</sup>K. For the crude oil, the concentration is in the range of 53.6-74.9 Bq/l and the only element detectable was 40K. It was evidenced that the formation water

has the most contamination of radioactive elements and that the radiation from crude oil radiation comes from the <sup>40</sup>K. The protection standard established by UNSCEAR allows a maximum dose rate of 20 mSv/year (5 year average), therefore the radiation effects of water or crude oil are not significant neither for the exposed occupationally personnel (EOP), the public in general or the environment.

**KEYWORDS:** Amazonas Refinery; crude oil; formation water; radiation contamination; gamma spectrometry; radioactive elements.

### 1. INTRODUCCIÓN

En el presente estudio se realiza el análisis de los elementos radiactivos del petróleo crudo que es receptado por la Refinería Estatal Amazonas, con la finalidad de determinar el nivel de exposición, del personal ocupacionalmente expuesto (POE), del ambiente y del público en general.

Se debe considerar que los efectos biológicos de los radioisótopos dependen, de la actividad radiactiva, de las tasas de eliminación del radioisótopo, y del tipo de radiaciones que emita. Aparte de los efectos producidos por radiaciones también pueden aparecer efectos tóxicos debidos a la propia toxicidad química del material depositado.

Además, los efectos biológicos son de carácter somático así como genético, y, pueden ser estocásticos y determinísticos. Los efectos estocásticos son efectos probabilístico, a mayor dosis mayor la probabilidad de algún efecto a la salud (uno de estos efectos se relaciona con las mutaciones produciendo anormalidades hereditarias). Los efectos determinísticos son aquellos que se dan necesariamente a partir de una dosis determinada, significando que la gravedad depende de la dosis (anemia, caída de cabello, esterilidad, entre otros).

Para el propósito del estudio, se empleó la técnica de espectrometría gamma mediante un software de adquisición, MAESTRO 32 que usa algoritmos matemáticos, que permiten identificar los elementos presentes en la muestra y determinar su actividad radiactiva.

El petróleo crudo contiene dos elementos fácilmente identificables al momento de su explotación, el petróleo crudo propiamente dicho y el agua de formación que resulta de un proceso de separación previo a su refinamiento. Fue el tanque de lavado, el lugar propicio para obtener las muestras que serán sujetas de análisis.

En consecuencia, el presente trabajo, está enmarcado dentro de un análisis experimental de laboratorio que se fundamenta en el proceso de espectrometría para la determinación de los elementos radiactivos presentes en el petróleo crudo y su actividad radiactiva.

Las muestras obtenidas fueron caracterizadas mediante la densidad API y BSW, para determinar el tipo de petróleo crudo.

### 2. EXPERIMENTACIÓN

Se realizó la toma de muestras del petróleo crudo y el agua de formación, dentro de las estaciones de producción de mayor probabilidad de contaminación radiactiva como es el tanque de lavado (wash tank), en el área de Petroprodución que recepta la Refinería Amazonas. Estas muestras fueron sometidas a los siguientes análisis:

### 2.1. Caracterización físico-química del petróleo crudo

A las muestras se les realizaron los siguientes análisis:

a. Determinación de la densidad API mediante

- la Norma ASTM D 287-67 y la cantidad de agua y sedimentos (BSW) mediante la Norma ASTM D-96.
- b. Preparación de la muestra a las condiciones de trabajo del equipo de absorción atómica, para la determinación de metales presentes en la muestra.
- c. Obtener la cuantificación de los elementos al igual que sus propiedades presentes en la muestra de crudo.
- 2.2. Caracterización radioactiva del petróleo crudo
- **2.2.1. Sistema de espectrometría gamma.** El sistema de espectrometría gamma utilizado, consta de:
- Detector de germanio hiperpuro,
- Módulo (biassupply) de 2500 v,
- Amplificador espectroscópico (spectroscop yamplifier), y
- Tarjeta multicanal instalada en el CPU en conjunto con el software MAESTRO 32.

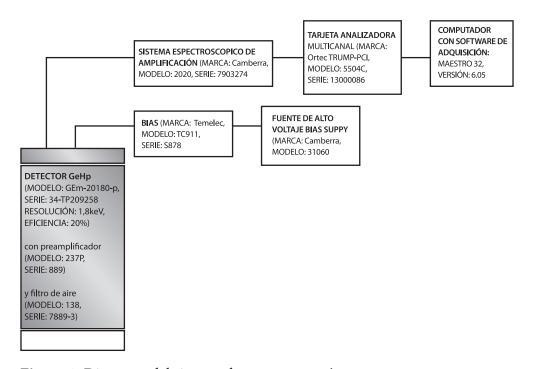
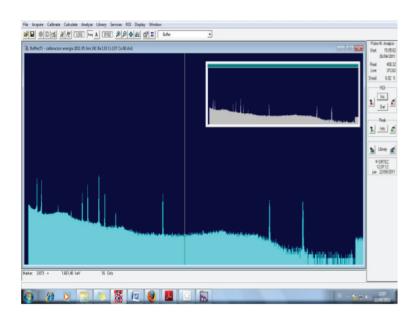


Figura 1. Diagrama del sistema de espectrometría gamma

#### 2.2.2. Procedimiento

- a) Para la calibración en energía se utilizaron fuentes de <sup>137</sup>Cs, <sup>60</sup>Co y <sup>133</sup>Ba.
- b) Para la calibración en eficiencia se utilizó una fuente patrón de geometría marinelli de 1 Litro constituido por una matriz de resina sintética con densidad similar a la del agua y que contiene homogéneamente distribuidos en su contenido los siguientes radionúcli-
- dos: <sup>241</sup>Am, <sup>109</sup>Cd, <sup>57</sup>Co, <sup>139</sup>Ce, <sup>203</sup>Hg, <sup>113</sup>Sn, <sup>85</sup>Sr, <sup>137</sup>Cs, <sup>88</sup>Y y <sup>60</sup>Co.
- c) A continuación se realizó el análisis espectros cópico de las muestras por un tiempo adecuado.
- d) El análisis del espectro (identificación cuantitativa de los nucleídos presentes y el cálculo de las actividades radiactivas) se realiza con el programa GAMMAVISION.



**Figura 2.** Espectro con las fuentes de <sup>137</sup> Cs, <sup>60</sup>Co y <sup>133</sup>Ba

### 4. RESULTADOS

Tabla 1. Caracterización fisicoquímica del petróleo crudo

CAMPO	LUGAR	BSW	BSW POR DESTILACIÓN	BSW TOTAL	API OBS. / TEM.	API 60° F
		%	%	%	°API / °F	°API
DI	ESTACIÓN SSF SUR	0,1	0,25	0,252	30,2 / 70	29,5
SHHUSHUFINDI	ESTACIÓN SSF SUR OESTE	0,2	0,7	0,739	26,2 / 70	25,6
SE	SSF CENTRAL	0,1	0,1	0,126	26,3 / 69	25,7
	ESTACIÓN SSF NORTE	0,3	0,35	0,377	29,5 / 70	28,8
SH	ESTACIÓN AGUARICO	0,2	0,3	0,326	31,4 / 70	30,7

Tabla 2. Actividad de los elementos radiactivos del agua de formación y el petróleo crudo

RADIOISOTOPOS		ACTIVIDAD (Bq/1 )								
MUESTRAS		$^{40}\mathrm{K}$	<sup>212</sup> Pb	<sup>214</sup> Pb	<sup>208</sup> Tl	<sup>207</sup> Bi	<sup>214</sup> Bi	<sup>226</sup> Ra	<sup>234</sup> Th	<sup>238</sup> U
	A1	90,286	9,40	1,2894	4,29	1	2,99	14,966	-	-
DE	A2	82,158	-	5,0477	-	1	6,5062	-	-	-
AGUA DE FORMACIÓN	A3	76,044	1,4527	7,9442	0,74646	-	6,5836	-	-	-
AG FORJ	A4	74,409	1,3411	8,3811	0,96502	-	7,2237	-	-	-
	A5	88,854	-	6,5412	1,434	1	6,4232	-	-	-
	P1	74,857	8,823	-	-	1	-	8,233	-	-
EO	P2	53,599	-	-	0,556	ı	9,198	-	-	-
PETROLEO CRUDO	Р3	69,9507	-	1,096	-	0,42	1,051	1,061	6,558	-
	P4	68,085	9,332	9,264	-	1	1,054	-	-	-
	P5	57,747	0,8626	-	3,407	-	-	-	-	1,082

Tabla 3. Actividad radiactiva total

ESTACIÓN	ACTIVIDAD TOTAL (Bq/l)				
ESTACION	Agua de Formación	Petróleo Crudo			
SUR-OESTE	123	74,9			
SUR	94,1	53,6			
AGUARICO	95,7	69,5			
NORTE	95,3	68,1			
CENTRAL	104	57,7			

**Tabla 4.** Identificación de radioisótopos y la actividad, mínima detectable (MDA) en los espectros de rayos gamma

			AG	UA DE FOI	RMACION - P	ETROLEO	(Bq/l)
Energía (keV)	Radioisótopo	Origen	SUR OESTE	SUR	AGUARICO	NORTE	CENTRAL
186,10	<sup>235</sup> U, <sup>226</sup> Ra	<sup>235</sup> U, <sup>238</sup> U	8,13-0,0		0,0-0,11		0,0-1,08
238,63	<sup>212</sup> Pb	<sup>232</sup> Th	5,01-8,82		0,51-0,0	0,59-9,33	0,0-0,83
258,79	<sup>214</sup> Pb	<sup>238</sup> U			26-0,0		
295,21	<sup>214</sup> Pb	$^{238}U$				1,61-0,0	
351,92	<sup>214</sup> Pb	$^{238}U$	1,08-8.23	3,94-0,0	0,0-1,1	0,0-9,26	6,18-0,0
583,14	<sup>208</sup> Tl	<sup>232</sup> Th	3,45-0,0	0,0-0,56	0,62-0,0	0,54-0,0	0,66-3,41
609,32	<sup>214</sup> Bi	<sup>226</sup> Ra	0,76-0,0	1,13-9,20	0,0-1,05	7-1,05	1,28-0,0
1377,65	<sup>214</sup> Bi	$^{238}U$			11,6-0,0		
1461,00	<sup>40</sup> K	<sup>40</sup> K	5,17-4,03	4,17-3,91	5,03-4,51	5,14-3,59	4,06-3,35

Tabla 5. Tasa de dosis total del agua de formación y el petróleo crudo

7071 0101170	TASA DE DOSIS TOTAL					
ESTACIONES	Agua de Formación	Petróleo				
SUR-OESTE	0,000200281	0,00026864				
SUR	0,000416623	0,00020739				
AGUARICO	0,000282563	0,00024944				
NORTE	0,000647196	0,00024433				
CENTRAL	0,000535699	0,00020723				

### 5. DISCUSIÓN

- Por lo general, en laboratorios de espectrometría de rayos gamma se tiene la limitante en cuanto al número disponible de estándares certificados en actividad de diferentes densidades que iguale a las densidades de las muestras, esto lleva a la situación de que la auto absorción de los fotones dentro de las muestras puede ser muy diferente al estándar de calibración, para evitar errores en la determinación de la concentración en actividad para energías menores a 200 keV. Por lo tanto, se consideró dentro de los cálculos del presente trabajo el factor de corrección por auto absorción o atenuación para la espectrometría de rayos gamma.
- Los resultados de espectrometría gamma indican los elementos radiactivos presentes en las diversas cadenas de desintegración.

### 6. CONCLUSIONES

- Las mediciones de los espectros de rayos gamma del petróleo crudo y el agua de formación presentan 9 posibles líneas de rango de energía de 186,10 a 1461,00 keV que corresponden a las series de decaimiento del 238U y 232Th, así como del 40K. Los fotopicos presentes tienen una baja intensidad y su origen se debe primordialmente a la radiación de fondo. En la Tabla 4 se presentan los rayos gamma identificados en los espectros, su origen y actividad mínima detectable-MDA de acuerdo a la sensibilidad del sistema de medición.
- Los resultados indican que la actividad total y la representación de elementos radiactivos son mayores para el agua de formación en comparación con las del petróleo crudo, concluyendo así que el petróleo crudo analizado no presenta problema en cuanto a contaminación radiactiva ya que toda la cantidad es por presencia del radioisótopo 40K. Una tasa de dosis máxima permitida es de 20 mSv/año, por consiguiente sus efectos determinísticos

- no son detectables y se reduce la probabilidad de los efectos estocásticos.
- De los resultados de la caracterización fisicoquímica de las muestras respectivas, se evidencia que el °API y BSW para cada estación están definidos dentro del campo de producción petrolífero y son parámetros importantes de fluidez y pureza, pero no fue un factor influyente de acuerdo con la caracterización radiológica ya que es necesario conocer las condiciones físicas a las cuales será sometido el producto.

### **AGRADECIMIENTO**

A la Subsecretaría de Control, Investigación y Aplicaciones Nucleares, por su colaboración en esta investigación y en especial a la Dra. Nancy Mantilla, Dr. Omar Suárez, Ing. Alejandro González y al Ing. Jorge Bastidas.

### **BIBLIOGRAFÍA**

- CAMPBELL, Jorge Richard; Cameras Ross, Ricardo. *La Ciencia para todos*. En: Las radiaciones y el manejo de las radiaciones nucleares [en línea]. 2º edición. México, D. F. 1999, Fondo de cultura económica. ISBN 968-16-59-27-9. [Fecha de consulta: 18 de marzo de 2011]. Disponible en: http://intranet.matematicas.uady.mx/portal/leamos\_ciencia/VO-LUMEN II/ciencia3/094/htm/radia2.htm.
- CANO, Daniel. Alfa, beta, gamma. En Ciencia y tecnología nuclear [en línea]. BLOGS Madrid. 2006. [Fecha de consulta: 2010, Diciembre 4]. Disponible en: http://www.madrimasd.org/blogs/ciencianu
  - http://www.madrimasd.org/blogs/ciencianuclear/2006/12/01/53391.
- DEBERTIN, Klaus; HELMER, Richard. Gamma and Ray Spectrometry with Semiconductor Detectors. New York: Elsevier, 1988. 405 p.
- ENVIRONMENTAL Measurements Laboratory. Radionuclide Data.. 28th edition. Section 5, vol. I. New York: U.S. Department of

- Energy, february 1997. 44 p.
- GARCÍA, Ángel. *Mecánica cuántica en desinte-gración radiactiva* [en línea]. Nueva versión del Curso Interactivo de Física en Internet. 2010. [Fecha de consulta: 12 de enero de 2011]. Disponible en http://www.sc.ehu.es/sbweb/física/cuantica/desintegracion/radio.htm
- GARZÓN Ruiperez, L. Cadena de desintegración Radiactividad y medio ambiente [en
- línea]. Universidad de Oviedo. 1979 ISBN 84-7468-015-8. [Fecha de consulta: 12 de enero de 2011). Disponible en: http://es.wikipedia. org/wiki/Cadena\_de\_desintegraci%C3%B3n.
- UNSCEAR. Sources and Effects of Ionizing Radiation: Report to the General Assembly with scientific annexes, vol. II: Scientific anneses C, D and E. New York: United Nations Publication, 2008. 49 p.

## INSTRUCCIONES PARA LA PUBLICACIÓN DE ARTÍCULOS CIENTÍFICOS Y TÉCNICOS

"Procesos y Energía" es una revista de difusión científica y tecnológica de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Central del Ecuador, que publica artículos originales en las áreas de Procesos Industriales y de Energía.

La periodicidad de la revista en versión impresa y digital es semestral y está en proceso para su publicación en el catálogo LATINDEX.

La revista "Procesos y Energía", acepta preferentemente para su publicación artículos de la siguiente tipología:

- Artículo de investigación.- Presentación detallada de resultados originales de trabajos de investigación, que aportan un nuevo conocimiento en el ámbito de la revista. Los artículos no deben exceder las 6000 palabras o 10 páginas impresas incluyendo figuras y tablas.
- Revisiones.- Análisis de una o varias obras científicas y su relevancia en la investigación de un tema de interés actual o campo emergente. Debe incluir los principales hallazgos y reunir las publicaciones de un número significativo de fuentes originales. En estas revisiones se comparan y se detallan posibles conflictos entre el trabajo de investigación y lo que proporciona el "Estado Actual del Conocimiento". Normalmente se trata de una revisión por pares, (peer review), proceso por el cual los autores evalúan el trabajo de sus colegas. Estas revisiones tendrán prioridad en la revista. No deben exceder de las 10.000 palabras.
- Artículo corto.- Conocido en el idioma inglés como "Short Communications", se trata de un documento de investigación que constituye una descripción concisa pero completa de una investigación limitada, que no se incluirá en un artículo posterior. Debe ser lo más documentado posible, tanto por referencias a la literatura científica como mediante la descripción de los procedimientos experimentales empleados, como un artículo regular. No deben exceder las 2.000 palabras.
- Cartas al Editor.- Posiciones críticas analíticas o interpretativas sobre aspectos planteados por artículos recientemente publicados en la revista o por desarrollos científicos en los ámbitos de la misma, que contribuyen a la discusión de la comunidad científica y técnica. Estos pueden presentarse de manera informal al Editor en cualquier momento.

### Proceso para la publicación del artículo

- 1. Las propuestas deben enviarse a: Universidad Central del Ecuador. Facultad de Ingeniería Química, Ciudad Universitaria, calle Gilberto Gatto Sobral S/N y Francisco Viteri, casilla postal 17-01-3972 Quito- Ecuador, con una carta dirigida al Director de la Revista, en la cual certifique que todos los autores están de acuerdo con someter el artículo a consideración del Consejo Editorial de la Revista y debe incluir los datos personales de cada autor: nacionalidad, formación académica, correo electrónico, teléfonos para su contacto o dirección postal.
- 2. El artículo debe llevar la información de la clasificación de la tipología del artículo, según lo establecido por la Revista y la clasificación dentro de una disciplina, especialidad y subespecialidad, según la clasificación hecha por la Facultad, basada en los códigos de la UNESCO.
- 3. El artículo debe entregarse en versión digital (disco compacto) y tres copias impresas, a la Oficina de la Revista o enviarse al correo electrónico: procesos.energia.fiq@uce.edu.ec.

4. Se comunicará la recepción del artículo por correo electrónico a los autores y se iniciará el proceso de calificación; luego de lo cual se informará a los autores la aceptación o no del artículo. En caso de aceptación, el autor deberá atender las respectivas sugerencias del Consejo Editorial.

### **CONTENIDO**

Cualquier artículo para ser considerado por el Consejo Editorial, para su posible publicación en la revista "Procesos y Energía", debe incluir los siguientes componentes:

- 1. Título.- Debe ser descriptivo, conciso e informativo indicando la esencia del trabajo de investigación (no mayor a las 16 palabras). Debe ir escrito en mayúsculas y centrado.
- 2. Información de los autores.- Debe indicarse: nombres completos, instituciones a la que están vinculados y dirección de recepción de la correspondencia o su dirección electrónica.
- 3. Resumen en español e inglés. Será conciso y deberá indicar brevemente el propósito de la investigación, la metodología utilizada, los principales resultados y conclusiones importantes. Su extensión será de máximo 150 palabras. Cuando el autor no domine el inglés, deberá buscar ayuda de personas expertas en el mismo.
- 4. Palabras claves en español e inglés.- Inmediatamente después del resumen, deben incluirse al menos cuatro palabras claves que identifiquen aspectos principales del artículo que permitirá su mejor localización en los índices internacionales. Se separarán con punto y coma.
- 5. Introducción.- Describe el planteamiento general del trabajo, así como su contexto, antecedentes, el estado actual del conocimiento de la temática abordada, los objetivos, la importancia, el alcance del trabajo, las limitaciones y el método utilizado.
- 6. Teoría.- Fundamentos teóricos relevantes que sustentan y establecen las bases del trabajo (si lo considera de relevancia).
- 7. Materiales y métodos.- Se deben proporcionar suficientes detalles de los métodos utilizados, para permitir reproducir el trabajo. Los que ya han sido publicados deben indicarse a través de referencias, solamente las modificaciones relevantes deben ser descritas.
- 8. Resultados.- Deben ser claros y concisos. Se indicarán los más relevantes en secuencia ordenada, que evidencien el cumplimiento del objetivo del trabajo. Las tablas, gráficos o ilustraciones son el complemento del texto para la descripción de los resultados, se enumerarán en forma correlativa, contarán con su respectivo título y de ser necesario con el significado de la simbología.
- 9. Discusión.- Analiza las relaciones entre los resultados obtenidos con el conocimiento que existe sobre el tema. Debe interpretar el significado de los fenómenos, las causas, sus efectos y sus implicaciones teóricas así como la validación y confiabilidad de los resultados obtenidos y los problemas relevantes surgidos en el desarrollo de la parte experimental. Una combinación de Resultados y Discusión es a menudo apropiada
- 10. Conclusiones.- Se indicarán las más relevantes y referidas exclusivamente a los resultados alcanzados a la culminación del trabajo.
- 11. Agradecimiento.- Se especificarán la (s) persona (s) y/o instituciones que han colaborado en forma significativa con el desarrollo del trabajo. ES OPCIONAL.
- 12. Las citas bibliográficas indicadas en el texto del artículo, se colocarán al final del artículo. Se utilizarán de preferencia las normas ISO, para estas últimas se indican algunos ejemplos:

#### Artículos de revistas:

ROMERO, Elizabeth M. y PÁEZ, Luis A. El desarrollo del conocimiento científico. Metodología de la Investigación, Vol. 15, N° 10, Enero 1988, pp.605-606

#### Libros:

MARTÍNEZ, Pedro y NUÑEZ, Juan Antonio. Innovación Tecnológica en las pequeñas empresas madereras. 2°ed. Madrid, Editorial Salvat, 1978. p. 246

#### **Patentes:**

COOK, Eugene A. y GOTTSCHLICH, Wolfgang F. Reducing metal oxide formation a continuous metal sheet in the hot dip coating. U.S. 4,183,983. (Cl. C23C1/02), 15 Jan 1980. p.8

### **Tesis:**

PATTON, Frederick. Multiple Modes of Shear Failure in Rock Related Materials. Tesis Doctoral. Doctor of Philosophy. Universidad de Illinois, Urbana, 2007. pp. 10-22.

### Documento presentado a un Congreso o Reunión Científica:

URIBE, Josué. Sistemas de tratamiento de agua con Osmosis Inversa. Memorias del Simposio Nacional del Agua, (3°, 1998, Quito, Ecuador). Osmosis Inversa. Universidad Central del Ecuador. Quito, 1999. pp. 39-50.

### Monografías electrónicas:

PENICHE, Eduardo; KUNKEL, Joseph y COOPER, Bernard. El crecimiento industrial en Estados Unidos de América [en línea]. Chicago: The University of Chicago Press. 1993 [Fecha de consulta: 8 Agosto 1998]. Disponible en: <a href="http://nhmeed.cc.tx.us/1re/ke/peniche.html">http://nhmeed.cc.tx.us/1re/ke/peniche.html</a>.

### NORMAS PARA LA PRESENTACIÓN DE ARTÍCULOS

- Las contribuciones tendrán una extensión de hasta 10 páginas, tamaño INEN A4, doble columna con excepción del resumen en español e inglés que irán en una sola columna, el interlineado será sencillo, la letra Times New Roman 12 o su equivalente.
- Los márgenes serán: superior, derecho e izquierdo = 2,5 cm e inferior = 2 cm.
- El artículo estará dividido en secciones y subsecciones claramente definidas, que deben estar numeradas y tener un encabezamiento, el cual debe ir en negrillas y separados del texto por un espacio interlineal. El título de las secciones irá en mayúscula sostenida y el de las subsecciones solo la primera o los nombres propios irán con mayúsculas.
- Entre párrafos no se dejarán espacios interlineales. El texto se marginará a la izquierda dejando sólo en la primera línea del párrafo una sangría de tres espacios, así como en las viñetas o literales.
- Las expresiones matemáticas deben hacerse con un editor de fórmulas adecuado y los símbolos especiales se identificarán en forma apropiada.
- Se utilizará el Sistema Internacional de Unidades (SI).
- Las fotografías, tablas y figuras siempre deben ser referenciadas en el texto del artículo e incorporarse como objetos, considerando que la Revista se imprime a blanco y negro. Preferiblemente se debe adjuntar un archivo que contenga estas imágenes en sus programas originales con el objeto de evitar problemas de visualización. Las fotografías deben presentarse en papel brillante, en impresión de calidad láser o similar.

#### POLÍTICAS EDITORIALES

- Se publicará solo un artículo por autor en un mismo número de la revista.
- No se recibirán artículos que no cumplan satisfactoriamente con las normas establecidas.



Esta edición que consta de 500 ejemplares en papel couché de 115 gramos., se terminó de imprimir el 10 de enero de 2014, siendo Rector de la Universidad Central del Ecuador el señor Dr. Édgar Samaniego Rojas, y Director de la Editorial Universitaria el señor MSc. Edison Benavides Benítez.

