

VII. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

7.1. Destilación atmosférica de gasóleos

Con este proceso de destilación atmosférica a nivel laboratorio se obtuvieron 2.296 litros de gasóleos. Producción suficiente para realizar el proceso de hidrodesulfurización, pues cada reacción necesita 300 ml de gasóleo.

7.2. Síntesis de SAPO-34

El producto obtenido en la síntesis de la zeolita SAPO-34 fue mayor de 10 gr. para cada lote y con esto se cumple la cantidad requerida por cada reacción.

7.3. Caracterización del soporte

7.3.1. Espectroscopia infrarroja

Tabla 11. Resultados de IR.

# Espectro de IR	Región (cm-1)	Gpos. Identificados	Observaciones.
1	2343.35, 3646.92	Ac. Lewis y Bronsted.	-Deshidratación completa en el soporte. -Presencia de sitios activos
2	24561.56, 3225.09, 3331.53.	Ac. Lewis. Gpos ácidos en la zeolita	- El soporte se encuentra, aún hidratado y se suprimen las características del oxidrilo deseado. Sin embargo, existe acidez en el soporte y presencia de sitios activos
3	2340.43, 2820.10, 2965.17, 3021.19	Ac. Lewis. Gpos ácidos en la zeolita	- El soporte se encuentra, aún hidratado y se suprimen las características del oxidrilo deseado. Sin embargo, existe acidez en el soporte y presencia de sitios activos

4	2897.24, 3100.77, 3153.82	Gpos ácidos en la zeolita	Existe acidez en el soporte. Sin embargo, la cantidad de agua en el soporte es mayor y no permite identificar los oxhidrilos deseados
5	2949.66, 3030.01	Gpos ácidos en la zeolita	Existe acidez en el soporte. Sin embargo, la cantidad de agua en el soporte es mayor y no permite identificar los oxhidrilos deseados
6	3050.7, 2972.68	Gpos ácidos en la zeolita	Existe acidez en el soporte. Sin embargo, la cantidad de agua en el soporte es mayor y no permite identificar los oxhidrilos deseados
7	2365.35, 3656.12	Ac. Lewis y Bronsted.	-Deshidratación completa en el soporte. -Presencia de sitios activos

Las zeolitas tienen estructuras cristalinas porosas compuestas de los canales y de las jaulas que permiten un área superficial grande para la actividad catalítica. Son catalizadores ácidos fuertes debido a una proporción grande de los sitios ácidos de Bronsted dispersados a través de su estructura porosa. Una sustitución de un átomo de silicio por un átomo de aluminio conduce a la formación de un sitio ácido de Bronsted con un oxígeno vecino.

7.3.2. Difracción de rayos x

Tabla 12. Resultados R-X.

# Difractograma R-X	2 θ	Gpos. Identificados.	Observaciones.
1.	21.6, 28.2, 31.0, 36.0	Cristobalita (SiO ₂ -AlPO ₄)	-Posee los picos característicos de un soporte catalítico SAPO-34. -Buena cristalinidad
2	21.6, 28.4, 31.0, 35.6	(SiO ₂ - AlPO ₄)	-Los picos son menos intensos, por lo tanto existe poca cristalinidad. Esto se debe a la presencia de agua pues se presenta un rompimiento de los enlaces Si-OH- Al. -Intercambio iónico en los procesos de secado y calcinación.
3.	20.6, 21.6, 26.4, 36.4	SiO ₂ . Baja concentración de ALPO ₄	-Por la intensidad de los picos, la cristalización es buena. -Sin embargo, los grupos identificados en la muestra con mayor proporción corresponden a grupos contaminantes. -Grupos característicos del soporte catalítico SAPO-34 se encuentran en menor proporción. - Causas de la contaminación: a)Contacto del gel con las sales térmicas, en el proceso de

			<p>cristalización, por un mal cerrado en el reactor.</p> <p>b) Contacto del gel con utensilios metálicos.</p>
4	21.6, 28.4, 31.0, 35.6	SiO ₂ - AlPO ₄	<p>-Baja cristalinidad por presencia de agua o intercambio iónico en el proceso de secado y calcinación.</p> <p>-Alta pureza</p>
5	20.8, 21.6, 26.2, 36.0	SiO ₂ . Baja concentración de ALPO ₄	<p>-Por la intensidad de los picos, la cristalización es buena.</p> <p>-Sin embargo, los grupos identificados en la muestra con mayor proporción corresponden a grupos contaminantes.</p> <p>-Grupos característicos del soporte catalítico SAPO-34 se encuentran en menor proporción.</p> <p>- Causas de la contaminación:</p> <p>a) Contacto del gel con las sales térmicas, en el proceso de cristalización, por un mal cerrado en el reactor.</p> <p>b) Contacto del gel con utensilios metálicos.</p>
6	21.6, 28.4, 31.4, 36.4	SiO ₂ - AlPO ₄	-Cristalinidad media.
7	21.4, 28.2, 31.0, 35.8	Cristobalita (SiO ₂ -AlPO ₄)	-Posee los picos característicos de un

			soporte catalítico SAPO-34. -Buena cristalinidad
--	--	--	--

7.4. Impregnación de metales

El factor de corrección utilizado es necesario para que las sales tengan una mejor disolución, con ello el soporte catalítico contiene el porcentaje de óxidos metálicos requerido y a su vez una buena dispersión de los mismos.

En este proyecto, se mezclaron todos los lotes de soporte zeolítico SAPO-34 llevándose a cabo una sola impregnación. Sin embargo, esto no es recomendable realizar hasta confirmar, a través de espectroscopia de infrarrojo y difracción de rayos-x, que los soportes a impregnar realmente son SAPO-34, óptimos para reacciones de hidrotratamiento catalítico.

Sin embargo, los resultados de las reacciones 3, 4, 5, 6 y 7 presentan una hidrodesulfurización del gasóleo, a través del análisis de los productos gaseosos y de los líquidos, pues aunque los gramos de catalizador utilizados en cada reacción no posean la acidez de bronsted, mientras exista acidez en el hay atracción de cationes metálicos y por lo tanto formación de sitios activamente catalíticos que permitirán la reacción.

7.5. Caracterización del catalizador

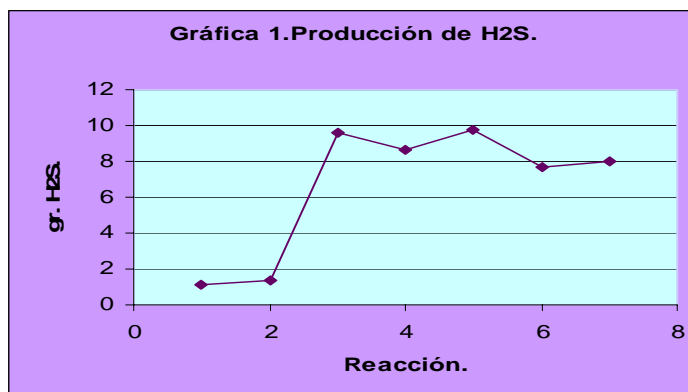
7.5.1. Absorción atómica

En éste análisis de caracterización del catalizador sólo se determino el % de un óxido metálico y fue el de MoO₃. Tal hecho se debe a la falta de la lámpara de cobalto.

El resultado indica que el catalizador Co-Mo/SAPO-34 contiene un 14.72 % del óxido metálico correspondiente al reportado en la literatura. Con esta técnica se puede deducir una buena actividad catalítica para este catalizador; sin embargo, es necesario determinar la cantidad presente del óxido de cobalto en el mismo.

7.6 Reacción

Gráfica 1. Producción de H₂S



♦ No hubo presupuesto para realizar la determinación de S en los productos líquidos y las técnicas aplicadas por el IMP son difracción ultravioleta, método potenciométrico, colorimetría rateométrica y difracción de rayos x para líquidos.

♦ Mediante el análisis de los productos gaseosos por cromatografía es evidente la producción de H₂S de la reacción lo cual, implica la remoción de azufre.

♦ El comportamiento de la gráfica indica una mayor producción de H₂S a partir de la reacción 3 en adelante siendo las más óptimas la reacción 3 y 5 destacando, con ello, que tiempo de reacción es una condición importante en la hidrodesulfurización pues a mayor tiempo de contacto entre los reactantes y el catalizador existe una mayor producción de H₂S.

♦ Las reacciones menos productivas de H₂S fueron la 1 y 2 la primera se debe a una mala instalación en el equipo de reacción, específicamente fugas en la tubería portadora del hidrógeno y en el cabezal del reactor. La segunda relaciona la alta temperatura (380 °C) y la desactivación en el catalizador por la formación de coque; debido a esto no se llevo a cabo una reacción de hidrodesulfurización.

7.7 Resonancia Magnética Nuclear

♦ El análisis de resonancia no es de tipo cuantitativo por lo tanto solo determina la presencia de compuestos olefinicos.

♦ La presencia del cloroformo, en todas las muestras, como elemento disolvente aparece con un desplazamiento δ (ppm) de 77.0 en ¹³CRMN

♦ Los aromáticos dentro del gasóleo son mínimos y pueden ser identificados dentro del gasóleo en un desplazamiento químico δ (ppm), característico del ¹³CRMN, entre 150

-170. La muestra de gasóleo 4 presente este grupo y después de realizarle el hidrotrotamiento este grupo de aromáticos se reduce notablemente.

◆ El desplazamiento químico δ (ppm) del $^{13}\text{CRMN}$ de los hidrocarburos azufrados se encuentra entre 10-20, 40-50, 50-60, 70-80, 90-100 y vemos como en la reacción 3 se presentan una disminución en la presencia de estos compuestos.

◆ El desplazamiento químico δ (ppm) del $^{13}\text{CRMN}$ de alcanos, olefinas se encuentra entre 30-40 y las reacciones 3, 4 y 5 presenta una mayor producción de estos compuestos después de ser hidrodesulfurizado el gasóleo.

◆ La disminución de compuestos nitrogenados es mínima en comparación con un catalizador que utiliza como promotor níquel.