

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

“Evaluación Experimental de un Proceso de Depuración
Multietapa para Aceites Lubricantes Usados”

TESIS DE GRADO

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentada por:

Guillermo Alfonso Salas Caicho

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2005

AGRADECIMIENTO

A todos las personas quienes colaboraron en este proyecto de grado.

Al Ing. Jorge Duque por su paciencia, motivación, asistencia en el desarrollo y culminación de este trabajo.

Al proyecto VLIR –ESPOL, componente 6, en especial al Doctor Fernando Morante y la Doctora Cecilia Paredes, por su invaluable ayuda que contribuye al progreso de una nación.

DEDICATORIA

A DIOS

A MIS PADRES:

A mi padre, quien me ha inculcado que con esfuerzo se puede conseguir el éxito y la tan ansiada felicidad.

A mi madre, quien me ha enseñado que la unión familiar, en la sociedad y en el país es la mejor fuerza para no caerse.

A MIS SOBRINOS, quienes han arrancado una sonrisa y alegrado parte de mi vida.

TRIBUNAL DE GRADUACIÓN

Ing. Haydee Torres C.
DELEGADA DEL DECANO DE LA
FIMCP
PRESIDENTE

Ing. Jorge Duque R.
DIRECTOR

Ing. Mario Patiño A.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

Guillermo A. Salas Caicho

RESUMEN

En Guayaquil la disposición final ambientalmente segura de los aceites lubricantes usados, es un problema que las empresas industriales y/o comerciales tienen que enfrentar. Opciones como su destrucción térmica han sido analizadas. Los aceites usados sin embargo han sido propuestos como materia prima para la producción hasta de aceites base, pero requieren de tecnología sofisticada y costosa. Opciones intermedias de tratamiento existen pero producen aceites de menor calidad, que pueden utilizarse en aplicaciones menos exigentes.

Este proyecto de grado efectúa la evaluación experimental de un proceso multi-etapa de depuración de un aceite comercial (aceite SAE 40 usado). Este proceso de depuración que se probó, consta de tres etapas en un mismo equipo: *Pre-tratamiento*, *Deshidratación térmica* y *Filtración*.

En el *pre-tratamiento*, al aceite usado se le añade una concentración molar de ácido sulfúrico de 2 M; se calienta a una temperatura de 120° C por 40 minutos a presión atmosférica, para eliminar el agua contenida en el aceite lubricante usado y la formación de un lodo insoluble. La *deshidratación*

térmica efectuada con temperaturas más elevadas a experimentar en el recipiente hermético (130 – 180)° C con períodos de tiempos comprendidos entre 50 y 90 minutos, se pretende cambiar su viscosidad, punto de inflamación y reducir residuos de carbón. Por la presión asociada al calentamiento, algo del aceite fluye por el lecho de zeolitas de granulometría 150 µm y de un papel resina. En este lecho los compuestos sulfatados se remueven por adsorción y se filtran partículas metálicas. Para completar la depuración se *filtra* el aceite forzándolo con presiones de aire a experimentar (30 – 60) psi a fluir por el lecho de zeolitas y del papel resina.

Se diseña un prototipo con una capacidad de 400 CC de aceite usado, calentador eléctrico de 300 W y un lecho compacto de zeolitas CLI deshidratadas de 181.8 g para la implementación del proceso.

Se efectúa un diseño experimental factorial 2^3 completamente aleatorizado con tres factores, dos niveles y 2 réplicas, para el análisis de los tratamientos. El resultado más favorable se aplica al tratamiento de 180° C/ 90 min/ 30 psi, con este tratamiento se reduce el porcentaje de sedimentos 0.12 %vol, porcentaje de agua 0.055 %vol, cenizas sulfatadas 0.875% peso y pH a 7.025. Con respecto a las propiedades físicas del aceite, la viscosidad a 40° C es de 44.5 cSt, bajando a un grado (SAE 30), pero con un IV de 77.6, el cual podría ser no tan útil para su re-utilización y más bien habría que buscar otra aplicación para este aceite tratado.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN.....	II
ÍNDICE GENERAL.....	III
ABREVIATURAS.....	IV
SIMBOLOGÍA.....	V
NOMENCLATURA.....	VI
ÍNDICE DE FIGURAS.....	VII
ÍNDICE DE TABLAS.....	VIII
ÍNDICE DE PLANOS.....	IX
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	
1. ANÁLISIS DE ACEITES USADOS.....	4
1.1. Panorama General de los Aceites Usados.....	5
1.2. Aceites Usados.....	10
1.2.1. Clasificación y Características.....	11
1.2.2. Disposición y Opciones de Reprocesamiento de los Aceites Usados.....	14
1.3. Obtención del Aceite Base.....	19
1.3.1. Proceso de los Aceites Base de Lubricantes.....	22

1.3.2. Procesos Catalíticos.....	30
1.4. Parámetros físicos-químicos en el Análisis de Aceites Usados...	34
1.4.1. Viscosidad.....	34
1.4.2. Aditivos en el Aceite Lubricante.....	39
1.4.3. Posibles Degradaciones del Aceite.....	40
1.4.4. Propiedades físicas y químicas de un aceite de motor.....	46

CAPÍTULO 2

2. DISEÑO DEL PROCESO DE DEPURACIÓN MULTITAPA: PRETRATAMIENTO-DESHIDRATACIÓN TÉRMICA-FILTRACIÓN EN LECHO COMPACTO DE ZEOLITAS NATURALES.....	52
2.1. Estado de un Equipo Depurador (Sistema Shlegel).....	53
2.2. Selección del tratamiento.....	56
2.3. Hermetización del Equipo de Prueba.....	64
2.4. Diseño del Calentador Eléctrico.....	73
2.5. Zeolitas Naturales como Medio Filtrante.....	76
2.5.1. Bases de la filtración.....	77
2.5.2. Definición y Propiedades de las Zeolitas.....	79
2.5.3. Construcción del filtro.....	82

CAPÍTULO 3

3. DISEÑO EXPERIMENTAL.....	89
-----------------------------	----

3.1. Selección de los Factores, Variables de Respuesta y Niveles a Experimentar.....	90
3.2. Limitaciones del Experimento.....	96
3.3. Período de pruebas del Experimento.....	99
3.4. Modelo Factorial 2^3 en Diseño Completamente Aleatorizado.....	100
3.5. Análisis Estadístico del Modelo: tabla ANOVA.....	104
3.6. Comprobación de Idoneidad del Modelo.....	120
 CAPÍTULO 4	
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	122
4.1. Discusión de los Resultados.....	123
4.2. Posibles Factores para mejorar y optimizar el Proceso.....	126
 PLANOS.....	 130
APÉNDICES.....	135
BIBLIOGRAFÍA.....	188

ABREVIATURAS

% peso	porcentaje en peso
%vol.	porcentaje de volumen
1/m ²	uno por metro cuadrado
atm.	atmósfera (presión)
cSt.	centiStokes
g	gramos
g/cm ³	gramos por centímetro cúbico
gal/año	galones por año
gph	galones por hora
K	grados kelvin
Kg.	kilogramos
km	kilómetros
km/año	kilómetros por año
L/hr	litros por hora
L/km ²	litros por kilómetro cuadrado
M	molar (concentración)
m ²	metro cuadrado
m ² /g	metros cuadrados por gramo
m ³	metros cúbicos
mg/L	miligramos por litro
min.	minutos
ml.	mililitros
mm.	milímetros
° C	grados centígrados
° F	grados Farenheit
ppm	partes por millón
psi	libras por pulgada cuadrada
	libras por pulgada cuadrada
psig.	manométrica
quarts	cuarto de galón
ton/año	toenladas por año
W	vatios

$W/m\ K$	vatios por metro por Kelvin
$W/m^2\ K$	vatios por metro cuadrado por Kelvin
μm	micrómetro

SIMBOLOGÍA

ANOVA	Análisis de la Varianza
API	American Petroleum Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
BSW	Sedimentos y agua básicos
COV	Compuestos Orgánicos Volátiles
c_p	calor específico del aceite
D	Diámetro Medio cilindro
DOE	Diseño de Experimentos
DP	Des-asfaltado con propano
DQO	Demanda Química de Oxígeno
EPA	Agencia de Protección del Medio Ambiente
ETAPA	Empresa de Telecomunicaciones, Agua Potable y Alcantarillado (Cuenca)
Fo	Estadístico de prueba F
g .	gravedad
h	coeficiente convectivo del aceite
HCS	Resorte de Compresión Estándar
H_o	hipótesis nula
INEC	Instituto Nacional de Estadísticas y Censos
IV	Índice de Viscosidad
k	coeficiente conductivo del aceite
L	Longitud del cilindro
Lc	Longitud característica
m	masa del aceite
MEK	Metil Etil Cetona
P	Presión
PAH	Hidrocarburos Poli-aromáticos
SAE	Sociedad de Ingenieros Automotrices
SUS	Saybolt Universal Seconds
Sy	Esfuerzo de fluencia del acero
T	Temperatura
TAN	Número de Ácido Total
TBN	Número de Base Total
t_h .	espesor
zeo CLI	Zeolita tipo clinoptilolitas

α	nivel de significancia
μ	viscosidad
σ^2	varianza
σ_c	Esfuerzo circunferencial
σ_L	Esfuerzo longitudinal
$\sigma_{Vm.Max.}$	Esfuerzo Mximo de Von Mises

ÍNDICE DE FIGURAS

		Pág.
Fig.1.1	Comparación de la producción de aceites lubricantes del aceite usado vs. petróleo crudo.....	9
Fig.1.2	Disposición y Opciones de Re-procesamiento para aceites usados.....	15
Fig.1.3	Procesamiento de Lubricantes.....	23
Fig.1.4	Desasfaltado con propano.....	25
Fig.1.5	Desasfaltado con propano de un residuo dulce Medio-continente.....	26
Fig.1.6	Desparafinado MEK/ Tolueno.....	28
Fig.1.7	Ilustración esquemática de las entradas de cadenas continuas de hidrocarburos y bloqueo de cadenas ramificadas de hidrocarburos en aperturas de canales de zeolitas.....	32
Fig.2.1	Aparato Schlegel para la regeneración de aceites usados (Modelo KA).....	54
Fig.2.2	Proceso de Depuración de Aceite Usado SAE 40 para tratamientos experimentales.....	60
Fig.2.3	Equipo experimental para la evaluación de aceites usados..	64
Fig.2.4	Cabeza diseñada en SAP.....	67
Fig.2.5	Prueba hidrostática de recipiente a presión PV-S 04.....	69
Fig.2.6	Prueba neumática: Detección de fugas en accesorios y calibración de válvula de alivio.....	72
Fig.2.7	Calentador eléctrico con equipo de control.....	76
Fig.2.8	Compactaciones del lecho a granulometrías de 45 μm (lado derecho) y 75 μm (lado izquierdo).....	87
Fig.2.9	Curva granulométrica: tamices Taylor de Test 3. Cantidad de zeo CLI en el filtro y molinos usados en el Test 3.....	87
Fig.3.1	Planificación del trabajo experimental.....	99
Fig.3.2	Interacción de la temperatura y tiempo en el % agua.....	115
Fig.3.3	Interacción entre temperatura y tiempo en la viscosidad a 40° C.....	116
Fig.3.4	Interacciones en la viscosidad a 100° C.....	117
Fig.3.5	Gráfica de efectos principales para índice de viscosidad.....	117
Fig.3.6	Interacción de los efectos en el punto de inflamación.....	118
Fig.3.7	Interacción de la temperatura y tiempo en los °API.....	118
Fig.3.8	Efectos de la presión de aire y tiempo en el pH.....	119
Fig.3.9	Interacción de la presión de aire y tiempo en el % cenizas sulfatadas.....	119

Fig.3.10 Residuos de % sedimentos no tienen una distribución normal NID $(0, \sigma^2)$ 120

.....

ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	CONTAMINANTES PRODUCIDOS EN EL SECTOR INDUSTRIAL DE GUAYAQUIL.....	6
Tabla 2	DESCARGA DE ACEITES Y GRASAS EN GUAYAQUIL...	7
Tabla 3	LÍMITES CONTAMINANTES DE ACEITES USADOS.....	11
Tabla 4	LISTA INDICATIVA DE LOS CONTAMINANTES PRESENTES EN LOS ACEITES LUBRICANTES USADOS.....	12
Tabla 5	Máximos Niveles de Impurezas en Aceites Usados.....	14
Tabla 6	ADITIVOS TÍPICOS DE ACEITES LUBRICANTES.....	20
Tabla 7	ACEITES BASE DE LUBRICANTES.....	21
Tabla 8	REMOCIÓN DE MATERIALES POR PURIFICACIÓN.....	30
Tabla 9	CONTENIDO DE AZUFRE TOTAL EN ACEITE REFINADO.....	33
Tabla 10	VISCOSIDADES DE ACEITES ° SAE.....	35
Tabla 11	CLASIFICACIÓN DE ACEITES BASE EN TÉRMINOS DE SU IV.....	38
Tabla 12	COMPUESTOS MÁS COMUNES USADOS EN ADITIVOS DE ACEITE DE CIGÜEÑAL.....	40
Tabla 13	POSIBLES CAUSAS DE DEGRADACIÓN EN UN ACEITE LUBRICANTE.....	41
Tabla 14	CONTAMINANTES QUÍMICOS.....	45
Tabla 15	DATOS TÉCNICOS DEL SISTEMA SHLEGEL.....	53
Tabla 16	PRUEBAS BÁSICAS AL SISTEMA SHLEGEL.....	55
Tabla 17	CARACTERÍSTICAS TÍPICAS DE UN ACEITE SAE 30 y 40.....	62
Tabla 18	PRESIÓN DE DISEÑO.....	65
Tabla 19	DISEÑO FEM: CABEZA ELIPSOIDAL DE RECIPIENTE A PRESIÓN.....	67
Tabla 20	PRUEBAS HIDROSTÁTICAS.....	70
Tabla 21	RESULTADO DE COMPROBACIÓN DE FUGAS DEL EQUIPO DEPURADOR DE ACEITE USADO.....	72
Tabla 22	DATOS TÉCNICOS DEL CALENTADOR ELÉCTRICO.....	74
Tabla 23	DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX) A ZEOLITA CLI: POLICIA.....	80
Tabla 24	Propiedades físicas de la zeolita CLI: POLICÍA.....	81
Tabla 25	TAMIZADO DE ZEOLITA CLI.....	84

Tabla 26	PRUEBAS DE FILTRADO.....	86
Tabla 27	PROPIEDADES DEL ACEITE SAE 40 USADO (testigo)....	92
Tabla 28	FACTORES CON SUS NIVELES RESPECTIVOS DEL MODELO 2 ³	95
Tabla 29	TIEMPO DEL PROCESO DE REGENERACIÓN DE ACEITE.....	100
Tabla 30	MEDICIONES DE LAS VARIABLES DE RESPUESTA.....	103
Tabla 31	Análisis de varianza para los datos de % Sedimentos.....	105
Tabla 32	Análisis de varianza para los datos de % agua.....	106
Tabla 33	Análisis de varianza para los datos de viscosidad cSt @ 40° C.....	107
Tabla 34	Análisis de varianza para los datos de viscosidad cSt @ 100° C.....	108
Tabla 35	Análisis de varianza para los datos de Índice de viscosidad.	109
Tabla 36	Análisis de varianza para los datos de Punto de Inflamación.....	110
Tabla 37	Análisis de varianza para los datos de Gravedad °API.....	111
Tabla 38	Análisis de varianza para los datos de pH.....	112
Tabla 39	Análisis de varianza para los datos de Cenizas Sulfatadas, % peso.....	113
Tabla 40	VISCOSIDADES DEL ACEITE TRATADO.....	114
Tabla 41	NIVEL DE LOS FACTORES QUE DEBEN SER FIJADOS PARA GARANTIZAR UN VALOR MÁXIMO O MÍNIMO EN LAS VARIABLES OBSERVADAS EN EL EXPERIMENTO..	121
Tabla 42	TRATAMIENTO FIJADO QUE MEJORA LAS PROPIEDADES DEL ACEITE USADO.....	126

ÍNDICE DE PLANOS

Plano General	Depurador de Aceite
Plano 1	Recipiente a Presión PV-S04
Plano 2	Datos de diseño de Resorte HCS
Plano 3	Resistencia Eléctrica P300
Plano 4	Filtro ZEO CLI 150

.....

INTRODUCCIÓN

Existen diversos estudios de factibilidad para la recolección y el reciclaje del aceite automotor usado en nuestro país. Los cuales muestran que el consumo de aceite ha ido incrementando ligeramente y lineal o exponencialmente, motivo preocupante por la necesidad de un programa de recolección, manipulación y una regeneración de estos aceites usados.

Uno de los grandes problemas generadores de este aceite usado es la transportación de Guayaquil. Según información disponible de Fundación Natura y Swisscontact, muestra que el consumo de aceite de los vehículos automotor fue de aproximadamente de 2,168,000 galones en 1995 ^[1]. Otro estudio obtenido gracias a las estadísticas de vehículos matriculados en el país durante 1997 y proyectando los consumos por tipo de vehículo durante un año, mostró que en la provincia del Guayas se consume 2,668,559 galones/ año.

Se conoce que en 1996 las descargas de aceite y grasa producidos en el sector industrial de Guayaquil fue de 613.62 ton/ año, el cual creció

^[1] Luis Auhing, "Thermal Elimination of Waste Lubricating Oil in High Intensity Industrial Combustion Chambers in Guayaquil", (Tesis de Maestría, Faculty of Graduate Studies, University of Calgary, 2003). Capítulo 1, pág.1.

ligeramente en el 2001 a 730 ton/ año, y la concentración de estos aceites y grasas en el límite urbano fue de 300 mg/L en algunos canales de la urbe, cuando la máxima concentración permitida debería ser de 20 mg/L. Aparte de que se está perdiendo una fuente de energía ya que de un galón de aceite usado se recupera 2 ½ quarts, mientras que de 42 galones de petróleo crudo (1 barril) se obtiene la misma cantidad.

Frente a estas problemáticas, se decidió analizar la factibilidad de regenerar un aceite lubricante usado (SAE 40), aprovechando este aceite usado en otras aplicaciones menos exigentes.

En este proyecto de grado se evalúa experimentalmente un proceso de depuración multi-etapa para la regeneración de aceites lubricantes usados. Este proceso es parte de dos tipos de procesos: de Regeneración por Lavado y Re-refinamiento ácido/ zeolita (analizados en la sección 1.2.2).

Se selecciona el proceso, los factores que varían en el proceso y posteriormente los niveles de los factores. La selección del proceso, consta de tres etapas en un mismo equipo: *Pre-tratamiento*, *Deshidratación Térmica* y *Filtración* (sección 2.2). Se pretende que con el cambio de niveles de factores a experimentar como: temperatura, tiempo y presión de aire, cambien las propiedades físicas del aceite como viscosidad, índice de

viscosidad, °API, contenido de cenizas, además de reducir niveles de agua, sedimentos y neutralizar el aceite por la acidez presente en este.

Con la selección del tratamiento, se construye un prototipo hermético para la evaluación experimental, realizando un proceso de hermetización por las altas temperaturas a trabajar (sección 2.3). El diseño del calentador eléctrico según recomendaciones del fabricante, debe ser externo para que no se impregnen los contaminantes del aceite y se recaliente la resistencia. Para terminar la construcción del prototipo, probamos con zeolitas deshidratadas como tierra filtrante, realizando algunas pruebas de filtración a presión constante y observando el volumen de filtrado en un tiempo determinado y el porcentaje de sedimentos, para la selección del tamaño de grano y cantidad de zeolita en el proceso de depuración.

Finalmente se realiza un diseño experimental (DOE capítulo 3) factorial 2^3 completamente aleatorizado con dos niveles, tres factores y dos réplicas, para la selección de los mejores niveles de los factores que tienen influencia más significativa en las variables de respuesta analizadas en la presente tesis, estableciendo una posible regeneración de aceites lubricantes y/o el uso de estos aceites usados según las propiedades analizadas en aplicaciones menos exigentes.

CAPÍTULO 1

1. ANÁLISIS DE ACEITES USADOS

Este capítulo explica el panorama de los aceites usados en la ciudad de Guayaquil, debido ha que existe un ligero incremento en las descargas de aceites y grasas en dos estudios analizados en el sector industrial de Guayaquil y el gran volumen de aceites usados que genera la transportación de Guayaquil, marcando un posible impacto ambiental causado por estas descargas de aceites. Observado el panorama de los aceites usados, se muestra en la sección 1.2 los aceites usados que pueden ser regenerados y/o refinados. Luego estudiamos brevemente un proceso de regeneración, re-refinamiento ácido/ tierra de Fuller y un proceso de obtención de aceite base, el cual examinaremos y seleccionaremos parte de cada proceso, para un posterior selección del tratamiento, llevando a cabo una regeneración de un aceite usado.

Finalmente este capítulo, muestra los principales parámetros físicos-químicos en el aceite automotor, el cual debido a los aditivos y degradaciones debido al uso del aceite, cambian las principales propiedades del aceite automotor.

1.1. Panorama General de los Aceites Usados

En nuestro país se han efectuado diversos estudios de factibilidad para la recolección y el reciclaje del aceite automotor usado.

Para el caso de Guayaquil, la transportación produce un gran volumen de aceites lubricantes de desecho. Considerando la información disponible de Swisscontact y Fundación Natura, en 1995 la producción de aceite en el mercado de Guayaquil por todos los sectores fue de 4,155,592 gal/año con 199,000 vehículos automotores registrados en la ciudad para dicho año. A partir de esta información, asumiendo un recorrido promedio para los vehículos de aproximadamente 20,000 km/año y cambios de aceite cada 5,000 km, se estima que el consumo de aceite de los vehículos automotor fue de aproximadamente 2,168.000 galones en 1995.

En el 2002 en Guayaquil, un estudio impulsado por la M.I. Municipalidad de Guayaquil, estimó que el nivel de aceites y grasas

en el límite urbano es de 300 mg/L en los canales de la urbe, cuando el máximo permitido debe ser de 20 mg/L ^[2] (según Decreto Ejecutivo 1215 del Ministerio de Ambiente firmado en el Gobierno de Gustavo Noboa).

Un estudio de Efficácitas – INEC de 1996 ^[3] estimó que el sector industrial de Guayaquil (542 industrias de manufactura) produce los tipos de contaminación que se muestran en la tabla 1.

TABLA 1
CONTAMINANTES PRODUCIDOS EN EL SECTOR INDUSTRIAL DE GUAYAQUIL

Aire	
Durante los procesos de combustión	
Partículas	186.18 ton/año
SO ₂	1,448.62 ton/año
NO _x	585.88 ton/año
Hidrocarburos	38.8 ton/año
CO	45.9 ton/año
Agua	
Descargas de aceite y grasa	613.62 ton/año
Suelo	
Descargas de pelos, suciedad	18.45 ton/año
Descargas de lodos	1,022.03 ton/año
Descargas de escoria	10,562.86 ton/año

Fuente: *Efficácitas-INEC (1996). Contaminación Industrial en Guayaquil*

^[2] M.I. Municipalidad de Guayaquil y Espey, Huston & Associates Copade, “Descarga de Contaminantes en Efluentes”, Guayaquil – Ecuador, 2001.

^[3] Efficácitas-Instituto Nacional de Estadística y Censo (INEC), “Contaminación Industrial en Guayaquil”, Evaluación Preliminar, Guayaquil, Ecuador, Julio 1996.

Otro estudio de Espey, Huston & Associates-Copade impulsado por el Municipio, estimó que las descargas de aceites y grasas de ciertas zonas industriales en el 2001, fueron de 730 ton/año. La tabla 3 estima que las mayores descargas son en el parque Industrial por la vía a Daule y por Pascuales.

TABLA 2

DESCARGA DE ACEITES Y GRASAS EN GUAYAQUIL

Descarga de aceite y grasa	Kg/ día
Al río Daule en Pascuales	1000
Al río Daule cerca de la urbanización Las Orquídeas	200
Al Estero Salado en Mapasingue	900
Al Estero Salado en la Av. Juan Tanca Marengo	600
Límite Urbano	2000
	(730ton/año)

Fuente: *M.I. Municipalidad de Guayaquil, Espey, Huston & Associates-Copade, 2001*

Estos estudios muestran que las descargas de aceites y grasas, han tenido un ligero incremento, lineal o exponencialmente en los últimos años.

Actualmente, este aceite lubricante usado es vendido a pequeñas industrias para tomar ventajas del alto contenido energético en los procesos de combustión. Para estas industrias, el bajo precio (alrededor de \$10 a \$12 el tanque) de aceites lubricantes de desecho comparado con el combustible comercial les da una ventaja competitiva en sus mercados, pero no previenen la contaminación al

medio, debido a la combustión incompleta que se genera en sus hornos ineficientes e inadecuados emitiendo gases tóxicos debido a la presencia de plomo, cloro, fósforo, azufre. Además que por la mala manipulación un galón de aceite usado puede contaminar 1, 000,000 de galones de agua y tornarla en no apta para el consumo humano.

Otro impacto ambiental es que si se vierten a las aguas, bien directamente o por el alcantarillado, el aceite usado en el agua produce una película impermeable que puede propagarse muy rápidamente con una película delgada de 0.2 – 1 mm. Esta película llega a ser muy visible en una relación de 300 litros/ km² de superficie, afectando la vida microbiológica en el agua debido al incremento de DQO (> 120 mg/L), que impide la adecuada oxigenación y que puede asfixiar a los seres vivos que allí habitan. Se conoce que 5 litros de aceite quemados en una estufa, contaminan con plomo y otras sustancias nocivas, 1, 000,000 m³ de aire, que es la cantidad de aire respirada por una persona durante 3 años. Se conoce que de los aceites lubricantes usados se puede producir 2 ½ quarts de aceites lubricantes, mientras que 42 galones de petróleo crudo (1 barril) produce la misma cantidad, por lo que al desechar estos aceites se estaría perdiendo una fuente de energía,

tanto como tirar un barril de petróleo (esquema mostrado en la figura 1.1).

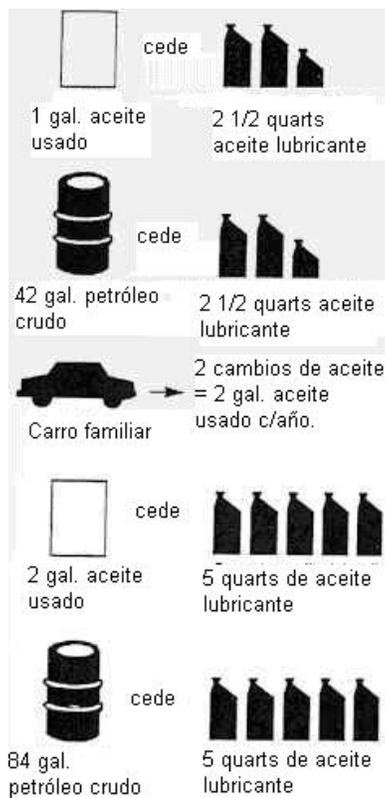


Fig.1.1. Comparación de la producción de aceites lubricantes del aceite usado vs. petróleo crudo (fuente: www.synlube.com/lubebasics)

Frente a estas problemáticas de mala manipulación y mal uso de estos aceites lubricantes y en especial de los aceites de automotor usado, se pretendió dar una solución para la minimización de residuos por medio de una posible regeneración de aceites lubricantes usados; ya que opciones como su destrucción térmica han sido analizadas. Los aceites lubricantes usados han tenido un

ligero crecimiento en los últimos años, motivo de preocupación para evitar mayores impactos ambientales, y seguir programas de reciclaje tal como lo tiene la ciudad de Cuenca (ETAPA y Fundación Pro Ambiente), el cual concientizaron a la gente para no mezclar estos aceites usados con disolventes limpiadores, no tirarlos ni quemarlos y almacenaje en tanques adecuados, para su respectiva recolección y destino final, que en este caso son los hornos de la Cemento Nacional (Holcim) a 1600° C, lo que garantiza una combustión completa y la eliminación de restos de contaminantes como furanos y dioxinas. En nuestro caso el destino final sería llevarlos a un proceso de regeneración, para su re-utilización en aplicaciones menos exigentes en las industrias de la urbe.

1.2. ACEITES USADOS

De acuerdo al Código Federal 40CFR279 de la EPA, el aceite usado es cualquier aceite que ha sido refinado de un aceite crudo, o cualquier aceite sintético, que ha sido usado y como un resultado de tales usos es contaminado por impurezas físicas o químicas.

En este proyecto de grado se considera regenerar aceite mineral mono-grado de automotor, por ser un aceite comercial y tener una referencia en sus propiedades físicas ante una posible regeneración;

sin embargo, es importante que este aceite cumpla con ciertas regulaciones y características establecidas por la EPA, para no ser considerado este aceite como un desecho peligroso.

1.2.1. Características y Clasificación

Hay dos importantes regulaciones, una de las manipulaciones específicas de los aceites usados y otra de los desechos peligrosos basados en su finalidad y aplicabilidad. Actualmente, el Código Federal de los Estados Unidos en su regulación para el Manipuleo de Aceites Usados (40CFR279) establece que si el contenido de sustancias o elementos en aceites usados pasa los límites establecidos en la tabla 3, la manipulación de este sería llevada bajo otros Códigos Federales 260, 266, 268, 270 y 124 que corresponde a desechos peligrosos.

TABLA 3

LÍMITES CONTAMINANTES DE ACEITES USADOS

Elemento/Propiedad	Nivel aceptable
Arsénico	5 ppm máx.
Cadmio	2 ppm máx.
Cromo	10 ppm máx.
Plomo	100 ppm máx.
Punto de inflamación	100 ° F min
Total de halógenos	4000 ppm máx.
PCB	2 ppm máx.

Fuente: *Standard for the Management of Used Oil, 40-CFR 279. Cortesía de Luis Ahing, Tesis de Maestría, 2003*

Cuando el aceite es degradado cambian las propiedades, siendo las más importantes el peso molecular, punto de inflamación, contenido de sólidos, viscosidad, gravedad específica, contenido de agua y nivel de ácido. Estos cambios como veremos en la sección 1.4 son producidos básicamente por calentamiento, desgaste por trabajo y como efecto produce oxidación en el aceite.

En general, los aceites pueden ser divididos en cuatro categorías: aceites usados, emulsiones de aceite - agua (proceso de metales), productos del enjuague con agua (del lavado de recipientes y reservorios) y lodos (del fondo de tanques y reservorios). El aceite usado puede ser dividido en aceites limpios para transformadores y circuitos hidráulicos, y aceites negros de motores de cigüeñal.

TABLA 4
LISTA INDICATIVA DE LOS CONTAMINANTES PRESENTES
EN LOS ACEITES LUBRICANTES USADOS

Contaminantes	Fuentes	Concentración (ppm)
Ba	Aditivos detergentes	< 100
Ca	Aditivos detergentes	1000-3000
Pb	Gasolina con plomo/ desgaste en cojinetes	100-1000
Mg	Aditivos detergentes/ cojinetes	100-500
Zn	Antioxidantes / aditivos antidesgaste	500-1000
P	Antioxidantes / aditivos antidesgaste	500-1000
Fe	Cilindro, cigüeñal, agua, óxido	100-500
Cr	Cilindro, cigüeñal, anillos, refrigerante	Trazas
Ni	Anillos, ejes	Trazas

Al	Émbolo, cojinetes, suciedad, aditivos	Trazas
Cu	Cojinetes, refrigerantes	Trazas
Sn	Desgaste en cojinetes	Trazas
Cl*	Aditivos / gasolina con plomo	300
Si	Agentes des-espumantes / suciedad	50-100
S	Aceite base/productos de combustión	0.2-1%
Water	Combustión	5-10%
HC ligeros	Dilución del combustible	5-10%
PAH	Combustión incompleta	<1000

* El cloro Cl puede ser encontrado por arriba de 1500 ppm en aceites usados colectados debido a la contaminación, e.g. debido a una disposición ilegal de solventes clorados.

Fuente: *Collection and Disposal of used lubricating oil, Concawe, 1996.*^[1]

Los aceites usados generalmente contienen 0.2 %S por la infiltración del combustible y metales presentes debido al desgaste del motor y los aditivos encontrados en el aceite después de su uso. Entonces los aceites usados de combustión interna y nuestro aceite seleccionado, deben cumplir estos requisitos que contienen otros tipos de impurezas listadas en la tabla 4 para una posible regeneración.

Sin embargo, los límites permisibles y elementos y compuestos presentes en el aceite usado, dependen de las normas implantadas por algunos países o industrias dedicadas a la recolección. La tabla 5 tomada del *Acta de Protección al Medioambiente de Canadá en las Regulaciones de Manejo de Desechos de Combustibles y Aceites Usados* muestra los límites permisibles para la recolección del aceite usado.

TABLA 5

Máximos Niveles de Impurezas en Aceites Usados

item	Impureza	Máximo nivel permitido en aceite usado	Máximo nivel permitido en desecho derivado del combustible
1	Cadmio	2 ppm	2 ppm
2	Cromo	10 ppm	10 ppm
3	Plomo	100 ppm	100 ppm
4	halógenos orgánicos totales	1000 ppm	1500 ppm
5	PCB	2 ppm	2 ppm
6	contenido de ceniza		0,6 % peso

Fuente: *Used Oil and Waste Fuel Management Regulations, Environmental Protection Act, Standards Council of Canada*

1.2.2. Disposición y Opciones de Reprocesamiento para los Aceites Usados.

Se pueden distinguir algunas alternativas para la gestión de aceites usados, de las cuales mencionamos las de interés en nuestro experimento y extraemos de estas ciertos procesos fundamentales para una regeneración de nuestro aceite usado, enfocándonos a la combinación de parte de dos tipos de procesos escogidos de la figura 1.2.

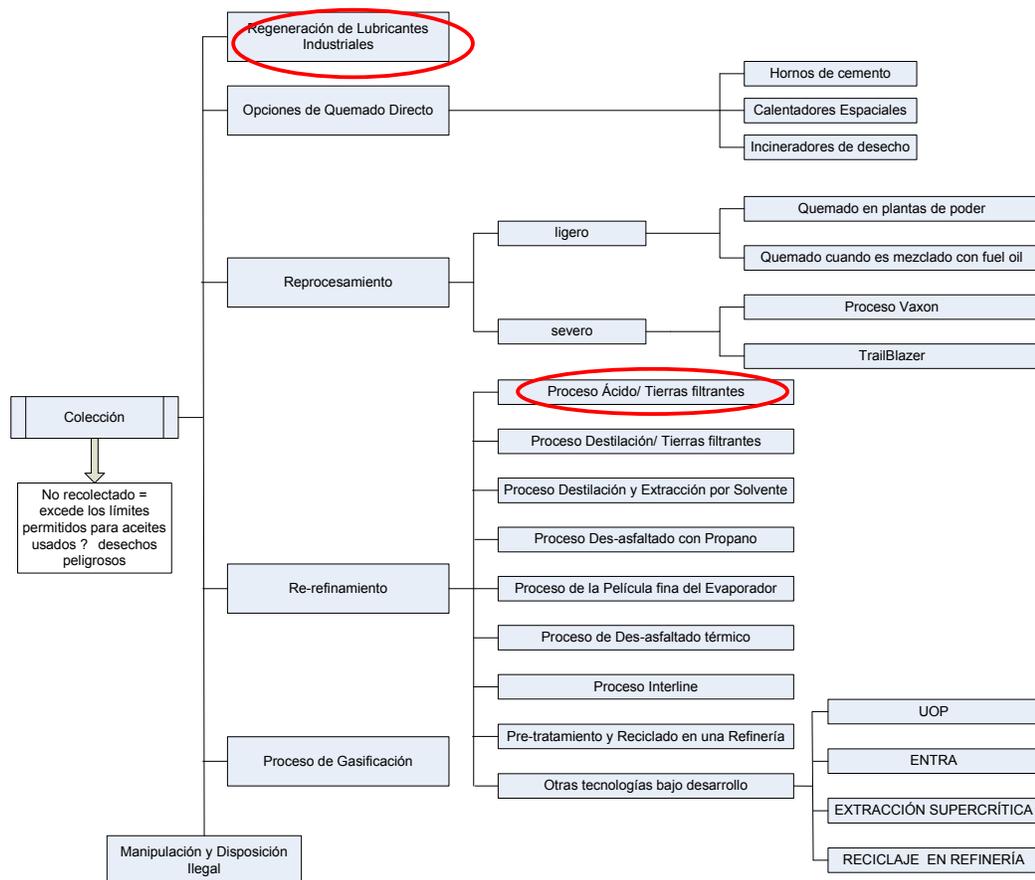


Fig.1.2. Disposición y Opciones de Re-procesamiento para aceites usados
 Fuente: *Collection and Disposal of Used Lubricating Oil, Concawe, 1996.*
 Cortesía de Luis Auhing, Tesis de Maestría, 2003

1.2.2.1. Regeneración de Lubricantes Industriales

La regeneración consiste de una limpieza de aceites usados a nivel industrial, es decir que se usa para eliminar básicamente agua e hidrocarburos ligeros, y por medio de

la filtración quitar partículas hasta de 5 μm . Las unidades de regeneración continuas son válidas en flujos desde 6 gph (23 L/hr).

Hay dos formas principales: La primera es conocido como Lavado (Laundering) y la segunda es una simple regeneración.

El proceso de lavado, consiste en que el aceite sucio es bombeado a un intercambiador de calor y un precalentador el cual eleva la temperatura cerca de 120° C para el paso del aceite por el filtro. El aceite pasa a través de una cama de filtros compuesto de tierras de Fuller y filtro de papel. Cuando la arcilla activada (tierra de Fuller) es usado en estas regeneraciones para tratar aditivos que contienen los aceites, la tierra de Fuller removerá usualmente la mayor parte de aditivos. El aceite filtrado pasa a través de un vaporizador donde la temperatura del aceite es incrementada. Un vacío es mantenido en el vaporizador el cual ayuda en la evaporación de agua y la destilación de porciones más volátiles. El aceite purificado es enfriado en el intercambiador de calor por el paso del aceite usado. El aceite clarificado tratado será reconstituido con un nuevo

paquete de aditivos o usado en funciones de menor demanda.

De esta manera, es viable económicamente, comparado con el precio del nuevo aceite. Por lo general, este proceso utiliza aceites usados de sistemas hidráulicos y aceites de corte. Aunque en Europa este proceso es usado para regeneraciones de aceites de motor.

De este proceso extraemos un precalentamiento, para la eliminación de agua e hidrocarburos ligeros, además el uso de una tierra filtrante y el papel resina como filtro.

La simple regeneración utiliza aceites usados de sistemas hidráulicos. Estos aceites son centrifugados y filtrados, y luego usados nuevamente.

1.2.2.2. Re-refinación ácido/ tierra de Fuller

Con estos procesos de re-refinación se obtiene aceite base que es la materia prima para un aceite lubricante. La calidad del aceite base obtenida del proceso de re-refinación ácido/ tierra de Fuller es cuestionable. Los lodos producidos y las tierras usadas en estos procesos pueden causar un problema medio ambiental en su

disposición final. Sin embargo, esta es la más común tecnología de refinación que consiste de 4 etapas y la mayoría de las veces se extraen ciertas etapas para mejorar la calidad de aceites regenerados ^[4].

La primera etapa consiste de una sedimentación, donde se deja que las impurezas se sedimenten del aceite de 7 a 8 días, con el cual puede disminuir la adición de ácido sulfúrico. Un posterior pre-calentamiento al aceite usado es llevado a cabo a presión atmosférica, para eliminar agua e hidrocarburos ligeros en el aceite.

La segunda etapa, utiliza ácido sulfúrico H_2SO_4 con concentraciones moderadas, para extraer y/o eliminar aditivos, óxidos y productos degradados del aceite, formándose un lodo insoluble de estas sustancias contaminantes, el cual la temperatura aumenta de 7 a 8° C más que la temperatura ambiente; se requiere de un tiempo de reposo entre 24 a 48 horas para remover la mayor parte de productos oxidados. Este tratamiento dependiendo de la mezcla entre el aceite y el ácido (5 -10 % vol) y concentración del ácido (~2 – 5 M) puede

^[4] Flores Pérez, Aguilera Zúñiga, Dirección: Olga González, “Clarificación y Regeneración de Aceites Dieléctricos”, (Facultad de Ingeniería Química, Universidad de Guayaquil, 2000). Capítulo 2: Proceso de Regeneración de Aceite.

decrecer la gravedad específica, aumentar el IV., mejorar el color y reducir la cantidad de tierra filtrante.

La tercera etapa consiste de la utilización de tierras de Fuller para eliminar compuestos sulfatados y clorados no deseados a través de un proceso de adsorción y mejorar con esto la estabilidad a la oxidación del aceite. Este tipo de tierra atrae a materiales “polares” y químicamente unirá a muchas impurezas quitándolas del aceite. La cantidad de tierra usada es de aprox. 15 – 25 % peso.

Finalmente, la cuarta etapa consiste en la neutralización usando hidróxido de calcio Ca(OH)_2 .

Básicamente en este proceso extraemos la etapa del tratamiento químico con ácido sulfúrico y la utilización de tierras filtrantes.

1.3. Obtención del Aceite Base

Los aceites lubricantes son hechos de las porciones más viscosas del crudo de petróleo de la columna de destilación atmosférica con puntos de ebullición alrededor de 300 a 371° C. Se recalca que el principal componente del aceite es 86 % de aceite base (solvente neutro 150) y 14 % de aditivos, especificados en la tabla 6.

TABLA 6
ADITIVOS TÍPICOS DE ACEITES LUBRICANTES

Elemento	Porcentaje
Aceite Base (Solvente 150 Neutro)	86
Detergente Inhibidor (ZDDP-zinc dialkil ditiofosfatos)	1
Detergente (sulfatos de bario y calcio)	4
Aditivos Mutifuncionales (dispersante, depresores de fluidez, Mejorador V.I.-polimetil-metacrilatos)	4
Mejorador V.I. (poli-isobutileno)	5

Fuente: *Waste Oil Recovery and Disposal, 1975, page 6, Cortesía de Luis Auhing, Tesis de maestría, 2003*

Los aceites minerales están constituidos en su mayor parte de aceites parafínicos (60 – 70%), en menor porcentaje de aceites nafténicos e hidrocarburos aromáticos presentes ^[5]. Los aceites parafínicos son distinguidos por una estructura molecular compuesta de largas cadenas de hidrocarburos, i.e. los átomos de carbono e hidrógeno son enlazados a una larga serie lineal. Por su alto contenido de ceras parafinas son ampliamente usados en las bases vírgenes para los aceites lubricantes. En comparación con los nafténicos, los aceites parafínicos tienen: excelente estabilidad (alta resistencia a la oxidación), alto punto de fluidez, alto índice de viscosidad, baja volatilidad y, consecuentemente, alto punto de inflamación, baja gravedad específica. En la tabla 7 se muestra una comparación de un aceite nafténico y parafínico.

^[5] Diesel Engine Reference Book, "Lubrication and lubricating oils", Sección 16.2, Edited by LRC Lilly CEng, FI Mech E with specialist contributors, 1981.

TABLA 7
ACEITES BASE DE LUBRICANTES

Tipo de crudo	Nafténico	Parafínico
Viscosidad SUS @100° F (cSt @ 38° C)	100 (20.53)	100 (20.53)
Punto de fluidez, ° F (° C)	-50 (-45.5)	0 (-18)
VI	15	100
Punto de Inflamación, ° F (° C)	340 (171)	390 (199)
Gravedad, ° API	24.4	32.7
Color (ASTM)	1 ½	½

Fuente: *Lubrication Fundamentals Mobil 1980, J. George Wills, page 10*

Los aceites nafténicos son distinguidos por una estructura molecular compuesta de anillos de hidrocarburos, i.e. los átomos de hidrógeno y carbono son enlazados en un patrón circular. Estos aceites no contienen parafinas y su comportamiento es diferente de los aceites parafínicos. Los aceites nafténicos tienen: buena estabilidad, bajo punto de fluidez debido a la ausencia de ceras, alta volatilidad (bajo punto de inflamación), baja viscosidad, mayor gravedad específica.

Se siguen cuatro principales etapas en la manufactura de aceites lubricantes terminados, para el cual nuestro proceso experimental sigue esta metodología para minimizar variaciones y producir productos que proveerán un desempeño consistente en aplicaciones específicas:

1. Selección y segregación de crudos de acuerdo a los tipos principales de hidrocarburos presentes.

2. Destilación del crudo para separarlo este en fracciones conteniendo hidrocarburos en el mismo rango de ebullición general.
3. Procesamiento para remover constituyentes no deseados de varias fracciones, o convertir algunos de estos materiales a materiales más deseados.
4. El mezclado (blending) es requerido para sus características físicas en los productos terminados e incorporación de agentes químicos el cual mejora los atributos de desempeño.

A continuación estudiaremos el proceso de obtención de aceites base lubricantes, el cual nos provee un panorama de las propiedades que se pueden mejorar en cada tratamiento.

1.3.1. Proceso de los Aceites Base de Lubricantes.

Los procesos operan dividiendo el aceite (feed stock), el cual es una mezcla compleja de compuestos químicos en productos- usualmente dos productos. Aunque los productos de estos mismos son todavía mezclas complejas; los compuestos en cada producto son similares en sus propiedades físicas y químicas.

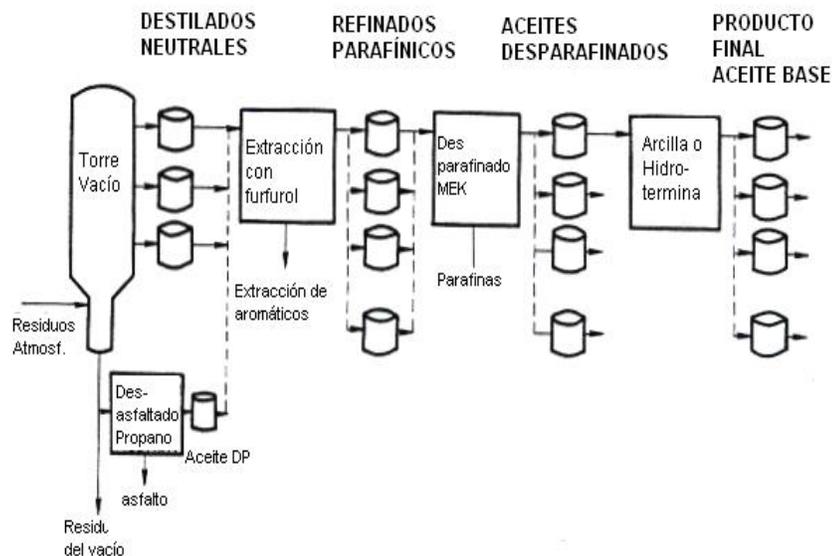


Fig.1.3. Procesamiento de Lubricantes (fuente: *Lubrication Fundamentals Mobil 1980, J. George Wills, pag 13*)

Un simplificado diagrama de flujo (fig. 1.3.) indica los 5 procesos en una refinación de aceites lubricantes:

1. Destilación al vacío
2. Des-asfaltado con propano
3. Extracción con furfurol.
4. Desparafinado MEK (Metil etil cetona)
5. Hidro-terminado

Los primeros cuatro ítems son procesos de separación. El quinto, hidro-terminado, es una reacción catalítica con hidrógeno o tierras de Fuller y/o zeolitas para decolorar,

mejorar la estabilidad térmica y la oxidación de los aceites base.

1.3.1.1. Destilación al vacío

La destilación es considerada el primer proceso en la manufactura de aceites lubricantes. La porción de los residuos de la columna de destilación atmosférica el cual hierve entre 300 y 371° C, no es usada como productos ligeros por sus especificaciones adversas (punto de fluidez). Si un crudo es calentado a tan altas temperaturas, las moléculas se romperán a más pequeñas, bajando el punto de ebullición de las moléculas. Estos materiales craqueados térmicamente pueden causar problemas de calidad en los productos por manejar temperaturas muy elevadas alrededor de 340 y 371° C.

En la destilación al vacío, el aceite es separado en productos de similar punto de ebullición para controlar propiedades físicas de los aceites base lubricantes que serán producidos en las torres de vacío con temperaturas alrededor de 399° C y presiones menos de 10 veces la presión atmosférica. Las principales propiedades que son

controladas por destilaciones al vacío son viscosidad, punto de inflamación, y residuos de carbón.

1.3.1.2. Des-asfaltado con Propano

Las porciones de ebullición mayores de muchos aceites no refinados contienen resinas y asfaltos. Estos materiales deben ser removidos para proveer un aceite con una performance aceptable.

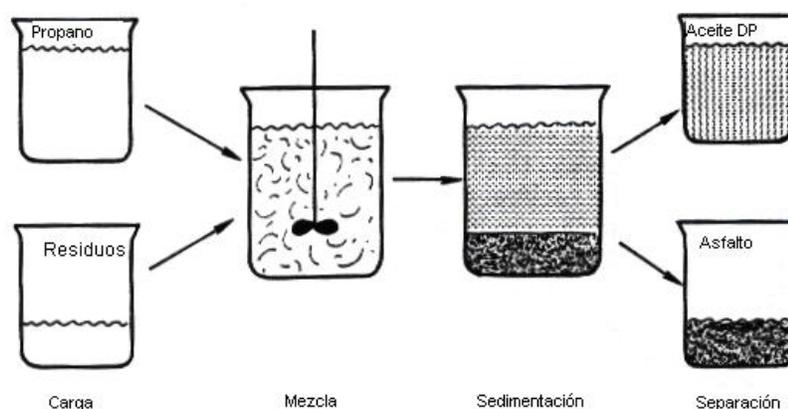


Fig.1.4. Desasfaltado con propano (fuente: *Lubrication Fundamentals Mobil 1980, J. George Wills, page 19*)

Un solvente (generalmente propano con 60% de volumen) es mezclado con el residuo producido por la destilación al vacío. Las parafinas, naftenos y aromáticos tienen una alta solubilidad en el solvente comparado a las resinas y asfaltos. Después de la mezcla, el sistema es dejado a sedimentar, y dos fases líquidas son formadas. La capa

superior es primordialmente propano conteniendo los componentes solubles del residuo. La capa inferior es netamente material asfáltico con algo de propano disuelto. Las dos fases pueden ser separadas por decantación, y después el solvente es removido de cada uno, y la separación es cumplida.

Las temperaturas usadas en la columna de extracción con propano están alrededor de 50 a 80° C con presiones de 500 psig (35 atm) para mantener el propano como un líquido a la temperatura usada.

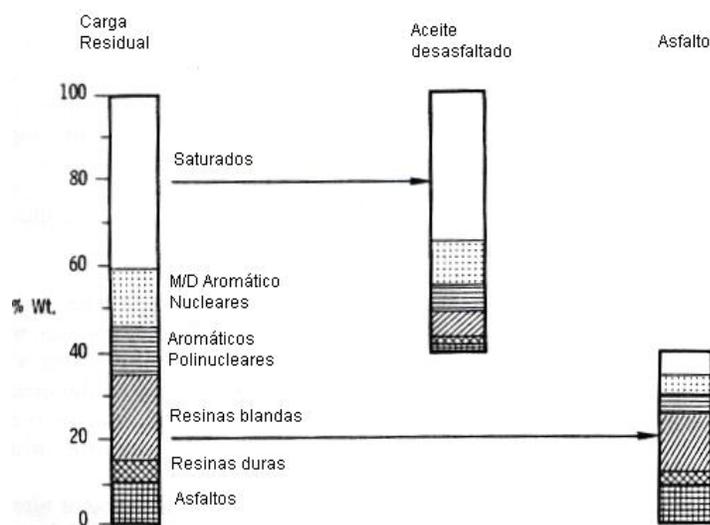


Fig.1.5. Desasfaltado con propano de un residuo dulce Medio-continente (fuente: *Lubrication Fundamentals Mobil 1980, J. Geroge Wills, page 20*)

La fig.1.5 muestra los tipos de compuestos separados en des-asfaltado. La composición de los residuos es definido

en término de los grupos de componentes medidos por un método de cromatografía de sólido-líquido. El alquitrán es compuesto principalmente de resinas y asfaltos.

El aceite con propano des-asfaltado (DP) es compuesto primariamente de saturados y mono nucleares, di nuclear, aromáticos poli-nucleares. Sin embargo, ya que la separación no es ideal, una pequeña cantidad de estos componentes es pérdida para los alquitranes mientras el aceite PD es dejado con pequeñas cantidades de resinas y asfaltos. Después del des-asfaltado, el aceite PD es procesado de la misma manera como los destilados lubricantes.

1.3.1.3. Extracción con furfurool

La extracción con furfurool separa compuestos aromáticos de compuestos no aromáticos. En su forma más simple, el proceso consiste de la mezcla de furfurool con el aceite, permitiendo la mezcla para sedimentar en dos fases líquidas, decantación, y remoción de los solventes de cada fase. Este puede ser demostrado en un cilindro graduado de vidrio donde los disolventes de furfurool más densos disuelven los materiales aromáticos de un destilado

dejando un color más ligero de un producto refinado. El producto resultante de la extracción de furfurool muestra un incremento en la estabilidad térmica y oxidación tanto como un mejoramiento en la viscosidad y temperatura, como medida para un índice de viscosidad (IV) más alto.

1.3.1.4. Desparafinación con MEK

Este es un proceso que remueve las parafinas para reducir el punto de fluidez de los aceites base.

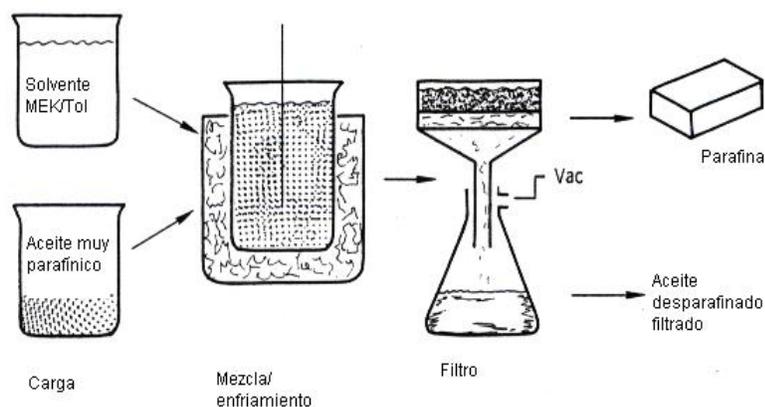


Fig.1.6. Desparafinado MEK/ Tolueno (fuente: *Lubrication Fundamentals Mobil 1980, J. George Wills, page 22*)

La fig.1.6 muestra un aceite parafínico mezclado con solvente metil etil cetona – tolueno. La mezcla es luego enfriada a una temperatura entre -12 y -6° C bajo el punto de fluidez deseado. Los cristales parafínicos que se forman son mantenidos en suspensión agitados durante el

enfriamiento. La parafina (wax) es luego removido desde el aceite por filtración. El solvente es removido del aceite y la parafina (wax) y reciclado para su re-uso.

1.3.1.5. Hidro-terminado

Para muchos aceites de base virgen, el desparafinado es el proceso final. Los aceites son luego enviados a una planta de mezclado (Blending) donde los productos finales son hechos por mezclado del aceite base con aditivos. Algunos aceites virgen -particularmente Premium stocks- requieren un proceso final para mejorar el color, oxidación, o la estabilidad térmica del aceite base.

Los procesos alternativos a hidro-terminados usan adsorbentes, generalmente tierras de Fuller o arcillas como catalíticos, ya que estos son generalmente usados para la regeneración de un aceite lubricante como el re-refinamiento de un aceite base. Las remociones posibles hechos por la filtración por tierra se muestran en la tabla 8.

TABLA 8
REMOCIÓN DE MATERIALES POR PURIFICACIÓN

Materiales	Sedimentación	Filtración X tamaño	Filtración x tierras	Centrifugación	Regeneración
Agua	SI	*	*	SI	SI
Sólidos	SI	SI	SI	SI	SI
Oxidación en el aceite	NO	NO	SI	NO	SI
Combustible, solventes	NO	NO	NO	NO	SI
Aditivos	NO	NO	SI	**	SI

* Una pequeña cantidad puede ser adsorbido o eliminada por el material filtrante.

** Algún aditivo es removido con el agua.

Fuente: *Lubrication Fundamentals Mobil, J. George Wills, page 447*

En la sección 1.3.2 estudiamos brevemente los procesos catalíticos y las tierras usadas para los procesos de depuraciones de ciertos hidrocarburos.

1.3.2. Procesos Catalíticos.

Los catalizadores son mezclas de elementos sólidos especiales que aceleran y favorecen determinadas reacciones químicas, para producir algún producto deseado, pero que normalmente no forman parte de los productos de la reacción. Los catalizadores están formados por una base o soporte, construido por un material inerte como el silicato, que sostiene a un metal activo, presente en una cantidad mucho menor, como el cobalto o el platino. Los catalizadores heterogéneos que se encuentran en diferente fase (sólido-líquido, etc), se

separan naturalmente de los productos de reacción, este tipo se aplica en la industria petrolera.

Zeolitas: Los catalizadores con soportes contenidos en zeolitas presentan un papel central en la refinación del petróleo ^[6]. La zeolita es un alúmino silicato con una estructura que contiene cavidades ocupadas por iones y moléculas de agua, las cuales tienen gran libertad de movimiento, de tal modo que posibilitan el intercambio iónico y la deshidratación reversibles. La transferencia de materia entre el espacio intracristalino de los canales y cavidades y el medio que rodea a la zeolita, está limitada por el diámetro de los poros de la zeolita ya que sólo podrán ingresar o salir del espacio intracristalino aquellas moléculas cuyas dimensiones sean inferiores a un cierto valor crítico, el cual varía de una zeolita a otra. Las partículas de roca zeolítica se utilizan como lecho bien empaquetado para la filtración mecánica de aceites con tamaños de grano que varían desde 100 μm hasta 500 μm (se utilizan granos más finos menores de 44 μm para lechos fluidizados), lo que permite básicamente la eliminación de partículas en suspensión y microorganismos. La existencia de una micro porosidad en los cristales zeolíticos aporta un efecto

^[6] Giuseppe Giannetto Pace, "Zeolitas: características, propiedades y aplicaciones industriales", UCV, Madrid, pág. 20, 24.

de tamiz molecular que posibilita la extracción adicional de moléculas indeseables en los líquidos filtrados, aprovechando las propiedades de adsorción e intercambio iónico.

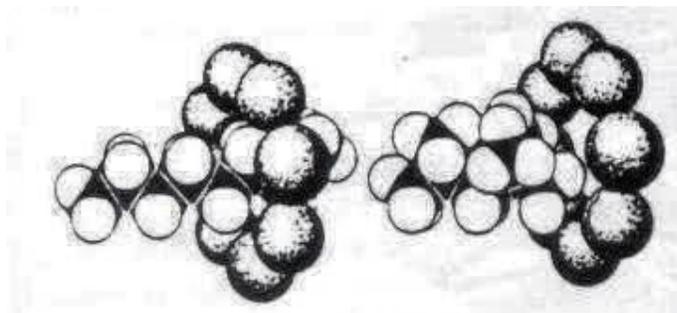


Fig.1.7. Ilustración esquemática de las entradas de cadenas continuas de hidrocarburos y bloqueo de cadenas ramificadas de hidrocarburos en aperturas de canales de zeolitas. (fuente: *Journal of Natural Zeolites*, F.A. Mumpton, Department of the Earth Sciences, State University of New York.)

Si el agua es removida, usualmente por calentamiento la zeolita por varias horas (12-24 horas) a temperatura de 350° - 400° C ^[7], las moléculas que tienen diámetros efectivos bastante pequeños para encajar a través de las entradas de canales son prontamente adsorbidos en las superficies internas de las cavidades centrales deshidratadas. Las moléculas más grandes para encajar en los canales de entradas son excluidas y quedan fuera de las partículas zeolíticas dando una elevación conocido como propiedad de “tamiz molecular” de muchas zeolitas cristalinas.

^[7] Edith M. Flanigen, Journal of “Adsorption Properties of Molecular Sieve Zeolites”, Union Carbide Corporation, Tarrytown Technical Center, Tarrytown, New York.

Con respecto a los adsorbentes naturales, tales como la zeolita clinoptilolita (CLI), muestra buenas propiedades como estabilidad térmica y química. En un estudio de La Remoción Adsorbtiva de Compuestos Orgánicos de Azufre ^[8], muestra que las zeolitas CLI son adsorbentes selectivos y efectivos para los OSC (Compuestos Orgánicos de Azufre). Los concentrados de OSC contenían en un aceite Arlan Oil 8.6 % total de azufre, con las zeolitas CLI se redujo hasta 0.98 % total de azufre. El tamaño de grano varió de 0.25 – 0.5 mm a una razón de fracción/ adsorbente 1:5. La tabla 9 muestra los resultados de la reducción del contenido de azufre en el aceite refinado.

TABLA 9

CONTENIDO DE AZUFRE TOTAL EN ACEITE REFINADO

Adsorbente	Cantidad de adsorbente g.*	Razón aceite refinado: adsorbente	Cantidad de aceite refinado g.	Contenido de Azufre total en aceite no refin. % masa	Contenido de azufre total en aceite refinado % masa
zeolita CLI	20,5	1,3	26	8.6	0,98

*25 cm³ de adsorbente fue tomado y deshidratado a 623 K (350° C) por 4-5 horas. Fuente: *Journal of Adsorbtive Renoval of Sulphur Organic Compounds of Oil by Natural and Acid Modified Clinoptilolites*, E.M. Benashvili.

Esta roca zeolítica será la base para la filtración y la extracción de ciertos compuestos sulfatados en nuestro prototipo, el cual

^[8] E.M. Benashvili, *Journal of "Adsorbtive Removal of Sulphur Organic Compounds of Oil by Natural and acid modified clinoptilolites"*, Institute of Physical and Organic Chemistry, Jykia 5, Tbilisi, 380086, USSR.

escogeremos un lecho entre 15 a 25 % peso y una granulometría más fina a probarse desde 45 μm hasta 250 μm .

1.4. Parámetros físicos-químicos en el Análisis de Aceites Usados

En esta sección estudiamos brevemente las principales propiedades de un aceite lubricante de motor, se analizan las causas de posibles degradaciones que cambian propiedades importantes de estos aceites, teniendo como efecto la pérdida de la película continua entre las superficies en movimiento relativo además de aumentar la fricción y acelerar el desgaste. Secundario, pero no menos importante, un lubricante deteriorado deja de enfriar las partes de trabajo, y no protege a las superficies metálicas de la corrosión, aumenta el ingreso de contaminantes y mantiene el motor con una alta concentración de depósitos. Además se estudian los aditivos presentes en el aceite y se estima que son la mayor causa de contaminación del aceite en indebidas proporciones.

1.4.1. Viscosidad

La viscosidad es una medida de la resistencia a fluir; la unidad básica es el pascal-segundo. Los motores no son críticos a los

cambios comparativamente grandes de viscosidad, y la especificación del número SAE usualmente es suficiente para la selección de un grado apropiado de aceite lubricante; la tabla 10 muestra los intervalos de viscosidad para la selección de un grado SAE.

TABLA 10

VISCOSIDADES DE ACEITES ° SAE

Grado SAE	Viscosidad Cinemática cSt @ 100°C
0W	3,8
5W	3,8
10W	4,1
15W	5,6
20W	5,6
25W	9,3
20	5,6 - 9,3
30	9,3 - 12,5
40	12,5 - 16,3
50	16,3 - 21,9
60	21,9 - 26,1

Fuente: www.solomantenimiento.com/man_mecanico

Los aceites usados pueden mostrar un incremento en la viscosidad debido a la oxidación o la presencia de materia suspendida o un decaimiento en la viscosidad debido a la dilución del combustible o agua.

La viscosidad es afectada por la temperatura, y todos los aceites minerales decrecen con la viscosidad más o menos rápidamente con una elevación de temperatura, en cambio

que con un incremento en la presión la viscosidad aumenta. La tasa de cambio con la temperatura depende de la naturaleza química del aceite; la viscosidad de aceites aromáticos y nafténicos cambian más rápidamente que los aceites parafínicos. La tasa de cambio es de costumbre indicada por el índice de viscosidad (IV); a mayor IV menos cambio de la viscosidad con la temperatura. Los valores más frecuentes reportados por un lubricante son a 40 y 100° C (previamente 100 y 210° F) a presión atmosférica y bajas tasa de rozamiento.

El método más común de la medición por viscosidad es descrito en ASTM D445. La medición de viscosidad directa de este proceso da una viscosidad cinemática en centiStokes (cSt).

En nuestras muestras obtenidas las mediciones de viscosidad las realizamos por medio del viscosímetro Saybolt Universal. El número de segundos puede ser directamente usado para medir la viscosidad cinemática en SUS (Saybolt Universal Seconds) a una temperatura de prueba dada (40° C y 98° C).

Por medio de un nomograma presentado en el apéndice A, intersectamos la viscosidad con los grados API y obtenemos la viscosidad cinemática en cSt.

Para la obtención de la viscosidad a 100° C, establecemos la siguiente relación de viscosidad temperatura dada por Eyring y Ewell ^[9]: $\mu = Ae^{B/T}$ (ec.1.1)

La ecuación 1.1. requiere dos puntos para ajustar A y B . esto puede hacerse fácilmente graficando

$$\log \mu = \log A + \frac{B}{T} \log e = \log A + \frac{0.434B}{T} \quad (\text{ec.1.2})$$

$\log A$ es la ordenada al origen, y $0.434B$ es la pendiente de la gráfica resultante. Con la ecuación 1.2 obtenemos las viscosidades versus la temperatura en cualquier punto.

Para el *índice de viscosidad* la norma ASTM D2270 es aplicada. El concepto de índice de viscosidad IV menores de 100 está representado por:

$$IV = \frac{L-U}{L-H} \times 100 \quad (\text{ec.1.3})$$

En donde U es la viscosidad del aceite en cuestión a 40° C, L la viscosidad a 40° C de un aceite de crudo de la costa del Golfo de Mexico (VI-0), que tiene la misma viscosidad a 100° C que el aceite en cuestión, y H la viscosidad a 40° C de un aceite de crudo de Pennsylvania (VI-100), de la misma viscosidad a 100° C que el aceite de que se trata. Los valores

^[9] CRC Handbook of Lubrication, 1982, chapter 1: Viscosity and its determination, page 31 - 33

de H y L para viscosidades de 2 cSt y por encima a 100° C son provistos en la ASTM D2270.

Este método da resultados confusos para IV mayores de 100.

Existe un factor empírico de arreglo dado como:

$N = (\log H - \log U) / \log Y$ (ec.1.4) y $Y =$ viscosidad en cSt a 100° C para el fluido de interés. En nuestras muestras se sigue la norma ASTM D 2270.

La tabla 11 muestra la clasificación de aceites base en términos de su VI.

TABLA 11
CLASIFICACIÓN DE ACEITES BASE
EN TÉRMINOS DE SU IV

Tipo	LVI	MVI	HVI	XHV
VI	Bajo <20	Regular 20-85	Alto 85-110	Muy alto >140
Baja T de fluidez	Bueno	Bueno	Pobre	Pobre †
Poder de solventes	Bueno	Bueno	Pobre	Pobre †
estabilidad a la oxidación	Pobre	Bueno	Bueno	Pobre †
Respuesta a aditivos	Pobre	Regular	Bueno	Muy bueno
Volatilidad	Alto	Regular	Bajo	Muy bajo

† llegan a ser excelentes después de la adición de aditivos.

Fuente: www.shellglobalsolutions.com/base_oils/library/library.htm

1.4.2. Aditivos en el Aceite Lubricante

Los aditivos son compuestos químicos añadidos a los aceites lubricantes para impartir propiedades específicas a los aceites terminados. Dos de las más importantes funciones de aditivos son para mantener el motor limpio y prevenir el desgaste.

Los aditivos cambian de acuerdo a las propiedades deseadas en la selección de un aceite lubricante para un uso específico. En este trabajo al pretender regenerar aceite de motores de cigüeñal, indicamos que los aditivos más usados son los inhibidores de la oxidación y corrosión, mejoradores de la resistencia al desgaste, inhibidores de detergentes y dispersantes, mejoradores del índice de viscosidad, depresores del punto de fluidez y agentes antiespuantes. El porcentaje de cada aditivo cambia de acuerdo al servicio del motor. Para un aceite multigrado (SAE 10W-30/ SAE5W20), el índice de viscosidad VI (4.5-12.0 %vol), inhibidor (0.5-1.5 %vol) y detergente (3.0-6.5 %vol) son generalmente usados. El aceite de cigüeñal usa componentes tales como Zn, S, P, Ba y Ca. La tabla 12 muestra los componentes químicos más usados en los aceites lubricantes como aceites de automotor.

TABLA 12
COMPUESTOS MÁS COMUNES USADOS
EN ADITIVOS DE ACEITE DE CIGÜEÑAL

TIPO DE ADITIVOS	COMPUESTOS DE LOS ADITIVOS
Inhibidores a la oxidación y corrosión	<ol style="list-style-type: none"> 1. Zinc ditiofosfato 2. P₂S₅ productos de la reacción de olefinas 3. P₂S₅ productos de reacción de terpeno. 4. Olefinas sulfurizadas
Mejoradores de la resistencia al desgaste	<ol style="list-style-type: none"> 1. Zinc ditiofosfato 2. Grafito 3. Di sulfuro de molibdeno
Inhibidores dispersants y detergents	<ol style="list-style-type: none"> 1. Sulfatados del petróleo (R-SO₃-Me-SO₃-R) 2. Sulfatados del petróleo básico (R-SO₃-Me-OH). R is compuesto de hidrocarburos and Me es comúnmente barrio o calcio) 3. Sal de bario de las parafinas substituidas de sulfatados de benceno. 4. Bario (o calcio) fenoles de sulfuros 5. Sal de bario de P₂S₅, producto de la reacción de un polímero.
Mejoradores de VI	<ol style="list-style-type: none"> 1. Polímero isobutileno 2. Co-polímeros metacrilato
Depresores del punto de fluidez	<ol style="list-style-type: none"> 1. Producto de la condensación de la parafina y naftaleno 2. Producto de la condensación de fenoles parafínicos. 3. Polímero metacrilato
Agentes Antiespumantes	Compuestos de silicio

Fuente: *Cortesía del Ing. Luis Auhing, Tesis de Maestría, 2003*

1.4.3. Posibles Degradaciones del Aceite

Los factores responsables de la degradación de aceite en servicio incluyen contaminación, depleción de aditivos, inestabilidad térmica, a la oxidación y física.

Uno de los métodos para maximizar la vida del equipo es el *SOS Services Tests de Caterpillar Engine* ^[10], donde cuatro tipos de análisis son ejecutados en un motor, aceites hidráulicos y trenes de manejo, este método analiza la mayor parte de posibles contaminantes e infiltraciones que puedan degradar al aceite lubricante. En la tabla 4 se muestran algunos límites permisibles de un aceite de motor.

TABLA 13
POSIBLES CAUSAS DE DEGRADACIÓN DEL ACEITE

CARÁCTERÍSTICAS	POSIBLES CAUSAS DE DEGRADACIÓN		CRITERIO A SEGUIR
Viscosidad Cinématica	Disminución Dilución por combustible Cizallamiento de mejorador de VI. Emulsión de Agua	Aumento Oxidación del Aceite Contaminantes Acumulación de Hollín	Incremento de 20% sobre el valor original. Reducción del 15% o un grado SAE
Contenido de Agua	Fugas de Sistema de Refrigeración Condensación vapor de agua de la combustión Humedad del medio ambiente		0.2 - 0.4% volumen rango admisible
Disminución TBN	Oxidación del Aceite Excesiva contaminación de productos de degradación		Alerta: 5 - 15% Crítico: < 40 - 50% de valor original
Contenido de Metales de Desgaste	Depende de las características de cada máquina. Un incremento continuo de valores demuestra un potencial problema.		

Fuente: *Guía para la condición del aceite, 2003, Shell-Ecuador.*

La tabla 13 muestra un panorama general de valores típicos y valores de los parámetros presentados en un Informe de Análisis de muestras de aceite usado, según la compañía Shell-Ecuador.

^[10] SOS Services Tests for Caterpillar Engine, "SOS Oil Condition Analysis", 2003.

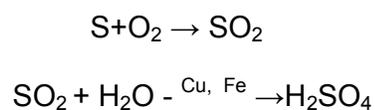
Las concentraciones de metales desgastados son expresados en partes por millón (ppm), donde el SOS Services program analiza nueve diferentes sustancias: Cu, Fe, Cr, Pb, Sn, Al, Mo, Si y Na. Por lo general son desgastes de metales encontrados en motores y máquinas, excepto el silicio (indica generalmente suciedad) y el sodio (indica agua o algún refrigerante). Ciertos elementos en una muestra puede ser debido a aceites aditivados más que el desgaste de un sistema.

El análisis de aceites del SOS Services Program for Caterpillar Engine detecta hollín, oxidación, productos nitratos y sulfuros, como el nivel de ácido.

El hollín es encontrado únicamente en aceites de motor. Este es un residuo insoluble de la combustión incompleta del combustible. Una cantidad de combustible no quemado (gasolina o diesel) es disuelta en el aceite, y de esta cantidad, hay presencia de hidrocarburos ligeros como el producto de las cadenas rotas de hidrocarburos pesados, incluyendo hidrocarburos poli-aromáticos (PAH) debido a esta combustión incompleta del combustible.

El hollín es mantenido en suspensión por los aditivos del aceite y causa que el aceite de motor se torne negro, aumentando el carbón coloidal y como efecto el porcentaje de cenizas. Cuando existe una concentración elevada, ocurre la depleción y eventualmente el incremento de viscosidad del aceite.

La oxidación ocurre en aceites de transmisión, hidráulicos y motores, este es un proceso químico que se empieza a presentar en el aceite una vez que la reserva alcalina proveniente de los aditivos antioxidantes ó de los detergentes-dispersantes se empieza a agotar. La reacción química de la oxidación es:



Los factores que aceleran el proceso de oxidación son:

Azufre S, proviene de la base lubricante cuando es derivada del petróleo y del combustible no quemado cuando se trata de aceites automotriz. Durante la combustión, el azufre oxida, luego se combina con agua para formar ácido. El ácido corroe todas las partes, pero es más peligroso en válvulas, anillos del pistón y camisas.

Oxígeno (O₂) proviene del aire y su presencia es inevitable.

La temperatura de operación actúa como un catalizador del proceso de oxidación; influye más severamente en la oxidación del aceite en la medida que su valor sea mayor de los 50° C. Se tiene que por cada 10° C de incremento en la temperatura de operación del aceite por encima de los 50° C, la tasa de oxidación se duplica; e.g. si se tiene dos aceites minerales A y B, que trabajan a 50° C y a 80° C respectivamente, el aceite A se cambiaría cada año y el B cada mes y medio para un trabajo continuo de 24 horas diarias.

Dióxido de azufre (SO₂), es el resultado de la oxidación parcial del aceite y se presenta cuando se agota la reserva alcalina del aceite. Por medio de un análisis de TAN, se estima que existe un incremento por encima del valor original de 0.2 mg KOH/g.

Agua (H₂O), puede estar presente en el aceite por condensación de la humedad del aire presente dentro del equipo, o por la contaminación del aceite ya sea durante su almacenamiento ó porque los sellos ó retenedores del equipo están en mal estado. Cualquier cantidad por encima de 0.5 % vol es considera excesiva.

Partículas Cu y Fe, actúan como catalizadores del proceso de oxidación; estas partículas pueden provenir del desgaste normal o anormal de los mecanismos lubricados.

Ácido sulfúrico (H_2SO_4), producto final cuando el aceite se oxida y se presenta cuando la reserva alcalina tanto de los aditivos como de la base lubricante se agota. Una vez que el aceite alcanza esa condición, se debe cambiar y la única manera de recuperar la base lubricante es por destilación o por procesos químicos, como el tratamiento con tierra de Fuller. Después de la formación de SO_2 , hasta que se forma el H_2SO_4 , el incremento del TAN del aceite, por encima del valor original, es de 0.7 mg KOH/g aprox.

A continuación se muestra en la tabla 14, diferentes contaminantes de aceites usados y sus fuentes.

TABLA 14

CONTAMINANTES QUÍMICOS

Clase de Contaminante	Especies químicas	Fuentes
Óxidos de nitrógeno	Óxido nítrico (NO) Dióxido de nitrógeno (NO ₂)	Combustión del nitrógeno atmosférico
Óxidos de azufre	Dióxido de Azufre (SO ₂) Trióxido de Azufre (SO ₃)	Azufre de la combustión del combustible
Hidrocarburos	Olefinas R ₂ C=CR ₂ Diolefinas R ₂ C=CH-CH=CR ₂ Aromáticos R-Aromático Hidrocarburos Saturados Hidrocarburos R ₃ C-CR ₃	Productos de la Combustión incompleta
Compuestos Orgánicos	Formaldeídos H-CHO Superior aldeídos R-CHO Acetona R-CO-P	Combustión parcial

	Ácidos R-COOH	
Per-óxidos	ROOH, ROOR	Combustión parcial
Sales de plomo	Óxido de plomo, PbO Cloruro de plomo, PbCl ₂ Bromuro de plomo, PbBr ₂ Sulfato de plomo, PbSO ₄ Nitrato de plomo, Pb (NO ₃) ₂	Descomposición de etil fluidos usados como anti-detonante para la gasolina.
Hollín	Carbón C	Combustión parcial
Carbón	monóxido de carbono CO dioxido de carbono CO ₂	Combustión

Fuente: Herrera, R. 1999. *Recycling of lubricant oils in Ecuador. Individual Project, OLADE/University of Calgary – Master Program. Quito, Ecuador: 21. Cortesía de Luis Auhing, Tesis de Mastría, 2003.*

1.4.4. Propiedades físicas y químicas de un Aceite de Motor

En esta sección marcamos las principales propiedades con las cuales un aceite es identificado y estas nos servirán como variables de respuesta para la selección del mejor tratamiento experimental.

Cenizas.- La ceniza es el porcentaje de la materia mineral remanente después de quemar una muestra de aceite y más allá calentar el residuo para liberar este del carbón. Los aceites minerales puros tienen pequeñas trazas de cenizas a menos que estos hayan sido contaminados durante el almacenamiento o manipuleo. Los aceites no usados que contienen aditivos captadores de cenizas producen relativamente altos contenidos de ceniza dependiendo de la naturaleza y cantidad del aceite. Las cenizas de los aceites usados contendrán en adición a materiales derivados de

aditivos, partículas metálicas derivadas del desgaste del motor.

Para la determinación de cenizas de aceites minerales puros por combustión y subsecuente un calentamiento la norma ASTM D482 será suficiente, pero para aceites aditivados el residuo de la combustión es tratado con H_2SO_4 a priori a un calentamiento, convirtiendo los compuestos volátiles en menos sulfatos volátiles u óxidos. Las cenizas sulfatadas determinadas por la ASTM D874 es mayor que las cenizas no sulfatadas por la prevención de pérdidas de compuestos volátiles y por el extra azufre y oxígeno combinado en la ceniza. Con aceites usados, un incremento de cenizas sulfatadas usualmente indica la presencia de contaminantes tales como polvo, suciedad, partículas de desgaste y otros contaminantes como sales de plomo.

Las cenizas de un aceite pueden contribuir de alguna manera a depósitos en la cámara de combustión y depósitos en las válvulas de escape aunque la principal contribución a estos es usualmente de los combustibles. Esta propiedad se mide en nuestro muestreo.

Valor de neutralización.- (ASTM D664, D974, D2896) El valor de neutralización es una medida de la acidez o alcalinidad del aceite y es determinada por la adición del aceite con hidróxido de potasio (para aceites ácidos) y ácido hidroc্লórico o ácido perclórico (para aceites alcalinos), el resultado siendo expresado como mg KOH/g. Es importante especificar cual método es usado debido a que los resultados difieren según el método. El TAN (Número de ácido total) es la cantidad de hidróxido de potasio (KOH) en mg necesaria para neutralizar todos los ácidos de una muestra de 1 gramo de aceite. El TBN es la cantidad de ácido clorhídrico (HCl) en mg necesaria para neutralizar los componentes alcalinos de una muestra de 1 gr. de aceite. En nuestras muestras no se llevarán a cabo estas propiedades, sólo se indicará el nivel de acidez o alcalinidad del aceite usado y tratado por medio de un pH-metro.

Densidad y gravedad API.- (ASTM D287, D1298, D941) La densidad es la masa por unidad de volumen del aceite a una temperatura especificada, usualmente 15° C para aceites lubricantes. La gravedad específica es la razón de la masa de un volumen dado de un material a temperatura estándar a la

masa de un volumen igual de agua a la misma temperatura.

Los grados API es una función de la gravedad específica:

$$^{\circ} API = \frac{141.5}{GS_{60/60}^{\circ} F} - 131.5 \quad (\text{ec.1.5})$$

Los grados API, incrementa si la gravedad específica decrece.

Para la determinación de los $^{\circ}$ API en nuestro experimento se realiza mediciones con un hidrómetro a temperatura de 27° C, y se calcula la gravedad específica. En aceites usados, particularmente los aceites de motor, un decrecimiento en la gravedad específica (incremento $^{\circ}$ API) puede indicar la dilución del combustible.

Punto de Inflamación.- (Pensky-Martens ASTM D93, Cleveland ASTM D92) El punto de inflamación es la temperatura a la cual el aceite debe ser calentado bajo condiciones prescritas para dar un vapor suficiente para formar una mezcla con aire que puede ser encendida momentáneamente por una llama específica. El punto de inflamación cerrado es la temperatura a la cual el vapor inflamable es producido en un espacio cerrado sobre el aceite, el punto de inflamación abierto es la temperatura a la cual el vapor inflamable es producido cuando la superficie del aceite

es expuesto a la atmósfera. El punto de fuego es la temperatura a la cual el aceite continúa quemándose en un recipiente abierto después de retirarse de la prueba de fuego. Los aceites lubricantes usualmente tienen un punto de inflamación cerrado entre 150° C a 265° C; un bajo punto de inflamación indica contaminación con más materiales volátiles aumentando el consumo de aceite y puede luego ser significativo en relación a peligros con la llama.

Punto de Fluides.- (ASTM D97) El punto de fluides es la más baja temperatura a la cual el aceite puede fluir bajo condiciones específicas. Este es determinado enfriando el aceite en un jarro de vidrio hasta que este no fluya a lo largo cuando la jarra es inclinada. El punto de fluides debería siempre estar por debajo de la más baja temperatura a la cual se espera que el motor empiece. Esta propiedad no se mide en nuestro muestreo.

Contenido de agua.- (ASTM D95) El agua es removida de 100 ml de aceite por destilación y es condensado en un tubo de vidrio graduado en el cual el volumen es medido. El contenido de agua es expresado como % vol. los aceites no usados

deberían estar libre de agua. Pequeñas cantidades de agua son frecuentemente encontradas en los aceites usados, derivados de productos de la combustión, fugas de los sistemas de enfriamiento o condensación de la atmósfera. En nuestro muestreo se realizan mediciones por el método de BSW (Agua y sedimentos básicos), el cual nos limita sólo hasta un 0.05 % vol.

CAPÍTULO 2

2. DISEÑO DEL PROCESO DE DEPURACIÓN MULTIETAPA: PRETRATAMIENTO-DESHIDRATACIÓN TÉRMICA- FILTRACIÓN EN LECHO COMPACTO DE ZEOLITAS NATURALES

Este capítulo trata sobre un diseño de depuración multietapa para la regeneración de aceites usados. Para este diseño, se selecciona primero un proceso en base a las regeneraciones y tratamiento de ácido/zeolita estudiadas, como también del Equipo Shlegel (explicado en la sección 2.1). Con la selección del proceso se escogen tres factores, que pueden incidir en las propiedades del aceite, otros factores decidimos mantenerlos constantes. Analizados los factores, se escogen dos niveles a experimentar (alto y bajo) según criterios que inciden sobre una

respuesta afirmativa y que no perjudicarían la calidad del aceite regenerado. Finalmente, se diseña un prototipo según el proceso con los factores y niveles seleccionados.

2.1. Estado de un Equipo Depurador (Sistema Shlegel)

El equipo Shlegel KA es un regenerador de aceite como tantos que hay en el mercado; la ventaja de este equipo es que el aceite usado se refina, se somete a cocción y se filtra en un solo proceso, durante el cual se eliminan residuos carbonosos, hollín, polvo, partículas metálicas, agua y parte del combustible infiltrado en el aceite.

La tabla 15 muestra datos técnicos del equipo depurador de aceite Schlegel.

TABLA 15
DATOS TÉCNICOS DEL SISTEMA SHLEGEL

Datos técnicos	Modelo KA-S
Capacidad para	15 litros
Duración aproximada del tratamiento de una carga, variando según la viscosidad y la impureza	1 – 5 horas
Calefacción eléctrica con corriente	Continua y Alternativa
Consumo aproximado de energía por hora	0.6 Kwh.
Peso neto aproximado	40 Kg.
Peso bruto aproximado, para transporte Terrestre	42 Kg.
Peso bruto aproximado, para transporte Marítimo	100 Kg.
Dimensiones aproximados del embalaje	650x650x860 mm.

El proceso de depuración del equipo Shlegel modelo KA (figura 2.1) que se encuentran en la FIMCP (Intramet), consiste en agregar una sustancia refinadora en un volumen dado de aceite a regenerar. Después de agitar un poco, se cierra la tapa y con un compresor, se eleva la presión del aire hasta 2.5 atmósferas efectivas (~36 psig).

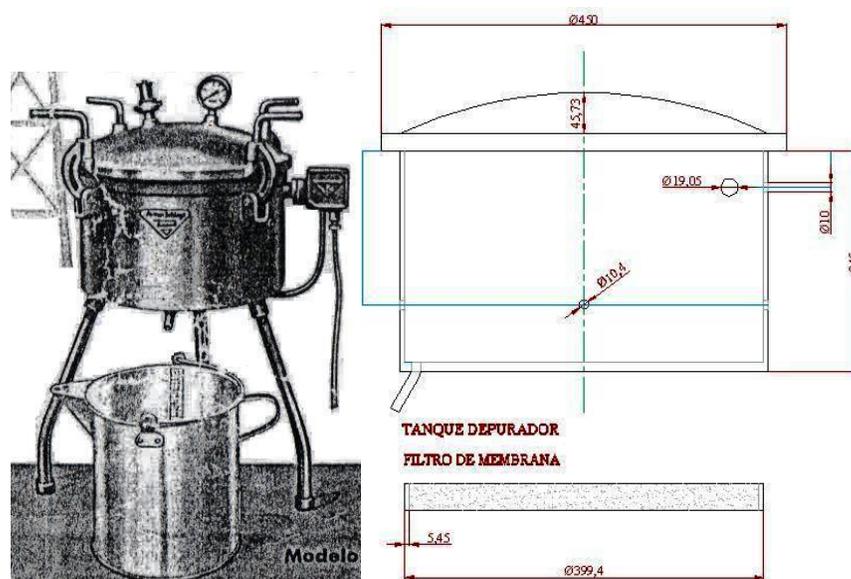


Fig.2.1. Aparato Schlegel para la regeneración de aceites usados (Modelo KA)

Debido a la presión de aire producida se conecta automáticamente la calefacción eléctrica. El calor desarrollado por la misma (alrededor de 120° C) ejerce sobre el aceite, conjuntamente con la sustancia refinadora añadida, una suave depuración con la cual se eliminan los productos de oxidación disueltos en el aceite. En un tiempo dado (1 – 5 horas) se separan totalmente las impurezas mecánicas y se

vaporizan las volátiles. El aceite que de esta forma se convierte en aceite regenerado, fluye uniformemente fuera del aparato. Tan pronto como se ha tratado toda la carga se desconecta automáticamente la calefacción y el aparato no precisa ya ninguna vigilancia.

TABLA 16

PRUEBAS BÁSICAS AL SISTEMA SHLEGEL

Prueba hidrostática final

ASME Sección VIII, División 1

Presión máxima	PSI	100	
Presión de prueba (x1,2)		120	
Inicio		14 de Junio de 2004	
Finalización		15 de Junio de 2004	
	Día	hora	Presión (PSI)
	14	9:00	122
	14	10:00	121
	14	11:00	121
	15	7:00	120
	15	8:00	120
	15	9:00	120
Temperatura alcanzada por la resistencia			
T (° C)			45
tiempo en alcanzar T (min)			46
Permanencia de temperatura (horas)		T	
		1	48
		2	49
		3	49
		4	50
Filtro papel resina		5 µm	
Aceite usado x experimento (litros)			15
Cantidad de tierra filtrante x experimento (Kg.)			6,4

Para una posible regeneración de aceites usados se pretendió realizar las respectivas adecuaciones a los equipos Shlegel modelo KA (ver tabla 16) en base a los criterios seleccionados en la sección 2.2; sin embargo por la cantidad de experimentos, como requerir 15

litros por experimentación (y un total de 64 galones de aceites usados) y zeolita en una cantidad de 6.4 Kg. por experimentación (un total de 102.4 kg) y tamaño de grano fino, se decidió construir un prototipo en tamaño reducido.

2.2. Selección del tratamiento

Criterios de Selección

En base a los procesos estudiados, se combina tanto la regeneración por lavado como la re-refinación ácido/ zeolita, ya que de esta re-refinación se extraen ciertas etapas que mejoran la calidad de aceites regenerados. Así mismo se aprovecha el proceso del equipo Shlegel para realizar varias etapas de depuración en un mismo equipo.

La selección del proceso se basa en mejorar las propiedades del aceite usado para aplicaciones menos exigentes, principalmente la viscosidad, punto de inflamación, índice de viscosidad, ° API y densidad del aceite que identifican a un aceite de grado SAE. Además se pretende reducir el porcentaje de agua y sedimentos, de cenizas y la neutralización del nivel de ácido presente en el aceite.

De la regeneración extraemos un precalentamiento el cual se eleva la temperatura hasta 120° C por un tiempo aproximado de 40 min. a presión atmosférica. Se pretende eliminar agua e hidrocarburos

ligeros, que son responsables de la reducción de la viscosidad; además, que se vaporizan ciertos compuestos volátiles aumentando el punto de inflamación del aceite.

Se extrae la filtración pero por medio de zeolitas deshidratadas y un papel resina, para la reducción de partículas metálicas y residuos en el aceite.

De la re-refinación ácido/ tierra de Fuller, extraemos una etapa esencial que es la sedimentación, y luego un tratamiento con ácido sulfúrico. Con la sedimentación de 7 a 8 días puede disminuir la concentración del ácido sulfúrico. Con una concentración entre 2 a 5 M y una mezcla de 5 a 10% vol, la acción del ácido sulfúrico forma sulfatos y agua, formando un lodo insoluble que extrae y/o elimina aditivos, óxidos y productos degradados del aceite. Este lodo remueve hidrocarburos aromáticos incrementando la estabilidad térmica del aceite y a la oxidación tanto como un índice de viscosidad más alto.

Del proceso de obtención de aceite base se extrae una destilación a altas temperaturas (hasta 371° C) y baja presión pudiendo mejorar propiedades como la viscosidad y residuos de carbón. Se extrae del proceso hidro-terminado el uso de un catalizador, como es la zeolita CLI natural deshidratada en una proporción entre 15 – 35 % peso y un tamaño de grano entre 45 y 250 μm . Los poros de 10 anillos de

estas zeolitas permiten el paso de parafinas continuas linealmente y el bloqueo de cadenas ramificadas. Además de reducir el porcentaje en masa de azufre para mejorar la estabilidad a la oxidación del aceite.

Selección del proceso

Analizado las ventajas que presenta cada etapa en el proceso, escogemos el proceso de depuración, que consta de tres etapas en un mismo equipo: *pre-tratamiento*, *Deshidratación térmica* y *Filtración*.

- En el *pre-tratamiento*, al aceite usado se le añade una concentración molar de ácido sulfúrico (H_2SO_4) de 2 M, con una mezcla de ácido sulfúrico de 5% vol; la acción del ácido sulfúrico como deshidratador forma sulfatos y agua, formando un lodo insoluble. Luego se calienta a una temperatura de 120° C por 40 minutos a presión atmosférica, para eliminar el agua contenida en el aceite lubricante usado.

Este pre-tratamiento es la forma más simple de depurar un aceite y es típicamente usado en las regeneraciones. No se varía las concentraciones del ácido sulfúrico y se utiliza una menor concentración para prevenir el nivel de pH bajo en el aceite. La

cantidad de volumen del ácido es mínima tal que al ser mezclado con el aceite baja su punto de ebullición y con un ligero calentamiento se pretende reducir el porcentaje de volumen de agua y parte de este ácido.

- *Deshidratación térmica* efectuada a temperaturas más elevadas a experimentar en el recipiente hermético con períodos de tiempo también a experimentar, busca por medio de más altas temperaturas cambiar sus propiedades físicas tales como viscosidad, punto de inflamación y residuos de carbón.

Con una mayor temperatura se desprenden hidrocarburos ligeros, parte del ácido residual del pretratamiento (~167° C se descompone) y la reducción total o casi nula del agua.

- Después de terminar la deshidratación térmica, por la presión asociada al calentamiento, algo del aceite fluirá a través de un lecho compacto de zeolitas de granulometría determinada y de su filtro papel resina de 5 µm. En este lecho los compuestos sulfatados se remueven por adsorción y se filtran partículas metálicas. Para completar la depuración se *filtra* el aceite forzándolo con presiones de aire a experimentar a fluir por el lecho de zeolitas CLI y del papel resina.

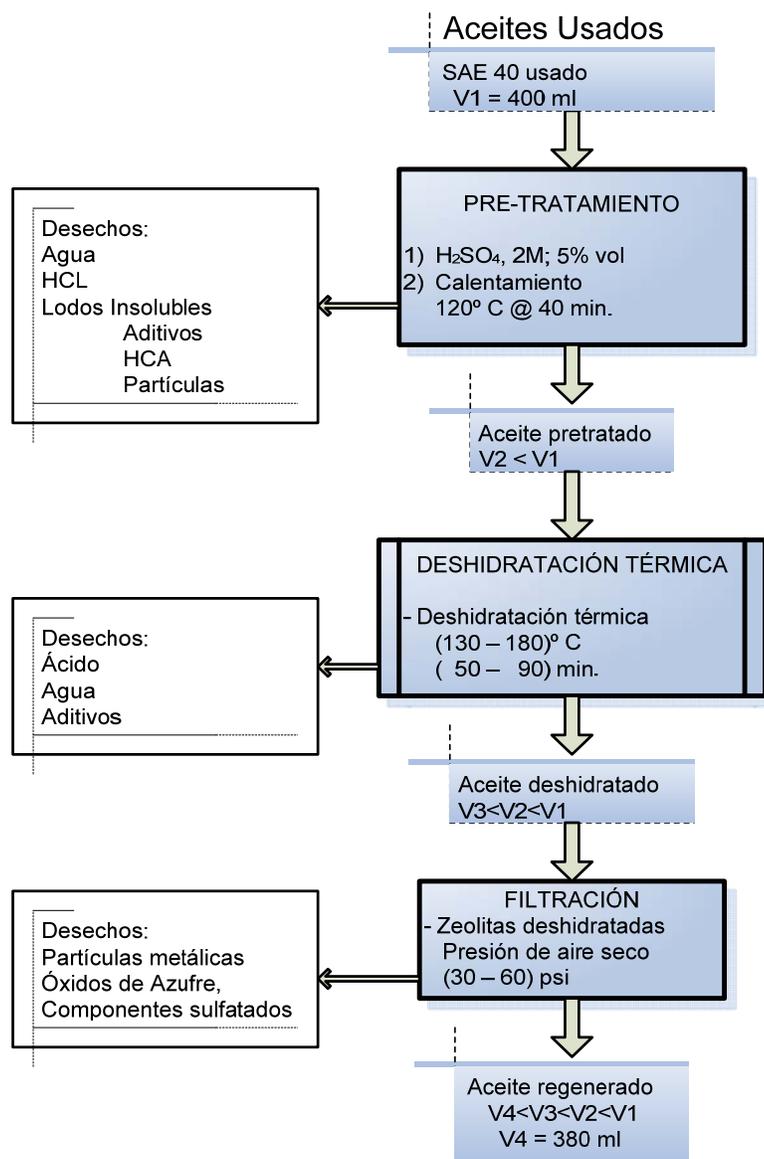


Fig.2.2. Proceso de Depuración de Aceite Usado SAE 40 para tratamientos experimentales

Para el lecho de zeolitas compactas, no se decide variar los factores como altura del lecho, cantidad de zeolita (% masa) y tamaño de grano. Estos factores son analizados en la

construcción del filtro (sección 2.5.3), seleccionando un lecho que permita un proceso de adsorción por un determinado tiempo de contacto del aceite con la zeolita CLI.

La figura 2.2 muestra el proceso de depuración aplicado al aceite SAE 40 usado.

En la sección 3.1 se aclaran las selecciones de los factores y niveles de los factores, como las variables de respuesta. Para el cual los niveles de los factores estudiados son:

Temperatura de deshidratación térmica:	130	180° C
Tiempo de deshidratación térmica:	50	90 min.
Presión de aire seco:	30	60 psi

Con los niveles máximos se diseña un prototipo hermético con una capacidad máxima de 500 CC de aceite usado. El prototipo consta de una recipiente con cabezas roscadas de sellado hermético, resistencia eléctrica con temperatura máxima de 200° C, y un lecho compacto de zeolitas CLI deshidratadas de 181.8 g, con un tamaño de grano de 150 μm (más detalles del diseño se encuentran en las secciones 2.3 a 2.5).

Selección del aceite a tratar

Escogemos un aceite SAE 40 mono-grado usado (gasolina) para la evaluación experimental, ya que este aceite nos sirve como referencia por sus propiedades conocidas, comparando la disminución o aumento de un grado SAE. La tabla 17 muestra las principales propiedades y valores típicos de un aceite SAE 30 y 40.

TABLA 17
CARACTERÍSTICAS TÍPICAS DE UN ACEITE SAE 30 y 40

Ursa Premium TDX	Test	30	40
gravedad, API	D1298	27,5	26,3
pto. Inflamación, COC ° F	D92	450	505
pto. Fluidez, ° F	D97	-6	5
Viscosidad			
cSt @ 40° C	D445	89,4	138
cSt @ 100° C	D445	11,4	14,9
Índice de viscosidad	D2270	115	109
cenizas sulfatadas, %peso	D874	1,3	1,3
TBN	D2896	10,3	10,3

Fuente: Ursa Premium TDX, <http://www.equivatexacomds.com>

Proceso Experimental

El proceso a seguir consta de las siguientes etapas:

Recolección-Recepción. Se realiza un prefiltrado del aceite SAE 40 usado con un filtro de embudo 250 µm. y se deja que las impurezas se sedimenten durante 8 días. Esto ayuda a disminuir la adición de ácido sulfúrico.

PRETRATAMIENTO: Se aplica al aceite un *tratamiento químico* con ácido sulfúrico (H₂SO₄ a 2 M y 5 % vol). Hay que tener sumo cuidado

con las cantidades de mezcla entre el aceite (380 ml) y el ácido (20 ml). La temperatura de reacción sube 2 a 3° C de la temperatura ambiente (mantener por 2 horas).

Se aplica un calentamiento a 120° C por medio de la resistencia eléctrica externa en un tiempo de 40 min, a presión atmosférica (cabeza roscada superior abierta).

DESHIDRATACIÓN TÉRMICA: La *deshidratación térmica* es una etapa netamente experimental, se realiza con el recipiente hermético sellado y niveles de temperatura de 130 y 180° C (operando con el control de la resistencia eléctrica), y tiempo de 50 y 90 min (controlado por cronómetro); se eliminan completamente cualquier humedad que haya en el aceite y COVs. Además que se pretende remover hidrocarburos aromáticos superiores, que con la adición del ácido sulfúrico se formará un lodo insoluble.

FILTRACIÓN: Retiene cualquier partícula metálica y ocurre el proceso de adsorción. Se procede a abrir la válvula de salida ubicada en la cabeza roscada inferior. Por la presión generada por el calentamiento de la deshidratación térmica, algo de aceite fluye por el lecho y el papel resina; el resto del aceite se forza con presiones de aire seco a experimentar entre 30 y 60 psi (dado por un compresor con deshidratador), abriendo la válvula de entrada de aire del recipiente hermético.



Fig.2.3. Equipo experimental para la evaluación de aceites usados

2.3. Hermetización del equipo de prueba

Para la hermetización del equipo de prueba, se diseña un prototipo tomando en consideración las altas temperaturas a operar y la presión generada por los gases (aunque esta es mínima); por lo que es importante, seguir un proceso de hermetización tales como una buena selección de sellos, pruebas hidrostáticas y neumáticas.

2.3.1. Diseño del Recipiente a Presión

La presión interna a la que está sujeto nuestro elemento corresponde al esfuerzo máximo admisible, cuando el recipiente está: i) Nuevo (no está corroído); ii) posición normal

de trabajo; y iii) efecto de otras cargas (debido a la presión hidrostática y los gases generados por el aceite usado).

Para establecer la presión de diseño se implanta la máxima presión de operación, más la presión que generan los gases a una temperatura de operación máxima de 200° C (calculada por medio de la ecuación de los gases ideales) y añadida la presión hidrostática del fluido que es casi despreciable en nuestro recipiente.

Cabe indicar que los materiales utilizados en este prototipo son extraídos de material reciclable de una fundidora, tal como el cilindro que es una tubería de 4" de acero al carbono, la base de hierro fundido es una plancha de espesor ½ " y parte del trípode hecho de varillas de ½". Las cabezas roscadas fueron de acero de transmisión 1018, como el anillo y el soporte del equipo.

TABLA 18
PRESIÓN DE DISEÑO

100 psi	Presión interna máx. operación
0 psi	Presión de operación externa
SAE 40 usado	Fluido de operación
73,5 mm	altura del fluido
0,88	SG
200 ° C	Máx. temperatura de diseño
634,5108 Pa	Presión hidrostática $P_g \Delta h$
159755,75 Pa	Presión generada por los gases $T_f P_i / T_i$

Presión de diseño (849865,961) Pa
123,2626 Psi

Por medio de un análisis breve a un recipiente a presión tenemos los parámetros de diseño con un diámetro medio (D) de 103 mm., espesor (t) de 0.8 mm., altura de 122 mm., factor de seguridad $N = 2$, tenemos lo siguiente:

Si $t < 1/10 (D/2) \rightarrow$ pared delgada

$$0.004 < 1/10 (0.103/2) \rightarrow 0.004 < 0.00515$$

$$\text{Esfuerzo circunferencial } \sigma_c = \frac{PD}{2t} \quad (\text{ec.2.1})$$

$$\text{Esfuerzo longitudinal } \sigma_L = \frac{PD}{4t} \quad (\text{ec.2.2})$$

$$\text{Esfuerzo de Von Mises } \sigma' = \sqrt{\sigma_c^2 + \sigma_c \sigma_L + \sigma_L^2} \quad (\text{ec.2.3})$$

Reemplazando los esfuerzos circunferencial y longitudinal en el

$$\text{esfuerzo de Von Mises, obtenemos: } \sigma' = \frac{\sqrt{3}}{4} \frac{PD}{t} \quad (\text{ec.2.4})$$

$$N = \frac{S_y}{\sigma'} \Rightarrow S_y = 2 \cdot \left(\frac{\sqrt{3}}{4} \frac{(849865961) \cdot (103/1000)}{(4/1000)} \right) = 18.95 \times 10^6 \text{ Pa} \quad (\text{ec.2.5})$$

Donde el esfuerzo de fluencia es de 18.95 MPa. Sin embargo este esfuerzo disminuye al aumentarse el espesor del recipiente en 3.175 mm por margen de corrosión.

A continuación realizamos un breve diseño en elementos finitos donde la presión actúa sobre las tapas del equipo. La

configuración de esta cabeza se ha basado en la cabeza elipsoidal ^[11].

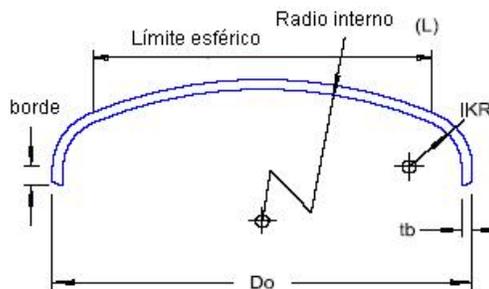


Fig.2.4. Cabeza diseñada en SAP (fuente: www.pvenq.com)

TABLA 19

**DISEÑO FEM: CABEZA ELIPSOIDAL DE
RECIPIENTE A PRESIÓN**

Material	A-53B		
Isotrópico			
Margen por corrosión	3,175 mm (0,125 in)		
Cargas consideradas:	Presión interna Temperatura		
Módulo de elasticidad	199900 N/mm ²		
Razón de Poisson	0,3		
Coef. Expansión térmica	1,17E-05 /°C		
S _v	248,2 N/mm ²		
Shell	SECA53B		
Espesor	4 Mm		
Restricciones			
	Junta 19	Junta 13	Junta 7
Cabeza elipsoidal			
Áreas divididas	Δ	215,3984 mm ² 644,9715 mm ²	
Fuerza ejercida x P. diseño	658,079 N (pulsante)		
Deformación máx.	0.0824		
Esfuerzo de Von Mises máx.	4.13 N/mm ²		

^[11] Eugene Megyesy, Manual de Recipientes a Presión, Diseño y Cálculo, Cabezas Elipsoidales, 1992.

El análisis respectivo se observa en el apéndice B de la presente tesis, el cual se da los esfuerzos máximos de Von Mises en la parte inferior del recipiente. Se obtiene una deformación máxima de 0.0824, el cual pudiera corregirla reforzando los apoyos. Sin embargo el material cumple con la teoría del esfuerzo de Von Mises el cual provee una medida de distorsión en el material, donde este tipo de esfuerzo tiende a causar cedencia en los metales. Este es independiente de la cantidad de los esfuerzos hidrostáticos; y para materiales, el esfuerzo de cedencia puede ser producido cuando $\sigma_{vmMax} = S_y$, y en nuestro caso tenemos que en las cabezas elipsoidales esta asunción se cumple, ya que $\sigma_{vmMax} \ll S_y$.

Con el diseño del cuerpo cilíndrico y las cabezas, se procede a la construcción del prototipo y los detalles son visualizados en el plano 1.

Las dos cabezas irán roscadas como se especifica en el plano 1, donde por medio de un anillo tipo O (VMQ silicona) resistente hasta temperaturas altas de servicio de 230° C, se hermetizará el cilindro para evitar fugas del aceite por estas roscas.

2.3.2. Pruebas hidrostáticas del prototipo

El prototipo a usar se le ejecutó una prueba hidrostática tomando como referencia el Código de Recipientes a Presión de la ASME, Sección VIII División 1.

El prototipo es sometido a una presión de prueba hidrostática igual a 1.2 veces la presión de diseño, es decir 148 psi (1.02 MPa).

Para la operación, llenamos el recipiente con agua y aplicamos la presión hidrostática de prueba. Una vez alcanzada la presión se deberá mantener durante un tiempo de 24 horas; se inspecciona visualmente para determinar pérdidas en caso de no mantenerse la presión.



Fig.2.5. Prueba hidrostática de recipiente a presión PV-S 04

Las mediciones efectuadas se observan en la tabla 23, para el cual la prueba fue satisfactoria con respecto a una hermetización parcial del equipo.

TABLA 20
PRUEBAS HIDROSTÁTICAS

PRUEBA HIDROSTÁTICA: Cilindro a Presión

ASME Sección VIII, División 1.	
Recipiente a Presión	PV-S 04
Diámetro Exterior	115 mm
Capacidad máx.	600 CC
Fluido:	SAE 40 usado
Peso Vacío	_____
Peso lleno	_____
Máx. Presión de trabajo @ 180° C (453 K)	
Máx. Presión Interna	100 psi (0.69MPa)
Máx. Presión Externa	0 psi
Máx. Temperatura de Diseño @ 100 psi	
Máx. Temperatura	200° C (473 K)
Mín. Temperatura	27° C (300 K)
Presión de diseño	123.26 psi (0.85MPa)
Presión Hidrostática (x1.2)	148.00 psi (1.02MPa)
Presión Neumática (x1.1)	135.60 psi (0.93MPa)

Fecha y hora de Inicio: 10 de noviembre de 2004, 10:00 AM

Fecha y hora de Finalización: 11 de noviembre de 2004, 10:00 AM

HORAS	PRESIÓN (PSI)	OBSERVACIONES
1	150	Cae 1psi en llave de cierre (eq.prueba)
2	149	
3	149	
4	149	
5	149	
6	149	Eq. de prueba con conexiones fallidas
7	149	
8	149	
9	149	
10	149	
11	149	
12	149	
13	149	
14	149	
15	149	
16	149	
17	149	
18	149	
19	149	
20	149	
21	148	Falla válvula de purga en equipo de prueba
22	148	
23	148	
24	148	Conexión al recipiente en buen estado.

Manómetro: Presión máx. 200 psi, error \pm 2psi.

Luego se procede con una prueba neumática para analizar las fugas que se podrían presentar en los accesorios, tales como válvula de alivio, válvula de entrada de aire, válvula de salida del aceite tratado y manómetro.

En la válvula de alivio de nuestro equipo, el resorte tiene que ser calibrado para soportar una presión de 15 a 20% más de la presión de diseño, el cual se lo hace por medio de una tuerca de calibración. Se diseña un resorte helicoidal de compresión estándar HCS basándose en la norma DIN 2089 y 2099. El valor de la carga a 15% más de la presión de diseño de 142 psi (979055.5 Pa) y que se aplica al área del asiento de la válvula de alivio de 162.8602 mm^2 , es de 159.45 N. Las especificaciones del resorte están dadas en el plano 2 y los demás accesorios especificados en el plano 1.

2.3.3. Pruebas Neumáticas del prototipo

Basada en la misma sección de las pruebas hidrostáticas comprobaremos el estado de los accesorios para las inmediatas experimentaciones.



Fig.2.6. Prueba neumática: Detección de fugas en accesorios y calibración de válvula de alivio.

El proceso es insertar aire con un compresor de aire seco, aplicando una presión de prueba neumática de 135 psi (factor x1.1). Cortamos el flujo de aire por la válvula de 3/8" y dejamos el cilindro lleno por 2 horas. En este transcurso verificamos posibles fugas; en especial roscas, anillos tipo O y conexiones a las válvulas.

TABLA 21

**RESULTADO DE COMPROBACIÓN DE FUGAS DEL
EQUIPO DEPURADOR DE ACEITE USADO**

Prueba neumática @ 135 psi	Fugas
Rosca superior (de Cabeza PV-S04)	NO
Rosca inferior (de Cabeza PV-S04)	NO
Acople Válvula entrada de aire (max. 150 psi)	NO
Acople Manómetro máx. pres. 200 psi error \pm 5psi	NO
Acople Válvula de alivio (máx. 140 psi)	NO
Válvula de descarga de aceite max. 150 psi	NO

2.4. Diseño del Calentador Eléctrico

Se requiere de una resistencia eléctrica para calentar el aceite hasta una temperatura de 200° C (473 K). Para este diseño del calentador eléctrico asumimos un sistema con fuente de calor uniforme, tal es el caso de una resistencia de calentador en forma de banda (corona) de \varnothing 113 x 63.5 mm.

Consideremos un cilindro vertical de altura 63.5 mm y diámetro 113 mm en la cual se genera calor uniformemente, realizando las siguientes suposiciones: a) Estado estable, b) material homogéneo, temperatura uniforme en el interior del cilindro. Se tiene un problema de convección libre en la superficie de un cilindro vertical caliente.

Se requiere que el aceite alcance una temperatura máxima de 200° C (473 K), siendo la temperatura del aceite SAE 40 usado de 27° C (300 K). El flujo de calor requerido está dado por la cantidad de energía almacenada en el recipiente: $Q = m \cdot c_p \cdot \Delta T$, donde m es la masa del aceite usado, c_p es el calor específico del aceite, y el cambio de temperatura de 473 a 300 K que se requiere.

La tabla 22 muestra el cálculo de la potencia requerida para elevar el aceite de 27 a 200° C, eligiendo una resistencia eléctrica con una potencia de 300 W.

TABLA 22
DATOS TÉCNICOS DEL CALENTADOR ELÉCTRICO

Volumen de control oil			
Di (m)		0,10313	
De(m)		0,113	
L (m)		0,073475	
As		0,0238053	
P		0,7949349	

Volumen oil m3	0,000613761	613,761315	CC
Fluido		entrada	Objetivo
Temperatura	K	300	473
calor especifico	kJ/kg K	1,909	2,67
densidad	kg/m ³	884,1	780
		1	2
Masa	Kg	0,542626379	0,478733826
Calor	kJ	179,2061599	221,1319414
time (sec)		Flujo de Calor requerido	
	900 Sec	0,245702157	kW
	15 Min	245,7021571	W
F. pérdidas	22%	299.76	W

Nos queda observar cómo se comportan las temperaturas en el interior de la superficie del cilindro, donde tenemos un problema de convección libre en la superficie interna del cilindro vertical de altura L (0.073475 m). Aplicamos las correlaciones de una placa plana, si el espesor δ de la capa límite es mucho menor que el diámetro D_i (0.10313 m) del cilindro ^[12]. Esta condición se satisface cuando

$$\frac{D}{L} \geq \frac{35}{Gr_L^{1/4}} \quad (\text{ec.2.6})$$

^[12] Frank P. Incropera, Fundamentos de Transferencia de Calor, Capítulo 9: Convección Libre, sección 9.6, pág. 493, 494.

Con una temperatura asumida interior del cilindro T_{s1} , tenemos

$$T_f = \frac{T_s + T_\infty}{2} = \frac{517.5 + 473}{2} = 495.25K \quad (\text{ec.2.7})$$

Con las propiedades termo físicas del aceite de motor a la temperatura de película: $\nu = 2.44 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$; $k = 0,1257275 \text{ W/m.K}$;

$\text{Pr} = 44.85$; $\alpha = 5.817 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$; $\beta = 0.0007 \text{ K}^{-1}$.

La longitud característica se calcula como el cociente de su área

$$\text{entre su perímetro: } L_c = \frac{A_s}{P} = \frac{0.023805}{0.794935} = 0.0299m \quad (\text{ec.2.8})$$

La relación D/L (diámetro del cilindro/ longitud del cilindro) es 1.4036.

$$\text{Número de Grashof } Gr_L: Gr_L = \frac{g\beta(T_s - T_\infty)L_c^3}{\nu^2} = 1.37 \times 10^6 \quad (\text{ec.2.9})$$

Donde se cumple la correlación $\frac{D}{L} \geq \frac{35}{Gr_L^{1/4}}$, por lo que podemos

aplicar las correlaciones de una placa vertical.

$$Ra_L = \frac{g\beta(T_s - T_\infty)L^3}{\nu\alpha} \quad (\text{ec.2.10})$$

$$Ra_L = 5.77 \times 10^7$$

Por medio de la correlación de Churchill & Chu tenemos:

$$\bar{Nu}_L = \frac{\bar{h}L}{k} = \left\{ 0.825 + \frac{0.387 Ra_L^{1/4}}{\left[1 + (0.942/\text{Pr})^{9/16} \right]^{1/4}} \right\}^2 = 67.150 \Rightarrow \bar{h} = 28193 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K} \quad (\text{ec.2.11})$$

$$\text{Donde: } q = \bar{h} A_s (T_s - T_\infty) = 298.66W \quad (\text{ec.2.12})$$

Con el coeficiente convectivo de $281.93 \text{ W/ m}^2\cdot\text{K}$ tenemos una resistencia aproximada a 300 W.

Las iteraciones de la temperatura de superficie se encuentran en el apéndice D y en el plano 3 se especifica con mayor detalle las conexiones a esta resistencia.

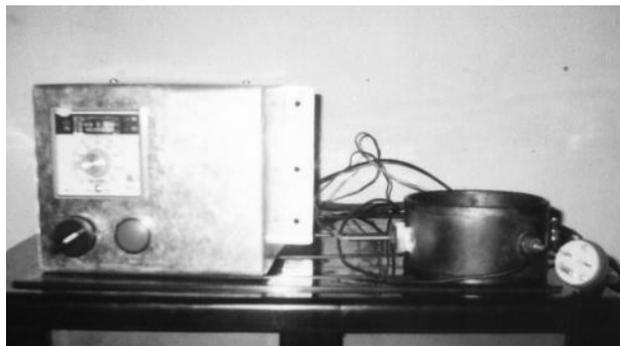


Fig.2.7. Calentador eléctrico con equipo de control

2.5. Zeolitas Naturales como Medio Filtrante

Para la etapa del proceso de filtración se usa un tamiz molecular (zeolitas naturales CLI) que permite la eliminación de partículas en suspensión. La existencia de una microporosidad en los cristales zeolíticos aporta el efecto de tamiz molecular que posibilita la extracción de moléculas indeseables por medio de un proceso de adsorción e intercambio iónico. En esta sección se estudia brevemente las bases de la filtración, para el cual se determinan la

existencia de una permeabilidad a través del lecho compacto y el papel resina y la construcción del filtro.

2.5.1. Bases de la filtración

La filtración es la separación de partículas sólidas o semisólidas que se encuentran suspendidas en un fluido al pasar a través de un medio poroso, fibroso o granular llamado medio filtrante mediante la aplicación de una fuerza impulsora en un período de tiempo determinado ^[13].

Las principales variables que se tomaron en cuenta para la experimentación son:

Variables de Proceso (aceite usado sin tratamiento)

% sedimentos del aceite usado	0.29
Tamaño de partícula a retener	~ 5 μm
Temperatura del fluido	130 – 180° C
pH del aceite usado	6.6
Viscosidad abs @ 27° C, Kg _m /m s	0.085
Densidad @ 27° C, kg/m ³	882.44

^[13] Procesos de Separación: Filtración, Laboratorio de Ingeniería Química UNAM, 1998, pagina 26.

Variables de Diseño

Caída de presión a través del filtro	65 psi
Resistencia del medio filtrante, $1/m^2$	$4.13 \times 10^{+10}$
Permeabilidad, m^2	2.3×10^{-13}
Tiempo de filtrado	30 min
% sedimentos aceite tratado	0.12

En la filtración identificamos tres factores:

Naturaleza de los sólidos (% sedimentos): La separación de sólidos, partículas deformables o rígidas de diferentes concentraciones y tamaños, que al depositarse en el medio filtrante, formarán capas sólidas (torta), disminuyendo el % sedimentos del aceite a tratar.

Medio filtrante (zeolita y papel resina): la selección de la zeolita CLI y el papel resina se realiza tomando en cuenta los siguientes parámetros:

Tamaño mínimo de partícula retenida:	$\sim < 5\mu m$
Permeabilidad existente	$7,4777 \times 10^{-13} m^2$
Resistencia al calor:	
ZEO CLI	700° C

Papel resina

250° C

Fuerza impulsora (presión de aire seco): la fuerza motriz es la presión de aire seco que impulsa al aire a forzar por el lecho.

El anexo E muestra el análisis de filtración, realizando una prueba a presión constante al aceite usado y determinando su reducción de sedimentos, como parámetros importantes en el lecho y papel resina.

2.5.2. Propiedades de la zeolita CLI

La zeolita a utilizarse en nuestros experimentos es la zeolita CLI. Esta zeolita es explotada en la PSE y está en continuas investigaciones para sus futuras aplicaciones de parte del proyecto VLIR-ESPOL, componente 6; motivo por el que se procede a trabajar con este tipo de zeolita CLI, además de los buenos resultados que se han obtenido con estos tipos de zeolitas CLI, como reducción de compuestos orgánicos sulfatados y elevar el nivel de pH en las aguas ácidas ^[14].

^[14] F.A. Mumpton, Journal of "Natural Zeolites", Department of the Earth Sciences, State University of New York.

TABLA 23
DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX) A ZEOLITA CLI:
POLICIA

Oxide	Mass%	StdErr	El	Mass%	StdErr
SiO2	62.28	0.54	Si	28.89	0.25
Al2O3	12.08	0.36	Al	6.39	0.19
Na2O	5.39	0.23	Na	4.00	0.17
Fe2O3	4.09	0.22	Fe	2.86	0.15
CaO	2.36	0.08	Ca	1.68	0.06
MgO	1.49	0.13	Mg	0.899	0.081
K2O	0.656	0.090	K	0.545	0.074
TiO2	0.535	0.037	Ti	0.321	0.022
BaO	0.066	0.013	Ba	0.059	0.011
SrO	0.054	0.012	Sr	0.0461	0.0099
P2O5	0.052	0.013	Px	0.0226	0.0056
V2O5	0.0128	0.0042	V	0.0072	0.0023
ZnO	0.0110	0.0052	Zn	0.0088	0.0042

Fuente: *Laboratorio Centralizado ETSI, Minas – Madrid, cortesía Fernando Morante, Tesis Doctoral 2004 (VLIR-ESPOL).*

La tabla 24 muestra una difracción de rayos X, se observan los porcentajes de elementos presentes en esta roca. La zeolita CLI tiene un mayor porcentaje de sodio, después del Si y Al. Las mayorías de tierra de Fuller y zeolitas, deben ser sódicas y no cálcicas para mejorar las depuraciones de aceites ^[15].

La tabla 24 muestra parámetros importantes para establecer ciertos parámetros de filtración.

^[15] Michael J. Semmens, Journal of "Cation-Exchange Properties of Natural Zeolites", Department of Civil and Mineral Engineering, University of Minnesota.

TABLA 24

Propiedades físicas de la zeolita CLI: POLICÍA

Zeolita CLI	forma de las partículas*	Porosidad interna (%)	densidad real (g/cm ³)	diámetro medio de los poros, Å	área superficial, m ² /g
POLICIA	S, C, P	34	1,71	31,54	76,84
Zeolita CLI	Temp. máx. operación, ° C	rango de pH de operación	relación Si/Al	capacidad Intercambio, meq/100g	volumen de poro, cm ³ /g
POLICIA	700	6 a 8	5,05	254	0,035

Fuente: *Caracterización de zeolitas de la PSE, VLIR-ESPOL, cortesía Fernando Morante, Tesis Doctoral, 2004.*

La zeolita CLI (muestra POLICIA) tiene una densidad real de 1.71 g/cm³. La principal propiedad de esta zeolita CLI es su poder adsorbente. Durante su deshidratación por 24 horas a 450° C, se expulsa agua y quedan partículas con muchos poros submicroscópicos, en los cuales está la mayor parte de la superficie adsorbente. La zeolita tiene una porosidad interna de 34 % y una superficie específica de 76.84 m²/g. El diámetro de poro es de 31.54 Å. La zeolita CLI suele tener un pH de operación comprendido entre 6 y 8 aunque es neutra o casi neutra puede actuar como un potente neutralizador de ácidos fuertes; mecanismo debido en su mayor parte a la adsorción selectiva.

Para la construcción del filtro se construye un anillo de acero especificado en el plano 4, el cual tiene una ranura de anillo tipo O de igual característica que el de las cabezas del cilindro. Y para reforzar que el aceite usado sin tratar no se mezcle con el aceite usado regenerado se coloca en la parte superior del anillo de acero una lámina comprimida con asbesto S1212/ S1200 a temperatura máxima de 540° C, presión máxima de 140 bar resistente a aceites, gasolina, combustibles, solventes y gases.

2.5.3. Construcción del filtro

Para el diseño del lecho compacto poroso probamos experimentalmente con 3 tipos de granulometría (45, 75 y 150 μ m); realizamos un tamizado al tamaño de grano requerido, y escogemos el tamaño de grano más fino (150 μ m) para el cual el lecho no se compacta, obteniendo un volumen de filtrado de aproximadamente 380 ml que permita tomar muestras para un posterior diseño experimental factorial. Hay que tener en cuenta que al aumentar el tamaño de grano, obtenemos un mayor volumen de filtrado pero puede disminuir la captación de ciertos compuestos contaminantes en el lecho.

Proceso de Construcción

Se da el caso que un sólido con un intervalo de tamaño satisfactorio para una operación determinada, puede resultar inconveniente para otra operación, aunque se trate de la misma sustancia. Por esto es conveniente señalar que procesos de depuraciones utilizan zeolitas con granulometría hasta 500 μm .

La medición de tamaño de partículas se las realiza por medio de un tamizado, que es el método más común para la clasificación granulométrica y consiste en pasar el material sucesivamente por una serie de tamices cedazos que poseen mallas progresivamente decrecientes. Se realiza el análisis de tamizado para tres granulometrías diferentes según la norma ASTM C429-65 (ver apéndice F).

La cantidad de zeolita CLI es de 181.8 g utilizando el 34% peso de zeolita y el resto del aceite usado. Para la selección del tamaño de grano para evitar compactaciones en el lecho, se analizó con pruebas de filtración a presión constante, examinando el porcentaje de sedimentos y color de estos aceites.

Se analizaron 3 granulometrías diferentes, como se observa en la tabla 25.

TABLA 25
TAMIZADO DE ZEOLITA CLI

Test 1

Tamiz Taylor	Dm (µm)	Peso zeo CLI (g)	Fracción en peso	fracción que pasa x tamiz
60	250	1,1	0,0011	1
100	150	2,3	0,0023	0,9989
200	75	2,4	0,0024	0,9966
270	53	367,5	0,3675	0,9942
325	45	381,6	0,3816	0,6267
400	38	194,2	0,1942	0,2451
>400	19	50,9	0,0509	0,0509

Test 2

1

Tamiz Taylor	Dm (µm)	Peso zeo CLI (g)	Fracción en peso	fracción que pasa x tamiz
60	250	1	0,001	1
100	150	1,28	0,00128	0,999
200	75	15,5	0,0155	0,99772
270	53	408,42	0,40842	0,98222
325	45	344,8	0,3448	0,5738
400	38	226,2	0,2262	0,229
>400	19	2,8	0,0028	0,0028

Test 3

1

Tamiz Taylor	Dm (µm)	Peso zeo CLI (g)	Fracción en peso	fracción que pasa x tamiz
60	250	561.1	0,5611	1
100	150	250	0.25	0.4389
200	75	95,3	0,0953	0,1889
>200	37,5	93,6	0,0936	0,0936

El proceso de tamizado del test 1, fue llevado a diferentes molinos: la trituradora de mandíbulas (paso inmediato), molino de rodillos (dos pasadas), molino de discos (dos pasadas) y finalmente el rodillo de bolas por 30 minutos. Se obtuvo de la granulometría requerida de 45 µm, 38% peso de una muestra de 1 kg.

El test 2 pasó por la trituradora de mandíbula, molino de rodillos (2 pasadas) y el molino de discos (2 pasadas). Se obtuvieron de 75 μm apenas un 1.55% por lo que se mezcló este tamaño de grano con 53 μm , ya que el porcentaje de este era representativo con 40.8 % peso.

El test 3 pasó por la trituradora de mandíbula y el molino de rodillos (2 pasadas), del tamaño de grano de 150 μm se obtuvo 25 % peso.

Se realizan las pruebas de filtrado a presión constante, probando con las granulometrías mostradas en la tabla 26.

PRUEBA 1: Tamaño de grano 45 μm .

El volumen de filtrado de esta muestra es de aprox. 10 ml. con un tiempo total de 10 minutos, donde a partir de este tiempo el fluido compacta al lecho formando una capa impermeable, impidiendo la circulación del aceite a través del lecho. Se realizan pruebas de filtración aumentando la presión de aire seco pero la fuerza impulsora rompe el papel filtro a 70 psi. Por lo que se procede a experimentar con una presión máxima de 65 ± 2 psi.

TABLA 26
PRUEBAS DE FILTRADO

No. Exp.	cap. (ml)	volumen de filtrado (ml)	tiempo de filtración, seg (min)	T oper. (°C)	P oper. (psi)
1	500	10	600 (10)	120	65
2	450	10	570 (9.5)	120	65

Test 2

No. Exp.	cap. (ml)	volumen de filtrado (ml)	tiempo de filtración, seg (min)	T oper. (°C)	P oper. (psi)
1	500	150	5400 (90)	120	65
2	450	160	5520 (92)	120	65
3	400	180	5460 (91)	120	65

Test 3

No. Exp.	cap. (ml)	volumen de filtrado (ml)	tiempo de filtración, seg (min)	T oper. (°C)	P oper. (psi)
1	500	430	2700 (45)	120	65
2	450	420	2580 (43)	120	65
3	400	385	1800 (30)	120	65

PRUEBA 2: Tamaño de grano 75 μm .

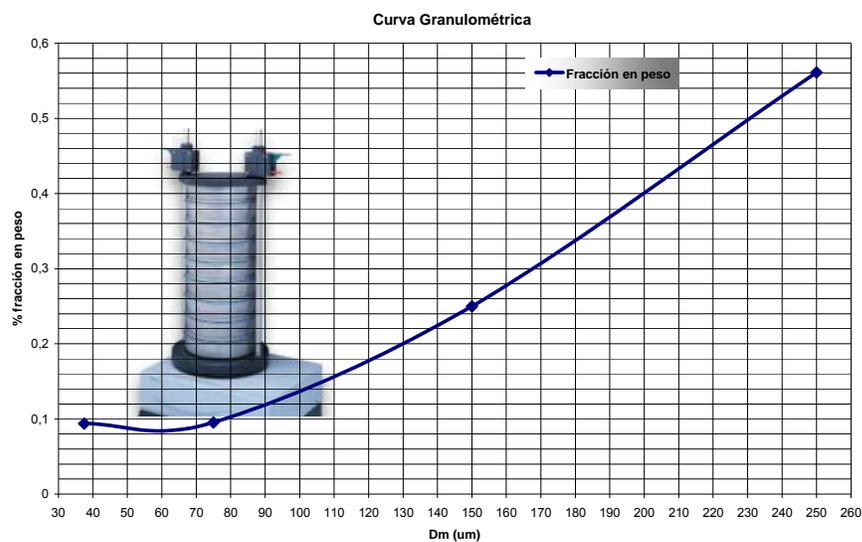
El volumen de filtrado es de aproximadamente 150 ml con un tiempo total de 90 min. A partir de esto llega a ocurrir compactaciones en el lecho. Sin embargo se observa un color café claro del aceite usado, que originalmente tenía un color negro. Se observa una reducción de 0.1 % de sedimentos.

PRUEBA 3: Tamaño de grano 150 μm .

El volumen de filtrado en esta prueba es de 385 ml con un tiempo de 30 minutos. No ocurren compactaciones, pero la calidad del aceite se puede ver alterada al aumentar el tamaño de grano. Se observa una reducción de 0.12% de sedimentos.



Fig.2. 8. Compactaciones del lecho a granulometrías de 45 μm (lado derecho) y 75 μm (lado izquierdo).



Test3

Carcasa filtro (g)	filtro+zeo (g)	filtro+zeo+membrana	zeo en el filtro (g)
288,8	470,6	471,8	181,8
Molinos	Aspectos técnicos		tiempo de operación (min)
Trituradora De Mandíbulas	230/ 460 V 2 HP, 1735 RPM 60 Hertz		10
Rodillos	220/ 440 V 2 HP, 900/ 750 RPM 50 Hertz		20

Fig.2.9 Curva granulométrica: tamices Taylor de Test 3. Cantidad de zeo CLI en el filtro y molinos usados en el Test 3.

De los análisis de filtrado se elige la prueba 3, ya que no se compacta el lecho y disminuye el porcentaje de sedimentos en el aceite.

Se escoge un lecho de zeolitas tipo CLI de 181.8 g (34 % peso) con un tamaño de grano de 150 μm y con una altura del lecho poroso de 15 mm.

El volumen de aceite a tratar es de 400 ml, obteniendo un volumen de filtrado de 385 ml. El tiempo de filtrado es de 30 minutos.

En el apéndice E se presenta una hoja de un test de filtración, dando propiedades importantes como el flujo filtrado, permeabilidad mínima y resistencia del medio filtrante.

CAPÍTULO 3

3. DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño experimental estadístico (DOE), es ampliamente utilizado en experimentos en los que intervienen varios factores para estudiar el efecto conjunto de éstos factores sobre una variable de respuesta. Del proceso escogido en el capítulo 2, se realiza una evaluación experimental de 8 tratamientos por medio de un diseño estadístico factorial 2^3 completamente aleatorizado, analizando en este capítulo los efectos e interacciones que tienen los niveles de los factores en las variables de respuesta.

3.1. Selección de los Factores, Variables de Respuesta y Niveles a Experimentar

Por medio de la selección del proceso estudiado en la sección 2.2, se analizan los factores que influyen en las propiedades del aceite usado.

Factores

Los factores más importantes que pueden incidir sobre una variable de respuesta son:

El *porcentaje en volumen* y la *concentración del ácido sulfúrico*. Una buena mezcla entre el aceite y el ácido puede mejorar el índice de viscosidad al remover hidrocarburos aromáticos, pero en vez de extraer ciertos contaminantes del aceite formando un lodo insoluble, puede acelerar el proceso de oxidación. En nuestro experimento no se varía la concentración de ácido sulfúrico.

La *temperatura*, es el parámetro más importante que influye sobre las variables de respuestas del aceite usado. Al aumentar la temperatura se eliminan algunos compuestos volátiles, hidrocarburos ligeros y agua, por lo que siempre aumenta la viscosidad de un lubricante al realizar este tipo de tratamiento. Si se necesita un aceite de más viscosidad, se calienta a temperatura entre 130 y 325° C a presiones reducidas y por tiempos extendidos; los aceites lubricantes tienen una estabilidad térmica hasta 371° C.

El *tiempo*, es importante en las depuraciones y se ha observado que en las regeneraciones se utilizan flujos de 2 gph a 6 gph, aunque actualmente ya existen regeneraciones a 100 gph. El equipo Shlegel utiliza tiempos desde 1 a 5 horas dependiendo la carga (viscosidad y contaminantes en el aceite). Además que para la adsorción con zeolitas CLI se necesitan tiempos prolongados para el contacto del aceite con la zeolita de 30 minutos.

La *presión de aire seco*, parámetro importante en la etapa de filtración. Para el proceso de adsorción de compuestos sulfatados, ácidos orgánicos y neutralización de pHs bajos, es imprescindible bajas presiones de aire seco que forza al aceite usado a pasar por el lecho. De esta adsorción depende una buena estabilidad térmica y a la oxidación, que tiende a mejorar el índice de viscosidad.

Con respecto al lecho compacto de zeolitas naturales deshidratadas, tenemos los siguientes factores que influyen en las variables de respuesta:

El *tamaño de grano*, es importante dependiendo los contaminantes que presente el aceite. Granos muy gruesos pueden contribuir a una menor presión de filtrado, pero aumentar la concentración de partículas metálicas y óxidos de azufre. Granos muy finos son usados para decolorar y purificar aceites minerales y contribuyen a un mejor proceso de adsorción, pero se suele tener problemas de

compactaciones en el filtro. Este factor no se varía en nuestro proceso experimental.

La *altura del lecho*, muy relacionada con el porcentaje en masa de la zeolita CLI, de una buena selección de cantidad de tierra usada por volumen de aceite depende una buena remoción de ácidos orgánicos, minerales o solventes. Este factor no se varía en nuestro proceso experimental.

TABLA 27
PROPIEDADES DEL ACEITE SAE 40 USADO (testigo)

Propiedad	Cantidad
Sedimentos, %vol	0,29
Agua, % vol	0,41
Viscosidad, cSt @ 40° C	43
Viscosidad, cSt @ 100° C	5,4
I.V.	27,6
pto. Inflamación, ° C	211,5
° API	28,9
densidad kg/l @27° C	0,882
pH	6,6
cenizas sulfatadas % peso	0,965

Variables de Respuestas

Un aceite es identificado por propiedades como son la viscosidad, índice de viscosidad, punto de inflamación, cenizas sulfatadas, ° API y densidad. Otras propiedades secundarias, pero no menos importantes son: nivel de Ph y porcentaje de sedimentos y agua.

La tabla 27 muestra los valores del aceite SAE 40 usado (testigo). Se pretende que con la influencia de los factores analizados, cambien las propiedades de este aceite usado, como:

La *viscosidad* se espera que aumente con los factores estudiados. Se predice en el aceite SAE 40 usado un posible contenido de hidrocarburos ligeros y agua en menor proporción.

El *índice de viscosidad* es muy bajo en este aceite. Por lo que posiblemente haya ocurrido un proceso de oxidación e inestabilidad térmica en el aceite. Se tiene la expectativa de un crecimiento en esta.

El *punto de inflamación*, ha caído poco, sin embargo con la reducción de los compuestos volátiles se espera que aumente este punto de inflamación.

° *API* y *densidad*, su variación es ligera con respecto al SAE 40, un ligero incremento es esperado en los grados API debido a la reducción del agua en el aceite.

Cenizas sulfatadas, ya que el aceite a tratar es mineral, puede ser la presencia de algún aditivo en mínimas proporciones o al desgaste de partículas metálicas del motor. Se espera que reduzca este porcentaje.

pH no es tan ácido el aceite, y la expectativa es que aumente neutralizando al aceite debido al lecho compacto de zeolita CLI.

%sedimentos y agua, se espera que el porcentaje de agua se reduzca por medio de una deshidratación con ácido y térmica. Con respecto a los sedimentos se espera retener estos en el lecho y filtro y reducir así su porcentaje en volumen.

Niveles a experimentar

Analizados los factores, experimentaremos con dos niveles: alto y bajo (ver tabla 28), para examinar si la tendencia es aumentar o disminuir un nivel de un factor en las variables de respuesta.

Los factores que no varían sus niveles son:

En el PRE-TRATAMIENTO se aplica un ligero calentamiento a todos los aceites.

<i>Concentración de ácido sulfúrico:</i>	2 M.
<i>Cantidad de ácido sulfúrico:</i>	5% vol.
<i>Calentamiento</i> → temperatura	120° C
→ tiempo	40 min.

En la FILTRACIÓN se prueba un lecho compacto de zeolitas CLI deshidratadas (ver sección 2.5.3), con el que se obtuvieron los siguientes resultados:

<i>Tamaño de grano:</i>	150 µm
<i>Altura del lecho:</i>	15 mm

Los factores que varían sus niveles no tienen comportamientos intermedios (puntos de inflexión) que varían con las variables de respuesta, es decir, o bien son linealmente crecientes o decrecientes como exponencialmente crecientes o decrecientes.

En la DESHIDRATACIÓN TÉRMICA, se varía la *temperatura* con un valor mínimo de 130° C y un máximo de 180° C, se comprobará cual temperatura es la que mayor influencia tiene en las propiedades del aceite usado. Estas temperaturas son escogidas principalmente para aumentar la viscosidad de los aceites.

Con respecto al *tiempo*, escogemos niveles que puedan ser eficaces al proceso. Además este es dependiente de la viscosidad y contaminantes presentes en el aceite. Del equipo Shlegel se toman tiempos a experimentar de 50 a 90 min.

TABLA 28

FACTORES CON SUS NIVELES RESPECTIVOS DEL MODELO 2³

Factores	Nivel bajo -	Nivel alto +	Unid.
Temperatura (A)	130	180	°C
Tiempo (B)	50	90	min.
Presión de aire seco(C)	30	60	PSI

En la FILTRACIÓN, tenemos la *presión de aire seco*, de la cual se realizaron algunas pruebas antes de la experimentación, llevando a presiones máximas de 65 psi, para el cual el papel resina soporta el

esfuerzo producido por dicha presión y el lecho de zeolita CLI no se compacta (ver sección 2.2.3). Los niveles a experimentar son de 30 psi y 60 psi.

3.2. Limitaciones del Experimento

El prototipo diseñado, es un equipo para la posible regeneración de aceites usados, con la ventaja de cumplir tres etapas en un mismo equipo, pre-calentamiento, deshidratación térmica y la filtración.

Se tomaron factores importantes de seguridad, como un proceso de diseño para la hermetización del equipo de pruebas a experimentar con altas temperaturas. Tanto el cuerpo cilíndrico como las cabezas roscadas están diseñados con cargas máximas considerando la presión ejercida por la temperatura. Un margen de corrosión aplicado, da un sobredimensionamiento del equipo.

La selección de sellos y juntas sellantes es importante recalcar. Los anillos tipo O como la lámina comprimida de asbesto, son seleccionados en base al proceso que aplica temperaturas tan altas como 180° C y a la compatibilidad con los aceites minerales.

Se cumple un sellado hermético mediante las pruebas hidrostáticas, y con las pruebas neumáticas se comprobó que los componentes no estaban defectuosos.

Para la operación y control del proceso experimental, tanto en el pre-tratamiento como la deshidratación térmica se utilizó una resistencia eléctrica tipo banda (de máxima temperatura 200° C), una termocupla tipo J que lleva la señal a un controlador analógico ON OFF, con una variación de $\pm 5^\circ$ C. La termocupla tipo J, marcó la temperatura exterior del cilindro, calibrando el controlador a una temperatura menor de la establecida en el fluido.

Temperatura del controlador = temperatura del fluido – 20° C.

El manómetro usado en las experimentaciones marca una presión máxima de 200 psi con un error de ± 5 psi.

En la etapa de la filtración al abrir la válvula de entrada de aire y la válvula de descarga de aceite en la cabeza roscada inferior se obtuvieron fluctuaciones de hasta ± 10 psi al forzar al aceite a pasar por el lecho. Por lo que podría incidir en las variables de respuesta dando un nivel de presión de aire seco con 10 psi menos o más.

El compresor utiliza un deshidratador para el envío de aire seco al aceite, a más de tener un tanque de aire que por medio de un presostato prende y apaga en ± 5 psi. Finalmente se utiliza una válvula de alivio calibrada a 140 psi, para controlar un posible exceso de presión.

Con respecto al muestreo de aceites, el método de BSW que mide el porcentaje de sedimentos y agua, sólo mide porcentajes de volumen mínimos de 0.05% vol para el agua y 0.1 %vol para los sedimentos, afectando al modelo estadístico por las repeticiones de valores % sedimentos.

Las mediciones de viscosidad se las realiza por medio de un viscosímetro SUS, con temperaturas de 21 a 98° C. Esto puede llevar a errores pequeños, ya que se miden la viscosidad a 40 y 98° C, y luego por medio de las correlaciones estudiadas en el capítulo 1 se llega a una viscosidad a 100° C.

No se varían otros factores de importancia en una buena depuración, como: probar con diferentes camas (zeolitas y tierras diatomeas), tamaño de grano, altura del lecho (analizados en la sección 2.5), concentración de ácido sulfúrico. Sin embargo los factores aplicados son elementales para una buena depuración del aceite.

Las variaciones y fluctuaciones de la presión es preocupante, ya que si se experimentaría con niveles muy cercanos con diferencias de 10 psi, se echaría a perder el resultado experimental mostrando resultados equívocos de un nivel a otro; no obstante las variaciones son diferencias muy amplias (30 psi).

3.3. Período de prueba del Experimento

Una planificación del trabajo experimental se muestra en la figura

3.1.

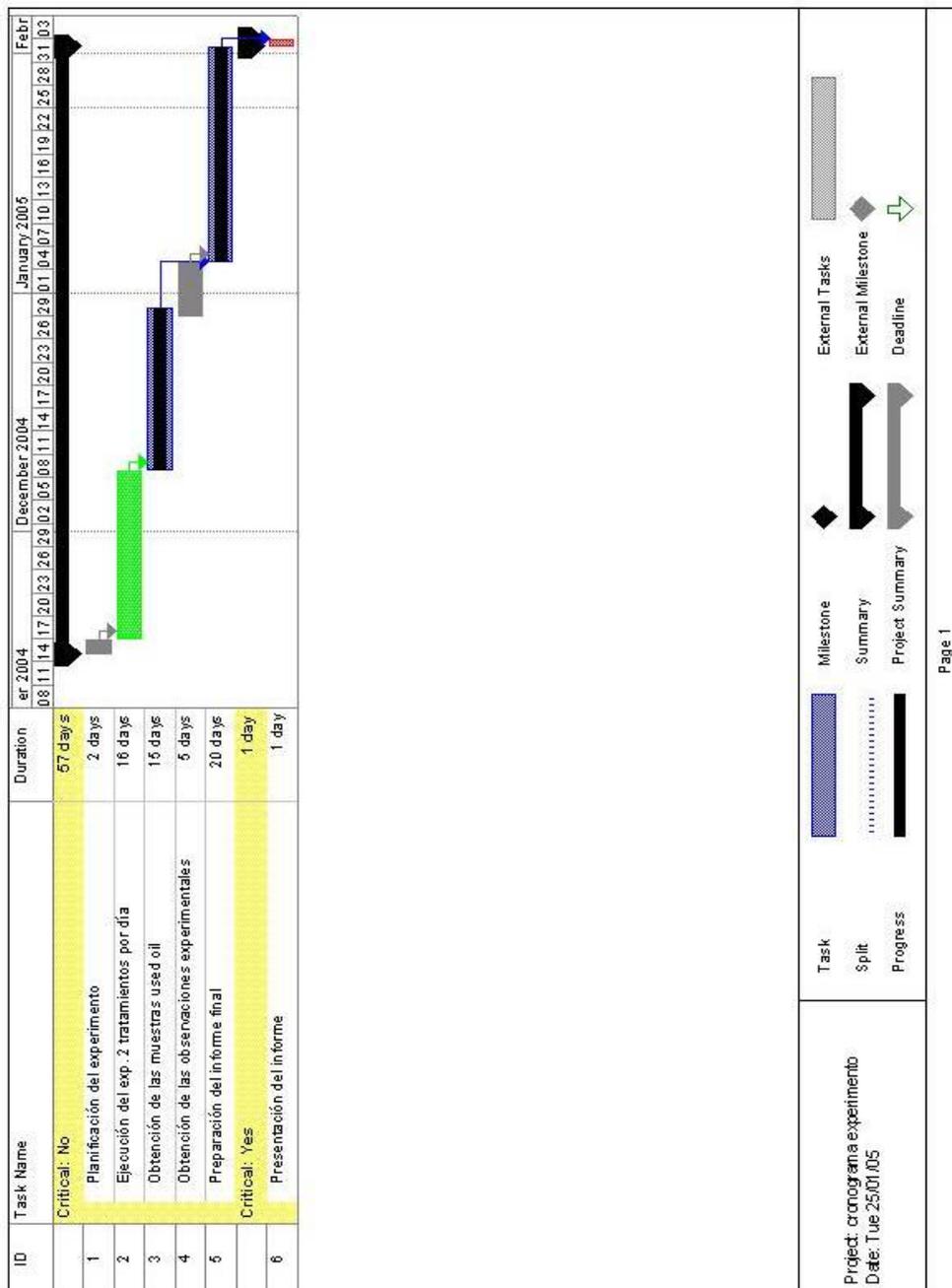


Fig. 3.1. Planificación del trabajo experimental

En la tabla 29 se muestra el tiempo que demora el proceso experimental, no se toma en cuenta la sedimentación que se realiza al aceite por 8 días.

TABLA 29
TIEMPO DEL PROCESO DE REGENERACIÓN DE ACEITE

Descripción	min
Puesta a punto del equipo preparación equipo experimental filtrado de aceite usado	15
Pre-tratamiento ácido sulfúrico	120
pre-calentamiento	40
Deshidratación térmica (50 y 90)	90
Filtración	30
Tiempo total	4,92 horas
	295

3.4. Modelo Factorial 2^3 en Diseño Completamente Aleatorizado

El diseño de experimentos escogido aumenta la intensidad de la información (la señal). El enfoque está casi enteramente en una buena selección de los factores, de sus niveles y de su afectación o no a las variables de respuesta.

Los diseños factoriales completos son los más empleados en la investigación cuando el número de factores no excede de 3,

analizando los efectos de varios factores ya sean estos los efectos principales o los efectos que producen las interacciones de los mismos ^[16], este diseño factorial completo posee varias características importantes como:

En vez de conducir una serie de estudios independientes podemos con eficacia combinar estos estudios en uno.

Los diseños factoriales son la única manera eficaz de examinar efectos de la interacción.

Una desventaja es que el número de tratamientos en un diseño factorial completo crece exponencialmente, a medida que se incrementa el número de factores, niveles o réplicas.

Con los factores y niveles seleccionados, se realiza un experimento factorial 2^3 para estudiar el efecto que tiene la Temperatura, el Tiempo y la Presión de aire seco sobre las variables de respuestas.

De la tabla 28, la Temperatura se designa como el factor A, con dos niveles de interés: 130° C y 180° C. El Tiempo constituye el factor B, con dos niveles: 50 min y 90 min; y la Presión de aire seco el factor C, con dos niveles: de 30 psi y 60 psi.

Arbitrariamente, los dos niveles de los factores pueden llamarse “nivel bajo (o inferior)” y “nivel alto (o superior)”.

^[16] Montgomery Douglas, Diseño y Análisis de Experimentos, 3ra Edición, Grupo Editorial Ibero América. Capítulo: Diseño Factoriales.

Se establecen un total de 8 tratamientos con dos réplicas, dando un total de 16 pruebas experimentales aleatorizadas mostradas en la tabla 30. En el apéndice G se detalla el diseño experimental factorial y sus formulaciones.

El objetivo será probar hipótesis acerca de la igualdad de los efectos de los tratamientos y los efectos de las interacciones, y si la hipótesis se rechaza (H_0), se concluye que los efectos de los factores y/o de los tratamientos difieren, en consecuencia, el efecto de un factor y/o interacción afecta significativamente la variable de respuesta.

Se pueden probar estas hipótesis por medio de un análisis de la varianza. (Sección 3.5).

TABLA 30
MEDICIONES DE LAS VARIABLES DE RESPUESTA

Std Order	Run Order	Blocks	Temperatura (°C)	Tiempo (min.)	Presión aire (psi)	% sedimentos	% agua	Viscosidad @40°C, cSt	Viscosidad @100°C	V.I.	Pto. Inflamación (° C)	° API ¹	Densidad ¹ (kg/l)	pH	Cenizas Sulfatadas %wt
15	1	1	180	90	30	0,12	0,05	99	10,45	84,97	248	28,5	0,884375	7	0,88
16	2	1	180	90	60	0,12	0,08	98	9,01	48,81	245	28,4	0,88492808	6,5	0,9
14	3	1	180	50	60	0,1	0,09	94,5	8,44	34,34	230	28,1	0,886591479	6,3	0,94
9	4	1	130	50	30	0,08	0,36	94,5	8,44	34,34	221	27,9	0,88770389	6,8	0,86
13	5	1	180	50	30	0,1	0,09	95	9,01	54,55	230	28,1	0,886591479	6,7	0,94
11	6	1	130	90	30	0,1	0,2	94,5	8,44	34,34	237	28,2	0,886036318	7,2	0,83
10	7	1	130	50	60	0,08	0,34	94	8,14	22,43	210	27,9	0,88770389	6,3	0,88
12	8	1	130	90	60	0,1	0,25	94	8,44	35,44	240	28,2	0,886036318	6,6	0,86
1	9	1	130	50	30	0,08	0,34	94	8,44	35,44	220	28	0,887147335	6,9	0,87
7	10	1	180	90	30	0,12	0,06	100	9,87	70,4	250	28,6	0,883822611	6,9	0,87
6	11	1	180	50	60	0,1	0,1	95	8,44	33,24	225	28,2	0,886036318	6,4	0,93
4	12	1	130	90	60	0,1	0,26	93,5	8,15	23,61	243	28,1	0,886591479	6,4	0,85
3	13	1	130	90	30	0,1	0,24	94,5	8,92	52,49	240	28,1	0,886591479	7	0,82
2	14	1	130	50	60	0,08	0,36	94	8,44	35,44	215	27,9	0,88770389	6,5	0,88
5	15	1	180	50	30	0,1	0,08	95,5	8,91	50,19	226	28	0,887147335	6,9	0,93
8	16	1	180	90	60	0,12	0,08	99	8,91	43,34	240	28,5	0,884375	6,4	0,91
		*	TESTIGO			0,3	0,4	43	5,55	43,22	213	28,8	0,8827199	6,6	0,97
		*	TESTIGO			0,28	0,42	43	5,25	11,98	210	28,9	0,882169576	6,6	0,96

3.5. Análisis Estadístico del Modelo: tabla ANOVA

El análisis de la varianza permite determinar que efectos principales y de las interacciones son estadísticamente significativos.

El estadístico para probar las hipótesis hechas en el modelo experimental es $F_0 = \frac{MS_{Tratamientos}}{MS_{Error}}$, las hipótesis nulas H_0 que se

formulan se rechazan si $F_0 > F_{0.05,1,8}$, donde $F_{0.05,1,8}$ es el valor

crítico de la prueba que se lo obtiene de la tabla estadística de la distribución F con $\alpha = 0.05$ (5% de significancia y 95% de probabilidad), con 1 grado de libertad del numerador y 8 grados de libertad del denominador, el valor de $F_{0.05,1,8}$ es = 5.32.

Si la hipótesis nula H_0 se rechaza se concluye que los efectos de los tratamientos correspondientes afectan significativamente la variable de respuesta del experimento, en otras palabras, el efecto es significativo. De la misma manera para las interacciones entre efectos. A continuación se elaboran las tablas ANOVAs para las diferentes variables de respuesta analizadas en el experimento.

Tabla 31. Análisis de varianza para los datos de % Sedimentos

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Rechaza } H_0$
Temperatura	0,0016	1	0,0016	1,34158E+15	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	0,0016	1	0,0016	1,34158E+15	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión de aire	0	1	0	0	5,3177	No se Rechaza Ho.
AB	1,92593E-34	1	1,9259E-34	1,61487E-16	5,3177	No se Rechaza Ho.
AC	0	1	0	0	5,3177	No se Rechaza Ho.
BC	1,92593E-34	1	1,9259E-34	1,61487E-16	5,3177	No se Rechaza Ho.
ABC	0	1	0	0	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	9,54098E-18	8	1,1926E-18			
Total	0,0032	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 32. Análisis de varianza para los datos de % agua

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Rechaza } H_0$
Temperatura	0,1849	1	0,1849	1056,571429	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	0,018225	1	0,018225	104,1428571	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión de aire	0,001225	1	0,001225	7	5,3177	Se Rechaza Ho.
AB	0,0081	1	0,0081	46,28571429	5,3177	Se Rechaza Ho.
AC	4,81482E-35	1	4,8148E-35	2,75133E-31	5,3177	No se Rechaza Ho.
BC	0,000625	1	0,000625	3,571428571	5,3177	No se Rechaza Ho.
ABC	0,0001	1	0,0001	0,571428571	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	0,0014	8	0,000175			
Total	0,214575	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 33. Análisis de varianza para los datos de viscosidad cSt @ 40° C

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Rechaza } H_0$
Temperatura	33,0625	1	33,0625	176,3333	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	16	1	16	85,3333	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión de aire	1,5625	1	1,5625	8,3333	5,3177	Se Rechaza Ho.
AB	16	1	16	85,3333	5,3177	Se Rechaza Ho.
AC	0,0625	1	0,0625	0,3333	5,3177	No se Rechaza Ho.
BC	0,25	1	0,25	1,3333	5,3177	No se Rechaza Ho.
ABC	0	1	0	0	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	1,5	8	0,1875			
Total	68,4375	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 34. Análisis de varianza para los datos de viscosidad cSt @ 100° C

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Re chaza } H_0$
Temperatura	1,9811	1	1,9811	41,6571	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	0,9653	1	0,9653	20,2982	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión de aire	1,2713	1	1,2713	26,7316	5,3177	Se Rechaza Ho.
AB	0,5439	1	0,5439	11,4371	5,3177	Se Rechaza Ho.
AC	0,3511	1	0,3511	7,3819	5,3177	Se Rechaza Ho.
BC	0,2093	1	0,2093	4,4012	5,3177	No se Rechaza Ho.
ABC	0,0495	1	0,0495	1,0410	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	0,3805	8	0,0476			
Total	5,7518	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 35. Análisis de varianza para los datos de Índice de viscosidad

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Re chaza } H_0$
Temperatura	1337,9135	1	1337,9135	23,7254	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	545,5728	1	545,5728	9,6747	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión de aire	1226,2253	1	1226,2253	21,7448	5,3177	Se Rechaza Ho.
AB	202,8488	1	202,8488	3,5971	5,3177	No se Rechaza Ho.
AC	230,2048	1	230,2048	4,0822	5,3177	No se Rechaza Ho.
BC	109,8828	1	109,8828	1,9486	5,3177	No se Rechaza Ho.
ABC	6,4898	1	6,4898	0,1151	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	451,1334	8	56,3917			
Total	4110,2712	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 36. Análisis de varianza para los datos de Punto de Inflamación

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 1} \Rightarrow \text{Rechaza } H_0$
Temperatura	289	1	289	40,561	5,3177	Se Rechaza H_0.
Tiempo	1722,25	1	1722,25	241,719	5,3177	Se Rechaza H_0.
Presión de aire	36	1	36	5,053	5,3177	No se Rechaza H_0 .
AB	30,25	1	30,25	4,246	5,3177	No se Rechaza H_0 .
AC	1	1	1	0,140	5,3177	No se Rechaza H_0 .
BC	6,25	1	6,25	0,877	5,3177	No se Rechaza H_0 .
ABC	72,25	1	72,25	10,140	5,3177	Se Rechaza H_0.
Error	57	8	7,125			
Total	2214	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 37. Análisis de varianza para los datos de Gravedad °API

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Re chaza } H_0$
Temperatura	0,2756	1	0,2756	63	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	0,3906	1	0,3906	89,2857	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión	0,0006	1	0,0006	0,1429	5,3177	No se Rechaza Ho.
AB	0,0306	1	0,0306	7	5,3177	Se Rechaza Ho.
AC	0,0006	1	0,0006	0,1429	5,3177	No se Rechaza Ho.
BC	0,0056	1	0,0056	1,2857	5,3177	No se Rechaza Ho.
ABC	0,0156	1	0,0156	3,5714	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	0,0350	8	0,0044			
Total	0,7544	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 38. Análisis de varianza para los datos de pH

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Re chaza } H_0$
Temperatura	0,0225	1	0,0225	1,8	5,3177	No se Rechaza H_0 .
Tiempo	0,09	1	0,09	7,2	5,3177	Se Rechaza H_0.
Presión de aire	1	1	1	80	5,3177	Se Rechaza H_0.
AB	0,0025	1	0,0025	0,2	5,3177	No se Rechaza H_0 .
AC	0,0025	1	0,0025	0,2	5,3177	No se Rechaza H_0 .
BC	0,01	1	0,01	0,8	5,3177	No se Rechaza H_0 .
ABC	0,0025	1	0,0025	0,2	5,3177	No se Rechaza H_0 .
Error	0,1	8	0,0125			
Total	1,23	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

Tabla 39. Análisis de varianza para los datos de Cenizas Sulfatadas, % peso

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de Cuadrados	F_0	$F_{0.05, 1, 8}$	Criterio $F_0 > F_{0.05, 1, 8} \Rightarrow \text{Re chaza } H_0$
Temperatura	0,012656	1	0,012656	289,285714	5,3177	Se Rechaza Ho.
Tiempo	0,006006	1	0,006006	137,285714	5,3177	Se Rechaza Ho.
Presión de aire	0,001406	1	0,001406	32,142857	5,3177	Se Rechaza Ho.
AB	0,000156	1	0,000156	3,571429	5,3177	No se Rechaza Ho.
AC	0,000056	1	0,000056	1,285714	5,3177	No se Rechaza Ho.
BC	0,000506	1	0,000506	11,571429	5,3177	Se Rechaza Ho.
ABC	0,000056	1	0,000056	1,285714	5,3177	No se Rechaza Ho.
Error	0,000350	8	0,000044			
Total	0,021194	15				

Si se rechaza la hipótesis nula H_0 , el efecto correspondiente es significativo.

El análisis de sedimentos y agua se da en %vol. Este fue medido por el método de BSW (Basic Sediments & Water), la medición mínima es de 0.05 % vol., con un error de $\pm 0.01\%$ vol.

TABLA 40
VISCOSIDADES DEL ACEITE TRATADO

Factores			SUS @ 40° C	SUS@ 98° C	cSt @ 40° C	cSt @ 98° C	cSt @ 100° C	IV
T (°C)	t (min)	P (psi)						
180	90	30	460	59	99	11	10,45	84,97
180	90	30	461	60	100	10,4	9,87	70,4
180	90	60	458	58	98	9,5	9,01	48,81
180	90	60	459	58	99	9,4	8,91	43,34
180	50	30	455	58	95	9,5	9,01	54,55
180	50	30	456	57	95,5	9,4	8,91	50,19
180	50	60	454	55	94,5	8,9	8,44	34,34
180	50	60	455	55	95	8,9	8,44	33,24
130	90	30	454	55	94,5	8,9	8,44	34,34
130	90	30	454	56	94,5	9,4	8,92	52,49
130	90	60	453	55	94	8,9	8,44	35,44
130	90	60	452	54	93,5	8,6	8,15	23,61
130	50	30	454	55	94,5	8,9	8,44	34,34
130	50	30	453	55	94	8,9	8,44	35,44
130	50	60	453	54	94	8,6	8,14	22,43
130	50	60	453	55	94	8,9	8,44	35,44
TESTIGO			201	45	43	5,81	5,55	43,22
			201	44	43	5,5	5,25	11,98

La determinación de las viscosidades se las hace por medio del viscosímetro SUS. Se calibra el instrumento a la temperatura deseada, se vierte 100 ml en el viscosímetro y se toma el tiempo que demora en caer la primera gota en un matriz de 60 ml. llenándose hasta la línea de aforo. Por medio de un nomograma presentado en el anexo A, se une la viscosidad SUS con los grados API, y se dan los valores de viscosidad cinemática a 40 y 98° C. Para establecer

una viscosidad a 100° C, se utilizan las correlaciones explicadas en la sección 1.4.1; esta metodología presenta errores $\pm 5\%$. Las viscosidades a 40 y 100° C se presentan en la tabla 40. Con estas viscosidades se establece el índice de viscosidad por la norma ASTM D 2270.

Para la determinación del punto de inflamación se realiza la prueba por la norma ASTM D93 por Pensky Martens.

La medición de los ° API, se realiza con un higrómetro, con una escala de 19 a 40 ° API, y la medición de la densidad se realiza con la ecuación explicada en la sección 1.4.4. La medición de cenizas sulfatadas es realizada por la norma D 874.

Estas normas ASTM D presentan variaciones menores de 0.1%.

La medición del pH se realiza con un ph-metro con una exactitud ± 1 .

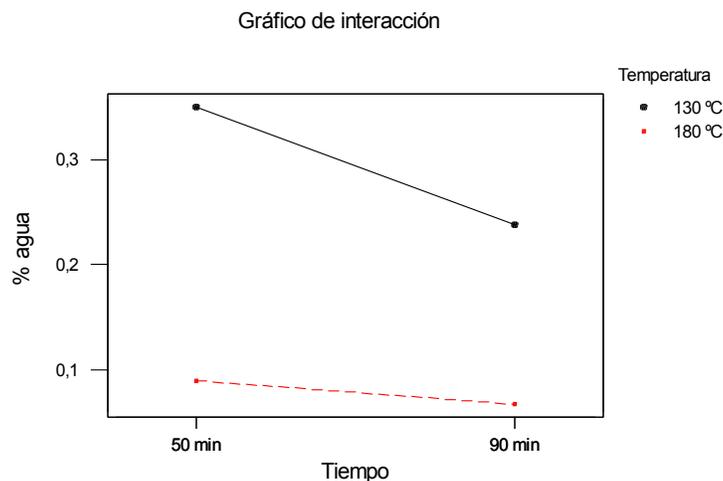


Fig.3.2. Interacción de la temperatura y tiempo en el % agua

Las tablas 31 a la 39, muestran los análisis de varianza. El análisis de varianza para los datos de % de agua (tabla 31) muestra que los efectos de la temperatura, tiempo y presión de aire afecta significativamente a una reducción del porcentaje de agua, además que el efecto de la interacción entre la temperatura y tiempo afecta de una manera significativa la reducción de agua (ver figura 3.2).

El análisis de varianza para la viscosidad a 40° C (tabla 32) muestra que los efectos más significativos son la temperatura, tiempo y presión de aire. Pero exista una interacción entre la temperatura y tiempo, observándose una mayor viscosidad a mayor temperatura (ver figura 3.3).

Gráfico de interacción

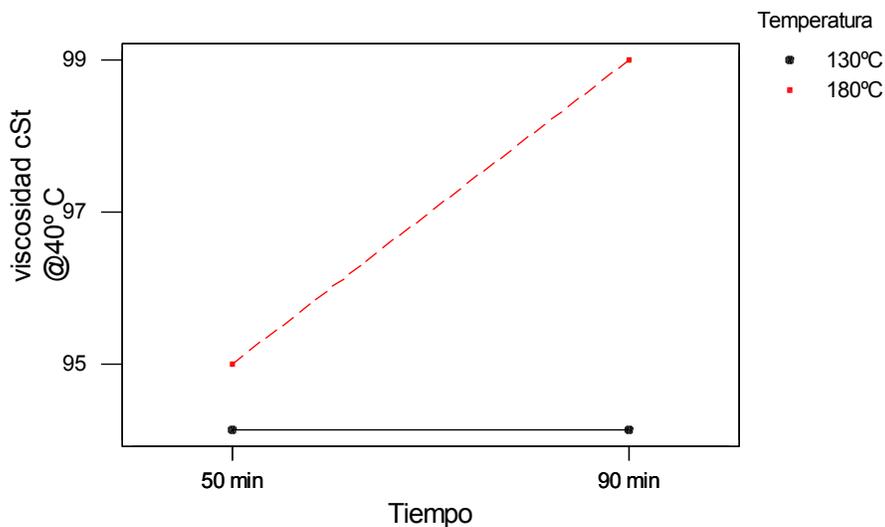


Fig.3.3. Interacción entre temperatura y tiempo en la viscosidad a 40° C

La viscosidad a 100° C muestra interacciones entre la temperatura y tiempo, y temperatura y presión de aire (figura 3.4).

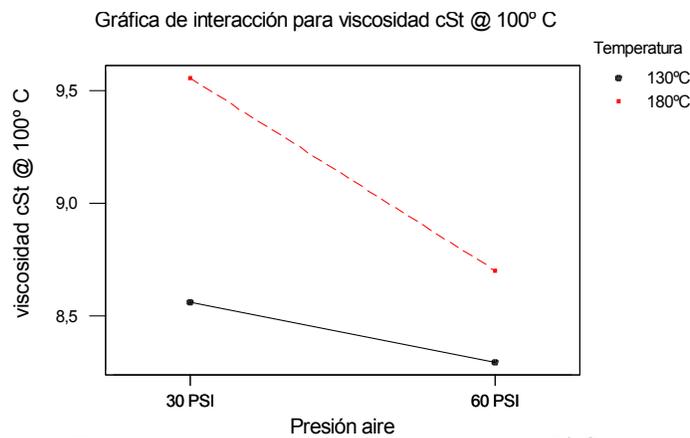
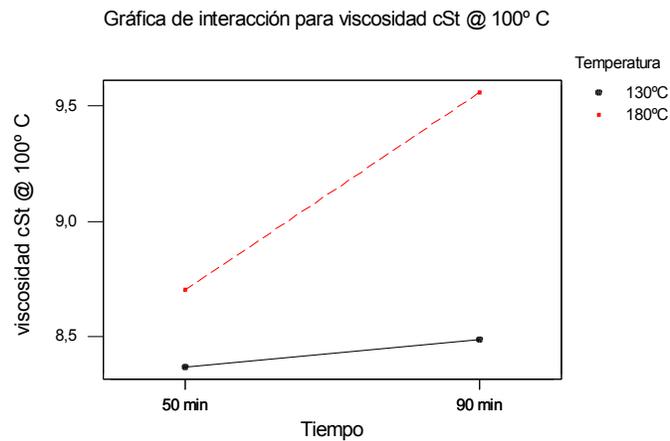
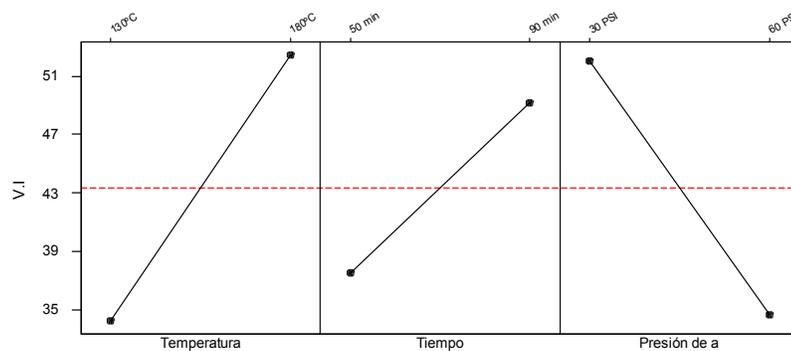


Fig.3.4. Interacciones en la viscosidad a 100° C

Fig.3.5 Gráfica de efectos principales para Índice de viscosidad (V.I.)



Los efectos principales del índice de viscosidad mostrados en la figura 3.5 son la temperatura, tiempo y presión de aire.

Con respecto al punto de inflamación se muestra una interacción entre la temperatura, tiempo y presión de aire (figura 3.6).

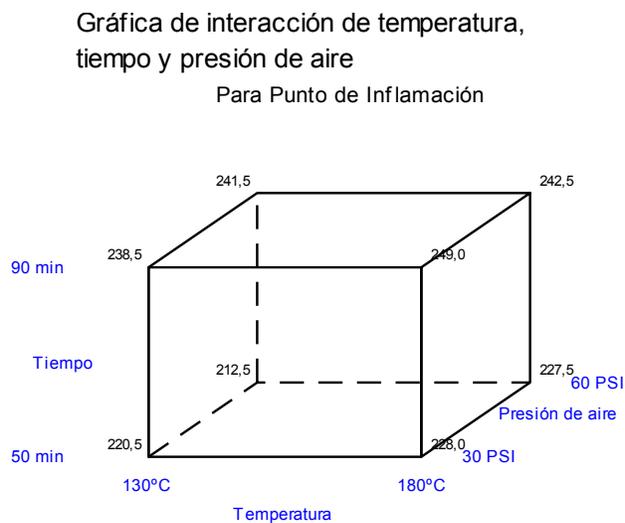


Fig.3.6. Interacción de los efectos en el punto de inflamación

Con los ° API existe una interacción entre la temperatura y tiempo (figura 3.7).

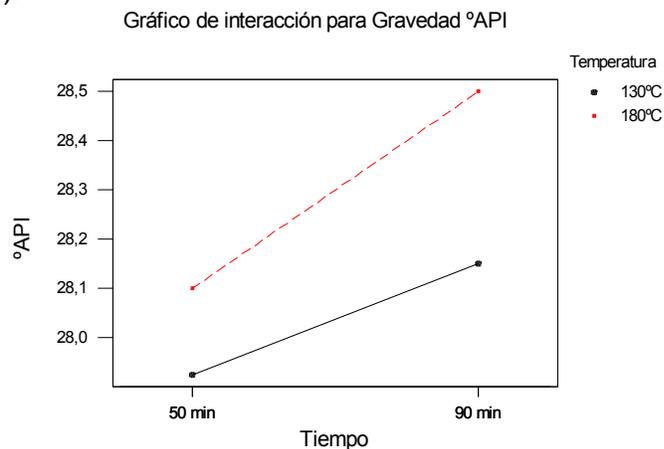


Fig.3.7. Interacción de la temperatura y tiempo en los °API

El pH está influenciado básicamente por los efectos del tiempo y presión de aire (figura 3.8).

Gráfica de efectos principales para pH

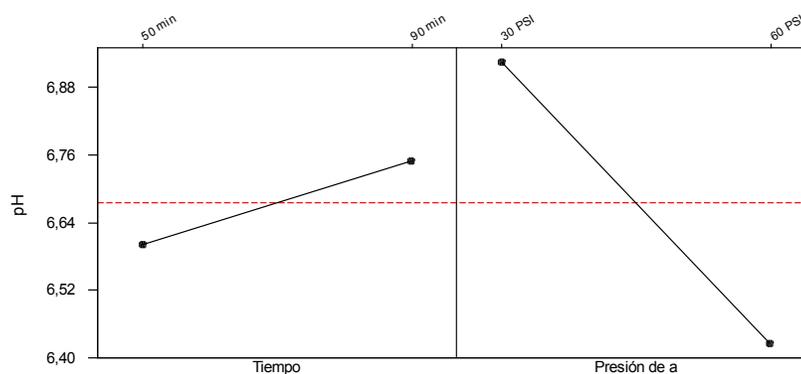


Fig.3.8. Efectos de la presión de aire y tiempo en el pH.

Para el porcentaje de cenizas sulfatadas existe una interacción entre el tiempo y la presión de aire que tiene efecto en esta propiedad (figura 3.9).

Gráfica de interacción para cenizas sulfatadas

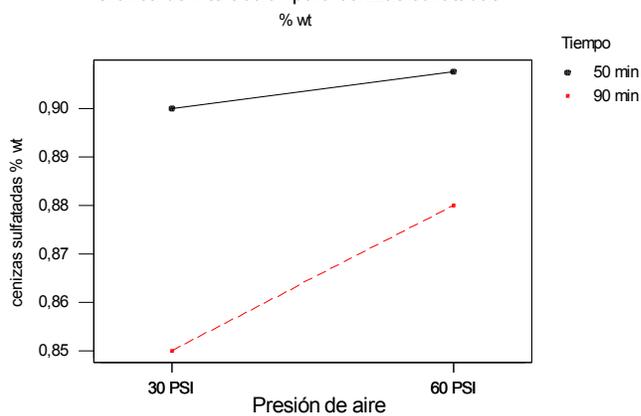


Fig.3.9. Interacción de la presión de aire y tiempo en el % cenizas sulfatadas

3.6. Comprobación de Idoneidad del Modelo

Antes de poder adoptar las conclusiones del análisis de varianza debe probarse el cumplimiento de ciertas suposiciones, tales como los errores que sean independientes, estén normalmente distribuidos con media cero y varianza σ^2 .

Por medio de una gráfica de probabilidad Normal de los residuos se comprobará si cumple esta suposición. Si la distribución de los errores es normal, ésta gráfica parecerá una línea recta.

La única variable de respuesta que no cumple esta propiedad es el % sedimentos por la cantidad de datos repetitivos de un tratamiento a otro (ver figura 3.10).

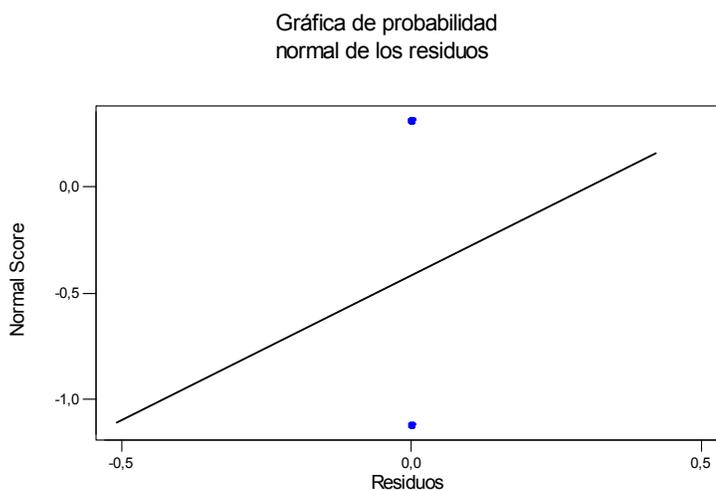


Fig.3.10 Residuos de % sedimentos no tienen una distribución normal NID $(0, \sigma^2)$

Las demás variables de respuesta cumplen con las comprobaciones de idoneidad del modelo explicadas en el apéndice G. Y los niveles de los factores que maximizan o minimizan las variables observadas se muestran en la tabla 41.

TABLA 41
NIVEL DE LOS FACTORES QUE DEBEN SER FIJADOS PARA
GARANTIZAR UN VALOR MÁXIMO O MÍNIMO EN LAS
VARIABLES OBSERVADAS EN EL EXPERIMENTO

Variable observada en el experimento	Efectos significativos	Maximizar minimizar	Temperatura	Tiempo	Presión de Aire
% agua	Temperatura	0.35	130° C	50 min	60 PSI
	Tiempo Presión Temperatura-tiempo	0.055	180° C	90 min	30 PSI
Viscosidad cSt @ 40° C	Temperatura	99.5	180° C	90 min	30 PSI
	Tiempo Presión Temperatura-tiempo	93.875	130° C	50 o 90 min	60 PSI
Viscosidad cSt @ 100° C	Temperatura	10.16	180° C	90 min	30 PSI
	Tiempo Presión Temperatura-tiempo Temperatura-presión	8.29	130° C	50 min	60 PSI
Índice de viscosidad V.I	Temperatura	77.685	180° C	90 min	30 PSI
	Tiempo Presión	28.935	130° C	50 min	60 PSI
Punto de Inflamación, ° C	Temperatura	249	180° C	90 min	30 PSI
	Tiempo Temperatura-tiempo-presión	212.5	130° C	50 min	60 PSI
° API	Temperatura	28.5	180° C	90 min	30 o 60 PSI
	Tiempo Temperatura-tiempo	27.925	130° C	50 min	30 o 60 PSI
Ph	Tiempo	7.025	130 o 180 ° C	90 min	30 PSI
	Presión de aire	6.375	130 o 180° C	50 min	60 PSI
Cenizas sulfatadas, % wt	Temperatura	0.935	180° C	50 min	60 PSI
	Tiempo Presión Tiempo-presión	0.825	130° C	90 min	30 PSI

CAPÍTULO 4

4. CONCLUSIONES y RECOMENDACIONES

Por medio de una evaluación experimental al aceite SAE 40 usado, se analizan los resultados de las propiedades físicas que cambiaron en el aceite usado por los factores y niveles experimentados. En este capítulo se procede a una discusión de los resultados de la tabla 41, recalcando la importancia que tuvo un nivel de un factor o la interacción entre ellos para mejorar las propiedades del aceite.

Se establece el mejor tratamiento para aplicar en el proceso experimental, mostrando los niveles de los factores que mejoraron las variables estudiadas. Finalmente se procede a una recomendación para futuros estudios en la depuración de aceites usados.

4.1. Discusión de los Resultados

Todas las variables estudiadas mostraron una variación con respecto al tratamiento.

El porcentaje de agua se reduce influenciado por la interacción de los factores de un nivel alto de temperatura y un nivel alto de tiempo. Por lo que por medio del calentamiento y la deshidratación térmica se reduce de una cantidad de 0.41 a 0.055 % agua.

La viscosidad cinemática a 40° C marca que con un tratamiento de 180° C/ 90 min/ 30 psi se obtiene una viscosidad de 99.5 cSt. Además que con la viscosidad a 100° C con el mismo tratamiento se obtiene una viscosidad máxima de 10.16 cSt. Este aceite tiene la tendencia de un grado SAE 30. La interacción de la temperatura con el tiempo es el efecto principal en esta propiedad, dado en el proceso por una deshidratación térmica a bajas presiones.

El índice de viscosidad está influenciado por los efectos tanto de la temperatura, tiempo y presión de aire seco. Es decir que la etapa de deshidratación térmica (donde se experimenta temperatura y tiempo) tiene un gran aporte en el proceso, y la presión relacionada al contacto del aceite a través del lecho de zeolita CLI influye en el

proceso. Se marca un índice de viscosidad de 77.68, aunque se esperaba un índice de viscosidad más elevado.

El punto de inflamación aumenta en el proceso debido al efecto de la interacción de la temperatura, tiempo y presión de aire seco. Se deduce que por el nivel alto de temperatura gran cantidad de volátiles se evaporaron del aceite con un mayor tiempo, luego con el paso del aceite por el lecho de zeolitas CLI con menor presión, hubo un mayor contacto entre las moléculas del aceite y las cavidades de la zeolita CLI que retuvieron compuestos orgánicos que mantenían un punto de inflamación bajo.

Los ° API estuvieron influenciados por el efecto de la interacción de la temperatura y tiempo. Básicamente en el proceso de deshidratación cambian las propiedades de este aceite. El cual cambia ligeramente con respecto al aceite sin tratar.

El pH influenciado por el tiempo y la presión de aire seco, debido posiblemente a que con un nivel alto y un calentamiento se eliminan ciertos ácidos de bajo punto de ebullición. Y con la presión de aire seco con un nivel bajo hay mayor contacto de la zeolita con ácidos

del aceite, haciendo que la zeolita CLI sea un neutralizador de estas sustancias.

Las cenizas sulfatadas, mostrando una interacción entre el tiempo y la presión de aire seco, pudiendo pronosticar que por medio de un calentamiento a mayor tiempo se eliminan compuesto de azufre de la infiltración del combustible y ciertos aditivos del aceite responsables de las cenizas. Con la presión de aire seco a un nivel bajo se retienen algunos compuestos sulfatados. El tratamiento de 130° C/ 90 min/ 30 psi redujo una cantidad de 0.965% peso a 0.825% peso.

Con respecto al porcentaje de sedimentos no cumple las asunciones del diseño experimental, sin embargo este porcentaje disminuyó en los diferentes tratamientos aplicados, por lo que la zeolita y el filtro redujeron una cierta cantidad de sedimentos y partículas metálicas presentes en el aceite usado. Además se podría deducir que por la reacción del aceite con el ácido, este formó los lodos insolubles y retuvo ciertos contaminantes en este y al formarse una mayor masa de lodo se retuvo en la zeolita. El mejor tratamiento en este experimento fue 130° C/ 50 min/ 30 psi. Se redujo de una cantidad de 0.29 a un 0.08% de sedimentos.

TABLA 42

**TRATAMIENTO FIJADO QUE MEJORA LAS PROPIEDADES DEL
ACEITE USADO**

Tratamiento Experimental	°C/min./psi 180/90/30
% sedimentos	0.12
% agua	0.055
Viscosidad cSt @ 40° C	99.5
Viscosidad cSt @ 100° C	10.16
Índice de viscosidad VI	77.685
Pto. Inflamación, ° C	249
° API	28.55
pH	7.025
Cenizas sulfatadas, %wt	0.875

4.2. Posibles Niveles de los Factores para Mejorar el Proceso

Con respecto a las propiedades físicas del aceite se observa en la tabla 42 que el tratamiento de 180° C, 90 min y 30 psi, es el más adecuado para el proceso, ya que este a parte de tener una viscosidad a 100° C de 10.16 cSt, asemejándose a un aceite SAE 30, sin embargo el índice de viscosidad de este tratamiento es muy bajo para los aceites de motor. El porcentaje de cenizas sulfatadas no se logra reducir tanto como en otro tratamiento.

CONCLUSIONES

- El aceite SAE 40 usado por medio de un proceso de depuración multietapa tiende a ser de un grado SAE 30. Sin embargo, de este proceso se obtiene un bajo índice de viscosidad. El tratamiento que mejoró las propiedades del aceite es el de 180° C/ 90 min/ 30 psi.

- Recurriendo a un diseño experimental factorial 2^3 completamente aleatorizado y por medio de un análisis de la varianza se escogieron los efectos más significativos. Estos efectos tuvieron concordancia lógica con respecto a lo esperado del proceso de depuración, tales como
 - i) Aumento de la viscosidad del aceite con un tratamiento de la temperatura (130° C – 180° C).
 - ii) Reducción del porcentaje de agua, por el pre-tratamiento y deshidratación aplicada.
 - iii) Aumento del punto de inflamación, por lo que se obtienen aceites de baja volatilidad.
 - iv) Neutralización del aceite, ya que el pH es alrededor de 7.
 - v) Reducción del porcentaje de cenizas presentes en el aceite.

- La neutralización del aceite se debe en su mayor parte al lecho de zeolita con un 34 % peso y un tamaño de grano de 150 μm . Con presiones de aire seco sobre el aceite de 30 psi, hay mayor tiempo de contacto para que ocurra un proceso de adsorción de la zeolita con compuestos ácidos del aceite.
- Con la deshidratación térmica y posterior filtración por el lecho de zeolitas se mejoran los puntos de inflamación. Se eliminan los compuestos orgánicos volátiles, con una temperatura de 180° C y con presiones de aires seco de 30 psi, bajando la volatilidad del aceite regenerado.

RECOMENDACIONES

- Se puede mejorar los índices de viscosidad por medio de aditivos mejoradores de IV. Además, es recomendado que para una posible re-utilización del aceite se realice pruebas en una máquina o motor para comprobar su estabilidad térmica, oxidación y el comportamiento de la película hidrodinámica del lubricante, así como su tiempo de

vida. Recuérdese que las propiedades del aceite son necesarias, pero no suficientes para la re-utilización en un motor.

- Con los resultados obtenidos en el Diseño Experimental (DOE), mejoran algunas variables. Sin embargo otras como el índice de viscosidad es muy bajo, por lo que este proceso no sería recomendado para mejorar esta propiedad en el aceite.

- Para una próxima experimentación para seguir mejorando las propiedades del aceite usado, se debería tomar en cuenta los factores analizados y los que no se variaron, tales parámetros son:
La concentración de ácido sulfúrico,
Camas de tierras diatomeas (Natril y Tonsil) y zeolitas,
Tamaño de grano de estas tierras y
Cantidad de tierra con respecto al aceite a tratar.
Por la cantidad de experimentos y si se decide experimentar con más factores (más de 3 factores) sería recomendable realizar un diseño experimental fraccionado.

- El proceso seleccionado marca puntos de inflamación elevados, por lo que este proceso sería recomendado para aceites contaminados con agua, combustible y compuestos orgánicos volátiles, además de la reducción de sedimentos y cenizas.

APÉNDICES

Apéndice		Pág.
A	Propiedades importantes de los aceites lubricantes	136
B	Análisis de Elementos Finitos en las Cabezas de un Recipiente a Presión utilizando SAP 2000	142
C	Juntas de Sellado	149
D	Tablas de Diseño de un Calentador Eléctrico	159
E	Parámetros de Filtración	162
F	Procedimiento del Análisis de Tamizado (ASTM C429-65)	174
G	Modelo Factorial 2^3 en diseño Completamente Aleatorizado	176

APÉNDICE A

Propiedades importantes de los aceites lubricantes

Tabla		Pág.
A.1	GRADOS DE VISCOSIDAD SAE PARA ACEITES DE MOTOR	137
A.2	CLASIFICACIÓN API PARA LOS ACEITES DE MOTORES A GASOLINA	138
A.3	Nomograma equivalente de viscosidad cinemática, SUS, SFS, y viscosidad absoluta	140
A.4	REQUERIMIENTOS FÍSICOS PARA ACEITES DE MOTOR	141
A.5	PROPIEDADES FÍSICAS DE CIERTOS FLUIDOS	141

TABLA A 1
GRADOS DE VISCOSIDAD SAE PARA ACEITES DE MOTOR

Grados de Viscosidad SAE	Viscosidad ² de arranque a baja temperatura (°C), cP Máx	Viscosidad ³ , de bombeo a baja temperatura (°C), cP Max sin Yield Stress	Viscosidad ⁴ cinemática(cSt) a 100 °C Mín	Viscosidad ⁴ cinemática(cSt) a 100 °C Máx	Viscosidad ³ a alto corte (cP) a 150 °C y 106 s ⁻¹ Mín
0W	3250 @ -30	60,000 a -40	3.8	-	-
5W	3500 @ -25	60,000 a -35	3.8	-	-
10W	3500 @ -20	60,000 a -30	4.1	-	-
15W	3500 @ -15	60,000 a -25	5.6	-	-
20W	4500 @ -10	60,000 a -20	5.6	-	-
25W	6000 @ -5	60,000 a -15	9.3	-	-
20	-	-	5.6	< 9.3	2.6
30	-	-	9.3	< 12.5	2.9
40	-	-	12.5	< 16.3	2.9 (grados 0W-40, 5W-40 y 10W-40)
40	-	-	12.5	< 16.3	3.7 (grados 15W-40, 20W-40, 25W-40, 40)
50	-	-	16.3	< 21.9	3.7
60	-	-	21.9	< 26.1	3.7

NOTA- 1 cP = 1 mPaos; 1 cSt = 1 mm²/s
1 Todos los valores son especificaciones críticas definidas por ASTM D 3244 (ver texto, Sección 3).
2 ASTM D 5293
3 ASTM D 4684: (ver también Apéndice B y texto, Sección 4.1); Notar que la presencia de cualquier yield stress detectable por este método constituye una falla sin importar la viscosidad.
4 ASTM D 445 / 5 ASTM D 4683, CEC L-36-A-90 (ASTM D 4741)

© 2002 El logotipo Esso y el diseño del tigre son marcas registradas de ExxonMobil Corporation.
© ExxonMobil Corporation. Todos los derechos reservados. Debido a las continuas investigaciones y desarrollo de productos, la información aquí contenida está sujeta a cambios sin previo aviso. La publicación de esta página no implica disponibilidad local inmediata del producto. Publicado por Esso Petrolera Argentina S.R.L. – Consultas al 0800-888088

El API, con ayuda técnica de ILSAC, SAE y ASTM, ha establecido Categorías de Servicio API para Motores, que describen varios grados de severidad de operación de un motor.

TABLA A2

CLASIFICACIÓN API PARA LOS ACEITES DE MOTORES A GASOLINA

CATEGORÍA DE SERVICIO API	DESCRIPCIÓN DEL ACEITE
SA	Aceite mineral puro (sin aditivos).
SB	Anti-oxidante, anti-agripado, pero sin detergente.
SC	Protección contra depósitos a alta y baja temperatura, desgaste, herrumbre y corrosión; satisface requisitos de garantía de fabricantes de automóviles para 1967 y anteriores.
SD	Mejor protección que aceites SC; satisface los requisitos de garantía de modelos de 1971 y anteriores.
SE	Mejor protección que aceites SD, satisface los requisitos de garantía de modelos de 1980 y anteriores.
SF	Mejor anti-desgaste y anti-oxidación; satisface los requisitos de garantía de modelos de 1988 y anteriores.
SG	Mejor control de depósitos de barro; satisface los requisitos de garantía de modelos de 1989 y más modernos.
SH	Utiliza los límites de ensayo de API SG pero incorpora requisitos estadísticos de ensayo y otras guías exigentes para mejorar la calidad del producto; la calidad SH se especifica para vehículos de modelos posteriores a 1994.
SJ	Servicio de Mantenimiento para motores en garantía fabricados a partir de 1997.
SL	Servicio de Mantenimiento para motores en garantía fabricados a partir de 2001

Las Categorías de Servicio API para Motor están divididas en una serie “S” (spark, encendido a chispa), que designa el criterio para aceites vendidos en estaciones de servicio, revendedores de automóviles y garajes, para ser impulsados por gasolina y camiones livianos; y una serie “C” (compression,

encendidos por compresión), que designa el criterio de servicio para aceites usados mayormente en vehículos comerciales diesel, tales como camiones pesados, equipos de construcción, y vehículos agrícolas. Categorías de Servicio API SJ y CH-4, los diseños cambiantes de motores a través de los años han demandado cada vez más de los aceites, necesitando la adición periódica de nuevas Categorías de Servicio API para definir niveles de desempeño más elevados. La más reciente, y por ende la más exigente, categoría de servicio API para automóviles de pasajeros es SL, recomendada para automóviles a gasolina de modelos posteriores a 2001. Un aceite API SL ofrece mayor desempeño que un aceite SJ. Un aceite SL también se recomienda para vehículos más antiguos como reemplazo de categorías de servicio API SJ o más antiguas.

La categoría API para vehículos comerciales más exigente es CI-4, introducida en Octubre de 2002 y diseñada para motores diesel turbocargados. Estos aceites son especialmente efectivos en sostener la durabilidad del motor cuando se usa la Recirculación de Gases de Escape. Los aceites API CI-4 pueden usarse en lugar de los aceites CH-4.

Tabla A.3. Nomograma equivalente de viscosidad cinemática, SUS, SFS, y viscosidad absoluta

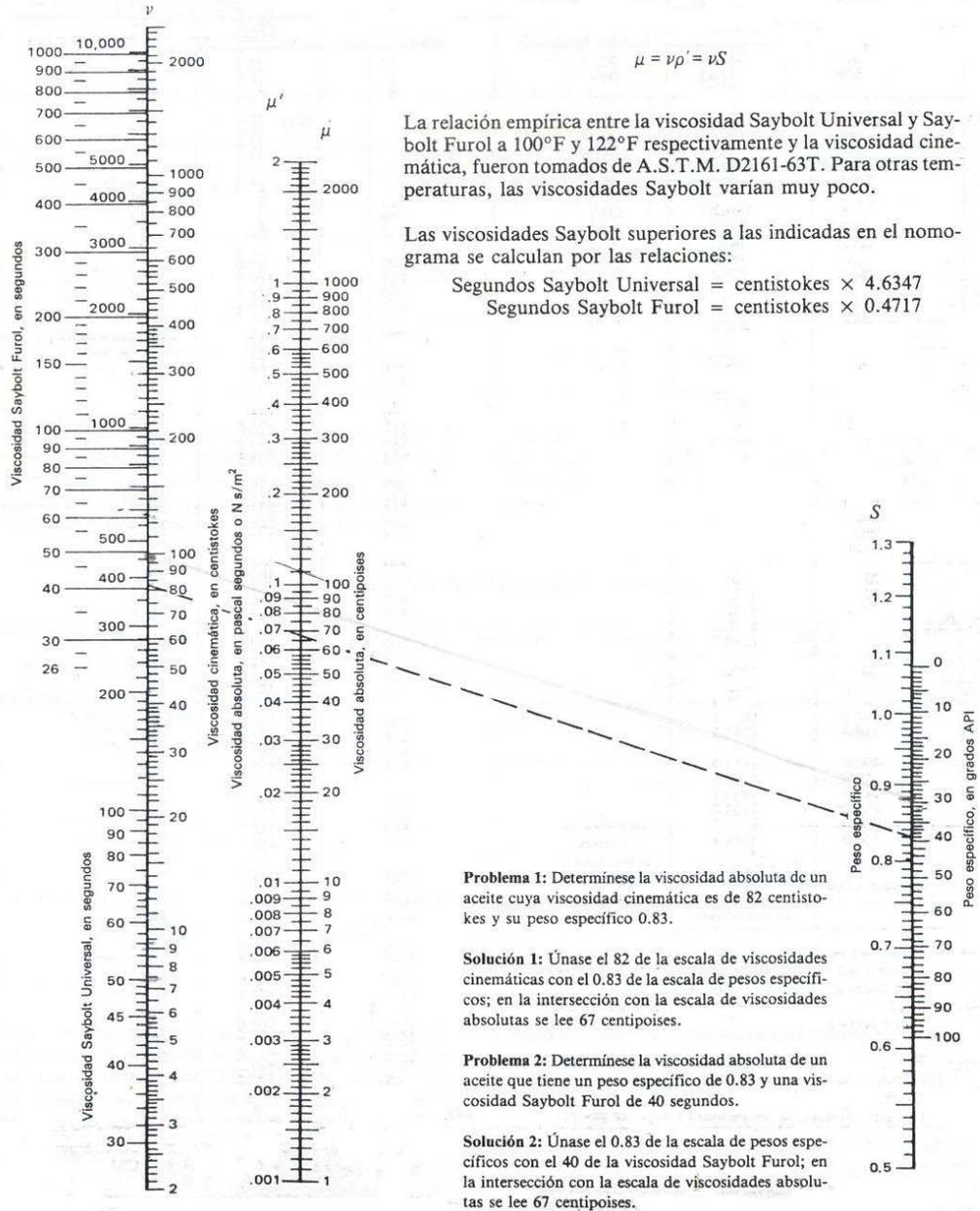


TABLA A3
REQUERIMIENTOS FÍSICOS PARA ACEITES DE MOTOR

Número de viscosidad SAE	Punto de fluidez (max) ^a	Punto de fluidez estable (max) ^a	Punto de inflamación(min) ^a
0W			
5W			
10W	-32° C	-32° C	205° C
15W			
20W	^a	^a	^a
25W			
20			
30	-18° C	NR	220° C
40	-15° C	NR	225° C
50	-9° C	NR	230° C
5W-20	-40° C	-40° C	200° C
10W-30	-32° C	-32° C	205° C
15W-40	-23° C	-23° C	215° C

^a Grados no especificados
NR no requerido

TABLA A4
PROPIEDADES FÍSICAS DE CIERTOS FLUIDOS

Fluido	Viscosidad a 40° C (cSt)	VI	Densidad g/cm ³ a 15° C	Punto de Fluidez (° C)	Punto de Inflamación (° C)
Aceites minerales					
Nafténicos	17	70	0.876	-43	177
Parafínicos	17	100	0.861	-18	190
Superrefinados	14	92	0.842	-60	204
Polímero-grueso	15	226	0.827	<-62	107
Poliiolefinas	16	121	0.816	<-62	204

APÉNDICE B

**Análisis de Elementos Finitos en las Cabezas de un Recipiente a
Presión utilizando SAP 2000**

Se procede a un diseño donde la presión ejercida por el desprendimiento de los gases debido al aumento de temperatura actúa en las tapas del equipo depurador de aceite.

Aplicando una presión de diseño tenemos lo siguiente:

100	Psi	Presión interna máx. operación	
0	Psi	Presión de operación externa	
SAE 40	Usado	Fluido de operación	
73,5	Mm	altura del fluido	
0,88		SG	
200	° C	Máx. temperatura de diseño	
634,5108	Pa	Presión hidrostática	$\rho g \Delta h$
159755,75	Pa	Presión generada por los gases	$T_f P_i / T_i$
	Presión de diseño	(849865,961) Pa	
		123,2626 Psi	

Esta presión dividida para el área que actúa en las cabezas, produce una fuerza de 658.079 N en los nodos de las tapas.

Las variables de entrada del diseño se especifican a continuación, incluyendo en la carga fluctuante (la fuerza de 658.079 N) consideraciones como la temperatura y la presión interna máxima de operación.

Material	A-53B
Isotrópico	
Margen por corrosión	3,175 mm (0,125 in)
Cargas consideradas:	Presión interna Temperatura
Módulo de elasticidad	199900 N/mm ²

Razón de Poisson	0,3		
Coef. Expansión térmica	1,17E-05 /°C		
S _y	248,2 N/mm ²		
Shell	SECA53B		
Espesor	4 Mm		
Restricciones			
	Junta 19	Junta 13	Junta 7
Cabeza elipsoidal			
Áreas divididas	Δ	215,3984 mm ²	644,9715 mm ²
Fuerza ejercida x P. diseño	658,079 N (pulsante)		
Deformación máx.	0.0824		
Esfuerzo de Von Mises máx.	4.13 N/mm ²		

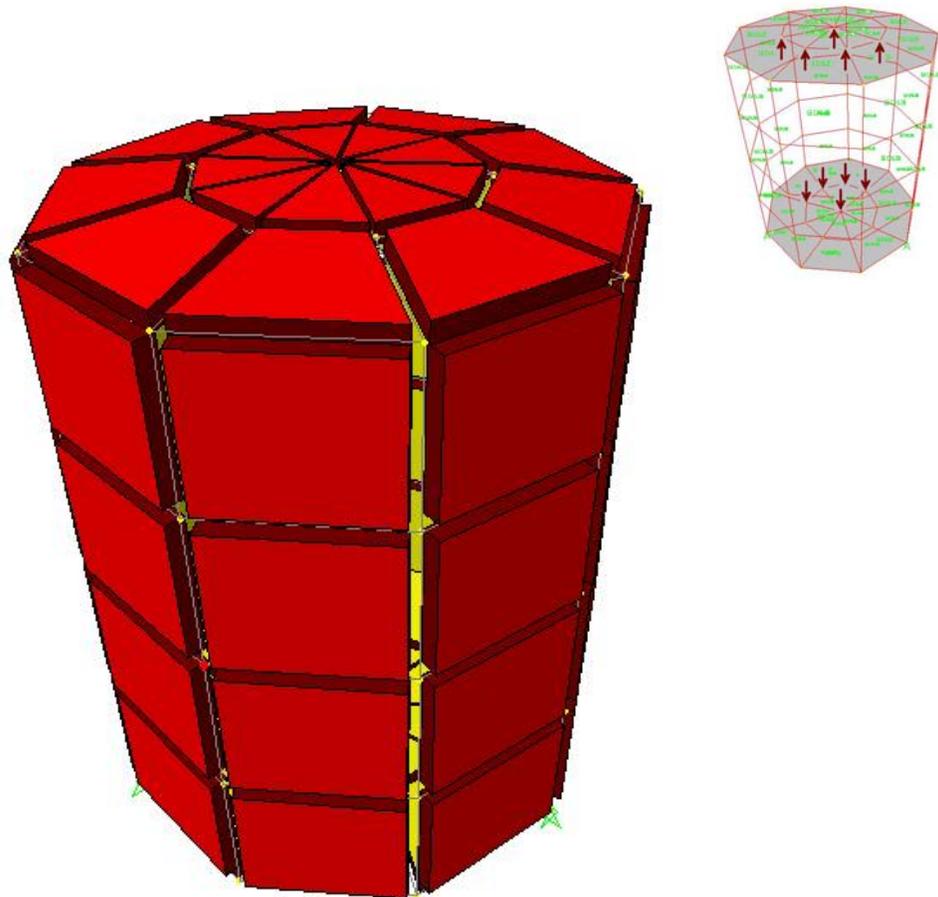


Fig.B.1 Carga estática en Cabezas de Recipiente a Presión (SAP)

STATIC LOAD CASES

Input

STATIC	CASE	SELF WT
CASE	TYPE	FACTOR
LOAD1	LIVE	1,0000

SAP2000 v7.40 File: PROTYPE3D N-mm Units PAGE 2

1/31/05 11:23:13

JOINT DATA

65 Joints

	Global X	Global Y	Global Z	Restraints
7	-69,32825	-83,11047	0,00000	1 1 1 0 0 0
13	-126,66530	-14,77884	0,00000	1 1 1 0 0 0
19	-38,81984	0,71069	0,00000	1 1 1 0 0 0

SHELL ELEMENT DATA

72 Shells SECA53B

Cabezas

 Area 215.398 mm²

 Area 644.971 mm²

Cuerpo cilíndrico

 Area 1074,456 mm²

JOINT FORCES Load Case LOAD1

JOINT	GLOBAL-X	GLOBAL-Y	GLOBAL-Z	GLOBAL-XX	GLOBAL-YY	GLOBAL-ZZ
20	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
21	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
22	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
25	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
27	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
29	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
31	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
33	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
35	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
37	0,000	0,000	658,079	0,000	0,000	0,000
1	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
3	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000

6	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
8	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
10	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
12	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
14	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
16	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000
18	0,000	0,000	-658,079	0,000	0,000	0,000

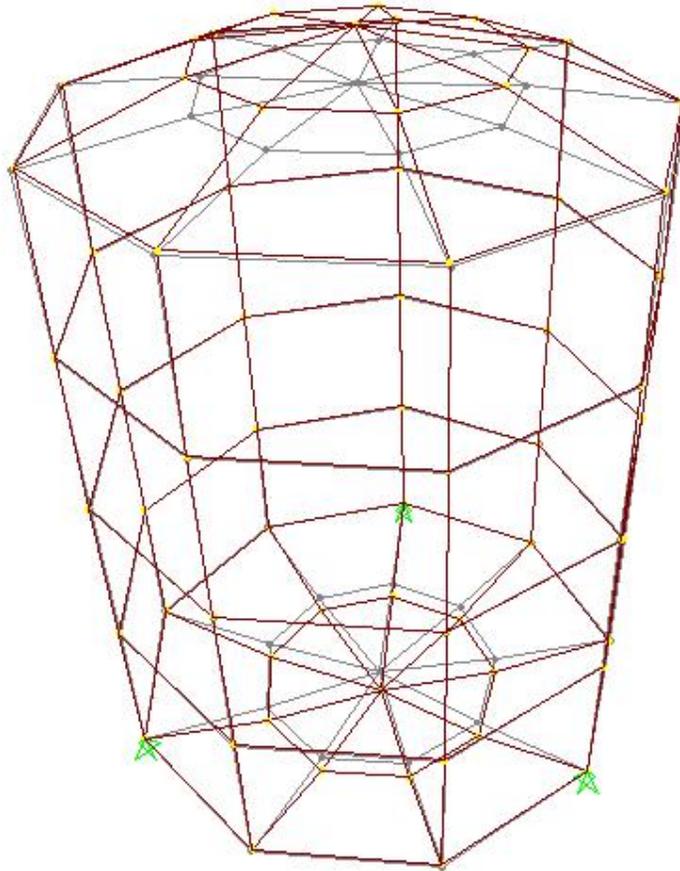


Fig.B.2 Deformación del Recipiente a Presión debido a la presión ejercida.

Output

JOINT DISPLACEMENTS

JOINT LOAD	U1	U2	U3	R1	R2	R3
18 LOAD1	2,379E-03	1,996E-03	-0,0612	1,456E-03	-1,735E-03	0,0000
19 LOAD1	0,0000	0,0000	0,0000	6,013E-04	-7,166E-04	0,0000
20 LOAD1	0,0000	0,0000	0,0824	0,0000	0,0000	0,0000
21 LOAD1	1,487E-03	8,667E-06	0,0821	0,0000	2,972E-03	-6,829E-06
22 LOAD1	1,154E-03	9,680E-04	0,0822	-1,905E-03	2,270E-03	0,0000
23 LOAD1	-8,466E-03	8,173E-06	4,479E-03	1,226E-05	1,079E-03	2,173E-05

La deformación máxima es en el nodo 20, el cual habría que reforzar con puntos de apoyo o añadir algún tipo de refuerzo, para evitar esta deformación, debido posiblemente a un incremento de temperatura.

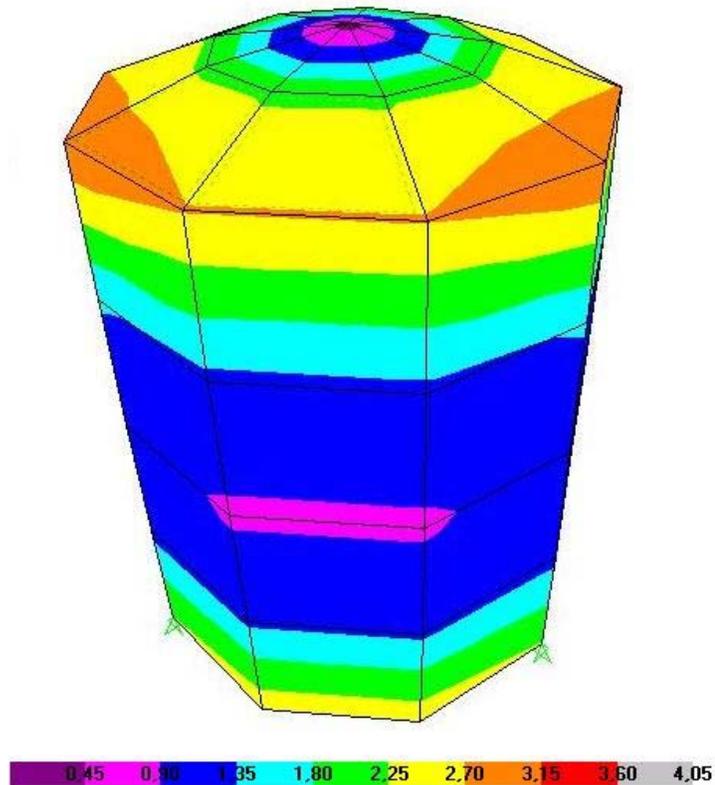


Fig.B.3 Esfuerzos Máximos de Von Mises al Recipiente a Presión

Con respecto a los esfuerzos, el cilindro no presenta ningún tipo de problemas al analizar el esfuerzo máximo de Von Mises, ya que por el factor de corrosión el cilindro no se ve afectado en lo más mínimo. El máximo esfuerzo de Von Mises a aplicarse es de 4.13 N/mm^2 .

SHELL ELEMENT PRINCIPAL STRESSES

SHELL LOAD JOINT SMAX-BOT SMIN-BOT SVM-BOT SMAX-TOP SMIN-TOP SVM-TOP SVMAX-AVG

28 LOAD1

29	4,52	-51,36	53,76	83,72	46,10	72,63	4,09
30	140,57	-20,66	151,96	-27,82	-135,78	124,23	4,10
31	2,86	-51,04	52,53	83,65	43,81	72,47	4,13
32	140,75	-18,39	150,79	-26,55	-136,66	125,51	4,12

Con el análisis y dimensionamiento de este diseño procedemos a la construcción del prototipo:

GASALAS

Recipiente PV-S04

Diámetro exterior	115 mm
Volumen máx. permitido	500 CC
Fluido	SAE 40 usado
Peso Vacío	kg
Peso lleno	kg

Máx. Presión interna, psi	Máx. Presión externa, psi
100	0
Máx. Temperatura, ° C	Mín. Temperatura, ° C
200	ambiente
Presión de prueba, psi	a temperatura ° C
	27

a temperatura ° C
180 Máx. Presión de trabajo permitida
a presión, psi
100 Máx. Temp. diseño del metal
por un tiempo
24 horas Prueba Hidrostática

APÉNDICE C

Juntas de Sellado

	Pág.
Anillos tipo O	150
Láminas Comprimidas de Asbesto	158

Los **anillos tipo O (O ring)** han sido populares y versátiles debido a su forma simple, bajo requerimiento de espacio, y su variedad en vastas selecciones de tamaño y compuestos a encontrarse en muchas aplicaciones industriales.

Los sellos O rings son bi-direccionales, en forma circular y algunas formas transversales. Los O rings son hechos esencialmente de un material elastómero, pero pueden ser hechos de otros materiales según los requerimientos tales como PTFE o metal.

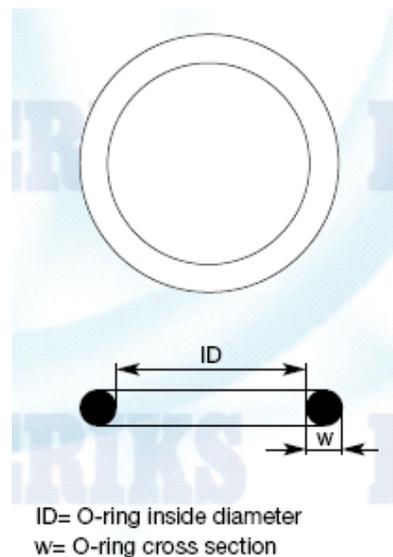


Fig.C.1 Dimensionamiento de un O ring (fuente: *O rings Eriks*)

El tipo de anillos O son basados en las siguientes normas esencialmente:

AS 568A	USA
DIN 3771	Alemania
ISO 3601-1	Internacional

Principios de Sellado

La tendencia de un O ring a tomar su forma original cuando la sección transversal es reflectada es la razón básica por qué el O ring es un sello excelente. La tasa de compresión o apriete es una consideración mayor en el diseño de los sellos tipo O.

En aplicaciones estáticas la recomendación de apriete es usualmente entre 15 – 30%. En algunos casos muy pequeñas secciones transversales pueden ser apretadas por arriba de 30%.

En aplicaciones al vacío el apriete puede ser mucho mayor. El apriete mayor de 30% induce esfuerzos adicionales que contribuyen a una deterioración temprana del sello.

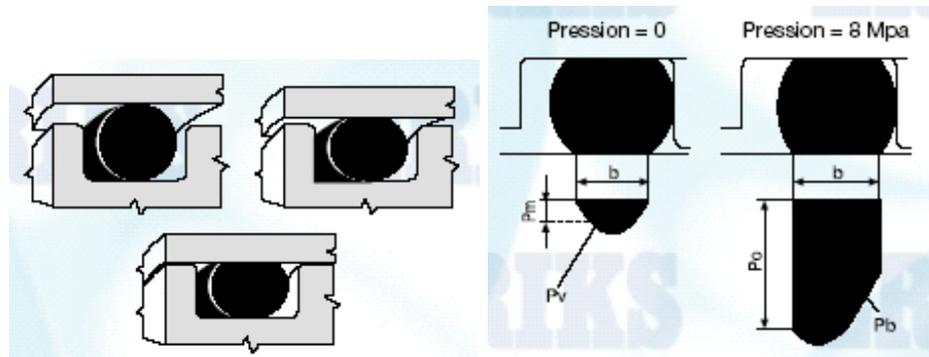


Fig.C.2 Deformación de O ring y Principio de Sellado de O ring (fuente: *O rings Eriks*)

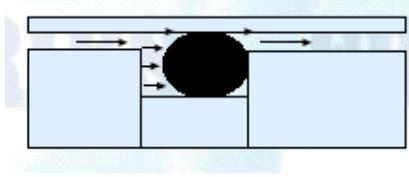


Fig.C.3 Filtración es posible debido a la permeabilidad del caucho y rugosidad de la superficie (fuente: *O rings Erices*)

En aplicaciones dinámicas el apriete está entre 8 -16%; debido a la fricción y consideraciones de desgaste, secciones más pequeñas pueden ser apretadas tanto como 20%.

Aplicaciones Estáticas

1. Axial: La sección transversal del O ring es apretada axialmente en la ranura similar a la cara del sello.

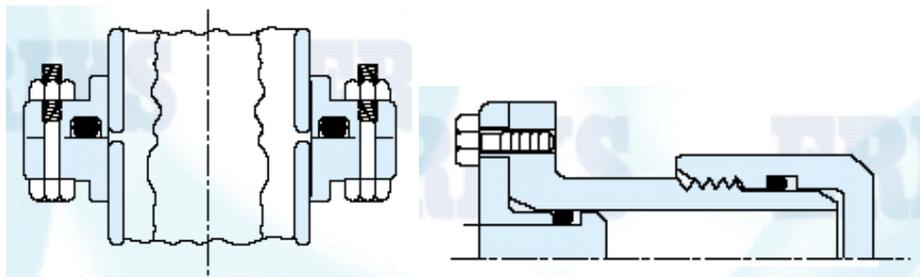


Fig.C.4 Sellado estático: Axial y Radial

2. Radial: La sección transversal del O ring es apretada radialmente en la ranura entre el interior (ID) y el exterior (OD).
3. Enlazado: El O ring es además axialmente apretado en una ranura enlazada. El diseño de la ranura permite al O ring ser retenido en la

cara del sello durante el ensamble y mantener. Este es beneficioso en aplicaciones especiales donde el O ring tiene que ser colocado en la ranura, e.g. una tapa el cual se abre regularmente.

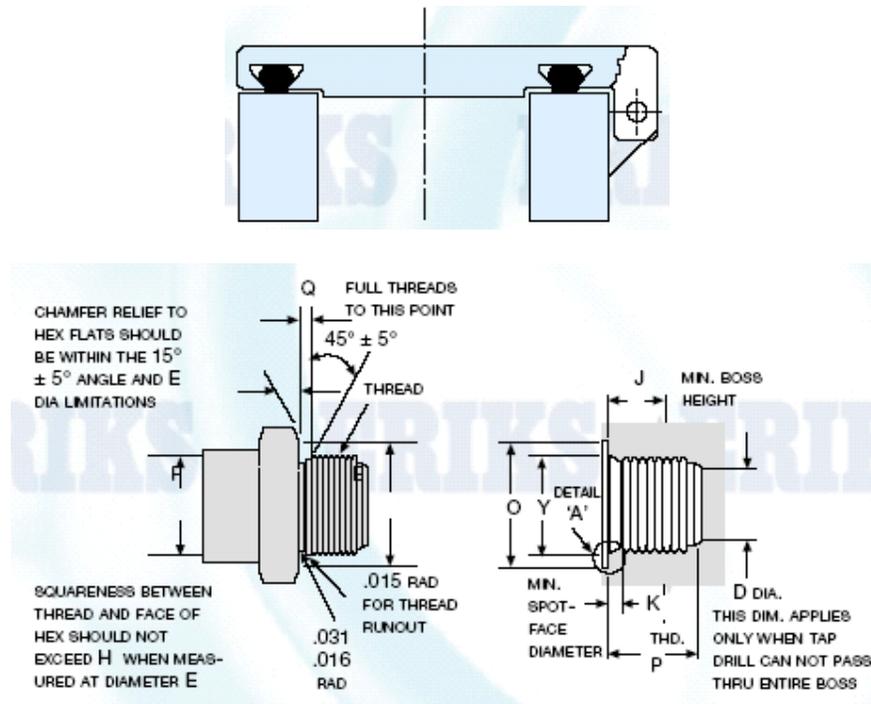


Fig.C.5 Sellado Estático Enlazado (parte superior) y Sello Patrón (parte inferior) (fuente: *O rings Eriks*)

4. Sello patrón: El O ring es usado para sellado fuerte en un tubo roscado ajustado por un patrón. Un patrón es una proyección cilíndrica sobre un vaciado. El extremo de aquella proyección es maquinada para proveer una cara, una superficie lisa para el sellado. El sellado fuerte por roscado con O ring provee un mejor sello que las tapas roscadas usadas únicamente.

Aplicaciones Dinámicas

1. Reciprocante: El sello reciprocante se refiere a los sellos usados en aplicaciones que se deslizan hacia delante y regresan nuevamente. Este movimiento introduce fricción, el cual crea consideraciones de diseño diferente de aquellos sellados estáticos. El O ring puede ser colocado en una ranura (rod seal) en la pared del cilindro en lugar de una ranura en la superficie del émbolo (piston seal) sin ningún cambio en las limitaciones del diseño o desempeño del sellado.

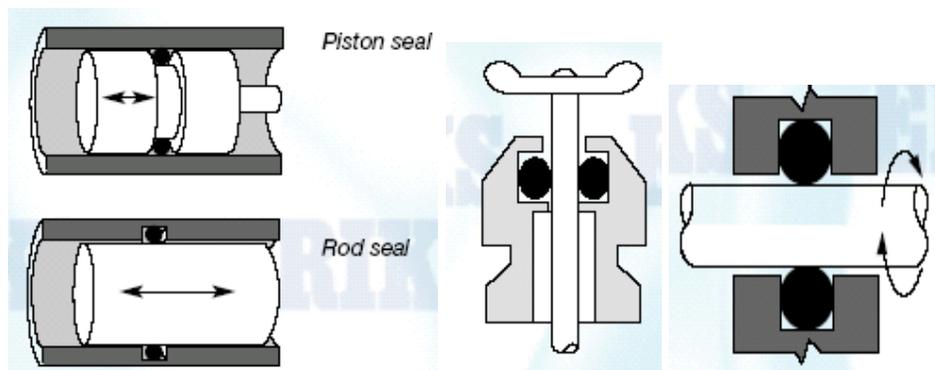


Fig.C.6 Sellado dinámico Reciprocante, Oscilatorio y Rotario

2. Oscilación: Las aplicaciones de oscilación son aquellas donde actúan la rotación y el movimiento reciprocante. Una válvula spindle es un ejemplo de esta aplicación.
3. Rotación: El sellado con rotación se refiere a sellos usados en aplicaciones rotarias.

Los anillos tipo O son usados en una variedad de aplicaciones. Limpiadores, pulidores, y correas conductoras son algunas aplicaciones.

Elastómeros básicos

Tabla C.1 Documentación técnica

Elastomer ASTM	NBR Nitrile	EPDM EPR	CR Neoprene	VMQ Silicone	FVMQ Fluoro silicone	EU Urethane	FKM Fluoro carbon	FFKM Perfluoro carbon	PTFE-FEP encapsu- lated	
GENERAL										
Hardness (Shore "A")	20/ 90	30/90	15/95	20/90	35/80	60/95	50/95	65/90	-	
Temp. range °F/°C max.	230/110	266/130	248/120	446/230	446/230	176/80	410/210	620/326	400/205	
Temp. range °F/°C min.	-30/-35	-67/-55	-49/-45	-67/-55	-76/-60	-22/-30	5/-15	-58/504	-76/-605	
NOTE : The temperature range is strongly dependent by the specific compound										
Compression Set	B	C	C	A	B	E	C	B	E	
Wear Resistance	C	C	C	E	E	A	C	C	E	
Gas Permeability	C	C	C	E	E	B	C	C	E	
NOTE : The compression set value for Kalrez® is relative to temperature. In low temperature applications this value is reasonable, in high temperatures this value is good to very good.										
Air	E	B	C	A	B	C	B	A	+	
Alcohol	B	A	B	B	B	U	E	A	+	
Aldehydes	U	B	U	C	U	U	U	Bfi	+	
Aliphatic Hydrocarbons	C	U	E	E	A	C	A	A	+	
Alkalis	B	A	C	B	B	B	C	A	+	
Amines	B1	B1	B1	E1	B1	U	U	Bfi	+	
Animal Fats	B	U	C	C	A	C	B	A	+	
Aromatic Hydrocarbons	D	U	D	U	B	D	A	A	+	
Esters, Alkyl Phosphate (Skydrol)	U	B	U	C	U	U	U	A	+	
Esters, Aryl Phosphate	U	A	U	C	B	U	A	A	+	
Esters, Silicate	C	U	E	U	B	U	A	A	+	
Ethers	U	E	U	U	E	E	U	A	+	
Halogenated hydrocarbons	U	U	U	U	B	E	A	A	+	
Inorganic Acids	E	C	B	B	B	U	A	A	+	
Ketones	U	A	A	C	A	U	U	B	+	
Mineral Oil, high aniline fats	B	U	C	C	B	A	A	A	+	
Mineral Oil, low aniline fats	B	U	U	E	B	B	A	A	+	
Organic Acids	C	C	C	B	B	U	C	A	+	
Silicone Oils	A	A2	A	E	E	A	A	A	+	
Vegetable Oils	A	U	C	B	B	E	A	A	+	
Water / Steam	C	A	E	E	E	U	B/	C4	+	
A	Good	1	See the list "compound selection for chemicals and fluids"							
B	Satisfactory	2	EPDM/EPR may shrink							
C	Fair	3	Depending on FKM type							
D	Doubtful	4	Depending on compound							
E	Poor	5	Depending on elastomer core							
U	Unsatisfactory	+	in general "A" because the encapsulation is FEP							

This information is intended only as a guideline. Chemical compatibility lists should be consulted. ERIKS will provide this on request.

Whenever possible the fluid compatibility of the O-ring compound should be rated "A". For a static seal application a rating "B" is usually acceptable, but it should be tested.

Where a "B" rated compound must be used, do not expect to re-use it after disassembly. It may have swollen enough that it cannot be reassembled.

When a compound rated "C" is to be tried, be sure it is first tested under the full range of operating conditions.

It is also particularly important to test seal compounds under service conditions when a strong acid is to be sealed at elevated temperatures because the rate of degradation of rubber at elevated temperatures is many times greater than the rate of degradation at room temperature.

Tabla C.2 Propiedades físicas y químicas

Polymer	Acids (dilute)	Acids (concentrated)	Acid, organic (dilute)	Acid, organic (concentrated)	Alcohols (C1 thru C4)	Aldehydes (C1 thru C6)	Alkalies (dilute)	Alkalies (concentrated)	Amines	Animal & Vegetable oils	Brake Fluid; Dot 3, 4 & 5	Diester Oils	Esters, Alkyl Phosphate
NBR	Good	Poor-Fair	Good	Poor	Fair-Good	Poor-Fair	Good	Poor-Good	Poor	Good-Exc.	Poor	Fair-Good	Poor
HNBR	Good	Fair-Good	Good	Fair-Good	Good-Exc.	Fair-Good	Good	Poor-Good	Good	Good-Exc.	Fair	Good	Poor
FKM	Good-Exc.	Good-Exc.	Fair-Good	Poor-Good	Fair-Exc.	Poor	Fair-Good	Poor	Poor	Exc.	Poor-Fair	Good-Exc.	Poor
EP	Exc.	Exc.	Exc.	Fair-Good	Good-Exc.	Good-Exc.	Exc.	Exc.	Fair-Good	Good	Good-Exc.	Poor	Exc.
SBR	Fair-Good	Poor-Fair	Good	Poor-Good	Good	Poor-Fair	Fair-Good	Fair-Good	Poor-Good	Poor-Good	Poor-Good	Poor	Poor
CR	Exc.	Poor	Good-Exc.	Poor-Good	Exc.	Poor-Fair	Good	Poor	Poor-Good	Good	Fair	Poor	Poor
IIR	Good-Exc.	Fair-Exc.	Good	Fair-Good	Good-Exc.	Good	Good	Good	Good	Good-Exc.	Good	Poor-Good	Good-
VMQ, SPMQ, PVMQ	Fair-Good	Poor-Fair	Good	Fair	Fair-Good	Good	Poor-Fair	Poor-Exc.	Good	Good	Good	Poor-Fair	Good
FVMQ	Exc.	Good	Good	Fair	Fair-Exc.	Poor	Exc.	Good	Poor	Exc.	Poor	Good-Exc.	Poor-Fair
Polymer	Esters, Aryl Phosphate	Ethers	Fuel, Aliphatic Hydrocarbon	Fuel, Aromatic Hydrocarbon	Fuel, Extended (Oxygenated)	Halogenated Solvents	Ketones	Lacquer Solvents	L.P. Gases & Fuel Oils	Petroleum Aromatic - Low Aniline	Petroleum Aliphatic - High Aniline	Refrigerant Ammonia	Silicone Oils
NBR	Poor-Fair	Poor	Good-Exc.	Fair-Good	Fair-Good	Poor	Poor	Fair	Exc.	Good-Exc.	Exc.	Good	Good
HNBR	Poor-Fair	Poor-Fair	Exc.	Fair-Good	Good-Exc.	Poor-Fair	Poor	Fair	Exc.	Good-Exc.	Exc.	Good	Good-Exc.
FKM	Exc.	Poor	Exc.	Exc.	Exc.	Good-Exc.	Poor	Poor	Exc.	Exc.	Exc.	Poor	Exc.
EP	Exc.	Fair	Poor	Poor	Poor	Poor	Good-Exc.	Poor	Poor	Poor	Poor	Good	Exc.
SBR	Poor	Poor	Poor	Poor	Poor	Poor	Poor-Good	Poor	Poor	Poor	Poor	Good	Poor
CR	Poor-Fair	poor	Poor-Good	Poor-Fair	Fair	Poor	Poor-Fair	Poor	Good	Good	Good	Exc.	Fair-Exc.
IIR	Exc.	Poor-Fair	Poor	Poor	Poor	Poor	Poor-Exc.	Fair-Good	Poor	Poor	Poor	Good	Poor
VMQ, SPMQ, PVMQ	Good	Poor	Poor-Fair	Poor	Poor	Poor	Poor	Poor	Fair	Poor	Good	Exc.	Poor-Fair
FVMQ	Good-Exc.	Fair	Exc;	Good-Exc.	Exc.	Good-Exc.	Poor	Poor	Exc.	Good	Good	Exc.	Exc.

Tabla C.2 Propiedades físicas y químicas (continuación)

Polymer	Acids (dilute)	Acids (concentrated)	Acid, organic (dilute)	Acid, organic (concentrated)	Alcohols (C1 thru C4)	Aldehydes (C1 thru C6)	Alkalies (dilute)	Alkalies (concentrated)	Amines	Animal & Vegetable oils	Brake Fluid; Dot 3, 4 & 5	Diester Oils	Esters, Alkyl Phosphate
NBR	Good	Poor-Fair	Good	Poor	Fair-Good	Poor-Fair	Good	Poor-Good	Poor	Good-Exc.	Poor	Fair-Good	Poor
HNBR	Good	Fair-Good	Good	Fair-Good	Good-Exc.	Fair-Good	Good	Poor-Good	Good	Good-Exc.	Fair	Good	Poor
FKM	Good-Exc.	Good-Exc.	Fair-Good	Poor-Good	Fair-Exc.	Poor	Fair-Good	Poor	Poor	Exc.	Poor-Fair	Good-Exc.	Poor
EP	Exc.	Exc.	Exc.	Fair-Good	Good-Exc.	Good-Exc.	Exc.	Exc.	Fair-Good	Good	Good-Exc.	Poor	Exc.
SBR	Fair-Good	Poor-Fair	Good	Poor-Good	Good	Poor-Fair	Fair-Good	Fair-Good	Poor-Good	Poor-Good	Poor-Good	Poor	Poor
CR	Exc.	Poor	Good-Exc.	Poor-Good	Exc.	Poor-Fair	Good	Poor	Poor-Good	Good	Fair	Poor	Poor
IIR	Good-Exc.	Fair-Exc.	Good	Fair-Good	Good-Exc.	Good	Good-Exc.	Good-Exc.	Good	Good-Exc.	Good	Poor-Good	Good-
VMQ, SPMQ, PVMQ	Fair-Good	Poor-Fair	Good	Fair	Fair-Good	Good	Poor-Fair	Poor-Exc.	Good	Good	Good	Poor-Fair	Good
FVMQ	Exc.	Good	Good	Fair	Fair-Exc.	Poor	Exc.	Good	Poor	Exc.	Poor	Good-Exc.	Poor-Fair

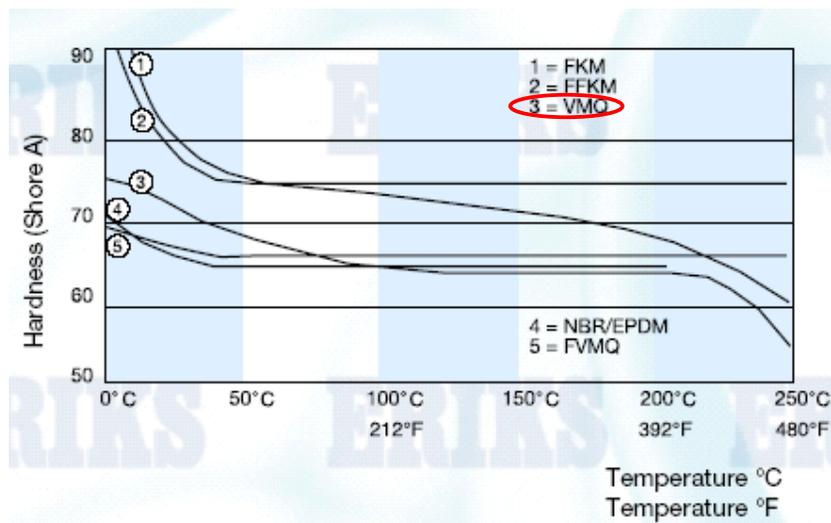


Fig.C.7 Dureza vs. Temperatura

APÉNDICE D

Tablas para el Diseño de un Calentador Eléctrico

Tabla		Pág.
D.1	Propiedades termofísicas de aceite de motor (sin usar)	160
D.2	Iteración de la Distribución de temperatura del Recipiente a Presión	161

Tabla D.1 Propiedades termofísicas de aceite de motor (sin usar)

T (K)	P (kg/m ³)	c _p (kJ/kg K)	u x10 ² (N s/m ²)	v x10 ⁶ (m ² /s)	k x10 ³ (W/m K)	α x10 ⁷ (m ² /s)	Pr	β x10 ³ (K ⁻¹)
273	899,1	1,796	385,000	4280	147	0,91	47000	0,7
280	895,3	1,827	217,000	2430	144	0,88	27500	0,7
290	890	1,868	99,900	1120	145	0,872	12900	0,7
300	884,1	1,909	48,600	550	145	0,859	6400	0,7
310	877,9	1,951	25,300	288	145	0,847	3400	0,7
320	871,8	1,993	14,100	161	143	0,823	1965	0,7
330	865,8	2,035	8,360	96,6	141	0,8	1205	0,7
340	859,9	2,076	5,310	61,7	139	0,779	793	0,7
350	853,9	2,118	3,560	41,7	138	0,763	546	0,7
360	847,8	2,161	2,520	29,7	138	0,753	395	0,7
370	841,8	2,206	1,860	22	137	0,738	300	0,7
380	836	2,250	1,410	16,9	136	0,723	233	0,7
390	830,6	2,294	1,100	13,3	135	0,709	187	0,7
400	825,1	2,337	0,874	10,6	134	0,695	152	0,7
410	818,9	2,381	0,698	8,52	133	0,682	125	0,7
420	812,1	2,427	0,564	6,94	133	0,675	103	0,7
430	806,5	2,471	0,470	5,83	132	0,662	88	0,7
473	780	2,670	EXP	3,3	128	0,608	53	0,7
475	778	2,690	EXP	3,2	127,8	0,604	52	0,7
480	776,5	2,705	EXP	3	127,2	0,6	50	0,7
490	771	2,770	EXP	2,6	126,2	0,588	48	0,7
500	764	2,800	EXP	2,3	125,3	0,576	42	0,7

Tabla D.2. Iteración de la Distribución de temperatura del Recipiente a Presión.

Superf. Inter.		L caract. $D/L > 35/Gr_L^{1/4}$										Superf. Ext.			
T_{s1} (K)	T_r (K)	β (K^{-1})	ν (m^2/s)	k (W/m K)	α (m^2/s)	Pr	Lc^3	Gr_L	D/L	$35/Gr_L^{1/4}$	Ra_L	Nu	h (W/ m^2K)	$q \sim 300$ W	T_{s2}
475	474	0,0007	0,00000325	0,1279	6,06E-08	52,5	2,6855E-05	34918,7817	1,40360667	2,560373206					
476	474,5	0,0007	0,000003225	0,12785	6,05E-08	52,25	2,6855E-05	53193,3848	1,40360667	2,304642879					
477	475	0,0007	0,0000032	0,1278	6,04E-08	52	2,6855E-05	72037,0374	1,40360667	2,136382852					
478	475,5	0,0007	0,00000318	0,12774	6,036E-08	51,8	2,6855E-05	91182,5164	1,40360667	2,014142303					
479	476	0,0007	0,00000316	0,12768	6,032E-08	51,6	2,6855E-05	110808,454	1,40360667	1,918336635					
480	476,5	0,0007	0,00000314	0,12762	6,028E-08	51,4	2,6855E-05	130928,609	1,40360667	1,83996434					
485	479	0,0007	0,00000304	0,12732	6,008E-08	50,4	2,6855E-05	239458,296	1,40360667	1,582197057					
490	481,5	0,0007	0,00000294	0,12705	5,982E-08	49,7	2,6855E-05	362702,1	1,40360667	1,426200311					
495	484	0,0007	0,00000284	0,1268	5,952E-08	49,2	2,6855E-05	503016,012	1,40360667	1,314233678	24001436,06	51,85398248	219,5626428	114,9888196	
496	484,5	0,0007	0,00000282	0,12675	5,946E-08	49,1	2,6855E-05	533366,124	1,40360667	1,295125002	25295870,66	52,6614677	222,8938093	122,0394741	
497	485	0,0007	0,0000028	0,1267	5,94E-08	49	2,6855E-05	564535,15	1,40360667	1,276865925	26611084,53	53,45323074	226,1557601	129,209183	
498	485,5	0,0007	0,00000278	0,12665	5,934E-08	48,9	2,6855E-05	596549,143	1,40360667	1,259379118	27947533,14	54,23059361	229,3541653	136,4963775	
499	486	0,0007	0,00000276	0,1266	5,928E-08	48,8	2,6855E-05	629435,152	1,40360667	1,242596987	29305685,19	54,994741	232,4941053	143,8996638	
500	486,5	0,0007	0,00000274	0,12655	5,922E-08	48,7	2,6855E-05	663221,273	1,40360667	1,226460124	30686023,08	55,74673983	235,5801549	151,4178072	
510	491,5	0,0007	0,000002555	0,126065	5,86E-08	47,1	2,6855E-05	1045239,29	1,40360667	1,094621851	45573146,3	62,64740823	263,7270739	232,2902201	
513	493	0,0007	0,00000251	0,12593	5,844E-08	46,2	2,6855E-05	1170869,13	1,40360667	1,063998351	50288869,38	64,48094901	271,1550539	258,1975874	
514	493,5	0,0007	0,000002495	0,125885	5,838E-08	45,9	2,6855E-05	1214614,79	1,40360667	1,054285911	51909282,4	65,08284379	273,5883403	267,0274612	
515	494	0,0007	0,00000248	0,12584	5,832E-08	45,6	2,6855E-05	1259336,35	1,40360667	1,044798667	53552025,69	65,6795813	275,9981459	275,9497088	
516	494,5	0,0007	0,000002465	0,125795	5,826E-08	45,3	2,6855E-05	1305059,82	1,40360667	1,035524646	55217515,38	66,27146149	278,385754	284,9639669	
517	495	0,0007	0,00000245	0,12575	5,82E-08	45	2,6855E-05	1351812,06	1,40360667	1,026452756	56906177,82	66,85876706	280,7523736	294,0699166	517,962299
517,5	495,25	0,0007	2,4425E-06	0,1257275	5,817E-08	44,85	2,6855E-05	1375582,61	1,40360667	1,021989363	57759334,93	67,15078832	281,9281717	298,6571876	518,47731
518	495,5	0,0007	0,000002435	0,125705	5,814E-08	44,7	2,6855E-05	1399620,81	1,40360667	1,017572699	58618449,91	67,44176485	283,0991454	303,2672809	518,992396
519	496	0,0007	0,00000242	0,12566	5,808E-08	44,4	2,6855E-05	1448514,71	1,40360667	1,0088749	60354779,43	68,02070727	285,4271481	312,5558235	
520	496,5	0,0007	0,000002405	0,125615	5,80E-08	44,1	2,6855E-05	1498523,32	1,40360667	1,000350441	62115625,35	68,59583344	287,7374028	321,9353467	

APÉNDICE E

Parámetros de Filtración

El propósito fundamental es obtener un fluido libre de partículas sólidas o semi-sólidas llamado flujo de filtrado (q).

Debido a que el flujo de filtrado q depende de una fuerza impulsora en este caso, una diferencia de presiones ($-\Delta P$) y existe una resistencia (R) del medio filtrante y de los sólidos depositados que se opone al flujo, esto se puede expresar matemáticamente como:

$$q \propto (-\Delta P) / R \quad (\text{ec.E1})$$

$$q = K' (-\Delta P) / R \quad (\text{ec.E2})$$

Donde:

K' = constante de proporcionalidad

Durante la filtración los sólidos se depositan sobre el medio filtrante, y el espesor de la capa de sólidos (torta) se incrementa, al mismo tiempo se forman canales o capilares entre los sólidos por donde fluye el filtrado en forma laminar. La resistencia debida a estos sólidos se incrementa también, entonces la cantidad de flujo de filtrado disminuye.

La ecuación que permite cuantificar la velocidad de un fluido en canales es la ecuación de Poiseuille, una relación matemática del flujo de un líquido a través de un capilar.

$$q = \frac{\pi r^4 (-\Delta P)}{8\mu L} \quad (\text{ec.E3})$$

Donde:

q = flujo del fluido

r = radio del capilar

$-\Delta P$ = caída de presión a través del capilar

μ = viscosidad del fluido

L = longitud del capilar

**Filtración clásica con Flujo final ciego
(dead-end)**

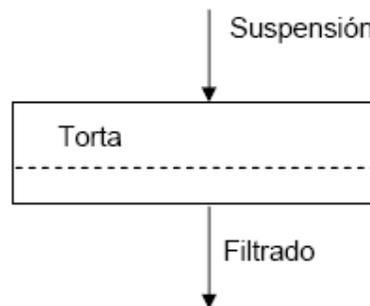


Fig.E.1. Filtración clásica (fuente: *Procesos de Separación: Filtración, Laboratorio de Ingeniería Química UNAM, 1998, page 30*)

La importancia de la ecuación de Poiseuille y su uso es que permite predecir el efecto potencial de la disminución del tamaño capilar sobre el flujo y en el caso de la filtración sobre la resistencia de la torta.

Posteriormente Darcy describió la velocidad del flujo de aguas subterráneas en estratos del suelo mediante la siguiente ecuación:

$$u = (K_1 / \mu)(-\Delta P / L) \quad (\text{ec.E4})$$

Donde:

u = velocidad del fluido

K_1 = coeficiente de permeabilidad del lecho

ΔP = caída de presión a través del lecho

L = espesor del lecho poroso

Desde el punto de vista práctico es más importante determinar el flujo de filtrado (q) que la velocidad del fluido (u).

Por otra parte si el flujo volumétrico en un canal está dado por:

$$q = dV / dt = u A \quad (\text{ec.E5})$$

Donde:

dV / dt = es el cambio de volumen con respecto al tiempo (flujo volumétrico)

A = área transversal del canal

Entonces si la ecuación (ec.E4) se multiplica por el área transversal y se introduce la viscosidad del fluido como otra resistencia al flujo y se sustituye en la ecuación (ec.E5) se obtiene la ecuación modificada de Darcy:

$$q = \frac{dV}{dt} = K_1 \frac{(-\Delta P)}{\mu L} A \quad (\text{ec.E6})$$

Si a la ecuación de Poiseuille, (ec.E3) se multiplica también por el área se puede escribir así:

$$q = \frac{dV}{dt} = \frac{r^2 (-\Delta P) \pi D^2}{8\mu L} \quad (\text{ec.E7})$$

Agrupando las constantes también puede escribirse:

$$q = \frac{dV}{dt} = K \frac{\Delta P}{\mu L} A \quad (\text{ec.E8})$$

Entonces la ecuación modificada de Darcy (ec.E6) y la ecuación de Poiseuille (ec.E8) son equivalentes y el coeficiente de permeabilidad K_1 puede escribirse como K:

$$K = \frac{\mu L}{(-\Delta P) A} \frac{dV}{dt} \quad (\text{ec.E9})$$

Esta es la primera aportación de la teoría para determinar la permeabilidad del lecho y se mide como la cantidad de fluido que pasa, en la unidad tiempo.

Para algunos materiales la unidad de permeabilidad es el de Darcy.

La **determinación de las resistencias** es una aplicación a las ecuaciones de filtración. Si la permeabilidad es la facilidad con que fluye el filtrado, el inverso es la resistencia al paso del filtrado.

$$K = 1 / R$$

La resistencia tiene dos componentes: 1) el de los sólidos depositados (α), y 2) del medio filtrante (r).

Resistencia de la torta

La ecuación (E8) puede escribirse:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{1}{\alpha} \frac{(-\Delta P)}{\mu L} A \quad (\text{ec.E10})$$

Despejando α :

$$\alpha = \frac{A(-\Delta P)}{\mu L} \left(\frac{dt}{dV} \right) \quad (\text{ec.E11})$$

La ecuación (ec.E11) permite determinar la permeabilidad a través de la torta de un espesor L fijo, pero este cambia continuamente; si se supone que cada capa que se deposita es constante, entonces, el producto del espesor L por el área A de filtración, es el volumen de la torta depositada (v) por unidad del correspondiente volumen de filtrado.

Si V es el volumen total de filtrado, entonces el volumen total de la torta depositada es:

$$AL = V v$$

Despejando L

$$L = V v / A \quad (\text{ec.E12})$$

La ecuación (ec.E12) se puede sustituir en la (ec.E11)

$$\alpha = \frac{A^2(-\Delta P)}{\mu v V} \left(\frac{dt}{dV} \right) \quad (\text{ec.E13})$$

Resistencia del medio filtrante

Sperry fue uno de los primeros en establecer que la resistencia a la filtración está compuesta por dos resistencias en serie, la de la torta y la del medio filtrante, esta consideración se sustituye en la ecuación ec.E13, obteniendo:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{-\Delta P A^2}{\mu(\alpha v V + r A)} \quad (\text{ec.E14})$$

Al poner el inverso de la ecuación (ec.E14)

$$\frac{dt}{dV} = \frac{\mu \alpha v}{-\Delta P A^2 g_c} V + \frac{\mu r}{-\Delta P A g_c} \quad (\text{ec.E15})$$

Al separar variables e integrar desde $t = 0$ a $t = t$ y $V = 0$ a $V = V$:

$$\int_0^t dt = \frac{\mu \alpha v}{-\Delta P A^2 g_c} \int_0^V V dV + \frac{\mu r}{-\Delta P A g_c} \int_0^V dV \quad (\text{ec.E16})$$

De la integración de la (ec.E16), a presión constante, se puede despejar el tiempo de filtrada t :

$$t = \frac{\alpha \mu v}{-2\Delta P A^2 g_c} V^2 + \frac{\mu r}{-\Delta P A g_c} V \quad (\text{ec.E17})$$

Donde:

V = volumen de filtrado, en (m^3), recolectado en el tiempo t (s).

$-\Delta P$ = caída de presión en Kg_f/ m^2

A = área de filtración (m^2)

μ = viscosidad del filtrado en $kg_m/ m s$

g_c = factor de conversión con valor de $9.81(Kg_m/ Kg_f)(m/ s^2)$

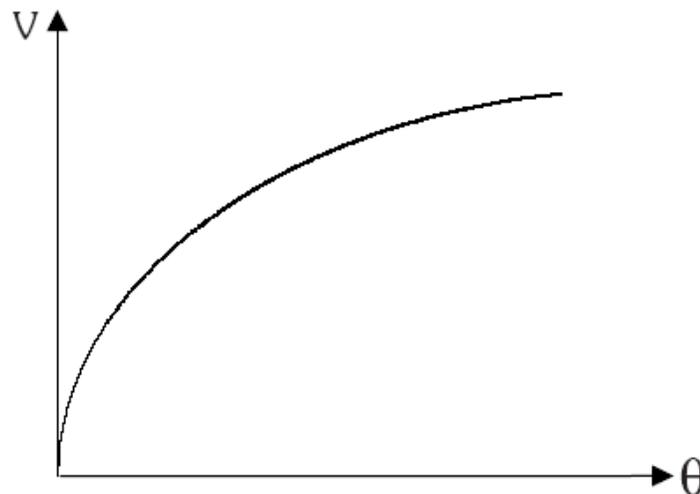


Fig.E.2. Relación volumen de filtrado V vs. tiempo θ

Si se mide el tiempo en el que cae la primera gota de filtrado hasta que termine la filtración se obtienen una serie de datos que al hacer una gráfica de volumen vs. el tiempo, se obtiene la gráfica anterior. Así para el $t = 0, V = 0$. Para una filtración a presión constante y en donde las variables del proceso no cambian, es decir, son constantes durante la filtración, la ecuación (ec.E15) puede escribirse:

$$\frac{dt}{dV} = K_1 V + K_2 \quad (\text{ec.E18})$$

Donde:

$$K_1 = \frac{\mu \alpha v}{-\Delta P A^2 g_c} \quad (\text{ec.E19})$$

$$K_2 = \frac{\mu r}{-\Delta P A g_c} \quad (\text{ec.E20})$$

Suponiendo que durante una experimentación se han hecho las determinaciones de volumen recolectado en los diferentes intervalos de tiempo, dt , al graficar dt/dV vs. V se obtiene una línea recta.

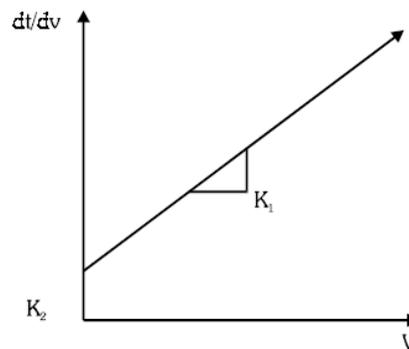


Fig.E.3. Representación típica de los datos de filtración

Donde:

La pendiente de esta recta es K_1 y la ordenada al origen es K_2 , definidos con anterioridad en las ecuaciones (ec.E19) y (ec.E20), respectivamente.

Con estos valores de K_1 y K_2 se pueden despejar α y r , esto es:

$$\alpha = K_1 * \frac{A^2 * (-\Delta P) * g_c}{w\mu} \quad (\text{ec.E21})$$

$$r = K_2 * \frac{A * (-\Delta P)^s * gc}{\mu} \quad (\text{ec.E22})$$

Se pueden hacer experimentalmente varias determinaciones a diferentes presiones; de esta manera, se puede calcular la variación de la resistencia con respecto a la presión.

Otra determinación importante es la de los efectos de compresión, es decir, el efecto de la presión en la resistencia específica de la torta. La correlación propuesta de Almy y Lewis es mostrada:

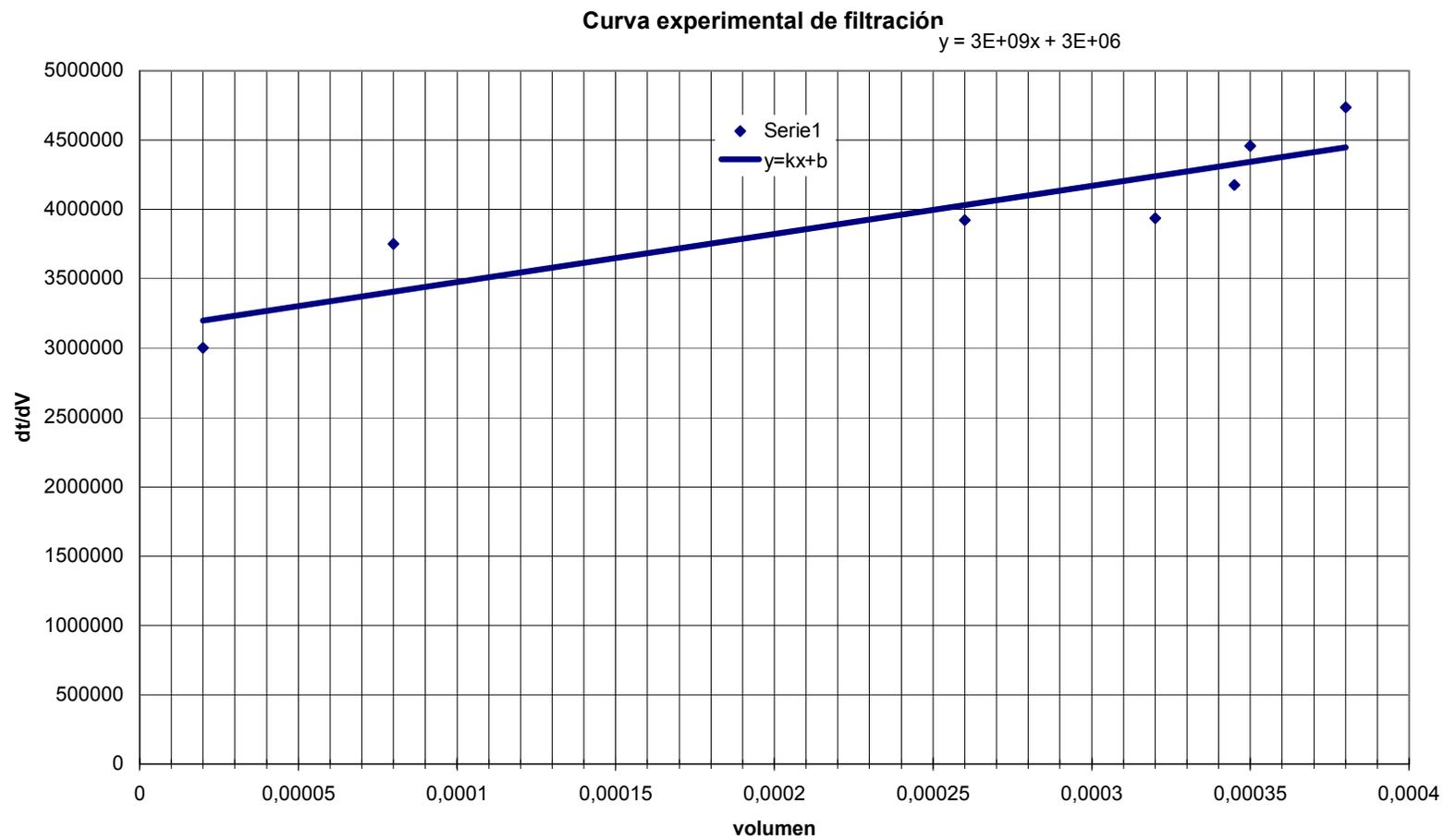
$$\alpha = \alpha_0 * (-\Delta P)^s$$

Donde:

α_0 = Resistencia específica a una presión de cero m/Kg.

S = Factor de compresibilidad

Cuando el valor s es igual a cero, se dice que la torta es incompresible; cuando el valor es mayor que cero, se dice que la torta es compresible.



Hoja de Datos de un Test de Filtración – Presión constante					
Compañía:	ESPOL	Fecha:	Guayaquil, 20 de enero de 2004	Test N°.	3
Dirección:	Campus	Fecha del test:	Guayaquil, 17 de diciembre de 2004	Por	
	Prosperita	Análisis:	Depuración de Aceite	Salas Caicho, Guillermo	
Tipo de Filtro	Zeo CLI naturales	Capacidad:	400 cc aceite	Temperatura:	120 °C
Utilización de Soporte	NO	SI	X		
Variables de entrada			Variables de diseño		
% sedimentos		0,29	% sedimentos	0,12	
% agua		0,41	% agua	0,36	
tamaño de partícula a retener, μm		5	factor de poro, %	34%	
temperatura, °C		27	masa zeo CLI en filtro, g	181,8	
pH		6,6	masa zeo CLI en filtro usado, g	192,82	
pH, con H_2SO_4		6,3	caída de presión, psi	65	45699,524 Kg/m^2
viscosidad @ 27° C, cSt		90,6	altura del lecho, m	0,015	
viscosidad abs @ 27° C, $\text{Kg}_\text{m}/\text{m s}$		0,085	volumen del filtro, m^3	0,000106323	
densidad @ 27° C, kg/m^3		882,44	volumen poroso	3,61499E-05	0,055394043 D
			volumen sólido	7,01734E-05	0,000106323
			área de filtración, m^2	0,002610383	
			longitud de torta, m	0,001	
			volumen de filtrado, m^3	0,000391	391 ml
tiempo, min	Volumen recolectado, ml	tiempo, seg	volumen recolectado, m^3	dt/dV	
0	0	0	0		
1	20	60	0,00002	3000000	
5	80	300	0,00008	3750000	
17	260	1020	0,00026	3923076,923	
21	320	1260	0,00032	3937500	
24	345	1440	0,000345	4173913,043	
26	350	1560	0,00035	4457142,857	
30	380	1800	0,00038	4736842,105	
					resistencia
					K_1 3,00E+09 s/m^6
					K_2 3,00E+06 s/m^3
					w 0,006676171 AL/V
					α 1,61497E+13 1/m
					r 4,13E+10 1/ m^2
					2,11111E-07 448159,237 N/m^2
					K 2,30083E-13 m^2 permeabilidad

APÉNDICE F

Procedimiento del Análisis de Tamizado (ASTM C429-65)

- 1) Se provee con una serie de 60 tamices variando el tamaño de la malla.
- 2) Cada tamiz debe estar tan limpio como sea posible. Primero limpie el tamiz con un flujo inverso de aire (profundidad del tamiz). Luego con una pequeña brocha de cerdas suaves y finas limpie el tamiz de partículas finas. NOTA: el alambre de la malla fácilmente se daña y no debería ser presionado en cualquier área.
- 3) Una prueba con una muestra de 1000 gramos de arena.
- 4) Pesar cada tamiz individualmente y anotar esta cantidad.
- 5) Colocar los tamices empezando con la malla más fina desde la parte inferior, y las más gruesas en el tope. Colocar la arena en el tamiz más grueso y cubrir con una tapa.
- 6) En el laboratorio, son ubicados los tamices en la zaranda vibratoria. Ubicando y fijando el tamiz inferior y sujetando el tamiz superior por medio de un platillo y roscando para la fijación apropiadamente.
- 7) Una vez que las mallas estén seguras, oscilar la zaranda y mantener durante 15 minutos para partículas gruesas y para partículas más finas durante 25 a 30 minutos.

- 8) Los tamices son luego removidos y separados. Pese la fracción retenida de cada tamiz y tabule el análisis de cada uno.

Tamiz Taylor	Designación retenida	Peso gramos	% peso	retenido acumulado %	peso %pasado
----	10	X	x	x	x
10	20	X	x	x	x

- 9) Una vez que se han designado todos los pesos de los tamices poner la arena de regreso en el contenedor, y limpie los tamices nuevamente.

APÉNDICE G

**Modelo Factorial 2^3 en Diseño
Completamente Aleatorizado**

Esta tesis ejecuta un diseño experimental factorial, analizando las variables de respuesta por medio de un análisis de la varianza (ANOVA). La explicación del modelo se detalla a continuación:

Sea y_{ijkl} la respuesta observada cuando: el factor A se encuentra en i -ésimo nivel ($i = 1,2$), el factor B se encuentra en j -ésimo nivel ($j = 1,2$), el factor C se encuentra en el k -ésimo nivel ($k = 1,2$) y corresponda a la l -ésima réplica o repetición ($l = 1,2$). El orden en el cual se toman las 16 observaciones es aleatorio, de modo que éste es un diseño completamente aleatorizado.

Las observaciones del experimento y_{ijkl} deben poder describirse mediante el modelo estadístico lineal (ec.G1)

$$y_{ijkl} = \mu + \tau_i + \beta_j + \gamma_k + (\tau\beta)_{ij} + (\tau\gamma)_{ik} + (\beta\gamma)_{jk} + (\tau\beta\gamma)_{ijk} + \varepsilon_{ijkl} \quad \begin{cases} i = 1,2 \\ j = 1,2 \\ k = 1,2 \\ l = 1,2 \end{cases} \text{ (ec.G1)}$$

En donde μ es el efecto medio general, τ_i es el efecto del i -ésimo nivel del factor A, β_j es el efecto del j -ésimo nivel del factor B, γ_k es el efecto del k -ésimo nivel del factor C, $(\tau\beta)_{ij}$ es el efecto de la interacción entre τ_i y β_j ,

$(\tau\gamma)_{jk}$ es el efecto de la interacción entre τ_j y γ_k , $(\beta\gamma)_{jk}$ es el efecto de la interacción entre β_j y γ_k , $(\tau\beta\gamma)_{ijk}$ es el efecto de la interacción entre τ_i , β_j y γ_k y finalmente ε_{ijkl} es el componente del error aleatorio.

Para probar hipótesis, se supone que los errores del modelo son variables aleatorias independientes con distribución normal, con media cero y variancia σ^2 .

Específicamente el interés consiste en probar hipótesis acerca de:

La igualdad de los efectos de tratamiento del factor A, es decir

$$H_0 : \tau_1 = \tau_2 = 0$$

$$H_1 : \text{al menos una } \tau_i \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que los efectos de tratamientos del factor A difieren, en otras palabras, el efecto del factor A afecta significativamente la variable de respuesta del experimento.

La igualdad de los efectos de tratamientos del factor B, es decir

$$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = 0$$

$$H_1 : \text{al menos una } \beta_j \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que los efectos de tratamientos del factor B difieren, es decir, el efecto del factor B afecta significativamente la variable de respuesta del experimento.

La igualdad de los efectos de tratamientos del factor C, es decir

$$H_0 : \gamma_1 = \gamma_2 = 0$$

$$H_1 : \text{al menos una } \gamma_k \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que los efectos de tratamientos del factor C difieren.

También es importante determinar:

Si los tratamientos del factor A y B interaccionan

$$H_0 : (\tau\beta)_{ij} = 0 \quad \text{para toda } i, j$$

$$H_1 : \text{al menos una } (\tau\beta)_{ij} \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que existe una interacción significativa entre el factor A y B.

Si los tratamientos del factor A y C interaccionan

$$H_0 : (\tau\gamma)_{ik} = 0 \quad \text{para toda } i, k$$

$$H_1 : \text{al menos una } (\tau\gamma)_{ik} \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que existe una interacción significativa entre el factor A y C.

Si los tratamientos del factor B y C interaccionan

$$H_0 : (\beta\gamma)_{jk} = 0 \quad \text{para toda } j, k$$

$$H_1 : \text{al menos una } (\beta\gamma)_{jk} \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que existe una interacción significativa entre el factor B y C.

Si los tratamientos de los tres factores A, B y C interaccionan

$$H_0 : (\tau\beta\gamma)_{ijk} = 0 \quad \text{para toda } i, j, k$$

$$H_1 : \text{al menos una } (\tau\beta\gamma)_{ijk} \neq 0$$

Si H_0 se rechaza se concluye que existe una interacción significativa entre los tres factores A, B y C.

Análisis de la varianza: Para el modelo, los estadísticos F_0 que prueban cada efecto principal y cada interacción se pueden construir dividiendo la media de cuadrados del efecto o de la interacción correspondiente para la media de cuadrados del error.

Todas estas pruebas F_0 corresponden a pruebas unilaterales del extremo superior. Los grados de libertad de cualquier efecto principal son iguales al número de niveles del factor menos uno; y los grados de libertad de una interacción son el producto de los grados de libertad asociados con los componentes individuales de la interacción.

TABLA G1
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA TRES FACTORES

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	F ₀
A	SS _A	1 (a-1)	$MS_A = \frac{SS_A}{1}$	$F_0 = \frac{MS_A}{MS_E}$
B	SS _B	1 (b-1)	$MS_B = \frac{SS_B}{1}$	$F_0 = \frac{MS_B}{MS_E}$
C	SS _C	1 (c-1)	$MS_C = \frac{SS_C}{1}$	$F_0 = \frac{MS_C}{MS_E}$
AB	SS _{AB}	1 (a-1)(b-1)	$MS_{AB} = \frac{SS_{AB}}{1}$	$F_0 = \frac{MS_{AB}}{MS_E}$
AC	SS _{AC}	1 (a-1)(c-1)	$MS_{AC} = \frac{SS_{AC}}{1}$	$F_0 = \frac{MS_{AC}}{MS_E}$
BC	SS _{BC}	1 (b-1)(c-1)	$MS_{BC} = \frac{SS_{BC}}{1}$	$F_0 = \frac{MS_{BC}}{MS_E}$
ABC	SS _{ABC}	1 (a-1)(b-1)(c-1)	$MS_{ABC} = \frac{SS_{ABC}}{1}$	$F_0 = \frac{MS_{ABC}}{MS_E}$
Error	SS _E	8 k(n-1)	$MS_E = \frac{SS_E}{1}$	
Total	SS _T	15 (nk-1)		

Fuente: *Análisis de Varianza* pag 395, *Estadística de Meyer*, 1992

Las pruebas F₀ para probar los efectos principales y las interacciones se deducen inmediatamente a partir de los valores esperados de las medias de cuadrados.

Existen algunos métodos rápidos especiales para realizar los cálculos del análisis de varianza.

A continuación, se presentan las fórmulas para calcular las sumas de cuadrados de la Tabla de análisis de varianza:

La suma total de cuadrados se determina en la forma usual

$$SS_T = \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^2 \sum_{K=1}^2 \sum_{l=1}^2 y_{ijkl}^2 - \frac{y_{\dots}^2}{16} \quad (\text{ec.G.2})$$

La suma de cuadrados de los efectos principales se calculan usando los totales para los factores A, B y C, y como se muestra a continuación:

$$SS_A = \sum_{i=1}^2 \frac{y_{i\dots}^2}{8} - \frac{y_{\dots}^2}{16} \quad (\text{ec.G3})$$

$$SS_B = \sum_{j=1}^2 \frac{y_{\dots j\dots}^2}{8} - \frac{y_{\dots}^2}{16} \quad (\text{ec.G4})$$

$$SS_C = \sum_{K=1}^2 \frac{y_{\dots K\dots}^2}{8} - \frac{y_{\dots}^2}{16} \quad (\text{ec.G5})$$

Para calcular las sumas de cuadrados de las interacciones de dos factores se requieren totales de las celdas AxB, AxC y BxC. Con frecuencia, resulta útil desglosar la tabla de los datos originales en tres tablas de dos sentidos, con el fin de calcular estas cantidades. Las sumas de cuadrados se encuentran mediante:

$$SS_{AB} = \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^2 \frac{y_{ij\dots}^2}{4} - \frac{y_{\dots}^2}{16} - SS_A - SS_B = SS_{\text{Subtotales}(AB)} - SS_A - SS_B \quad (\text{ec.G.6})$$

$$SS_{AC} = \sum_{i=1}^2 \sum_{k=1}^2 \frac{y_{ik\dots}^2}{4} - \frac{y_{\dots}^2}{16} - SS_A - SS_C = SS_{\text{Subtotales}(AC)} - SS_A - SS_C \quad (\text{ec.G7})$$

$$SS_{BC} = \sum_{j=1}^2 \sum_{k=1}^2 \frac{y_{.jk.}^2}{4} - \frac{y_{....}^2}{16} - SS_B - SS_C = SS_{Subtotales(BC)} - SS_B - SS_C \quad (\text{ec.G8})$$

Cada una de las sumas de cuadrados de los subtotales de dos factores se determina usando los totales de cada una de las tablas de dos sentidos. La suma de cuadrados de la interacción de los tres factores se determina usando los totales de las celdas y aplicando la ecuación

$$\begin{aligned} SS_{ABC} &= \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^2 \sum_{k=2}^2 \frac{y_{ijk.}^2}{2} - \frac{y_{....}^2}{16} - SS_A - SS_B - SS_C - SS_{AB} - SS_{AC} - SS_{BC} \\ &= SS_{Subtotales(ABC)} - SS_A - SS_B - SS_C - SS_{AB} - SS_{AC} - SS_{BC} \quad (\text{ec.G9}) \end{aligned}$$

La suma de cuadrados del error se calcula restando la suma de cuadrados de cada efecto principal e interacción a la suma total de cuadrados, o mediante

$$SS_E = SS_T - SS_{Subtotales(ABC)} \quad (\text{ec.G10})$$

Otro Método para juzgar la significancia de los Efectos:

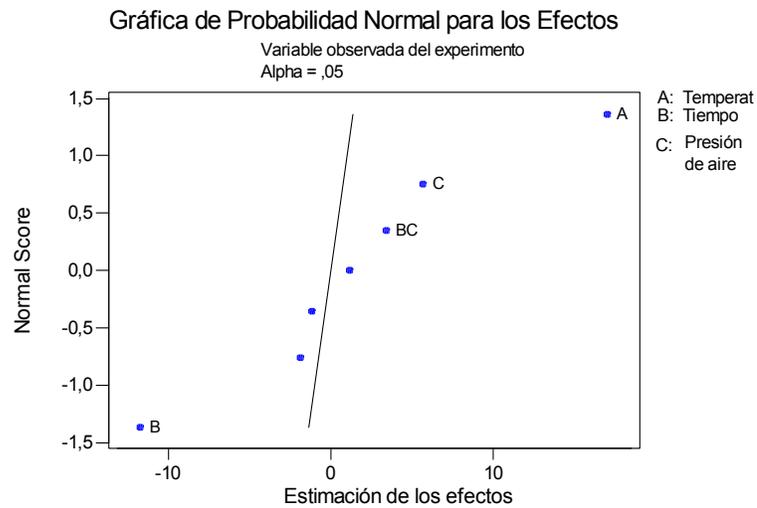
El análisis de varianza es una manera formal de estudiar los efectos y las interacciones. Existen otros métodos para determinar la significancia de los efectos e interacciones, por medio del Software Minitab 13.20.

Estimación de los efectos.- Los efectos significativos presentan valores grandes en sus estimaciones tomadas en valor absoluto.

Gráfica de Probabilidad Normal de los Efectos.- Este análisis para identificar cuáles efectos son importantes o significativos (atribuido a Daniel, 1959) sugiere graficar las estimaciones de los efectos a través de un ploteo

probabilístico normal. Los efectos que son despreciables se distribuyen normalmente con media cero y variancia σ^2 , y tienden a ubicarse a lo largo de una línea recta en ésta gráfica, mientras que los efectos significativos tendrán medias distintas de cero y se ubicarán alejados de esta recta (figura G.1).

Figura G.1



Comprobación de Idoneidad del Modelo

Las suposiciones que fundamentan el análisis de varianza son que los datos estén descritos de manera adecuada por el modelo:

$$y_{ijkl} = \mu + \tau_i + \beta_j + \gamma_k + (\tau\beta)_{ij} + (\tau\gamma)_{ik} + (\beta\gamma)_{jk} + (\tau\beta\gamma)_{ijk} + \varepsilon_{ijkl} \quad \begin{cases} i = 1,2 \\ j = 1,2 \\ k = 1,2 \\ l = 1,2 \end{cases}$$

La sumatoria de los efectos de los tratamientos de los factores deben ser iguales a cero.

Y que los errores sean independientes y estén normalmente distribuidos con media cero y varianza constante σ^2 .

Las herramientas principales para este diagnóstico están basadas en los residuos. Los residuos para el modelo factorial de tres factores son:

$$e_{ijkl} = y_{ijkl} - \hat{y}_{ijkl} \quad (\text{ec.G11})$$

Ya que los valores ajustados son $\hat{y}_{ijkl} = \bar{y}_{ijk}$. (el promedio de las observaciones en la ijk -ésima celda), la ecuación anterior se transforma en

$$e_{ijkl} = y_{ijkl} - \bar{y}_{ijk}. \quad (\text{ec.G12})$$

Usualmente la comprobación de idoneidad o adecuación del modelo consiste en graficar los residuos.

Figura G.2.



Histograma de los residuos

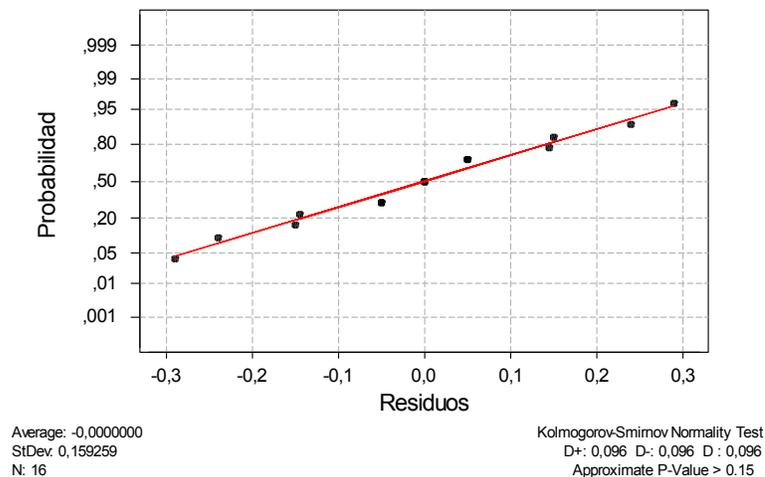
Una forma para comprobar la suposición de normalidad consiste en hacer un histograma de los residuos. Si la suposición de que los errores aleatorios son $NID(0, \sigma^2)$ se satisface, ésta gráfica debe ser semejante a la de una muestra extraída de una distribución normal centrada en cero (figura G.2).

Gráfica de Probabilidad Normal de los Residuos

Si la distribución de los errores es normal, ésta gráfica parecerá una línea recta. Al visualizar dicha línea hay que poner más énfasis en los valores centrales de la gráfica que en los extremos (figura G.3).

Figura G.3

Gráfica de probabilidad normal de los residuos



Gráfica de Residuos contra el Valor Ajustado \hat{y}_{ijkl}

Si el modelo es correcto y las suposiciones se satisfacen, los residuos no deben tener algún patrón. Una comprobación sencilla consiste en graficar

los residuos contra los valores ajustados \hat{y}_{ijkl} , en ésta gráfica no debe revelarse ningún patrón lineal.

Figura G.4

Residuos contra Valores Ajustados

