

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

Desarrollo de un proceso de post refinación de bases de aceites lubricantes para la eliminación de sustancias precursoras de olor y color mediante extracción con solventes.

PROYECTO INTEGRADOR

Previo la obtención del Título de:

Ingeniero Químico

Presentado por:

Nicole Andrea Erazo Wellington

Franklin Sebastián García Zambrano

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2021

DEDICATORIA

A mi abuelo Jorge Washington Zambrano García, por siempre haberse preocupado por mí, por apoyarme, aconsejarme en todo momento y que a pesar de que ya no esté aquí, le dedico este gran logro.

A mis padres, Martha Zambrano y Franklin García, que a pesar de las adversidades siempre me apoyaron, gracias a ellos he podido alcanzar mis objetivos, les debo todo lo que he logrado.

A mi familia, que siempre se ha mantenido unida y me han brindado su ayuda en los momentos más difíciles.

Franklin García Zambrano

A mi madre, Ruth, por ser el faro que me guía cada vez que estoy perdida, por su amor incondicional, por siempre confiar en mí, incluso cuando yo misma no lo hacía.

A mi padre, James, por apoyarme y amarme siempre, por ser mi roca y brindarme entereza.

A mi hermana Justine, por su apoyo y por brindarme alegría en los momentos difíciles.

Nicole Erazo Wellington

AGRADECIMIENTOS

A nuestra tutora de tesis MSc. Irina León por sus conocimientos y total guía durante el presente proyecto.

A los docentes Ing. Tyrone Alcívar, Ing. Luis Vaca, Dra. Yris Gonzáles y MSc. Kenny Escobar por brindarnos apoyo y asesoramiento a lo largo de la realización de este proyecto.

Finalmente, a mi compañera de tesis Nicole Erazo por su paciencia, dedicación y trabajo en equipo, sin ella este proyecto no hubiera sido posible.

Franklin García Zambrano

Me gustaría agradecer en estas líneas a nuestra tutora, Msc. Irina León, por su guía y orientación en este largo proceso. A los profesores Ing. Luis Vaca, Ing. Tyrone Alcívar, Dra. Yris González, y Kenny Escobar, por su colaboración en la realización de este proyecto y por haber compartido sus conocimientos. Finalmente, quisiera agradecer a mi compañero de tesis, Franklin García, por su paciencia y arduo trabajo.

Nicole Erazo Wellington

DECLARACIÓN EXPRESA

“Los derechos de titularidad y explotación, me(nos) corresponde conforme al reglamento de propiedad intelectual de la institución; *Nicole Andrea Erazo Wellington* y *Franklin Sebastián García Zambrano* damos nuestro consentimiento para que la ESPOL realice la comunicación pública de la obra por cualquier medio con el fin de promover la consulta, difusión y uso público de la producción intelectual”



Nicole Erazo Wellington



Franklin García
Zambrano

EVALUADORES

Nadia Magali Flores Manrique

PROFESOR DE LA MATERIA

Irina Beatriz León González

PROFESOR TUTOR

RESUMEN

Los aceites lubricantes de motores, turbinas o con cualquier finalidad mecánica son un producto de alto consumo en el mercado nacional. Las bases de aceites lubricantes representan el 90% de la composición de aceites lubricantes. Una vez usados los aceites lubricantes, las bases se pueden recuperar por varios procesos transformándose en bases recuperadas. Esta investigación tiene como objetivo el desarrollo de un tratamiento a nivel de laboratorio para la disminución de los niveles de color y olor, en bases lubricantes obtenidas por destilación de aceites usados, mediante el tratamiento de extracción con solventes, por lo que se plantea que las propiedades organolépticas de los aceites recuperados mejoran mediante procesos de extracción con solventes. Para el desarrollo de esta investigación se realizaron ensayos de extracción de bases de aceites recuperado usando 3 solventes: etanol anhidro, DMF (dimetil formamida) y acetonitrilo; variando las condiciones de extracción utilizando relación base/solvente 1:2 y 1:4, temperaturas de extracción 25 °C y 60 °C, y tiempo de extracción de 45 y 90 min. Para el análisis económico realizado, se tomó en cuenta la recuperación del solvente y el costo de este, para 365 días de operación con una alimentación de 100 m³/día de base lo cual arrojó una inversión de \$8,9 millones de dólares para el DMF, en comparación con los más de \$20 millones para los otros solventes. Finalmente, se planteó una matriz de decisiones para seleccionar el mejor solvente y escenario de extracción donde se tomó en cuenta la calidad, costo y rendimiento. Los resultados obtenidos mostraron que la extracción de bases con DMF, con una relación 1:4 a 60 °C durante 90 min fue el mejor escenario experimental.

Palabras Clave: bases de aceites lubricantes, extracción, solventes, etanol, DMF, acetonitrilo.

ABSTRACT

Lubricating oils for engines, turbines or for any mechanical purpose are a product of high consumption in the national market. The lubricating oil bases represent 90% of the lubricating oil composition. Once the lubricating oils are used, the bases can be recovered by various processes, transforming them into recovered bases. The purpose of this research is developing a treatment at laboratory scale to decrease the levels of color and odor, in lubricant bases obtained by distillation of used oils by extraction treatment with solvents. Hence it is stated that the organoleptic properties of the recovered oils can be improved by solvent extraction processes. For the development of this research, extraction tests for extraction of oil bases were performed using 3 solvents: anhydrous ethanol, DMF (dimethyl formamide) and acetonitrile. Also, the extraction conditions were altered (base/solvent ratio, temperature, 25 °C and 60 °C, and extraction time). An economic analysis considering only solvent costs, for 365 days of operation with a feed of 100 base m³ / day showed an estimated investment of \$8,9 million for the DMF scenario compared to more than \$20 million for the other solvents. Finally, a decision matrix was proposed to select the best solvent and extraction scenario in terms of quality, cost, and performance. The results obtained showed that the extraction of bases with DMF, with a 1:4 ratio at 60 °C for 90 min, was the best experimental scenario.

Keywords: lubricant oil bases, extraction, solvents, ethanol, DMF, acetonitrile

ÍNDICE GENERAL

EVALUADORES	5
RESUMEN.....	I
<i>ABSTRACT</i>	II
ÍNDICE GENERAL.....	III
ABREVIATURAS.....	V
SIMBOLOGÍA	VI
ÍNDICE DE FIGURAS	VII
ÍNDICE DE TABLAS	VIII
CAPÍTULO 1.....	9
1. Introducción.....	9
1.1 Descripción del problema.....	9
1.2 Justificación del problema	10
1.3 Objetivos	12
1.3.1 Objetivo General	12
1.3.2 Objetivos Específicos	13
1.4 Marco teórico	13
1.4.1 Aceites lubricantes.....	13
1.4.2 Aceites Usados	15
1.4.3 Re-refinación de aceites usados	16
1.4.4 Extracción con solventes.....	18
CAPÍTULO 2.....	22
2. Metodología.....	22
2.1 Fases del proyecto	22

2.1.1	Fase I: Estado del arte, recolección de información, contextualizar problemática	22
2.1.2	Fase II: Diseño y experimentación	23
2.1.3	Fase III: Evaluación y análisis de resultados	23
2.2	Diseño experimental	24
2.2.1	Procedimiento de extracción con etanol anhidro	27
2.2.2	Procedimiento de extracción con DMF	28
2.2.3	Procedimiento de extracción con Acetonitrilo	28
2.2.4	Recuperación de solventes	29
2.3	Medición de propiedades físicas	30
2.4	Cálculos relacionados	30
CAPÍTULO 3.....		33
3.	Resultados Y ANÁLISIS	33
3.1	Análisis de variables de respuesta.....	33
3.1.1	Rendimiento	33
3.1.2	Indicadores de calidad.....	35
3.1.3	Recuperación de Solvente	45
3.1.4	Costo de procesamiento.....	46
3.2	Matriz de decisión.....	47
CAPÍTULO 4.....		50
4.	Conclusiones Y Recomendaciones.....	50
4.1	Conclusiones	50
4.2	Recomendaciones.....	52
BIBLIOGRAFÍA		54
APÉNDICES.....		57

ABREVIATURAS

API	American Petroleum Institute
ASME	American Society of Mechanical Engineers
ASTM	Sociedad Americana para Pruebas y Materiales
DMF	Dimetil Formamida
ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
GRAS	Generalmente Reconocido como Seguro
INEN	Servicio Ecuatoriano de Normalización
KTI	Kintetics Technology International
MEK	Metil Etil Cetona

SIMBOLOGÍA

m ³	Metros cúbicos
rpm	Revoluciones por minuto
°C	Grados Celsius
ton	Tonelada
min	Minutos
cSt	Centi Stokes

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Escala de color para aceites lubricantes [ASTM D1500].....	15
Figura 1.2 Especificaciones de bases recuperadas [INEN 2029]	18
Figura 3.1 Porcentajes de extracción de acuerdo relación base/solvente, tiempo y temperatura de extracción	33
Figura 3.2 Escala de color para aceites lubricantes [ASTM D1500].....	35
Figura 3.3 Muestras representativas	36
Figura 3.4 Muestras de base extraída usando DMF como solvente.....	36
Figura 3.4 Porcentajes de respuesta de panelistas según intensidad de olor [Excel 365, 2021].....	38
Figura 3.5 Prueba Kruskal-Wallis para la aceptabilidad [Minitab 18, 2021].....	40
Figura 3.6 Porcentajes de respuesta de panelistas según preferencia [Excel 365, 2021].....	41
Figura 3.7 Prueba Kruskal-Wallis para la comparabilidad [Minitab 18, 2021]	42
Figura 3.8 Prueba Rho de Spearman Aceptabilidad vs Comparabilidad [Minitab 18, 2021].....	43
Figura 3.9 Especificaciones de bases recuperadas [INEN 2029]	45

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Factores a investigar en el experimento	26
Tabla 2.2 Distribución de capas según solvente usado.	29
Tabla 2.3 Información para recuperación de solvente.....	29
Tabla 2.4 Precios de solvente por unidad granel.....	32
Tabla 3.1 Color de las muestras según solvente.....	32
Tabla 3.2 Muestras seleccionadas para medir parámetros de calidad.....	32
Tabla 3.3 Resultados de viscosidad.....	44
Tabla 3.4 Detalle de Porcentaje de Recuperación de Solvente.....	46
Tabla 3.5 Costo de procesamiento por solvente en un año de producción.....	47
Tabla 3.6 Matriz de decisión.....	48

CAPÍTULO 1

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Descripción del problema

Los aceites lubricantes son sustancias que ayudan a reducir el estrés y la fricción entre superficies móviles en contacto, reduciendo el calor generado. De manera general, son usados en motores de automóviles, calderas, y en cualquier dispositivo mecánico en movimiento. Los lubricantes están conformados por 90% aceites bases y 10% aditivos. El uso constante de los aceites provoca que se contaminen de agua, metales (cromo, plomo, bario y cadmio) y también que los aditivos se degraden, provocando que se oscurezcan y su olor se torne desagradable (Bartels et al., 2003; Pirro et al., 2016).

En el contexto ecuatoriano, los aceites usados se refieren a los aceites de tipo industrial, que se volvieron inadecuados por el uso que se les asignó inicialmente. En el mercado nacional, empresas como Biofactor y Grasas y Aceites Ojeda Múltiples S.A., se dedican a la re-refinación de aceites usados mientras que ARC, se encarga de la recolección y exportación para el tratamiento de los aceites usados fuera del país; se observa que no son muchas las empresas dedicadas a trabajar con aceites usados por lo que representa un nicho competitivo en la economía local (Linares, 2005).

El proceso de tratamiento de aceites usados tiene 3 etapas principales: pretratamiento, regeneración o re-refinación, y el acabado. El re-refinamiento permite remover cerca del 10-14 % del aceite contaminado que representa principalmente los aditivos degradados, quedando 90-83% de bases intactas. (Rita María Vale-Capdevila et al., 2016). Los productos que llegan hasta la etapa de regenerado se denominan aceites re-refinados. El aceite re-refinado o regenerado

tiene un valor comercial importante, ya que en esta etapa se restauran las propiedades que tenía el aceite previo a su uso.

En la etapa de acabado hay varias tecnologías que pueden usarse para mejorar color y olor y son: tratamiento con solventes, con ácidos y/o arcillas, entre otros de mayor tecnología. Los procesos difieren principalmente en las sustancias usadas y la fundamentación teórica. Entre las tecnologías de tratamiento de olor y color tenemos: ácidos + arcillas, Proceso KTI (destilación al vacío + hidrogenación) y Proceso BERK (tratamiento con 2-propanol-metilcetona-1-butanolen). El inconveniente con estas tecnologías es que suelen ser costosas, ya que requieren de equipos sofisticados y/o reactivos poco comunes.

Por lo mencionado anteriormente, la problemática radica en que las bases recuperadas de aceites lubricantes no resultan atractivas para los clientes. Si bien se realiza un proceso de re-refinación, este se enfoca en eliminar los contaminantes principales, mas no los elementos precursores de olor y color. Por esta razón, los aceites recuperados necesitan tratamientos posteriores que mejoren sus características organolépticas.

1.2 Justificación del problema

El cuidado del medio ambiente y la sostenibilidad es un aspecto importante para tomar en cuenta en los tópicos relacionados con los derivados de petróleo. Un reciclaje eficaz de aceites lubricantes usados reduce tanto la contaminación ambiental como la emisión de gases de efecto invernadero (Diphare et al., 2013). En este caso particular, la producción de aceites lubricantes vírgenes conlleva a la explotación de campos petroleros ya que son obtenidos mediante la destilación de crudo. La emisión de gases de efecto invernadero y los potenciales derrames de la materia prima para la producción de aceites lubricantes son los principales impactos ambientales.

Además, la comercialización de bases de aceites recuperados representa una gran oportunidad de mercado. En primer lugar, existe una buena fuente de abastecimiento; el mercado ecuatoriano de aceites lubricantes es de aproximadamente 25 millones de galones, de los cuales se estima que el 60% se convierte en aceite usado, al finalizar su vida útil. Asimismo, debido al aumento de concientización ambiental en los últimos años, hay un interés por parte de los clientes en adquirir productos que conserven el medio ambiente (Sosa et al., 2013).

Este producto también ofrece beneficios para la industria ecuatoriana. Gran parte de los aceites lubricantes son importados, ya sea como base mineral o como producto terminado; sin mencionar que todos los aditivos son importados, puesto que no se manufacturan en Ecuador (Torres Cobos, 2014). Así, la venta de las bases recuperadas disminuiría la necesidad de importación y promovería el crecimiento de este nicho comercial.

Ahora bien, existen varias tecnologías para el tratamiento de bases recuperadas. Una de las más usadas históricamente es el uso de arcillas con ácido. Este proceso tiene la capacidad de producir aceites lubricantes de buena calidad. Sin embargo, también se originan grandes volúmenes de lodos contaminados y emisiones ácidas, los cuales requieren de un apropiado manejo y eliminación, lo que hace que el proceso sea costoso. Hay otras tecnologías como hidrotratamiento, craqueado, destilación a altas temperaturas y presiones, y mezclado; no obstante, son caras, no son tan seguras, y no se encuentran disponibles a pequeña escala. Por otra parte, la extracción con solventes produce aceites de una calidad superior, separa una mayor fracción de impurezas y el subproducto se asemeja al asfalto, por lo que también, se podría comercializar (AERCO, 1995).

Se han estudiado varios tipos de solventes, los más comunes son: propanol, butanol, MEK, etanol, tolueno, acetona, propano, entre otros. De acuerdo con Rincón et. al (2003), el propano es capaz de disolver compuestos parafínicos y material oxigenado de disolución intermedia. Es un gran solvente para reciclar aceite usado, pero es inflamable, por lo que el proceso de extracción con ese solvente se considera peligroso. En otras investigaciones se ha determinado que el MEK posee mejor rendimiento gracias a su bajo porcentaje en pérdidas de aceite y su alta eliminación de lodos (Katiyar & Husain, 2010) (Sterpu et al., 2013) (Durrani, 2014). Por otra parte, el butanol tiene mayor eliminación de lodos (Hussein et al., 2014).

En el presente trabajo se estudiarán tres solventes: etanol, dimetil formamida (DMF), y acetonitrilo. El etanol es una opción económica, ya que Ecuador es un país autosuficiente en la producción de alcohol a partir de la caña de azúcar (Filho et al., 2010). En el caso de los solventes DMF y acetonitrilo, no existe mucha bibliografía al respecto, pero ambos compuestos tienen gran potencial como solventes. El acetonitrilo es un solvente polar y la mayoría de matrices hidrofóbicas (aceites comestibles, lubricantes, biodiesel y combustibles) son altamente inmiscibles con este solvente (X et al., 2012). Por otra parte, el DMF es un solvente polar, muy utilizado en desulfuraciones, posee un alto poder disolvente y es uno de los mejores solventes en términos de recuperación además de ser amigable con el medio ambiente (Mokhtar et al., 2014).

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Desarrollar un tratamiento a nivel de laboratorio para la disminución de los niveles de color y olor, en bases lubricantes obtenidas por destilación de aceites usados, mediante el tratamiento de extracción con solventes.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Realizar pruebas de laboratorio en base al diseño de experimento, considerando los parámetros, tiempo, tipo y proporción del solvente
- Verificar la calidad de las bases obtenidas tomando como parámetro de calidad el color, olor y viscosidad.
- Determinar costo y rendimiento asociado al tratamiento con solvente aplicado para el mejoramiento de la calidad de la base lubricante

1.4 Marco teórico

1.4.1 Aceites lubricantes

Los aceites lubricantes son sustancias líquidas que ayudan a reducir la fricción, desgaste y calor entre componentes mecánicos en movimiento o que están en contacto entre sí. En cuanto a los tipos de aceites lubricantes, por su origen se tienen: aceites minerales y aceites sintéticos. Los aceites minerales se caracterizan por ser derivados directos del petróleo, mientras que los sintéticos son obtenidos mediante la transformación de aceites minerales y otros derivados de petróleo en compuestos específicos.(Pirro et al., 2016)

Con respecto a los usos de los aceites lubricantes se usan principalmente en los motores y transmisiones de vehículos, y en calderas. Entre los usos menos conocidos se tiene el sellado de tuberías que se encuentran a presión, y su uso en prevención de corrosión debido a que son componentes principalmente no polares.(Bartels et al., 2003)

Para que una sustancia sea considerada como un aceite lubricante debe cumplir las siguientes características: punto de ebullición elevado, punto de congelación bajo, alto índice de viscosidad, estabilidad térmica, estabilidad hidráulica, prevención de corrosión.

Estas características permiten que las partes mecánicas en movimiento se mantengan estables y su tasa de deterioro disminuya. (Omolara et al., 2015)

En lo referente a la composición de los aceites lubricantes, el 90 % corresponde a una base de aceite y el 10 % restante corresponde a aditivos. De manera general la base de aceite lubricante corresponde a los derivados de petróleo, mientras que los aditivos son sustancias que se añaden para asegurar mejor calidad y desempeño del aceite. (Minami et al., 2005)(Diphare et al., 2013)

1.4.1.1 Propiedades

Los lubricantes difieren en finalidad, uso, desempeño, vida útil y otras características en base a un conjunto de propiedades fisicoquímicas que permiten categorizarlos. Entre las propiedades principales se tiene: color, viscosidad, y olor.

El color está relacionado con la calidad de refinación, no es una medida de desempeño, pero da una idea del proceso por el cual se obtuvo el aceite. La Figura 1.1 describe la tira de colores para clasificar a un lubricante según su tonalidad. Por otro lado, el olor está relacionado con el uso del aceite, esto es debido a que el aceite se oxida y sus aditivos se degradan. A breves rasgos, la oxidación tiene un olor amargo o picante y un color café oscuro. No existe una escala estándar para medir el olor de los aceites, los análisis de olor en muestras de aceite se suelen llevar a cabo mediante análisis sensoriales.

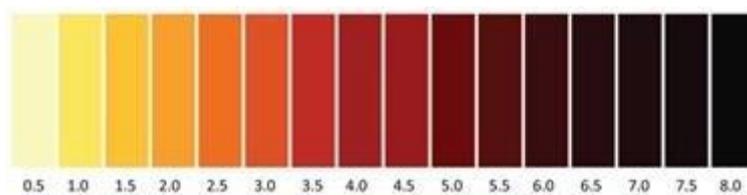


Figura 1.1 Escala de color para aceites lubricantes [ASTM D1500]

Finalmente, está la viscosidad, la cual es la medida más importante dentro de la industria de los lubricantes. La viscosidad de un fluido se define como la resistencia a la deformación a una velocidad dada (McNaught & Wilkinson, 2019). El sistema estándar de medida para la viscosidad en aceites es establecido y regulado por la American Petroleum Institute (API) y consiste en la resistencia que el aceite da al fluir a dos temperaturas diferentes: baja y alta.

1.4.2 Aceites Usados

Los aceites usados se refieren a los aceites de tipo industrial con base mineral o sintética, que se volvieron inadecuados por el uso que se les asignó inicialmente. Esta denominación también incluye, aceites usados de motores de combustión y de sistemas de transmisión, entre otros. Al igual que otros productos los aceites se deterioran con el uso sobre todo porque son sometidos a altas presiones y cambios bruscos de temperatura (Linares, 2005).

1.4.2.1 Contaminación y degradación

La degradación de los aceites lubricantes se da principalmente porque a medida que el aceite lubricante es usado, los aditivos pierden sus características, provocando que el aceite pierda su utilidad como lubricante. Además, fracciones de metales, provenientes del desgaste de componentes, son adheridas al aceite. En otras palabras, la degradación ocurre por la oxidación y descomposición térmica del aceite a altas temperaturas, cambiando su composición

original y generando partículas suspendidas (poso), lo que afecta la capacidad lubricante (Filho et al., 2010) (Diphare et al., 2013).

Por otra parte, el uso constante de aceites provoca que su viscosidad aumente, esto se da principalmente por la oxidación y contaminación con metales, agua, arena, tierra, entre otros. En términos generales la composición de aceites es: aceite base, aditivos degradados, residuos metálicos, productos de oxidación y hollín.

Como se mencionó anteriormente el uso de aceites también se ve reflejado en un cambio en las propiedades del lubricante (olor, color, viscosidad). Por ejemplo, en aceites de motores, el uso constante oscurece el aceite y aumenta su viscosidad, la densidad aumenta al tener en partículas suspendidas en él y el olor se torna desagradable.

En lo que refiere a la contaminación, la presencia de metales pesados e hidrocarburos aromáticos policíclicos en la composición de aceites lubricantes usados los vuelve altamente nocivos y cancerígenos. Cuando son liberados al ambiente, contaminan los organismos vivos, el suelo y las aguas subterráneas. (Diphare et al., 2013).

1.4.3 Re-refinación de aceites usados

Se conoce como re-refinación de aceites a una serie de procesos que son capaces de eliminar todos los contaminantes, incluyendo agua, partículas sólidas, compuestos solubles, productos de oxidación, aditivos previamente añadidos al aceite base; permitiendo así el restablecimiento de las características originales de los aceites base puros, para que puedan regresar a la cadena de producción. (Assunção Filho et al., 2010)

1.4.3.1 Etapas

Usualmente la re-refinación de aceites usados tiene 3 etapas: pretratamiento, regeneración y acabado. La etapa de pretratamiento consiste en filtrado del aceite, generalmente con un filtro metálico, con la finalidad de remover los sólidos insolubles, también se calienta el aceite usado a 105 °C para eliminar el agua presente. Por otro lado, la regeneración consiste en devolver las características que tenía el aceite antes de ser usado. El re-refinamiento permite remover cerca del 10-14 % del aceite contaminado que representa principalmente los aditivos degradados, quedando un 90-83% de bases intactas. (Rita María Vale-Capdevila et al., 2016).

Finalmente se tiene la etapa de acabado, donde se regula el pH, color y olor del aceite re-refinado. Estas características no son mejoradas en las etapas anteriores por lo que antes de comercializarlo al usuario final, es necesario mejorar las propiedades organolépticas del aceite regenerado.

1.4.3.2 Normativa Ecuatoriana

En cuanto a la materia prima, los aceites minerales usados o gastados son considerados como desechos peligrosos por fuente no específica, según el Acuerdo Ministerial 142, con registro oficial 856 (Listado Nacional de Sustancias Químicas Peligrosas, Desechos Peligrosos y Especiales. Registro Oficial 856. Acuerdo Ministerial 142, 2012). Al ser considerados como desechos peligrosos, de acuerdo con la Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes: recurso agua, es prohibido descargar este tipo de sustancias hacia el cuerpo receptor, sistema de alcantarillado y de aguas de lluvia. Asimismo, está prohibido descargar residuos líquidos que contengan restos de aceite lubricante en la red

de alcantarillado (Norma de Calidad Ambiental y de Descarga de Efluentes: Recurso Agua, 2011).

Además, en conformidad con el Acuerdo Ministerial 042, el aceite base producto de la regeneración deberá cumplir los estándares de calidad establecidos en la normativa aplicable emitida por el Servicio Ecuatoriano de Normalización INEN o el que lo reemplace, que en este caso sería la Norma INEN 2029 (Acuerdo Ministerial 042, 2019).

ESPECIFICACION	UNIDAD	LIVIANA		MEDIA		PESADA		CILINDRO PARAFINICO		MÉTODO DE ENSAYO
		MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MIN	MÁX	
Viscosidad cinemática a 100°C.	cSt	2	6,1	>6,1	21,1	>21,1	40,1	>40,1	55	NTE INEN 810
Indice de viscosidad		92	--	95	--	95	--	70	--	ASTM D 2270
Punto de inflamación	°C	185	--	210	--	250	--	250	--	NTE INEN 808
Punto de escurrimiento	°C	--	-12	-8		-8		-3		NTE INEN 1982
Color ASTM			2	3,5		6,5	--	--		ASTM D 1500
Acidez total	mg KOH		0,06	0,06		0,06		0,1		ASTM D 974
Contenido de cenizas	% m/m		0,1	0,1		0,1		0,1		ASTM D 482
Contenido de agua	% V		0,01	0,01		0,01		0,01		ASTM D 95
Policíclicos Aromáticos	% P		3	3		3		3		IP 346

Figura 1.2 Especificaciones de bases recuperadas [INEN 2029]

1.4.4 Extracción con solventes

Los tratamientos con solventes se basan en la operación unitaria de extracción líquido-líquido que tiene como fundamento la solubilidad selectiva. El proceso de extracción consiste en mezclar el aceite usado con un solvente que o bien es capaz de disolver las sustancias precursoras de olor y color solamente o disuelve

exclusivamente el aceite regenerado. De esta manera la parte deseada (aceite regenerado), se puede recuperar del extracto o refinado, esto dependerá del tipo de solvente que se use. Usualmente los procesos de extracción tienen una etapa posterior de recuperación de solvente, normalmente es destilación tradicional o destilación al vacío dependiendo del punto de ebullición del solvente.(McCabe & Smith, 2006)

Entre los varios procesos alternativos de recuperación, la extracción con solventes ganó mucha atención porque es simple, económico y ecológicamente correcto ya que sus residuos (lodos orgánicos) se pueden utilizar en la industria del asfalto. Los procesos de extracción que utilizan disolventes típicamente incluyen la separación de parafina y compuestos nafténicos, por diferencia de solubilidad, de compuestos indeseables como poso, resinas y asfáltenos (Filho et al., 2010).

1.4.4.1 Factores que afectan al proceso

Para la operación de extracción con solventes las variables más relevantes son: tiempo, temperatura, relación solvente-alimentación y tipo de solvente usado. Estas variables afectan de manera significativa al porcentaje de sustancia de interés extraída, así como a la recuperación de solvente.

El tiempo consiste en el periodo durante el cual se mezcla el aceite usado con el solvente, el mezclado involucra una agitación. La segunda variable clave del proceso es la temperatura a la cual se realiza el proceso de mezclado del aceite con solvente. La temperatura de mezclado es muy importante debido a que la solubilidad entre sustancias también es dependiente de la temperatura, en líquidos por lo general al aumentar la temperatura también aumenta la solubilidad de un soluto en solvente determinado. En este

parámetro debe tomarse en cuenta la volatilidad y el punto de ebullición del solvente debido a que, si se supera el punto de ebullición del solvente, este se evaporaría y la extracción no se llevaría a cabo.

La relación solvente-aceite en la alimentación es simplemente cuanto solvente se va a usar para extraer una determinada cantidad de aceite regenerado. Esta variable depende de la solubilidad de un soluto determinado en el solvente, si la solubilidad del soluto es elevada se necesita menos solvente, si es menor se necesita más solvente.

El tipo de solvente es quizá la variable más importante debido a que no todas las sustancias tienen la capacidad de extraer un soluto determinado, además la facilidad de extracción varía solvente a solvente. La variable solvente está muy relacionada con las descritas anteriormente ya que un cambio en la temperatura, tiempo y proporción también afecta al comportamiento y el resultado de la extracción.

1.4.4.2 Solventes

En el presente proyecto se estudiarán tres solventes: etanol, dimetil formamida (DMF), y acetonitrilo. El etanol es un solvente polar, por lo que es miscible en agua y con muchos compuestos orgánicos; asimismo, tiene afinidad con hidrocarburos y cloruros alifáticos. Es un solvente no tóxico, se encuentra dentro del grupo GRAS (generalmente reconocido como seguro). Además, es considerado como el más seguro ambientalmente dentro del grupo de los alcoholes al ser obtenido de fuentes biológicas mediante el proceso de fermentación (Saxena et al., 2011).

El acetonitrilo es un solvente polar con baja volatilidad. Es un solvente con alta eficiencia en la separación de compuestos aromáticos de compuestos no aromáticos. Las ventajas del acetonitrilo sobre otros disolventes son: su bajo punto de ebullición hace que sea fácil su recuperación mediante destilación flash, y su miscibilidad en agua hace posible que las trazas del solvente puedan eliminarse mediante un lavado simple con agua (Karonis et al., 2019).

El DMF es un solvente polar aprótico, con gran capacidad de reciclabilidad y amigable con el medio ambiente. Al ser hidrofílico, es capaz de disolver la mayoría de los compuestos orgánicos. En la industria petroquímica, el DMF se utiliza para la purificación de acetileno a partir de etileno y butadieno, también se usa para la separación de aromáticos de hidrocarburos alifáticos, los cuales se encuentran en aceites lubricantes (Heravi et al., 2018).

CAPÍTULO 2

2. METODOLOGÍA

2.1 Fases del proyecto

2.1.1 Fase I: Estado del arte, recolección de información, contextualizar problemática

Este proyecto está compuesto de tres grandes fases. La primera fase consistió en las investigaciones previas a la realización del proyecto como tal. Principalmente se revisaron investigaciones y/o proyectos que tengan como eje central los aceites lubricantes, aceites usados, re-refinación de aceites, entre otros. Esta información sirvió como base para evaluar el contexto propio de este proyecto y verificar si existe una problemática por resolver. La investigación bibliográfica también permitió evaluar las posibles soluciones al problema encontrado. Luego, se aplicaron los conocimientos adquiridos a través de las investigaciones para diseñar una solución factible al problema planteado.

Estado del arte: En esta etapa se revisó información y referencias bibliográficas acerca de los aceites lubricantes, bases de aceites, re-refinación y todo lo relacionado con el tema de recuperación, tratamiento y manejo de aceites usados.

Recolección de información: Investigación acerca de métodos específicos para el acabado en el proceso de re-refinación de aceites usados. También se incluyó la revisión de materiales, equipos, metodologías de experimentación a nivel de laboratorio, solventes, variables clave, entre otros.

Contextualizar problemática: con la información recolectada, se evaluó el panorama local: proveedores, afectados, clientes, entre otros.

2.1.2 Fase II: Diseño y experimentación

Tomando en cuenta la información de la primera fase, esta etapa consistió en la selección, diseño y ejecución del experimento que permitió resolver la problemática. En este caso, la solución encontrada al problema del mal olor y color de las bases de aceite re-refinado es el uso de solventes para realizar una extracción líquido-líquido. También se definieron las variables involucradas en la experimentación, las cuales fueron: solvente, tiempo de extracción, temperatura y proporción aceite – solvente.

La experimentación consistió en la ejecución del diseño planteado, siguiéndolo paso a paso teniendo en cuenta las normas de seguridad, SDS's de los reactivos usados, y las medidas de bioseguridad debido a la pandemia de COVID-19.

El procedimiento de laboratorio fue diseñado en base a revisión de estudios, investigaciones y tesis similares, adaptando los distintos aspectos a las necesidades particulares de este proyecto.

2.1.3 Fase III: Evaluación y análisis de resultados

Con los datos obtenidos en la experimentación se organizó la información y se realizó un análisis comparativo, teniendo en cuenta las variables modificadas. El proceso de análisis fue realizado mediante el uso de herramientas y gráficos estadísticos.

El tratamiento de los datos obtenidos se lo realizó en Excel y Minitab. Se registraron las medidas respectivas y se realizaron los cálculos mediante el editor de funciones de Excel, mientras que en Minitab se realizó el tratamiento estadístico a ciertos resultados obtenidos. Entre las mediciones principales se encuentran: cantidad de base recuperada a tratar, cantidad de solvente usado, temperatura de extracción, tiempo de extracción, masa de extracto,

masa de refinado, entre otras. Con respecto a los cálculos realizados se puede enumerar: porcentaje de base de aceite recuperado, porcentaje de solvente recuperado, costo de procesamiento asociado a cada solvente.

2.2 Diseño experimental

El diseño de experimentos es una metodología que aplica el método científico con el objetivo de generar conocimiento, mediante pruebas planificadas de manera adecuada. Para conducir un estudio experimental satisfactorio es necesario realizar ciertas actividades por etapas, las cuales se describen a continuación:

1. Entender y delimitar el problema
2. Elegir las variables de respuesta y verificar que se midan de forma confiable.
3. Determinar qué factores investigar.
4. Seleccionar los niveles de los factores a estudiar
5. Planear y organizar el diseño experimental
6. Realizar el experimento
7. Analizar resultados por métodos estadísticos.
8. Interpretar resultados
9. Realizar conclusiones

(Gutiérrez Pulido & De la Vara Salazar, 2008)

La elección de las variables de respuesta es primordial en un diseño de experimento, puesto que repercuten directamente en los resultados de los experimentos. Las variables de respuesta deben de caracterizar el problema u objeto de estudio de la mejor manera posible. En este caso, el problema radica en mejorar la calidad (apariencia) de las bases de aceites lubricantes recuperados. Es por esto por lo que, el olor y color, los cuales son las propiedades que presentan inconvenientes en las bases recuperadas, fueron escogidas como variables de respuesta. También se consideró el rendimiento de extracción como variable de respuesta, puesto que describe y es un indicador de la eficiencia del

proceso estudiado. La forma de medición de las variables mencionadas anteriormente será detallada en una sección posterior.

Otros elementos importantes en un diseño de experimento son los factores controlables o variables de entrada. Estas variables describen al proceso o las características de los materiales, los cuales pueden ser fijados en un nivel dado. En este caso, se fijó como variable de entrada el tipo de solvente utilizado (etanol anhidro, DMF, y acetonitrilo). La razón de la elección de los tres solventes (etanol, DMF y acetonitrilo) fue explicada previamente en el capítulo anterior. En síntesis, de acuerdo con las investigaciones previas, los solventes mencionados tienen diversas propiedades que les otorgan gran potencial como solventes en el proceso estudiado, y representan una gran oportunidad de estudio, puesto que no existe mucha bibliografía con respecto a su uso con bases de aceites re-refinadas.

Por otra parte, el diseño de experimento contó con tres factores a investigar: temperatura, tiempo de extracción, y proporción aceite/solvente. Estos factores fueron escogidos en base a investigaciones previas y porque tienen una influencia directa en la eficiencia del proceso, y por ende en los indicadores de calidad medidos.

Los niveles de cada factor a estudiar se encuentran detallados en la Tabla 2.1. Se seleccionaron dos niveles para el factor de temperatura, uno a temperatura ambiente y el otro a una temperatura alta, la cual estuvo limitada por los puntos de ebullición del etanol y acetonitrilo. En el caso del tiempo de extracción, los niveles seleccionados fueron escogidos en base a la literatura y considerando que fueran factibles teniendo en cuenta el tiempo planificado para la fase de experimentación. Finalmente, con las proporciones, la primera se escogió teniendo en cuenta la literatura revisada, y el segundo nivel se seleccionó en base a los resultados de la primera proporción y la disponibilidad de los solventes.

Tabla 1.1 Factores a investigar en el experimento

Factores	Descripción	Nivel 1	Nivel 2
A	Temperatura [°C]	25	60
B	Tiempo [min]	45	90
C	Proporción aceite/solvente	1:2	1:4

En base al objetivo y número de factores seleccionados, se empleó un diseño de experimento exploratorio factorial completo. Para determinar el número de experimentos a realizar se aplicó la ecuación 2.1

$$\# \text{ experimentos} = N^F * VE \quad (2.1)$$

Donde N representa el número de niveles, F el número de factores y VC el número de variables de entrada. Así, se obtuvo un número de experimentos de 24.

A continuación, se detalla el diseño del experimento de laboratorio donde se especifica el procedimiento de extracción de la base de aceite recuperada, junto con la etapa de recuperación de solvente. También se detalla la lista de materiales, equipos y reactivos que se usaron en la experimentación.

❖ **Materiales, equipos y reactivos**

○ **Reactivos**

- Base de aceite lubricante recuperada.
- Etanol anhidro (C₂H₅OH).
- Dimetil Formamida (DMF) (C₃H₇NO).
- Acetonitrilo (C₂H₃N).
- Agua Destilada.

○ **Equipos**

- Sorbona.
- Plancha de calentamiento con agitación magnética.
- Plancha de calentamiento.
- Balanza analítica de tres decimales de precisión.

- Viscosímetro cinemático.
- Burbujeador de pecera
- **Materiales**
 - Vasos de precipitación de 100, 500 y 1000 mL.
 - Balones de destilación.
 - Tubo refrigerante.
 - Matraces Erlenmeyer.
 - Pipetas de 10 mL.
 - Probetas de 10, 50 y 100 mL.
 - Peras de succión.
 - Embudos de decantación.

2.2.1 Procedimiento de extracción con etanol anhidro

1. Una cantidad conocida de aceite usado (30 y 50 mL) se mezcla con una cantidad específica de solvente en proporciones de aceite solvente de 1:2 y 1:4.
2. Se deja agitando la mezcla a 250-300 rpm durante 45 minutos y 90 minutos. Se realiza este proceso a 25 °C y 60 °C.
3. Después de agitar se coloca la mezcla en un embudo de decantación, se deja sedimentar la mezcla durante 24 horas para que se produzcan dos capas. La capa pesada (refinado) es el aceite recuperado, y la ligera (extracto) contiene las impurezas y aditivos degradados. La capa pesada es la deseada.
4. Se separan las capas por diferencia de gravedad.
5. La capa ligera (extracto) se somete a un proceso de destilación para recuperar el solvente a una temperatura entre 78 y 80 °C.
6. Se burbujea la capa pesada para eliminar trazas de solvente de la base recuperada.

2.2.2 Procedimiento de extracción con DMF

1. Una cantidad conocida de aceite usado (30 y 50 mL) se mezcla con una cantidad específica de solvente en proporciones de aceite solvente de 1:2 y 1:4.
2. Se deja agitando la mezcla a 250-300 rpm durante 45 minutos y 90 minutos. Se realiza este proceso a 25 °C y 60 °C.
3. Después de agitar se coloca la mezcla en un embudo de decantación, se deja sedimentar la mezcla durante 24 horas para que se produzcan dos capas. La capa ligera (refinado) contiene el aceite recuperado, y la pesada (extracto) las impurezas, aditivos degradados y solvente. La capa ligera es la deseada.
4. Se separan las capas por diferencia de gravedad.
5. La capa pesada (extracto) se somete a un proceso de destilación para recuperar el solvente a una temperatura de 153 °C.
6. Se burbujea la capa ligera para eliminar trazas de solvente de la base recuperada.

2.2.3 Procedimiento de extracción con Acetonitrilo

1. Una cantidad conocida de aceite usado (30 y 50 mL) se mezcla con una cantidad específica de solvente en proporciones de aceite solvente de 1:2 y 1:4.
2. Se deja agitando la mezcla a 250-300 rpm durante 45 minutos y 90 minutos. Se realiza este proceso a 25 °C y 60 °C.
3. Después de agitar se coloca la mezcla en un embudo de decantación, se deja sedimentar la mezcla durante 24 horas para que se produzcan dos capas. La capa pesada (refinado) es el aceite recuperado, y la ligera (extracto) contiene las impurezas y aditivos degradados. La capa pesada es la deseada.
4. Se separan las capas por diferencia de gravedad.
5. La capa ligera (extracto) se somete a un proceso de destilación para recuperar el solvente a una temperatura a 82 °C.

- Se burbujea la capa pesada para eliminar trazas de solvente de la base recuperada.

Nota: La etapa de decantación es una de las más importantes ya que se verifica la distribución de capas de solvente y base. La Tabla 2.2 muestra la distribución de las capas según el solvente utilizado.

Tabla 2.2 Distribución de capas según solvente usado.

Solvente	Capa ligera (superior)	Capa pesada (inferior)
Etanol	Solvente + impurezas	Base
DMF	Base	Solvente + impurezas
Acetonitrilo	Solvente + impurezas	Base

2.2.4 Recuperación de solventes

Para recuperar los solventes se utilizó el proceso de destilación simple en el extracto (fase que contiene en su mayoría el solvente).

- Se arma un sistema de destilación y se coloca en un balón la fase que será destilada.
- Se apertura la llave de agua conectada al tubo refrigerante.
- Se calienta el matraz con la ayuda de una plancha de calentamiento, hasta alcanzar la temperatura de ebullición del solvente.
- Se mantiene el calentamiento hasta que la mayor parte del solvente haya destilado, sin dejar que se seque el contenido del balón.

Para la recuperación de cada solvente se tomaron en cuenta las condiciones indicadas en la Tabla 2.3.

Tabla 3.3 Información para recuperación de solvente

Solvente	Densidad del solvente a 25 °C(kg/m ³)	Capa de interés (con solvente)	Densidad aparente	Temperatura de destilación (°C)
Etanol	789	Extracto	Ligera	78-80
DMF	944	Extracto	Pesada	153
Acetonitrilo	786	Extracto	Ligera	82

2.3 Medición de propiedades físicas

Los aceites lubricantes son sustancias altamente reguladas ya que desempeñan un papel de vital importancia en la industria automotriz y en el sector industrial. En esta investigación se realizó la medición de viscosidad, olor y color.

La viscosidad es una propiedad clave, debido a que se puede relacionar con el uso al que fue sometida cierta muestra de aceite. La viscosidad se midió con el viscosímetro cinemático del laboratorio de hidrocarburos de la ESPOL.

En lo que respecta a las propiedades organolépticas, el color se midió con la tira de colores mostrada en la Figura 1.1. Esta figura corresponde a la escala de colores para aceites propuestas por ASTM D1500. Se compararon las muestras obtenidas de aceite recuperado después del tratamiento de extracción con los colores de la imagen, y se asignó un valor numérico correspondiente.

Por otra parte, el olor se detectó mediante un panel sensorial, realizado con ayuda de Google Forms. El panel estuvo conformado de 26 personas, quienes realizaron dos evaluaciones sensoriales, la primera evaluación fue de aceptabilidad en donde se valoró en una escala del 1 al 5 el olor de las muestras, siendo 1 el olor más intenso o fuerte y 5 el más débil. La segunda evaluación consistió en una prueba comparativa en la cual se les solicitó ordenar del 1 al 4 las muestras según su preferencia, siendo 1 la más preferida y 4 la menos preferida.

2.4 Cálculos relacionados

Uno de los objetivos de este proyecto es determinar el costo y rendimiento asociado al tratamiento con solvente aplicado para el mejoramiento de la calidad de la base lubricante, por lo que para esto se realizaron varias operaciones matemáticas que permitan cuantificar

el rendimiento y eficiencia del proceso. El primer cálculo fue el porcentaje de extracción de base de aceite lubricante recuperada, la ecuación 2.2 muestra el cálculo utilizado.

$$\%E = \frac{W_p}{W_o} \times 100 \quad (2.2)$$

Donde W_p es la masa de base de aceite lubricante recuperada post extracción, y W_o representa la masa de base de aceite recuperado inicial, es decir la alimentación. Por otro lado, la medida de eficiencia del solvente usado se detalla a continuación en la ecuación 2.3:

$$\%S = \frac{M_{Sr}}{M_{Si}} \times 100 \quad (2.3)$$

Donde M_{Sr} representa la masa de solvente recuperado después de la destilación y M_{Si} la masa de solvente en la alimentación. La ecuación 2.2 representa el porcentaje de aceite que se obtuvo después de la extracción con solventes y el burbujeo respecto a la cantidad de aceite inicialmente suministrada al sistema, mientras que la ecuación 2.3 representa el porcentaje de solvente que se obtuvo después de la extracción y destilación de estos respecto a la cantidad de solvente inicialmente suministrada al sistema.

Finalmente, se determinó el costo de procesamiento para cada solvente, a las condiciones que proporcionaron los mejores resultados en términos de calidad. Para esto se tomó una base de cálculo de 100 m³/día de base de aceite recuperada. Con el valor mencionado, y la proporción de aceite – solvente, fue posible obtener la cantidad de solvente utilizado. Luego, con los cálculos mencionados anteriormente, porcentaje de extracción y porcentaje de recuperación de solvente, se determinaron la cantidad de base recuperada como producto final, y la masa recuperada de solvente. Después, teniendo en cuenta el valor del solvente recuperado y el requerido para realizar la extracción, se obtuvo la masa de solvente por reponer. Finalmente, utilizando los

precios mostrados en la Tabla 2.4, se determinó el costo de procesamiento en un año de operación para cada solvente. Cabe recalcar que este costo tiene en cuenta únicamente los costos asociados a la compra de los solventes, mas no a la utilización de equipos y de energía.

Tabla 4.4 Precios de solvente por unidad granel

Solvente	Precio (\$/ton)
Etanol	1200
DMF	990
Acetonitrilo	1300

CAPÍTULO 3

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Análisis de variables de respuesta

Las variables de respuesta son aquellas que caracterizan el problema de la mejor manera posible. Así, se consideraron variables de respuesta que describan la eficiencia del proceso (rendimiento), y que sean indicadoras de calidad (viscosidad, color y olor). Se analizó el comportamiento de cada variable de respuesta con respecto a los factores estudiados, los cuales fueron tipo de solvente, temperatura, tiempo de extracción y proporción base/solvente.

3.1.1 Rendimiento

El rendimiento del proceso general es medido mediante la relación de la base recupera luego del burbujeo respecto a la base de aceite inicialmente usada. Los resultados porcentuales de extracción se encuentran detallados en el Figura 3.1.

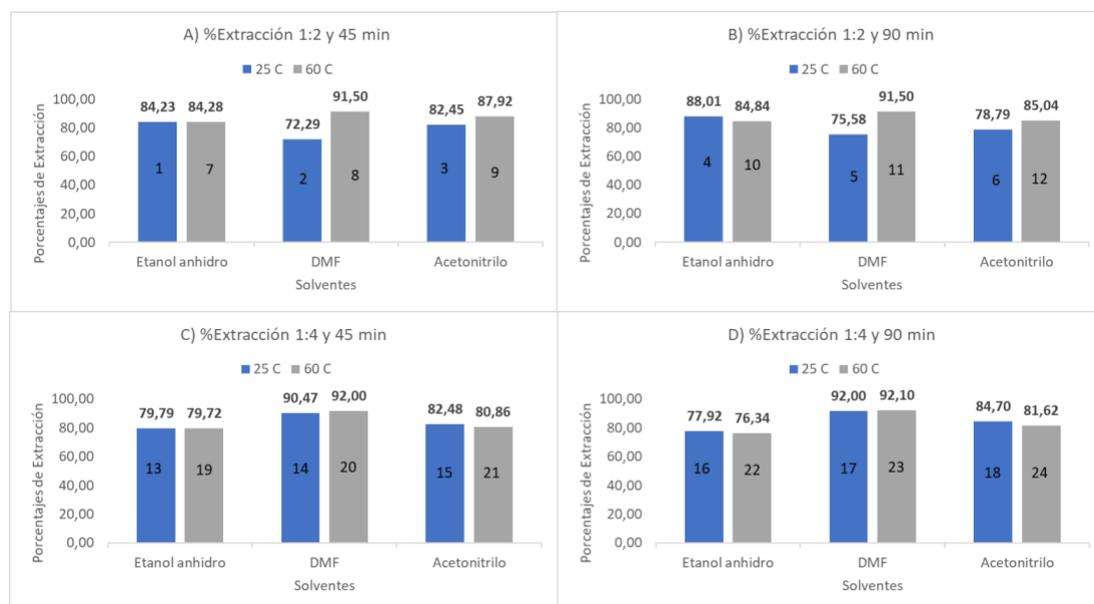


Figura 3.1 Porcentajes de extracción de acuerdo relación base/solvente, tiempo y temperatura de extracción

Analizando el factor solvente, de manera general, se tiene que el DMF tiene un mejor porcentaje de extracción en la mayoría de los escenarios a

excepción cuando se tuvo una temperatura de 25 °C y proporción 1:2. Entonces, por el comportamiento mostrado por el DMF, se verificó que, para realizar la extracción con este solvente, mayor temperatura, y proporción permiten obtener porcentajes de extracción más elevados. El mejor escenario para el DMF respecto al porcentaje de extracción es el 23 (60 °C, 90 min, 1:4) con un porcentaje de extracción del 92,10%, comprobando así la premisa establecida, a mayor temperatura, tiempo de extracción y proporción se obtienen mejores resultados para este solvente.

Por otra parte, el segundo mejor solvente en términos de porcentaje de extracción es el acetonitrilo, debido a que sólo se vio superado por el etanol en dos escenarios (temperatura 25 °C con proporción 1:4). El acetonitrilo siempre se encontró por debajo del DMF, pero al igual que este último, al aumentar la temperatura, tiempo de extracción y proporción, mejoraron los porcentajes de extracción, pero con una ligera diferencia, el mejor resultado obtenido se dio en el escenario 9 (60 °C, 45 min, 1:2). Esto se dio debido a que la mezcla que formaba la base con el acetonitrilo provocaba que una parte de la base de aceite recuperado se adhiriera a las paredes del recipiente que lo contenía por lo que no era posible remover dicha parte hasta lavar el envase. Así, a mayor cantidad de solvente y tiempo de extracción se pierde una pequeña cantidad de base. Por otra parte, para este solvente en específico, el aumento de temperatura resultaba en mejores porcentajes de extracción.

Ahora bien, el etanol anhidro fue el solvente con peores resultados respecto a rendimiento, debido a que solo en el primer escenario (25 °C, 45 min, 1:2) con una extracción del 84,23% y el escenario 4 (25 °C, 90 min, 1:2) con 88,01% de extracción superó a los otros dos solventes. Esto se debió principalmente a la temperatura de ebullición del etanol (78 °C); al acercarse más a la temperatura de ebullición de una sustancia el equilibrio de fases se irá desplazando hacia la fase de vapor; entonces para el caso del etanol, no es conveniente elevar la temperatura ya que

este se evaporaría y disminuiría su capacidad de extracción. Algo similar ocurrió con el tiempo de extracción, al aumentarlo el etanol se evapora porque es un solvente volátil. Respecto a la proporción, se evidenció que al aumentarla el rendimiento disminuía y esto se debe principalmente a que la solubilidad de la base en el etanol es mayor que en los otros solventes, por lo que cierta cantidad de base se perdía en la capa de impurezas.

3.1.2 Indicadores de calidad

Los parámetros de calidad corresponden a aquellas propiedades cuantitativas y cualitativas que “permiten caracterizar y valorar a un objeto con respecto a las restantes de su especie”. (Diccionario de la lengua española | RAE - ASALE, 2020). Los indicadores que se analizaron en el presente proyecto fueron: color, olor y viscosidad.

3.1.2.1 Color

El color de las muestras fue medido mediante la tira de colores para bases de aceites recuperados que se presenta en la Figura 3.2, la cual corresponde a la escala de color propuesta por ASTM D1500.

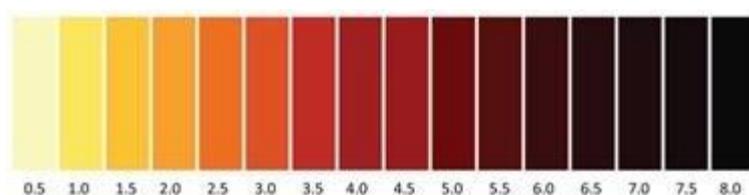


Figura 3.2 Escala de color para aceites lubricantes [ASTM D1500]

En la Figura 3.3 se puede observar el color de las bases obtenidas por solvente. La primera muestra que se presenta es la base de aceite original, es decir, sin haber realizado algún tipo de tratamiento. Las siguientes, son muestras representativas que corresponden a las bases obtenidas mediante extracción con etanol, DMF y acetonitrilo respectivamente.

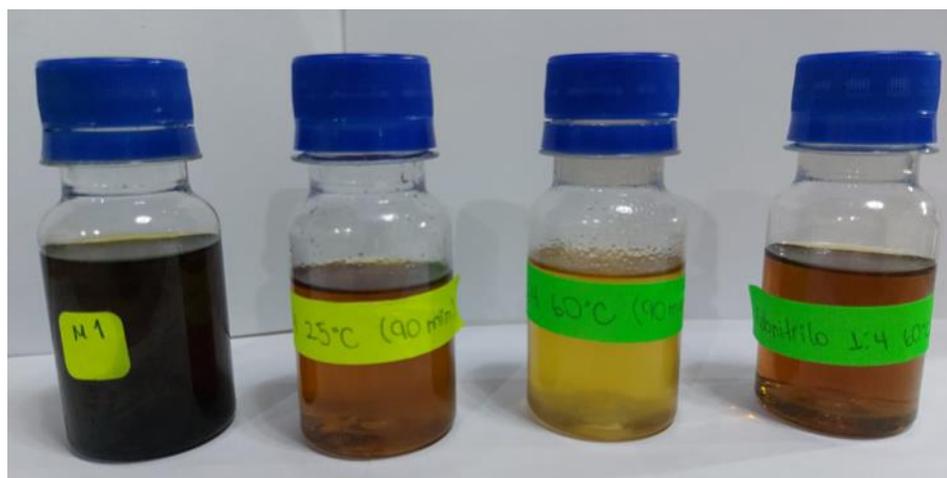


Figura 3.3 Muestras representativas

Se comprobó que el color de las muestras no dependía significativamente ni de la temperatura, tiempo o proporción sino principalmente del solvente utilizado, ya que se determinó el mismo valor de color para cada solvente usado. Esto se puede observar en la Figura 3.4 en donde se presentan todas las muestras obtenidas con el solvente DMF. Se puede apreciar en la imagen que las muestras tienen el mismo valor de color de acuerdo con la escala ASTM.

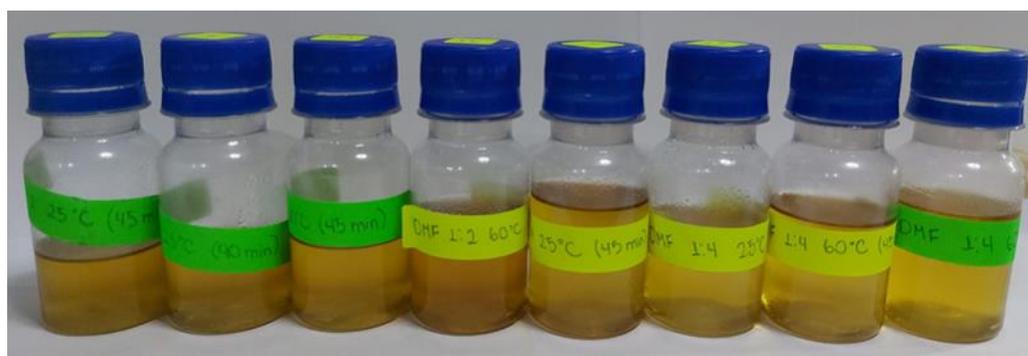


Figura 3.4 Muestras de base extraída usando DMF como solvente

Después de determinar que el color no varía con respecto a las condiciones de extracción, se procedió a evaluar el color por solvente usando la escala de color ASTM D1500. La Tabla 3.1 muestra los resultados obtenidos respecto al color. La escala de color funciona de tal manera de que, a valores más elevados, el color de la base es más oscura, y a valores menores es más clara.

Tabla 3.1 Color de las muestras según solvente

Solvente/muestra	Color
Etanol	2,5
DMF	1
Acetonitrilo	2,5
Muestra	7,5

Se apreció una relación evidente entre el color y rendimiento tomando al solvente como factor de análisis ya que el DMF, solvente con mejor rendimiento, disminuyó la coloración en mayor medida, en comparación con los otros solventes, alcanzando en todas las pruebas la tonalidad más clara de los ensayos realizados. Esto se explica debido a que el DMF remueve de manera más eficiente las impurezas de la base de aceite recuperado, de esta manera aclarando más la base.

3.1.2.2 Olor

Las muestras a las que se les midió olor mediante panel sensorial y viscosidad fueron preseleccionadas por los autores de esta investigación. En dicha preselección se escogió al mejor representante por solvente basándose en el olor. No se seleccionó en base al color, puesto que el color de las muestras por solvente no variaba significativamente. Las muestras seleccionadas para medir los parámetros de calidad se detallan en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2 Muestras seleccionadas para medir parámetros de calidad

Muestra	Solvente	Temperatura [°C]	Tiempo [min]	Proporción	%E
16	Etanol anhidro	25	90	1 a 4	77,92
23	DMF	60	90	1 a 4	92,10
24	Acetonitrilo	60	90	1 a 4	81,62
Muestra sin alterar	Muestra sin alterar	-	-	-	

El olor fue cuantificado mediante un panel sensorial. Se tomó en cuenta la aceptabilidad, es decir, la intensidad del olor; y la comparabilidad, en otras palabras, la preferencia del usuario con respecto a las demás muestras. Como se especificó anteriormente,

este panel fue realizado con las mejores muestras de base por solvente. El número de panelistas entrevistados fue de 26. Cabe recalcar que los panelistas no poseían ningún tipo de entrenamiento previo, por lo que el panel se considera de tipo afectivo hedónico. (Reyna & Domínguez, 2007)

La Figura 3.4 muestra los porcentajes de las calificaciones dadas por los panelistas respecto al nivel del olor. Para fines de análisis, se tomará en cuenta la respuesta con mayor porcentaje. La muestra sin alterar recibió un 84,62% para intensidad muy fuerte de olor, esto fue un resultado esperado ya que esta muestra fue de control y no recibió ningún tratamiento.

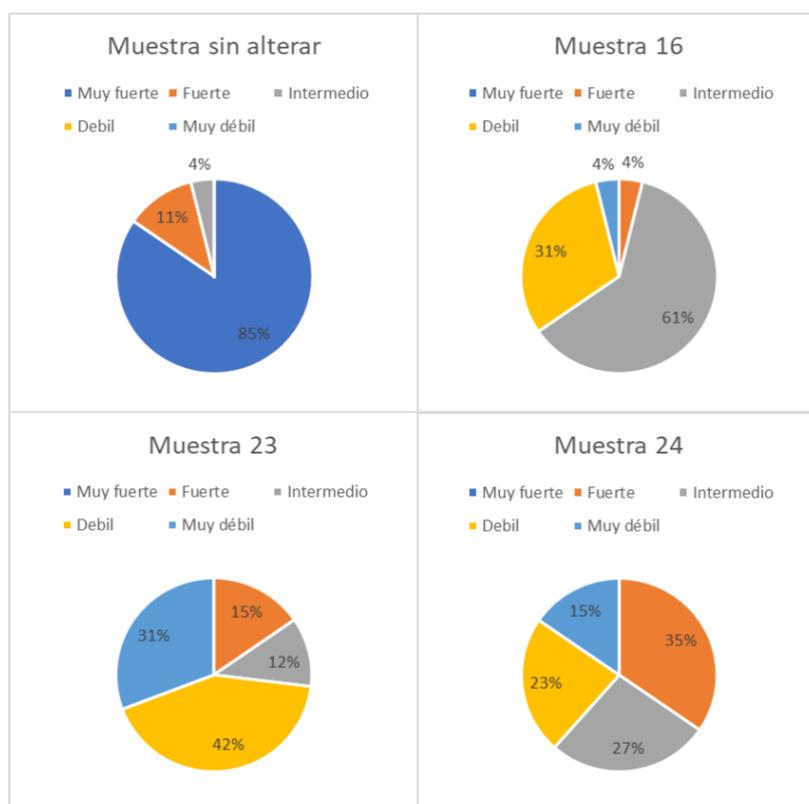


Figura 3.5 Porcentajes de respuesta de panelistas según intensidad de olor
[Excel 365, 2021]

Respecto a las muestras que recibieron tratamiento, la 16 (Etanol anhidro, 25 °C, 90 min, 1:4) fue calificada con intensidad de olor intermedia por el 61,54% de los panelistas. Por otro lado, la prueba

23 (DMF, 60 °C, 90 min, 1:4) recibió 42,31% para débil y 30,77% para muy débil. Finalmente, la muestra 24 (Acetonitrilo, 60 °C, 90 min, 1:4) recibió la calificación de fuerte por el 34,62% de los encuestados.

Nuevamente, se observó que el DMF (prueba 23) obtuvo la mejor calificación en términos de olor debido a que más del 70% de los encuestados la calificaron como olor débil o muy débil. Igual que en los casos anteriores, el olor débil o muy débil se debe a la eficiencia con la que el DMF remueve las impurezas de la base de aceite lubricante, esto se ve reflejado en rendimiento, color y olor, factores en los que el DMF supera a los otros solventes.

También se realizó un análisis estadístico inferencial a la aceptabilidad, en el programa Minitab 18, que consistió, en primer lugar, en realizar una prueba de normalidad a los datos para verificar si la información recolectada se comportaba como una distribución normal. Como era de esperarse, los datos no se comportaron como distribución normal por lo que el conjunto de datos se clasificó como nominal no paramétrico. La prueba realizada fue Kruskal-Wallis cuya hipótesis nula y alterna son las siguientes:

H_0 : Todas las medianas son iguales

H_1 : Al menos una mediana es diferente

La prueba Kruskal-Wallis es ideal para trabajar con datos no paramétricos nominales ya que trabaja con la mediana, la cual es la medida de tendencia central más representativa para datos nominales. La media no tiene un significado real ya que se asigna valores enteros a características cualitativas por lo que valores no corresponden a datos numéricos si no a características.

La Figura 3.5 refleja los resultados de la prueba. Examinando el valor P, se obtuvo que es menor a 0,05 por lo que la evidencia estadística indica que la hipótesis nula se rechaza, en otras palabras, sí existe al menos una mediana diferente. Esta información es evidente debido a que para cada muestra se tuvo una mediana diferente. Para la muestra sin tratar la mediana correspondió a una intensidad de olor muy fuerte, para la muestra tratada con etanol fue intermedio, para la muestra extraída con DMF, olor débil y finalmente para la muestra tratada con acetonitrilo la mediana fue intermedio.

Prueba de Kruskal-Wallis: Aceptabilidad

Estadísticas descriptivas

Muestra	N	Mediana	Leyenda	Clasificación de medias	Valor Z
Muestra sin tratar	26	1	Muy Fuerte	15,3	-7,25
16	26	3	Intermedio	61,9	1,83
23	26	4	Débil	74,5	4,29
24	26	3	Intermedio	58,3	1,13
General	104			52,5	

Prueba

Hipótesis nula	H ₀ : Todas las medianas son iguales		
Hipótesis alterna	H ₁ : Al menos una mediana es diferente		
Método	GL	Valor H	Valor p
No ajustado para empates	3	56,7	0
Ajustado para empates	3	59,5	0

Figura 3.6 Prueba Kruskal-Wallis para la aceptabilidad [Minitab 18, 2021]

Ahora respecto a las pruebas de comparabilidad, los panelistas fueron los mismos de la prueba anterior y en este caso se les pidió que ordenen las mismas muestras, sin que supieran que eran las mismas, en orden de preferencia según el olor. La Figura 3.6 refleja los porcentajes de respuesta de los panelistas para la prueba de comparabilidad.

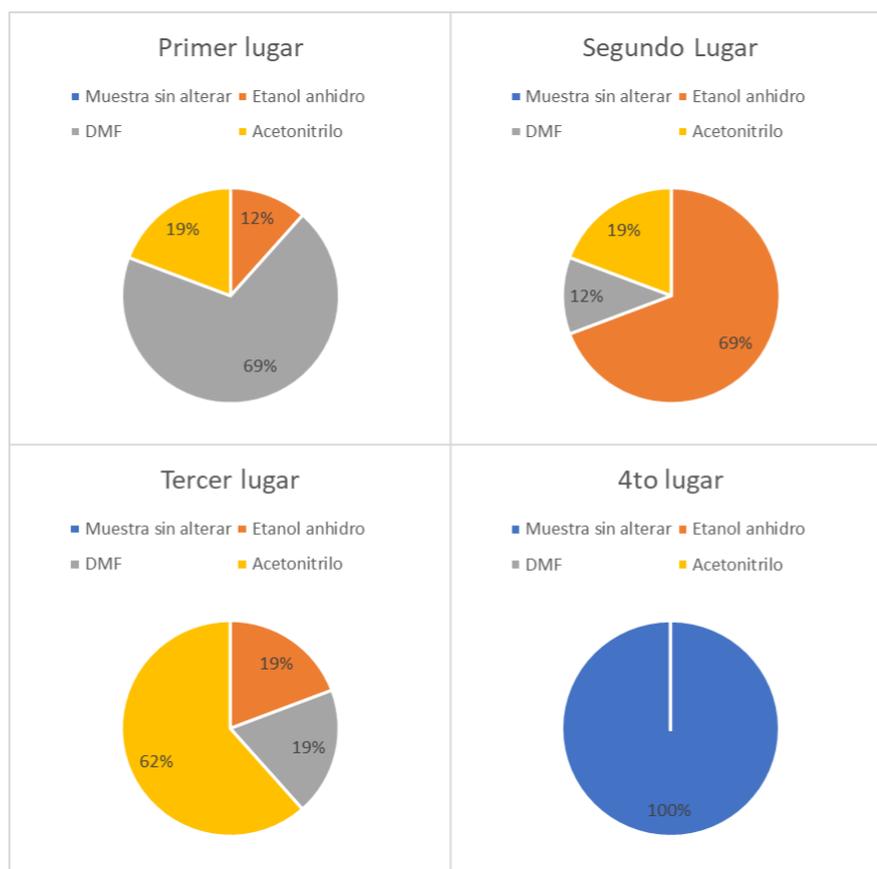


Figura 3.7 Porcentajes de respuesta de panelistas según preferencia [Excel 365, 2021]

El 69,23% de los encuestados clasificaron a la muestra tratada con DMF como primer lugar de acuerdo con su preferencia olfativa, seguido de la muestra tratada con Etanol con un 69,23 %, luego, con 61,54% el tercer lugar fue para la muestra tratada con Acetonitrilo y finalmente con el 100% el cuarto lugar fue para la muestra control. Como era de esperarse, la muestra sin tratar fue calificada en el último lugar y la muestra tratada con DMF obtuvo el primer lugar. Nuevamente el DMF, tuvo mejores resultados en esta categoría confirmando así su dominancia en términos de rendimiento, color y olor.

También se realizó la prueba de Kruskal-Wallis para la comparabilidad, debido a que este conjunto de datos tampoco se

comporta como distribución normal. La prueba se muestra en la Figura 3.7 y se obtuvo un valor P menor a 0,05 por lo que se rechaza la hipótesis nula. En términos más sencillos, esto significa que al menos una mediana es diferente algo que se comprobó examinando las medianas que el programa arroja para cada solvente usado para tratar las muestras.

Prueba de Kruskal-Wallis: Comparabilidad

Estadísticas descriptivas

Muestra	N	Mediana	Leyenda	Clasificación de medias	Valor Z
Muestra sin tratar	26	4	4to lugar	91,5	7,61
16	26	2	Segundo Lugar	41,5	-2,15
23	26	1	Primer lugar	26,5	-5,07
24	26	3	Tercer Lugar	50,5	-0,39
General	104			52,5	

Prueba

Hipótesis nula	H ₀ : Todas las medianas son iguales		
Hipótesis alterna	H ₁ : Al menos una mediana es diferente		
Método	GL	Valor H	Valor p
No ajustado para empates	3	66,34	0
Ajustado para empates	3	70,76	0

Figura 3.8 Prueba Kruskal-Wallis para la comparabilidad [Minitab 18, 2021]

Finalmente, para verificar la relación que existía entre la aceptabilidad y comparabilidad, se realizó la prueba de correlación “Rho de Spearman”, la cual es ideal para comparar dos variables nominales. Esta prueba verifica que si existe una relación lineal entre las variables comparadas. La Figura 3.8 muestra los resultados obtenidos en la correlación de Spearman. La hipótesis nula de esta prueba establece lo siguiente: “las variables comparadas son mutuamente independientes”. Como el valor P es menor que 0,05, la hipótesis nula se rechaza y, al ser el valor Rho de Spearman cercano a -1, se indica que ambas variables tienen un comportamiento inversamente proporcional, esto significa que si un panelista calificaba a una muestra en aceptabilidad como Muy débil (5), probablemente le asignaría el primer lugar (1) en la prueba de comparabilidad.

Rho de Spearman: Aceptabilidad vs Comparabilidad

Correlaciones

Rho de Spearman	-0,835
Valor p	0

Figura 3.9 Prueba Rho de Spearman Aceptabilidad vs Comparabilidad [Minitab 18, 2021]

Tomando en cuenta las condiciones de extracción de las muestras seleccionadas y los resultados obtenidos en el panel sensorial se verifica que para el caso del DMF y acetonitrilo temperaturas elevadas y tiempos de extracción prolongados redujeron la intensidad del olor. Por otro lado, para el caso del etanol, temperaturas menores y tiempos de extracción prolongados redujeron la intensidad del olor. Este comportamiento se explica por la volatilidad de los solventes y su punto de ebullición. Las temperaturas de ebullición del DMF y Acetonitrilo son 153 C y 82 C, en contraste, el etanol posee una temperatura de ebullición de 78 C. La temperatura de extracción en caliente fue 60 C, por lo que se encuentra cerca al punto de ebullición del etanol, también hay que tomar en cuenta que el etanol es un solvente volátil por lo que al tomar estas dos condiciones el volumen de etanol se redujo a mayor temperatura, vaporizándose, disminuyendo el rendimiento de la extracción y por ende la capacidad del solvente de extraer las sustancias precursoras de olor, provocando que la intensidad de olor sea mayor.

3.1.2.3 Viscosidad

La Tabla 3.3 detalla las mediciones de viscosidad cinemática realizadas en el equipo denominado viscosímetro cinemático o baño de viscosidad. Se evidenció que la viscosidad de la muestra de base de aceite lubricante sin alterar tiene una mayor viscosidad que las muestras tratadas. Además, la muestra que resultó con

menor viscosidad fue la 23, es decir, la extracción con DMF a 60 °C, 90 min, y con una proporción de 1:4.

Tabla 3.3 Resultados de viscosidad

Muestra	Descripción	Viscosidad (40 °C) (cSt)	Viscosidad (100°C) (cSt)	%E
16	Etanol anhidro 25 C 90 min 1:4	20,46	4,35	77,92
23	DMF 60 C 90 min 1:4	19,21	4,18	92,10
24	Acetonitrilo 60 C 90 min 1:4	21,52	4,48	81,62
Muestra sin alterar	Muestra sin alterar	30,76	5,59	

La viscosidad disminuyó después de realizar las extracciones, debido a que los solventes usados arrastran las sustancias precursoras de olor y color (impurezas). Estas impurezas, tenían la apariencia de polvo pesado que se acumuló en el fondo de la capa que contenía solvente; por esta razón, se explica que la viscosidad disminuya, ya que se están separando las impurezas de la base de aceite lubricante. También hay que tener en cuenta que por cuestiones de equilibrio líquido-líquido una pequeña cantidad de solvente se puede solubilizar en la base lo que también influyó en la viscosidad medida.

Además, se observó una relación entre los porcentajes de extracción y la viscosidad. A mayor porcentaje de extracción, menor viscosidad y es por esta razón, que la muestra 23 en la que se usó DMF como solvente, tiene la menor viscosidad, debido que al tener el mejor porcentaje de extracción (rendimiento), remueve también la mayor cantidad de impurezas.

Revisando la normativa ecuatoriana (Figura 3.9) se tiene que la viscosidad cinemática a 100 °C para aceites recuperados livianos debe estar entre 2 y 6,1 cSt. Todas las mediciones de viscosidad cinemática de las muestras extraídas se encuentran dentro del rango mencionado, por lo que cumplen con la normativa.

ESPECIFICACION	UNIDAD	LIVIANA		MEDIA		PESADA		CILINDRO PARAFINICO		MÉTODO DE ENSAYO
		MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MIN	MÁX	
Viscosidad cinemática a 100°C.	cSt	2	6,1	>6,1	21,1	>21,1	40,1	>40,1	55	NTE INEN 810
Índice de viscosidad		92	--	95	--	95	--	70	--	ASTM D 2270
Punto de inflamación	°C	185	--	210	--	250	--	250	--	NTE INEN 808
Punto de escurrimiento	°C	--	-12	-8		-8		-3		NTE INEN 1982
Color ASTM			2	3,5		6,5	--	--		ASTM D 1500
Acidez total	mg KOH		0,06	0,06		0,06		0,1		ASTM D 974
Contenido de cenizas	% m/m		0,1	0,1		0,1		0,1		ASTM D 482
Contenido de agua	% V		0,01	0,01		0,01		0,01		ASTM D 95
Policíclicos Aromáticos	% P		3	3		3		3		IP 346

Figura 3.10 Especificaciones de bases recuperadas [INEN 2029]

3.1.3 Recuperación de Solvente

La recuperación de solvente es un aspecto importante por considerar en un proceso de extracción, puesto que puede ser decisivo en la viabilidad del uso del solvente seleccionado. Una buena recuperación de solvente resulta beneficiosa debido a que reduce significativamente costos operacionales como, costos por reposición de solvente, los costos por eliminación de residuos peligrosos y costos de requerimientos de inventario para almacenar los solventes. También resulta ventajoso desde un punto de vista ambiental, ya que se aprovecha al máximo los solventes adquiridos y al realizar el proceso de recuperación los solventes son removidos de los efluentes de aguas residuales (Schafer, 2017).

En este proyecto, la recuperación de solvente se realizó mediante destilación simple, teniendo en cuenta los puntos de ebullición de cada solvente. Se determinó el porcentaje de recuperación para cada solvente

en ciertas pruebas realizadas, con el fin de obtener un promedio. En este caso, no fue necesario determinar el porcentaje de recuperación en todas las pruebas realizadas, puesto que el proceso de destilación no se ve afectado por la variación en los factores en el proceso de extracción. Se pueden observar los porcentajes de recuperación promedio en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 Detalle de Porcentaje de Recuperación de Solvente

Solvente	% Recuperación Promedio
Etanol	78,19
DMF	93,67
Acetonitrilo	76,21

El solvente que presentó mejor porcentaje de recuperación fue el DMF, seguido del etanol y el acetonitrilo. De manera general, los tres solventes presentan una buena recuperación, ya que se podría reponer más del 50% del solvente utilizado en la extracción, por lo que su uso resulta beneficioso en términos ambientales y económicos.

3.1.4 Costo de procesamiento

En este proyecto, un factor decisivo en la comparación de los solventes estudiados es el costo de procesamiento. Este costo está asociado al precio unitario de cada solvente y la masa necesaria del mismo para realizar la extracción, la cual se determina a partir de la proporción base/solvente. Se determinó el costo de procesamiento para cada solvente en los escenarios (tiempo de extracción, temperatura, proporción) donde se produjeron los mejores parámetros de calidad, considerando el porcentaje de recuperación de cada solvente. Cabe recalcar que el costo de procesamiento se calculó para un año de procesamiento, por lo que dicho costo está compuesto por dos rubros, el primero siendo el costo de la compra de los solventes al iniciar la extracción; y el segundo, el costo por la reposición de los solventes en

cada día de producción. En la Tabla 3.5 se encuentran tabulados los costos de procesamiento para cada solvente en un año de producción.

Tabla 3.5 Costo de procesamiento por solvente en un año de producción

Solvente	Costo inicial	Costo 365 días	Costo Total
Etanol	\$379.056,00	\$30.169.145,75	\$30.548.201,75
DMF	\$372.240,00	\$8.599.167,70	\$8.971.407,70
Acetonitrilo	\$408.720,00	\$35.490.164,34	\$35.898.884,34

El DMF es el solvente que posee menor costo de procesamiento, seguido del etanol y acetonitrilo. El bajo costo de procesamiento del DMF se debe a dos factores importantes. En primer lugar, el precio unitario del DMF es el menor de los tres solventes estudiados (ver Tabla 2.3), lo que hace que el costo inicial sea menor, comparado con los otros dos solventes; puesto que, en términos de cantidad de solvente necesario, este valor es el mismo para los tres solventes (proporción 1:4). Sumado al menor precio unitario, el DMF es el solvente que posee mejor porcentaje de recuperación, por lo que requiere reponer una menor cantidad de solvente fresco, haciendo que el costo de reposición sea menor.

3.2 Matriz de decisión

Es importante considerar todas las variables de respuesta para elegir la mejor solución en términos de calidad y eficiencia de proceso. Para esto, se aplicó una matriz de decisión, en donde se analizaron los solventes estudiados (etanol, DMF, acetonitrilo) en los escenarios (tiempo de extracción, temperatura, proporción) donde se produjeron los mejores parámetros de calidad.

Los factores relevantes que se seleccionaron para evaluar las opciones de solución planteadas fueron: calidad, rendimiento, y costo. Luego se calificaron las opciones en cada uno de los factores seleccionados utilizando una escala del 1 al 5, siendo 1 la opción menos conveniente, y 5 la opción más conveniente. Para calificar en los factores mencionados previamente, se revisaron los resultados obtenidos previamente, olor y color en el factor calidad, porcentajes de extracción promedio según el solvente en el

rendimiento, y costos de procesamiento en el factor costo. Además, con el fin de calificar de la forma más objetiva posible, se estableció que lo más conveniente en cada factor, es decir, con la puntuación de 5, era la mejor medida posible. Así, las calificaciones se fueron estableciendo proporcionalmente de acuerdo con los resultados obtenidos y comparándolos con el máximo posible. Entonces, para el color se consideró que aquellas muestras que tuvieran un color de 0,5 serían consideradas con un puntuación de 5; mientras que, para el olor, las muestras que tuvieran el olor más débil. Después de establecer dichas puntuaciones, se obtuvo un promedio para obtener la calificación del factor calidad. Se aplicó la misma metodología para los otros dos factores restantes. En el caso del costo, se tomó a la opción menos barata como la más conveniente, otorgándole un puntaje de 5, mientras que las demás opciones fueron evaluadas en base a qué tan alejadas se encontraban del valor más conveniente. Finalmente, con el rendimiento, se estableció que la mayor puntuación correspondería a un porcentaje de extracción de 100%.

Después de seleccionar los puntajes, se estableció el peso de cada factor, en este caso, se consideró que los tres factores son igual de importantes, por lo que se aplicó el mismo peso a cada factor. Finalmente, se calcularon los puntajes para cada opción, y se tomó una decisión de acuerdo con el criterio optimista, por lo que se seleccionó la opción que tuvo la mayor puntuación, que en este caso fue el DMF, como se puede observar en la Tabla 3.6

Tabla 3.6 Matriz de decisión

Factores	Calidad	Costo	Rendimiento	Puntuación
Peso	5	5	5	
Etanol 1:4 25 °C 90 min	2	2	4	40
DMF 1:4 60 °C 90 min	4	5	4	65
Acetonitrilo 1:4 60 °C 90 min	2	1	4	35

El uso del DMF como solvente resulta la solución más beneficiosa, puesto que, proporcionó los productos de mejor calidad, presentó el porcentaje de extracción más alto, y es la opción que representa menores costos. Después

del DMF, el etanol es el solvente más conveniente, seguido del acetonitrilo. Cabe recalcar que las puntuaciones de los procesos realizados con etanol y acetonitrilo son muy cercanas. Esto se debe a que las muestras obtenidas con ambos solventes presentaron la misma calidad, al tener resultados idénticos en el color, y muy cercanos en el olor. El etanol es ligeramente más conveniente que el acetonitrilo debido a su precio.

Por otra parte, las otras dos opciones, que fueron el etanol y acetonitrilo obtuvieron la misma calificación, ya que con ambas opciones se obtenía un producto de la misma calidad, y mientras que una opción era menos costosa, la otra otorgaba un mejor rendimiento.

CAPÍTULO 4

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones

Se propuso un tratamiento a nivel de laboratorio con la finalidad de disminuir la intensidad de color y olor, en bases lubricantes obtenidas por destilación de aceites usados, mediante el tratamiento de extracción con solventes.

Se realizó un análisis comparativo entre 3 solventes, Etanol anhidro, Dimetil Formamida y Acetonitrilo, tomando en cuenta los factores clave de la operación unitaria extracción líquido-líquido, es decir, solvente, proporción base/solvente, temperatura de extracción y tiempo de extracción.

Se realizaron las pruebas variando los factores clave, en base al diseño de experimentos planteado. Las pruebas de laboratorio consistieron en la extracción de la base de aceite lubricante con los distintos solventes modificando las condiciones de la extracción mencionadas anteriormente. Luego, después de un tiempo de reposo se separaron y purificaron las bases. Se realizó un total de 24 pruebas, cada una con condiciones de extracción distintas. Los resultados de las pruebas de laboratorio permitieron realizar el análisis comparativo entre solventes y condiciones de extracción.

El rendimiento para cada muestra se estimó mediante el porcentaje de extracción de las bases de aceites recuperadas con respecto a la base inicial. El mejor rendimiento lo tuvo la muestra 23 con 92,1% de extracción, esta muestra fue procesada bajo las siguientes condiciones: el solvente usado fue el DMF en una relación base/solvente de 1:4 con temperatura de extracción de 60 °C durante 90 min.

Se verificaron los parámetros de calidad para las muestras mediante los resultados de color, olor y viscosidad. Se determinó que el color de las muestras sólo dependía del solvente usado mas no de las condiciones de

extracción. Por otro lado, las verificaciones del panel sensorial y viscosidad se realizaron a las mejores muestras obtenidas por solvente teniendo en cuenta como parámetro principal el olor.

El olor fue cuantificado mediante un panel sensorial con pruebas de dos tipos: aceptabilidad y comparabilidad. A los 26 panelistas se les suministro 4 muestras, estas 4 muestras fueron preseleccionadas por los autores de esta investigación y un grupo reducido de personas comparando los olores de las 24 muestras escogiendo la mejor muestra por solvente usado. Ambas pruebas dieron como resultado que la muestra 23 extraída con solvente DMF, en proporción base/solvente de 1:4, con temperatura de extracción de 60 °C y tiempo de 90 min, era la mejor en términos de olor de acuerdo con la selección de los panelistas. Se realizaron pruebas de estadística inferencial Kruskal-Wallis, las cuales determinaron que las medianas de aceptabilidad y comparabilidad no eran iguales respectivamente. Asimismo, se realizó la prueba de correlación Rho de Spearman para verificar la relación entre la aceptabilidad y comparabilidad. El análisis indicó que la hipótesis nula se rechaza, por lo que las variables no son mutuamente independientes y de hecho son inversamente proporcionales.

Se realizó la medición de la viscosidad usando el equipo denominado viscosímetro cinemático. La finalidad de la medición de este indicador fue verificar si las bases de aceite extraído cumplían con la normativa ecuatoriana (INEN 2029) para bases de aceites recuperados. Los resultados arrojaron que todas las muestras se encontraban entre 2 a 6,1 cSt a 100 °C por lo que cumplen con el estándar de calidad.

Al igual que para el rendimiento, se calculó un porcentaje de recuperación por solvente, tomando en cuenta el solvente usado y el solvente recuperado luego de destilación. Asimismo, como en el caso del color se observó que la recuperación no se encuentra en función de las condiciones de extracción, sino más bien, del solvente usado. El DMF obtuvo el mejor porcentaje de recuperación con un valor promedio de 93,67%.

Se evaluó el costo asociado al tratamiento con solvente aplicado para el mejoramiento de la calidad de la base lubricante, para esto se plantearon escenarios de procesamiento industrial de bases de aceite recuperado con las condiciones de las mejores muestras por solvente. El análisis contó con una alimentación de base de aceite recuperado de 100 m³/día y una operación de 365 días. Se realizaron los balances de materia y, utilizando el precio al granel de los solventes, se obtuvo un estimado de coste de 8,9 millones de dólares en el tiempo establecido para el proceso con DMF para una relación base/solvente de 1:4, temperatura de extracción de 60 °C y tiempo de extracción de 90 min, siendo este el coste de inversión más económico.

Finalmente, obtenido el rendimiento, indicadores de calidad (color, olor, viscosidad) y análisis de costos, se planteó una matriz de decisión para determinar el mejor solvente y las mejores condiciones de extracción. Se obtuvo que la muestra tratada con DMF, proporción 1:4, temperatura y tiempo de extracción 60 °C, 90 min respectivamente obtuvo una puntuación de 65/75 respecto a las otras muestras, siendo así la mejor opción de las planteadas en esta investigación.

4.2 Recomendaciones

Para tener un abanico de opciones de solventes más amplio se recomienda realizar experimentaciones con solventes similares a los propuestos como normalmetil pirrolidina, n-butanol, etc. Para contrastar el desempeño general del DMF con otras opciones.

Se recomienda utilizar equipos de medición de olor para evitar realizar paneles sensoriales sobre todo si no se cuenta con panelistas expertos ya que el olor al ser una propiedad organoléptica está sujeta a subjetividad.

Para obtener resultados estadísticos más robustos, se recomienda aumentar el número de repeticiones de las experimentaciones para validar los resultados obtenidos. En esta investigación, se repitieron los resultados

atípicos y se confirmaron los mejores resultados. Si no existe la posibilidad de realizar la medición de olores con un equipo se recomienda tomar un mayor número de panelistas para tener resultados más robustos.

Un parámetro muy importante para tener en cuenta son las etapas de extracción, en esta investigación solo se consideró una, por esta razón se recomienda la experimentación con dos o más etapas de extracción para verificar el perfil de rendimiento y de los indicadores de calidad. Para este contexto sería muy importante también realizar un análisis económico y una matriz de decisiones para verificar si vale la pena o no aumentar las etapas de extracción.

BIBLIOGRAFÍA

- AERCO. (1995). *Solvent Extraction Technology for Used Oil Treatment*.
https://www.academia.edu/7420994/Solvent_Extraction_Technology_for_Used_Oil_Treatment
- Assunção Filho, J. L., Moura, L. G. M., & Ramos, A. C. S. (2010). Liquid-liquid extraction and adsorption on solid surfaces applied to used lubricant oils recovery. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 27, 687–697.
<https://doi.org/10.1590/S0104-66322010000400020>
- Bartels, T., Bock, W., Braun, J., Busch, C., Buss, W., Dresel, W., Freiler, C., Harperscheid, M., Heckler, R.-P., Hörner, D., Kubicki, F., Lingg, G., Losch, A., Luther, R., Mang, T., Noll, S., & Omeis, J. (2003). Lubricants and Lubrication. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. https://doi.org/10.1002/14356007.a15_423
- Diccionario de la lengua española | RAE - ASALE. (2020). *Calidad | Definición |* .
<https://dle.rae.es/calidad?m=form>
- Diphare, M., Muzenda, E., Pilusa, T. J., & Mollagee, M. (2013). A Comparison of Waste Lubricating Oil Treatment Techniques. *Undefined*.
- Durrani, H. A. (2014). Impact Factor: 1.852 Re-Refining Recovery Methods of Used Lubricating Oil. *C)International Journal of Engineering Sciences & Research Technology*, 3(3). <http://www.ijesrt.com>
- Norma de Calidad Ambiental y de Descarga de Efluentes: Recurso Agua, (2011).
Listado nacional de sustancias químicas peligrosas, desechos peligrosos y especiales. Registro oficial 856. Acuerdo ministerial 142, (2012).
- Acuerdo Ministerial 042, (2019).
- Filho, J. L. A., Moura, L. G. M., & Ramos, A. C. S. (). Liquid-liquid extraction and adsorption on solid surfaces applied to used lubricant oils recovery. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 27(4), 687–697. <https://doi.org/10.1590/s0104-66322010000400020>
- Heravi, M. M., Ghavidel, M., & Mohammadkhani, L. (2018). Beyond a solvent: Triple roles of dimethylformamide in organic chemistry. In *RSC Advances* (Vol. 8, Issue

- 49, pp. 27832–27862). Royal Society of Chemistry.
<https://doi.org/10.1039/c8ra04985h>
- Hussein, M., Amer, A. A., & Gaberah, A. S. (2014). Used lubricating oils re-refining by solvent extraction. *American Journal of Environmental Engineering and Science*, 1(3), 44–50. https://www.researchgate.net/profile/Amer-Amer-2/publication/273386306_Used_lubricating_oils_re-refining_by_solvent_extraction/links/550023510cf260c99e8f593c/Used-lubricating-oils-re-refining-by-solvent-extraction.pdf
- Karonis, D., Pettas, P., Lois, C., & Bardakos, D. (2019). Upgrade of Low Sulfur Light Cycle Oil with Acetonitrile as Extraction Solvent. *IOSR Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)*, 12, 34–42. <https://doi.org/10.9790/5736-1205013442>
- Katiyar, V., & Husain, S. (2010). Reclamation of used lubricating oils. *Current World Environment*, 5(1), 79–84. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.12944/CWE.5.1.11>
- McCabe, W. L., & Smith, J. C. (2006). *Unit Operations of Chemical Engineering* (7th ed.). McGraw-Hill.
- McNaught, A. D., & Wilkinson, A. (2019). The IUPAC Compendium of Chemical Terminology. In *The IUPAC Compendium of Chemical Terminology* (2nd ed.). International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). <https://doi.org/10.1351/goldbook>
- Minami, I., Ichihashi, T., Kubo, T., Nanao, H., & Mori, S. (2005). Tribochemical approach toward mechanism for synergism of lubricant additives on antiwear and friction reducing properties. *Tribology and Interface Engineering Series*, 48, 259–268. [https://doi.org/10.1016/s0167-8922\(05\)80028-8](https://doi.org/10.1016/s0167-8922(05)80028-8)
- Mokhtar, W. N. A. W., Bakar, W. A. W. A., Ali, R., & Kadir, A. A. A. (2014). Deep desulfurization of model diesel by extraction with N,N-dimethylformamide: Optimization by Box-Behnken design. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 45(4), 1542–1548. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2014.03.017>
- Omolara, M., Olurotimi, D., & Olatunji, O. (2015). REGENERATION OF USED LUBRICATING ENGINE OIL BY SOLVENT EXTRACTION PROCESS. In *International Journal of Energy and Environmental Research* (Vol. 3, Issue 1). www.eajournals.org
- Pirro, D. M., Webster, M., & Daschner, E. (2016). *Lubrication Fundamentals*. CRC Press.

- Reyna, M., & Domínguez, L. (2007). *Guía para la Evaluación Sensorial de Alimentos*.
www.iin.sld.pe
- Saxena, D. K., Sharma, S. K., & Sambhi, S. S. (2011). *COMPARATIVE EXTRACTION OF COTTONSEED OIL BY n-Hexane and Ethanol*. 6(1). www.arpnjournals.com
- Schafer, T. (2017). *The Often-Overlooked Benefits Of Recovering And Recycling Your Own Solvents - Pharmaceutical Processing World*.
<https://www.pharmaceuticalprocessingworld.com/the-often-overlooked-benefits-of-recovering-and-recycling-your-own-solvents/>
- Sosa, E., Castillo, C., & Talbot, J. (2013). *PRODUCCIÓN Y COMERCIALIZACIÓN DE BASES Y ACEITES LUBRICANTES PARTIENDO DE ACEITE USADO* [Escuela Superior Politécnica del Litoral].
<https://www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/30356/1/D-P11767.pdf>
- Sterpu, A.-E., Dumitru, A. I., & Popa, M.-F. (2013). Regeneration of used engine lubricating oil by solvent extraction. *Analele Universitatii "Ovidius" Constanta - Seria Chimie*, 23(2), 149–154. <https://doi.org/10.2478/v10310-012-0025-2>
- Torres Cobos, P. A. (2014). *Diseño de un plan de recolección y el re-refinamiento de los aceites lubricantes usados en la ciudad de Loja* [Universidad Internacional Del Ecuador]. <https://repositorio.uide.edu.ec/bitstream/37000/146/1/T-UIDE-0105.pdf>
- X, M., J, S., & FR, van de V. (2012). Improving the determination of moisture in edible oils by FTIR spectroscopy using acetonitrile extraction. *Food Chemistry*, 135(2), 722–729. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2012.05.008>

APÉNDICES

APÉNDICE A

Tabla A.1: Resultados experimentales de extracción

Prueba	Solvente	Temperatura [°C]	Tiempo [min]	Proporción	%E	Color
1	Etanol anhidro	25	45	1 a 2	84,23	2,5
2	DMF	25	45	1 a 2	72,29	1
3	Acetonitrilo	25	45	1 a 2	82,45	2,5
4	Etanol anhidro	25	90	1 a 2	88,01	2,5
5	DMF	25	90	1 a 2	75,58	1
6	Acetonitrilo	25	90	1 a 2	78,79	2,5
7	Etanol anhidro	60	45	1 a 2	84,28	2,5
8	DMF	60	45	1 a 2	91,50	1
9	Acetonitrilo	60	45	1 a 2	87,92	2,5
10	Etanol anhidro	60	90	1 a 2	84,84	2,5
11	DMF	60	90	1 a 2	91,50	1
12	Acetonitrilo	60	90	1 a 2	85,04	2,5
13	Etanol anhidro	25	45	1 a 4	79,79	2,5
14	DMF	25	45	1 a 4	90,47	1
15	Acetonitrilo	25	45	1 a 4	82,48	2,5
16	Etanol anhidro	25	90	1 a 4	77,92	2,5
17	DMF	25	90	1 a 4	92,00	1
18	Acetonitrilo	25	90	1 a 4	84,70	2,5
19	Etanol anhidro	60	45	1 a 4	79,72	2,5
20	DMF	60	45	1 a 4	92,00	1
21	Acetonitrilo	60	45	1 a 4	80,86	2,5
22	Etanol anhidro	60	90	1 a 4	76,34	2,5
23	DMF	60	90	1 a 4	92,10	1
24	Acetonitrilo	60	90	1 a 4	81,62	2,5
Muestra sin alterar	-	-	-	-	-	7,5

Tabla A.2: Datos de la extracción masas iniciales y finales

Prueba	repetición	Solvente	Temperatura [°C]	Tiempo [min]	Proporción	Volumen muestra [mL]	Peso muestra [g]	Peso solvente [g]	Peso Dest [g]	Peso burb [g]
1	1	Etanol anhidro	25	45	1 a 2	30	24,595	46,704	36,387	20,716
2	1	DMF	25	45	1 a 2	30	24,92	55,861	52,614	18,014
3	1	Acetonitrilo	25	45	1 a 2	30	24,821	45,786	31,55	20,464
4	1	Etanol anhidro	25	90	1 a 2	30	24,941	46,587	36,276	21,951
5	1	DMF	25	90	1 a 2	30	24,62	56,454	51,893	18,607
6	1	Acetonitrilo	25	90	1 a 2	30	24,733	46,002	36,728	19,486
7	1	Etanol anhidro	60	45	1 a 2	30	23,982	46,731	36,827	20,213
8	1	DMF	60	45	1 a 2	30	24,207	56,207	53,343	22,149
9	1	Acetonitrilo	60	45	1 a 2	30	24,008	46,28	36,97	21,107
10	1	Etanol anhidro	60	90	1 a 2	50	41,105	77,526	0	34,873
11	1	DMF	60	90	1 a 2	50	40,897	93,669	0	37,42
12	1	Acetonitrilo	60	90	1 a 2	50	41,485	77,007	0	35,279
13	1	Etanol anhidro	25	45	1 a 4	50	40,772	155,293	0	32,534
14	1	DMF	25	45	1 a 4	50	40,441	188,005	0	36,587
15	1	Acetonitrilo	25	45	1 a 4	50	39,734	154,246	0	32,772
16	1	Etanol anhidro	25	90	1 a 4	50	41,596	155,145	0	32,41
17	1	DMF	25	90	1 a 4	50	41,267	185,291	0	37,965
18	1	Acetonitrilo	25	90	1 a 4	50	41,846	152,478	0	35,443
19	1	Etanol anhidro	60	45	1 a 4	50	41,252	155,105	0	32,887
20	1	DMF	60	45	1 a 4	50	41,025	186,908	0	37,743
21	1	Acetonitrilo	60	45	1 a 4	50	41,104	153,975	0	33,236
22	1	Etanol anhidro	60	90	1 a 4	50	40,178	154,907	0	30,671
23	1	DMF	60	90	1 a 4	50	41,06	186,399	0	37,816
24	1	Acetonitrilo	60	90	1 a 4	50	40,92	153,282	0	33,399

APÉNDICE B

ESPECIFICACION	UNIDAD	LIVIANA		MEDIA		PESADA		CILINDRO PARAFINICO		MÉTODO DE ENSAYO
		MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MIN	MÁX	
Viscosidad cinemática a 100°C.	cSt	2	6,1	>6,1	21,1	>21,1	40,1	>40,1	55	NTE INEN 810
Indice de viscosidad		92	--	95	--	95	--	70	--	ASTM D 2270
Punto de inflamación	°C	185	--	210	--	250	--	250	--	NTE INEN 808
Punto de escurrimiento	°C	--	-12	-8		-8		-3		NTE INEN 1982
Color ASTM			2	3,5		6,5	--	--		ASTM D 1500
Acidez total	mg KOH		0,06	0,06		0,06		0,1		ASTM D 974
Contenido de cenizas	% m/m		0,1	0,1		0,1		0,1		ASTM D 482
Contenido de agua	% V		0,01	0,01		0,01		0,01		ASTM D 95
Policíclicos Aromáticos	% P		3	3		3		3		IP 346

Figura B.1: Normativa ecuatoriana para bases de aceites recuperados. [INEN 2029]

Tabla B.1: Tabla de Factores para los viscosímetros

Viscosímetro	Factor 40 C (cSt)	Factor 100 C (cSt)
25	0,00202	0,002011
50	0,004112	0,004095
100	0,015	0,015
150	0,04174	0,04156
200	0,1023	0,1019
300	0,2766	0,2754
350	0,4665	0,4645

APÉNDICE C

Tabla C.1: Análisis de Costos por solvente

Solvente	Volumen Feed (m3/día)	Masa solvente (ton/día)	Masa solvente por reponer (ton/día)	Densidad Solvente (kg/m3)	Precio por unidad Lab (\$/L)	Precio por unidad Lab (\$/ton)	Precio por unidad granel (\$/ton)	Proveedor granel	Solvente inicial granel (\$)	Solvente por reponer granel (\$/día)
Etanol	100	315,88	68,8793	789,7	\$ 13,20	\$ 16.715,21	\$ 1.200,00	Shandong Aoj	\$ 379.056,00	\$ 82.655,19
DMF	100	376,00	23,7973	940	\$ 12,00	\$ 12.765,96	\$ 990,00	Shandong Jiel	\$ 372.240,00	\$ 23.559,36
Acetonitrilo	100	314,40	74,7949	786	\$ 20,00	\$ 25.445,29	\$ 1.300,00	Shandong Zhe	\$ 408.720,00	\$ 97.233,33