



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

REGENERACION DE ACEITE LUBRICANTE AUTOMOTRIZ
VIA EXTRACCION-FLOCULACION POR DISOLVENTES

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
I N G E N I E R A Q U I M I C A
P R E S E N T A
ANA CECILIA GARCIA GARCIA



MEXICO, D. F.

2007



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

Presidente Prof. María Guadalupe Gloria Mercado Ramírez

Vocal Prof. Yolanda Caballero Arroyo

Secretario Prof. Rosa Luz Cornejo Rojas

1 er sup. Prof. Genovevo Silva Pichardo

2do sup. Prof. Kátia Solorzano Maldonado

Sitio donde se desarrolló el tema:

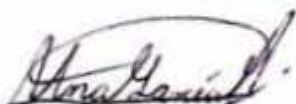
Laboratório 2B, Edifício A, Departamento de Química Orgánica, Facultad de Química, UNAM.



Asesor
M.A.O. Rosa Luz Cornejo Rojas



Supervisor Técnico
Dr. Ernesto Rivera García



Sustentante
Ana Cecilia García García

Agradecimientos

♣ A los laboratoristas del 2B, al señor Ernesto, Ambrosio y Vero, por prestarme el material y reactivos que necesite en el desarrollo experimental de este proyecto.

♣ Al Dr. Ernesto Rivera García del Instituto de Investigaciones en Materiales, por el apoyo brindado para la elaboración de este proyecto.

♣ A la Profesora Katía Solórzano Maldonado por facilitarme los disolventes indispensables para el desarrollo de este proyecto.

♣ A la Maestra Imelda Velázquez Montes del Departamento de Recursos Bibliohemerográficos por su ayuda y apoyo en la búsqueda Bibliográfica.

♣ A la Maestra Martha Imelda Moreno Bravo del laboratorio de Ingeniería Química, por su ayuda en las pruebas de viscosidad e índice de refracción realizadas.

♣ A la Q.F.B Honoria Fuentes Sixtos del Departamento de Farmacia por facilitarme el uso de una centrifuga.

♣ Al profesor Pedro Villanueva González del Departamento de Química Analítica, por su apoyo en las titulaciones potenciométricas realizadas.

♣ Al Q. Flavio Barajas Torres del Departamento de Química Orgánica, por su apoyo en la obtención de los espectros de infrarrojo.

♣ Al Q. Miguel Angel Canseco Martínez del Instituto de Investigaciones en Materiales, por su apoyo en las pruebas por espectroscopia de absorción de UV-visible

♣ Al Maestro José Manuel Méndez Stivalet, por su apoyo en económico para la realización de las pruebas de Absorción Atómica.

♣ A la Q. Araceli Tovar Tovar del laboratorio de Absorción Atómica de la USAI, por su apoyo en la cuantificación de metales en la serie de muestras de aceite lubricante.

Dedicatorias

Éste no es el fin.

Ni siquiera es el principio del fin.

Pero sí es el fin del principio...

Dios llena el camino de cada persona con bendiciones y en mi caso, esas bendiciones tienen nombre y apellido.

Agradezco sinceramente:

- ★ A mis padres, José y Marina García, Gracias por todo el apoyo que me han brindado en el transcurso de mi vida, hoy quiero agradecer todo el amor, dedicación y paciencia para conmigo, por ser los mejores padres y aguantar mi mal genio. Por siempre velar por mi bienestar y estar siempre presentes. No existen palabras con las que yo pudiera describir lo mucho que los quiero y lo agradecida que estoy con ustedes. Gracias por lo que hemos logrado.
- ★ A la maestra Rosa Luz Cornejo, por todo su apoyo y tiempo brindado, por guiarme con paciencia y soportar mis desesperaciones, para la culminación exitosa de este proyecto, me siento orgullosa de haber tenido el placer de conocerla, trabajar con usted y que haya sido la directora de mi tesis.
- ★ A la Dra. Yolanda Caballero y la Maestra Katia Solórzano, por ser tan buenas personas conmigo.
- ★ A Arturo Cerón, gracias por crecer junto a mí, por tu cariño, protección y preocupación constante, por estar siempre muy cerca aun a la distancia. Por ayudarme en mi camino e inyectarme esas ganas de hacer las cosas y hacerlas bien, por echarme porras y alentarme siempre a seguir. Gracias por todo lo que me diste y por todo lo que compartimos, TQJM Okuma.
- ★ A mis compañeros de servicio social y tesis del 2-B, Ana Silvia Ochoa, Rocío Rivera, Jazmín Colula, Gerardo Yañez y Cesar Fernández, gracias por su ayuda en la realización de esta tesis, por compartirme parte de sus conocimientos o simplemente por haber hecho de mi estancia en el laboratorio agradable y llena de compañerismo y amistad. Conocerlos fue maravilloso.
- ★ A todos mis amigos de la Facultad, me reservaré el mencionar uno por uno por temor de haber olvidado a alguno, producto de las desveladas y estrés que representó esta carrera, Gracias por todos los momentos compartidos, por enseñarme que no solo se aprende en los salones de clase.

Las amistades son hechas de pedacitos. Pedacitos de tiempo que vivimos con cada persona. No importa la cantidad de tiempo que pasamos con cada amigo, sino la calidad del tiempo que vivimos con el.

- ★ A la Facultad de Química y a sus profesores, gracias por todo el aprendizaje recibido, no solo académico sino personal.

ÍNDICE

CONTENIDO	PÁGINA
1. Introducción	
1.1 Introducción	1
1.2 Objetivo	3
1.3 Hipótesis	3
2. Antecedentes	
2.1 El Aceite Lubricante y sus funciones	4
2.2 Propiedades del Aceite Lubricante	5
2.3 Base Lubricante	7
2.4 Aditivos	10
2.5 Elaboración del Aceite Lubricante	12
2.6 Clasificación de los Aceites Lubricantes	13
2.7 Composición Química del Aceite Lubricante	16
2.8 Factores de deterioro	17
2.9 Problemática Ambiental	20
2.10 Tratamiento de los Aceites Usados	22
2.11 Regeneración del Aceite Lubricante	25
2.12 Técnicas de Regeneración del Aceite Lubricante	26
2.13 Proceso de Extracción por Disolventes	30
2.14 Características del Disolvente de Extracción-Floculación	32
2.15 Pruebas para la Determinación de las Propiedades Físico-Químicas del Aceite Lubricante	36
2.16 Composición de la Tinta de Impresión	37
2.17 Propiedades de la Tinta de Impresión	39
2.18 Uso de los lodos generados en el proceso de Extracción-Floculación	40
2.19 Situación de Aceite Lubricante Usado en México y el Mundo	41
3. Parte Experimental	
3.1 Metodología	46
3.1.1 Regeneración del aceite lubricante	46
3.1.1.1 Medición de las propiedades del aceite Lubricante usado	46
- Diagrama de Flujo de la metodología experimental para la regeneración del aceite	50
3.1.1.2 Elección del disolvente ideal para el proceso	51
3.1.1.3 Aplicación del método alcohol-alifático al aceite lubricante usado	53
3.1.1.4 Medición de las propiedades físico-químicas del aceite tratado	54
- Diagrama de flujo de la metodología experimental para la elaboración de tinta de impresión	58
3.1.2 Reuso de los lodos generados	59

4. Resultados y discusión	
4.1 Regeneración del aceite lubricante	61
4.1.1 Medición de las propiedades del aceite Lubricante usado	61
4.1.2 Elección del disolvente ideal para el proceso	63
4.1.3 Aplicación del método alcohol-alifático al aceite lubricante usado	67
4.1.4 Medición de las propiedades físico-químicas del aceite lubricante regenerado	75
4.2 Obtención de la tinta de Impresión	86
5. Conclusiones	92
6. Anexos	93
7. Referencias	97
8. Glosario	99

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción

Existen tres razones fundamentales que pueden explicar el interés de reciclar el aceite lubricante automotriz usado:

A) Por sus características físico químicas los aceites lubricantes usados, mal manejados afectan el medio ambiente en diversas formas. Al dañar la agricultura, la fauna, la flora, y plantas de tratamiento de aguas residuales, llegan a dañar la salud del ser humano^a.

B) Es necesario cuidar las reservas de petróleo. Se estima que México tiene reservas suficientes solo para una década mas y aunque en los últimos años se han desarrollado diversos tipos de energía alternativa, estas no se han probado o implementando por completo.

PEMEX reporta en su informe de reservas de hidrocarburos al 1 de Enero del 2007:^b

- Las *reservas probadas (1P)* sumaron 15,514.2 millones de barriles de petróleo crudo
- Las *reservas probadas y probables (2P)* ascienden a 30,771.6 mientras que las reservas totales, o *3P (probadas, probables y posibles)*, llegaron a 45,376.3 millones de barriles de petróleo crudo equivalente
- La producción de petróleo crudo se ubico en tres millones 164 mil barriles al día

C) Se estima que, por término medio, cerca del 60% de una carga de aceites usados son hidrocarburos en condiciones de reutilización.

Cada año se generan en México más de 450 millones de litros de aceite lubricante usado. Para el año 2004 en la Ciudad de México se estimaba que al menos 217, 000 litros de aceites lubricantes automotrices usados al año, utilizados por los automóviles y autobuses eran vertidos en el suelo o en la red de drenaje, contaminando con ello el agua y los mantos acuíferos de la Ciudad de México.

La Secretaría del Medio Ambiente del Gobierno del Distrito Federal en coordinación con el Grupo Hidrosina a través de la Secretaria de Ecología puso en marcha un Programa de Manejo Integral de Aceites Lubricantes Automotrices Usados y Envases

^a <http://www.sma.df.gob.mx/aceites/index.php?op=proceso>

^b <http://www.pemex.com/index.cfm?action=content§ionID=8&catID=40&subcatID=4574>

de Aceites y Aditivos Vacíos (PMIALU) en Estaciones de Servicio, el cual tuvo por objeto evitar que los aceites lubricantes automotrices usados fueran vertidos en la red de drenaje o confinados de manera inadecuada.

En las estaciones de servicio participantes, el aceite usado era almacenado temporalmente, el volumen recolectado solo podía ser transportado por empresas autorizadas por la SEMARNAT, quienes se encargaban de darle un destino adecuado a dichos residuos, ya sea de disposición final o reciclado.

En general en México el tratamiento que se le da al aceite lubricante es la generación de energía eléctrica en centrales de potencia, relacionadas fundamentalmente con el empleo del aceite en equipos electromecánicos, transformadores y capacitores, sin embargo el manejo de los aceites lubricantes usados representa un problema en zonas alejadas de ciudades importantes, ya que no hay compañías locales que se dediquen a su reutilización o disposición final. Por lo anterior, en diferentes instalaciones de la Comisión Federal de Electricidad (CFE), se han tenido que almacenar enormes cantidades de aceite, en espera de encontrar una solución económica para su eliminación total. En México la incineración, como alternativa de tratamiento de aceites lubricantes es la técnica más factible y ambientalmente aceptable. Por lo que es claro que México requiere más empresas que puedan reciclar los aceites lubricantes usados, por otros métodos distintos a la combustión o incineración.

En el mundo han hecho su aparición en los últimos años, nuevos procesos y tecnologías que permiten la reutilización o reciclaje de residuos peligrosos, transformándolos en sustancias susceptibles de ser utilizadas o aprovechadas ya sea como materia prima o como energéticos. Por desconocimiento de procedimientos técnicos para su adaptación, por ausencia de normatividad sobre su reutilización industrial, por la carencia de estándares de consumo en calderas y hornos, y por el mercado negro existente con estos productos, se presume que los manejos dados a los aceites usados y en general a este tipo de energéticos alternativos, son inadecuados, no solo ambiental, sino técnicamente. Estos procedimientos están generando la degradación del medio ambiente por la gran cantidad de contaminantes, particularmente metales como arsénico, cadmio, cromo, plomo y antimonio entre otros, que son emitidos a la atmósfera durante el proceso de combustión. Estos compuestos químicos producen un efecto directo sobre la salud humana y varios de ellos son cancerígenos.

Debido a estas razones se planteo el desarrollo de un proceso de regeneración que cumpla con las siguientes características:

- ❖ Posible de desarrollar en un laboratorio de enseñanza experimental.
- ❖ Todos los reactivos involucrados puedan ser recuperados y reutilizados, provocando una importante reducción de emisiones al ambiente.
- ❖ El costo del proceso y sus reactivos se vean remunerado al obtener productos comercializables como la base lubricante regenerada y los lodos orgánicos que contienen las impurezas y aditivos que se quitó al aceite puedan ser reutilizados, como componente del asfalto, tintas de impresión o barnices.

1.2 Objetivo global:

Estudiar la factibilidad de desarrollar una técnica de extracción-floculación por disolventes orgánicos para la recuperación de la base del aceite automotriz usado, tomando en consideración: la eficiencia, economía y el impacto ambiental del método. Además el proceso deberá poder llevarse a cabo en un laboratorio de enseñanza experimental.

1.3 Hipótesis:

El método escogido deberá cumplir con las siguientes características:

- * Un rendimiento entre 60% y 80%
- * El disolvente de Extracción-Floculación deberá cumplir con la característica de extraer la mayor parte de la base lubricante aprovechable y a su vez flocular la mayor cantidad de las impurezas y aditivos presentes en el aceite lubricante usado.
- * Los residuos generados en el proceso no deberán ser contaminantes al medio ambiente.

2. Antecedentes

2.1 El Aceite Lubricante y sus funciones

Un lubricante es una sustancia que se interpone entre dos superficies, una de las cuales o ambas se encuentran en movimiento.

Los aceites lubricantes son sustancias utilizadas para minimizar los efectos del rozamiento, sirven para evitar el desgaste de las piezas móviles de los dispositivos mecánicos y son usados en muchos casos para refrigerar la zona de fricción.

El funcionamiento de las máquinas se produce por el movimiento de pistones. Cuando un pistón hace su recorrido dentro del motor produce rozamiento. Si tenemos en cuenta que un pistón está compuesto por metal y que su velocidad es muy alta, tendremos que introducir un fluido que "amortigüe" el rozamiento entre el pistón y su alrededor, que no permita la formación de residuos gomosos, lodos, mantenga limpias las piezas del motor, forme una película continua y resistente y permita la evacuación de calor.

El rozamiento produce dos problemas:

1) Contribuye con el desgaste de los metales: Si estos se rozan continuamente a gran velocidad, en corto plazo este perderá volumen y por lo tanto presión (fundamental) dentro de la cámara de combustión de un motor.

2) El rozamiento produce altas temperaturas las cuales llevan a la dilatación de los metales, que culminan en la disminución de "agarre" entre el pistón y su alrededor.

Para solucionar este problema se utiliza un importante derivado del petróleo que es el aceite. El mismo se usa como lubricante y encuentra en su composición química hidrocarburos de entre 20 y 70 átomos de carbono (por ejemplo, $C_{20}H_{42}$).

Los lubricantes desempeñan la función de "selladores" ya que todas las superficies metálicas son irregulares (vistas bajo microscopio se ven llenas de poros y ralladuras), el lubricante "llena" los espacios irregulares de la superficie del metal para hacerlo "liso", además sellando así la "potencia" transferida entre los componentes.

Los lubricantes trabajan como limpiadores ya que ayudan a quitar y limpiar las partículas de material que se desprenden en el proceso de fricción, de otra forma éstos actuarían como abrasivos en la superficie del material. Otro uso de los lubricantes es para impartir o transferir potencia de una parte de la maquinaria a otra. Además los lubricantes contribuyen al enfriamiento de la maquinaria ya que acarrean calor de las zonas de alta fricción hacia otros lados (radiadores, etc.) enfriando antes de la próxima pasada.

En resumen, las principales funciones de los aceites lubricantes son:

- Disminuir el rozamiento.
- Reducir el desgaste
- Evacuar el calor (refrigerar y evitar sobrecalentamiento por la fricción y por el proceso de combustión)
- Facilitar el lavado (detergencia) y la dispersión de las impurezas.
- Minimizar la herrumbre y la corrosión que puede ocasionar el agua y los ácidos residuales.
- Transmitir potencia.
- Reducir la formación de depósitos duros (carbono, barnices, lacas, etc.)
- Sellar

2.2 Propiedades del Aceite Lubricante

Para cumplir con las funciones mencionadas anteriormente, el aceite lubricante debe contar con ciertas propiedades como:

1) Una viscosidad conveniente al motor en que se va a usar. La viscosidad es la propiedad más importante que tienen los aceites y se define como la resistencia del aceite a fluir. Es un factor determinante en la formación de la película lubricante, si la viscosidad es demasiado baja el film lubricante no soporta las cargas entre las piezas y desaparece sin cumplir su objetivo de evitar el contacto metal-metal. Su resistencia sería insuficiente y la potencia tendería a escapar; si la viscosidad es demasiado alta el lubricante no es capaz de llegar a todos los intersticios en donde es requerido y se necesitaría mayor fuerza para mover el lubricante, originando mayor desgaste en la bomba de aceite, al no llegar a lubricar rápidamente en el arranque en frío se pierde potencia por la fricción y calor excesivo.

A altas temperaturas la viscosidad decrece y a bajas temperaturas aumenta. Esta característica tiende a ocasionar arranques difíciles a bajas temperaturas y mayor

consumo de aceite a altas temperaturas. El cambio en la viscosidad con la temperatura disminuye el trabajo de fricción de los cojinetes al aumentar la velocidad.

Los espacios entre las piezas a lubricar y cargas grandes requieren aceites de alta viscosidad, mientras que las altas velocidades permiten seleccionar aceites de baja viscosidad.

La viscosidad del aceite a temperaturas normales aumenta por el desparafinado. Esto se debe a que la parafina, a temperaturas arriba de su punto de ebullición, tiene poca viscosidad. Los aceites provenientes de los crudos nafténicos, generalmente tienen puntos de fluidez más bajos de lo que los crudos parafínicos.

2) Oleosidad: Se le llama oleosidad a la propiedad del aceite para adherirse a las superficies de los cojinetes, para menor fricción y desgaste, cuando la lubricación está en la región de película delgada, y como una capa protectora contra la corrosión. En general, los aceites con gran oleosidad ocasionan poco desgaste de los cojinetes, puesto que el metal es protegido por una capa multimolecular de moléculas grandes que se adhieren al metal.

3) Alta resistencia de la película. La Resistencia de la película evita el contacto de metal a metal y el asimiento cuando está sujeto a cargas pesadas.

La oleosidad y la resistencia de la película se relacionan, pero cada una es una propiedad enteramente diferente. De aquí que un lubricante con buenas características de oleosidad pueda tener una baja resistencia de la película. De todos modos, la resistencia de la película del aceite mineral común es más que adecuada para las cargas encontradas

4) Bajo punto de fluidez, Significa que permita el flujo del lubricante a bajas temperaturas hacia la bomba de aceite.

5) No forme depósitos al unirse con el aire, agua, combustible o los productos de la combustión.

Esta propiedad se refiere a la estabilidad, es decir, la habilidad del aceite para resistir la oxidación, que puede ser provocada por ácidos, lacas y cenizas. La estabilidad del aceite exige bajas temperaturas de funcionamiento y la eliminación de todas las áreas calientes que puedan tener contacto con el aceite.

Cuando se oxidan los hidrocarburos, se forman ácidos solubles en el aceite y otros productos principalmente óxidos. Estos materiales cuando quedan expuestos a altas temperaturas, tienden a formar lacas. La laca es un producto duro, seco, lustroso,

insoluble en el aceite, que usualmente se encuentra en la falda del embolo y no se le puede desprender sin un disolvente. Los mismos materiales que pueden formar laca, pueden coagularse con el carbón, con el aceite, el agua y materiales extraños en el cárter para formar una mezcla negra, lodosa, llamada cieno.

Los depósitos de cieno provienen de: 1) la oxidación del lubricante, 2) la oxidación del combustible o los productos de la combustión que son empujados por el embolo, 3) por la acumulación de agua y polvo que se emulsionan con el aceite.

6) Capacidad limpiadora y de dispersión, para limpiar los residuos de la máquina.

Un aceite tiene la propiedad de la detergencia, si actúa limpiando de residuos al motor. Una propiedad por separado es la habilidad de dispersión, que permite al aceite transportar pequeñas partículas uniformemente distribuidas, sin aglomeración. En general, el término detergente es usado para implicar tanto las propiedades detergentes, como de dispersión.

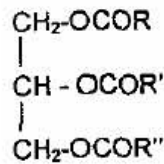
7) Características de no formación de espuma; para permitir al aceite disipar el aire, que tiende a estimular la oxidación

2.3 Base Lubricante

Los aceites lubricantes están constituidos por una base lubricante, la cual provee las características lubricantes primarias. La base lubricante puede ser base lubricante mineral, base lubricante sintética o aceite base lubricante vegetal según la aplicación que se le va a dar al aceite.

Los primeros lubricantes fueron los aceites vegetales y las grasas animales, pero la industria petroquímica ha proporcionado una buena cantidad de sustancias derivadas del petróleo, mucho más resistentes a la descomposición térmica por calentamiento y más estables ante los cambios climatológicos.

- **Aceite vegetal:** Los aceites de origen animal y vegetal son glicéridos de ácidos grasos superiores, que se obtienen por la transformación de la materia orgánica. Las bases lubricantes vegetales tienen tasas de biodegradabilidad más altas, debido a esto, la base lubricante vegetal son usadas para producir "aceites verdes" o aceites más biodegradables que el aceite mineral. Estos aceites combinados con los aditivos correctos pueden ser biodegradables y no tóxicos.



Su estructura general se representa:

Donde R, R' y R'' representan cadenas de ácidos carboxílicos que pueden ser diferentes. La proporción de estos varía de grasa en grasa y en general todas contienen una cierta proporción de ácidos no saturados como el enólico o dienólico.

- **Aceite mineral:** Las bases lubricantes minerales son refinadas del crudo del petróleo, sus características están determinadas por la fuente de crudo y el proceso específico de refinación usado por el fabricante. Existen dos tipos principales de crudos de petróleo de acuerdo a la estructura molecular predominante: crudo parafínico y crudo nafténico.

- Crudo parafínico: Constituidos por hidrocarburos de cadena abierta saturada
- Crudo nafténico: Constituidos por hidrocarburos de cadena cerrada
- Crudo aromático: Constituidos por hidrocarburos aromáticos.

La variación en la proporción de los diferentes tipos de hidrocarburos en la mezcla determina las características físicas y químicas de los aceites. Una alta fracción de hidrocarburos parafínicos confiere al aceite una mayor resistencia a la oxidación, mientras que un alto contenido de hidrocarburos aromáticos favorece la estabilidad térmica. La viscosidad de los lubricantes nafténicos es más sensible a la temperatura que la de los parafínicos. Esta "sensibilidad" se puede disminuir a través de la extracción de los hidrocarburos poliaromáticos del aceite.

El crudo parafínico es el más usado para la fabricación de aceites lubricantes, su alta composición en componentes parafínicos hace que su índice de viscosidad sea más elevado que el del crudo nafténico

Los aceites minerales cubren aproximadamente un 90% de la demanda de aceites lubricantes.

- **Aceite sintético:** Las bases lubricantes sintéticas son fabricadas por procesos especiales (distintos a la refinación) para realizar funciones específicas, lo cual les otorga una mayor uniformidad en sus propiedades. Estos aceites son la solución para trabajos en condiciones extremas (temperaturas muy altas o muy bajas).

Los aceites sintéticos, son aquellos obtenidos únicamente por síntesis química, ya que no existen en la naturaleza. Una de las grandes diferencias de los aceites sintéticos frente a los minerales es que presentan una estructura molecular definida y conocida, así como propiedades predecibles, fruto de esta información. Entre las bases lubricantes sintéticas mas utilizadas están:

- *PAO: "Poly Alpha Olefines"*, son el resultado de una química del etileno que consiste en la reacción de polimerización de compuestos olefínicos. También son conocidos como Hidrocarburos de síntesis, por ser "construidos" artificialmente con productos procedentes del crudo petrolífero. Se aplican en aceites de uso frigorífico por su propiedad de continuar fluidos a muy baja temperatura. Si comparamos éste con un aceite mineral tiene un mayor índice de viscosidad y una mejor resistencia a la oxidación.
- *Ésteres orgánicos*: Se obtienen también por síntesis, pero sin la participación de productos petrolíferos. Al contrario de las bases anteriormente mencionadas, estos son producto de la reacción de esterificación entre productos de origen vegetal, tales como alcoholes y ácidos grasos. Son Multigrado y tienen un poder lubricante extraordinario, tienen propiedades sobresalientes, tales como alta untuosidad, que es la capacidad de adherirse formando una capa limite continua sobre metales de Fe y Al. Posee propiedades "autolimpiantes", ya que es capaz de evitar la formación de depósitos adheridos en las paredes internas del motor, también poseen excelente resistencia a altas temperaturas y altísima biodegradabilidad, no rompe el equilibrio ecológico ya que son absorbido por las colonias de bacterias sin causarles daño. Su degradación biológica en estado puro y nuevo, es cercano a 100%.
- *Ésteres fosfóricos*: son producto de la reacción de óxidos fosfóricos y alcoholes orgánicos. Su alto costo hace que su uso quede restringido a los fluidos hidráulicos resistentes al fuego en aplicaciones muy específicas. Tienen un muy buen poder lubricante y antidesgaste.

Tabla 1. Aplicaciones de las Bases Sintéticas:

Tipos	Aplicación Principal
Oligomeros de olefina (PAOs)	Automotriz e Industrial
Ésteres orgánicos	Aviación y Automotriz
Ésteres fosfóricos	Industrial

Las principales ventajas del uso de bases sintéticas comparadas con las bases minerales son: amplio rango de temperaturas de operación, mayor resistencia a la oxidación, ahorro de energía, mantenimiento con menor frecuencia, menor uso de aditivos y más fácil degradación. Los aceites sintéticos suministran aproximadamente cuatro veces el tiempo de operación del mejor aceite mineral, mientras que su costo es aproximadamente cinco veces mayor, su uso se basa más en la idea de preservar la maquinaria que en el ahorro económico.

2.4 Aditivos

La base lubricante debe estar acompañado de aditivos o se degradará rápidamente, los aditivos son compuestos químicos que se adicionan a los aceites lubricantes para proporcionar o incrementar propiedades específicas, o para suprimir o reducir otras que le son perjudiciales. Algunos aditivos otorgan nuevas y útiles propiedades a un lubricante, la mayoría de estas propiedades reducen la tasa a la cual ocurren algunos cambios indeseables en el aceite durante el funcionamiento. Los aditivos pueden tener efectos colaterales negativos, especialmente si su dosis es excesiva o si ocurren reacciones indeseables entre los aditivos.

No es recomendable el uso de aditivos por parte del usuario final de un aceite lubricante, ya que estos pueden alterar las propiedades del aceite. El fabricante del aceite es el responsable de conseguir un balance de los aditivos para un desempeño óptimo

Tabla 2. Principales aditivos del aceite Lubricante¹

Aditivo	Propósito	Compuestos Típicos	Funciones
Agente Antidesgaste	Reducir la fricción, el desgaste e impedir la escoriación y el atascamiento	Ditiofosfatos de zinc, fosfatos orgánicos, y fosfatos ácidos, compuestos de cloro y azufre orgánico, grasas sulfurizadas, sulfuros y bisulfuros.	Reacción química con la superficie metálica para formar una película con resistencia al deslizamiento más baja que el metal, impidiendo el contacto metal-metal.
Inhibidor de la Corrosión y la Herrumbre	Impedir la corrosión y herrumbre de las piezas metálicas en contacto con el lubricante	Ditiofosfatos de zinc, fenolatos de metal, sulfonatos de metal básicos, ácidos grasos y aminas.	Adsorción preferencial del constituyente polar sobre la superficie metálica para proporcionar una película protectora y / o la neutralización de los ácidos corrosivos.
Detergente	Mantener a las superficies libres de depósitos	Compuestos metalo-orgánicos de bario, calcio y fenolatos de magnesio, fosfatos y sulfonatos.	Reacción química con los precursores del barniz y el lodo para neutralizarlos y mantenerlos solubles.
Dispersante	Mantener a los contaminantes insolubles dispersos en el lubricante	Alquiltiofosfonatos poliméricos y alquilsuccinamidas	Los contaminantes son enlazados por atracción polar a las moléculas dispersantes, impide se aglutinen y son mantenidos en suspensión por la solubilidad del dispersante.
Reductor de la temperatura de fluidez	Fluidez a bajas temperaturas	Polímeros fenólicos y de naftaleno alquílico, polimetacrilatos	Modificar la formación de cristales de cera para reducir el entrelazamiento
Antioxidante	Evitar descomposición oxidativa	Ditiofosfatos de zinc, fenoles inhibidos, aminas aromáticas y fenoles sulfurizados	Descomponer los peróxidos y terminar las reacciones de radicales libres
Antiespumante	Impedir formación de espuma	Polímeros de siliceno, copolímeros orgánicos	Reducir la tensión de la superficie para acelerar la destrucción de la espuma
Mejorador del índice de viscosidad	Reducir la tasa del cambio de la viscosidad con la temperatura	Polímeros y copolímeros de metacrilatos, olefinas de butadieno y estirenos alquílicos.	Los polímeros se expanden al aumentar la temperatura para contraccionar la disolución del aceite.
Modificador de la fricción	Alterar el coeficiente de la fricción	Aminas y ácidos grasos orgánicas, aceite de manteca, ésteres de ácido fosfórico y fósforo orgánico de elevado peso molecular.	Adsorción preferencial de materiales surfactantes.

¹ Ruiz, 1991.

2.5 Elaboración del Aceite Lubricante

La elaboración de los aceites inicia desde la selección del petróleo. El constituyente básico del aceite lubricante es la fracción del crudo con punto de ebullición superior al gasoil. Estos materiales básicos se producen por destilación al vacío del residuo obtenido de la destilación atmosférica del crudo. El petróleo pasa por una destilación a presión atmosférica, produciendo gasolina, kerosina, diesel, etc. y un residuo del cual se obtiene las bases lubricantes, enviándose éstas a las plantas de vacío en las cuales se extraen las bases lubricantes crudas mas ligeras. De aquí, sale un residuo que es enviado a las plantas desasfaltadoras, en las cuales se producen las bases lubricantes mas pesadas, obteniéndose también un subproducto para la elaboración de los asfaltos. Una vez obtenida toda la gama de bases lubricantes crudas, son enviadas a las plantas de extracción con furfural, en las cuales son desaromatizadas, incrementando su índice de viscosidad y mejorándose su color, entre otras cosas. Posteriormente pasan a otro tratamiento en una planta de hidrotatamiento, la cual funge como estabilizadora, quitando compuestos de azufre, nitrógeno, oxígeno, entre otros. Finalmente, estos productos son pasados a unas plantas desparafinadoras en donde mediante un disolvente y filtros, a temperaturas muy bajas se extrae la parafina. En general, los aceites lubricantes automotrices para ser comercializados, inician su elaboración al recibirse la base lubricante en los tanques de almacenamiento de la planta que va a elaborarlos, dependiendo el volumen que se requiere producir o la viscosidad a obtener, se envía generalmente a un tanque de mezclado, en este recipiente, se reciben las bases lubricantes y se les adiciona los aditivos requeridos. Este tanque de mezclado, generalmente tiene un sistema de calentamiento y agitación para realizar una mezcla homogénea del producto. Una vez realizada la mezcla, se remite una muestra al laboratorio para su análisis, y ya aprobado se envía a los tanques de producto terminado para proceder a su venta, a granel o envasado.

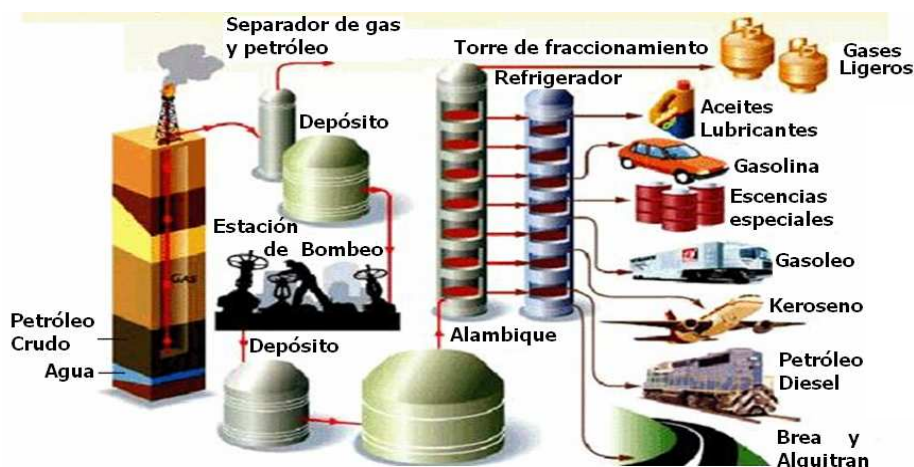


Figura 1:
Diferentes
fracciones
de la
Refinación
del petróleo

2.6 Clasificación de los Aceites Lubricantes

A) Los aceites lubricantes se pueden clasificar de acuerdo a su viscosidad en:

*Aceites de bajo índice de viscosidad (LVI), de base nafténica o no extraídos.

*Aceites nafténicos de índice de viscosidad medio (MVIN), extraídos.

*Aceites parafínicos de índice de viscosidad medio (MVIP)

*Aceites de alto índice de viscosidad (HVI), siempre de base parafínica.

B) Respecto a sus propiedades, los aceites se dividen en tres categorías principales:

1) *Aceite normal, mineral puro (regular o ML)*, sin productos añadidos (aditivos), que sirve perfectamente para trabajos moderados corrientes.

2) *Aceite de primera (premiun o MM)*, con aditivos químicos que lo hacen resistente a la oxidación y anticorrosivo. Casi todos los de marca acreditadas cumplen los requisitos de esta clase.

3) *Aceites detergentes (HD o servicio pesado, MS)* que, además de antioxidantes y anticorrosivos, son detergentes., podrían llamarse dispersivos, por la propiedad que tienen de pulverizar y emulsionar la carbonilla. A esta categoría pertenecen los especiales para motores Diesel, que, además de MS, se designan con las iniciales DG (trabajo fuerte) y DS (esfuerzos muy duros).

Los aceites lubricantes para motores a gasolina se pueden clasificar de acuerdo a dos criterios generales: según su viscosidad (SAE) y según requerimientos industriales (API).

La Sociedad de Ingenieros Automotrices SAE ha generado una clasificación que depende exclusivamente del grado de viscosidad del lubricante. En aceites para motor existen los monogrados que van del 0W hasta el 60 y en los multigrados desde el 5W – 50 hasta el 20W – 50.

El instituto Americano del Petróleo (API) clasifica los aceites para motor de acuerdo a sus características y a las condiciones exigidas por los lubricantes de automóviles. La designación para aceites según API ha variado desde SA hasta SM que es el recomendado en la actualidad

La S.A.E., estableció su escala de denominaciones, la mayoría de los fabricantes se ciñen a ella y las diferentes marcas adoptaron la graduación de consistencia SAE, que se designa con estas tres letras y un número.

Los aceites para motores son: SAE-70 (espeso), 60 (extra-denso), 50 (denso), 49 (semidenso), 30 (semifluido) y 20 (fluido), en todos, la viscosidad que indica el numero se midió a 100° grados de temperatura. Mas fluidos aun son los tipos 20W (fluido) y 10W (ligero), en los que la letra W quiere decir que el grado de viscosidad 20 o 10 esta medido a 18°C bajo cero, y, por tanto, son aptos para épocas de frió riguroso. El 20W puede llegar a los 12°; el 10W hasta los -23°; y el 5W es para trabajar entre temperaturas máximas de -7° y mínima de -34°: como esto es excepcional, no es fácil encontrarlo en el mercado y se puede sustituir por un 10W, al que se añade un 10 por ciento de keroseno.

Clasificación SAE. Grados de Aceite.

Existen dos tipos de aceites para motores automotrices: los monogrado y los multigrado. El aceite "multigrado", como el caso de 10W-30, indica que la viscosidad del aceite fue medida fue -18°C y 100°C y está diseñado para que tenga las características de fluidez, en temperaturas bajas, como un 10W combinadas con la viscosidad adecuada a la temperatura operacional del motor de un aceite de grado SAE 30. El sufijo "W" en los aceites multigrados indica que el aceite es apropiado para uso invernal (a temperaturas menores de 0°C).

Tabla 3: Ejemplo de la clasificación SAE del aceite lubricante usado

Grados de Viscosidad	Arranque en frío	Descripción
10W-30	-18°C	La viscosidad recomendada más frecuentemente para la mayoría de los motores automotrices, como los multivalvulares de alto rendimiento y los sobrecargados

Características API

La clasificación API de dos letras identifica el tipo de motor y calidad del aceite. La primera letra indica el tipo de motor para el cual el aceite está diseñado. La segunda letra indica el nivel de calidad API. Cuanto mayor es la letra alfabéticamente, más avanzado es el aceite y por lo tanto mayor es la protección para el motor. Por ejemplo, el aceite SH puede usarse en cualquier motor que requiera un aceite SB, SF, SG, etc.

Tabla 4: Ejemplo de la clasificación API del aceite lubricante para motores de gasolina^c

Clasificación API	Tipo de Motor	Descripción
SM	Para todos los motores de automóviles actualmente en uso. Presentados en Noviembre de 2004.	Diseñado para proveer mayores niveles de calidad y rendimiento, control de depósitos, oxidación, desgaste y corrosión
SL	Esta categoría se estableció para motores de automóviles de 2002	Diseñado para brindar mejor control de depósitos en altas temperaturas y reducir el consumo de lubricante

Tabla 5: Ejemplo de la clasificación API del aceite lubricante para motores diesel

Clasificación	Tipo de Motor	Descripción
CI-4	Presentado en 2002. Para motores de alta velocidad y de cuatro tiempos, diseñado para cumplir con las normas de emisiones de escape de 2004 implementadas en 2002.	Formulados para mantener la durabilidad del motor donde se emplea recirculación de los gases de escape y están destinados para su uso con combustibles diesel con un margen de contenido de azufre de hasta 0,5 % del peso.

Por otra parte, los aceites se clasifican según sus características físicas, ya que son las más fáciles de medir y en última instancia son las que determinan el comportamiento del aceite en el interior del motor, algunos ejemplos de estas propiedades fisicoquímicas determinadas por la ASTM son:

1. *Color*: El color de la luz que atraviesa los aceites lubricantes varía de negro (opaco) a transparente (claro). Las variaciones en el color de los aceites lubricantes resulta de: diferencias en los petróleos crudos, viscosidad, el método y grado de tratamiento durante la refinación, y la cantidad y naturaleza de los aditivos usados
2. *Número total de bases (TBN)*: La cantidad de ácido que un aceite puede neutralizar es expresado en términos de la cantidad requerida de una base estándar para neutralizar el ácido en un volumen especificado de aceite, esta característica de un aceite es llamada TBN.
3. *Punto de fluidez* Este punto es la temperatura más baja a la cual fluirá el aceite cuando es enfriado bajo unas condiciones preestablecidas. La importancia de esta

^c American Petroleum Institute, 2005, www.api.org/eolcs

propiedad depende del uso que se le va a dar al aceite. El punto de fluidez debe estar al menos 93°C debajo de la temperatura a la que se realiza el encendido.

4. *Cenizas sulfatadas* Son el residuo no combustible de un aceite usado. Contenidos excesivos de cenizas ocasionan depósitos de cenizas que pueden afectar el desempeño del motor, su potencia y eficiencia,

2.7 Composición Química del Aceite Lubricante

El aceite lubricante tanto para uso en automóviles e industrial, esta compuesto básicamente por una mezcla de hidrocarburos parafínicos, nafténicos y aromáticos obtenidos por destilación de crudos petrolíferos (aceites minerales). La variación en la proporción de los diferentes tipos de hidrocarburos en la mezcla, determina las características físicas y químicas de los aceites. Una alta fracción de hidrocarburos parafínicos confiere al aceite una mayor resistencia a la oxidación, mientras que un alto contenido de hidrocarburos aromáticos favorece la estabilidad térmica.

La composición de la base lubricante está formada de cientos de miles de compuestos orgánicos, siendo la gran mayoría compuestos aromáticos polinucleares (PNA). Algunos de estos PNA (principalmente estructuras de 4, 5 y 6 anillos) son considerados cancerígenos como el benzopireno.

La base lubricante también contiene:

* Sustancias activas sólidas: El grafito, el disulfuro de molibdeno, el sulfuro de zinc, talco, politetrafluoroetileno, etc. se incorporan en las grasas en forma de polvo o pigmentos. Actúan en la zona de fricción límite y mixta. Las sustancias activas sólidas mejoran el proceso de rodaje y el comportamiento de lubricación de emergencia.

* Sustancias activas polares: Las sustancias polares son moléculas de hidrocarburo que, como consecuencia de su estructura molecular, es decir, mediante la absorción de otros elementos como oxígeno, azufre y cloro, dejan de ser eléctricamente neutros y, en combinación con superficies metálicas, permanecen retenidas como con un imán. El contenido de sustancias polares aumenta el efecto de adherencia de la película lubricante; los hidrocarburos puros son "no polares".

* Sustancias activas poliméricas: La interdependencia entre la temperatura y la viscosidad de los aceites minerales puede reducirse mediante las sustancias activas. Por regla general los polímeros mejoran la protección contra el desgaste de los

lubricantes. Los poli isobutilenos y los polímeros de oleofina, entre otros, son mejoradores de la adherencia para las grasas lubricantes.

Para mejorar las propiedades del aceite como su longevidad es común añadir aditivos en cantidades de entre un 15 y un 25%, llegando incluso hasta el 30% en volumen de producto terminado, típicamente contienen constituyentes inorgánicos como azufre, nitrógeno, compuestos halogenados y trazas de metales. Los aditivos son de distinta naturaleza y confieren al aceite propiedades específicas (antiespumantes, antioxidantes, etc.), éstos suelen provocar problemas en la gestión del aceite una vez que se ha usado.

Tabla 6: Composición media de un aceite usado según el hidrocarburo base y los tipos de aditivos²

Tipo de sustancia	Hidrocarburos	Porcentaje (en peso)
Parafinas	Alcanos	45-76%
Naftenos	Cicloalcanos	13-45%
Aromáticos	Aromáticos	10-30%
Aditivos (15 – 25%)		
Antioxidantes	Ditiofosfatos, fenoles, aminas	
Detergentes	Sulfonatos, fosfonatos, fenolatos (de bario, magnesio, zinc, etc.)	
Anticorrosivos	Ditiofosfatos de zinc y bario, Sulfonatos	
Antiespumantes	Siliconas, polímeros sintéticos	

2.8 Factores de Deterioro

En condiciones ideales de funcionamiento no habría necesidad de cambiar un aceite lubricante, la base lubricante no se gasta, ni se contamina y los aditivos son los que soportan las críticas condiciones de funcionamiento.

Aunque los aditivos alargan el tiempo de vida útil del aceite, éste invariablemente se deteriora, hasta llegar el momento que en vez de proteger al motor y sus partes, lo daña.

La naturaleza de las partículas extrañas que contaminan el lubricante varía de acuerdo con el tipo de trabajo del mecanismo.

² Pantoja, 1995

Los aceites usados son una mezcla compleja de varios compuestos químicos derivados de la base lubricante original, aditivos, productos de degradación de aceite y compuestos contaminantes como el combustible, agua o anticongelante.

Los factores más influyentes para el deterioro del aceite son^d:

2.8.1 Temperatura de operación: Los lubricantes se descomponen cuando están sometidos a altas temperaturas, esto hace que el aceite se oxide o se polimerice. Un aceite descompuesto de esta manera puede presentar productos solubles o insolubles. Los productos solubles, por lo general, son ácidos que forman emulsiones estables en presencia de agua y que atacan químicamente las superficies metálicas, principalmente cuando son de plomo o de cobre-plomo, si la concentración de estos ácidos aumenta considerablemente no pueden ser inhibidos por los aditivos antioxidantes y anticorrosivos, formando lodos que dan lugar a productos insolubles. Si estos productos no se eliminan del aceite pueden deteriorar las superficies metálicas que lubrican o taponan las tuberías de conducción del mismo. La oxidación y la polimerización depende en mayor grado del tipo de base lubricante del que esté compuesto el aceite y del grado de refinamiento que posea, aunque es posible evitar que ocurran mediante la utilización de aditivos antioxidantes.

2.8.2 Contaminantes externos: Son aquellos que llegan al aceite del exterior o del motor mismo al desgastarse sus partes, algunos ejemplos son: Suciedad, papeles, trapos, hilos, limaduras, polvo, tierra, humedad, vapor, agua, etc. Otros fluidos que pueden entrar en el sistema, corrosivos o no corrosivos, como fluidos refrigerantes, productos de limpieza, ácidos, disolventes, pinturas, mezclas de otros aceites, partículas metálicas procedentes del propio desgaste de las máquinas, de operaciones de mecanizado, descomposición de sellantes, juntas inadecuadas.

2.8.3 Contaminantes internos: Estos son generados por las altas temperaturas, la oxidación, polimerización del aceite y las reacciones entre el aceite y contaminantes externos, por ejemplo: El desgaste interno, provocado porque el lubricante va perdiendo propiedades y deja de actuar. El óxido, producido porque entra oxígeno en el sistema procedente, ya sea del aire o del agua y se inicia un proceso corrosivo. Formación de fangos y lodos, todos los sistemas están sometidos aunque sea de manera puntual a temperaturas y presiones de trabajo más elevadas, esto hace que el aceite sufra un shock térmico importante, sufra craqueo, forme carbón y se oxide

^d <http://www.monografias.com/trabajos17/biodegradacion-aceites/biodegradacion-aceites.shtml>

dando lugar a la formación de ácidos. Formación de espuma, si ha entrado aire o detergente en las bombas. Pueden cavitarse y producir fallos de lubricación o refrigeración.

Después de su uso, el aceite lubricante adquiere concentraciones elevadas de metales pesados, producto principalmente del desgaste del motor o maquinaria que lubricó y por el contacto con combustibles. Los aceites lubricantes sufren una descomposición luego de cumplir con su ciclo de operación y por esto es necesario reemplazarlos. Durante la combustión en el interior de los motores algunos materiales en el combustible, como el sulfuro, pueden convertirse en ácidos fuertes, éstos se condensan en las paredes del cilindro llegando al aceite, el cual transporta los ácidos a las paredes de los cilindros y desgastan estas piezas metálicas.

La descomposición de los aceites de motor se debe especialmente a una reacción de oxidación. La oxidación de los hidrocarburos en fase líquida algunas veces es una reacción de radicales en cadena. Esta reacción se muestra en la siguiente figura:

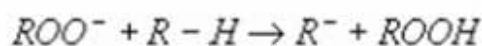


Figura 2. Reacción de oxidación de los hidrocarburos en el aceite

En el motor, la oxidación se produce de forma muy rápida, en particular por la elevada temperatura que alcanzan las piezas próximas a la cámara de combustión.

Los hidrocarburos parafínicos se oxidan por los extremos de la cadena formando ácidos carboxílicos o cetoácidos corrosivos

Con los hidrocarburos nafténicos se rompe la cadena y ocurre un proceso análogo al de los hidrocarburos parafínicos.

Los hidrocarburos aromáticos se oxidan con más facilidad que los parafínicos y los nafténicos, a causa de la sensibilidad del hidrógeno unido a un carbono de una cadena lateral próxima al ciclo aromático.

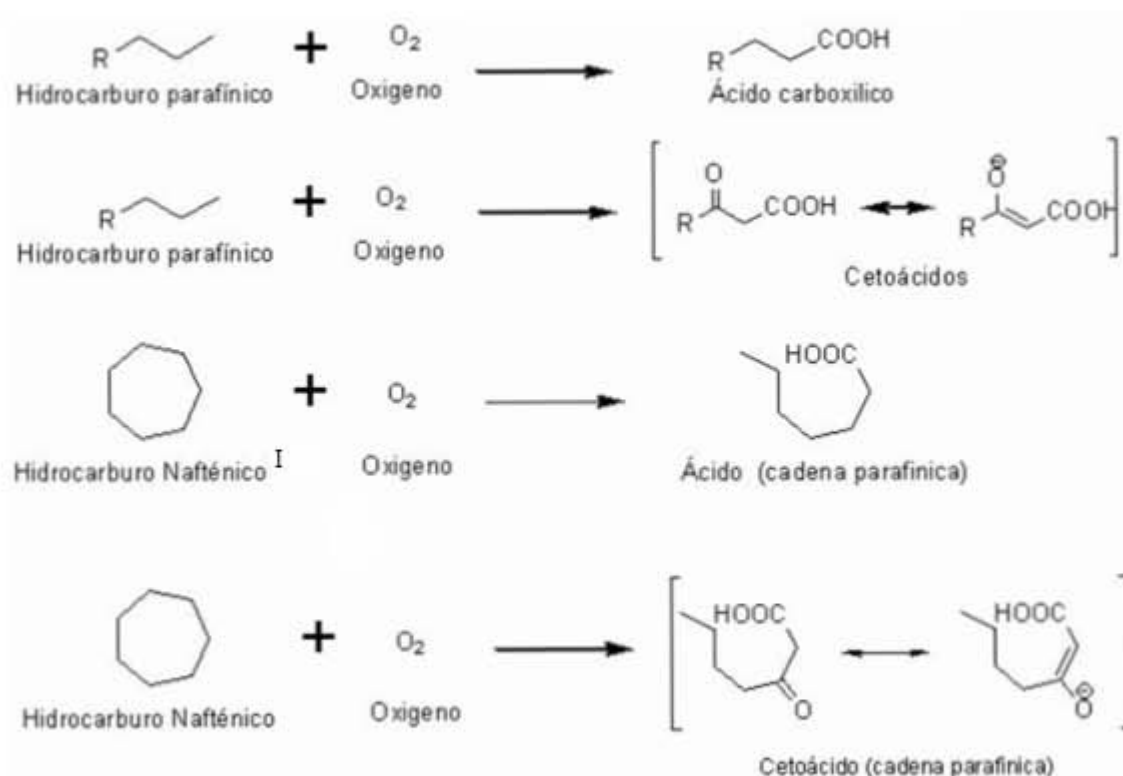


Figura 3. Reacciones de oxidación en hidrocarburos nafténicos y parafínicos.

2.9 Problemática Ambiental

Todo residuo o desecho que pueda causar daño a la salud o al medio ambiente es considerado como un residuo peligroso, fundamento por el cual los gobiernos tienen la responsabilidad de promover la adopción de medidas para reducir al máximo la generación de estos desechos, así como establecer políticas y estrategias para que su manejo y eliminación se ejecuten sin dañar el medio ambiente y se reduzcan sus propiedades nocivas mediante técnicas apropiadas.

Los aceites lubricantes usados no son fácilmente biodegradables y contaminan el ambiente cuando:

1. **Se vierten a las aguas**, bien directamente o por el alcantarillado, el aceite usado tiene una gran capacidad de deterioro ambiental. En el agua produce una película impermeable, que impide la adecuada oxigenación y que puede asfixiar a los seres vivos que allí habitan: un litro de aceite contamina un millón de litros de agua.

Cubre las agallas de los peces, impidiendo su respiración, no permite el paso de la luz y se apelmaza en las plumas de las aves impidiendo que vuelen.

Asimismo, el aceite usado, por su bajo índice de biodegradabilidad, afecta gravemente a los tratamientos biológicos de las depuradoras de agua, llegando incluso a inhabilitarlos

2. **Se arroja a la tierra** el aceite usado, éste contiene una serie de hidrocarburos que no son degradables biológicamente que destruyen el humus vegetal y acaban con la fertilidad del suelo. El aceite usado contiene asimismo una serie de sustancias tóxicas como el plomo, el cadmio y compuestos de cloro, que contaminan gravemente las tierras. Su acción contaminante se ve además reforzada por la acción de algunos aditivos que se le añaden que favorecen su penetración en el terreno, pudiendo ser contaminadas las aguas subterráneas.
3. **Se realiza una quema inapropiada**, el aceite tiene emisiones altamente contaminantes debido al contenido de metales pesados y la presencia de compuestos clorados y sulfurados. Originan importantes problemas de contaminación y emite gases muy tóxicos. Cinco litros de aceite quemados en una estufa contaminan, con plomo y otras sustancias nocivas, 1000.000 m³ de aire, que es la cantidad de aire respirada por una persona durante tres años y pueden provocar asfixia y cáncer de pulmón. La combustión de 1 litro de aceite usado produce en promedio emisiones al aire de 800 mg de zinc y 30 mg de plomo
4. Se hace una mala disposición de los aceites, también, genera contaminación, así como su inadecuado almacenamiento.
5. Cuanto mayor sea la variedad de aditivos usados para mejorar las propiedades del lubricante se hace más difícil la regeneración
6. Los aceites usados pueden producir irritación a los ojos, irritar la piel a exposición prolongada, irritar las mucosas de las vías digestiva y respiratoria y aunque a bajas temperaturas son de baja toxicidad, tienen un efecto laxante importante. A temperaturas mayores al punto de inflamación, los vapores son altamente tóxicos, irritantes e inflamables pudiendo producir explosiones a altas temperaturas (o presiones) con la mezcla adecuada de oxígeno. Todo esto puede empeorar si no se usan aceites de procedencia conocido

Por otra parte:

- * La utilización de aceites de motor con base lubricante regenerada disminuye considerablemente las emisiones de CO₂, SO₃ y NOx.
- * La obtención de la misma cantidad de aceite a través de un proceso de re-refinamiento consume 2/3 menos de energía que en una refinería de primer refino.
- * Con 3 litros de aceite usado se obtienen 2 de aceite nuevo, pero hacen falta 100 litros de petróleo para obtener la misma cantidad.
- *El aceite usado puede re-refinarse indefinidamente

Finalmente, aunque se recoja adecuadamente el aceite usado para su tratamiento, las diferentes técnicas de tratamiento también emiten contaminación al medio ambiente:

Emisiones al aire

La quema del aceite usado emite gases a la atmósfera que contienen bencenos, tolueno, xileno, plomo, cloro, azufre, etc, también hay emisiones cuando se trasvasa el producto o se almacena el aceite. Produce olores que pueden ser desagradables.

Emisiones al agua

Las emisiones al agua son sólidos en suspensión, aceite visible y contenido en metales, además de una extensa cantidad de productos orgánicos que pueden formar parte del aceite usado y no son identificados.

Emisiones al suelo.

Los lodos de aceites usados pueden contener metales tóxicos pesados, hidrocarburos, sulfuros y compuestos nitrogenados, además pueden contener una pequeña cantidad de PCBs, y contienen agua, sólidos y aceite.

2.10 Tratamiento de los aceites usados

Los aceites lubricantes usados, tanto de procedencia industrial como los empleados en automoción, están considerados en la normativa vigente como un residuo tóxico y peligroso, dado su contenido en metales pesados, y su capacidad de contaminación de las aguas. Como tal, la normativa ambiental exige la adecuada gestión de los mismos.

El aceite usado es un desecho que se genera con bastante frecuencia en establecimientos industriales, mineros y del sector transporte entre otros, una vez que este producto cumplió su ciclo de vida útil, debe ser dispuesto de manera adecuada para no generar problemas a la salud de la población y al medio ambiente.

Los aceites usados son mezclas complejas y variables de infinidad de sustancias químicas. Se estima que, por término medio, cerca del 60% de una carga de aceites usados son hidrocarburos en condiciones de reutilización como combustible o como lubricante. La parte restante está constituida por agua, combustible, compuestos metálicos, ácidos y contaminantes diversos.

Que el aceite usado sea simultáneamente un residuo peligroso y tenga un potencial económico, abre la cuestión de su utilización de un modo que sea aceptable y pueda contemplar las dos vertientes, a saber, el trasvase no nocivo y la contribución al ahorro energético de una forma rentable.

Sin embargo, es importante considerar que no todos los aceites pueden ser tratados, por lo que se deben clasificar según su: Composición (variable según uso), tipo y marca, de esta manera se determina posteriormente la clasificación para el reuso y reciclado, tomando en cuenta los siguientes factores:

- * Recolección: Identificar las fuentes
- * Almacenamiento
- * Analizar su composición

Una vez que se han tomado en cuenta todos estos factores y se determina que el aceite puede ser tratado, se tiene que esencialmente existen 4 alternativas para el tratamiento de aceites usados:

-Regeneración: Tratamiento por el que se obtienen bases lubricantes aptas para su reformulación y utilización. Permiten la recuperación material de las bases lubricantes presentes en el aceite original.

Técnicas: predestilación, tratamiento ácido, extracción con disolventes, desulfatado, deshidratación

-Reciclado: Tratamiento por el que se obtiene producto combustible, utilizable en motores diesel de generación eléctrica.

Técnicas: tratamiento térmico, filtrado, sedimentación, decantación, deshidratación, etc.

- Reuso: Es el tratamiento destinado a devolverle el uso del producto original. Como en Membranas asfálticas, uso de pintura y breas asfálticas.
- Reprocesado: Remover contaminantes insolubles y productos de la oxidación
- Recuperación: Separación de sólidos y agua

Técnicas: calentamiento, filtración, deshidratación y centrifugación

-Combustión. Operación de quemado del aceite usado sin modificaciones. Para el aprovechamiento energético de los aceites usados se pueden seguir dos caminos diferentes en función de las instalaciones en las que se va a realizar el mismo.

- Combustible en instalaciones con alta potencia térmica, altas temperaturas, gran consumo de combustible y alta producción de gases. (hornos de clinker en las cementeras, ladrilleras) estos hornos queman el aceite usado y los contaminantes de éste especialmente los metales quedan incorporados al producto (cemento o ladrillo), aquellas partículas que no lo hacen son retenidas por precipitadores electrostáticos.

- Aplicación de tratamientos físico-químicos más complejos con el fin de fabricar un combustible que pueda tener un espectro de utilización más amplio en instalaciones con menos potencia térmica o en motores de combustión y calderas

- **Incineración:** tratamiento por el que se destruye el aceite usado cuando su contenido en PCB'sⁱⁱ (bifenilos policlorados) es superior a 50 ppm. Las incineradoras convencionales son hornos en los que se queman los residuos a unos 900°C; los gases de la combustión y los sólidos que permanecen se queman en una segunda etapa.

Cada una de las alternativas presenta múltiples opciones técnicas para llevar a cabo las operaciones de regeneración o reciclaje. Por lo general, no hay imposiciones legales que determinen la aplicación de una u otra alternativa a un residuo determinado, sin embargo la opción de regeneración a bases lubricantes es la definida como prioritaria en el tratamiento del aceite. Esta priorización se basa en las ventajas ambientales de los procesos actuales de regeneración, por su mayor ahorro de materias primas, menores emisiones y olores, y menor producción de residuos o efluentes, además de permitir reutilizar la base lubricante refinada del petróleo, el cual se sabe es un energético no renovable³

³ Bello Pastora, et al, 2003

2.11 Regeneración del Aceite Lubricante

La regeneración de aceites usados es la operación mediante la cual se remueven los contaminantes (metales pesados) productos de la oxidación y aditivos.

Se obtienen de los aceites usados una base de aceite lubricante, ésta es la que otorga las propiedades lubricantes a los aceites, y éste producto es la materia prima para la producción de nuevos aceites comercializables, al eliminar los compuestos contaminantes en el interior del aceite.

Un proceso de regeneración consta de tres fases:

* **Pre-tratamiento:** Esta fase consiste en eliminar una parte importante de los contaminantes del aceite usado, como son el agua, los hidrocarburos ligeros, los lodos, las partículas gruesas, etc. Para ello cada proceso emplea un método determinado, o incluso una combinación de varios. Estos pueden ser: Filtración, decantación, centrifugación, deshidratación, destilación, desasfaltado térmico, desmetalización, tratamiento químico, etc.

* **Regeneración:** En esta fase se eliminan los aditivos, metales pesados y fangos asfálticos. Este punto es el paso principal del método, para obtener al final un aceite libre de contaminantes pero con una fuerte coloración que lo hace inviable comercialmente.

La regeneración se puede hacer mediante una separación mecánica del aceite y sus impurezas, por extracción líquida con disolventes orgánicos o bien mediante una o varias reacciones químicas de aceite con algún compuesto.

* **Acabado:** Todas las técnicas empleadas en las etapas anteriores son capaces de obtener un aceite libre de contaminantes aunque con una fuerte coloración que hace infactible su comercialización, por esta razón todos los procesos de regeneración, incluyen una tercera etapa de acabado.

En esta etapa se eliminan la fuerte coloración y se agregan aditivos para la comercialización del aceite. La base lubricante o aceite pretratado se somete a una decoloración y deodorización, para su posterior mezclado y reformado con aditivos. Cada tecnología utiliza un sistema diferente, así unos emplean tierras decolorantes, otros hidrotatamiento catalítico, tratamiento con zeolitas o destilación al vacío.

Criterios para la regeneración:

El criterio recomendado para la regeneración es que:

* Contenido en PCBs: no debe superar los 50ppm.

En Alemania sólo se regeneran aceites con menos de 40 ppm de PCBs y 0.2% de cloro como máximo. Cuando no resulte viable la regeneración (factores técnico-económicos) se destina al aceite como combustible alternativo.

2.12 Técnicas de Regeneración del Aceite Lubricante

En todos los procesos que a continuación se describen, se sugieren que como etapa de pre-tratamiento, filtrar y decantar el aceite usado previamente recolectado, con el fin de eliminar impurezas sólidas, para posteriormente hacer una destilación flash que nos permita retirar el agua e hidrocarburos ligeros

Los tipos de procesos de regeneración de aceites usados más comercializados se dividen en 3 tipos⁴:

2.12.1 Extracción con disolventes orgánicos

2.12.2 Reacciones con el aceite lubricante

2.12.3 Separación Mecánica

A continuación se mencionan algunos ejemplos de cada uno de los tipos de procesos de regeneración del aceite lubricante usado:

2.12.1 Procesos que utilizan la **Extracción con disolventes orgánicos** para el tratamiento de aceite:

- **Berc** (Bartlesville Energy Research Center): Utiliza una mezcla de 2-propanol/1butanol/Metil etil cetona (en una proporción 1:2.1) a razón de 3:1 disolvente-aceite a temperatura ambiente. La mezcla se agita por un tiempo de 1 hora y posteriormente se deja reposar por 24 horas, hasta que aparecen dos fases, las cuales se decantan, se retira el disolvente de la fase lubricante mediante una destilación, la base recuperada se filtra en arcillas tratadas o se hidrogena a fin de eliminar el olor agrio y el color vino profundo.

⁴ Rivas, 1994.

- **I.F.P** (Instituto Francés del Petróleo) Se emplea propano líquido el cual se mezcla con el aceite y se le da un tiempo de asentamiento de 1hr a una temperatura de 60°C, las fases son separadas, de la parte superior se extrae propano-aceite y del fondo los residuos, los fondos son mezclados con un destilado de petróleo de 34°API y son flasheados a una temperatura de 97°C y presión atmosférica para recuperar el propano. El aceite y el propano son separados por destilación, el propano se envía a un enfriador para licuarlo y recircularlo, en esta etapa el aceite es desasfaltado y se lleva a cabo la floculación de los aditivos degradados. El aceite libre de propano, se mezcla con ácido sulfúrico concentrado al 93% y el cual, es agregado en una proporción de 2% en peso del aceite, esta mezcla se lleva a cabo a 38°C, la mezcla se deja asentar por 12 horas manteniendo, el aceite resultante a 15°C, después el aceite es mezclado con arcilla en una proporción 2% en peso y son calentados por 6 horas, manteniendo la temperatura de 149°C, finalmente se filtra la mezcla.

- **Alcohol-ácido**⁵: El aceite se mezcla con un volumen igual de 1-butanol, dejando asentar la mezcla por 24 hrs, formándose 2 fases, la fase que contiene el alcohol y el aceite se calienta a 43°C y se somete a centrifugación, para remover las trazas de lodos, seguido de esto el aceite se filtra y se envía a una destilación flash para recuperación del alcohol. El aceite libre de disolvente se mezcla con ácido sulfúrico fumante, en una proporción de 15% en volumen del aceite, la mezcla se agita por un tiempo de 45 minutos lo que origina que la temperatura se incremente y haya formación de espuma, la mezcla se deja asentar por un tiempo de 4 hrs para posteriormente decantar el aceite. El aceite ácido, se neutraliza con carbonato de sodio en solución, se añade 2-propanol para remover las últimas impurezas, se decanta el aceite y se somete a una destilación flash para retirar el 2-propanol.

- **Reis**⁶: El aceite es tratado con una mezcla de disolventes compuesta de un 73% de 2-propanol y un 27% hexano, agregando 3g/L de KOH, siendo la mezcla disolvente-aceite 3:1, esta se mezcla y se deja reposar por periodo de dos horas, para separar las fases formadas, la fase compuesta por el disolvente y el aceite es destilada en 2 columnas flash, el aceite pretratado

⁵ Brownawell , et al. 1972

⁶ Reis, et al, 1990

obtenido tras la destilación se sometido a adsorción al pasar por una cama de bauxita, que elimina el color oscuro del aceite.

2.12.2 Los que emplean un **reactivo** para el tratamiento

- **Ácido-arcilla:** El aceite es sometido a una destilación flash a 150°C y 1atm para remover agua e hidrocarburos ligeros y después es tratado con 5-10% en volumen de ácido sulfúrico concentrado al 98%, después de un tiempo de reacción de 24 a 72 horas, el lodo que contiene al ácido sulfúrico es removido del fondo, por otra parte el aceite tratado es decantado y finalizado con adsorción por medio de arcillas activadas.

- **PROP** (Proceso Phillips): Al aceite usado se le inyecta una solución de fosfato de amonio, los metales reaccionan con el fosfato para producir fosfatos insolubles en agua y en aceite. El aceite sale de éste proceso convertido en una emulsión que contiene aproximadamente el 1% de los sólidos, esta emulsión se trata mediante un tratamiento térmico que produce la degradación de una cantidad apreciable de éste compuesto de fósforo y a la vez produce la aglomeración de los sólidos dispersos, los cuales se separan posteriormente por filtración. El aceite desmineralizado y deshidratado se mezcla con hidrógeno en caliente utilizando níquel-molibdeno, éste tratamiento remueve compuestos de azufre, nitrógeno y cloro, se calienta gradualmente, las reacciones se llevan a cabo con un incremento de temperatura 160-221°C y un descenso de presión 350-90 psig, provocando la precipitación de los contaminantes, después se lleva a cabo una separación de los productos de reacción del aceite, este último se lleva a contacto con una arcilla, la arcilla tiene como fin la descomposición de los ácidos sulfónicos y mejorar el color y el olor del aceite obtenido y finalmente se le somete a una hidrogenación.

- **Reciclón:** El aceite se mezcla con una emulsión de sodio, la reacción con el sodio se lleva a cabo a 25°C y una proporción de sodio-aceite de 1% en peso, en pocos minutos las impurezas del aceite son transformadas en compuestos que no pueden ser destilados, tales como sales y polímeros. La mezcla se filtra y se le hace una destilación flash para eliminar el aceite base del sodio, posteriormente se envía a 3 evaporadores de película, colocados en serie, produciendo residuos que puedan ser mezclados con ligeros obtenidos en etapas anteriores.

- **Peroxido de hidrogeno-hidróxido de sodio-cloruro de aluminio:** El aceite se mezcla con NaOH y H₂O₂, ambos a razón de 0,1% de la carga. La mezcla se agita por 2 horas a una temperatura de 65°C posteriormente se dejan asentar durante 24hrs, el aceite se centrifuga para eliminar las trazas de lodos, Este aceite se mezcla con AlCl₃ a razón de 0,5% en peso, y se somete a calentamiento a 82°C por una hora después de este tiempo se enfría y se deja asentar por 8 horas, para después filtrar y centrifugar el aceite

2.12.3 Regeneración por **separación mecánica**:

- **KTI (Kinetics Technology Internacional of Zoetermeer):** El aceite se somete a una destilación al vacío para remover el gasoleo, seguido de una segunda destilación al vacío para obtener aceites y separarlos de los fondos contaminantes, tales como metales, productos de polimerización y asfaltos. Los aceites se someten a una hidrofinaizaciónⁱⁱⁱ para darles el olor y color deseado.
- **Matthys-Garap:** El aceite se envía a una columna de destilación fraccionada que opera a 340°C, la cual posee barras espaciadas que al contraerse o dilatarse desprenden el coque formado, de esta columna se obtiene gasoil y disolvente neutro. Los productos son centrifugados a 200°C y posteriormente acidulados con 3% de ácido sulfúrico. Una vez que las fracciones han sido centrifugadas son mezcladas con 3% de arcilla activada y posteriormente filtradas.
- **Proceso Meinken:** La carga de aceite usado es previamente deshidratada para eliminar el agua y otros contaminantes de bajo punto de ebullición. Posteriormente el aceite se pasa a través de una unidad de termocracking^{iv}, la cual permite reducir los desechos, por la parte superior de la unidad se obtiene un destilado que unido al producto obtenido de la unidad de vacío, formaran después de la redestilación el spindle oil^v. El producto de salida de la unidad de termocracking se bombea a la unidad de tratamiento ácido, en la cual se mezcla con ácido sulfúrico, obteniéndose de esta operación el aceite ácido, resultante del tratamiento y un desecho ácido, el cual representa el 10.5% en peso en relación a la carga. Este aceite ácido se lleva a la unidad de vacío donde se despoja de la fracción de gas oil y finalmente se pasa a la unidad de filtración-neutralización, obteniéndose una base lubricante de alta calidad.

En el 2003 había 400 plantas regeneradoras en todo el mundo con una capacidad de 1800 kt / año, la mayoría situadas en el este Asiático, y utilizaban un tratamiento ácido-arcilla, sin embargo este tratamiento genera un tipo de lodo ácido, altamente contaminante y difícil de eliminar, por lo que ha sido sustituido por procesos que incluyen la separación mecánica o extracción.

Las ventajas de los procesos de extracción-floculación en relación con otros procesos son:

- * Bajos Costos de Capital
- * Bajos Costos del funcionamiento y colección
- * Ventajas Ambientales
- * Los Subproductos pueden ser utilizados con seguridad
- * Obtención de una base lubricante de la alta Calidad sin Hidrotratamiento
- * Obtención de una base lubricante de buena calidad que no requiere de condiciones de presión y temperatura muy específicas.

2.13 Proceso de Extracción por Disolvente

Esta técnica es uno de los procesos más económicos y eficientes para la recuperación de aceites usados. Éste proceso reemplaza el proceso de ácido-arcilla produciendo un lodo orgánico útil en lugar de un lodo tóxico. El proceso consiste en mezclar el aceite usado y el disolvente en proporciones adecuadas para asegurar una completa miscibilidad de la base lubricante en el disolvente. El disolvente debe repeler los aditivos y las impurezas orgánicas que normalmente se encuentran en los aceites usados, estas impurezas flocculan y sedimentan por acción de la gravedad. Al final se recupera el disolvente por destilación para propósitos de reciclaje.

Éste proceso es capaz de remover entre 10-14% del aceite usado contaminado, lo cual corresponde a la cantidad de aditivos e impurezas que normalmente se encuentran en el aceite usado. La etapa más crítica en el diseño de éste proceso es seleccionar el tipo apropiado de disolvente, los parámetros de extracción y la relación de disolvente-aceite

El lodo ácido producido en el tratamiento ácido-arcilla, que por años fue el proceso más utilizado para la regeneración de aceite ha sido el principal incentivo para desarrollar otros procesos de regeneración

Entre ellos destaca los procesos basados en las propiedades de extracción-floculación de los disolventes orgánicos.

Tabla 7: Cronología de desarrollo de disolventes de extracción-floculación

Investigadores	Año	No. Patente	Disolvente
Brownawell y Renard	1972	US 3639229	1-butanol
Jordan y Mc Donald	1973	US 3763036	Butanona
Whisman	1978	US 4073720	1-Butanol, 2-propanol y Butanona
Reis	1982	PT 69392	1-Butanol ó 2-propanol ó Butanona
Reis	1982	PT 69392	n-hexano, 2-Propanol y 3 g/L de KOH
Martins	1997	-	1-Butanol, 2-propanol y n-hexano

Los procesos de regeneración que utilizan extracción con disolventes orgánicos, se basan fundamentalmente en la extracción de la base lubricante y la floculación de impurezas y aditivos contenidos en las muestras a tratar de aceite lubricante usado.

Por lo que a continuación se definen ambos términos:

La *extracción* es una técnica que separa un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales, mediante la transferencia de un soluto de un disolvente a otro.⁷

La *floculación* es un proceso químico mediante el cual, con la adición de sustancias denominadas floculantes que facilitan la formación de aglomerados llamados flóculos, se aglutinan las sustancias coloidales presentes en el compuesto que se desea limpiar, facilitando de esta forma su decantación y posterior remoción.

El proceso de floculación es precedido por la coagulación, por eso muchas veces se habla de los procesos de coagulación-floculación. Estos facilitan retirar las sustancias en suspensión y las partículas coloidales.

La *coagulación* es la desestabilización de las partículas coloidales causadas por la adición de un reactivo químico el cual, neutralizando sus cargas electrostáticas, hace que las partículas tiendan a unirse entre si, después la floculación es la aglomeración de partículas desestabilizadas en microflóculos y posteriormente la formación de copos de tamaño deseado, después los flóculos más grandes que tienden a depositarse en el fondo de los recipientes construidos para este fin, denominados sedimentadores.

⁷ Brewster R, et al, 1974.

2.14 Características del Disolvente de Extracción-Floculación.

El disolvente que se utiliza para recuperar la base lubricante y separarla de los aditivos y partículas dispersas, debe tener las siguientes características⁸:

- 1) Ser miscible con la base lubricante contenida en el aceite lubricante usado
- 2) Rechazar la solución los aditivos y partículas dispersas, permitiendo así la agregación de estas en partículas de tamaño suficientemente grande para que se separen de la fase líquida por sedimentación.

Para propósitos industriales debe contar con otras propiedades como:

- a) Estabilidad
- b) Fácil de eliminar
- c) Bajo Costo

El disolvente que reúne estas características es llamado disolvente de extracción-floculación.

El sistema debe tener la capacidad de separar el máximo posible de lodos del aceite usado y al mismo tiempo perder la mínima cantidad de base lubricante en los lodos.

Para determinar el tipo de disolvente orgánico más conveniente para que sea un buen disolvente de extracción-floculación, es necesario entender la acción sobre el aceite usado de los grupos típicos de los líquidos orgánicos puros.

a) Hidrocarburos: Cuando se mezcla con aceite usado a temperatura ambiente, forman una solución estable del aceite, los aditivos y partículas carbonosas, y no existe una desestabilización de esta solución por lo que no se llega a sedimentar. La floculación es necesaria para este proceso, ya que si las impurezas y aditivos no sedimentan, estos no pueden ser separados de la base lubricante recuperable. Por lo que disolventes como el n-pentano, n-hexano, ciclo pentano, benceno y tolueno, no pueden ser considerados como disolventes de extracción - floculación.

b) Alcoholes y cetonas: A temperatura ambiente, las cetonas y alcoholes con más de 3 átomos de carbono, satisfacen la propiedad de ser miscibles con la base lubricante. La solubilidad aceite-disolvente incrementa con el número de carbonos presentes en los alcoholes, lo cual justifica que cetonas y alcoholes con más de 4 átomos de carbón sean buenos disolventes de extracción-floculación.

⁸ Reis, et al, 1988.

Las cetonas y alcoholes ejercen una acción floculante sobre las impurezas del aceite sucio, pero no ejercen una acción floculante sobre la solución de polimetacrilato con la que ellos son completamente miscible y ejercen, recíprocamente, una acción fuerte sobre las polioleofinas, que se sabe no son solubles en estos disolventes.

Los hidrocarburos, que son miscibles con los polimetacrilatos y las polioleofinas, no son capaces de flocularlos en soluciones en la base lubricante, originando nuevas dispersiones al parecer estables como el aceite usado donde son agregados.

Se observo, que para obtener buenos resultados, la parte hidrocarbonada del disolvente no debe ser muy ramificada ni mayor de 3 o 4 carbonos de otro modo disuelve a los aditivos y el % de lodo removido disminuye (Figura 4)

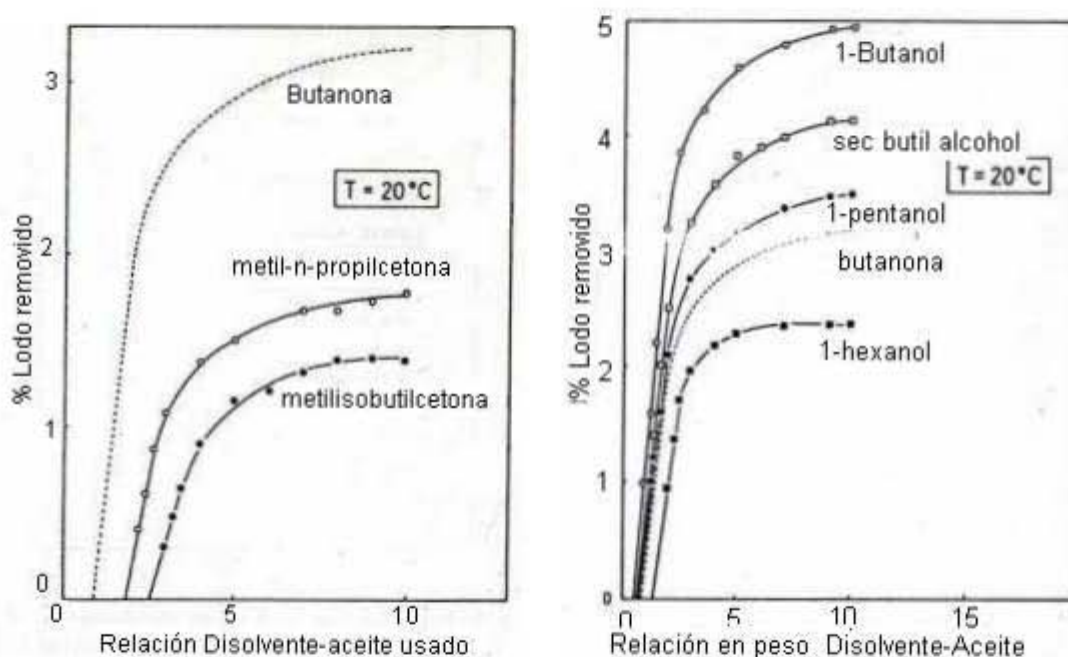


Figura 4: Curvas de distintos disolventes, comparando el % de Lodo removido a 20°C

Se cree que si se formulara un disolvente que contuviera un compuesto polar y otro no polar, esto provocaría que las impurezas y aditivos del aceite se segregaran en forma de lodos y que la base lubricante quedara contenida en la mezcla de disolventes.

* Cuando la temperatura aumenta, el porcentaje de lodo removido decrece. De igual forma se incrementa la dificultad de separar las impurezas al aumentar la temperatura (Figura 5)

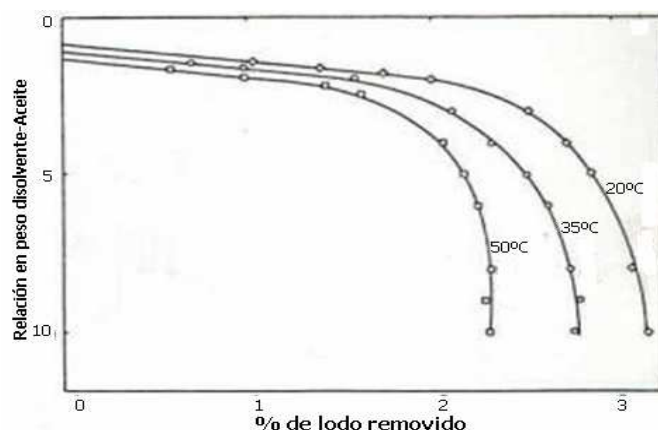


Figura 5: Curvas del % de Lodo removido con butanona variando la temperatura

* La segregación de lodo del aceite usado con disolventes polares es básicamente el efecto antisolvente ejercido por algunas macromoléculas. Considerando la naturaleza polar de las cetonas y alcoholes, este efecto se incrementa por moléculas no polares o ligeramente polares como las poli oleofinas. La segregación debido a la antisolventia toma lugar para todas las sustancias presentes en el aceite usado que son ligeramente solubles en los disolventes polares.

Es importante considerar la relación entre la acción floculante de los disolventes puros con la medición de las propiedades físicas de los disolventes y polímeros usados como aditivos. Una de las propiedades que mejor correlaciona estas propiedades con la miscibilidad es el parámetro de solubilidad

La disolución de los polímeros está conectado con el incremento de la entropía, la espontaneidad del proceso dependerá del calor de mezclado. El calor de mezclado por unidad de volumen es aproximadamente⁹:

$$\delta = \sqrt{\frac{\Delta H - RT}{v_m}} \quad \text{ó} \quad \Delta H = [v_1 v_2 (\delta_1 - \delta_2)] + RT$$

Donde:

ΔH : Entalpía de vaporización (J/mol)

V: Volumen específico (cm³/mol)

R: Constante de los gases ideales (8.315 J/mol K)

T: Temperatura (K)

δ : Parámetro de solubilidad (J/cm³)^{1/2}

El subíndice 1 y 2 se refiere al disolvente y al polímero respectivamente. δ_2 se refiere a la típica poli oleofina, usada los aditivos del aceite de motor, el poli isobutileno.

⁹ Hildebrandt, et al, 1964

Como una primera aproximación y en la ausencia de interacciones fuertes, se espera solubilidad del polímero ($\delta_1 - \delta_2$) sea menor de 3.5-4.0. La solubilidad de las poliolefinas y polimetacrilatos u otros compuestos no polares es posible en aceite. Cuando ($\delta_1 - \delta_2$) es alto, se puede esperar obtener un alto valor de lodo removido.

Tabla 8: Masa de Polímero seco (g) removido con 100g de aceite usado con distintos disolventes en proporción disolvente-aceite (3:1) a 20°C

Disolvente	% de Polímero removido
1-butanol	4.83
Sec-butil alcohol	4.52
1-pentanol	4.10
Butanona	3.95
1-hexanol	3.24
Metil n-propil cetona	3.11
Metil n-isobutil cetona	1.50

Si la interacción de energías entre el disolvente y las moléculas de polímero ($\delta_1 - \delta_2$), es cercano a cero, la floculación de los lodos es mínima. Asumiendo esta simple hipótesis podemos enunciar¹⁰:

$$\Delta\mathcal{E} = -K(\delta_1 - \delta_2)^2$$

Este método de medición de solubilidad entre el disolvente y aceite, muestran que los valores calculados son similares a los resultados obtenidos experimentalmente.

Las partículas carbonosas permanecen en una dispersión estable si no hay ninguna segregación de moléculas del polímero. Se atribuye esta conducta a la naturaleza polar del alcohol. Si se introduce de KOH rompe la estabilidad y neutraliza las cargas. La inestabilización de las partículas es controlada por parámetros eléctricos y químicos del sistema. La floculación de partículas cargadas puede ocurrir a través de dos mecanismos:

- (1) La reducción de la repulsión electrostática entre partículas contaminantes
- (2) La formación de puentes entre las partículas contaminantes

Usando KOH dentro del disolvente orgánico se piensa que las partículas carbonosas o similares siguen el primer mecanismo, mientras los polimetacrilatos son inestabilizados¹¹

¹⁰ Elias, 1977

¹¹ Martins J.P, 1997

Las propiedades susceptibles a ser medidas en un proceso de caracterización de un aceite usado están estipuladas y regidas por las normas ASTM.

Tabla 9. Ejemplos de las propiedades medidas en un proceso de caracterización de aceites usados y las normas que rigen su empleo

Viscosidad a 40 y 100° C	Norma ASTM D88
Contenido de cenizas sulfatadas	Norma ASTM D874
Densidad	Norma ASTM D287
TBN	Norma ASTM 2896 IP 276
Índice de refracción	Norma ASTM D1218
Sedimento metálicos	Norma ASTM D1796-97
% Carbón	Norma ASTM D189

2.16 Composición de la Tinta de Impresión

Una tinta es una mezcla homogénea de materia colorante, resinas, disolventes y algunos aditivos cuya finalidad es reproducir una imagen sobre un soporte mediante un proceso de impresión.

La composición en cantidad y variedad de los componentes será función del tipo de tinta y de las propiedades que esta deba tener. Los ingredientes utilizados en la fabricación de las tintas de imprentas, se pueden dividir en tres grupos principales:

- ❖ Fase continua: vehículos y barnices.
- ❖ Fase dispersa: pigmentos.
- ❖ Aditivos: secantes y ceras.

Las tintas de impresión son productos formados por sustancias complejas y de naturaleza diversa que varían según el proceso de impresión al que se destine y en función de determinadas exigencias (depende el sistema de impresión) cualquier tinta, de imprimir, tiene que cumplir unas funciones concretas en un proceso de impresión que será:

- Colorear el soporte mediante la ayuda de sustancias colorantes.
- Transportar el color desde el tintero al soporte con la ayuda del vehículo.

- Fijar el color sobre el soporte utilizando las propiedades filmógenas de los vehículos.
- Buena capacidad de secado

Las tintas para impresión offset tanto en hojas como en rotativa con horno de secado, son tintas con estructura de pasta litográfica, y generalmente constan de un barniz, pigmentos y un agente de extensión, aceite mineral destilado, aceite vegetal y aditivos.

Barniz: El barniz es el agente aglutinante formado por resinas duras, resina de madera químicamente modificada y resina sintética derivada de los hidrocarburos, y una mezcla de destilados de aceite vegetal y aceite mineral. La mezcla se procesa para disolver y dispersar las resinas duras, hasta formar un fluido homogéneo.

Vehículos. : El medio en el cuál se encuentra disuelto el colorante o disperso al pigmento, se llama vehículo. El vehículo se encarga de transportar la materia colorante desde el tintero de la máquina de imprimir hasta el soporte además de cumplir su misión de dispersar o disolver.

Cuando la tinta entra en contacto con el soporte el vehículo actúa como agente filmógeno, es decir asegura la fijación definitiva del colorante o del pigmento sobre el soporte mediante procesos que constituyen el secado.

Pigmentos: Los colorantes de las tintas son pigmentos orgánicos sintéticos, y no deben confundirse con pigmentos naturales ni con los tintes. Para la tinta negra, se usa como pigmento carbono (negro de humo). La cantidad de pigmentos y agentes extensores (tiza/arcilla) depende del color y estructura de la tinta.

Aceite mineral destilado y aceite vegetal: Para el proceso de impresión con horno de secado, es necesario usar un diluyente que pueda evaporarse por aire caliente. Por esta razón, se usa una fracción o destilado de aceite mineral con un intervalo de ebullición entre 240 – 290 °C.

La función de este diluyente es actuar como un "portador" para las resinas y pigmentos y permitir la formación final de una película de tinta de aproximadamente 1 micra de espesor sobre papel. Las tintas para impresión en hojas están diseñadas para secar por oxidación. Algunos aceites vegetales se endurecen en contacto con oxígeno del aire. El tipo de aceite más habitual es el de linaza. Los catalizadores aceleran el proceso de secado.

Aditivos: Ciertos aditivos se usan para facilitar el proceso de molido de los pigmentos o para aportar unas propiedades específicas a la tinta y que afectan al comportamiento litográfico de la tinta en máquina. Se emplean ceras para mejorar la resistencia al roce y el deslizamiento de la película de tinta seca.

En tintas para impresión en hojas, se usan ciertos agentes para crear un equilibrio entre las propiedades de secado de la tinta impresa y la tendencia a formar pieles en la lata abierta.

2.17 Propiedades de la Tinta de Impresión

Existen 4 clases principales de tinta de impresión, las cuales varían considerablemente en su apariencia física, composición, método de aplicación y mecanismo de secado.

Debido a su consistencia o viscosidad se clasifican en 2 tipos: tintas en pasta y líquidas.

Las 4 principales propiedades a cuantificar en una tinta son: Secado, Reología, Color y Propiedades de Uso. Estas últimas son en las que se valora como imprime, en que tiempo imprimen y la vida útil de la tinta¹³.

* **Secado:** Definido como el proceso que resulta de transformar de tinta fluida a una película de alta viscosidad, sólida. Se considera que el secado es completo, en el momento que la tinta no se fija en otra superficie que tenga contacto con la superficie de impresión original. El secado se lleva a cabo por diferentes mecanismos físicos o químicos como: Absorción, evaporación, precipitación, oxidación, polimerización, gelación, entre otros.

* **Reología:** La principal propiedad física de tinta es la reología o flujo. En los fluidos Newtonianos hay una relación lineal entre la magnitud del esfuerzo cortante aplicado y la rapidez de deformación resultante. En los fluidos no Newtonianos no existe relación lineal entre la magnitud del esfuerzo cortante aplicado y la rapidez de deformación angular.

Las tintas son normalmente líquidos no Newtonianos. Comúnmente las propiedades que describen la reología de una tinta son su viscosidad, su límite de fluidez, tixotropía^{vi} y dilatación. La viscosidad de las tintas de impresión puede variar de 500cP para las tintas de periódico hasta 1000P en tintas litográficas. Dicha variación provoca el uso de una multitud de rodillos en la unidad de distribución de tinta para

¹³ Enciclopedia Kirk-Othmer, 1998.

asegurar una película uniforme y delgada y el traslado adecuado de tinta al plato de impresión, para una adecuada fidelidad en la impresión, velocidad de secado, brillo, entre otras propiedades. En la mayoría de los casos una rápida velocidad de impresión requiere bajas viscosidades. La reología es también un factor importante en intensidad de color. Existen una gran variedad de instrumentos para medir la viscosidad y otras propiedades reológicas de la tinta. Estos incluyen capilares, instrumentos de Torsión rotacional, viscosímetros, tacómetros, entre otros.

* **Color:** Suele ser la propiedad más importante para el consumidor final. Los pigmentos no solo brindan color también proveen de otras propiedades como volumen, concentración, matiz, opacidad, gravedad específica, saturación y luminosidad. Diferentes pigmentos del mismo color tienen diferente permanencia y dispersión.

2.18 Uso de los Lodos Generados

Los lodos generados en el proceso de extracción-floculación pueden sin inconvenientes, ser integrados en asfaltos, lo cual no es posible con los lodos ácidos, pero se ha desarrollado una aplicación mucho más noble que convierte a los lodos del proceso de extracción-floculación en el producto más valioso, la producción de tintas para offset, tipografía u otras aplicaciones.

Como ya se mencionó anteriormente, las tintas negras están constituidas, por un vehículo, que puede ser un aceite, por disolventes, polímeros y pigmentos negros muy finos (negro humo, en general).

Los aceites lubricantes usados contienen finísimas partículas de negro humo, resultantes de la coquefacción parcial de los combustibles en los motores, y los polímeros utilizados como aditivos (Poli-isobutileno). El lodo precipitado en el proceso de extracción floculación es un aglomerado de negro humo y polímeros y permite, por tanto, con tratamientos la formulación adecuada de tintas de impresión. La presencia de dispersantes obligatoriamente existentes en los aceites, concentrados en los lodos, permiten muy fácil la redispersión de las partículas carbonosas y de las macromoléculas existentes en los lodos, en los hidrocarburos, siendo finas las redispersiones homogéneas obtenidas y estables en el tiempo.

Los lodos ácidos, neutralizados con la solución acuosa de una sal inorgánica polivalente metálica, se puede formular un barniz de tinta de impresión que estaría constituido por el lodo y un surfactante aniónico. El surfactante se agrega en un porcentaje 10-80 en peso en relación con el lodo.

Los surfactantes aniónicos contienen generalmente uno de cuatro grupos polares solubles - carboxilato, sulfonato, sulfato o fosfato - combinado con una cadena hidrocarbonada hidrófoba. Si esa cadena es corta son muy hidrosolubles, y en caso contrario tendrán baja hidrosolubilidad y actuarán en sistemas no acuosos como aceites lubricantes. En este caso se recomienda del tipo sulfonato o nafténico.

2.19 Situación del Aceite en México y el Mundo

De acuerdo con el Sistema de Información del Sector Automotor Mexicano (SISAM) el parque vehicular de México era para el verano del 2006 de 21.4 millones de unidades, donde el 66% de este parque vehicular corresponde a los automóviles particulares, 32.6 % a camiones de carga y 1.4% a autobuses de pasajeros. Se calcula que un automóvil particular gasta 5L de aceite y para una buena lubricación se requiere cambiar el aceite cada 5 mil Km (aproximadamente cada 4 a 6 meses), lo cual da como resultado 321 millones de aceite lubricante usado al año por parque vehicular.

Los aceites lubricantes usados en México han sido dispuestos en su gran mayoría, en forma ambientalmente inadecuada al consumirse como combustible barato. El 60% de combustible en la industria ladrillera está elaborado a base de una mezcla de aserrín, madera, estiércol, aceites usados y llantas¹⁴. El aceite usado se utiliza para la fabricación de grasas, pinturas, herbicidas, como paliativo contra el polvo; sin embargo estas empresas usan solo el 10% de la cantidad de aceite generada en el país.

La parte del aceite lubricante que no se consume en los productos ya mencionados o como combustible se tira al suelo, alcantarillas o cuerpos de agua. En este sentido se contemplan dos actividades viables de reutilización dada su experiencia en México y otros países: la regeneración y la utilización como combustible alternativo. Lo anterior se justifica dadas las ventajas en cuanto a costos y ahorro de energía, principalmente la regeneración, siendo esta la tendencia a futuro mientras no cambien los patrones de consumo y de producción.

¹⁴ Saad Laura, et al, 1996

La regeneración permite obtener materia prima base, a partir de lubricantes usados y es lo más recomendable desde el punto de vista ambiental. Hace algunos años, la oferta de materia prima básica se encontraba cubierta por PEMEX, pero debido a las barreras a su importación y a que no se lograba satisfacer la demanda interna, algunos formuladores comenzaron a re-refinar el aceite usado. Esto termina en 1988, cuando se reducen los aranceles y la materia prima básica se puede obtener a un precio más bajo, sin estar sujetos a inspecciones ambientales, lo que implicó que la regeneración en la actualidad sea marginal en México.

La única planta con capacidad competitiva de regeneración era la perteneciente a TEXACO, ubicada en Querétaro, con una capacidad anual instalada de 37.8 millones de L/año, recuperando más del 90% del material óleo al usar el proceso PROP. Disponía de una red de 70 colectores en diferentes estados del país, con 17 centros de recolección que entregaban directamente a la planta, 14 de ellos en el centro y área metropolitana del Valle de México. El aceite colectado provenía 50% de agencias automotrices, líneas de transporte, talleres mecánicos y de servicios; 40% del sector industrial; y 10% de otras fuentes. Esta planta podía obtener 31 millones de litros de materia prima base, sin embargo la cifra más alta de recolección de aceites usados fue de 28 millones en 1990 y 1994, lo que significó una sub-utilización considerable.

Esta empresa dejó de operar en 1995, debido a tres causas que ellos enumeran:

- a) Las condiciones de oferta y demanda de la materia prima básica
- b) La apertura comercial
- c) La clasificación de los aceites lubricantes usados como residuo peligroso

Por otra parte el costo de la base lubricante importada en 1995 era 35% más barato que la base lubricante regenerada.

Los aceites lubricantes pueden ser reutilizados para formular combustible alternativo en dos formas: *pura* y como parte de una *mezcla de residuos*. En ésta última los aceites usados constituyen de 30 a 50% de la mezcla. Este combustible puede sustituir al combustóleo, e incluso contiene menos azufre, plomo y otros contaminantes. Puede utilizarse en plantas termoeléctricas, hornos cementeros y calderas recuperadoras de energía.

Tabla 10. Características del combustóleo y del aceite usado

<i>Propiedad</i>	<i>Unidades</i>	<i>Combustóleo</i>	<i>Aceite usado*</i>
Poder calorífico	Kcal/kg.	9327	8350-9830
Contenido de agua	%	1	0-15
Densidad	Kg./litro	0.978	0.85-0.99

Por otro lado, la incineración puede efectuarse de manera eficiente en cámaras de combustión. Aquellos aceites lubricantes gastados que estuvieran contaminados con otros hidrocarburos y metales pesados, podrían ser utilizados como combustibles secundarios, en procesos que emplean cámaras de combustión, cuya temperatura alcance 1200°C y mantengan tiempos de residencia mayores de seis segundos; como es el caso de los hornos que se emplean en la industria del cemento

Por lo anterior, se considera a la incineración como una solución adecuada y a la regeneración como poco factible económicamente para ser desarrollada en México.

ExxonMobil México dio a conocer que para el cierre de 2004 el mercado de lubricantes en nuestro país creció 5%. En la actualidad, ExxonMobil México divide el mercado nacional de aceites en: 60% para uso motor (gasolina ó diesel) y 40% para uso industrial. La empresa explicó que el incremento en el mercado nacional está motivado por la creciente demanda de aceites que tienen los países asiáticos. ExxonMobil México tiene una planta en la Ciudad de México con una capacidad instalada para procesar 16 millones de litros de aceites lubricantes al mes y registra ventas por 12 millones de litros mensuales^e

A principios de Julio del 2007 se anuncio que Pemex Refinación tiene planes para construir un nuevo tren de refinación de lubricantes en la refinería de Salamanca y para ello necesita invertir unos 3 mil millones de dólares que servirán para detener la creciente importación de aceites básicos. Actualmente México importa 50% de base lubricante y el resto proviene de PEMEX, quien lo obtiene de un yacimiento ubicado en Tamaulipas.^f De concretarse la inversión, Pemex podría procesar cerca de 12 mil barriles diarios de aceite básico, lo que permitiría recuperar 80% del mercado en un periodo de 4 años.

El mercado de aceites y lubricantes es de 900 millones de dólares y la participación de PEMEX en el mercado final es nula debido a que en 1992 vendió sus activos a Mexicana de Lubricantes. Legalmente, al ser Pemex el único proveedor de gasolina en territorio nacional y ser el único que puede otorgar franquicias, también le corresponde la distribución y venta de aceites, lo que no puede hacer debido a que Mexicana de Lubricantes obtuvo ese derecho.

^e Ejecutivos de finanzas, 2005, <http://ejecutivosdefinanzas.org.mx/>

^f Carriles Luis, Milenio, 29/06/07, <http://www.cmic.org/cmhc/sejecutiva/cdetalle.cfm?seleccion=5096>

Actualmente, en medio de la disputa por el control de Mexicana de Lubricantes, la revisión de la calidad del aceite ha sido puesta en duda por parte de la Asociación Mexicana de Aceites y Lubricantes en México. Un estudio de la organización señala que el producto de Mexicana de Lubricantes genera mayores gases y una pigmentación similar al de refrescos de cola, lo cual indica que su nivel de contaminación es mayor, frente a otros productos

Actualmente, pese al monopolio en las estaciones de servicio, Mexicana de Lubricantes tiene una participación de mercado de aproximadamente 12%, sin embargo, en 1999 su participación era del orden de 47%.

Otros actores del mercado de lubricantes son Quaker State, Shell y Penzoil, los que tienen 30%; ExxonMobil, 14%; Bardahl con 7%, Roshfrans con 6% y 4% de Elf.

El resto del mercado está dividido entre pequeños productores independientes, así como el aceite que tienen las propias compañías automotrices, como es el caso de BMW asociado con Shell, quien hace un aceite sintético especial para la marca.

El tratamiento de los aceites usados es diferente en cada país debido al distinto nivel de conocimientos sobre aceites, el país que más utiliza incineración es Irlanda, y en el último lugar Italia, sin embargo, Italia, es el más avanzado en la técnica de regeneración a la par de Alemania. En los últimos años ha habido un retroceso notable en el empleo de la regeneración, aunque en algunos países hay proyectos de emergencia como Francia, Alemania, Italia, España.

Noruega, EUA y Francia han intentado regular la generación y manejo de los aceites usados con impuestos ecológicos, buscando reunir recursos para su reuso y disposición.

Tabla 11. Consumo de lubricantes, generación de aceite residual y porcentaje de reutilización en EUA, Francia y México. 1992. (millones de litros)

<i>Concepto</i>	<i>EUA</i>		<i>Francia</i>		<i>México</i>	
Consumo de lubricantes nuevos	9,280		900		690	
Aceite residual generado	4,920	100%	385	100%	449	100%
Re-refinación	98	2%	90	23.4%	26	5.8%
Combustibles suplementarios	2,854	58%	100	26.0%	5	1.1%

Hoy día, para regenerar pequeños volúmenes (hasta 10,000 t/año) se pueden construir plataformas móviles. En 1992, una refinería de Houston, Tx. inició la producción comercial de aceite, reciclando 79,500 L/día de aceite usado. Las opciones para el manejo fue la Regeneración. Esta opción es rentable si se alcanza un tamaño de

escala grande. Evergreen Co. EUA calcula que regenerar un galón de aceite residual cuesta 1 dólar, pero si aumenta la capacidad se logran una reducción en el costo de alrededor del 20%. Por otra parte, los costos por refinar aceite virgen son de 2 a 3 veces mayores que el del regenerado.

Los aspectos que influyen en el éxito de la regeneración son:

- a) Económicos: El sistema de colección, economías de escala y pureza
- b) Mercado: Recursos reciclados, alta calidad y legislación
- c) Prueba analíticas: PCBs, disolventes halogenados, aromáticos, metales y control de calidad.

Francia, Italia y Alemania utilizan el 80% del total de su capacidad instalada para regenerar sus aceites usados, lo que representa 80, 120 y 220 mil tons/año. En EU, a partir de 1992, las compañías de aceites más importantes representadas en el Instituto Americano del Petróleo han promovido la recuperación del aceite usado por la vía legislativa. En 12 estados de EU, esta asociación dispone de fondos para establecer centros de recolección local y programas de educación y prevención.

Los países europeos y EUA presentan mayor experiencia en la regulación y reciclaje de aceites usados, con los porcentajes de re-refinación más altos. En México, la re-refinación es insignificante, mientras que su uso como combustible alternativo se ha incrementado, principalmente por la industria del cemento y en pequeños hornos no controlados.

Basándonos en esta información y considerando la demanda creciente de lubricantes y que las reservas de crudo de petróleo se han visto reducidas considerablemente en los últimos años, es necesario diversificar las actividades de reutilización y fomentar el reciclado para un uso menor de recursos para la industria en México, así como fomentar los servicios y procesos que se deriven del manejo de los lubricantes usados.

3. Parte Experimental

3.1 Metodología

El desarrollo experimental se dividió en dos partes:

3.1.1 Regeneración del Aceite Lubricante Usado

3.1.2 Uso de los Lodos Generados.

3.1.1 La regeneración del Aceite Lubricante Usado se dividió en 4 etapas:

3.1.1.1 Medición de las Propiedades del Aceite Lubricante Usado

3.1.1.2 Elección del Disolvente Ideal para el Proceso

3.1.1.3 Aplicación del Método Alcohol-Ácido al Aceite Lubricante Usado.

3.1.1.4 Medición de las Propiedades del Aceite Regenerado

3.1.1.1 Medición de las propiedades del aceite lubricante usado ¹

Se obtuvo aceite lubricante usado de 3 estaciones de servicio, para determinar si las propiedades de estas muestras eran similares y era factible mezclarlas, ya que si un aceite presenta propiedades muy diferentes al resto de las muestras, es probable que este comportamiento se deba a que dicha muestra se ha degradado más y por tanto no es apta para la regeneración.

Las propiedades que se midieron a cada una de las muestras de aceite usado, fueron: densidad, índice de refracción, tiempo de escurrimiento y viscosidad.

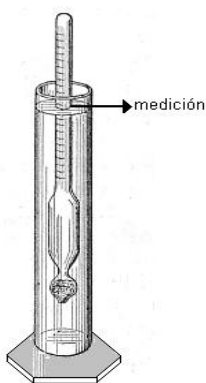
Densidad, ASTM D287:

La densidad (ρ) es una magnitud referida a la cantidad de masa contenida en un determinado volumen. Es la propiedad que nos permite medir la *ligereza* o *pesadez* de una sustancia. La densidad se mide en kilogramos por metro cúbico (kg/m^3).

Equipo: Densímetro para líquidos ligeros 15.5°C, Robsan-1207 México de 0.8 a 0.9 g/ml

- 1) Llenar una probeta de 100ml con la muestra de aceite
- 2) Introducir el densímetro con suavidad en el líquido hasta que caiga libremente, dando tiempo a que se estabilice.
- 3) Tomar la lectura de la escala del densímetro al nivel del líquido, *Figura 7*
- 4) Transformar a °API la densidad mediante la siguiente ecuación:

¹ASTM, (1970), Vol 17 Y 18.



$$^{\circ}API = \frac{141.5}{\rho} - 131.5$$

Donde

$^{\circ}API$ = Grados API

ρ = Densidad

Figura 7: Medición de densidad con un hidrómetro.

Índice de refracción², ASTM D1218

Se denomina índice de refracción al cociente de la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en el medio cuyo índice se calcula. Se simboliza con la letra n y se trata de un valor adimensional.

$$n = c / v$$

- ❖ c : la velocidad de la luz en el vacío
- ❖ v : velocidad de la luz en el medio cuyo índice se calcula (agua, vidrio)
- ❖ n : Índice de refracción

El índice de refracción es una medida para saber cuánto se reduce la velocidad de la luz dentro del medio. Se usa en química para determinar la pureza de los químicos.

Equipo: Refractómetro de Abbe, marca Atago

1) Ajuste de la escala

- Colocar de 2 a 3 gotas de agua destilada en la superficie del prisma principal con una jeringa. (Figura 8) y cerrar el prisma secundario
- Observar a través del ocular y ajustar la escala, a 1.333 (Brix 0%). Figura 9.

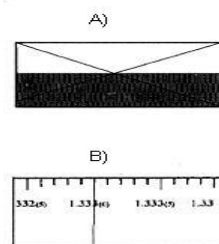
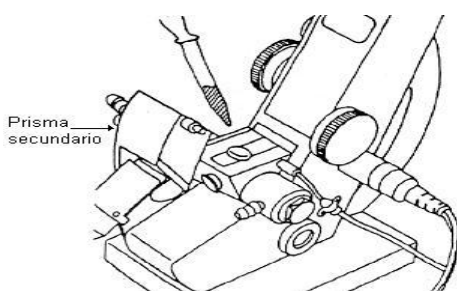


Figura 9:
A) Campo de visión

B) Escala Brix

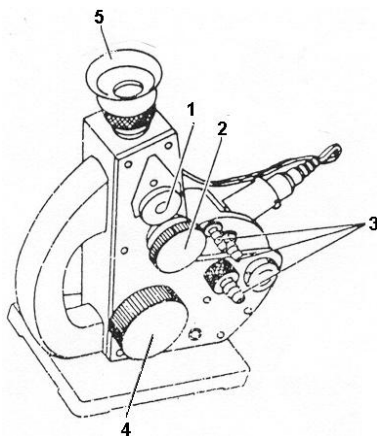
Figura 8: Aplicación de muestra en el prisma primario

2) Medición del índice de refracción de las soluciones

- Abrir el prisma secundario y limpiarlo con un pedazo de algodón limpio y mojado.

² IQ. Silva Pichardo Genovevo, Laboratorio de IQ, Manual BMyE.

- Colocar de 2 a 3 gotas de muestra en el centro de la superficie del prisma
- Cerrar cuidadosamente el prisma secundario
- Observar por el ocular, gira la perilla de compensación de color hasta que aparezca una línea clara y definida en el campo de visión *Figura 10*
- Girar la perilla de medición alineando la línea delimitadora con las líneas de intersección
- Leer en la escala superior el índice de refracción de la muestra.



1. Tornillo de ajuste
2. Perilla de compensación de color
3. Conexiones de entrada y salida de agua para el control de temperatura
4. Perilla de medición
5. Ocular

Figura 10: Esquema del Refractómetro de Abbe

Tiempo de escurrimiento:

- 1) Llenar una pipeta de 5 ml con la muestra de aceite
- 2) Liberar la presión ejercida y dejar que el aceite fluya
- 3) Medir el tiempo para que los 5 ml de muestra fluyan a través de la pipeta.

Viscosidad:

- *Viscosidad absoluta* o viscosidad dinámica. Sus unidades son el poise o centipoise (gr/seg*cm), Representa la característica propia del líquido a resistirse a la deformación o fluir debido las fuerzas que genera su movimiento.

El Poise, que es definido como la fuerza necesaria para mover un centímetro cuadrado de área sobre una superficie paralela a la velocidad de 1 cm por segundo, con las superficies separadas por una película lubricante de 1 cm de espesor.

Equipo: Viscosímetro digital Brookfield DV++, Engineering Labs Stoughton³

- 1) Colocar el viscosímetro en su soporte, *Figura 11*
- 2) Nivelar la burbuja que está en la parte superior del viscosímetro

³ Manual de Fenómenos del Transporte, laboratorio Ingeniería Química UNAM

- 3) Conectar y encender el viscosímetro, Esperar a que realice su autocero
- 4) Seguir las instrucciones que se indican en la pantalla del viscosímetro
- 5) Seleccionar el numero de husillo que utilizara (husillo 4), y colocar el husillo, girando suavemente, si en la pantalla aparece otro número de husillo, presionar con SP y con ayuda de las flechas UP o DOWN indicar el numero de husillo
- 6) Presionar SELECT DISPLAY, si desea ver sobre la pantalla el valor obtenido de la viscosidad en cP, en lugar de % de torque, presionar SELECT DISPLAY.
- 7) Registrar el valor de viscosidad mostrado en la pantalla y variar la velocidad usando las flechas. Para seleccionar la velocidad del husillo presionar la tecla SET SPEED.
- 8) Fijar la velocidad a 100RPM y variar la temperatura del aceite desde temperatura ambiente hasta los 40°C (temperaturas mas altas podrían provocar la oxidación del aceite).
- 9) Registrar la viscosidad cada incremento de 5°C.

Para elevar la temperatura del aceite, sumergir en un baño térmico y ajustar la temperatura deseada.



Figura 11: Esquema del viscosímetro Brookfield

*** Viscosidad cinemática. ASTM D445**

La viscosidad cinemática es medida por el tiempo en que tarda en fluir a través de un tubo capilar (Viscosímetro Cannon-Fenske) a una determinada temperatura.

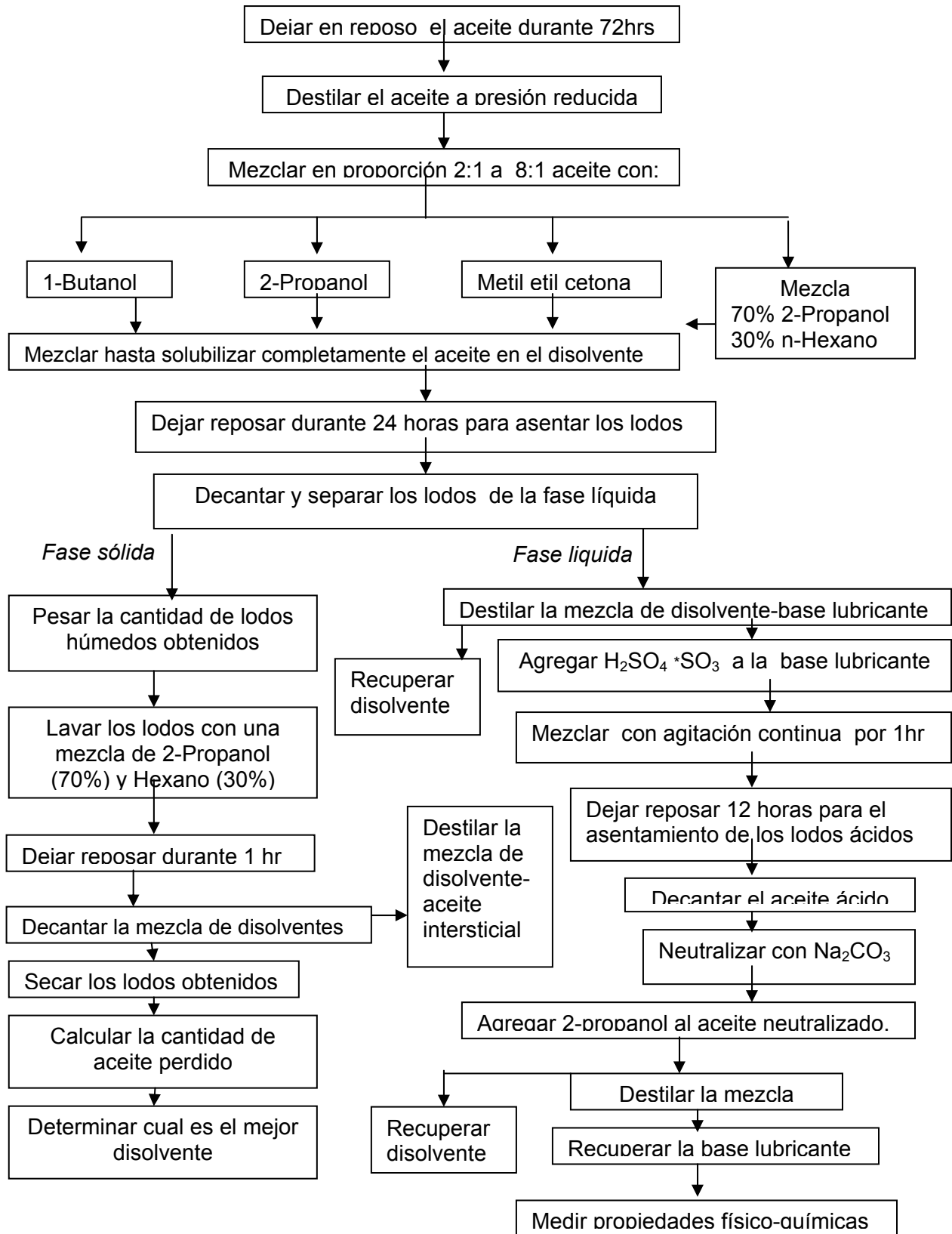
Sus unidades son el stoke o centistoke (cm^2/seg).

Para fines prácticos, como el desarrollo de esta tesis, la viscosidad cinemática también puede determinarse mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Viscosidad Cinemática} = \text{Viscosidad Absoluta} / \text{Densidad.}$$

Diagrama de Flujo

La metodología experimental para la regeneración del aceite lubricante, se describe mediante el siguiente diagrama de flujo:



3.1.1.2 Elección del disolvente ideal para el proceso

El proceso de extracción-floculación con disolventes orgánicos puede ser realizado con varios disolventes o mezclas de ellos como se observa en la *Tabla 7*, por lo que fue necesario, hacer pruebas experimentales para determinar el disolvente y la relación de aceite-disolvente mas adecuada. Las mezclas ternarias de disolventes no se tomaron en cuenta ya que se busca que el proceso sea lo mas económico posible, por lo que se considero que el uso de 3 disolventes representaría un gasto adicional innecesario, se intento obtener el mayor rendimiento utilizando el menor numero de disolventes para el proceso.

3.1.1.2.1 Mezclar el aceite con diferentes relaciones de disolvente.

Se selecciono como disolventes probables el 1-butanol, 2-propanol, metil etil cetona y una mezcla 70% 2-propanol- 30% n-Hexano. Se enumeraron 8 tubos de ensayo por cada disolvente a probar.

A estos tubos se agrego 0,5g de aceite lubricante usado y una cantidad de 1 a 4,5 g de disolvente, teniendo de esta manera una relación en peso aceite-disolvente de 1:2 hasta 1:9

3.1.1.2.2 Solubilizar el aceite usado en el disolvente

Cuando se tienen listos los 32 tubos de ensayo se lleva a cabo una agitación vigorosa que permite la solubilizar la base lubricante en el disolvente y promueve la floculación.

3.1.1.2.3 Dejar asentarse los lodos orgánicos

Una vez agitadas las muestras, estas pueden centrifugarse a 750rpm durante 3 minutos o dejar en reposo durante 24 horas, en ambos casos se tiene como fin el asentamiento de los lodos orgánicos, conformados por aditivos e impurezas. Para ahorrar tiempo en esta etapa se hizo uso de una Centrifuga

Equipo: *Centrifuga Roto-Uni BHG, Ultramar.*

- Los tubos deben ir acomodados de manera tal que el peso dentro del equipo se encuentre balanceado. *Figura 12*
- Después de acomodar los tubos, se cierra la puerta de la centrifuga y se programa la velocidad a que se desea trabajar.

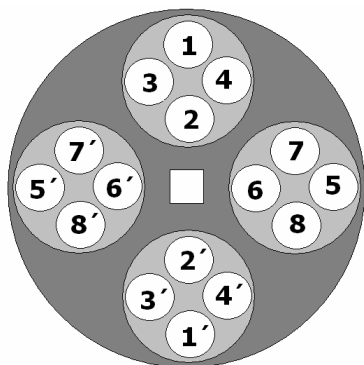


Figura 12: En los lugares que están señalados con un mismo número se deben colocar tubos con pesos lo más similar posibles.

3.1.1.2.4 Decantar y separar lodos del disolvente con la base lubricante disuelta

Tras la centrifugación, los lodos orgánicos se asentaron totalmente en el fondo de los tubos de ensayo, por lo que fue posible la decantación de la fase líquida, conformada por el disolvente que contiene la base lubricante ha recuperarse.

3.1.1.2.5 Pesar los lodos orgánicos húmedos.

Se pesó los lodos contenidos en el fondo de cada uno de los tubos de ensayo.

Nota: Para llevar a cabo este paso, al inicio de la prueba se pesaron los tubos de ensayo, totalmente secos y limpios. Por lo que en este paso se toma el peso del lodo orgánico por diferencia de pesos.

3.1.1.2.6 Lavar lodos para remoción de aceite intersticial.

Los lodos contenidos en cada tubo fueron redispersados con 0.6 ml de hexano y 2.4 ml de 2-Propanol para separar el lodo nuevamente y remover el aceite intersticial⁶.

3.1.1.2.7 Decantar y separar los lodos de la mezcla líquida

Se dejó asentar los lodos y se decantó el líquido de lavado, quedando los lodos contenidos en el fondo de los tubos de ensayo.

3.1.1.2.8 Secar los lodos

Los tubos fueron introducidos en una estufa, marca Riossa, durante 1 hora a una temperatura de 300°C, con el fin de evaporar el disolvente y secar por completo los lodos.

3.1.1.2.9 Calcular el porcentaje de aceite perdido⁴

Los lodos secos fueron enfriados hasta temperatura ambiente. Posteriormente se pesó cada uno de los tubos para conocer el peso de los lodos secos. El porcentaje de aceite perdido en cada tubo se calculó mediante la fórmula $(\text{Peso de los lodos húmedos} - \text{peso de los lodos secos}) / (\text{Peso del aceite inicial})$.

3.1.1.2.10 Comparar los resultados obtenidos en los diferentes disolventes.

Por medio de una gráfica % aceite perdido vs relación aceite-disolvente, de cada uno de los disolventes utilizados, se determinó el disolvente y la proporción ideal para llevar a cabo el proceso de extracción-floculación.

⁴ Elbashir, et al, 2002

3.1.1.3 Aplicación del método de alcohol-ácido al aceite lubricante usado.

3.1.1.3.1 Eliminar contaminantes externos:

Las 3 muestras de aceite lubricante sucio recolectado, se mezclaron en un recipiente y se dejaron en reposo durante 72 horas, lo cual tiene como objetivo que en el fondo del recipiente se depositen los lodos, basuras e impurezas insolubles contenidas en el aceite lubricante usado.

3.1.1.3.2 Deshidratar y remover los hidrocarburos ligeros

El aceite usado se filtro, evitando el paso de basura contenida y que no se haya asentado en el fondo del recipiente.

El aceite filtrado se sometió a una destilación fraccionada a presión reducida, con el fin de eliminar el agua e hidrocarburos ligeros contenidos en él.

3.1.1.3.3 Extracción-Floculación con el disolvente seleccionado

Conociendo el disolvente y la relación adecuada de disolvente se procedió a la preparación de una muestra, mezclando 100ml de aceite usado con 400ml de 1-butanol y se repite el paso 3.1.1.2.2 hasta el 3.1.1.2.4

3.1.1.3.3.1 Se prepara una muestra con la misma relación aceite disolvente que se utilizará para la muestra del punto 3.1.1.3.3, esta vez agregando 3 g de KOH por Litro al disolvente.

3.1.1.3.4 Recuperar el disolvente.

Por medio de una destilación a presión reducida, se separó el disolvente de la base lubricante pretratada.

3.1.1.3.5 Decolorar y remover las partículas carbonosas del aceite

La base lubricante pretratada es mezclada con ácido sulfúrico fumante¹, agregando 15 ml de ácido por cada 100 ml de aceite pre-tratado. El ácido tiene la función de eliminar el aceite degradado o polimerizado, disolver los metales y eliminar el carbón residual y otras impurezas presentes en el aceite usado, que le dan la coloración café oscuro. La relación entre el aceite y el ácido es muy estricta, ya que si se agrega una menor cantidad de ácido la reacción química no se lleva a cabo de manera completa y si se agrega una cantidad mayor el ácido quema la base lubricante. En esta etapa es importante la agitación para beneficiar la reacción, ya que se observo que si no existe una agitación adecuada, no se sedimentan los lodos y no se lleva a cabo la decoloración de la base lubricante.

3.1.1.3.6 Dejar asentar los lodos ácidos

La mezcla de reacción se dejo reposar durante 4 horas o se centrifuga a 750 rpm durante 3 minutos, tiempo en el cual las impurezas contenidas en el aceite se depositaron en el fondo del recipiente.

3.1.1.3.7 *Decantar y separar los lodos de la base lubricante ácida*

El aceite lubricante ácido, es separado mediante decantación de los lodos ácidos. La decantación de estos lodos debe ser cuidadosa, pues a diferencia de los lodos orgánicos, estos poseen una consistencia mucho mas fluida y se corre el peligro que pasen junto con el aceite ácido al momento de la decantación.

3.1.1.3.8 *Neutralización*

El aceite ácido tratado tiene un pH aproximado de 2, por lo que fue necesario neutralizarlo con una solución de Carbonato de sodio al 1% hasta alcanzar un pH de 7. Es importante que el pH sea neutro ya que si es ácido o básico, el aceite no sería compatible con su entorno en el motor y lo corroería.

3.1.1.3.9 *Mezclar con 2-propanol*

El aceite neutralizado se mezcló con 2-propanol para extraer los sulfonatos de sodio resultantes de la neutralización y se formaron tres fases, la fase del fondo fue lodo formado por el agua, sales de carbonato y los sulfonatos, la fase de en medio contenía una mezcla del disolvente y el aceite, finalmente la fase superficial contenía la base lubricante recuperable

3.1.1.3.10 *Destilar al vacío*

La capa de en medio y la superficial se destilan, separando así el propanol de la base lubricante final.

3.1.1.4 Medición de propiedades físico-químicas del aceite tratado

La base lubricante tratada fue sometida a una serie de pruebas a fin de comparar sus propiedades Físico-químicas con las de un aceite lubricante comercial nuevo y la del aceite usado. Las pruebas que se le hicieron al aceite fueron: Densidad, Viscosidad (ver procedimientos del punto 3.1.1), Espectro de Infrarrojo, Número de neutralización, Cuantificación de metales

Espectro de Infrarrojo, ASTM D2412

El espectro de infrarrojo, proporciona información sobre el deterioro del lubricante al estar en uso. Basándose en el principio que los componentes moleculares en una muestra tienen una variación de sus características de absorción y transmitancia, comparando la intensidad y forma de las bandas moleculares, el componente que relaciona a esa estructura molecular puede ser identificado y puede cuantificarse. Se obtuvo el espectro de infrarrojo de aceite usado sin tratamiento, del aceite regenerado y de un aceite lubricante nuevo, con la finalidad de comprobar que los grupos

funcionales del aceite no se veían afectados por el tratamiento, es decir, que la base lubricante regenerada y la nueva son muy similares.

Equipo: Espectrómetro de infrarrojo, Marca Varian, por transformada de Fourier (FTIR).

Intervalo de la fuente: $600-4000\text{cm}^{-1}$

Programa utilizado: Omnic 3.1

- 1) Colocar sobre una pastilla de bromuro de potasio una capa muy fina de la muestra a analizar.
- 2) Introducir la ventana en el Equipo.
- 3) Trazar con ayuda del programa el espectro de infrarrojo de la muestra analizada.

Numero de neutralización, ASTM D 664.

Equipo: Potenciómetro Conductronic pH 120

Mediante el uso de un potenciómetro se llevo a cabo la titulación de las muestras de aceite lubricante. Se define como numero de acidez o basicidad a la cantidad de titulante que se requiere para neutralizar el contenido ácido o básico de un gramo de muestra.

- 1) La muestra es disuelta en una mezcla de tolueno y alcohol isopropílico, de esta manera se fomenta la reacción ácido base en toda la muestra, de lo contrario la reacción solo se llevaría a cabo en la interfase formada por el titulante y aceite.
- 2) La prueba debe llevarse a cabo con un potenciómetro usando un electrodo de vidrio como electrodo indicador y un electrodo de calomel como electrodo de referencia o en su defecto un electrodo combinado.
- 3) Preparar una disolución al 1% de KOH o Acido Clorhídrico, dependiendo del pH inicial del aceite.
- 4) Llenar una bureta de 50 ml con la disolución titulante
- 5) Calibrar el potenciómetro, usando un buffer de pH 4 y otro de pH 7
- 6) Introducir cuidadosamente el electrodo al aceite, cuidando que este no toque el fondo del matraz ni pegue con la barra magnética que agita al aceite. *Figura 13*
- 7) Agregar 0,2 ml de titulante al aceite
- 8) Esperar que la lectura se estabilice y registrar el valor de pH obtenido
- 9) Repetir el paso 6 y 7 hasta obtener neutralizar la muestra de aceite



Figura 13: Titulación potenciométrica

- Análisis elemental, ASTM D811

Un aceite lubricante nuevo, contiene una gran variedad de cationes metálicos provenientes de los aditivos, con el uso la cantidad de estos metales va disminuyendo y es sustituida por otros metales contaminantes como el plomo.

La cuantificación de metales (Ba, Zn, Pb y Na) en los aceites lubricantes se lleva a cabo por medio de absorción atómica, la cual nos permitirá conocer si el método de regeneración logro eliminar los metales presentes en el aceite usado de manera satisfactoria.

Equipo: Varian SpectrAA 220.

Se emplea un sistema autodilator SIPS (Simple Introduction Pump System) acoplado solo en el caso del análisis de Zinc y Plomo.

La muestra se digirió en horno de microondas marca CEM, modelo MDS. Para la digestión se empleo HNO_3 (ácido nítrico)

Tabla 12. Parámetros de instrumentales para la absorción atómica

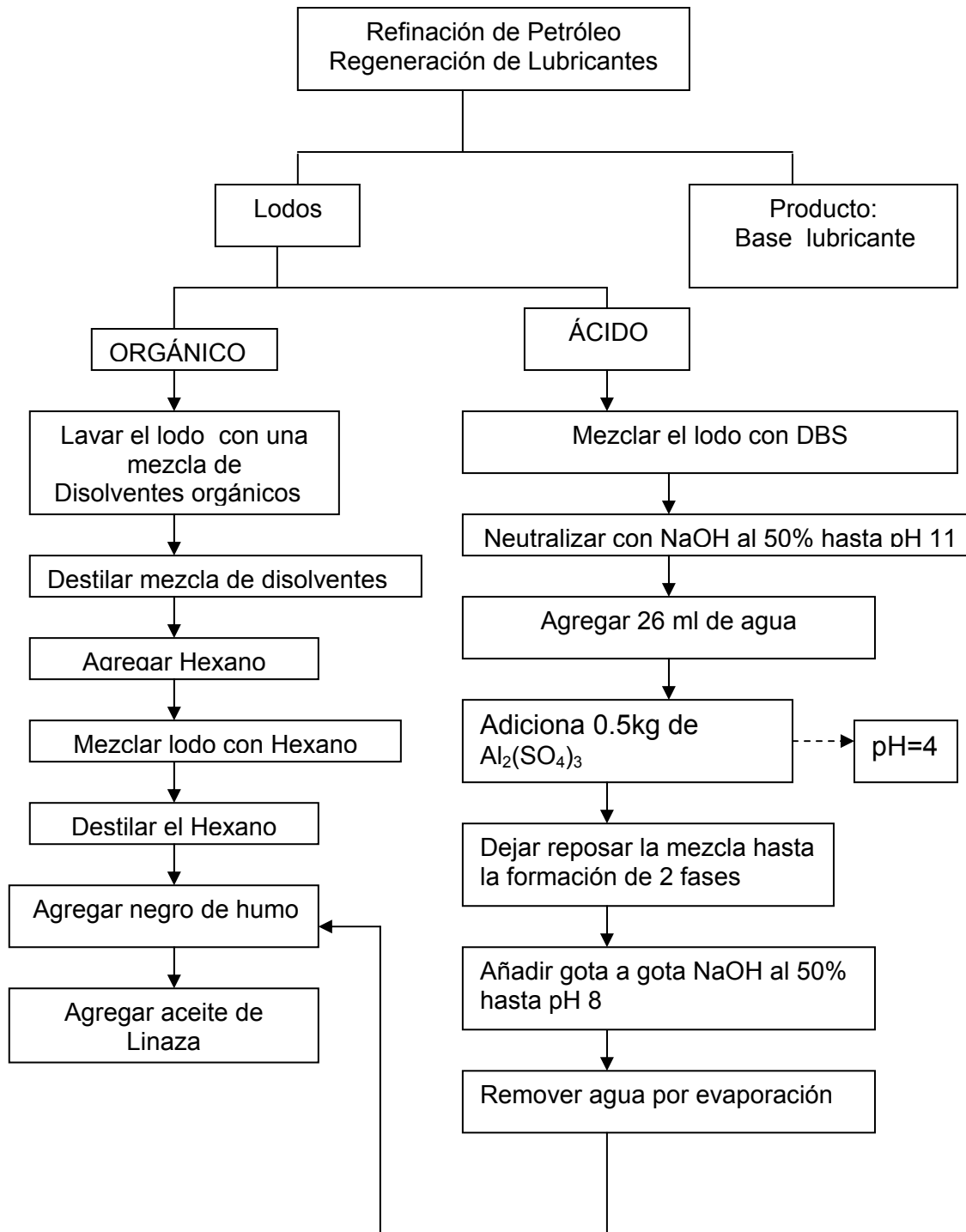
Elemento	λ (nm)	Ancho de la ventana (nm)	Método	Método de Atomización
Zinc	213.	1.0	Curva de calibración	Flama aire/ acetileno
Plomo	217	1.0	Curva de Calibración	Flama aire/ acetileno
Bario	553.6	0.5	Curva de calibración	Flama aire/ acetileno
Sodio	589.0	0.5	Curva de Calibración	Flama aire/ acetileno

Se digiere la muestra con HNO_3 y posteriormente se toma por triplicado el valor de cada una de las muestras, para cuantificar la cantidad de metales presentes. (Anexo1)
 Para la medición del Bario y Sodio se utilizo un supresor de ionización (KCl).

En el caso de los elementos alcalinos se tiene el problema de que se ionizan fácilmente en flamas de alta temperatura, como aire-acetileno lo cual es una interferencia en la EAA. Para esto se utiliza un supresor de ionización, para evitar la ionización excesiva

Diagrama de flujo

La metodología experimental para la elaboración de la tinta de impresión, se describe a continuación:



3.1.2 Reuso de lodos generados.

Con el fin de generar la menor cantidad de residuos y aumentar el interés económico y ecológico, para desarrollar el proceso de regeneración, se elaboró una base de tinta con los lodos orgánicos y ácidos.

3.1.2.1 Lodos Orgánicos⁵

3.1.2.1.1 Lavar el lodo

Se lavo el lodo para la recuperación de la base de aceite contenida en la solución intersticial, utilizando una proporción lodo-disolvente (1:1.2). El disolvente puede estar formado por 2-propanol – n-hexano (80:20) ó 2-propanol – 1-Butanol (50:50).

Se agito vigorosamente durante algunos minutos, una vez que se suspendió la agitación se dejo en reposo la solución por 2 horas

3.1.2.1.2 Separar el lodo del líquido de lavado.

Se decanto el líquido de lavado, separándolo así del lodo orgánico, contenido en el fondo del recipiente

3.1.2.1.3 Diluir con hexano

Se diluyó con n- hexano o con otro hidrocarburo ligero (de preferencia no aromático) el lodo lavado, para separar las partículas de tamaño mayor a 1micrometro, utilizando una proporción n-hexano- lodo (1:1). Posteriormente se destilo el disolvente hasta que el lodo tenga la viscosidad de una tinta comercial. La pasta obtenida tras esta destilación se le llamo tinta base.

3.1.2.1.4 Formular la tinta.

Se adiciono a la tinta de base unas gotas de un aceite secante, de preferencia el más exento posible de grupos aromáticos, a fin de no herir los cauchos de los rollos de las maquinas de impresión. Por ejemplo del rango de ebullición de 200 a 300°C. En este paso se tomo la decisión de utilizar aceite de linaza, pues cumple con las características ya mencionadas.

3.1.2.1.5 Aplicar la Tinta.

Por medio de un sello se aplico la tinta sobre un papel y se observo su tiempo de secado y calidad de impresión en el papel, comparando con el resultado obtenido con una tinta normal de impresión.

⁵ Reis, et al, 1982.

3.1.2.2 Lodos ácidos^{6,7}

3.1.2.2.1 *Adicionar el surfactante aniónico*

Se mezcló 10g del lodo ácido con 5g de surfactante aniónico como el Dodecilsulfonato de sodio (DBS), lo cual provocó que el lodo se endureciera

3.1.2.2.2 *Neutralizar*

La mezcla fue neutralizada, agregando gota a gota una solución al 50% de NaOH. La cantidad de la solución de NaOH que se agrega a la disolución depende del valor ácido inicial para ajustar el pH a 11.

* La reacción de la neutralización es exotérmica y la temperatura de la mezcla de la reacción sube aproximadamente 100°C por lo que se agregó agua gradualmente para bajar la temperatura de la mezcla de la reacción, se llegó hasta un volumen de 3 ml

3.1.2.2.3 *Adicionar una sal de metal alcalino*

Con el fin de flocular las impurezas, la sal formada en la reacción entre el ácido sulfúrico y el NaOH, se agregó una solución de una sal alcalina, en este caso sulfato de aluminio en una solución al 50%, una vez que se agregó 5 ml de la sal alcalina se mezcló perfectamente y se dejó reposar para promover la separación de las fases

3.1.2.2.4 *Neutralizar*

Se neutraliza la mezcla con una solución al 50% de NaOH y se evapora el agua para obtener una pasta que es nuestra base de tinta.

En ambos casos fue necesario agregar un colorante negro como el negro de humo, aunque el método seguido señala que los lodos ya poseen una cantidad de colorante, la tonalidad de la tinta elaborada es café, por lo que se vio la necesidad de agregar un colorante que le de la tonalidad negra deseada.

⁶ El-Adly, et al, 1997.

⁷ Sugisaki, et al, 1977, Pat EU, 4,038,087

4. Resultados y Discusión.

Tras investigar y comparar algunos de los diversos procesos para la regeneración de aceite lubricante se determinó usar un proceso de extracción con disolventes orgánicos para el tratamiento de aceite, debido a que los tratamientos de regeneración por separación mecánica implica el uso de equipos con los que no se cuenta en el laboratorio de enseñanza experimental de orgánica, por otra parte los métodos que usan algún reactivo para el tratamiento, también presentan ciertos inconvenientes, por ejemplo el proceso en el proceso ácido-arcilla es el más utilizado a nivel industrial, sin embargo genera un lodo ácido difícil de tratar.

En cambio los procesos de regeneración por extracción con disolventes, aunque requieren una relación de aceite-disolvente específica que extraiga la mayor cantidad de base lubricante y floccule la mayor cantidad de impurezas, estos procesos pueden ser realizados con los instrumentos disponibles en el laboratorio, los residuos generados no representan un foco de contaminación al ambiente, ya que es posible reutilizarlos y el proceso puede ser llevado a cabo a nivel industrial.

Por otra parte se seleccionó como método de clarificación, la reacción con ácido sulfúrico fumante, ya que en comparación con otros tratamientos de clarificación como tierras decolorantes, hidrotratamiento catalítico o destilación al vacío, la reacción con ácido es el método más factible de realizar en el laboratorio.

4.1 Regeneración del aceite lubricante usado

4.1.1 Medición de las propiedades del aceite lubricante usado

Tras medir las propiedades de las 3 muestras de aceite lubricante usado se obtuvo los siguientes resultados:

Tabla 13: Comparación de las propiedades físicas de las diferentes muestras de aceite usado

	Densidad(g/ml)	°API	I.R	Tiempo de escurrimiento (s)
Aceite usado 1	0.856	33.80	1.482	114.33
Aceite usado 2	0.858	33.42	1.485	115
Aceite usado 3	0.857	33.61	1.481	120.33
Promedio	0.857	33.61	1.483	116.55

Tabla 14: Viscosidad Dinámica de las muestras de aceite lubricante usado a temperatura ambiente.

RPM	V (cP)	V (cP)	V (cP)
0,5	1200	800	800
1	700	500	600
2	600	425	500
4	500	380	425
5	480	360	400
10	450	325	370
20	425	300	365
50	412	281	354
100	414	268	364
	Aceite 1	Aceite 2	Aceite 3

Tabla 15: Viscosidad dinámica del aceite en función de la temperatura

T (°C)	V(cP)	V(cP)	V(cP)
18,2	414	268	364
25	229	235	256
30	188	200	208
35	148	156	163
40	127	142	138
	Aceite 1	Aceite 2	Aceite 3

De acuerdo a los resultados obtenidos en la tabla 13, 14 y 15 se concluyo que los aceites lubricantes adquiridos en distintas estaciones de servicio no presentaban una diferencia significativa en sus propiedades. Los resultados obtenidos para la densidad, el Índice de refracción y el tiempo de escurrimiento son casi idénticos para las tres muestras, en el caso de la viscosidad se observa que las 3 muestras presentan una tendencia similar, aunque los resultados obtenidos entre el aceite 1 y 2 a 100rpm difiere en un 35%, sin embargo como se observa en la tabla 10, la viscosidad del aceite 2, se reduce en menor cantidad al ser sometido a calentamiento, por lo que se considero que las tres muestras pueden ser mezcladas ya que los resultados de las pruebas indican que sus propiedades son muy similares y por tanto su estado de degradación era similar.

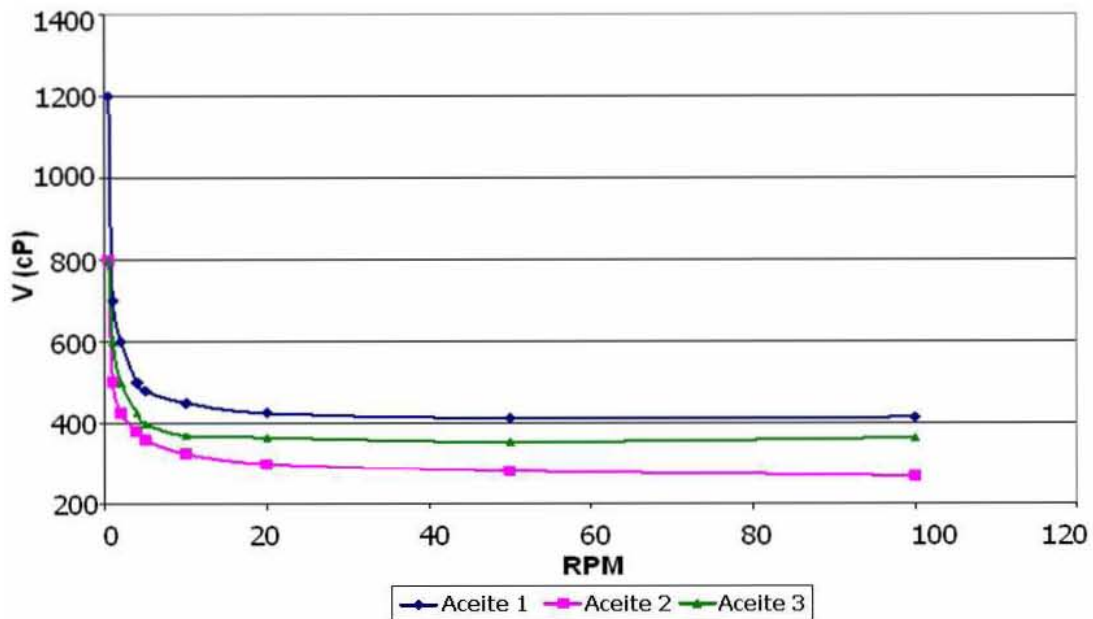


Figura14. Grafica de la variación de la viscosidad dinámica en función de las RPM

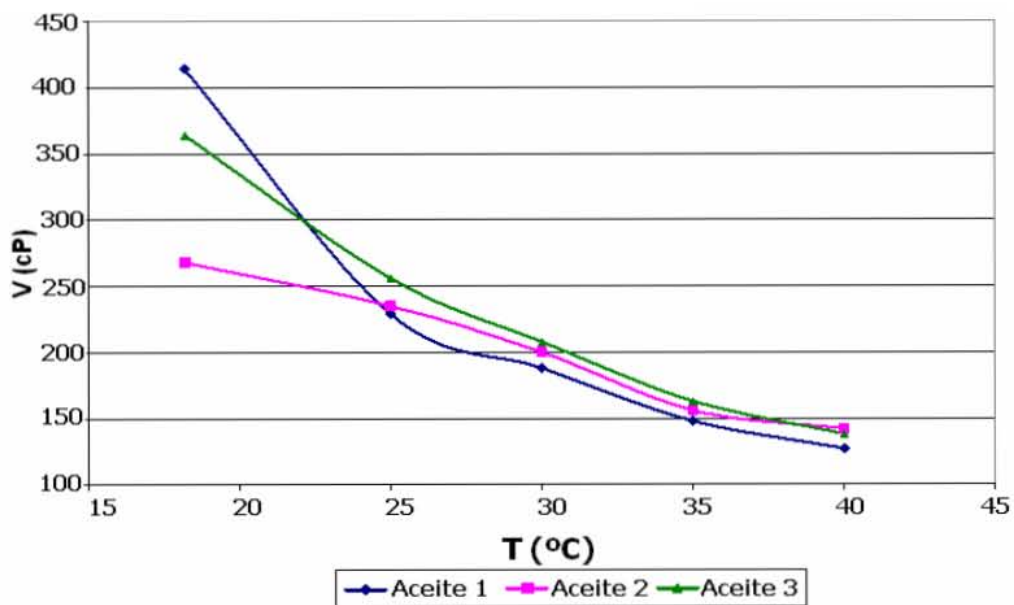


Figura 15. Grafica de la variación de la viscosidad dinámica en función de la temperatura

4.1.2 Elección del disolvente ideal para el proceso

Como se menciona anteriormente, el proceso de extracción floculación puede ser realizado con varios disolventes, por lo que se enumeraron 8 tubos de ensayo por cada disolvente a probar (1-butanol, 2-propanol, Butanona y la mezcla 2-Propanol con Hexano).

A cada tubo se le agrego aproximadamente 0,5g de aceite lubricante usado y una cantidad de 1 a 4,5 g de disolvente.

Una vez agitadas las muestras, estas pueden centrifugarse a 750rpm durante 3 minutos o dejar sedimentar por efecto de la gravedad dejando las muestras en reposo por 24 horas. Es importante señalar que la sedimentación por centrifugación ahorra una gran cantidad de tiempo y por otra parte se asegura la sedimentación de todas las partículas floculadas por el disolvente.

Después que todo el lodo se sedimentó en el fondo del tubo de ensayo, se observó:

- La fase líquida de las muestras de 2-Propanol era un tanto más oscura que la fase líquida en las muestras de 1-Butanol y además la altura de los lodos sedimentados en las muestras de 2-Propanol era mayor.
- Las muestras de metil etil cetona presentaron poca producción de lodo orgánico, sin importar la proporción aceite-disolvente.
- Para generar lodos con la mezcla propanol-Hexano, se requirió una relación disolvente-aceite al menos de 5:1, en proporciones más bajas no se observó la formación de lodos.
- En general, los lodos eran café oscuro y dependiendo del disolvente utilizado y la proporción era la consistencia de los mismos
 - Los lodos obtenidos con 1-Butanol eran extremadamente viscosos y sólidos
 - Los lodos de las muestras con 2-Propanol, eran de consistencia más suave y menos viscosa
 - En una proporción de 6:1 Propanol-hexano-aceite, los lodos eran muy viscosos

Posteriormente tras la separación de las fases por decantación, los lodos contenidos en los tubos se lavaron con 3 ml de una mezcla 80% 2-Propanol y 20% Hexano, para redispersar y remover el aceite intersticial.

Se agitó las muestras para lograr un mezclado adecuado y se dejaron sedimentar, en este caso si se desea no es necesaria la centrifugación, ya que los lodos se sedimentan de manera casi inmediata.

En este paso se observa que la fase líquida era de color vino transparente y que los lodos se formaron como largas hojuelas negras en el fondo del tubo de ensayo, en vez de una masa uniforme.

Después que los lodos fueron lavados, se decantó la fase líquida de cada muestra y se almacenó para posteriormente realizar una destilación fraccionada.

Los lodos húmedos se metieron al horno por 1 hora a 300°C o en su defecto hasta que la muestra se seco completamente, el tiempo de secado es variable, ya que en el laboratorio solo se cuenta con una estufa y esta no permite un secado rápido, por lo que el tiempo de secado varia en función a la cantidad de disolvente disuelto en el lodo.

Finalmente se pesaron los lodos secos y mediante la siguiente formula se calculo el porcentaje de aceite perdido:

$$\%AP = \left(\frac{Wh - Ws}{Wo} \right) * 100$$

Donde

%AP: Porcentaje de aceite perdido

Wh: Peso de los lodos húmedos antes de lavar con 2-propanol y hexano

Ws: Peso de los lodos secos

Wo: Peso de aceite agregado en un inicio a la muestra

Los resultados para cada disolvente se muestran en las tablas a continuación:

Tabla 16: Resultados obtenidos con 1-butanol

Tubo	Aceite usado inicial (g)	Disolvente (g)	Lodo húmedo (g)	lodo seco (g)	% Aceite Perdido
1	0,5022	1,0957	0,1439	0,0103	26,6056
2	0,5096	1,5315	0,1575	0,0252	25,9517
3	0,5300	2,0690	0,1870	0,0593	24,0917
4	0,5348	2,4719	0,2045	0,0789	23,4783
5	0,5917	3,0149	0,2240	0,0934	22,0720
6	0,5336	3,5521	0,2647	0,1529	20,9484
7	0,5152	4,1325	0,2963	0,2050	17,7269
8	0,5253	4,5100	0,3104	0,2212	16,9817

Tabla 17: Resultados obtenidos con 2-propanol

Tubo	Aceite usado inicial (g)	Disolvente (g)	lodo húmedo (g)	Lodo seco (g)	% Aceite Perdido
1	0,5127	1,0231	0,2298	0,0190	41,1200
2	0,5248	1,5087	0,2439	0,0363	39,5597
3	0,4969	2,0208	0,2501	0,0686	36,5351
4	0,5138	2,5066	0,2830	0,1137	32,9500
5	0,5000	2,9972	0,3370	0,1923	28,9500
6	0,4924	3,5138	0,3660	0,2500	23,5678
7	0,5195	4,0518	0,4181	0,3142	20,0000
8	0,5079	4,5174	0,4235	0,3284	18,7200

Tabla 18: Resultados obtenidos con Metil-etil cetona

Tubo	Aceite (g)	Disolvente (g)	Lodo húmedo (g)	Lodo seco(g)	%Aceite Perdido
1	0,4961	1,0325	0,3481	0,0552	59,0405
2	0,4852	1,5121	0,3356	0,0521	58,4316
3	0,4777	2,0134	0,3415	0,0787	55,0062
4	0,4854	2,5215	0,3304	0,0644	53,3848
5	0,4724	3,0023	0,3487	0,1491	42,2483
6	0,4857	3,5109	0,3237	0,1628	33,1226
7	0,4903	4,0167	0,3032	0,1519	30,8533
8	0,4991	4,5099	0,2546	0,1382	23,3220

Tabla 19: Resultados obtenidos con 2-propanol-hexano

Tubo	Aceite (g)	Disolvente (g)	Lodo húmedo (g)	Lodo seco(g)	%Aceite Perdido
1	0,5365	1,0325	0,2064	0,01729	35,2567
2	0,498	1,5121	0,1958	0,0271	33,8684
3	0,5129	2,0134	0,1864	0,0323	30,0502
4	0,5215	2,5215	0,2130	0,0656	28,2705
5	0,4938	3,0023	0,1997	0,0721	25,8401
6	0,5292	3,5109	0,2000	0,0767	23,3045
7	0,4935	4,0167	0,1860	0,0898	19,4996
8	0,5007	4,5099	0,1986	0,1081	18,0801

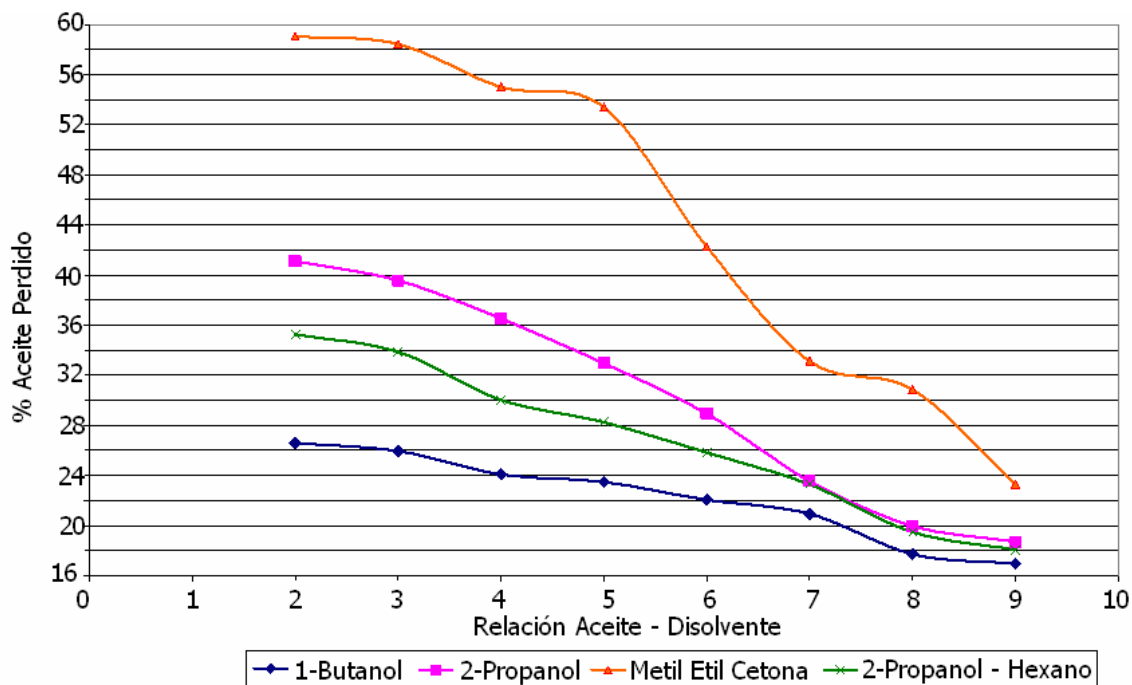


Figura 16. Comparación del % Aceite perdido en relación a la proporción y disolvente utilizado

En base a los resultados obtenidos en las tablas 16 a 19, se decidió trabajar con 1-butanol, pues a pesar de que la mezcla propanol-hexano arroja buenos resultados, la formación de lodos es perceptible hasta la proporción 5:1, proporciones mas bajas no dan buenos resultados en cuanto a la formación de lodos y para obtener lodo, con una consistencia sólida, se requiere proporciones mayores 6:1.

Finalmente la relación disolvente-aceite de 4:1, se tomo como la adecuada ya que entre esta y la relación 5:1 la diferencia de aceite perdido en realidad es solo del 1%.

Se considera que el uso de proporciones mayores implicaría un gasto excesivo. Los lodos obtenidos con 4:1 poseen una buena consistencia y se consideran aptos para su reutilización posterior.

Tabla 20: Precio de 20L de los diferentes disolventes utilizados con una pureza aproximada del 98%¹

Disolvente	Precio (dils)
1-Butanol	397
Hexano	374
2-Propanol	272
2-Butanona	332
70% Propanol-30% n- Hexano	303

Aunque el 1-butanol es el disolvente más caro de los que se utilizo, es el que ofrece los mejores resultados. Como se menciona la mezcla propanol-hexano arroja buenos resultados, incluso la literatura señala que esta mezcla es mejor que el butanol al eliminar una mayor cantidad de polimetacrilato, sin embargo se obtuvo experimentalmente que es necesaria una relación de 6:1 para obtener una base lubricante libre de aditivos e impurezas y comparando precios el tratamiento hecho con la mezcla de disolventes resultaría un 15% mas caro, que si se realiza con 1-butanol. Considerando todos estos aspectos, se determino que el disolvente de extracción-floculación utilizado en el proceso será el 1-butanol.

4.1.3 Aplicación del método de alcohol-ácido al aceite lubricante usado

Pretratamiento

Las tres muestras fueron mezcladas y se dejo reposar la mezcla durante 72 horas para que se depositaran las impurezas mas pesadas contenidas en el aceite,

¹ Aldrich, 2007-2008

obteniendo después de filtrar los 3 litros de aceite, 131.2 gramos de sedimentos que estaban conformados principalmente por basura pequeña y fangos.

El aceite filtrado se sometió a una destilación fraccionada a presión reducida, obteniendo 14,5 ml de agua, sin embargo al no poder alcanzar temperaturas altas en el aparato y no contar con un buen vacío, no se separaron los hidrocarburos ligeros al no destilarse el aceite lubricante usado.

Regeneración

Aceite Usado:

Debido a que este proceso requiere de una gran cantidad de 1-butanol, se planteo la posibilidad de reutilizar el butanol recuperado del proceso y de esta manera observar si no existen cambios en el rendimiento del aceite recuperado.

Se agrego a 2 primeras muestras el butanol recién adquirido, a la siguiente el butanol recuperado y a una cuarta muestra se le agrego un butanol destilado por segunda vez:

Tabla 21: Resultados obtenidos de la extracción-floculación de aceite con 1-Butanol

MUESTRA 1	
<i>1-butanol (Nuevo):</i>	475 ml
<i>Aceite</i>	100 ml
<i>Mezcla butanol-aceite:</i>	
525 ml	
<i>Aceite pre tratado</i>	
92 ml	
<i>Disolvente recuperado</i>	
426 ml	

Lodo húmedo: 17,10 86g
Lodo seco* : 13,6869333g

MUESTRA 2	
<i>1-butanol (Nuevo)</i>	200 ml
<i>Aceite</i>	40 ml
<i>Mezcla butanol-aceite</i>	
222 ml	
<i>Aceite pre tratado</i>	
34 ml	
<i>Disolvente recuperado</i>	
178 ml	

Lodo húmedo: 6,8435g
Lodo seco: 5,4761g

* El lodo se seco por evaporación sin ser previamente lavado con disolventes

MUESTRA 3	
<i>1-butanol (destilado)</i>	420ml
<i>Aceite</i>	85 ml
<i>Mezcla butanol-aceite</i>	
473 ml	
<i>Aceite pre tratado</i>	
73 ml	
<i>Disolvente recuperado</i>	
360 ml	

Lodo húmedo: 15,6865g
Lodo seco: 10,98083g

MUESTRA 4	
<i>1-butanol (redistilado)</i>	200 ml
<i>Aceite</i>	50 ml
<i>Mezcla butanol-aceite</i>	
238 ml	
<i>Aceite pre tratado</i>	
43.8 ml	
<i>Disolvente recuperado</i>	
167 ml	

Lodo húmedo: 10,2652g
Lodo seco: 7,082988g

Observaciones

Por medio de los resultados obtenidos en la Tabla 21 observamos que existe una disminución en el porcentaje de recuperación del disolvente, ya que en las primeras muestras se tiene una recuperación de alrededor del 89%, en cambio en la tercera muestra se recupera un 85,7% y finalmente en la cuarta muestra se recupera el 83,5%, sin embargo esta disminución puede atribuirse a que una cantidad del disolvente se va al vacío o se queda disuelta en los lodos orgánicos y si se contara con un mejor sistema de destilación la cantidad de disolvente perdido sería menor o casi nula. Por otra parte la recuperación de base lubricante no se ve afectada por el uso del disolvente destilado y se mantiene alrededor del 86% en todas las muestras.

Se consideró que el reuso del butanol es factible al no afectar al porcentaje de base lubricante recuperada

El butanol se destiló a Presión reducida a una temperatura de 62°C a 0,1 Atm, la temperatura de ebullición normal de butanol es de 116-118°C

Acabado

El aceite pretrado presenta el mismo color café oscuro que al inicio, por lo que fue sometido a un tratamiento para eliminar este color.

Aceite pretatado= 232 ml

Densidad aceite pretratado= 0.8208g/ml

Volumen de Oleum= 34.8 ml

La mezcla que fue agitada por 1 hora para asegurar la reacción completa entre el aceite y el ácido, a continuación se dejó reposar por 4 horas, para favorecer la sedimentación de los lodos ácidos, una vez que los lodos ácidos se han asentado en el fondo del matraz, se decantó la muestra separando el aceite de los lodos.

El aceite, en esta etapa era de color amarillo, con pequeñas partículas negras

Lodos ácidos= 79.0036g

Aceite ácido Recuperado: 201 ml

Densidad del Aceite ácido: 0.7762 g/ml

pH=2

El aceite ácido fue neutralizado con una disolución al 1% de Carbonato de Sodio, tornándolo al aceite de un color amarillo grisáceo, después al agregar el propanol, el

aceite tomo un color amarillo lechoso, la muestra se mezclo perfectamente y se dejo reposar para asegurar la separación de las fases.

2-propanol= 90ml

disolución al 1% de Carbonato de sodio 12 ml

pH=7

Una vez que la muestra se separo en sus distintas fases, el aceite disuelto en el propanol, tenía un color naranja brillante, el cual se obscureció un poco una vez que se destilo la mezcla.

El aceite final presenta una coloración naranja oscuro transparente.

Aceite regenerado: 186 ml

2-Propanol recuperado: 85 ml

P. ebullición normal: 82-83°C

P. ebullición a Presión reducida: 35°C

Presión de destilación: 0,13 Atm

Lodo: 10,2g

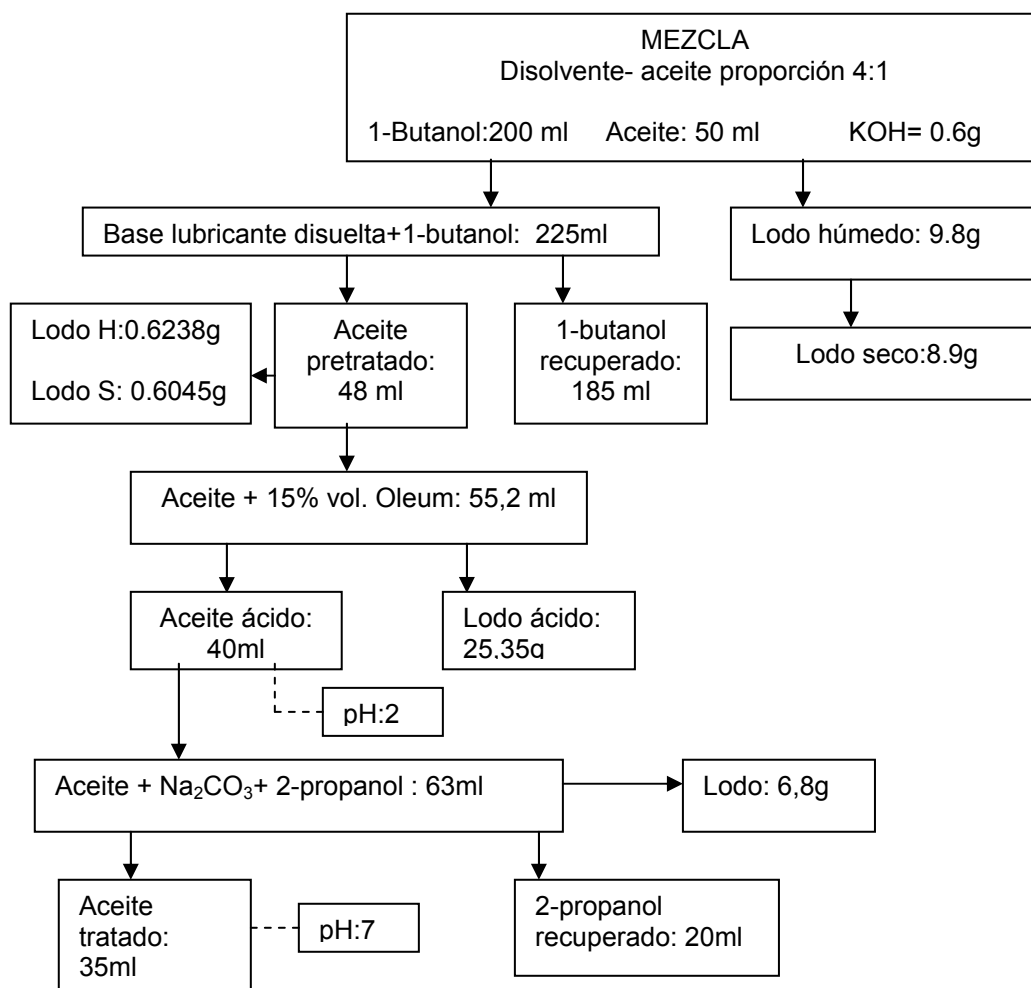
Aceite recuperado = 180ml

% Recuperación final del aceite

$$\text{aceite recuperado} = \frac{\text{aceite final}}{\text{aceite inicial}} * 100 = \frac{180 \text{ ml}}{275 \text{ ml}} * 100 = 65,4545 \%$$

Aceite Usado agregando 3 g/L de KOH

Una vez que se obtuvo la base lubricante regenerada por el proceso de extracción-floculación con 1-butanol, se elaboro una muestra siguiendo el mismo procedimiento que en el caso anterior, sin embargo en esta muestra se le agrego al butanol 0,6g de KOH, obteniendo los resultados que se muestran en el siguiente diagrama:



% Recuperación final del aceite

$$\text{aceite recuperado} = \frac{\text{aceite final}}{\text{aceite inicial}} * 100 = \frac{35 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} * 100 = 70 \%$$

Observaciones

Al agregar al disolvente de extracción-floculación KOH, se observó que al recuperar el disolvente mediante una destilación, se formaron lodos orgánicos en el fondo del matraz, lo cual no se observó con el tratamiento realizado solo con 1-Butanol.

El tiempo de asentamiento de los lodos ácidos al agregar el ácido sulfúrico fumante, se incrementó, por lo que fue necesario dejar en reposo durante un mayor lapso de tiempo. En este paso se observó que la agitación es un paso determinante para el asentamiento de los lodos, pues una buena agitación provoca una reacción más rápida y eficiente entre el ácido y el aceite a tratar, de otro modo los lodos jamás sedimentan y no se lleva a cabo la clarificación del aceite.

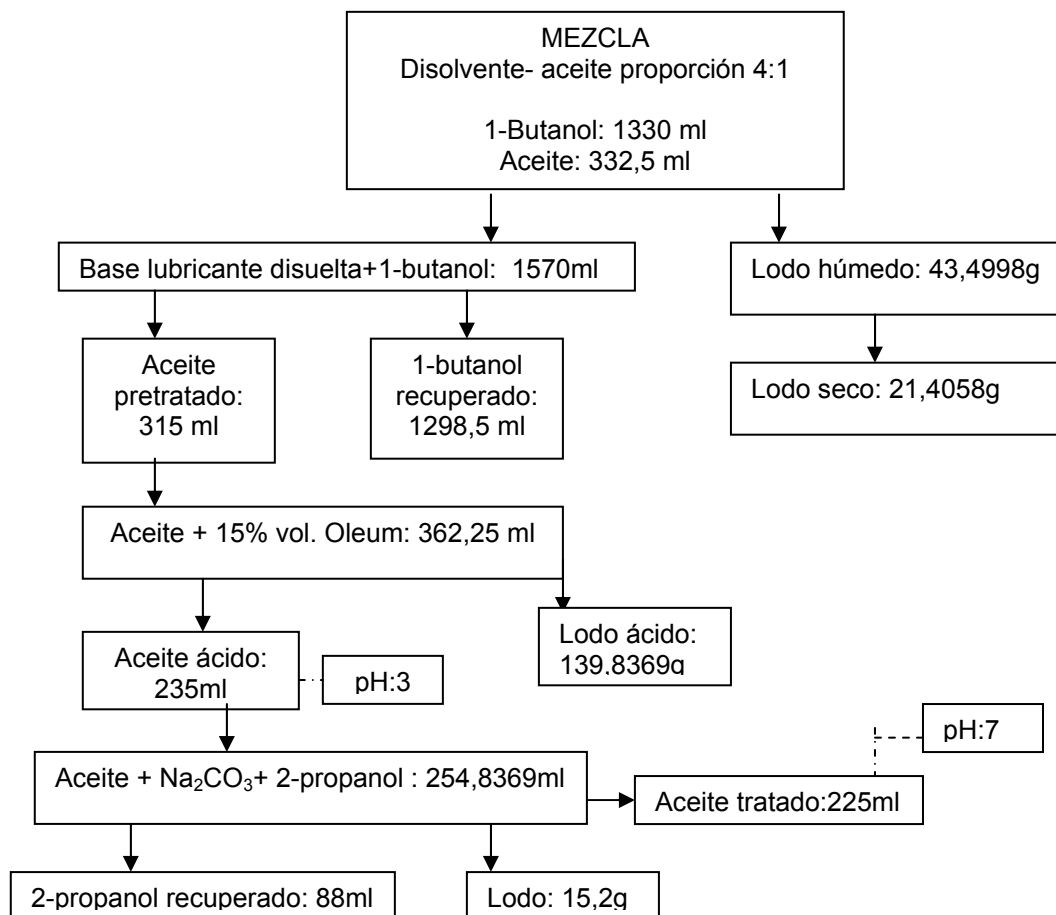
La coloración obtenida fue naranja, sin embargo en este caso la coloración fue mas intensa comparándolo con el aceite obtenido mediante el uso del disolvente solo.

Finalmente se observa que el porcentaje de recuperación del aceite se incrementó ligeramente, al pasar del 65% al 70%.

Aceite Nuevo

Se hizo el mismo tratamiento al aceite nuevo que el realizado al aceite lubricante usado para comparar sus propiedades y ver si el tratamiento daña de algún modo la base lubricante.

El aceite nuevo que se utilizo fue *Elf presticarrera multigrado 10W-30 API SL*



% Recuperación final del aceite

$$aceite\ recuperado = \frac{aceite\ final}{aceite\ inicial} * 100 = \frac{225ml}{332,5} * 100 = 67,6692\%$$

Observaciones:

En un inicio el aceite nuevo presento un color rojo brillante (*figura 17 A*), una vez que se le agrego el 1-butanol, la mezcla tenia un color rojo lechoso (*figura 17 B*), sin embargo al destilar para la recuperaci3n del 1-butanol (*Figura 19*), recupero el color rojo brillante del inicio , despu3s el aceite fue sometido a un tratamiento para su decoloraci3n agregando Oleum, lo que provoc3 que el aceite se tornara caf3 oscuro y se formo una espuma en la superficie (*Figura20*), una vez que los lodos 3cidos se asentaron, el aceite 3cido presento un color amarillo con part3culas negras, a este aceite 3cido se le agrego, una soluci3n saturada de Carbonato de sodio a fin de neutralizarlo. Al hacer esto la muestra se torna gris claro (*Figura 22*), finalmente se agrega al aceite 2-propanol, lo cual provoca que la muestra se torne blanco lechoso.

El aceite, la soluci3n de carbonato y el propanol se mezclan perfectamente y se deja reposar para separar las fases (*Figura 23*). El aceite disuelto en el propanol se decanta, en esta etapa el aceite presenta un color amarillo brillante, una vez que se ha destilado el propanol, el aceite final presenta una coloraci3n, naranja oscuro (*Figura 24*)

Se llego a la conclusi3n que en la etapa de neutralizaci3n del aceite, ser3a conveniente buscar un compuesto en el que la base sea soluble y a la vez sea miscible con el aceite. Ya que la adici3n de la disoluci3n acuosa del NaOH provoca que el tiempo de reacci3n se incremente, al ser poca la solubilidad del aceite y el agua.

Por lo que se planteo la posibilidad de disolver NaOH en propanol, el propanol al tener un grupo -OH, es un compuesto medianamente polar y la sosa es un compuesto polar, por lo que la disoluci3n de NaOH es bastante tardada, por esta raz3n se considero como no factible esta posibilidad.

Finalmente se observo que si se agrega primero el 2-propanol al aceite 3cido y despu3s se comienza neutralizar la mezcla, la reacci3n se lleva a cabo de manera m3s f3cil.



Figura 17:

- A) Aceite lubricante Nuevo
- B) Aceite nuevo mezclado con 1-Butanol



Figura 18: Lodos Orgánicos



Figura 19: Recuperación del 1-Butanol



Figura 20: Formación de espuma tras la adición de oleum al aceite

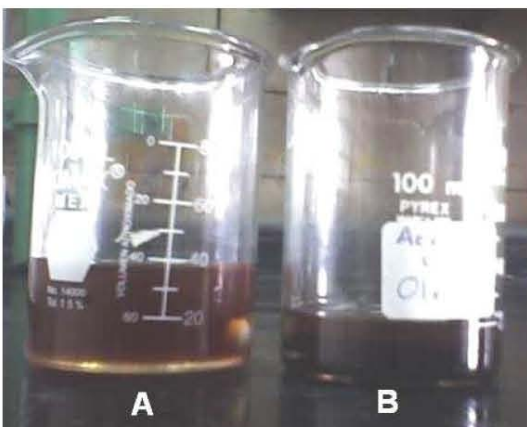


Figura 21:

- A) Aceite ácido
- B) Lodo ácido



Figura 22: Neutralización del aceite lubricante



Figura 23: Formación de las 3 fases tras la neutralización



Figura 24: Base lubricante regenerada

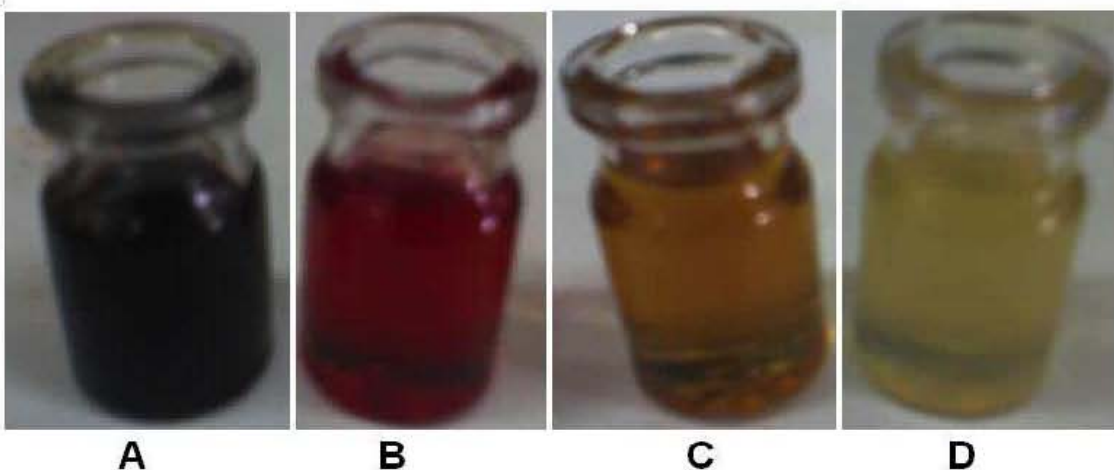


Figura 25:

- A) Aceite Lubricante Usado**
- B) Aceite Lubricante Nuevo**
- C) Aceite Lubricante Usado Regenerado**
- D) Aceite Lubricante Nuevo Regenerado**

4.1.4 Medición de propiedades Físico –Químicas del aceite regenerado, nuevo y usado

Al finalizar el tratamiento, las muestras regeneradas se compararon con una muestra de aceite nuevo y el aceite lubricante usado original (*Figura 25*), a las cuales se les midió las siguientes propiedades:

A) Físicas

-Densidad: Fue medida con un densímetro con graduación de 0,8 a 0,9 g/ml

Tabla 22: Densidad de las muestras de aceite lubricante

Muestra	Densidad (g/ml)	°API
Aceite Nuevo	0.862	32.65
Aceite Usado	0,865	32.08
Aceite Nuevo regenerado	0,858	33.41
Aceite Usado regenerado	0,860	33.03

Los datos presentados en la tabla 22, nos indica que la densidad del aceite se ve un poco disminuida tras el tratamiento, sin embargo esta disminución es prácticamente insignificativa. Los ° API se encuentran dentro de los rangos reportados del lubricante 10W (30.2 a 33)

-Viscosidad dinámica

Tabla 23: Viscosidad Dinámica de las muestras de aceite lubricante en función de las revoluciones por minuto.

RPM	Viscosidad (cP)	Viscosidad (cP)	Viscosidad (cP)	Viscosidad (cP)
0,5	800	800	760	780
1	500	600	480	560
2	400	400	390	395
4	325	335	318	326
5	300	320	295	310
10	270	260	255	280
20	255	250	234	250
50	242	236	226	226
100	245	232	218	222
	AN	AU	ANR	AUR

AN: Aceite Nuevo

AU: Aceite usado

ANR: Aceite Nuevo Regenerado

AUR: Aceite Usado Regenerado

Tabla 24: Viscosidad Dinámica de las muestras de aceite lubricante en función de la temperatura

T °C	μ (cP) AN	μ (cP) AV	μ (cP) ANR	μ (cP) AUR
17.8	245	232	218	222
25	167	188	158	173
30	143	148	144	139
35	132	126	123	120
40	117	112	107	106

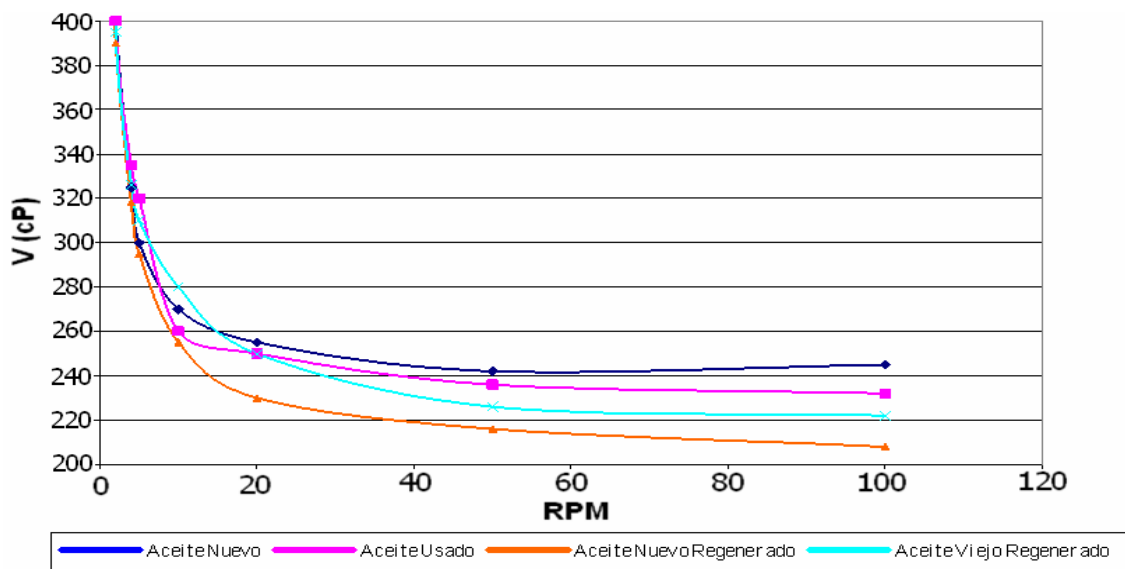


Figura 26: Viscosidad Dinámica de las muestras de aceite en función de las revoluciones por minuto

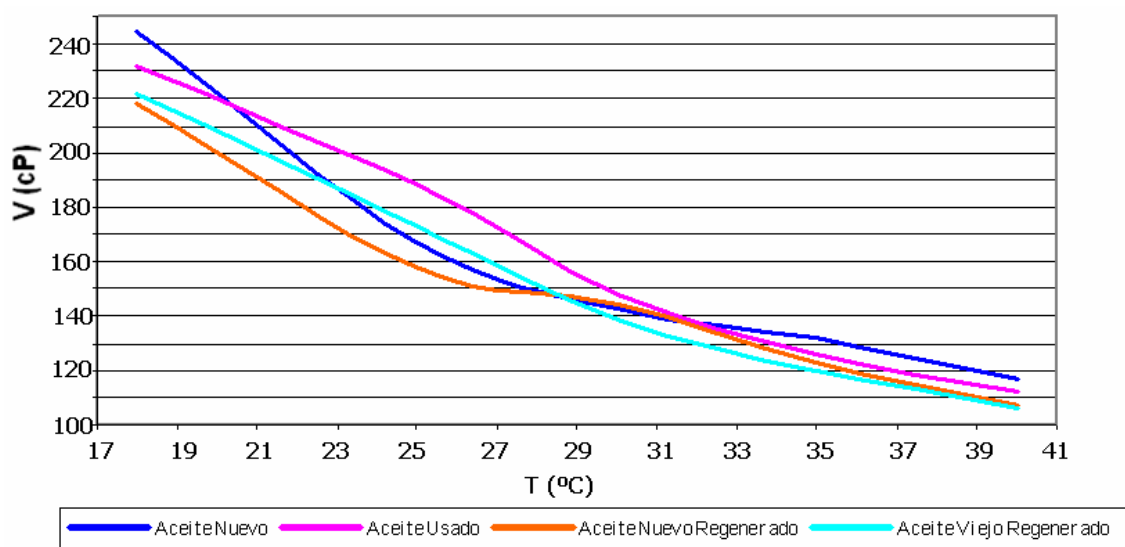


Figura 27: Viscosidad Dinámica de las muestras de aceite en función de la Temperatura

Observaciones

Las figuras 26 y 27, nos muestran que las 4 muestras de aceite analizado presentan una curva similar, solo que en las muestras tratadas la viscosidad es ligeramente menor a altas temperaturas y revoluciones por minuto:

- La viscosidad de la muestra tratada disminuye en un porcentaje de 4% entre el aceite usado y el tratado y en 11% entre el aceite nuevo y el aceite nuevo tratado, en la prueba de viscosidad dinámica en función de la variación de las revoluciones por minuto.
- La viscosidad de la muestra tratada disminuye en un porcentaje de 5% entre el aceite usado y el tratado y en 8% entre el aceite nuevo y el aceite nuevo tratado, en la prueba de viscosidad dinámica en función de la temperatura.

En base a estos resultados se concluyo que la viscosidad, que es una propiedad determinante para caracterizar los aceites, no presenta un cambio significativo una vez sometido el aceite al tratamiento.

Tabla 25: Viscosidad Cinemática de las muestras de aceite lubricante en función de la temperatura

Muestra	Nuevo	Viejo	Nuevo reg.	Usado reg
μ (P)	1.17	1.12	1.07	1.06
ρ (g/cm ³)	0,862	0,865	0,858	0,859
ν (St)	1,3573	1,2948	1,2471	1,2340

$$\nu = \frac{1.17 \text{ g/cm} \cdot \text{s}}{0.862 \text{ g/cm}^3} = 1.35 \frac{\text{cm}^2}{\text{s}} = 1.35 \text{ St}$$

B) Analíticas

- Espectro de Infrarrojo, para determinar si los grupos funcionales en los aceites no se ven afectados por el tratamiento

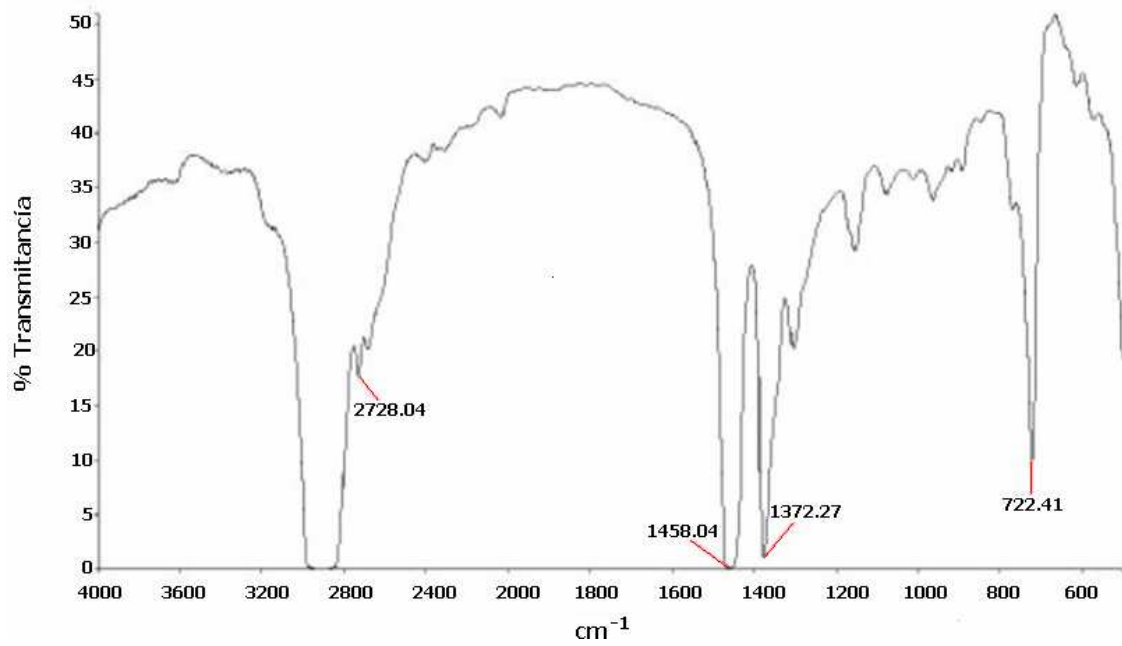


Figura 28: Espectro de Infrarrojo típico de un aceite lubricante parafínico²

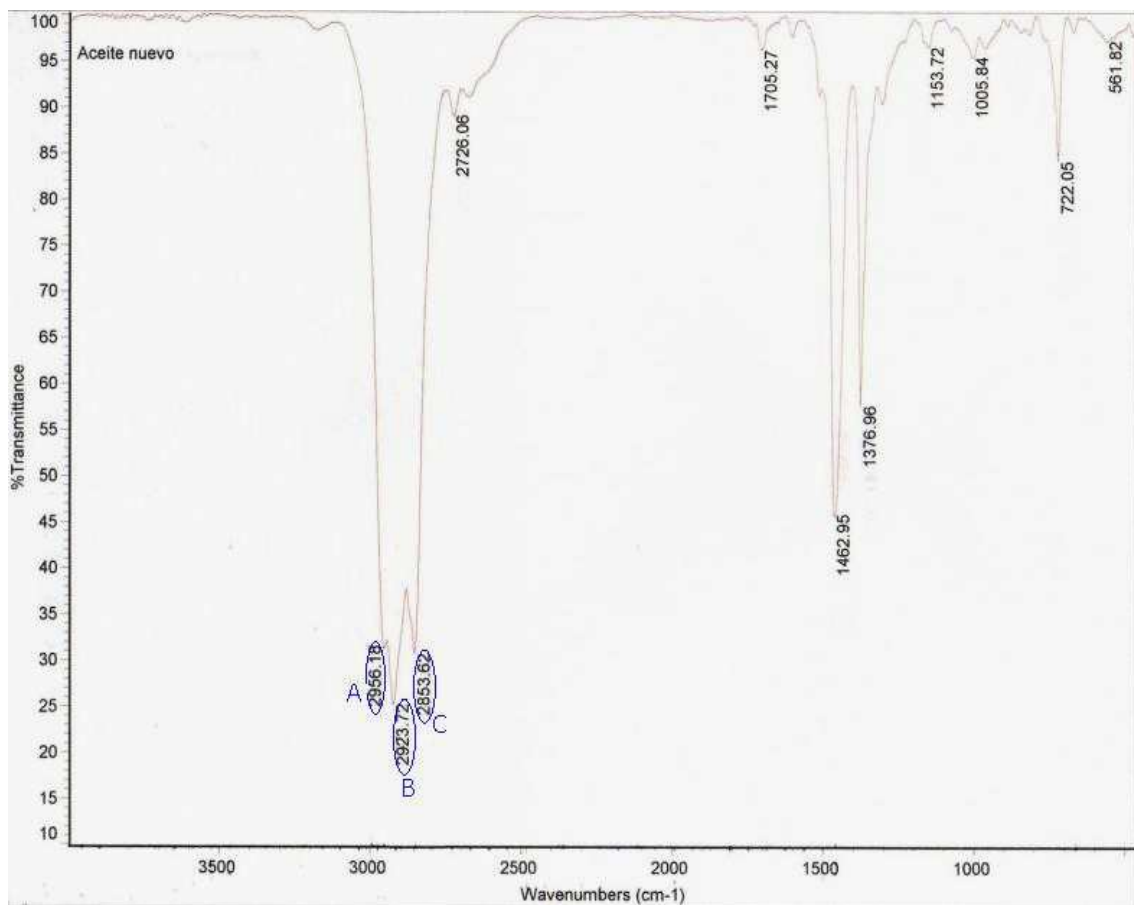


Figura 29: Espectro de infrarrojo de aceite lubricante nuevo

² Bilbao Manuel, Wearcheck Iberica

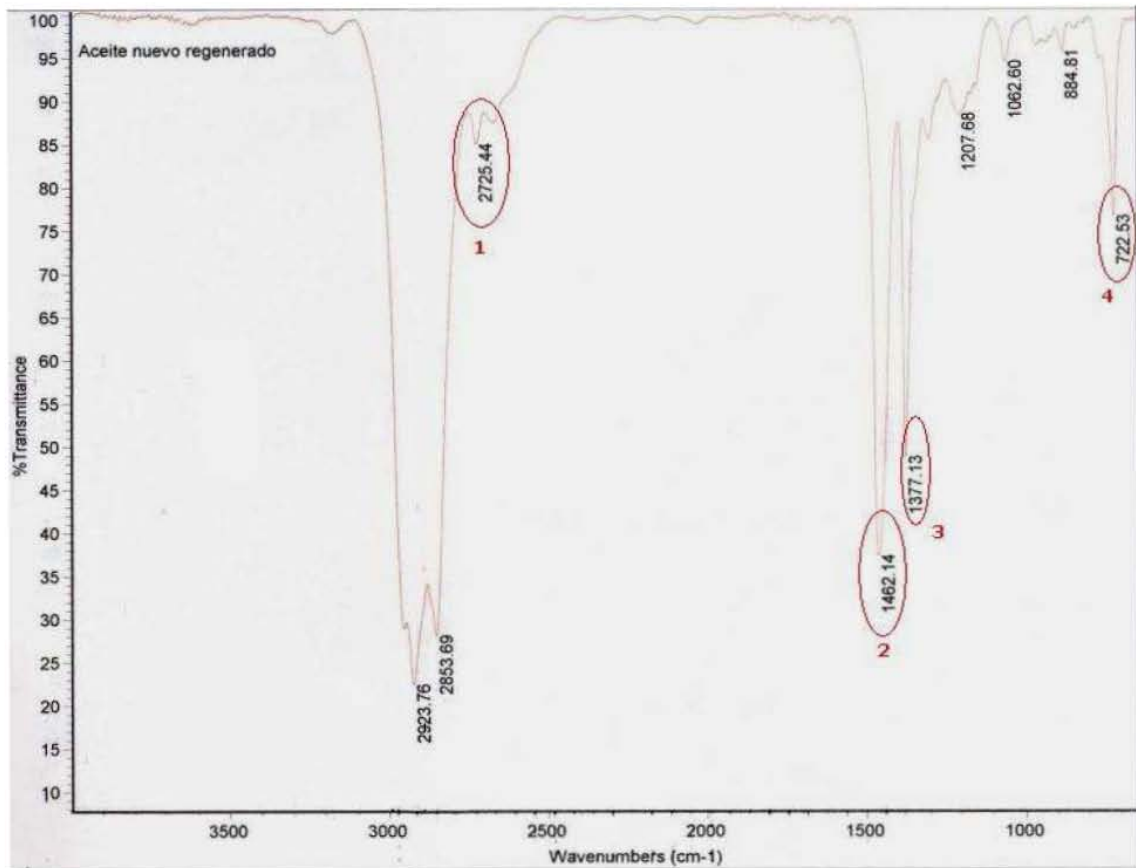


Figura 30: Espectro de infrarrojo de aceite lubricante nuevo regenerado

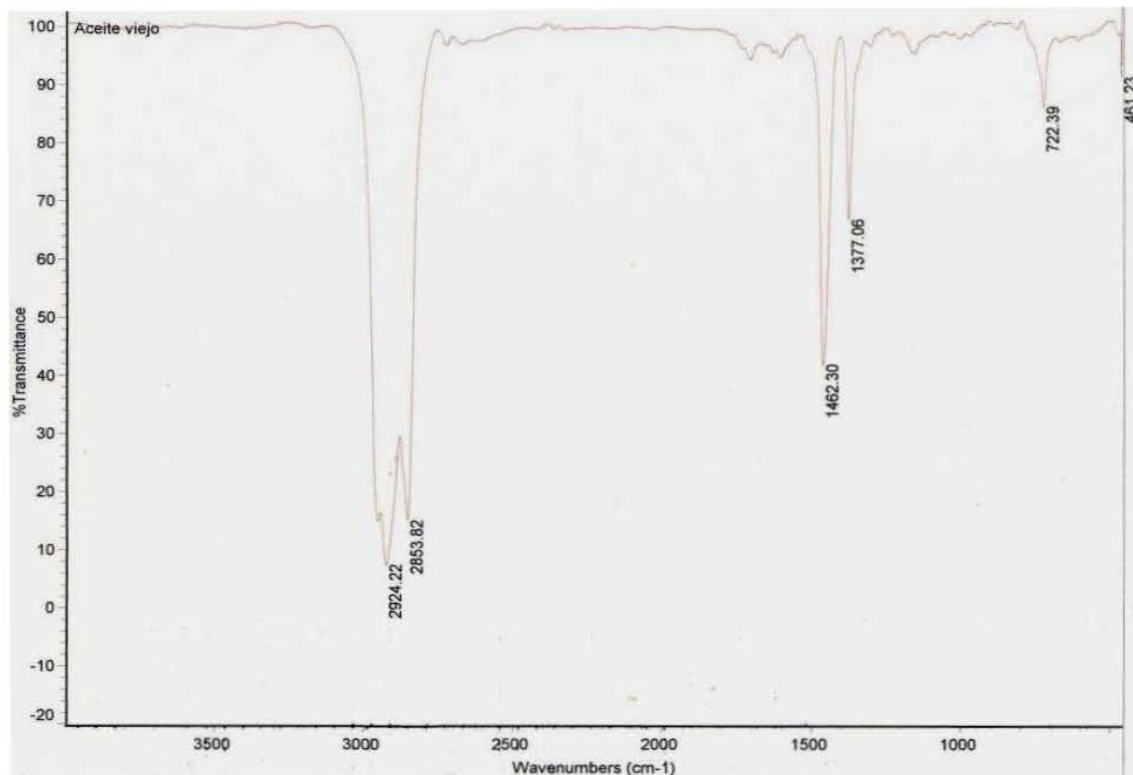


Figura 31: Espectro de Infrarrojo del aceite lubricante usado

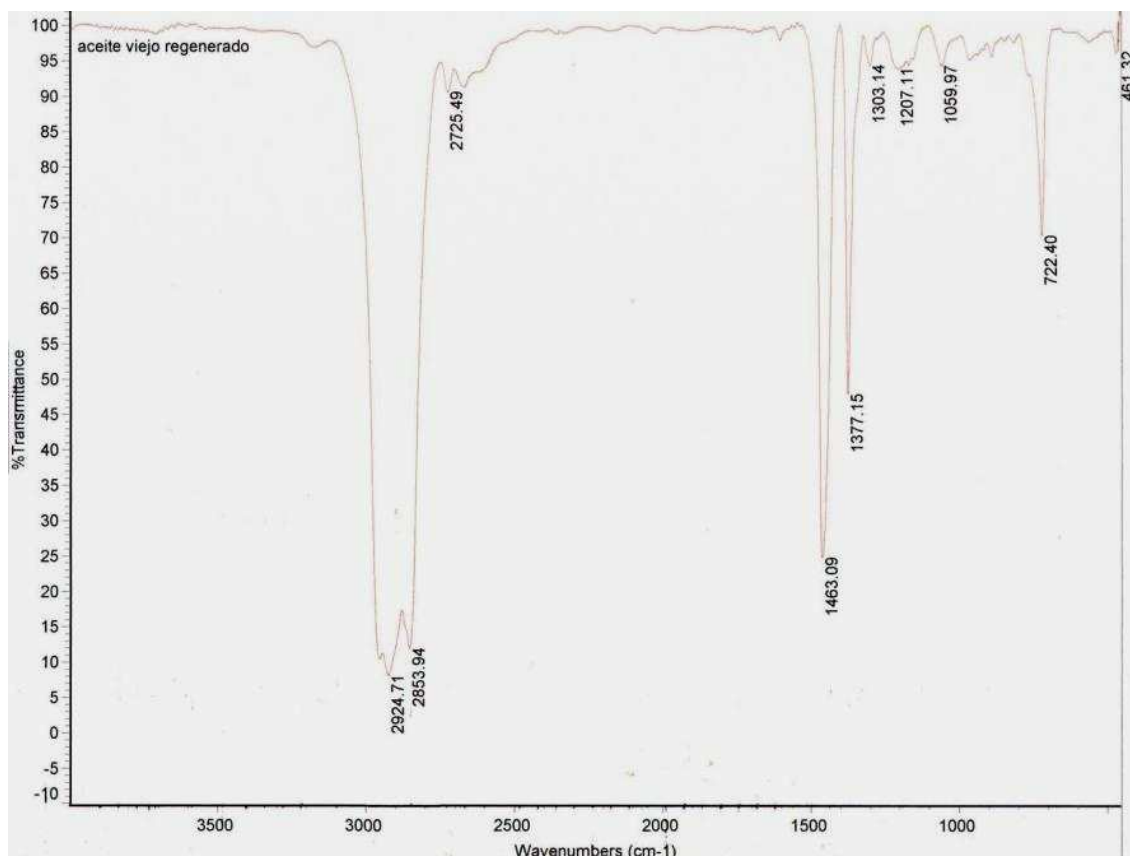


Figura 32: Espectro de infrarrojo de aceite lubricante usado regenerado

Por medio de los espectros de infrarrojo presentados en la figura 29 a 32, es posible observar al comparar el espectro de las 4 muestras, que la base lubricante no sufrió en general, cambios importantes en sus grupos funcionales, después de ser sometidas a tratamiento. Los cuatro espectros en realidad son muy similares.

Comparando los espectros de infrarrojo obtenidos, con el espectro de IR de un aceite parafínico (*Figura 28*) se determinó que la base lubricante de las muestras analizadas es de este tipo, los picos característicos para un aceite parafínico señalados en la tabla 26, fueron identificados en la Figura 30.

Tabla 26: Picos característicos de un aceite parafínico

Numero	Banda (cm ⁻¹)	Función
1	2750	C-H
2	1450-1470	CH ₂ Torsión Tijera
3	1370	-CH ₃ Torsión simétrica
4	720	C-(CH ₂) _n -C

Una vez que se detectó los picos característicos de un aceite parafínico, se identificó otros grupos funcionales dentro del espectro de infrarrojo, los cuales se muestran en la Figura 29

Tabla27: Grupos funcionales detectados en el espectro de infrarrojo

Numero	Banda (cm ⁻¹)	Función
A	2960	-CH ₃ Estiramiento asimétrico
B	2925	-CH ₂ Estiramiento asimétrico
C	2850	-CH ₂ Estiramiento simétrico

Los picos pueden variar un poco su frecuencia y en función de las impurezas pueden aparecer otros picos.

Pruebas de acidez y basicidad

Mediante el uso de un potenciómetro se llevo a cabo la titulación de las muestras de aceite lubricante, se define como numero de acidez o basicidad a la cantidad de titulante que se requiere para neutralizar el contenido acido o básico de un gramo de muestra.

El numero básico o acido de un aceite lubricante nuevo sin aditivos esta normalmente en el rango de 0.02 a 0.1 mg titulante.

Tabla 28: Resultados de pH en función al volumen de HCl al 1% añadido en aceite lubricante usado tratado

Vol (ml)	pH	Vol (ml)	pH	Vol (ml)	pH
0	9,15	3,2	3,75	7,5	2,17
0,2	9,08	3,4	3,43	8	2,08
0,4	8,95	3,8	3,26	8,5	2,01
0,6	8,65	4	3,19	9	1,96
0,8	8,42	4,1	2,99	9,5	1,81
1	8,22	4,3	2,95	10	1,74
1,2	8,05	4,5	2,83	10,5	1,7
1,4	7,82	4,7	2,76	11	1,67
1,6	7,62	4,9	2,71	12	1,66
1,8	7,41	5,1	2,61	13	1,61
2	7,06	5,2	2,57	14	1,59
2,1	6,96	5,4	2,53	15	1,54
2,2	6,52	5,6	2,5	16	1,51
2,3	6,11	5,8	2,44	18	1,5
2,4	5,69	6	2,4	20	1,47
2,6	5,33	6,2	2,38	23	1,45
2,7	4,92	6,5	2,35	28	1,44
2,9	4,38	6,7	2,27	30	1,42
3	4,08	7	2,21	32	1,4
				34	1,39

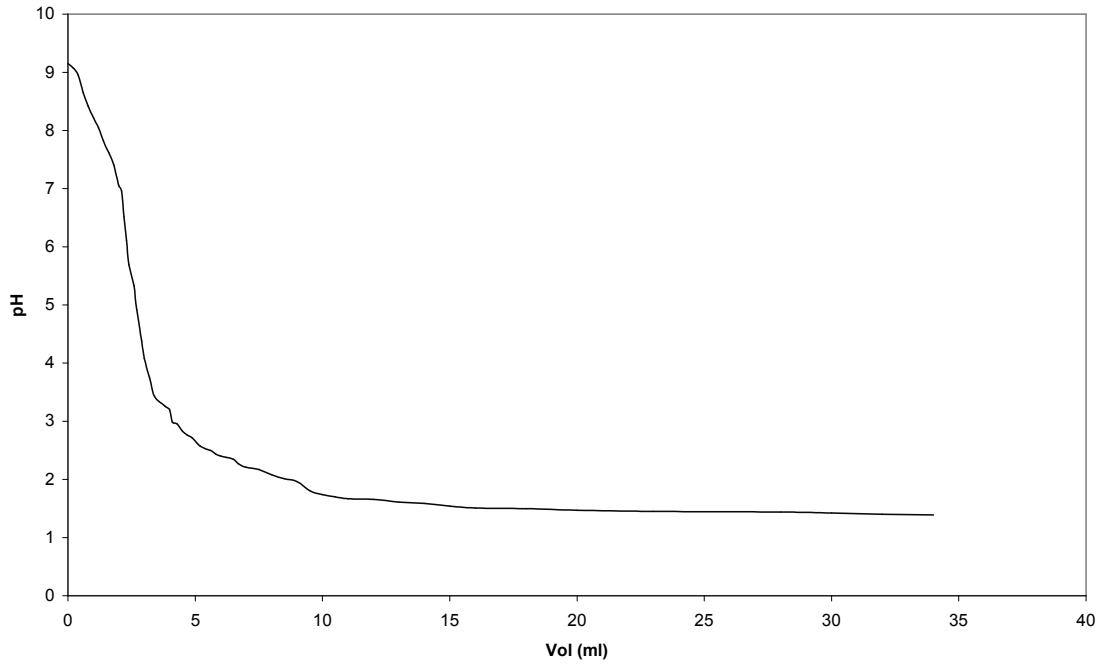


Figura 33: Titulación potenciométrica de un aceite lubricante usado regenerado con una disolución de HCl al 1%.

Tabla 29: Resultados de pH en función al volumen de NaOH al 1% añadido en aceite lubricante usado

Volumen (ml)	pH	Volumen (ml)	pH	Volumen (ml)	pH
0	4,92	3,5	9,74	7,5	12,16
0,2	4,97	3,7	10,04	7,7	12,3
0,4	5,04	3,9	10,37	7,9	12,45
0,6	5,17	4,1	10,69	8,1	12,49
0,8	5,47	4,3	10,72	15	12,54
1	5,7	4,5	10,89	24	12,58
1,2	5,9	4,7	10,96	30	12,6
1,4	6,07	4,9	11,16	32	13,1
1,7	6,3	5,1	11,2	36	13,4
1,9	6,5	5,3	11,29		
2	6,71	5,5	11,42		
2,1	7,06	5,8	11,54		
2,3	7,16	6	11,69		
2,5	7,6	6,2	11,81		
2,7	8,01	6,4	11,95		
2,9	8,43	6,6	11,99		
3,1	8,79	6,8	11,99		
3,3	9,2	7	12,02		

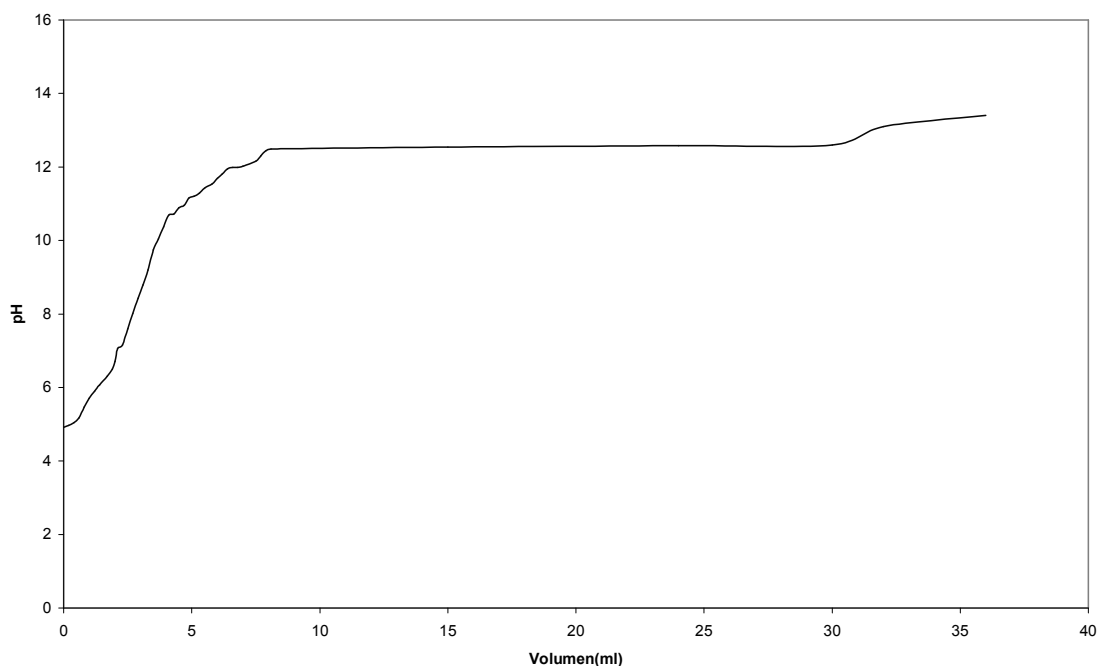


Figura 34: Titulación potenciométrica de un aceite lubricante usado.

En la Figura 33 podemos observar que los cationes se encuentran en una concentración muy baja, por lo que no fue posible cuantificar la cantidad de cationes que tenemos. Al parecer el método fue efectivo para la eliminación de los cationes metálicos presentes, por lo que se llevara acabo una espectroscopia de absorción atómica que nos permita cuantificar los iones metálicos

Observamos que el aceite tratado en la Figura 33 en un inicio tiene pH básico, esto se justifica debido a la presencia de Sodio debido al carbonato de sodio que se agrego al aceite para neutralizarlo. Al medir el pH inicial de esta muestra se observo que en la etapa de neutralización del aceite se agrego un exceso de carbonato, por lo que el pH registrado con el potenciómetro resulto básico, este resultado no se detecto antes ya que al neutralizar se monitoreo el pH por medio de papeles, los cuales solo dan un resultado aproximado, para corregir este error, se elaboro otra muestra, en la cual se sustituyo el carbonato de sodio por Hidróxido de potasio, el cual es una base mas fuerte y por tanto se requirió una menor cantidad para neutralizar la muestra. Se agrego lentamente la solución de NaOH al 1% hasta obtener un pH muy cercano a 7, la cantidad requerida para neutralizar 60ml de aceite acido fue de 3 ml.

Por otra parte el aceite sucio (*Figura 34*) tiene un pH ácido, lo cual se atribuye a la oxidación del aceite.

La titulación del aceite no fue sencilla, debido a que la solución acuosa de titulante, no se disuelve en la muestra de aceite aun contando que esta fue disuelta previamente en isopropanol y hexano. Por lo que la reacción se lleva a cabo de manera lenta, provocando que sea necesario esperar un tiempo a que se estabilice la medida del pH, antes de seguir titulado.

En este caso se tituló solo el aceite usado y el aceite sucio regenerado, ya que la prueba esta diseñada para éste, por lo que no se tomó en cuenta el aceite nuevo y el aceite nuevo regenerado.

Cuantificación de cationes metálicos

-Espectroscopia de absorción atómica, esta se efectuó con el fin de cuantificar la cantidad de algunos metales presentes en el aceite y si en efecto se reducen o eliminan tras haber aplicado el tratamiento.

Se determino en las muestras los siguientes elementos

- a) Sodio: Debido a la neutralización en el tratamiento, es indispensable verificar que la cantidad de sodio al final del tratamiento no sea excesiva, pues una concentración elevada de este en el aceite, provocaría problemas de corrosión.
- b) Bario y Zinc: Estos elementos son algunos de los que podemos encontrar presentes en los aditivos agregados a los lubricantes, por lo que teóricamente deben encontrarse en el aceite nuevo. Por otra parte el tratamiento debe eliminar los aditivos por lo que se espera una concentración baja de estos elementos en las muestras tratadas.
- c) Plomo: Un aceite lubricante nuevo, no debe de contener este elemento, este lo adquiere al estar en uso en el Motor y debe ser removido tras el tratamiento.

Tabla 30: Cuantificación en ppm de algunos elementos presentes en las muestras de aceite lubricante

Aceite	Ba	Zn	Na	Pb
Nuevo	ND	5075.010	5957.416	ND
Nuevo Tratado	ND	ND	6762.345	ND
Usado	ND	4571.142	4774.058	4.698
Usado Tratado	4.698	260.815	5732.173	ND

En base a los resultados mostrados en la Tabla 30 se observó:

* La cantidad de Sodio entre el aceite nuevo y el usado disminuyo en un 9% por el desgaste. Tras el tratamiento aumentó en un 17% comparando la cantidad de sodio entre el aceite usado y el usado regenerado, esto se atribuye a la etapa de

neutralización, en el cual se agrega Carbonato de Sodio y al no destilarse el aceite, las sales de sodio no se remueven de manera efectiva.

* La cantidad de Zinc en el aceite nuevo fue la mas elevada comparando las 4 muestras, lo cual como ya se menciona se atribuye a su presencia en los aditivos. Tras el uso, la cantidad de Zinc disminuye 9%, finalmente después del tratamiento se reduce 94%, es decir, de manera casi completa para el aceite usado regenerado y totalmente para el aceite nuevo regenerado.

* Los valores obtenidos de Bario no fueron los deseados y se considero que el valor que se registró para el aceite usado tratado se debió a una contaminación de la muestra y en realidad ninguna de las muestras contenían bario.

* De las cuatro muestras, la única en la que se cuantificó Plomo fue en la muestra de aceite usado, esta cantidad se elimina tras el tratamiento

4.2 Obtención de Tinta de Impresión

4.2.1 Elaboración de la base de una tinta con lodos orgánicos

Los lodos orgánicos, producto de la extracción-floculación pueden ser lavados con una mezcla de 2- propanol- hexano (4:1) o una mezcla 50% de 2-propanol y 50% de 1-Butanol.

A fin de determinar cual era la mejor mezcla de lavado, se llevo a cabo una comparación de ambas soluciones

Tabla 31: % de lodo perdido con la mezcla 50% de 2- propanol y 50% de 1-Butanol

Muestra	Tubo(g)	Aceite (g)	Lodo húmedo (g)	Lodo seco (g)	% en peso lodo perdido
1	11,7778	0,5494	0,4743	0,4243	22,7703
2	11,5132	0,5295	0,3992	0,3291	37,8470
3	11,2118	0,5031	0,3743	0,3041	39,5548

Tabla 32: % de lodo perdido con la mezcla 80% de 2- propanol y 20% de Hexano

Muestra	Tubo (g)	Aceite (g)	Lodo húmedo (g)	lodo seco (g)	% en peso lodo perdido
A	11,6368	0.4954	0.4661	0.1434	71.0537
B	11,2241	0.6169	0.6883	0.2047	66.8180
C	11,7672	0.5833	0.1189	0.2753	52.8030

Después de asegurarnos que los lodos están completamente secos, se calculo el porcentaje en peso que se pierde de lodo, podemos ver que con la mezcla de propanol-hexano (*Tabla 32*), se pierde una gran cantidad de lodo, la cual al parecer se

solubiliza en la mezcla de disolventes, por lo que se elige la mezcla de butanol-propanol como líquido de lavado, ya que cumple con su función de remover el aceite intersticial y los porcentajes de lodo perdido son menores, además en el proceso de regeneración de la base lubricante ya está incluido el uso de butanol y propanol por lo que no se necesita la adquisición de otro disolvente., en este caso hexano.

La técnica sugiere que se agregue 1.2 Kg. de disolvente de lavado por cada kg de lodo orgánico. Por lo que se hizo el cálculo de la cantidad de disolvente a agregar en relación al peso de los lodos orgánicos.

- Peso de los lodos: 114g
- Densidad de 2-propanol: 0.78g/ml
- Densidad de 1-Butanol: 0.81g/ml
- Densidad de la mezcla: 0.795 g/ml
- Peso del disolvente de lavado: 136.8 g= 108,48 ml

Se mezcló perfectamente la solución y se dejó reposar hasta que los lodos quedaron en el fondo de matraz y se decantó el líquido de lavado.

- Volumen de disolvente + Aceite intersticial removido: 136 ml

Posteriormente se llevó a cabo un lavado con hexano, el cual se eliminó por destilación

Los lodos lavados fueron extraídos del recipiente de destilación y calentados para asegurar la eliminación total del disolvente, a medida que estos se van calentando, se va adquiriendo una consistencia fluida, sin embargo llega un punto en el que los lodos empiezan a tener una apariencia sólida y espesa.

Para la posterior formulación de la tinta se colocó unas gotas de aceite de linaza el cual tiene disuelto un poco de peróxido de benzoilo para beneficiar la polimerización de la tinta

Una pequeña capa de la tinta formulada se aplicó en un sello de corcho, para su posterior impresión en una hoja y se tomó el tiempo de secado y la calidad de impresión en la hoja.

Se aplicó una capa delgada de tinta comercial de impresión en la misma hoja a fin de comparar el tiempo de secado y la calidad de la impresión.

Obteniendo como resultado las siguientes observaciones:

* Si se aplica una cantidad excesiva de tinta ya sea la formulada en el laboratorio o la comercial, el tiempo de secado es bastante amplio, en cambio si se aplica una capa

fin de esta el secado es casi inmediato para la tinta de impresión normal y que nuestra tinta tarda un lapso de 2 a 10 minutos.

* Si se deja al aire libre ambas tintas, forma una nata polimerizada, pero al interior la tinta sigue líquida.

* A pesar que la bibliografía menciona que el lodo orgánico contiene pequeñas cantidades de negro carbón, que es el pigmento característico que da color a las tintas negras, el color obtenido en la tinta formulada en base a los lodos orgánicos es café oscuro, por lo que será necesario agregar un poco de negro de humo a la formulación para dar el tono negro.

* Tras agregar el Hexano, es de vital importancia eliminarlo y que el lodo se seque por completo, de otro modo el tiempo de secado se ve afectado

* La adición de Aceite de Linaza debe ser mínima para obtener buenos resultados en la calidad de impresión y el tiempo de secado.



Figura 35: Lodo orgánico seco

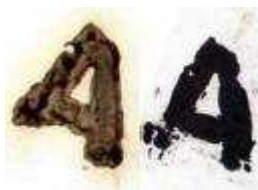


Figura 36: Impresión con la tinta elaborada y la tinta comercial



Figura 37: Disolución de DBS



Figura 38: Consistencia del lodo tras la adición del DBS

4.2.2 Elaboración de una base de tinta con lodo ácido

El método señala como primer paso a 10gr de lodo ácido de un surfactante aniónico, se utilizo DBS el cual se adquirió solidó y se disolvió 5 gr en 50ml de agua (*Figura 37*) que fueron agregados al lodo, sin embargo la adición de esta al lodo provoca que el lodo se polimerice y endurezca de manera casi inmediata (*Figura 38*)

A pesar que se agrego la sosa y el sulfato de aluminio la muestra no perdió su consistencia sólida, por lo que la reacción entre el lodo y la sal de aluminio y su posterior neutralización se dificulta.

Debido a esto se planteo la posibilidad de cambiar el orden de los reactivos, al neutraliza el lodo, después el sulfato de aluminio, volver a neutralizar y al final agregar el surfactante, dicho método dio como resultado una tinta base que se comparo con la tinta base obtenida al llevar a cabo el método tal y como se señala en la patente US 4,038,087

La consistencia de la tinta elaborada al agregar el DBS al final es mucho mas fluida, esta característica no afecta la calidad de impresión, pero afecta el tiempo de secado de la tinta, por lo que se observo que se obtiene una tinta de mejor calidad al aplicar el método original.

Otras de las observaciones que se encontraron para la tinta ácido son:

- 1) La neutralización indicada en la metodología entre la adición del surfactante (Dodecibencen sulfonato de sodio) y el sulfato de aluminio puede ser omitida sin que esto afecte la calidad de la tinta obtenida.
- 2) Si los lodos neutralizados se solidifican, estos pueden ser separados de la solución acuosa por decantación en vez de evaporar el agua.
- 3) La capacidad secante de la tinta obtenida comparada con la tinta comercial es muy similar
- 4) La calidad de impresión de la tinta obtenida de los lodos es buena y uniforme (*Figura 39*)
- 5) La coloración de la tinta negra obtenida es mas clara si se compara con la tinta comercial (*Figura 40*) esto se debe en gran medida a que no se utilizo el colorante sugerido (negro carbón), si se desea comercializar el producto seria necesario, adquirir el negro de humo para obtener la coloración deseada.
- 6) La tinta base, requerirá de un tamizado para eliminar las partículas que podrían dañar a los rodillos de las imprentas.

- 7) Los lodos ácidos y los lodos orgánicos previamente lavados, pueden ser mezclados y tratados con el procedimiento mostrado para los lodos ácidos para la obtención de la tinta.(Figura 41)



Figura 39: Comparación de la calidad de impresión de la tinta ácida.

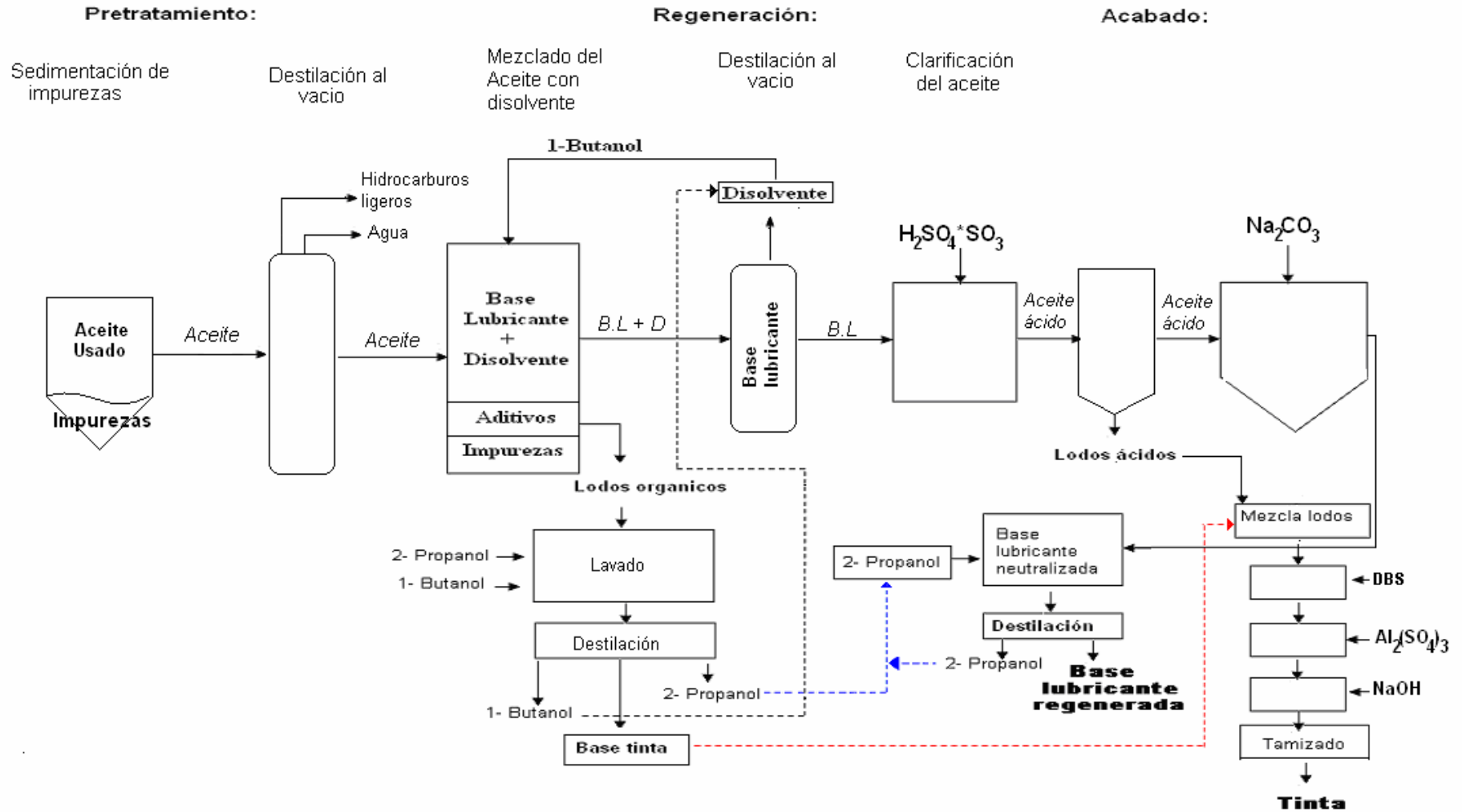


Figura 40: Comparación de la coloración entre la tinta comercial y las tintas obtenidas



Figura 41: Comparación de la impresión de la tinta elaborada con lodo orgánico

Figura 42: Diagrama del Bloques del proceso conjunto de la regeneración del aceite lubricante usado y la elaboración de la tinta



5. Conclusiones

♦ De acuerdo a las referencias consultadas acerca del método de regeneración por extracción floculación, una mezcla binaria o ternaria de disolventes, proporciono un mejor rendimiento de aceite final tratado. Sin embargo la recuperación de base lubricante con 1-Butanol arrojo buenos resultados:

- Se obtuvo una recuperación de la base lubricante de alrededor del 70%
- Las propiedades físico-químicas de la base lubricante recuperada son similares a las propiedades de la base lubricante de un aceite nuevo
- Se logro remover casi al 100% los metales que contenía el aceite usado.

♦ Al agregar 3g/L de KOH el rendimiento aumento, sin embargo, este factor incremento el tiempo de asentamiento de los lodos ácidos. Por lo cual seria conveniente evaluar si la calidad del aceite final amerita el uso de KOH.

♦ La agitación es un factor de suma importancia para el asentamiento de lodos en cada una de las etapas.

♦ El proceso es económico y ecológico, los reactivos y desechos involucrados pueden ser reutilizados, lo cual evita su emisión al ambiente y le da un valor agregado al proceso.

♦ Los lodos generados, puede ser aprovechado como base de tinta, pero en ambos casos necesita agregar negro de humo y un aceite mineral ligero para darle color y fluidez.

♦ Las tintas obtenidas indican que es posible y factible económicamente su elaboración a partir de los lodos, siempre y cuando los procesos de regeneración y de la tinta estén en el mismo lugar (*Figura 42*)

♦ Aunque en México, se considera a la regeneración del aceite como una alternativa no factible económicamente por los bajos precios de la base lubricante importada, es necesario considerar también el impacto ambiental del aceite y el hecho que el petróleo es un recurso no renovable, factores de peso que indican que la postura actual de México en manejo de aceite usado debe cambiar radicalmente e inclinarse más hacia el desarrollo de técnicas para reaprovechar el aceite.

6. ANEXOS

ANEXO 1: Espectrometría de absorción atómica⁹

La espectroscopia de absorción atómica (AAS) se basa en el principio que los átomos libres en estado fundamental pueden absorber la luz a una cierta longitud de onda. La absorción es específica, por lo que cada elemento absorbe a longitudes de onda únicas. AAS es una técnica analítica aplicable al análisis de trazas de elementos metálicos en minerales, muestras biológicas, metalúrgicas, farmacéuticas, aguas, alimentos y de medio ambiente.

Espectrometría de absorción atómica - Instrumental

La fuente más común que proporciona la luz que absorben los átomos para las mediciones, es la lámpara de cátodo hueco. Consiste en un cilindro de vidrio cerrado, relleno con un gas inerte (Ar, Ne). En su interior se ubica el cátodo fabricado del elemento que se analizará y un ánodo de tungsteno, el área por donde sale la luz que emite el cátodo es de cuarzo.

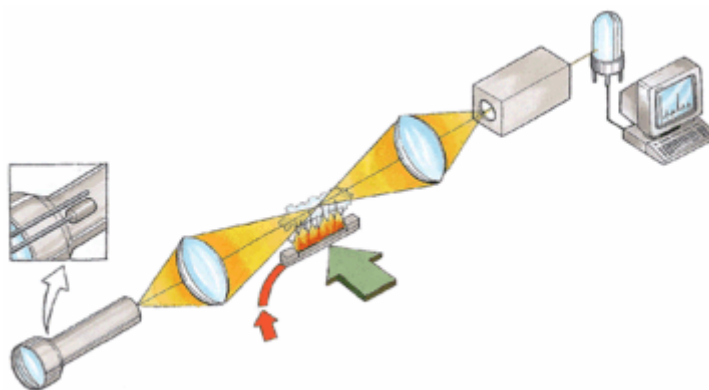


Figura 43: Espectrómetro de Absorción atómica

Espectrometría de absorción atómica - Muestra

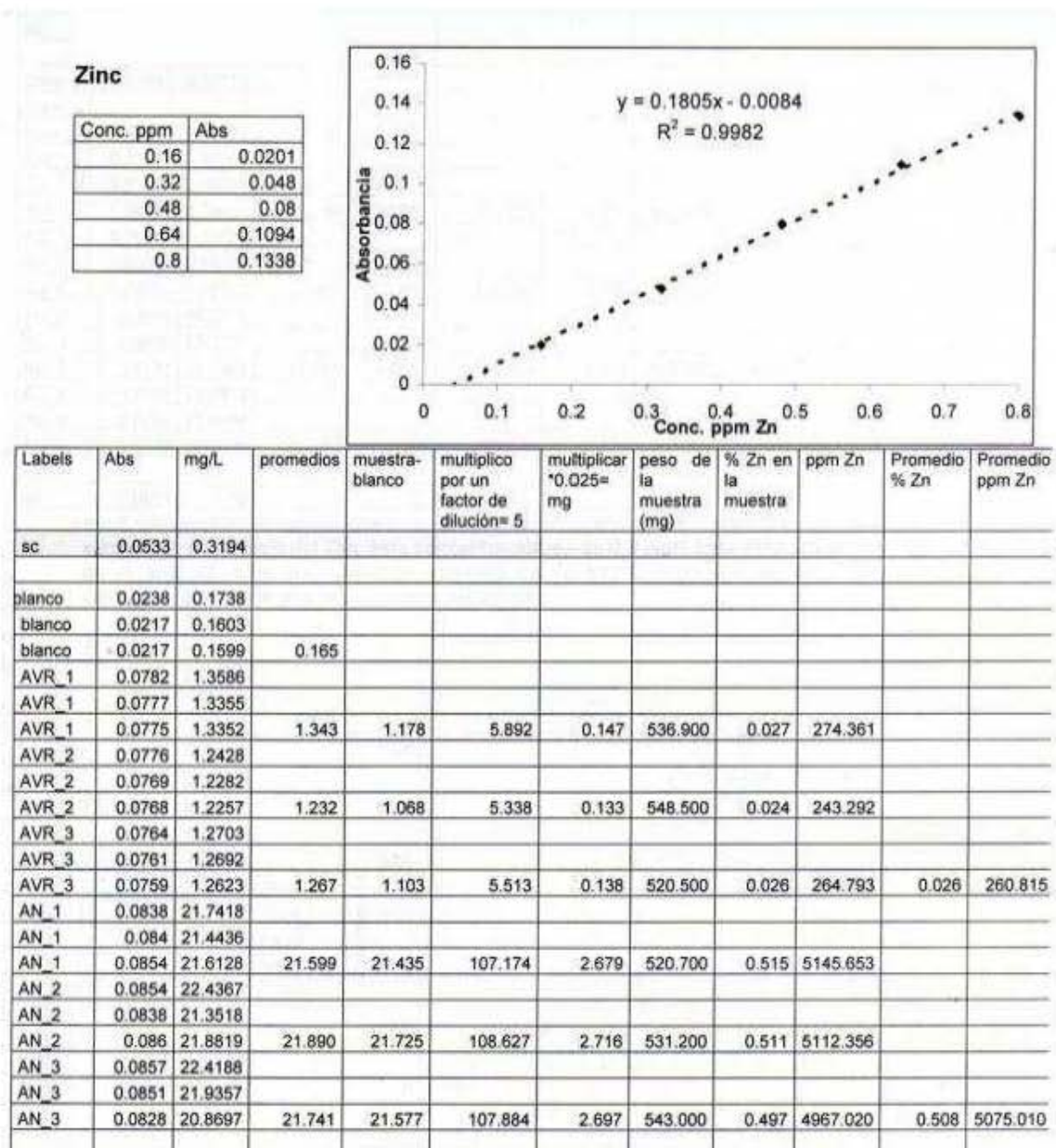
Se necesita calor para gasificar la muestra. El calor se genera desde una llama u horno de grafito. AAS por llama puede solamente analizar soluciones, mientras que AAS con horno puede analizar soluciones, hidrogeles y muestras sólidas. Un atomizador de llama consiste en un nebulizador el cual transforma la muestra en un aerosol que alimenta el quemador

⁹ http://hiq.aga.com.co/International/Web/LG/CO/likeIgsppgco.nsf/DocByAlias/anal_abs

Un atomizador electrotérmico brinda alta sensibilidad porque atomiza el 100% de la muestra. La atomización ocurre en un horno cilíndrico de grafito abierto de ambos lados y con un hueco central para la introducción de muestras. Se utilizan dos corrientes de gas inerte con presión positiva que evitan que el aire entre en el horno y permiten extraer los vapores generados por la combustión de la muestra.

A la temperatura de la llama acetileno-oxígeno la mayor parte de los elementos se encuentran apreciablemente ionizados. El grado de ionización del elemento a analizar puede disminuirse por adición de una elevada concentración de otro elemento que sea más fácilmente ionizable (supresor de ionización).

Ejemplo de la curva de calibración utilizada para la determinación de cationes metálicos por absorción atómica



sc	0.0495	0.3271									
blanco_2	0.0166	0.1316									
blanco_2	0.0124	0.1006									
blanco_2	0.0115	0.0939	0.109								
AU_1	0.0634	21.7991									
AU_1	0.0654	21.8083									
AU_1	0.0665	22.8826	22.163	22.055	110.273	2.757	501.500	0.550	5497.167		
AU_2	0.0705	25.3601									
AU_2	0.065	23.1534									
AU_2	0.0656	23.2306	23.915	23.806	119.030	2.976	508.200	0.586	5855.470		
AU_3	0.0685	24.2619									
AU_3	0.0696	25.2787									
AU_3	0.0721	25.5301	25.024	24.915	124.574	3.114	519.100	0.600	5999.534		
AU_4	0.0755	26.2873									
AU_4	0.0759	25.8364									
AU_4	0.0735	25.6658	25.930	25.821	129.106	3.228	502.000	0.643	6429.565	0.457	4571.142
sc	0.0401	0.29									

sc = concentración de chequeo (dada por el fabricante y es característica para cada elemento), en el caso del Zinc esta concentración es de 0.3 ppm. Esta solución se intercala en el análisis, si la concentración obtenida es de $\pm 10\%$ el análisis continua, en caso contrario se procede a la recalibración del equipo.

ANEXO 2: Espectrometría infrarroja

La espectroscopía infrarroja (IR) es el método más usado para investigación de estructuras poliméricas y análisis de grupos funcionales. El principio de este método se apoya en la interacción de la radiación electromagnética infrarroja y la masa. El IR es la medición de la longitud de onda e intensidad de la absorción de luz media infrarroja de una muestra. La luz Infrarroja media tiene la energía suficiente para excitar vibraciones moleculares a niveles de energía más altos. La longitud de onda de las bandas de absorción infrarroja es típica de específicos enlaces químicos y la mayor utilidad de la espectroscopia infrarroja se encuentra en la identificación de moléculas orgánicas y orgánico metálicas. Este método implica el análisis de los movimientos de torsión, rotatorios y de vibración de los átomos en una molécula.

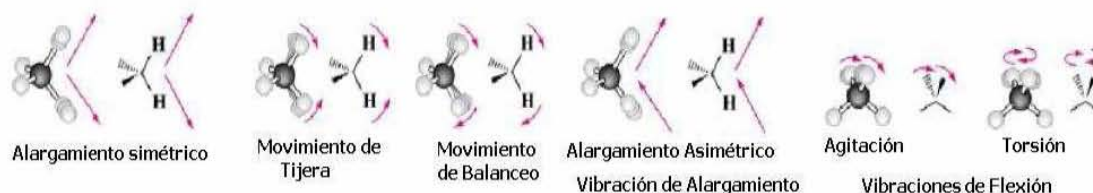


Figura 44: Tipos de vibraciones moleculares

Debido a la gran variedad de vibraciones moleculares es prácticamente imposible encontrar 2 compuestos que tengan un espectro rotacional igual. Por lo que el IR se considera como una huella digital de cada compuesto.

Espectrometría infrarroja - Instrumental

Un espectrómetro infrarrojo es un instrumento que pasa luz infrarroja a través de una molécula orgánica y produce un espectro con el trazado de la cantidad de luz transmitida en el eje vertical comparado con la longitud de onda de la radiación infrarroja en el eje horizontal. En el espectro infrarrojo los picos de absorción se dirigen hacia abajo porque el eje vertical es la transmitancia porcentual de la radiación a través de la muestra. La absorción de radiación disminuye el valor de transmitancia porcentual. Debido a que los enlaces en una molécula orgánica interactúan con radiación infrarroja, el espectro IR brinda una considerable cantidad de datos estructurales

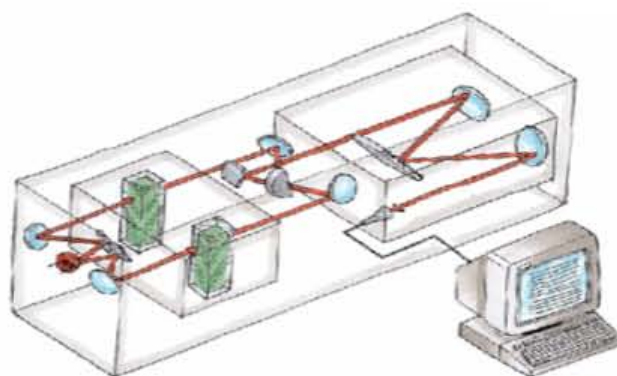


Figura 45: Espectrómetro de radiación infrarroja

Existen cuatro tipos de instrumentos para mediciones de IR: espectrofotómetros dispersivos para mediciones cualitativas, instrumentos de transformadas de Fourier para mediciones cualitativas y cuantitativas, fotómetros no dispersivos para determinación cuantitativa de especies orgánicas en la atmósfera y fotómetros de reflectancia para análisis de sólidos

Las ventajas del IR por Transformada de Fourier son básicamente dos:

1. Mejorar la resolución de los espectros
2. Obtener mayor sensibilidad

La mejora de sensibilidad es consecuencia de una mayor energía de flujo del haz de luz hasta llegar al detector y de la mejora de la relación señal/ruido.

7. GLOSARIO

^I *Hidrocarburo nafténico*, tienen cadenas cerradas de 3 hasta 8 átomos de carbono saturados o no saturados

^{II} Los *PCB* son isómeros obtenidos mediante la cloración de los bifenilos y se caracteriza por el contenido de clorina. Son considerados productos peligrosos debido a su persistencia en el ambiente, su capacidad de bioacumularse, no degradarse y causar efectos adversos o tóxicos en organismos expuestos a estos. Son oncogénicos (causa tumores) y carcinogénicos. La piel los absorbe produciendo sequedad y enrojecimiento, en algunos casos lesiones dérmicas severas (cloroacné) dolorosas y desfigurantes. El contacto con la vista produce enrojecimiento y dolor. La ingesta, produce dolor de cabeza y fiebre. Se han detectado pacientes con desórdenes funcionales en el sistema nervioso, especialmente en la corteza cerebral, causando dolores de cabeza, vértigo, depresión, nerviosismo y fatiga.

^{III} La *hidrofinalización* se basa en la reacción catalítica del hidrógeno con los compuestos de azufre a condiciones severas de presión y temperatura. La presencia del hidrógeno permite que resulten productos de carácter no olefínico y bajos en azufre. Las condiciones típicas de Hidrofinalización son 315°C y 45 Atm, con un catalizador de molibdato de cobalto

^{IV} *Termocracking* consiste en la ruptura de las cadenas carbonadas y acción de calor a una temperatura de entre 400 – 650°C. De esta ruptura se obtienen parafinas cortas, olefinas, naftalenos o aromáticos

^V *Spindle Oils* son una serie de aceites de baja viscosidad y coloración, usados para la lubricación de mecanismos de alta velocidad. Poseen excelente estabilidad a la oxidación, previenen la corrosión de las partes lubricadas, proporcionan lubricación eficaz para rellenar las cargas normalmente encontradas en equipo del textil y partes de las maquinarias donde el equipo de manufactura original, recomienda esta familia de lubricantes

^{VI} *Tixotropía* es la propiedad de algunos fluidos no newtonianos y pseudoplásticos que muestran un cambio de viscosidad dependiente del tiempo; cuanto más aumenta la agitación, más disminuye su viscosidad. Un fluido tixotrópico es un fluido que tarda un tiempo finito en alcanzar una viscosidad de equilibrio cuando hay un cambio instantáneo de velocidad de agitación.

^{VII} El *Oleum* es una disolución de anhídrido sulfúrico (SO₃) en ácido sulfúrico 100% (H₂SO₄). Es altamente peligroso, con una gran avidez por el agua, carboniza instantáneamente cualquier materia orgánica, tal como la piel humana. Las medidas de seguridad y precaución en la zona de producción son extremas. Tiene un olor picante y penetrante.

7. Referencias

- 1) Ruiz, Ernesto (1991) *Aceites lubricantes para motores a gasolina*. España.
- 2) Pantoja, José Luís Martín y Moreno, Pilar Matías. (1995) *¿Qué se hace en España con los aceites usados?* España.
- 3) Montes Casanova Margarita, (2003), "*Tratamiento de residuos de aceite lubricante usados*", Universidad de Vigo, Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial
- 4) Rivas Cárdenas, Rogelio, (1994), *Análisis de alternativas de procesos para la regeneración de aceite lubricante automotriz*, FES Zaragoza
- 5) Brownawell; Darrell W, Renard; Remi H, (1972), "*Refining of Used Lubricating Oils*", Patente Estadounidensa 3,639,229
- 6) Reis, M. A. and Jeronimo, M. S. (1990). "*Waste Lubricant Oil Re-refining by Extraction-Flocculation.*" *Industrial & Engineering Chemistry Research*. Vol. 29(3), 432-436.
- 7) Brewster R.Q., Vanderwerf, C.A. y McEwen, W. E. (1974), *Curso de Química Orgánica Experimental*, Alhambra, Madrid, pag 30.
- 8) Reis, M. A. and Jeronimo, M. S. (1988). "*Waste Lubricating Oil Re-refining by Extraction-Flocculation. A Scientific Basic to Design Efficient Solvents.*" *Industrial & Engineering Chemistry Research*. Vol. 27(7), 1222-1228.
- 9) Hildebrand, J.H.; Prausnitz, J.M, Scott, R.L, (1970) *Regular and Related Solutions: The Solubility of Gases, Liquids and Solid*, Van Nostrand Reinhold
- 10) Elias Hans-George. (1977) "*Macromolecules*" Nueva York, Vol. 1
- 11) Martins J.P, (1997). "*The Extraction-Flocculation Re-refining Lubricating Oil Process Using Ternary Organic Solvents*", *Industrial & Engineering Chemistry Research*. Vol. 36(9), 3854-3858

- 12) Foo Chwan Yee, Rosli Mohd Yunus, Tea Swee Sin, (2002); *Modeling and Simulation of Used Lubricant Oil-Re-refining Process*, 2nd World Engineering Congress, Malaysia
- 13) Enciclopedia de tecnología química / Kirk – Othmer, (1998), México, D.F, Limusa, Vol 11, pp 611 a 614
- 14) Saad, Laura, Sergio Colín y Enrique Salinas (1996), " *Experiencias en el manejo de aceites lubricantes usados*", UNAM, Programa Universitario de Medio Ambiente, Primer Simposium Nacional sobre Residuos Peligrosos.
- 15) Annual Book of ASTM Standards, (1970), Vol 17 Y 18.
- 16) Manual de Balances de Materia y Energía, Facultad de Química, UNAM
- 17) Manual de Fenómenos de Transporte Laboratorio IQ, Facultad de Química, UNAM
- 18) Elbashir N.; Al-Zahrani S. M. ; Abdul Mutalib M. I.; and Abasaeed A. E. A(2002) "A Method of Predicting Effective Solvent Extraction Parameters for Recycling Used Oils." *Chemical Engineering and Processing*, 41(9) 765-769.
- 19) Reis, M. A. and Jeronimo, M. S. (1982), *Fabrico de Tinta de Base para Fabrico de tinta de Impressão a Partir de Óleos Usados*. Patente Portuguesa 75 702
- 20) El-Adly, R.A, Moustafa Y.M, OmarA.M.A,(1997)" *Gilsonite varnish from acid sludge produced by the recovery of used lubricating oil*", *Pigment & Resin Technology*, 26 ·(4).
- 21) Sugisaki; Hiroyuki, Nozue; Mitsuo, Ogawa; Hiroki, (1977), *Varnish for printing inks and its method of preparation*, Patente Estados Unidos, 4,038,087
- 22) Aldrich, Catalogo de Químicos Finos, 2007- 2008
- 23) Bilbao Manuel, (2000), *Estudio de un lubricante mediante espectroscopia Infrarroja*, Wearcheck Iberica
- 24) Reis, M.A, (1991). *Waste Lubricating Oil Rerefining by Extraction-Flocculation. A Pilot Plant Study*, *Industrial & Engineering Chemistry Research* Vol. 30(11), 2449-2456