

OXIDACION Y MODIFICACION QUIMICA A NIVEL PLANTA PILOTO DE LA BREA
VISCORREDUCIDA DE LA VR11 PARA SER UTILIZADA COMO COMPONENTE DE UN
ASFALTO MODIFICADO

JULIANAN PAOLA MANTILLA CASTELLANOS
MARGARET ZULAY MANTILLA SERRANO

INSTITUTO COLOMBIANO DEL PETROLEO. ICP
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER. UIS
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2005

OXIDACION Y MODIFICACION QUIMICA A NIVEL PLANTA PILOTO DE LA BREA
VISCORREDUCIDA DE LA VR11 PARA SER UTILIZADA COMO COMPONENTE DE UN
ASFALTO MODIFICADO

JULIANA PAOLA MANTILLA CASTELLANOS
MARGARET ZULAY MANTILLA SERRANO

Trabajo de grado presentado como requisito
para optar al título de Ingeniero Químico.

Director
CRISOSTOMO BARAJAS FERREIRA
Ingeniero Químico
Profesor Titular

Codirector
GERMAN GARZON MARENCO
Ingeniero Químico
ICP

INSTITUTO COLOMBIANO DEL PETROLEO. ICP
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER. UIS
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2005

TABLA DE CONTENIDO

	PAG
INTRODUCCION	
1. CONCEPTOS TEORICOS	3
1.1. QUIMICA DEL ASFALTO	3
1.1.1. Asfaltenos	3
1.1.2. Maltenos	4
1.1.2.1. Resinas	4
1.1.2.2. Hidrocarburos saturados	4
1.1.2.3. Hidrocarburos nafteno-aromáticos	5
1.2. CARACTERIZACION DE LA CALIDAD DE LOS ASFALTOS	5
1.2.1. Densidad	5
1.2.2. Penetración	5
1.2.3. Punto de ablandamiento	6
1.2.4. Ductilidad	6
1.2.5. Punto de inflamación	6
1.2.6. Viscosidad	6
1.2.7. Susceptibilidad térmica	6
1.2.8. Adherencia	7
1.3. PROCESO DE OXIDACION DE LOS ASFALTOS	8
1.4. MECANISMO DE OXIDACION DE LOS ASFALTOS	8
1.5. CINETICA DEL PROCESO DE OXIDACION	9
1.6. TERMICODINAMICA DEL PROCESO DE OXIDACION	10
1.7. VARIABLES DEL PROCESO DE OXIDACION	10
1.7.1. Temperatura de reacción	10
1.7.2. Flujo de aire	10
1.7.3. Nivel del liquido	10
1.7.4. Presión	11
1.7.5. Dispersión del gas	11
1.7.6. Naturaleza de la carga	11
1.7.7. Catalizador	11
1.8. NATURALEZA COLOIDAL DEL ASFALTO	11
1.9. REOLOGIA DE LOS ASFALTOS	12
1.9.1. Dispersión y estados reológicos del asfalto	12
1.9.1.1. Asfaltos tipo sol	13
1.9.1.2. Asfaltos tipo gel	13

1.9.1.3. Asfaltos tipo intermedio	14
1.9.2. Índice de estabilidad coloidal	14
1.9.3. Índice de solubilidad	14
2. MONTAJE A NIVEL PILOTO DE LA PLANTA DE OXIDACION DE LA PLANTA DE OXIDACION DE LA BREA VISCORREDUCIDA	15
2.1. DESCRIPCION DEL MONTAJE A NIVEL PILOTO DE LA PLANTA DE OXIDACION DE LA BREA VISCORREDUCIDA	15
2.1.1. REACTOR	15
2.1.1.1. Conducto de gases de reacción	15
2.1.1.2. Distribuidor de aire	15
2.1.1.3. Conducto para descarga de producto	16
2.1.1.4. Sistema de limpieza del reactor	16
2.1.2. HORNO	16
2.1.2.1. Sistema de refrigeración interno	16
2.1.2.2. Sistema de control de temperatura	16
2.1.3. CONDENSADOR	16
2.1.4. INSTRUMENTACION	17
2.1.4.1. Indicadores reguladores de presión	17
2.1.4.2. Indicadores medidores de flujo	17
2.1.4.3. Indicadores de presión	17
2.1.4.4. Válvula de seguridad	17
2.1.4.5. Válvula de cheque	17
2.1.4.6. Filtro	17
2.1.4.7. Cinta de calentamiento	17
2.2. DESCRIPCION GENERAL DEL FUNCIONAMIENTO DE LA LA PLANTA DE OXIDACION DE LA BRA VISCORREDUCIDA	18
2.2.1. Sección de carga	18
2.2.2. Sección de reacción	18
2.2.3. Sección de descarga	18
2.2.4. Sección de limpieza	18
2.3. MATERIA PRIMA	18
2.4. CARACTERISTICAS DE LOS CATALIZADORES	20
2.4.1. Carbonato de calcio	20
2.4.2. Carbonato de sodio	20
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	22
3.1. BALANCES DE MASA PARA LAS CORRIDAS DE OXIDACION	25

4. RESULTADOS Y ANALISIS	28
4.1. CARACTERIZACION Y SELECCIÓN DE LOS FONDOS VISCORREDUCIDOS A UTILIZAR DURANTE LA EXPERIMENTACION	28
4.2. ESTABLECIMIENTO DE LAS CONDICIONES DE OPERACION PARA LA OXIDACION DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR11	30
4.2.1. Evacuación de la carga cuando es sometida a un simple calentamiento en presencia de nitrógeno	30
4.2.2. Selección del tiempo de reacción	31
4.2.3. Selección del flujo de nitrógeno	32
4.2.4. Selección del flujo de aire	34
4.2.5. Selección del catalizador	35
4.2.6. Repetibilidad de la planta	38
4.2.7. Prueba merito	39
4.3. MODIFICACION QUIMICA DE LA BREA VISCORREDUCIDA Y MEZCLA CON EL ASFALTO 70/90 DE GCB	40
4.3.1. Evaluación de las modificaciones 1 a 5	42
4.3.2. Evaluación de las modificaciones 6 a 10	43
4.3.3. Evaluación de las modificaciones 11 a 15	44
4.4. BUSQUEDA DE LAS PROPORCIONES ADECUADAS DE MEZCLADO DE LA BREA VISCORREDUCIDA Y EL ASFALTO 70/90 DE GCB	45
4.5. CARACTERIZACION DEL PRODUCTO FINAL	46
4.5.1. Caracterización fisicomecánica	47
4.5.2. Caracterización fisicoquímica	49
5. CONCLUSIONES	51
6. RECOMENDACIONES	52
BIBLIOGRAFIA	53
ANEXOS	55

LISTA DE FIGURAS

		PAG
Figura 1	Estructura hipotética de un asfalteno	5
Figura 2	Estructura hipotética de una resina	5
Figura 3	Estructura hipotética de los hidrocarburos saturados	6
figura 4	Estructura hipotética de los hidrocarburos nafteno-aromáticos	7
Figura 5	Estructura coloidal del asfalto	16
Figura 6	Asfalto tipo sol	18
Figura 7	Asfalto tipo gel	18
Figura 8	Planta de oxidación de brea viscorreducida	28
Figura 9	Diagrama de bloques de la oxidación y modificación química de la brea viscorreducida para ser utilizada como componente de un asfalto modificado	29
Figura 10	Destilación simulada fondos viscorreducidos del día 11/06/04. Corte 364.7°C+	38
Figura 11	Selección del tiempo de reacción (Comparando las C-2 y C-3).	43
Figura 12	Datos para la selección del flujo de nitrógeno (comparando las C-2 y C-6).	44
Figura 13	Selección del flujo de nitrógeno (comparando C-8 y C-11)	45
Figura 14	Selección flujo de aire (comparando las C-2, C-3, C-9 y C-11)	46
Figura 15	Selección del catalizador (comparando C-5 y C)	48
Figura 16	Selección del catalizador (comparando C-9 y C-11)	49
Figura 17	Penetración para un mismo punto de ablandamiento cuando se utiliza diferentes tipos de catalizador.	50
Figura 18	Perfiles de temperatura para las corridas de repetibilidad. Corrida 9	51
Figura 19	Perfiles de temperatura para las corridas de repetibilidad. Corrida 11	52
Figura 20	Resultados Prueba Mérito Brea VR	52
Figura 21	Resultados Prueba Mérito asfalto 70/90 de GCB.	53
Figura 22	Comportamiento de la temperatura de agrietamiento de la brea viscorreducida modificada utilizando diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90 de GCB.	57
Figura 23	Comportamiento índice de adhesividad de la brea viscorreducida modificada utilizando diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.	57
Figura 24	Comportamiento de la temperatura de agrietamiento de la brea viscorreducida oxidada con Na ₂ CO ₃ , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90	58
Figura 25	Susceptibilidad térmica (IP) de la brea viscorreducida oxidada con Na ₂ CO ₃ , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.	58
Figura 26	Comportamiento de la temperatura de agrietamiento de la brea viscorreducida oxidada con CaCO ₃ , modificada con diferentes tipos	

	de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.	59
Figura 27	Susceptibilidad térmica (IP) de la brea viscorreducida oxidada con CaCO ₃ , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90	59
Figura 28	Penetración a 25°C de las mezclas 1-4 (Brea VR modificada con asfalto 70/90)	62

LISTA DE TABLAS

		PAG
Tabla 1	Caracterización fisicoquímica del asfalto barranca 70/90 de GCB	25
Tabla 2	Caracterización fisicoquímica de los fondos viscorreducidos del día 11/06/04. Corte de 364.7°C +	26
Tabla 3	Calibración del rotámetro para el flujo de aire	31
Tabla 4	Calibración del rotámetro para el flujo de nitrógeno	31
Tabla 5	Condiciones de operación definidas en la segunda etapa	32
Tabla 6	Balance de masa para la oxidación de la brea viscorreducida. Corrida 9	34
Tabla 7	Balance de masa para la oxidación de la brea viscorreducida. Corrida 11	35
Tabla 8	Balance de masa. Corrida 4	35
Tabla 9	Calculo del oxigeno consumido en la corrida 9	36
Tabla 10	Caracterización fisicoquímica de los fondos viscorreducidos del día 11/06/04. Corte de 364.7 °C + y corte 400°C+	36
Tabla 11	Datos destilación simulada fondos viscorreducidos del día 11/06/04. Corte 364.7°C+	38
Tabla 12	Datos para evaluación de la carga cuando es sometida a simple Calentamiento en presencia de nitrógeno.	41
Tabla 13	Datos para selección del tiempo de reacción	42
Tabla 14	Datos para selección flujo de nitrógeno (comparando corridas C-2 y C-6)	43
Tabla 15	Datos para la selección flujo nitrógeno. (Comparando C-7, C-8 y C-11)	44
Tabla 16	Datos para la selección del flujo de aire (Comparación de las corridas 2, 3, 9,11)	46
Tabla 17	Datos para la selección del catalizador.(Comparación de las corridas 5 y 7)	47
Tabla 18	Datos para la selección catalizador.(comparación de las corridas C-9 y 11)	48
Tabla 19	Corridas realizadas con asfalto 70/90 variando tipo de catalizador.	49
Tabla 20	Condiciones de operación seleccionadas para la oxidación de la Brea Viscorreducida (Corte 400°C+)	51
Tabla 21	Datos corridas de repetibilidad de la planta de oxidación de la breas viscorreducidas.	51
Tabla 22	Caracterización del producto brea viscorreducida, modificada y mezclada con el asfalto.	54
Tabla 23	Caracterización del producto brea viscorreducida oxidada, Modificada y mezclada con el asfalto.	54
Tabla 24	Caracterización del producto brea viscorreducida oxidada, Modificada y mezclada con el asfalto.	55
Tabla 25	Clasificación de los aditivos de las modificaciones 1- 5 de acuerdo a los resultados obtenidos en cada una de las propiedades medidas.	60
Tabla 26	Clasificación de los aditivos de las modificaciones 6- 10 de acuerdo a los resultados obtenidos en cada una de las propiedades medidas.	60

Tabla 27	Clasificación de los aditivos de las modificaciones 11-15 de acuerdo a los resultados obtenidos en cada una de las propiedades medidas.	60
Tabla 28	Penetración a 25°C de las mezclas 1, 2, 3, 4 (Asfalto 70/90 de GCB y Brea Viscorreducida 400°C+)	61
Tabla 29	Caracterización fisicomecánica. Resultados del gado de desempeño (PG) por tecnología SHRP de los productos finales.	64
Tabla 30	Resultados de la susceptibilidad de la mezcla a la humedad. TSR.	65
Tabla 31	Caracterización fisicoquímica del producto final.	65

TITULO

OXIDACIÓN Y MODIFICACIÓN QUÍMICA A NIVEL PLANTA PILOTO DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR11 PARA SER UTILIZADA COMO COMPONENTE DE UN ASFALTO MODIFICADO*

AUTORES

Juliana Paola Mantilla Castellanos

Margaret Zulay Mantilla Serrano**

PALABRAS CLAVES

Oxidación, Brea, Viscorreducida, Asfalto, Modificado.

RESUMEN:

En este trabajo de grado se presenta la oxidación y modificación química de la brea viscorreducida de la Refinería de Barrancabermeja, con oxígeno del aire y en presencia de dos catalizadores como son el Carbonato de Sodio y el Carbonato de Calcio. El propósito principal fue adaptar el proceso de oxidación de asfaltos a la brea viscorreducida, con el fin de disminuir su susceptibilidad térmica y poder utilizarla después como componente de un asfalto modificado. Durante la oxidación de la brea viscorreducida se buscaron las mejores condiciones de operación, evaluando variables como: flujo de aire, flujo de nitrógeno, tiempo de reacción, y catalizador. A las muestras oxidadas se le midieron propiedades como penetración a 30°C y 40°C y temperatura de agrietamiento.

La modificación química de la brea viscorreducida oxidada se realizó con el objetivo de mejorar ciertas propiedades como la adherencia, antes de mezclarla con el asfalto. Se evaluaron cuatro agentes modificadores: WR-157, Naftenato de Calcio, Resina y Elvaloy; y se escogieron los que presentaron el mejor comportamiento.

La brea viscorreducida oxidada y modificada químicamente se mezcló con asfalto 70/90 en diferentes proporciones de mezclado y se escogió la mejor proporción de mezclado de la brea con el asfalto 70/90; a partir de esta mezcla se obtuvo un asfalto de alto modulo de penetración 20/30 utilizado para pavimentación. Al asfalto de alto módulo se le caracterizó fisicoquímica y fisicomecánicamente y se encontró que este producto final cumplió con las especificaciones de calidad.

Por lo tanto con la oxidación y modificación química de la brea viscorreducida, y luego de mezclar este producto con asfalto 70/90 en una proporción adecuada se puede obtener un asfalto de alto modulo utilizado para pavimentación que cumple con las especificaciones de calidad.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química,
Profesor Crisóstomo Barajas Ferreira

TITLE

OXIDATION AND CHEMICAL MODIFICATION AT LEVEL PILOT PLANT OF THE VISBREAKING PITCH OF THE VR11 TO BE USED AS COMPONENT OF A MODIFIED ASPHALT*

AUTHORS

Juliana Paola Mantilla Castellanos

Margaret Zulay Mantilla Serrano**

KEY WORDS

Oxidation, Pitch, Visbreaking, Asphalt, Modificado.

RESUMEN:

In this work is presented the oxidation and chemical modification of the visbreaking pitch of the Refinery of Barrancabermeja, with oxygen of the air and in presence of two catalysts as they are the Carbonate of Sodium and the Carbonate of Calcium. The main purpose was to adapt the process of oxidation of asphalts to visbreaking pitch, with the purpose to diminish its thermal susceptibility and to be able to use it later as component of modified asphalt. During the oxidation of the visbreaking pitch, the best operation conditions were looked for, evaluating variables as: flow of air, nitrogen flow, time of reaction, and catalyst. Penetration to 30°C and 40°C and cracking temperature were measured to the oxidized samples.

The chemical modification of the oxidized visbreaking pitch was carried out with the objective of improving certain properties like the adherence, before mixing it with the asphalt. Four modifier agents were evaluated: WR-157, Naftenato of Calcium, Resin and Elvaloy; and those were chosen that presented the best behavior.

The oxidized visbreaking pitch and also modified chemically was mixed with asphalt 70/90 in different proportions of blended and the best proportion of blended was chosen; starting from this mixture an asphalt of high modulate with penetration 20/30 used for pavement was obtained. The asphalt of high module was characterized physiochemical and physicomechanically and it was found that this final product fulfilled the specifications of quality.

Therefore with the oxidation and chemical modification of the visbreaking pitch, and after mixing this product with asphalt 70/90 in an appropriate proportion one, can be obtained an asphalt of high modulate used for pavement that fulfills the specifications of quality.

* Degree Work

** Faculty of Engineerings Physicochemicals, School of Chemical Engineering, Crisostomo Barajas Ferreira

INTRODUCCIÓN

Actualmente el combustóleo exportado por la refinería de Barrancabermeja no es un producto terminado. Algunas características de sus componentes influyen grandemente en el precio, como son por ejemplo el contenido de asfáltenos, el cual es alto para el combustóleo Colombiano (14% W), siendo el doble del comercializado (7% W). Al ser un producto intermedio se pierde precio por los márgenes que se ganan los comercializadores y mezcladores, lo cual se estima en 1 US\$ / Bl.

Ante esta problemática, es necesario buscar soluciones que permitan en un futuro comercializar en el mercado internacional el combustóleo terminado. Para esto se deben considerar varias alternativas, entre las que se encuentra la posibilidad de excluir alguna cantidad de brea de la planta viscorreductora II de la Unidad de Balance de GCB, lo cual aumentaría la gravedad API y disminuiría el contenido de asfáltenos, níquel, vanadio y viscosidad en el producto final (combustóleo). Esta brea excluida en la preparación del combustóleo, podría ser oxidada y modificada químicamente para luego utilizarse como componente de un asfalto modificado.

El propósito de oxidar la brea es mejorar su susceptibilidad a la temperatura, crear más centros activos (grupos funcionales OH, COOH) y despojarla de volátiles ya que al mezclarse con el asfalto, estos aportan una gran resistencia a la pérdida de masa.

El proceso de oxidación de fondos viscorreducidos es bien conocido en Europa, en donde se han realizado una serie de estudios encaminados a buscar formas más rentables para la utilización de las breas viscorreducidas [24, 23]. Sin embargo cabe anotar que los fondos viscorreducidos utilizados para estos estudios, provienen de fondos de vacío y son más blandos, mientras que los trabajados en este proyecto de grado provienen de fondos demex y por consiguiente son más duros.

Durante el desarrollo de este trabajo de grado se realizó también una revisión bibliográfica bastante amplia acerca de toda la información referente a la oxidación de asfaltos, ya que uno de los objetivos planteados era adaptar este proceso para las breas viscorreducida, con el fin de encontrar condiciones de operación adecuadas tales como flujo de aire, flujo de nitrógeno, tiempo y catalizador que permitieran obtener un producto con menor susceptibilidad térmica. Los catalizadores usados fueron el carbonato de sodio y el carbonato de Calcio, pues en un estudio previo del estado del arte [15] se encontró que estos presentaban valiosas ventajas con respecto a otros catalizadores tales como el FeCl_3 y el P_2O_5 .

Una vez obtenido este producto (brea viscorreducida oxidada), se procedió a realizar la modificación química, utilizando cuatro agentes modificadores diferentes, con el propósito de encontrar cual de ellos actuaba de manera más efectiva sobre la brea viscorreducida oxidada, mejorando algunas de sus propiedades, como por ejemplo, la adherencia.

Después de realizar la respectiva modificación, el objetivo fue encontrar las proporciones adecuadas de mezcla de la brea viscorreducida (oxidada y modificada químicamente) con el asfalto 70/90 de GCB para producir un asfalto modificado. El asfalto modificado producido será usado como asfalto para pavimentación.

Con la oxidación y modificación química de la brea viscorreducida para luego ser usada como componente del asfalto modificado no solo se solucionará el problema del combustóleo colombiano sino que también se hará un pequeño aporte a la situación actual de la red vial

nacional, sin descartar la posibilidad que existan otras alternativas mucho mas eficientes y a su vez encaminadas a obtener el mayor beneficio económico a través de la preparación de un producto asfáltico con propiedades que cumplan con todas las especificaciones de calidad internacional.

El estudio realizado en este trabajo de grado encontró que las mejores condiciones para llevar a cabo la oxidación de la brea viscorreducida son: flujo de aire de 92,3 mL/min*Kg de carga, flujo de nitrógeno de 3077 mL/min*Kg de carga y tiempo de reacción de 1 hora; en cuanto a los catalizadores se escogió el carbonato de calcio ya que éste, presentó cambios favorables sobre el producto y además resultó ser más económico y asequible.

En cuanto a los agentes modificadores, se escogió un producto comercial llamado Elvaloy, y se mezcló con el asfalto 70/90 en una proporción 20/80 (%brea / %asfalto). El producto obtenido del proceso anterior fue un asfalto de alto módulo de penetración 20/30, que cumplió con las especificaciones internacionales de calidad para este producto.

Cabe anotar que aunque los resultados de este trabajo de grado fueron satisfactorios, es importante tener en cuenta que todo lo que se hizo fue un estudio exploratorio al cual le hace falta ser complementado de manera más profunda. Además es elemental también tener presente que los fondos evaluados en este estudio son bastante duros a diferencia de los trabajados por otros estudios publicados sobre oxidación.

1. CONCEPTOS TEÓRICOS

1.1. QUÍMICA DEL ASFALTO

De acuerdo a la “ American Society for Testin and Material” ASTM , Bitumen se refiere a: “Mezclas de hidrocarburos de origen natural o pirogénico o combinaciones de ambos, frecuentemente acompañado por sus derivados no metálicos, los cuales pueden ser gaseosos, líquidos, semisólidos o sólidos y los cuales son completamente solubles en disulfuro de carbono” [10] Los bitúmenes abarcan tanto asfaltos como breas, variando desde líquidos a sólidos en consistencia.

El asfalto esta definido por “American Society for Testin and Material” ASTM Como: “material cementoso negro o marrón oscuro, sólido o semisólido en consistencia, en el cual las constituyentes predominantes son bitúmenes que se encuentran en la naturaleza como tales o son obtenidos como residuo en la refinación del petróleo” [10].

Los asfaltos están constituidos por un gran número de hidrocarburos de diferente peso molecular, los cuales se encuentran disueltos entre sí, formando una estructura coloidal de asfalto y contienen los siguientes dos grupos básicos [3]

- Los asfáltenos (hidrocarburos poli-aromáticos)
- Los maltenos o petrolenos (resinas, hidrocarburos saturados, aromáticos)

1.1.1. Asfáltenos

Están constituidos por compuestos sólidos y semisólidos, amorfos y frágiles, de color negro marrón. Consiste en moléculas de alto peso molecular que brindan una fuerte polaridad, facilitando la atracción entre ellos y generando una forma de fluir muy compleja. Contienen los elementos como el carbono, nitrógeno, azufre, hidrogeno, oxigeno y átomos de metales como el vanadio, níquel, hierro, titanio, manganeso, no metales, fósforo, silicio y otros [2].

En la figura 1 se puede observar la estructura de los asfáltenos.

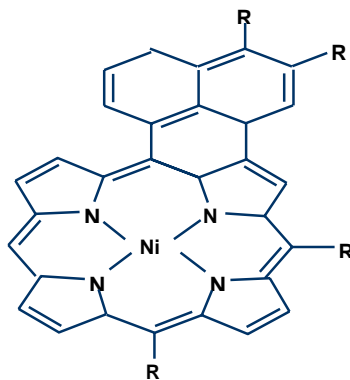


Figura. 1. Estructura hipotética de Asfáltenos

1.1.2. Maltenos

Nombre genérico que se da a la fracción mas grande del asfalto soluble en n-alcános de bajo peso molecular. Es la fase aceitosa del asfalto y el medio de dispersión de los asfáltenos. Tienen marcada influencia en las propiedades químicas y reológicas del asfalto, y algunos de sus componentes le dan adhesividad, aglutinación y flexibilidad. Los maltenos están constituidos por la mezcla de fracciones de hidrocarburos saturados, nafteno-aromáticos y resinas .

1.1.2.1. Resinas

Hidrocarburos aromáticos de color marrón oscuro intenso, semisólidos o sólidos y de alta densidad. Son frágiles a altas temperaturas y sensibles a los cambios de temperatura [5]. Las resinas actúan como agentes peptizantes de los asfáltenos e influyen en las propiedades de consistencia de los asfaltos, tales como: punto de ablandamiento, ductilidad y además la susceptibilidad técnica del asfalto.

En la figura 2. se puede observar la estructura de las Resinas.

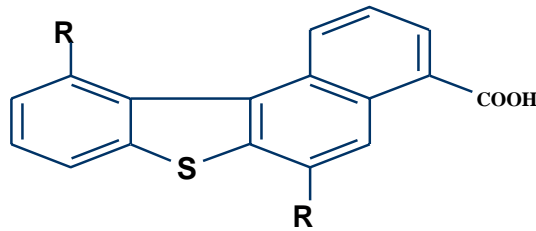


Figura 2. Estructura Hipotética de las Resinas

1.1.2.2. Hidrocarburos saturados

Estos compuestos alifáticos son líquidos incoloros formados por cadenas lineales, ramificadas de parafinas. También presentan inclusiones de anillos nafténicos.[8] Los compuestos saturados son hidrocarburos de contenido bajo de azufre y de menor polaridad que los aromáticos, también actúan como antioxidantes e impermeabilizantes, son de menor poder de adherencia y causan deformidad en el asfalto bajo la influencia de la carga, el transporte y el clima. Disminuyen la viscosidad y la susceptibilidad térmica, pero aumentan las propiedades plastificantes y floculantes del asfalto.

En la figura 3 se puede observar la estructura de los hidrocarburos saturados.

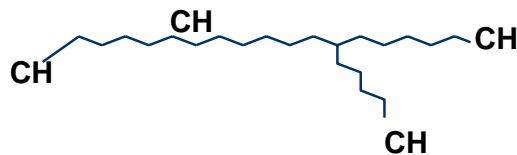


Figura 3. Estructura Hipotética de las Hidrocarburos Saturados

1.1.2.3. Hidrocarburos nafteno-aromáticos

Son compuestos líquidos, amarillos o rojos con estructuras químicas complejas, que contienen núcleos aromáticos con conjuntos condensados de anillos nafténicos. [7]. Representan la mayor proporción del medio de dispersión para los asfaltenos peptizados dentro del coloide. El contenido de la parte nafténica varía entre 15-50% con dos a cinco núcleos por moléculas. El número de núcleos aromáticos oscila entre cuatro y cinco. Algunos de estos compuestos pueden tener oxígeno y azufre, los cuales hacen el puente entre los anillos aromáticos y nafténicos. Su influencia en las propiedades del asfalto, tales como, punto de ablandamiento e índice de penetración es poca, pero aumenta la viscosidad y la susceptibilidad térmica; también generan flujo complejo del asfalto en los ensayos geológicos.

En la figura 4 se puede observar la estructura de los nafteno-aromáticos.

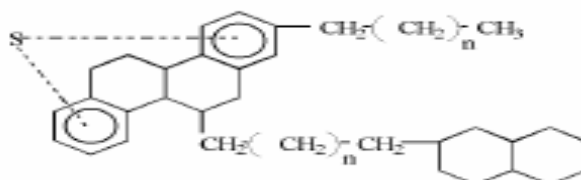


Figura 4. Estructura Hipotética de las Hidrocarburos nafteno-aromáticos

1.2. CARACTERIZACION DE LA CALIDAD DE LOS ASFALTOS

1.2.1. Densidad

Es bien conocido que la densidad de los productos del petróleo es un parámetro físico-químico que, junto con otros índices de propiedades caracterizan la calidad y composición del producto. Los valores de densidad de los asfaltos son necesarios para determinar la expansión térmica y los coeficientes de encogimiento, los puntos en que se hacen quebradizos, las propiedades aislantes al calor y el sonido, y el contenido de asfaltos en mezclas con agregados [16].

Existen varios métodos para medir la densidad, la elección del método depende de la cantidad de muestra disponible, viscosidad, exactitud deseada del ensayo y el tiempo requerido para el análisis.

1.2.2. Penetración

La penetración es una de las pruebas más importantes aplicadas al material asfáltico en la que se determina su dureza, consistencia y sus características de flujo. Contribuye a predecir la adaptabilidad del asfalto al uso propuesto y es útil junto con el punto de ablandamiento y la gravedad específica para distinguir diferentes tipos de asfaltos, ubicar el asfalto en grado estipulado y así poder controlar su calidad. El instrumento usado en la medición de la penetración en todos los laboratorios es el penetrómetro.

1.2.3. Punto de ablandamiento

Los asfaltos son materiales termoplásticos, por lo cual no poseen un punto de fusión exacto como sucede con los compuestos químicamente puros. Los asfaltos o bitúmenes se licúan, pero la transición de sólido a líquido es suave, y cubre un alto rango de temperaturas. El punto de ablandamiento se define como el límite superior de dicho rango; es la temperatura en la que alcanza un determinado estado de fluidez. Esta propiedad da idea de la adaptabilidad del asfalto cuando está sujeto al calor y sirve como un control rápido en las operaciones de manufactura. El método del anillo y la bola es generalmente usado para determinar el punto de ablandamiento de los asfaltos.

1.2.4. Ductilidad

La ductilidad indica la capacidad de un asfalto para doblarse hasta romperse. El ensayo sirve para indicar la conveniencia del asfalto para pavimentos, recubrimientos y techados, para uso como adhesivos y para medir la calidad en general del asfalto.

1.2.5. Punto de inflamación

El punto de inflamación corresponde a la temperatura a la que el asfalto puede ser calentado con seguridad, sin peligro a que se inflame en presencia de una llama. Esta temperatura es más baja que la necesaria para que el material entre en combustión, por lo tanto este análisis sirve como prueba de seguridad en la operación de las plantas asfálticas en caliente. También sirve para obtener una aproximación del contenido de las fracciones livianas. El punto de inflamación se mide generalmente mediante la copa Cleveland.

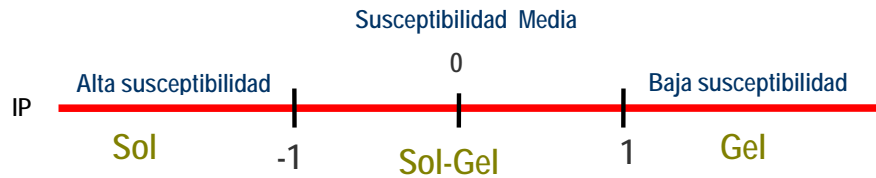
1.2.6. Viscosidad

Es la medida de la resistencia de un fluido a fluir [27]. Sobre esta base, la viscosidad define la adaptabilidad de un producto asfáltico para un propósito dado. La viscosidad de un cemento asfáltico a las temperaturas usadas en mezclas con agregados (normalmente 135°C) se mide con viscosímetros capilares de flujo inverso o viscosímetros Saybolt; la viscosidad absoluta del material asfáltico; a las temperaturas altas de servicio (60°C), generalmente se mide con viscosímetros capilares de vidrio al vacío [31].

1.2.7. Susceptibilidad térmica

Los cementos asfálticos utilizados en pavimentación son materiales termoplásticos, cuya consistencia a muy bajas temperaturas, es la de un sólido rígido, viscoelástico a temperaturas intermedias y líquido viscoso a altas temperaturas, lo que hace importante conocer la variación de la consistencia con respecto a la temperatura. Los asfaltos que en su proceso de elaboración han sido sometidos al soplado con aire, tienen consistencias que poco cambian con la temperatura que aquellos que han sido obtenidos por refinación directa u otros procedimientos en donde no interviene el soplado. La forma más usual para evaluar el cambio de la

consistencia del asfalto con la temperatura es el índice de penetración



Los valores del índice de penetración se pueden obtener a partir de los datos de penetración a 25°C y punto de ablandamiento, utilizando la ecuación (INVIAS E-724):

$$IP = \frac{20 - 10A}{A + 1}$$

$$A = \frac{50 * \log\left(\frac{800}{P25}\right)}{TPA - 25}$$

Donde:

P25= Penetración a 25°C [mm/10]

TPA= Temperatura o punto de ablandamiento [°C]

Otra expresión matemática que representa el estado coloidal del cemento asfáltico, cuando se conoce la penetración a dos temperaturas diferentes de 25°C es la siguiente (ARENAS,H.,1999):

$$IP = \frac{20 - 500A}{1 + 50A}$$

$$A = \frac{\log Pen(T1) - \log Pen(T2)}{T1 - T2}$$

1.2.8. Adherencia

La adhesión se define como la capacidad que tiene un material para unirse a otro por contacto físico [1]. En el caso de los asfaltos, es la capacidad que tiene dicho asfalto para unirse con material mineral.

Los fenómenos de adherencia están relacionados con la presencia de moléculas tenso activas o polares en las sustancias y estos comprenden tanto aspectos físicos como químicos. En lo que

se refiere a la parte química, se tienen prueba de la presencia de ácidos orgánicos y componentes básicos en forma de bases nitrogenadas, los cuales le confieren al asfalto un carácter negativo en presencia de agua. Cuando se pone en contacto el asfalto con un mineral cuya superficie presenta polaridad positiva, se produce fuerzas de atracción electrostática, facilitando de esta forma la adhesión.[1]

1.3. PROCESO DE OXIDACIÓN DE LOS ASFALTOS

La oxidación de los asfaltos es un proceso en el cual un material asfáltico es burbujado con aire en un rango de temperatura de 232-280°C con el fin de variar sus propiedades y adecuarlos para aplicaciones especiales [32]. Las principales propiedades del asfalto que varían durante el proceso de oxidación son: el punto de ablandamiento, la susceptibilidad con la temperatura, la viscosidad, la gravedad específica, la ductilidad y la composición química [21].

El asfalto oxidado es utilizado en la industria en la construcción en telas asfálticas, en láminas asfálticas impermeabilizantes, en juntas de placas de concreto, en el mantenimiento de techo de construcciones, para la elaboración de masillas y sellantes, pasta para vidrio y mantenimiento de carreteras, en bases para pinturas anticorrosivas, en recubrimientos anticorrosivos para tuberías, impermeabilización de baterías, etc.

Las aplicaciones del asfalto oxidado se basan en que sus propiedades son menos susceptibles a los cambios de temperatura, además presenta un buen comportamiento a temperaturas bajas y es un material eficiente cuando se requiere resistencia a la humedad [22].

1.4. MECANISMO DE OXIDACIÓN DE LOS ASFALTOS

Las principales reacciones en el proceso de oxidación son: la deshidrogenación, la condensación y polimerización de especies insaturadas y la tendencia predominante es la formación de sustancias más complejas y de alto peso molecular [9].

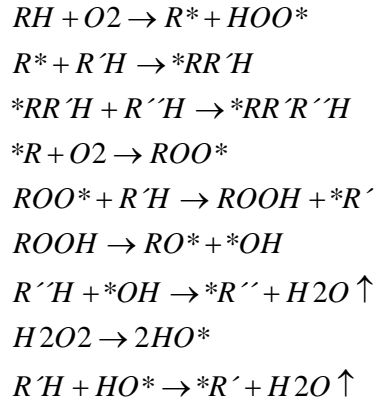
La deshidrogenación explica la formación de agua como producto de la reacción de oxidación. Se ha comprobado que la mayor parte del oxígeno del aire que relaciona con el asfalto produce la formación de agua y solo una pequeña parte produce hidrocarburos oxigenados. La oxidación de átomos de carbono se dirige a la destrucción de enlace C-C y la producción de CO y CO₂, y reacciones de oxidación parcial las cuales involucran la unión de oxígeno a moléculas de hidrocarburos y el reemplazo de átomos de hidrógeno.

Los principales productos de las reacciones de oxidación de asfaltos son agua e hidrocarburos oxigenados tales como ácidos carboxílicos, aldehídos, cetonas, alcoholes y peróxidos orgánicos [17].

Las reacciones de condensación explican el incremento del peso molecular y la dureza del asfalto oxidado. El endurecimiento del asfalto es acompañado por cambios físicos y coloidales junto con alteración en su composición química. Durante la oxidación de asfaltos la concentración de asfaltenos aumenta a expensas de las resinas y aceites. Con el incremento

en el contenido de asfaltenos, la penetración decrece y el punto de ablandamiento aumenta. Al principio de la oxidación de los asfaltos la disminución en penetración es rápida pero con el incremento en la cantidad de asfaltenos la penetración alcanza casi un estado estacionario continuamente paralelo a la abscisa. Durante la oxidación la relación asfalteno-resina aumenta y cambia la estabilidad del coloide. Los asfaltenos precipitan, y el asfalto pasa de una estructura sol a una estructura gel. [26].

El mecanismo de oxidación se puede presentar mediante el esquema de la siguiente:



1.5. CINÉTICA DEL PROCESO DE OXIDACIÓN

La clase más simple de reacción que se ajusta al proceso de oxidación de asfalto en batch es una reacción de primer orden, Lackwood estableció que la velocidad de reacción para la oxidación del asfalto hasta 260°C puede ser expresada por una ecuación de primer orden con respecto al cambio de punto de ablandamiento. La forma integrada de la ecuación es:

$$\ln \frac{R}{R_0} = K_0 t$$

Donde R y R₀ representan puntos de ablandamientos a tiempos t y 0 respectivamente. El uso del punto de ablandamiento en esta ecuación se debe a que este es una medida indirecta de la terminación de la reacción para un operador en planta. La constante de velocidad de reacción global k₀ depende de: difusión de líquido, reacción química y difusión gaseosa.

$$\frac{1}{K_0} = \frac{1}{f(kL)} + \frac{1}{f(kc)} + \frac{1}{f(kv)}$$

Donde:

k₀ = Constante de velocidad de reacción (h⁻¹)

k_L = Coeficiente de difusión en el líquido

k_v = coeficiente de difusión en el vapor

1.6. TERMODINÁMICA DEL PROCESO DE OXIDACIÓN

En la oxidación de asfaltos una considerable cantidad de calor es liberada y requiere enfriamiento externo después de la fase inicial. La cantidad de calor liberado depende específicamente de la naturaleza del asfalto y del grado de oxidación que se desee para el producto. [14]. Se ha comprobado que el calor de reacción disminuye en el transcurso de la reacción.

Se han hecho mediciones del calor de reacción “diferencial” (cantidad de calor liberado por libra de asfalto y por grado Fahrenheit de variación en punto de ablandamiento), los valores encontrados oscilan en el rango de 0,5-5 Btu/lb°F [30].

1.7. VARIABLES DEL PROCESO DE OXIDACIÓN

Debido a la compleja estructura del asfalto existe un gran número de variables las cuales pueden ajustar o controlar para obtener un producto con las especificaciones requeridas de calidad. Pero todas estas variables no afectan con la misma intensidad la calidad del producto.

Las variables son: la temperatura de reacción, el flujo de aire, nivel del líquido, presión, dispersión del gas, naturaleza de la carga, catalizador.

1.7.1. La temperatura de reacción

La temperatura de reacción apropiada depende de la composición del asfalto a oxidar. El rango de temperatura para oxidación de asfaltos oscila entre 175-288°C en la industria, preferiblemente de 232-280°C.

Como en otras reacciones orgánicas un incremento en la temperatura de operación acelera la velocidad de la reacción y reduce el tiempo de soplado con aire [12].

Sin embargo el aumento de la temperatura en el proceso de oxidación de asfaltos deteriora la calidad del producto, debido a que este presenta una mayor susceptibilidad a los cambios con la temperatura. La temperatura de oxidación no debe ser mayor a 280°C ya que puede existir la posibilidad de que se presente degradación térmica o el inicio del craqueo del asfalto. Las temperaturas de oxidación demasiado altas llevan a la formación de compuestos sólidos, de carbenos y carboides que son indeseables en los asfaltos [28].

1.7.2. Flujo de aire

El aumento en el flujo de aire incrementa la velocidad del proceso y produce cambios irreversibles en la calidad del producto. Sin embargo la velocidad de endurecimiento en el asfalto no se incrementa proporcionalmente para flujos de $3,7 \text{ E4 m}^3 \text{ kg}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ($22,2 \text{ L/ min} \cdot \text{kg}$) industrialmente. El efecto es positivo hasta cierto punto dependiendo de las características de la carga. Se han dado casos de deterioro en la calidad del producto oxidado al trabajar con altos flujos de aire [19].

1.7.3. Nivel del líquido

De los estudios realizados para observar el efecto del nivel del líquido en el reactor, se conoce que la velocidad de oxidación se incrementa con la altura del líquido en el reactor tipo columna vertical, debido a que se prolonga el tiempo de contacto del oxígeno con el asfalto. Sin embargo para alturas de líquido grandes la velocidad de oxidación disminuye probablemente debido a una distribución no uniforme del oxígeno en la masa de asfalto.

1.7.4. Presión

Un incremento en la presión del reactor mejora la difusión del oxígeno atmosférico en el asfalto e incrementa la velocidad de reacción, promoviendo la condensación de los aceites de alto punto de ebullición y esto indudablemente afecta la composición y las propiedades de los asfaltos oxidados. Al aumentar la presión se obtienen puntos de ablandamientos mayores para un valor dado de penetración [13].

1.7.5. Dispersión del gas

La dispersión del gas debe tenerse muy en cuenta para lograr una eficiente absorción del oxígeno en el asfalto. Esto es posible disminuyendo el diámetro de los orificios del distribuidor de aire lo cual produce un aumento en el área interfacial líquido-gas.

Otra variable importante es el número de orificios el cual se puede calcular de forma tal que la velocidad del gas a través de los orificios deber ser por lo menos tres veces la velocidad del gas en el tubo del distribuidor.

1.7.6. Naturaleza de la carga

La calidad del asfalto oxidado esta influenciada en gran medida de la composición del alimento. A fin de obtener asfaltos oxidados tipo quebradizo el alimento debe ser un residuo pesado de un petróleo crudo tipo resinoso/asfáltico y la oxidación debe ser realizada a altas temperaturas (290-300°C) en aparatos con un gran tiempo de residencia.

1.7.7. Catalizador

La introducción de catalizadores en el asfalto alimentado para la oxidación acelera el proceso de condensación molecular e incrementa considerablemente la capacidad de oxidación de la unidad, el uso de estos catalizadores tiende a dar asfaltos de más alta calidad. Muchos catalizadores son usados para incrementar la velocidad de reacción y también para mejorar las propiedades fisicoquímicas del asfalto.

Algunos catalizadores aprobados, usados a nivel de laboratorio e industrial para la oxidación de asfaltos son óxidos de metales y no metales, metales pulverizados, sales de carbonatos de calcio y sodio y sulfuros en baja concentración. No todos los asfaltos responden a los catalizadores en igual forma y en el mismo grado [29].

1.8. NATURALEZA COLOIDAL DEL ASFALTO

Una solución coloidal es aquella en la que las moléculas que la conforman no son tan grandes como para producir una solución al precipitarla. El asfalto es considerado un sistema coloidal donde las micelas de asfáltenos y resinas se encuentran dispersas en un medio aceitoso de menor peso molecular conformado por los compuestos nafteno-aromáticos y saturados [6]. El esquema del sistema coloidal del asfalto [21]. Esta representando por la figura 5.

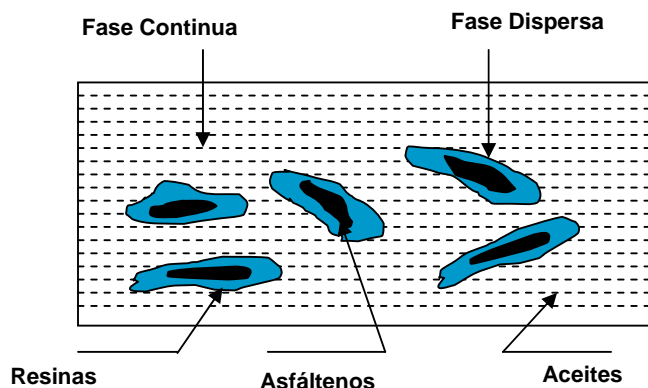


Figura 5. Estructura Coloidal del Asfalto

La parte de las moléculas que queda en suspensión es llamada micela y el medio en el cual flotan, líquido intermicelar (fase continua). Se considera que la micela absorbe y posee una cubierta de compuestos de alto peso molecular como son las resinas, éstas actúan como una capa solvatante y estabilizante. A medida que la distancia desde el centro de la micela se incrementa, hay una disminución gradual en el peso molecular de compuestos redondeados y en la aromaticidad de las moléculas. Esto en razón de que progresivamente la composición de la micela va pasando de hidrocarburos polar-aromáticos y de estos a parafínicos.

1.9. REOLOGÍA DE LOS ASFALTOS

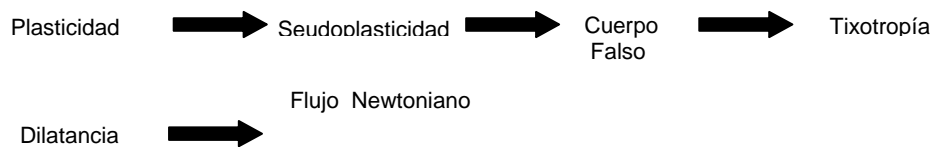
La penetración, la viscosidad, la ductilidad y la temperatura de ablandamiento son ampliamente usadas en la industria de pavimentos para determinar las propiedades reológicas de los asfaltos [18]. Estas propiedades son dependientes de las interacciones intramoleculares e intermoleculares de los compuestos presentes en el asfalto. Las propiedades del asfalto se desvían de los dos comportamientos ideales y en general se describe el comportamiento del asfalto como “visco-elástico”, lo cual se refiere a las propiedades de flujo no-Newtoniano que el material exhibe dentro de un amplio rango de temperaturas (aproximadamente, entre -10°C y 60°C).

A altas temperaturas el asfalto se considera como un fluido viscoso, mientras que a temperaturas bajas de servicio se considera como un material sólido de propiedades elásticas.

Con el fin de conocer las características de flujo del asfalto a distintas temperaturas se utilizan actualmente monogramas y curvas que relacionan las principales características del asfalto.

1.9.1. Dispersión y estados reológicos de los asfaltos

El estado reológico proveniente de los asfáltenos poco o altamente dispersos y sus tipos de micelas, determina las propiedades de los asfaltos y su uso en la industria [4, 18]. La secuencia de baja o alta dispersión de partículas sigue el orden de estados reológicos que se indica a continuación:



El estudio reológico correlaciona el estado coloidal y la composición química de los asfaltos a través de sus características de flujo. Cuando el sistema contiene suficientes resinas o protector de los coloides para peptización completa de los asfáltenos, resulta un asfalto de estructura coloidal tipo sol. Las figuras 6 y 7, muestran el esquema correspondiente a los sistemas coloidales típicos del asfalto, tipo gel y tipo sol. Un tipo gel ocurre cuando debido a la escasez de agentes estabilizantes, las micelas no están bien dispersas y tienden a formar enlaces a causa de la atracción mutua. Las diferencias en flujo y otras características evidentes en varios asfaltos son causadas por la presencia del estado sol o gel, o de los grados intermedios (sol-gel o gel-sol) que pueden existir entre los dos extremos. En los sistemas tipo sol hay un equilibrio entre micelas debido a la compensación de las fuerzas de atracción y repulsión, mientras que en los de tipo gel hay unión entre ellas logrando posiciones fijas, esto hace que el sistema se rigidice y se comporte como un sólido. Se puede pasar de un estado sol a gel y viceversa modificando la naturaleza, la concentración de la fase dispersa, la naturaleza del medio dispersión, etc.

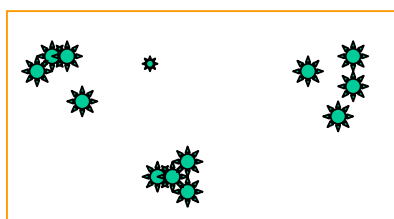


Figura 6 Asfalto tipo gel

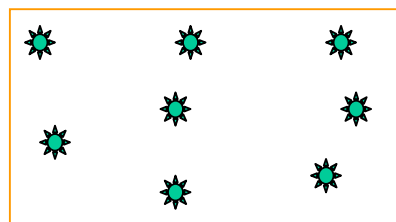


Figura 7 Asfalto tipo sol

1.9.1.1. Asfaltos tipo sol

Estos asfaltos muestran flujo viscoso sin efectos elásticos. La viscosidad es independiente del esfuerzo de cizallamiento y del tiempo. Estos asfaltos se caracterizan por la susceptibilidad a los cambios de temperatura, llegando a ser fluidos de baja viscosidad a temperaturas elevadas y materiales frágiles a temperaturas bajas. Los asfaltos tipo sol se producen por extracción de aceites lubricantes o directamente destilados de crudos aromáticos [25].

1.9.1.2. Asfaltos tipo gel

Este tipo de asfalto se caracteriza por una deformidad elástica retardada y por considerables deformaciones permanentes. Cuando el esfuerzo de cizallamiento excede el esfuerzo de rendimiento, la recuperación es incompleta. Los asfaltos gel presentan muchas de las propiedades de los verdaderos geles, como fuerte formación de micelas, flujo complejo, varias formas de resiliencia y tixotropía en alguna extensión, dependiendo del grado de gelación. Los asfaltos oxidados con aire son de tipo gel debido a que se forman asfáltenos a expensas de los maltenos.

1.9.1.3. Asfaltos tipo intermedio

Este tipo de asfalto se diferencia del tipo sol por la presencia de cierta deformabilidad elástica; después de una deformación, la viscosidad es prácticamente independiente de la tensión. Este tipo comprende asfaltos refinados por vacío y/o vapor. Estos asfaltos tienen un rango de 25-30% asfaltenos y presentan efectos elásticos y una susceptibilidad térmica entre los tipos sol y gel.

1.9.2. Índice de estabilidad coloidal

El índice de estabilidad coloidal de Pfeiffer se calcula a partir de la composición química del asfalto y varía entre 0-1; y se define como la relación en porcentaje en masa de asfaltenos más hidrocarburos saturados sobre la suma de las resinas y naftenoaromáticos [4,18].

$$I_c = \frac{\text{asfaltenos} + \text{saturados}}{\text{resinas} + \text{aromáticos}}$$

Un asfalto se hace inestable cuando incrementa el contenido de sus fracciones pesadas y disminuye el contenido de sus fracciones livianas. Los asfaltos oxidados presentan índices de inestabilidad mayor que los no oxidados (alrededor de 0.8) debido a que el contenido de asfaltenos se incrementa y el contenido de maltenos disminuye. Si el índice de inestabilidad aumenta, el asfalto tiende a ser tipo gel.

1.9.3. Índice de solubilidad

Los cambios estructurales que sufren los asfaltos, f =(temperatura y composición química), se describe por medio del indicador de la solubilidad, I_s , de la fase dispersa en el medio dispersante.

$$I_s = \frac{\text{resinas} + \text{asfaltenos}}{\text{aromáticos} + \text{saturados}}$$

La relación de Trasler $K_D: (R+Ar)/(As+S)$ ó IC ; no representa muy bien la influencia de los componentes del asfalto sobre la dispersión de su fase. El I_s describe de una forma más concreta las propiedades del asfalto, sus valores cambian en un límite más amplio frente a los valores de K_D .

< 4: estructura gel

4-9: sol-gel

9: estructura sol

2. MONTAJE A NIVEL PILOTO DE LA PLANTA DE OXIDACION DE BREA VISCOREDUCIDA DE LA VR II.

En este capítulo se presenta los equipos e instrumentación utilizados para montaje de la planta así como una descripción general del funcionamiento de la misma.

También se presentan la materia prima y los catalizadores utilizados en el desarrollo de este trabajo de grado.

2.1. DESCRIPCION DEL MONTAJE A NIVEL PLANTA PILOTO DE LA PLANTA DE OXIDACION DE BREA VISCOREDUCIDA DE LA VR II.

La planta consta de:

2.1.1. REACTOR

Para el montaje del proceso de oxidación de brea viscoreducida a nivel planta piloto se utilizó un reactor (R-1), al cual se le hicieron unas adaptaciones (conducto de gases de reacción, conducto para descarga de producto, conducto para suministro de nitrógeno, aire, ALC, y un termopozo) para hacer posible la oxidación de la brea viscoreducida.

Además de las adaptaciones al sitio donde se ubicó el reactor, se hizo necesario adaptarle a éste, un sistema de accesorios e instrumentos para facilitar las operaciones de entrada de aire y nitrógeno, salida de gases de reacción, descarga del producto, limpieza y seguridad de los operarios. Dichos complementos son:

- Conducto de gases de reacción
- Distribuidor de aire
- Conducto para descarga de producto
- Sistema para limpieza del reactor
- Indicador de Temperatura con su respectiva alarma.

2.1.1.1. Conducto de gases de reacción

Una válvula de aguja (V-13) permite la salida de los gases de reacción que son conducidos mediante tubing de $\frac{1}{4}$ de pulgada de acero inoxidable desde el reactor hasta condensador. En esta línea se encuentran ubicadas un indicador de presión (0-200 psi) con su respectiva válvula de bola (v-11) para protección de este, y una válvula de seguridad (v-12) seteada a 50 psi con el fin de evitar una sobre presión en el sistema.

2.1.1.2. Distribuidor de aire

Es el encargado de dispersar el aire dentro de la masa bituminosa. Para una buena distribución del aire fue construido un distribuidor el cual fue hecho de tubing en acero inoxidable de $\frac{1}{4}$ de pulgada.

2.1.1.3. Conducto para la descarga del producto

Consta de una tubería de tubing de 3/8 de pulgada en acero inoxidable, dos válvulas de aguja de asiento metálico (v-9 y v-10), un filtro para evitar el taponamiento de la línea de descarga del producto durante la prueba de hermeticidad y una cinta de calentamiento para evitar que el producto se enfríe durante la descarga.

Por motivos de seguridad esta línea se encuentra cubierta con fibra de vidrio y cinta aislante para evitar lesiones al personal.

2.1.1.4. Sistema para la limpieza del reactor

Consta de un tanque para almacenamiento de ALC (E-1) el cual se encuentra cerrado a la atmósfera. Este tanque posee entradas tanto para suministro de ALC como para nitrógeno y salida para su correspondiente venteo a la atmósfera y ALC al reactor. Además el tanque posee un indicador de presión (0-100 psi) ubicado en la línea de venteo a la atmósfera.

2.1.1.5. Indicador de temperatura

Consiste en un sensor de temperatura (termocupla tipo k) que se encuentra ubicado en el termopozo adaptado a la tapa del reactor; este sensor a su vez está conectado al indicador de temperatura donde se visualiza de manera inmediata la temperatura del reactor. Además este indicador de temperatura posee una alarma la cual indica de manera visual cuando la temperatura en el reactor sobrepasa el límite de operación

2.1.2. HORNO

Para el calentamiento del reactor se utilizó un horno (H-1) el cual tiene como objetivo, mantener la temperatura del reactor en el rango de operación necesario para llevar a cabo la reacción de oxidación.

Entre las adaptaciones para el horno se encuentran:

2.1.2.1. Sistema de refrigeración interno

Consta de una tubería ¼ de pulgada por donde se hace pasar agua para bajar la temperatura del reactor en caso tal que la temperatura se aumente desmesuradamente.

2.1.2.2. Sistema de control de temperatura en el horno

Consta de un sensor de temperatura (termocupla tipo k) ubicada en el horno el cual se conecta a un controlador de temperatura donde puede visualizarse la temperatura del horno y compararse con el set point y de esta manera mantener la temperatura en el rango necesario para la operación.

2.1.3. CONDENSADOR

Para esta operación se utilizó un condensador (E-3) de doble tubo: El tubo interno consta de una entrada para los gases de reacción y una salida tanto para el condensado como para los gases no condensados y el tubo externo consta de una entrada y salida para el fluido refrigerante.

En la parte superior del condensador se adaptó un Sistema para toma de muestra de gases de reacción. El sistema tiene la finalidad de permitir la toma de muestra de los gases de reacción

durante el transcurso de la operación de oxidación. Mediante una válvula de aguja (v-14) que permite la salida de estos gases no condensados al respectivo equipo de medición.

2.1.4. INSTRUMENTACIÓN

2.1.4.1. Indicadores reguladores de presión

Se utilizaron dos reguladores de presión ubicados cada uno en la línea de suministro de aire y en la línea de suministro de nitrógeno. (Rg-1 y Rg-2)

2.1.4.2. Indicadores medidores de flujo

Se utilizaron dos indicadores medidores de flujo ubicados cada uno en la línea de suministro de aire y en la línea de suministro de nitrógeno (FI-1 y FI-2)

2.1.4.3. Indicadores de presión

Se utilizaron dos indicadores de presión ubicados cada uno en la línea de salida de gases de reacción y en la línea de venteo a la atmósfera del tanque de ALC. (PI-1 y PI-2)

2.1.4.4. Válvula de seguridad

Válvula instalada para evitar una posible sobre presión del sistema. (V-12)

2.1.4.5. Válvulas de cheque

Válvulas instaladas en las líneas de suministro de aire, nitrógeno, y ALC con el fin de evitar un posible reflujo de las corrientes de aire, nitrógeno y ALC.(Cv-1, Cv-2 y Cv-3)

2.1.4.6. Filtro

Instalado en la línea de descarga del producto, con el fin de evitar el taponamiento de la línea de descarga del producto durante la prueba de hermeticidad. (F-1)

2.1.4.7. Cinta de calentamiento

Esta cinta se encuentra ubicada en la línea de descarga del producto para evitar el enfriamiento de la brea viscorreducida oxidada durante la operación de descarga.

Las características y especificaciones de cada uno de los equipos e instrumentos utilizados para el montaje se presentan en el anexo B.

En la figura 8, se presenta el montaje de la planta de oxidación de breas viscorreducidas.

2.2. DESCRIPCION GENERAL DEL FUNCIONAMIENTO DE LA PLANTA DE OXIDACION DE BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II.

2.2.1. Sección de carga

El material a cargar en la unidad consiste de una brea viscorreducida de la VR II de un corte ≥ 400 °C + con un punto de inflamación de 367 °C y de un catalizador que puede ser el carbonato de calcio o de sodio en proporciones previamente definidas. La brea en estado sólido y totalmente triturada, es mezclada con el catalizador y la mezcla es adicionada al reactor de forma manual.

2.2.2. Sección de reacción

Una vez adicionada la mezcla en el reactor R-1 se somete a calentamiento y agitación con N₂ burbujeado hasta alcanzar una temperatura de 120°C. Posteriormente se inyecta aire al reactor a una presión de 20 psi y un flujo de 92,3 mL/min hasta alcanzar una temperatura de 240°C y se da inicio a la reacción de oxidación. Durante el transcurso de la reacción se hace monitoreo continuo de temperatura y presión en el sistema.

2.2.3. Sección de descarga

Finalizada la reacción de a las condiciones previas establecidas, se detiene el la inyección de aire y el producto obtenido (brea viscorreducida oxidada) se descarga del reactor presurizando con inyección de nitrógeno hasta alcanzar una presión de 20 psi en el reactor y se recibe en un recipiente metálico.

2.2.4. Sección de limpieza

Con el fin de remover las trazas de brea viscoreducida oxidada que no pudieron ser retiradas durante la descarga del producto Se suministra ALC al reactor hasta llenarlo y posteriormente se descarga de la misma manera como se realizo la descarga del producto. Esta operación de limpieza se repite hasta cuando por el conducto de descarga solo se evacue ALC. Posteriormente se utiliza un churrusco con el fin de retirar la brea viscoreducida que se haya adherido al reactor y que no haya podido ser retirada durante la limpieza con ALC.

2.3. MATERIA PRIMA

Para la realización del proceso experimental del proyecto de investigación se trabajo usando como materia prima el asfalto Barranca 70/90 de GCB y brea viscoreducida de la VR II. Para información mas detallada ver anexo B.

Tabla 1. Caracterización fisicoquímica del asfalto barranca 70/90 de GCB

Ensayos	Asfalto Barranca 70/90
Asfalto original	
Penetración a 4°C, 200g, 60s (1/10 mm)	22
Penetración a 25°C, 100g, 5s (1/10 mm)	77
Penetración a 40°C, 50g, 5s (1/10 mm)	363
Viscosidad a 60°C (Poises)	1560.63
Viscosidad a 135°C (cSt)	252.33
Ductilidad a 25°C (cm)	>100
Punto de ablandamiento (°C)	45.9
Solubilidad en tricloroetileno (%peso)	99.7
Peso específico	1.0018
Contenido de ceras método DIN (%peso)	1.30
Contenido de agua (%)	0.0
Punto de Chispa (°C)	295
Pérdida de masa, RTFOT (%)	0.074
RTFO	
Viscosidad a 60°C	2891.64
Punto de ablandamiento (°C)	50.1
Penetración a 25°C	50
PAV	
Penetración a 25°C	30

Tabla 2. Caracterización fisicoquímica de los fondos viscorreducidos del día 11/06/04. Corte de 364.7°C +

Análisis	Unidad	Fondos 364.7°C+
Penetración a 25 gr c (100 g)	mm/10	25
Penetración a 30 gr c (200 g, 60 s)	mm/10	NR
Penetración a 40 gr c (200 g, 60 s)	mm/10	NR
Densidad a 15°C	Gr/ml	1.0585
Ip (Fórmula Arenas H.)		-2.50
Punto de inflamación	°C	151
Punto de ablandamiento	°C	50
Temperatura de agrietamiento	°C	NR
Saturados	% Peso	8.4
Aromáticos	% Peso	35.9
Resinas	% Peso	27.4
Asfáltenos	% Peso	24.4
Is		5.39

2.4. CARACTERÍSTICAS DE LOS CATALIZADORES

Durante la experimentación se utilizaron como catalizadores Carbonato de sodio y carbonato de calcio los cuales tienen las siguientes características:

2.4.1. Carbonato de Calcio CaCO_3 .

Es llamado también Calcita, Mármol, Aragonita, Piedra caliza, Sal de calcio del ácido carbónico. Con pH entre 8-9 (solución acuosa). Tiene forma de polvo blanco o cristales incoloros, inodoros e insípidos. Se descompone en un rango de 825-1339°C, es Moderadamente soluble en agua (1-2 mg/100 ml). Soluble en ácidos diluidos y cloruro de amonio. Posee una gravedad específica igual a 2,7 – 2,95 a 20°C. Estable bajo condiciones normales.

2.4.2. Carbonato De Sodio Na_2CO_3 .

Es llamado también Soda calcinada, Ceniza de sosa, Soda ASH, Carbonato sódico, Sesquicarbonato sódico, Sosa de Cocer, Sosa carbonatada. Con pH: de 11,6 (Solución acuosa al 1%). Tiene forma de polvo cristalino blanco sin olor, su punto de fusión es de 851°C, es soluble en agua y glicerina, y insoluble en alcohol. Posee una gravedad específica igual a 2,5 a 20 °C. Es estable bajo condiciones normales.

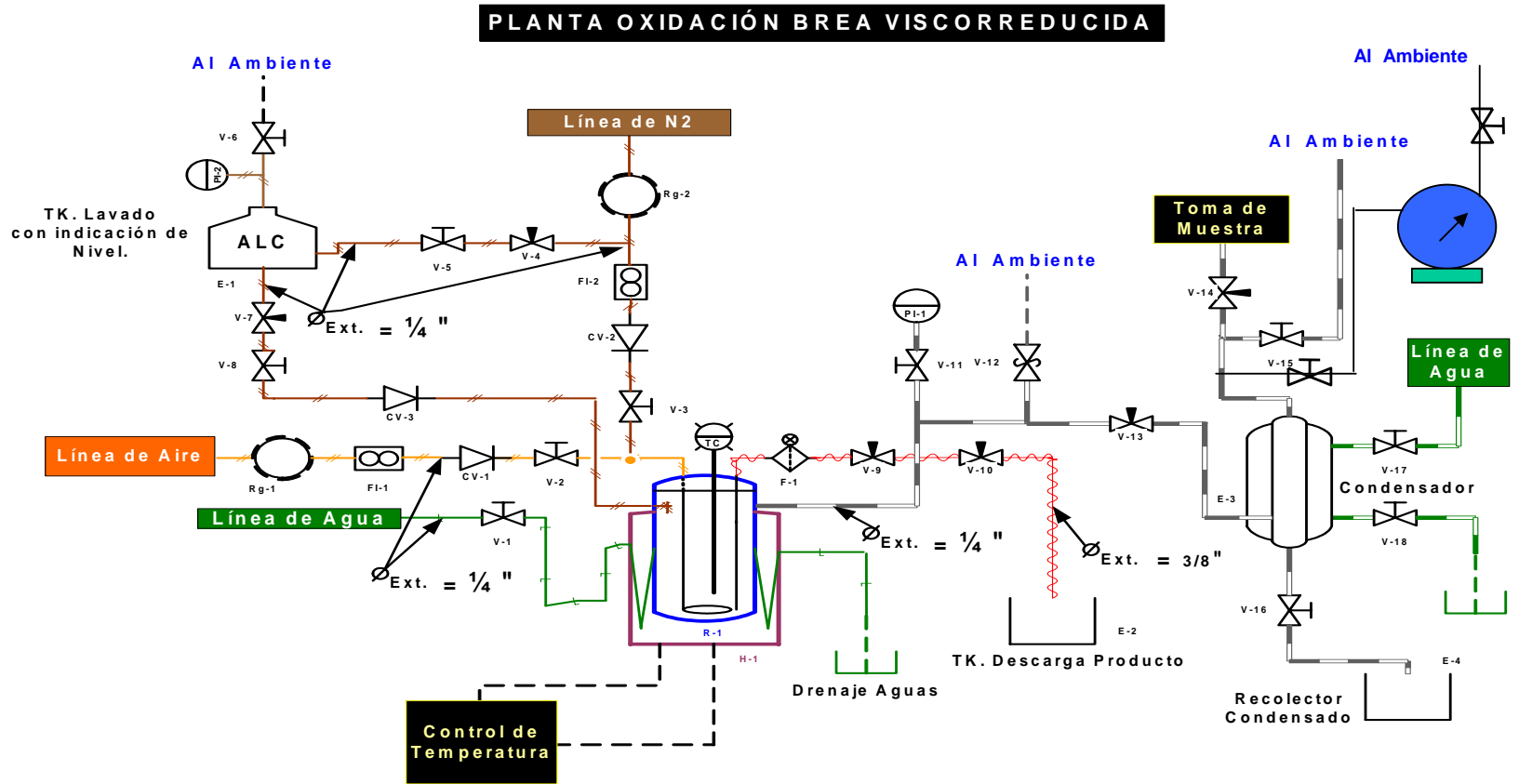


Figura 8.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se presenta las diferentes etapas seguidas durante el desarrollo experimental para alcanzar los objetivos de este trabajo de grado.

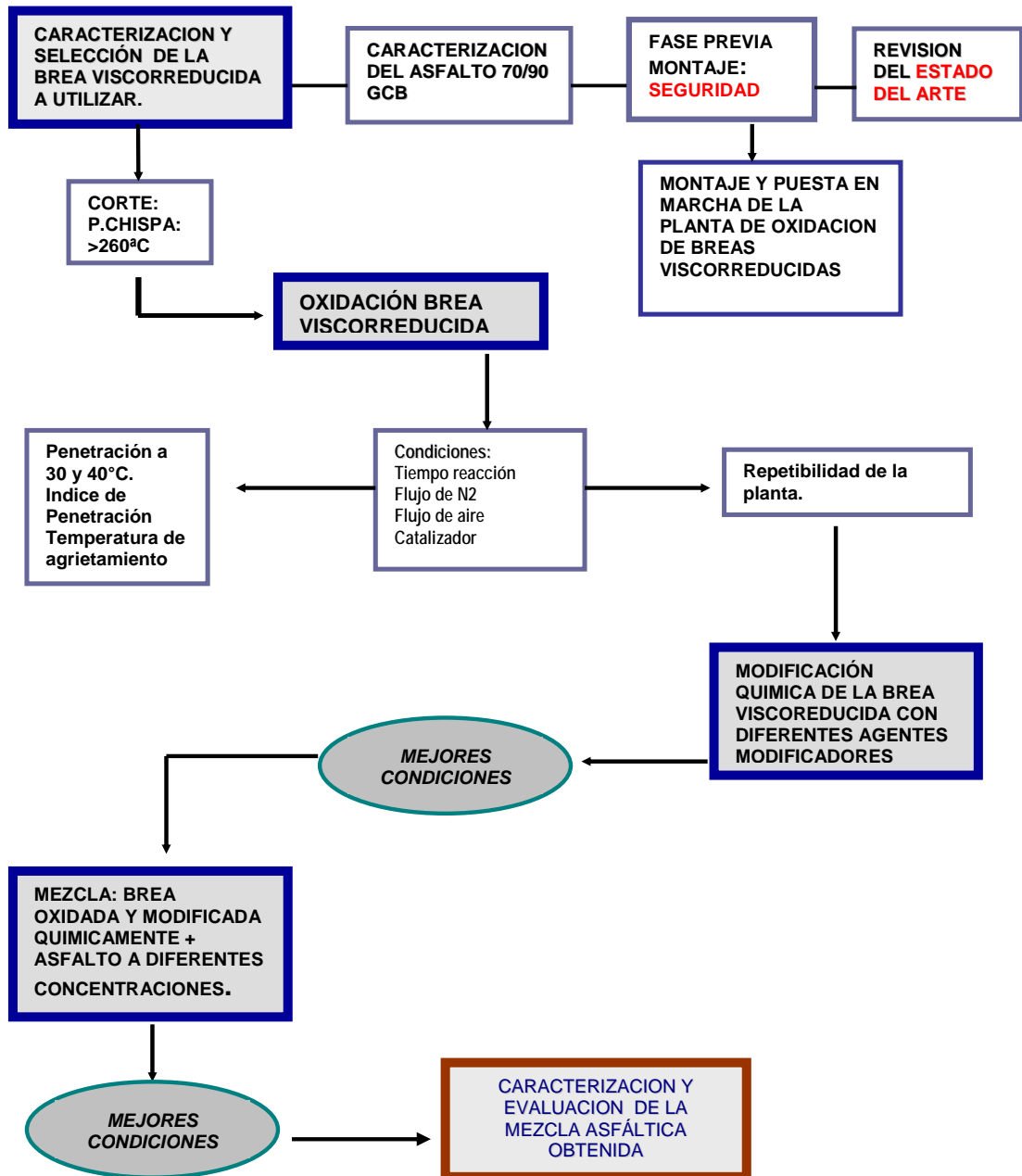


Figura 9. Diagrama de bloques de la oxidación y modificación química de la brea viscoreducida para ser utilizada como componente de un asfalto modificado.

Durante la fase previa al montaje de la planta de oxidación de breas viscoreducidas, se realizó un análisis de trabajo seguro ATS (Ver anexo C, segunda parte), cuyo propósito es conocer y entender los posibles peligros que se presentan en la instalación y puesta en marcha de la planta, así como también los procedimientos de emergencia en caso de que se presente alguna falla en el equipo o la operación del mismo. Posterior a este análisis de trabajo seguro, se hicieron los respectivos arreglos en la instalación con el fin de poder controlar y evitar cada uno de los peligros analizados.

Adicionalmente se realizó un manual de operaciones (Anexo C), el cual fue hecho para suministrar al personal de operaciones de la planta de Oxidación de breas viscoreducidas, la información básica e instrucciones necesarias para lograr un manejo eficiente y seguro de la misma.

Después de haber realizado el montaje del equipo de oxidación se hicieron pruebas de hermeticidad en el sistema; para esto se cargó el reactor con agua y se llevó a una temperatura de 100°C, posteriormente se inyectó aire y se llevó a una presión de 40 psi. Se dejó el sistema presurizado por un periodo de 1 hora, y se comprobó si había fugas utilizando una solución jabonosa. Habiendo detectado y corregido las fugas del equipo se llevaron a cabo otras pruebas con brea viscoreducida para determinar el buen funcionamiento del equipo. En el anexo E-3 se presenta el procedimiento más detallado de la prueba de hermeticidad.

Después de comprobar el buen funcionamiento de la planta, se llevó a cabo la calibración de los rotámetros utilizados para la regulación del flujo de aire y nitrógeno y obtener así una escala en L/min. En las tablas 3 y 4 se muestran los resultados de la calibración

Tabla 3. Calibración del Rotámetro para flujo de aire.

Escala	Flujo mL/min
0	11,6
5	13,3
10	15
15	19,7
20	25,5
25	31
30	38,95
35	44,2
40	49,7
45	54,2
50	60

Tabla 4. Calibración del Rotámetro para flujo de nitrógeno

Escala	Flujo mL/min
0	1000
1	1400
2	2000
3	2200
4	2660
5	3080
6	3560
7	4040
8	4500
9	4900
10	5240
11	5760
12	6240

Durante la experimentación se llevaron a cabo las siguientes etapas:

1. Caracterización y selección de los fondos viscorreducidos a utilizar durante la experimentación.
2. Corridas exploratorias para establecer las mejores condiciones de operación para la oxidación de la brea viscorreducida de la VR II.
3. Evaluación de la repetibilidad de la planta.. Modificación química de la brea viscorreducida oxidada a las mejores condiciones de operación con diferentes agentes modificadores.
4. Mezcla de la brea viscorreducida oxidada y modificada químicamente en diferentes proporciones con el asfalto barranca 70/90 previamente caracterizado.
5. Caracterización del producto obtenido.

Para la primera etapa de la experimentación, se realizaron dos cortes adicionales a los fondos viscorreducidos originales (brea viscorreducida corte 364,7°C+) debido a que estos presentaban un punto de chispa muy bajo y no permitían realizar la oxidación dentro de unas condiciones de temperatura seguras. Ambos cortes (400 y 450°C+), presentaron puntos de chispa adecuados para llevar a cabo el proceso de oxidación de la brea viscorreducida. Entre los dos cortes, se seleccionó el de 400°C + con el objetivo de no trabajar con una carga más dura, ya que en sí el corte original (364,7°C+) del cual se partió presentaba un valor de penetración bastante bajo.

Una vez escogidos los fondos viscorreducidos a utilizar para el proceso de oxidación, se dió paso a la segunda etapa donde se realizaron corridas exploratorias con el fin de determinar las mejores condiciones para la oxidación de esta carga (brea Viscoreducida 400°C+): Flujo de aire, flujo de nitrógeno, tiempo de reacción y tipo de catalizador. La temperatura y el porcentaje de catalizador fueron establecidos en base a la recopilación bibliográfica hecha para este trabajo de grado. A todos los productos obtenidos en la oxidación se les evaluó temperatura de agrietamiento y penetración a 30°C y 40°C, ya que el fondo viscorreducido escogido para la

oxidación (400°C+) presentaba una penetración de cero a 25°C y no permitía observar cambio alguno en esta propiedad. También se calculó el índice de penetración para todos los productos oxidados, este último fue hallado utilizando la fórmula que se encuentra presentada en el capítulo 1 numeral 1.2.7, en donde se halla el índice de penetración a partir de la penetración evaluada a dos temperaturas diferentes.

Las condiciones de operación establecidas en esta etapa, se pueden observar en la tabla 5.

Tabla 5. Condiciones de operación definidas en la segunda etapa.

Temperatura de Reacción °C	Catalizador 1 % wt	Tiempo de Reacción Horas	Flujo de aire mL/min*kg de carga.	Flujo de N ₂ mL/min*kg de carga
240-260	CaCO ₃	1	92,3	3077

En la tercera etapa, se evaluó la repetibilidad de la planta realizando varias corridas a diferentes condiciones de operación.

Después de haber realizado las corridas a las condiciones de operación ya establecidas, se realizó la modificación química de la carga sin oxidar y del producto oxidado (cuarta etapa) con el objetivo de mejorar ciertas propiedades como la adherencia (resistencia al agua), y seguir mejorando la susceptibilidad térmica

Los agentes modificadores utilizados fueron los siguientes: WR- 157, Resina, Naftenato de Calcio y Elvaloy.

En la quinta etapa, se realizaron pruebas exploratorias para poder determinar el mejor porcentaje de brea viscorreducida 400°C+ oxidada y modificada para ser mezclada con el asfalto 70/90 de GCB.

Y ya para finalizar la experimentación se dió paso a la sexta etapa donde se caracterizó fisicoquímica y fisicomecánicamente el producto obtenido.

A todas las muestras se le midieron propiedades de acuerdo a las normas establecidas de penetración, punto de ablandamiento, pérdida de masa RTFOT, DP por DSR, temperatura de agrietamiento. Ver anexo E.

3.1. BALANCES DE MASA PARA LAS CORRIDAS DE OXIDACIÓN DE LA BREA VISCOREDUCIDA DE LA VR II

Para la obtención de los pesos de brea viscorreducida inicial, catalizador, brea viscorreducida oxidada, agua formada (condensado), se utilizó una balanza marca ROTTLE TOLEDO PG802-S, con exactitud de 0,01g.

La cantidad de aire se determinó multiplicando el flujo de aire (mL/min) por el tiempo de oxidación y este resultado se multiplicó por la densidad del aire a las condiciones promedio de trabajo T=25°C y P= 680 mm de Hg (piedecuesta).

Después para conocerse la cantidad de oxígeno que entró al reactor se multiplicó la cantidad de aire anteriormente determinada por 0,2329, que es la fracción en peso que hay en el aire.

Para calcular la cantidad total de nitrógeno que entró al reactor se determinó tanto la cantidad de nitrógeno que viene con el aire como la cantidad de nitrógeno que se utilizó para la agitación. La cantidad de nitrógeno que viene con el aire utilizado para la oxidación se halló multiplicando la cantidad de aire determinada anteriormente por 0,7670 que es la fracción en peso de nitrógeno que hay en el aire.

Y la cantidad de nitrógeno utilizada para agitación, se calculó multiplicando el flujo de nitrógeno (mL/min) por el tiempo de oxidación y este resultado se multiplicó por la densidad del nitrógeno a las condiciones promedio de trabajo $T=25^{\circ}\text{C}$ y $P= 680$ mm de Hg (piedecuesta).

El agua formada por la reacción de oxidación (condensado) se recogió en un bureta de 50 mL de capacidad. La cantidad de gases no condensables (gases de reacción) se hicieron pasar por un medidor de flujo RITTER, el cual registró el valor en litros a lo largo de las corridas.

Se tomó muestras de gases a diferentes corridas durante proceso de oxidación de la brea viscorreducida con el fin de realizar el correspondiente balance de masa.

Tabla 6. Balance de masa para la oxidación de la brea viscorreducida. Corrida 9

COMPONENTE	ENTRA	SALE	%
Brea VR inicial (gr)	650		
Catalizador (gr)	6,5		
Oxígeno (gr)	1,01		
Nitrógeno (gr)	143,22	143,22	
Brea viscoreducida oxidada		648,29	98,60
Condensado		1,07	0,16
Gases de reacción		0,81	0,12
Perdidas (gr)		7,34	1,12
Total (gr)	800,73	800,73	
Total sin N2 (gr)	657,51	657,51	100

Tabla 7. Balance de masa para la oxidación de la brea viscorreducida. Corrida 11

COMPONENTE	ENTRA	SALE	%
Brea VR inicial (gr)	650		
Catalizador (gr)	6,5		
Oxígeno (gr)	1,01		
Nitrógeno (gr)	143,22	143,22	
Brea viscoreducida oxidada		645,69	98,20
Condensado		0,47	0,07
Gases de reacción		0,94	0,14
Perdidas (gr)		10,40	1,58
Total (gr)	800,73	800,73	
Total sin N2 (gr)	657,51	657,51	100

Tabla 8. Balance de masa. Corrida 4

COMPONENTE	ENTRA	SALE	%
Brea VR inicial (gr)	650		
Catalizador (gr)	6,5		
Oxígeno (gr)	0		
Nitrógeno (gr)	139,90	139,90	
Brea viscoreducida oxidada		649,26	98,90
Condensado		0	0
Gases de reacción		0	0
Perdidas (gr)		7,24	1,10
Total (gr)	796,40	796,40	
Total sin N2 (gr)	656,50	656,50	100

La cantidad de oxígeno a la salida se calculó multiplicando la masa total de gases a la salida por la fracción en peso de oxígeno que se encuentra en esos gases. Entonces el oxígeno consumido (gr) durante la reacción de oxidación es la diferencia entre el oxígeno que entra y el oxígeno que sale durante el proceso. En la tabla 9 se registran los resultados de estos cálculos.

Tabla 9. Calculo del oxígeno consumido durante la corrida 9 y corrida 11

CALCULO DE EL OXIGENO CONSUMIDO. Corrida 9		
Masa de O ₂ a la entrada	Gramos	1,01
Masa de O ₂ a la salida	Gramos	0,73
O ₂ consumido	Gramos	0,28
O ₂ consumido	%	27,58
CALCULO DE EL OXIGENO CONSUMIDO. Corrida 11		
Masa de O ₂ a la entrada	Gramos	1,01
Masa de O ₂ a la salida	Gramos	0,78
O ₂ consumido	Gramos	0,22
O ₂ consumido	%	22,61

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos durante la oxidación catalítica de la breca viscorreducida de la VR11 con oxígeno del aire y nitrógeno, así como también los resultados obtenidos de la modificación de ésta breca con cuatro agentes modificadores diferentes y su mezcla con el asfalto 70/90. Es de notar que no existen trabajos anteriores publicados en la literatura sobre la oxidación de este tipo de fondos (productos de viscorreducción a partir de fondos demex) a nivel semipiloto ni a nivel industrial.

4.1. CARACTERIZACIÓN Y SELECCIÓN DE LOS FONDOS VISCORREDUCIDOS A UTILIZAR DURANTE LA EXPERIMENTACIÓN.

Inicialmente se pensó en trabajar con unos fondos procedentes de un proceso de viscorreducción de fondos Demex. La caracterización físicoquímica de estos fondos viscorreducidos se encuentran en la siguiente tabla 10.

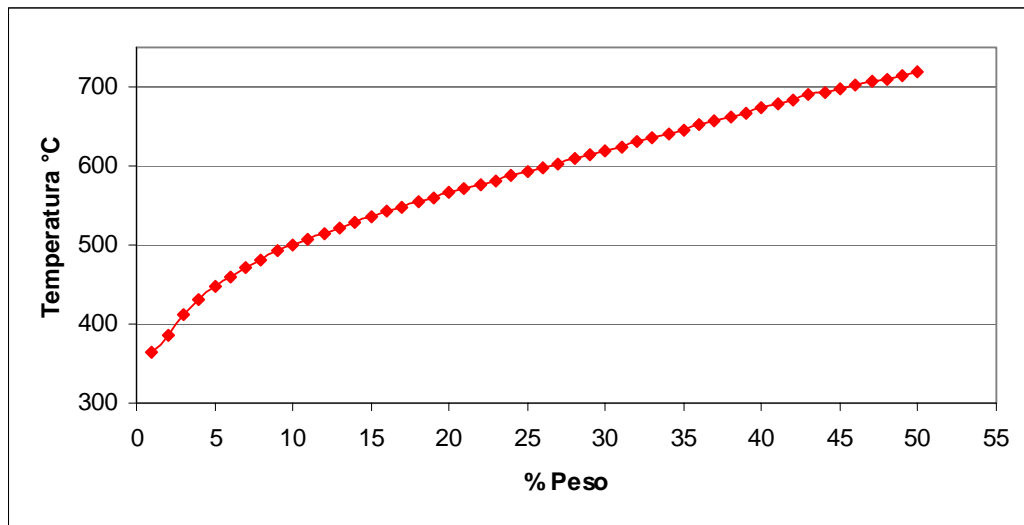
Tabla 10. Caracterización físicoquímica de los fondos viscorreducidos del día 11/06/04. Corte de 364.7 °C + y corte 400°C+

Análisis	Unidad	Fondos 364.7°C+	Fondos 400°C+
Penetración a 25 gr c (100 g)	mm/10	25	0
Penetración a 30 gr c (200 g , 60 s)	mm/10	NR	8
Penetración a 40 gr c (200 g, 60 s)	mm/10	NR	17
Densidad a 15°C	Gr/ml	1.0585	NR
Ip (Fórmula Arenas H.)		-2.50	1.38
Punto de inflamación	°C	151	367
Punto de ablandamiento	°C	50	94
Temperatura de agrietamiento	°C	NR	12
Análisis Sara			
Saturados	% Peso	8.4	6.5
Aromáticos	% Peso	35.9	35.4
Resinas	% Peso	27.4	25.9
Asfáltenos	% Peso	24.4	32.2
Is		5.39	6.25

Tabla 11. Datos destilación simulada fondos viscoreducidos del día 11/06/04. Corte 364.7°C+

% Peso	T °C	% Peso	T °C	% Peso	T °C
IBP	364,7	17%	554,9	34%	645,9
1%	386,2	18%	560,6	35%	651,3
2%	412,9	19%	566,2	36%	656,1
3%	431	20%	571,5	37%	661,7
4%	446,8	21%	576,8	38%	667,8
5%	460,2	22%	582,1	39%	673,2
6%	471,6	23%	587,4	40%	678,9
7%	481,8	24%	592,7	41%	684,4
8%	491,7	25%	598	42%	689,3
9%	500,3	26%	603,2	43%	693,7
10%	507,8	27%	608,5	44%	698,4
11%	515,2	28%	613,8	45%	702,5
12%	522,3	29%	619,3	46%	706,3
13%	529,3	30%	624,8	47%	710,4
14%	536	31%	630,1	48%	714,3
15%	542,3	32%	635,2	49%	718,1
16%	548,6	33%	640,5	% Recuperado(peso)	

Figura 10. Destilación simulada fondos viscoreducidos del día 11/06/04. Corte 364.7°C+



Como se puede observar en la destilación simulada presentada en la figura anterior, los fondos viscoreducidos del día 11/06/04 son de un corte de 364,7°C+ y según lo que se muestra en el tabla 10, estos fondos, se caracterizan por tener un alto contenido de asfaltenos (24,4%) lo que se ve reflejado en su penetración (25 mm/10) y además por presentar un bajo contenido de saturados (8,4%).

Partiendo del hecho, que estos fondos se evalúan como un asfalto, se observa un índice de penetración (IP) en la carga de -2,5, que indica un estado coloidal tipo sol, y se traduce en una carga con una muy alta susceptibilidad térmica.

Como el proceso de oxidación de la breña viscoreducida se llevó a cabo en un rango de temperaturas entre (240-260°C) y el punto de inflamación de esta carga (fondos viscoreducidos del día 11/06/04, Corte de 364,7 °C +) era de 151°C, se hizo necesario realizar dos cortes adicionales; uno de 400 °C+ obteniendo una breña con un punto de chispa de 367°C. Y otro de 450°C+ obteniéndose una breña con un punto de chispa de 379°C..

Ambos cortes (400 y 450 °C+), presentaron puntos de chispa seguros para llevar a cabo el proceso de oxidación de la breña viscoreducida. Sin embargo se escogió el corte de 400°C+ para no trabajar una carga más dura.

Con este corte se llevó a cabo el correspondiente proceso de oxidación y posterior modificación y mezcla con asfalto para obtener un producto dentro de especificaciones. Las características de los fondos viscoreducidos del corte de 400°C+ se encuentran también reportados en la tabla 10.

Si evaluamos estos fondos como un asfalto, y si los comparamos con los fondos originales (364,7°C +) en cuanto a propiedades físicas observamos que este corte se caracteriza por ser mas duro, ya que su penetración es igual a cero 1/10 mm a 25°C. Posee un IP de 1.38 lo que indica que esta carga tiene un comportamiento tipo gel, donde la susceptibilidad térmica es baja.

En cuanto al análisis SARA, este corte (400°C+) al igual que los fondos originales, mostró un bajo contenido de saturados (6,5%), El contenido de resinas tuvo una leve disminución pues vario de 27,4% a 25,9%. mientras que el porcentaje de asfáltenos tendió a aumentar pues su valor se incrementó de 27,4% a 32,2% lo que se ve reflejado en la dureza de estos fondos (penetración de cero 1/10 mm a 25°C). En cuanto al contenido de aromáticos prácticamente permaneció igual pues de 35,9% cambió a 35,4%.

4.2. ESTABLECIMIENTO DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN PARA LA OXIDACIÓN DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II.

Una vez escogidos los fondos viscoreducidos a utilizar para el proceso de oxidación bajo el criterio de seguridad (anexo C.) se realizaron corridas exploratorias con el fin de determinar las mejores condiciones de oxidación de esta carga. (Brea Viscoreducida 400°C+). Los datos correspondientes a las corridas exploratorias son reportados en el anexo D.

Por último y para finalizar la etapa de corridas exploratorias, se realizaron pruebas oxidando Asfalto 70/90 (corridas 13, 14, 15 y 17), con el fin de confrontar los resultados obtenidos en las pruebas exploratorias hechas para la brea viscoreducida 400°C+. Los datos correspondientes a estas corridas también son reportados en el anexo D.

Dentro de todas estas corridas exploratorias, se realizaron dos pruebas (corridas 4 y 17) en las que no se utilizó aire ni catalizador, sino solo nitrógeno, con el fin de observar las características del producto obtenido cuando se somete tanto la brea viscoreducida 400 °C + como el asfalto 70/90 de GCB a un simple calentamiento durante un tiempo de 4 y 1 hora respectivamente.

Las corridas exploratorias se realizaron con los siguientes objetivos:

- Evaluar la carga cuando es sometida a un simple calentamiento en presencia de nitrógeno.
- Evaluar el impacto del tiempo de reacción.
- Evaluar el impacto del flujo de nitrógeno.
- Evaluar el impacto del flujo de aire.
- Evaluar el impacto del catalizador

4.2.1. Evaluación de la carga cuando es sometida a un simple calentamiento en presencia de nitrógeno.

En la tabla 12 se encuentran reportados los datos de las corridas escogidas para evaluar la carga cuando es sometida a un simple calentamiento en presencia de nitrógeno.

Tabla 12. Datos para evaluación de la carga cuando es sometida a simple calentamiento en presencia de nitrógeno.

Corrida N°	Catalizador 1%w	Flujo de N2 mL/min*kg	Flujo de Aire mL/min*kg	Pen a 30 °C 1/10 mm	Pen a 40 °C 1/10 mm	IP (arenas)	T. A °C
carga	-	-	-	8	17	1.38	12
3	Na2CO3	5907,69	39,23	7	13	2,8	14,5
4	-	3077	0	3	7	0.56	18

Estas corridas se llevaron a cabo en un tiempo de 4 horas.

En la tabla anterior se puede observar que el producto obtenido de la corrida 4, la cual fue hecha utilizando solamente nitrógeno, es más duro comparado con el que se obtiene en la corrida 3, puesto que su valor de penetración tanto a 30 ° C como 40 ° C es menor (3 mm/10 y 7 mm/10), con respecto al valor de penetración obtenido en la corrida 3 (7 mm/10 y 13 mm/10).

Es posible que éste endurecimiento se deba al simple hecho de que la carga se encuentra sometida a un calentamiento a alta temperatura y por consiguiente se remueven algunas fracciones de volátiles traduciéndose esto en un endurecimiento de la carga.

Por otro lado, si observamos el IP obtenido en esta prueba (corrida 4), el cual tiene un valor de 0,56, y si evaluamos este producto como un asfalto, vemos que es más susceptible a la temperatura y se encuentra en un estado sol-gel, a diferencia de la carga sin oxidar y del producto obtenido en la corrida 3 donde la tendencia es al estado gel, lo cual indica menos susceptibilidad térmica.

En cuanto a la temperatura de agrietamiento, si se comparan las corridas 3 y 4 con respecto a la carga original, se puede observar que en la corrida 4 hubo un mayor incremento en esta temperatura lo que indica que el producto se vuelve más quebradizo con solo realizar un calentamiento es decir la temperatura de agrietamiento se ve más afectada cuando se lleva a cabo un calentamiento y sin realizar oxidación.

De lo anterior se puede concluir que es importante garantizar una oxidación adecuada, ya que sin utilizar oxígeno y con un simple calentamiento se obtiene un producto más duro pero con mayor susceptibilidad térmica. Es decir que el hecho que se obtenga un producto con bajas penetraciones no es sinónimo que el producto se halla oxidado.

4.2.2. Selección del tiempo de reacción

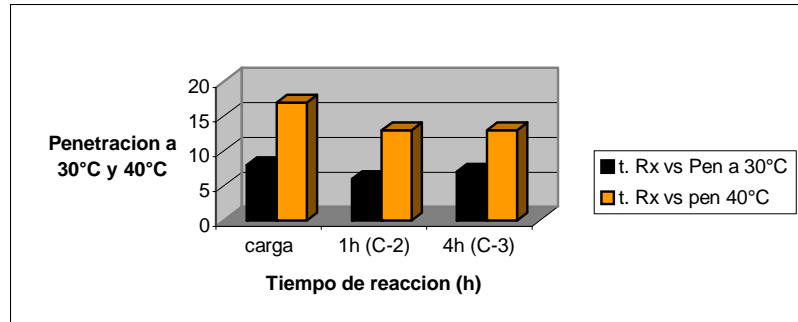
En la tabla 13 se encuentran reportados los datos de las corridas escogidas para la selección del tiempo de reacción.

Tabla 13. Datos para selección del tiempo de reacción

Corrida N°	Flujo N2 mL/min*kg	Flujo Aire mL/min*kg	Tiempo Reacción h	Pen 30 °C 1/10 mm	Pen 40 °C 1/10 mm	IP	T.A °C
Carga	-	-	-	8	17	1,38	12
2	3077	23,07	1	6	13	1,2	14
3	5907,69	39,23	4	7	13	2,8	14,75

Como se muestra en la tabla 13 y en la figura 11, en la corrida 2 (C-2) y en la corrida 3 (C-3) donde se varió el flujo de aire y tiempo de oxidación se observa que el cambio en la penetración tanto a 30°C como a 40°C con respecto a la carga original es básicamente el mismo para las dos corridas, lo que demuestra que el tiempo de reacción no es una variable muy influyente en los resultados, ya que variando el flujo de aire y con solo una hora se obtienen los mismos resultados.

Figura 11. Selección del tiempo de reacción (Comparando las C-2 y C-3).



4.2.3. Selección del flujo de nitrógeno

En la tabla 14 se encuentran reportados los datos de las corridas escogidas para la selección del tiempo de reacción.

Tabla 14. Datos para selección flujo de nitrógeno (comparando corridas C-2 y C-6)

Corrida N°	Flujo de Nitrógeno mL/min*kg	Penetración a 30 °C 1/10 mm	Penetración a 40 °C 1/10 mm	IP	T.A. °C
Carga	-	8	17	1,38	12
2	3077	6	13	1,2	14
6	0	4	11	-0,62	13

Estas corridas se realizaron utilizando las siguientes condiciones de operación:

Tiempo de reacción: 1 hora

Catalizador: carbonato de sodio

Flujo de aire: 23,07 mL/min*kg

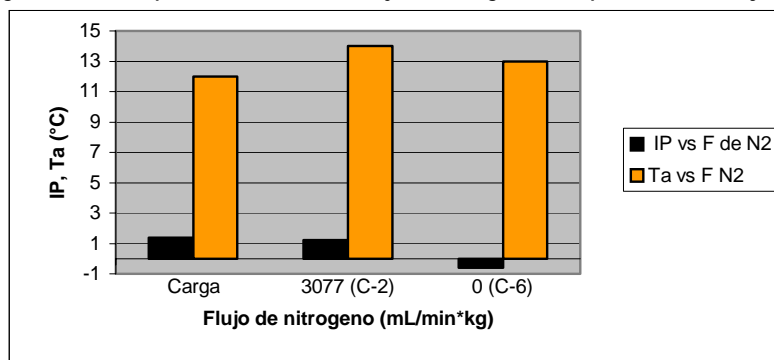
En el tabla 14 se observa que en la corrida 6 donde no se utilizó nitrógeno, se vio afectada de manera negativa la susceptibilidad térmica del producto obtenido, esto puede constatarse claramente si se comparan los IP del producto de la corrida 6 con la carga sin oxidar (-0,62 vs. 1,38 respectivamente).

Por otro lado, puede también observarse de acuerdo a los IP, que la susceptibilidad térmica del producto obtenido en la corrida 2 donde se utiliza nitrógeno, aunque no se mejora con respecto a la de la carga sin oxidar, se mantiene en el estado gel donde la susceptibilidad térmica aún es baja.

Posiblemente se deba a que con el flujo de nitrógeno se obtiene una mayor agitación y de esta manera se homogeniza la carga reaccionante, logrando así una oxidación mas efectiva y leve que es uno de los objetivos de este trabajo de grado.

Por otro lado se puede observar que en las corridas 2 y 6 aumentó la temperatura de agrietamiento con respecto a la carga original, pero este cambio no fue significativo, así como tampoco lo fue la diferencia entre el resultado de la corrida 2 y el resultado de la corrida 6. En la figura 12, se pueden apreciar con más claridad los resultados presentados en la tabla 14.

Figura 12. Datos para la selección del flujo de nitrógeno (comparando las C-2 y C-6).



Aunque el flujo de nitrógeno parece ser favorable para la oxidación es importante tener en cuenta que cuando se utilizan flujos muy altos, se compromete la susceptibilidad térmica del producto. Lo anterior puede observarse en el tabla 15.

Tabla 15. Datos para la selección flujo nitrógeno. (Comparando C-7, C-8 y C-11)

Corrida N°	Flujo de Nitrógeno mL/min*kg	Penetración 30 °C 1/10 mm	Penetración 40 °C 1/10 mm	IP	T.A. °C
Carga	-	8	17	1,38	12
7	0	6	13	1,2	14,5
8	12000	4	14	-1,94	16
11	3077	3	6	1,98	18

Estas corridas se realizaron utilizando las siguientes condiciones de operación:

Tiempo de reacción: 1 hora

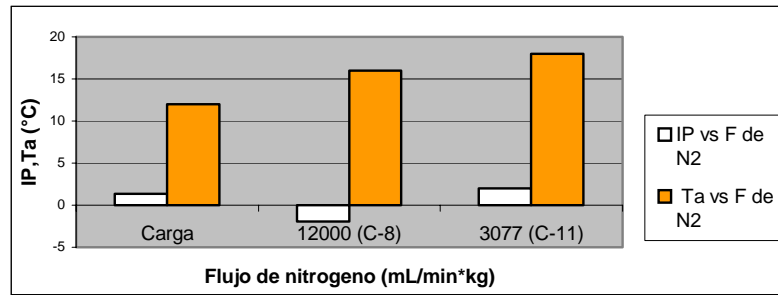
Catalizador: carbonato de Calcio

Flujo de aire: 92,3 mL/min*kg

Como se muestra en la tabla anterior, el producto de la corrida 8, el cual fue oxidado en presencia de un alto flujo de nitrógeno (12000 mL/min*kg) presento un IP de $-1,94$ que indica que la susceptibilidad térmica de este producto es alta. De manera similar ocurre con la temperatura de agrietamiento la cual cambia de un valor de 12°C cuando la carga no ha sido oxidada a un valor de 16°C cuando se ha oxidado con un alto flujo de nitrógeno.

Esto no sucede con la corrida 11, la cual se realizó con un flujo de nitrógeno de 3077 mL/min*kg, y con el mismo flujo de aire y catalizador usado en la corrida 8. En la tabla 15 se puede observar que el producto obtenido de esta corrida, tal como se esperaba, tuvo una baja susceptibilidad térmica (IP de 1,98) mejorando a la de la carga original (IP de 1,38), sin embargo la temperatura de agrietamiento aumento desmesuradamente ya que se obtuvo un valor de 18°C cuando se esperaba uno intermedio entre 14°C y 16°C . Estos resultados se pueden apreciar con más claridad en la figura 13.

Figura 13. Selección del flujo de nitrógeno (comparando C-8 y C-11)



4.2.4. Selección del flujo de aire

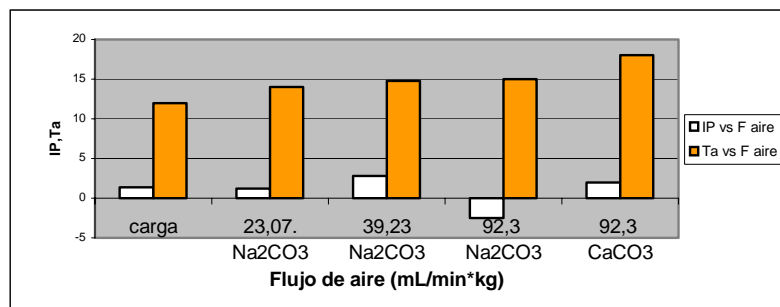
En la revisión del estado del arte realizada, se encontró que el flujo de aire utilizado para estos procesos de oxidación, cuando se utiliza como catalizador el carbonato de sodio o carbonato de calcio, esta entre 14,46 –25,38 (mL/min* kg de carga) de oxígeno, pero en este trabajo de grado se oxidó con aire, por lo tanto se utilizó un flujo mayor que es aproximadamente 92,3 (mL/min*kg de carga) para obtener el oxígeno necesario para la oxidación.

Se realizaron varias corridas donde se probaron diferentes flujos de aire y se observó que cuando se utiliza carbonato de sodio como catalizador, se necesitan flujos de aire más bajos a los flujos requeridos cuando se utiliza carbonato de calcio para no comprometer la susceptibilidad térmica del producto. En el siguiente tabla se muestran los resultados que confirman lo anteriormente expuesto y en la figura 14 se visualizan con mayor claridad el análisis descrito anteriormente.

Tabla 16. Datos para la selección del flujo de aire (Comparación de las corridas 2, 3, 9,11)

Corrida No	Catalizador	Tiempo reacción	Flujo Aire	Flujo N2	Penet A 30°C	Penet A 40°C	IP	T.A
FVR		0	0	0	8	17	1,38	12
2	Na ₂ CO ₃	1	23,07	3077	6	13	1,2	14
3	Na ₂ CO ₃	4	39,23	5907,69	7	13	2,8	14,75
9	Na ₂ CO ₃	1	92,3	3077	1	4	-2,52	15
11	CaCO ₃	1	92,3	3077	3	6	1,98	18

Figura 14. Selección flujo de aire (comparando las C-2, C-3, C-9 y C-11)



4.2.5. Selección del catalizador:

En la tabla 17 se presentan los datos de algunas corridas realizadas para la selección del catalizador:

Tabla 17. Datos para la selección del catalizador.(Comparación de las corridas 5 y 7)

Corrida No	Catalizador	Penetración A 30°C	Penetración A 40°C	IP	T.A.
carga	-	8	17	1,38	12
5	Na ₂ CO ₃	2	9	-2,97	13,5
7	CaCO ₃	6	13	1,2	14,5

Estas corridas se realizaron utilizando las siguientes condiciones de operación:

Tiempo de reacción: 1 hora

Flujo de aire: 92,3 mL/min*kg

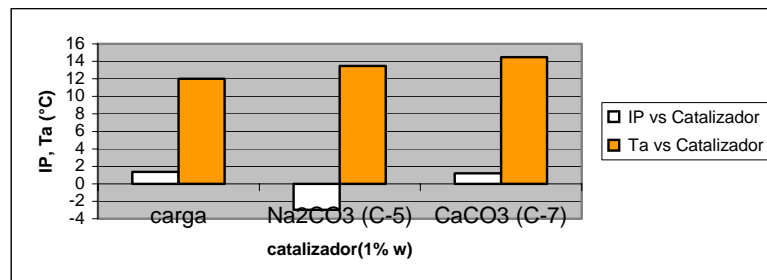
Flujo de nitrógeno: 0 mL/min*Kg

En la tabla anterior se puede observar que en la corrida 7 hecha con carbonato de calcio se obtuvo un producto con un IP de 1,2 que es menor al de la carga original la cual tiene un IP de 1,38, lo anterior muestra que aunque no mejoró la susceptibilidad térmica del producto obtenido, este se mantuvo en un estado coloidal tipo gel donde la susceptibilidad térmica aún es baja.

Por otro lado en la corrida 5 la cual se realizó en presencia de carbonato de sodio, se obtuvo un producto mucho más duro, tomando como referencia los valores de penetraciones observados en esta corrida: 2 mm/10 a 30°C y 9 mm/10 a 40 °C y a su vez un producto más susceptible a la temperatura con un IP de -2,97 comparado con el que posee la carga sin oxidar que es de 1,38.

Lo anterior demuestra que aunque la oxidación fue más severa en la corrida 5 no significa que se esté mejorando la susceptibilidad térmica del producto. En la figura 15 se puede visualizar con mayor claridad los datos presentados en la tabla 17.

Figura 15. Selección del catalizador (comparando C-5 y C-7)



Un comportamiento similar al anterior, se observa al comparar la corrida 11 y la corrida 9.

Tabla 18. Datos para la selección catalizador.(comparación de las corridas C-9 y 11)

Corrida No	Catalizador	Penetración a 30°C	Penetración a 40°C	IP	T.A
FVR	carga	8	17	1,38	12
9	Na ₂ CO ₃	1	4	-2,52	15
11	CaCO ₃	3	6	1,98	18

Estas corridas se realizaron utilizando las siguientes condiciones de operación:

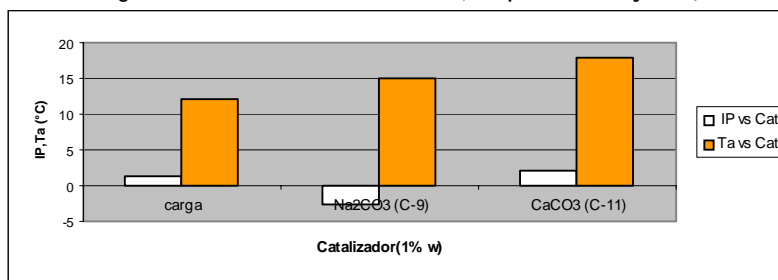
Tiempo de reacción: 1 hora

Flujo de aire: 92,3 mL/min*kg

Flujo de nitrógeno: 3077 mL/min*kg

En la tabla anterior se puede observar que cuando se utilizó el carbonato de calcio (corrida 11) se mejoró la susceptibilidad térmica del producto obtenido (IP de 1,98), mientras que al utilizar carbonato de sodio (corrida 9) se obtuvo un producto con mayor susceptibilidad a la temperatura (IP de -2,52). En cuanto a la temperatura de agrietamiento se muestra que ésta temperatura, fue mejor para la corrida 9 pues su valor fue de 15°C comparado con el de la corrida 11 donde tomó un valor de 18°C. En la figura 16 se ilustran los resultados reportados en el anexo anterior.

Figura 16. Selección del catalizador (comparando C-9 y C-11)



Para evaluar el efecto del catalizador, también se compararon las corridas hechas con asfalto 70/90. En la tabla 19 se presentan los resultados correspondientes a estas corridas.

Tabla 19. Corridas realizadas con asfalto 70/90 variando tipo de catalizador.

Corrida No	Catalizador 1 % w	Pen a 25°C 1/10 mm	P.A. °C	I.P	P. M. (%) RTFOT	Dp por DSR °C	T.A °C
asfalto	-	77	45,9	-1,24			-29
13	NaCO3	62	46,6	-1,64	0,162	64	-33
14	CaCO3	66	46,6	-1,43	0,154	64	-33,5
15	FeCl3	55	48,1	-1,45	0,247	64	-32
17-asfalto	-	70	46,5	-1,31	0,130		-30

Las corridas realizadas con asfalto 70/90 de GCB, fueron realizadas a las siguientes condiciones:

Tiempo de reacción: 1 hora

Flujo de Nitrógeno: 3077 mL/min*kg

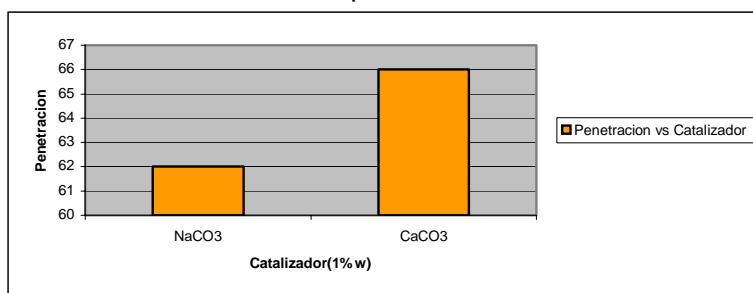
Flujo de aire: 92,3 mL/min*kg

En la corrida 17, no se utilizó aire, ni catalizador.

En la tabla anterior se puede observar que las corridas 13 y 14 realizadas en presencia de carbonato de Sodio y carbonato de calcio respectivamente, presentan el mismo punto de ablandamiento ($46,6^{\circ}\text{C}$), sin embargo el producto obtenido en la corrida 14 presentó un valor de penetración mayor (66 1/10mm), es decir un producto menos susceptible a la temperatura. En la figura 17, se ilustra la situación anterior.

En cuanto a la temperatura de agrietamiento se pudo observar que en esta corrida se obtiene el menor valor ($-33,75^{\circ}\text{C}$), lo que indica un mejor comportamiento a bajas temperaturas.

Figura 17. Penetración para un mismo punto de ablandamiento cuando se utiliza diferentes tipos de catalizador.



También se pudo observar que en la corrida 15 donde se utilizó el cloruro férrico como catalizador se observó que con este catalizador se realiza una oxidación más severa, (produce un asfalto más duro de penetración 55 mm/10 a 25°C) y no afecta en gran medida la susceptibilidad térmica del producto, pero tiene el problema que es altamente corrosivo siendo este el principal inconveniente para ser utilizado en este proceso, razón por la cual fue descartado.

En general, tanto el carbonato de sodio como el carbonato de calcio, presentaron buen comportamiento, aunque la reacción de oxidación cuando se utilizó este último, se caracterizó por formar más gases de reacción (anexo D-3). Por otro lado, se sabe que a nivel industrial el carbonato de calcio es mucho más económico y no tiene restricciones por estupefacientes. Por esta razón el catalizador seleccionado fue el carbonato de calcio.

De toda esta experimentación preliminar, se concluyó que las mejores condiciones para la oxidación de las breas viscoreducidas de un corte de $400^{\circ}\text{C}+$ son las siguientes:

Tabla 20. Condiciones de operación seleccionadas para la oxidación de la Brea Viscorreducida (Corte $400^{\circ}\text{C}+$)

Temperatura de Reacción $^{\circ}\text{C}$	Catalizador 1 % wt	Tiempo de Reacción Horas	Flujo de aire $\text{mL/min}\cdot\text{Kg}$.	Flujo de N_2 $\text{mL/min}\cdot\text{Kg}$
240-260	CaCO ₃	1	92,3	3077

4.2.6. Repetibilidad de la planta

Se realizaron dos corridas extras (corrida 24 y 26 repeticiones de la 9 y 11 respectivamente) con el fin de evaluar la repetibilidad de la planta. Tanto los resultados de estas corridas así como los perfiles de temperatura se encuentran reportados en la tabla 21 y en la figura 18 y 19.

Tabla 21. Datos corridas de repetibilidad de la planta de oxidación de breas viscorreducidas.

Corrida N°	Catalizador 1% w	Flujo N2 mL/min*kg	Flujo Aire mL/min*kg	Tiempo h	Pen. 30 °C 1/10 mm	Pen. 40 °C 1/10 mm	IP	T.A. °C
9-	Na ₂ CO ₃	3077	92,3	1	1	4	-2,52	15
24 Rep 9	Na ₂ CO ₃	3077	92,3	1	1	3	-1.14	15
11-12	CaCO ₃	3077	92.03	1	3	6	1,98	18
26 rept 11	CaCO ₃	3077	92,3	1	2	6	1.4	17,5

Figura 18. Perfiles de temperatura para las corridas de repetibilidad. Corrida 9

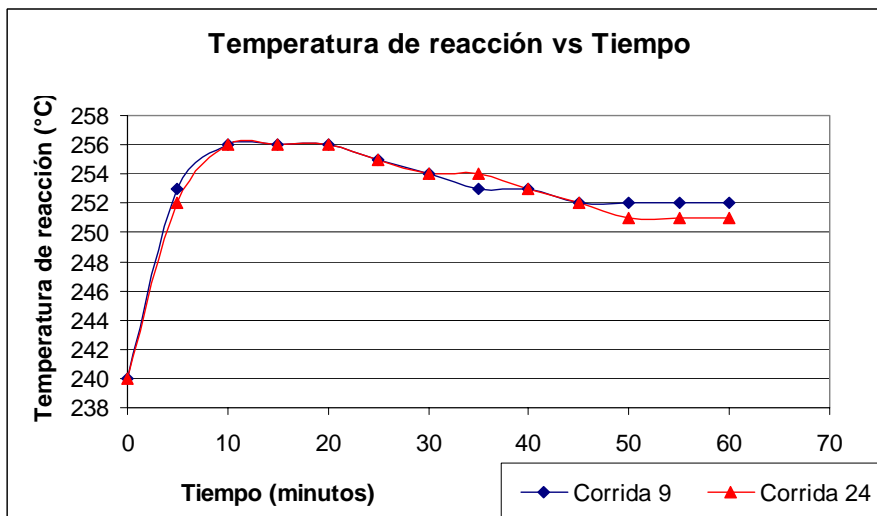
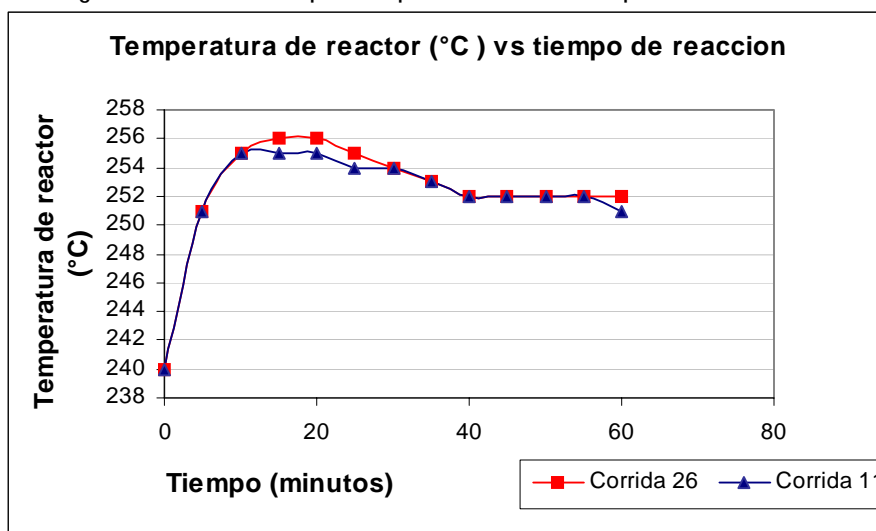


Figura 19. Perfiles de temperatura para las corridas de repetibilidad. Corrida 11



Con lo mostrado anteriormente, se comprobó que la planta repite y sus resultados son confiables.

4.2.7. Prueba mérito

Con el fin de determinar si el producto sufrió craqueo térmico y hubo alguna alteración de este durante la oxidación, se realizaron pruebas mérito a las diferentes corridas realizadas con fondos viscoreducidos (corte 400 °C+) y asfalto 70/90 de GCB, así como también a las respectivas cargas sin oxidar. Estos resultados se muestran en las siguientes figuras.

Figura 20. Resultados Prueba Mérito Brea VR

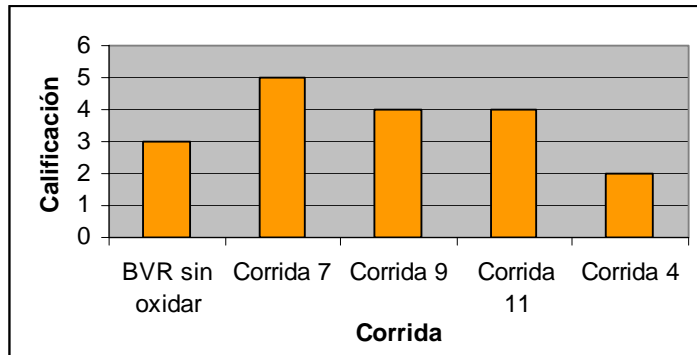
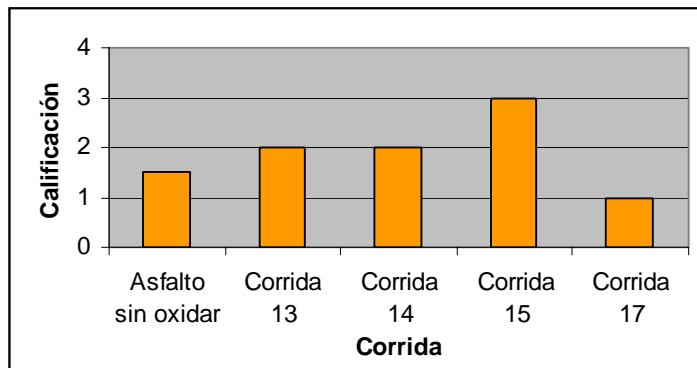


Figura 21. Resultados Prueba Mérito asfalto 70/90 de GCB.



Como se puede observar en las figuras 20 y 21, los resultados presentados por la prueba mérito muestran un producto no craqueado y coloidalmente estable, ya que todos tuvieron un valor inferior a siete. Lo anterior indica que a pesar del calentamiento y la oxidación no hubo daño en el producto y la operación se llevó a cabo en un rango de temperatura y flujo de aire adecuado.

Sin embargo, al comparar el resultado obtenido de la prueba mérito hecha a la brea viscoreducida sin oxidar con el obtenido en las corridas 7, 9 y 11, se pudo ver que el valor es mayor, lo que indica que la oxidación afecta la estabilidad de la carga. Un comportamiento igual al anterior, se presentó cuando se comparó los resultados obtenidos en las pruebas mérito realizadas para el asfalto 70/90 de GCB.

Por otro lado, se notó que tanto para la brea viscoreducida como para el asfalto 70/90 de GCB, la calificación obtenida para las cargas sometidas a un simple calentamiento (corrida 4 y 17) fue menor en comparación con las obtenidas para las cargas originales.

4.3. MODIFICACIÓN QUÍMICA DE LA BREA VISCORREDUCIDA Y MEZCLA CON EL ASFALTO 70-90 DE GCB.

Después de haber realizado las corridas exploratorias para determinar las mejores condiciones de oxidación de las breas viscorreducidas se realizó la modificación química del producto oxidado. Los agentes modificadores utilizados fueron los siguientes: WR- 157, resina, naftenato de calcio los cuales son desarrollados en el ICP y Elvaloy que es un producto comercial.

Las modificaciones se realizaron para la brea viscorreducida sin oxidar, la brea viscorreducida oxidada en la corrida 9 y la brea viscorreducida oxidada en la corrida 11.

Una vez realizadas las modificaciones respectivas con cada agente modificador, se mezcló la brea modificada, con el asfalto 70/90 de GCB en una proporción de 50/50, y se evaluaron las siguientes propiedades: pérdida de masa, DP por DSR, penetración a 25°C, punto de ablandamiento, índice de penetración (IP), adherencia (riedel weber) y temperatura de agrietamiento. Los resultados de estas modificaciones se presentan en el las siguientes tablas:

Tabla 22. Caracterización del producto brea viscorreducida, modificada y mezclada con el asfalto.

Prueba realizada	Modificaciones para la brea viscorreducida 400°C + sin oxidar					
	Asfalto 70/90	1	2	3	4	5 Blanco
Agente modificador	-	WR-157	Resina	Nafca	Elvaloy	-
Perdida de masa	0,0074	0,114	0,173	0,184	0,117	0,137
Dp por DSR °C	58	94	88		94	
Penetración a 25 °C	77	9	7	9	9	8
Punto de ablandamiento	45,9	68,3	69,3	68,4	71,1	68,9
Índice de penetración	-1,2	-0,75	-0,95	-0,73	-0,34	-0,83
Adherencia	1-9	1-10+	1-10+	1-10	1-10	1-10
Temperatura de agrietamiento	-29	-13,5	-18	-14	-9,5	-10

Tabla 23. Caracterización del producto brea viscorreducida oxidada, modificada y mezclada con el asfalto.

Prueba realizada	Modificaciones para el producto de la corrida 9 (Catalizador : Carbonato de Sodio)					
	Asfalto 70/90	6	7	8	9	10 Blanco
Agente modificador	-	WR-157	Resina	Nafca	Elvaloy	-
Perdida de masa	0,074	0,176	0,151	0,162	0,095	0,157
Dp por DSR °C	58	94	94			88
Penetración a 25 °C	77	8	5	8	8	10
Punto de ablandamiento °C	45,9	72,8	74,3	72,3	75,1	68,6
Índice de penetración	-1,2	-0,28	-0,71	-0,34	0,04	-0,55
Adherencia	1-9	1-10	1-10	1-10	1-10	1-10
Temperatura de agrietamiento	-29	-11	-7	-11	-15	-10

Tabla 24. Caracterización del producto brea viscorreducida oxidada, modificada y mezclada con el asfalto.

Prueba realizada	Modificaciones para el producto de la corrida 11 (Catalizador : Carbonato de calcio)					
	Asfalto 70/90	11	12	13	14	15 Blanco
Agente modificador	-	WR-157	Resina	Nafca	Elvaloy	-
Perdida de masa	0,074	0,164	0,137	0,154	0,049	0,081
Dp por DSR °C	58					94
Penetración a 25 °C	77	10	8	9	6	4
Punto de ablandamiento	45,9	72,6	73,3	72,7	77,7	74,7
Indice de penetración	-1,2	0,03	-0,21	-0,12	-0,03	-0,93
Adherencia	1-9	1-10	1-10	1-10	1-10	1-10
Temperatura de agrietamiento	-29	-11,5	-8	-8,5	-8,75	-10

Todas las modificaciones anteriores fueron llevadas a cabo en una proporción 50/50 en peso.

Los cuatro agentes modificadores fueron utilizados en una concentración de 1,5% en peso con respecto a la masa de brea oxidada a modificar. Además en las preparaciones hechas con elvaloy se agregó 0.22 % en peso de ácido superfosfórico (100% de concentración) con respecto a la masa de brea oxidada a modificar.

Todas las modificaciones fueron hechas a una temperatura entre 180-190 °C. Las preparaciones hechas con WR- 157, resina y naftenato de calcio se llevaron a cabo en un tiempo de 30 minutos. La preparación hecha con elvaloy requirió de un mayor tiempo (3 horas) debido a que el proceso es de mucho más cuidado y las especificaciones de sus fabricantes así lo estipularon.

De acuerdo a estos resultados se observó lo siguiente:

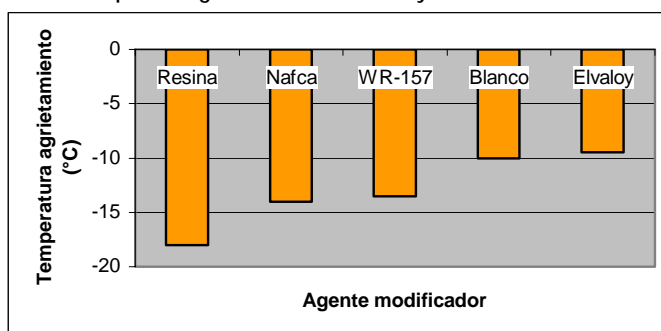
- De todas las modificaciones realizadas se obtuvieron productos muy duros con penetraciones entre 4 y 10 mm/10.
- La resistencia a la deformación permanente (DSR) se incremento drásticamente y alcanzó valores de 94°C.
- Todos los productos obtenidos en las modificaciones, presentaron buen comportamiento a bajas temperaturas comparados con los fondos viscorreducidos del corte de 400°C+, lo cual se ve reflejado en los valores obtenidos en la temperatura de agrietamiento que se encuentran entre -18 y -7 °C.
- Los productos de todas las modificaciones presentaron puntos de ablandamiento entre (68,3 y 77,7 °C) los cuales al ser comparados con el punto de ablandamiento del asfalto original (45,9°C) resultan ser mayores. Es decir que se presentó un incremento en el punto de ablandamiento entre 48,8 % y 69,3%.
- Los productos de todas las modificaciones presentaron índices de penetración entre - 0,95 a 0,83, lo cual indica que se comportan como asfaltos tipo sol-gel., cuando se utilizó carbonato de calcio como catalizador. Además estos índices de penetración fueron mayores que el índice de penetración del asfalto 70/90 de GCB (-1,2), el cual mostraba una tendencia del asfalto hacia el estado sol.
- Todos los productos obtenidos de las modificaciones mostraron mejores índices de adherencia (1-10 y 1-10 +) que el asfalto 70/90 de GCB (1-9).

4.3.1. Evaluación de las modificaciones 1-5:

En la tabla 22, se puede observar que el producto obtenido de la modificación 4 con el Elvaloy presenta un mejor IP (-0,34) y un punto de ablandamiento más alto (71,1°C) que los productos obtenidos de las otras modificaciones 1, 2,3 y 5. Sin embargo registró una temperatura de agrietamiento más alta que las demás lo que no es aconsejable cuando la mezcla asfáltica se trabaja a bajas temperaturas

El producto obtenido de la modificación 2 con la resina presenta mejor temperatura de agrietamiento (-18) que los productos obtenidos de la modificaciones 1, 3, 4 y 5. De cierta forma esta modificación aportara a la mezcla asfáltica mayor resistencia al fisuramiento a bajas temperaturas. En la figura 22 se observa el comportamiento de las temperaturas de agrietamiento para las modificaciones 1-5.

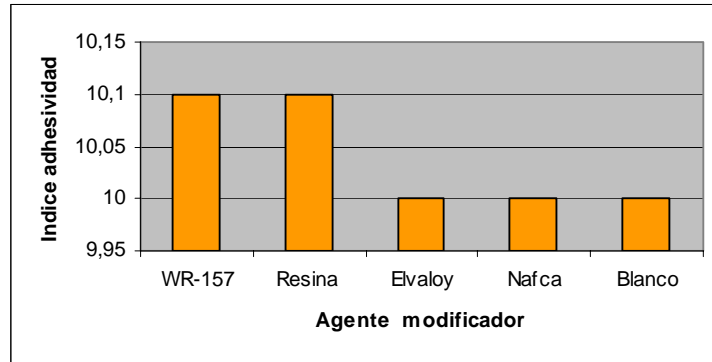
Figura 22. Comportamiento de la temperatura de agrietamiento de la brea viscorreducida modificada utilizando diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90 de GCB.



El producto obtenido de la modificación 1 con WR-157 presentó mejor resistencia a la pérdida de masa (0,114) que los productos obtenidos de las modificaciones 2, 3, 4, 5, aunque en general todos ellos se encuentran dentro de la especificación. Cabe notar que los valores correspondientes a estas cinco modificaciones, son ligeramente superiores al valor de la pérdida de masa del asfalto original. Es posible que lo anterior se deba a que los fondos viscorreducidos del corte de 400°C+ modificados liberen cierta cantidad de volátiles durante esta prueba.

En cuanto a adherencia se puede ver en figura 23 que los productos modificados con WR-157 y resina presentaron mejor índice de adherencia que los demás.

Figura 23. Comportamiento índice de adhesividad de la brea viscorreducida modificada utilizando diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.



4.3.2. Evaluación de las modificaciones 6-10:

En la tabla 23 se puede observar que todos los productos modificados con Elvaloy presentaron los mejores resultados en cuanto temperatura de agrietamiento (-15 °C), índice de penetración (0,04), punto de ablandamiento (75,1 °C) y pérdida de masa (0,095). Es posible que lo anterior se deba a que el Elvaloy reacciona químicamente con el asfalto y con el catalizador. Por otro lado la resina presentó la temperatura de agrietamiento más alta lo que se traduce en un mal comportamiento a bajas temperaturas. En cuanto a la adherencia, todas estas modificaciones presentaron el mismo resultado (1-10) el cual se encuentra dentro de especificaciones. En las figuras 24 y 25 se pueden observar los comportamientos de la temperatura de agrietamiento y susceptibilidad térmica (IP) de estas modificaciones.

Figura 24. Comportamiento de la temperatura de agrietamiento de la brea viscorreducida oxidada con Na_2CO_3 , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.

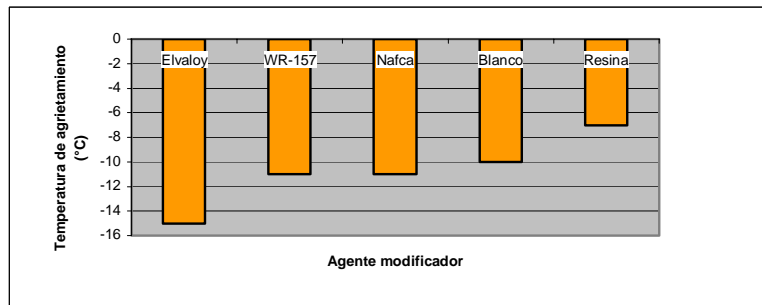
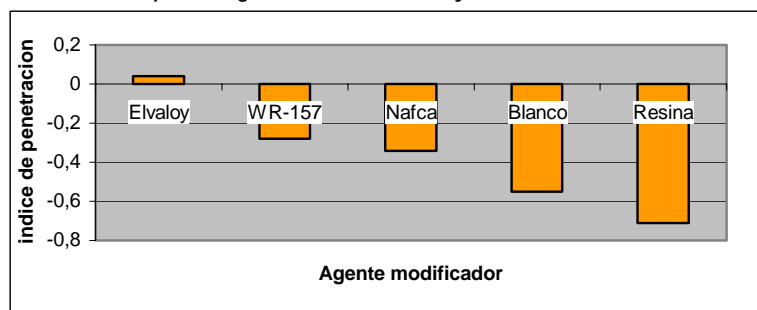


Figura 25. Susceptibilidad térmica (IP) de la brea viscorreducida oxidada con Na_2CO_3 , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.



De todas estas pruebas se concluyó que aunque sus resultados son bastante interesantes, es necesario tomar en cuenta que la oxidación con carbonato de sodio no es recomendable por cuestión de costos y dificultad de adquisición como ya se mencionó anteriormente.

4.3.3. Evaluación de las modificaciones 11-15:

En la tabla 24, se puede observar que el producto modificado con Elvaloy presentó el punto de ablandamiento más alto de estas cinco modificaciones (77,7 °C), además la mejor resistencia a la pérdida de masa (0,049).

También se puede observar que el producto modificado con el WR-157 presentó el índice de penetración más alto de estas cinco modificaciones (0,03), seguido por el elvaloy el cual presentó un índice de penetración de (-0,03). En las figuras 26 y 27 se ilustra el comportamiento de la temperatura de agrietamiento y la susceptibilidad térmica para las diferentes modificaciones.

Figura 26. Comportamiento de la temperatura de agrietamiento de la brea viscorreducida oxidada con CaCO_3 , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90.

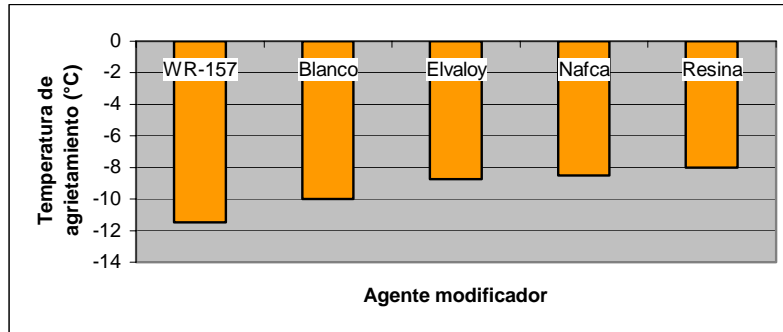
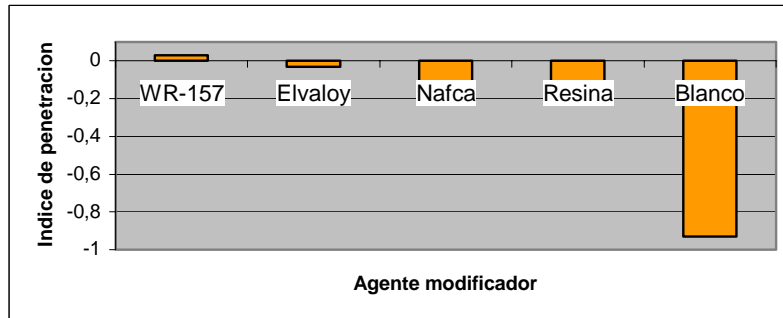


Figura 27. Susceptibilidad térmica (IP) de la brea viscorreducida oxidada con CaCO_3 , modificada con diferentes tipos de agentes modificadores y mezclada con asfalto 70/90



En las tablas 25-27, se encuentran ordenados los datos de las modificaciones 1-15 de acuerdo al agente modificador que presentó los mejores resultados en cada una de las propiedades (temperatura de agrietamiento (T.A), índice de penetración (I.P) y pérdida de masa). En la primera fila se encuentran ubicados los agentes modificadores que presentaron el mejor resultado en cada una de las propiedades, y en las filas siguientes se ubican los agentes modificadores desde el segundo mejor hasta el que presentó los resultados menos favorables.

Tabla 25. Clasificación de los agentes modificadores de las modificaciones 1 - 5 de acuerdo a los resultados obtenidos en cada una de las propiedades medidas.

Mejor T.A.		Mejor IP		Perdida Masa		Adherencia	
<i>Resina</i>	<i>-18</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>-0,34</i>	<i>WR-157</i>	<i>0,114</i>	<i>WR-157</i>	<i>1-10+</i>
<i>Nafca</i>	<i>-14</i>	<i>Nafca</i>	<i>-0,73</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>0,117</i>	<i>Resina</i>	<i>1-10+</i>
<i>WR-157</i>	<i>-13,5</i>	<i>WR-157</i>	<i>-0,75</i>	<i>Blanco</i>	<i>0,137</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>1-10</i>
<i>Blanco</i>	<i>-10</i>	<i>Blanco</i>	<i>-0,83</i>	<i>Resina</i>	<i>0,173</i>	<i>Nafca</i>	<i>1-10</i>
<i>Elvaloy</i>	<i>-9</i>	<i>Resina</i>	<i>-0,95</i>	<i>Nafca</i>	<i>0,184</i>	<i>Blanco</i>	<i>1-10</i>

T.A: Temperatura de Agrietamiento.

IP: Índice de penetración.

P.A: Punto de ablandamiento

Tabla 26. Clasificación de los aditivos de las modificaciones 6- 10 de acuerdo a los resultados obtenidos en cada una de las propiedades medidas.

Mejor T.A.		Mejor IP		Perdida Masa	
<i>Elvaloy</i>	<i>-15</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>0,04</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>0,095</i>
<i>WR-157</i>	<i>-11</i>	<i>WR-157</i>	<i>-0,28</i>	<i>Resina</i>	<i>0,151</i>
<i>Nafca</i>	<i>-11</i>	<i>Nafca</i>	<i>-0,34</i>	<i>Blanco</i>	<i>0,157</i>
<i>Blanco</i>	<i>-10</i>	<i>Blanco</i>	<i>-0,55</i>	<i>Nafca</i>	<i>0,162</i>
<i>Resina</i>	<i>-7</i>	<i>Resina</i>	<i>-0,71</i>	<i>WR-157</i>	<i>0,176</i>

Tabla 27. Clasificación de los aditivos de las modificaciones 11-15 de acuerdo a los resultados obtenidos en cada una de las propiedades medidas.

Mejor T.A.		Mejor IP		Perdida Masa	
<i>WR-157</i>	<i>-11,5</i>	<i>WR-157</i>	<i>0,03</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>0,049</i>
<i>Blanco</i>	<i>-10</i>	<i>Elvaloy</i>	<i>-0,03</i>	<i>Blanco</i>	<i>0,081</i>
<i>Elvaloy</i>	<i>-8,75</i>	<i>Nafca</i>	<i>-0,12</i>	<i>Resina</i>	<i>0,137</i>
<i>Nafca</i>	<i>-8,5</i>	<i>Resina</i>	<i>-0,21</i>	<i>Nafca</i>	<i>0,154</i>
<i>Resina</i>	<i>-8</i>	<i>Blanco</i>	<i>-0,93</i>	<i>WR-157</i>	<i>0,164</i>

De estas pruebas se pudo concluir que todos los agentes modificadores son aptos para cambiar las propiedades del asfalto y que la breas viscorreducida del corte de 400°C+ sin oxidar y modificada presentó resultados interesantes.

4.4. BÚSQUEDA DE LAS PROPORCIONES ADECUADAS DE MEZCLADO DE LA BREA VISCORREDUCIDA Y EL ASFALTO 70/90 DE GCB.

A manera de prueba exploratoria y con el fin de determinar el porcentaje óptimo de breas viscorreducida 400°C+ para ser mezclada con el asfalto 70/90 de GCB se realizaron las siguientes mezclas:

Mezcla 1: 60 % de asfalto 70/90 de GCB y 40% de breas viscorreducida 400°C+.

Mezcla 2: 70% de asfalto 70/90 de GCB y 30% de breas viscorreducida 400°C+.

Mezcla 3: 80% de asfalto 70/90 de GCB y 20% de breas viscorreducida 400°C+.

Mezcla 4: 90% de asfalto 70/90 de GCB y 10% de breas viscorreducida 400°C+.

Todas las mezclas fueron realizadas manteniendo los mismos parámetros de temperatura y tiempo:

Temperatura: 180 – 190 °C

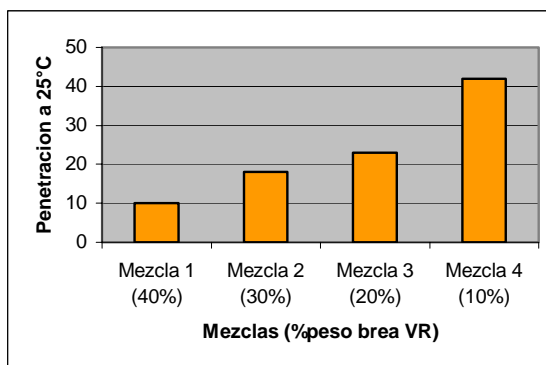
Tiempo: 30 minutos

Después de haber realizado las respectivas mezclas se evaluó la penetración a 25°C de cada una de ellas y los resultados se muestran en tabla 26. Y se pueden visualizar en la figura 28.

Tabla 28. Penetración a 25°C de las mezclas 1, 2, 3, 4 (Asfalto 70/90 de GCB y Brea Viscorreducida 400°C+)

	% (w) BREA	PENETRACIÓN (25°C)
Mezcla 1	40	10
Mezcla 2	30	18
Mezcla 3	20	23
Mezcla 4	10	42

Figura 28. Penetración a 25°C de las mezclas 1-4 (Brea VR modificada con asfalto 70/90)



Como se puede ver en figura 28, todas las mezclas tienen penetraciones bajas lo cual indica que el producto es muy duro. La mezcla 4 presentó la penetración más alta de todas las mezclas, debido a su menor porcentaje de brea Viscorreducida 400°C+, mientras que la mezcla 1 presentó la penetración más baja debido a su alto contenido de brea Viscorreducida 400°C+ en la mezcla.

De acuerdo a los resultados anteriormente expuestos, se observó que a partir de la mezcla de brea viscorreducida (corte 400°C+) con asfalto 70/90 de GCB, se podía producir un asfalto de alto módulo utilizado para pavimento con penetraciones entre 20-30 1/10 mm. (Ver anexo F)

Por presentar una penetración entre 20-30 1/10 mm, el porcentaje de brea viscorreducida escogido para el producto final, fue de 20%.

4.5. CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO FINAL

De los agentes modificadores se escogió el Elvaloy por sus mejores resultados y como en general los demás agentes modificadores resultaron también ser aptos para cambiar las propiedades de la mezcla brea-asfalto, se escogió también la resina, por presentar los mejores resultados en la prueba de adherencia, ya que por cuestiones de presupuesto no se pudo hacer el estudio correspondiente para los otros agentes modificadores.

Se escogió el producto de la corrida 11, para ser modificada con los agentes modificadores seleccionados, ya que además de llevarse a cabo a las condiciones de operaciones seleccionadas, se realizó en presencia de carbonato de calcio como catalizador el cual, como se dijo anteriormente es más económico y asequible .

Una vez hecha esta selección, se procedió a realizar las siguientes modificaciones encaminadas a encontrar el producto final.

- **Modificación 16:** Brea viscorreducida (corte 400°C+) sin oxidar modificada con Elvaloy y mezclada con asfalto 70/90 de GCB en proporción 20/80.
- **Modificación 17:** Brea viscorreducida (corte 400°C+) oxidada (corrida 11) modificada con resina y mezclada con asfalto 70/90 de GCB en proporción 20/80.
- **Modificación 18:** Brea viscorreducida (corte 400°C+) oxidada (corrida 11) modificada con Elvaloy y mezclada con asfalto 70/90 de GCB en proporción 20/80.

4.5.1. Caracterización fisicomecánica:

La caracterización fisicomecánica de estos productos es mostrada en las tablas 29 y 30.

Tabla 29. Caracterización fisicomecánica. Resultados del gado de desempeño (PG) por tecnología SHRP de los productos finales.

ORIGINAL					
DSR (Dynamic Shear Rheometer), AASHTO TP 5					
G*/sinδ, (KPa)					
Temperatura	Modificación 16	Modificación 17	Modificación 18	Especificación	
70°C	1.920	2.193	1.913	Mínimo 1.0 KPa	
76°C	0.869	0.970	0.860		
RTFO (ROLLING THIN FILM OVEN)					
Pérdida de masa					
Modificación 16	Modificación 17	Modificación 18	Especificación		
0.061	0.050	0.065	Máximo 1.0%		
DSR (Dynamic Shear Rheometer), AASHTO TP 5					
G*/sinδ, (KPa)					
Temperatura	Modificación 16	Modificación 17	Modificación 18	Especificación	
70°C	2.303	6.236	3.712	Mínimo 2.2 KPa	
76°C	0.859	2.829	1.704		
82°C	-	1.339	0.840		
PAV (PRESSURE AGING VESSEL), 100°C					
BBR (Bending Beam Rheometer), AASHTO TP1					
Valores de rigidez (S) y la pendiente (m)					
Temperatura	Propiedad	Modificación 16	Modificación 17	Modificación 18	Especificación
-16°C	S (MPa)	123	133	142	S ≤ 300 Mpa m ≥ 0.3
	m	0.353	0.350	0.354	
-12°C	S (MPa)	304	335	317	
	m	0.287	0.287	0.283	
Clasificación PG de los asfaltos					
Modificación 16	Modificacin 17	Modificación 18			
70 – 16	70 – 16	70 – 16			

Tabla 30. Resultados de la susceptibilidad de la mezcla a la humedad. TSR.

Mezcla	Esfuerzo máximo de tracción (psi)		TSR (%)
	Secas	Húmedas	
Mod 16 + agregado	261,57	213,85	82
Mod 17+ agregado	271,15	211,85	78
Mod 18+ agregado	250,45	198,52	79

- Las mezclas se elaboraron con los ligantes asfálticos anteriormente descritos (modificación 16-18), y agregados pétreos de la mina situada a la orilla del río chicamocha a la altura del puente de pescadero.
- Se utilizó la misma gradación de agregados minerales y se tomó como porcentaje óptimo de asfalto (5,6%) el del diseño marshall efectuado a la muestra de asfalto 70/90.

4.5.2. Caracterización fisicoquímica:

La caracterización fisicoquímica del producto final es mostrada en la tabla 31.

Tabla 31. Caracterización fisicoquímica del producto final.

Modificación		16	17	18	Especificaciones asfalto de alto modulo 20-30
Penetración a 25°C	1/10 mm	22,7	19,1	24	20/30
Punto de Ablandamiento	°C	57	57	52	≥ 57
Contenido de ceras	% peso	2,05	2,29	4,48	≤ 4,5
Punto de inflamación	°C	323	329	323	≥ 250
Densidad a 15°C	gr/mL	1,1247	1,1255	1,1247	≥ 1,1

En general, se observó que físicomecánicamente los productos de estas tres modificaciones presentaron el mismo comportamiento. Todas tienen un grado de desempeño (PG), que según la calificación internacional Superpave (anexo C-1) se clasifica como un asfalto de calidad media, superando de esta manera la calidad del asfalto que se utilizó como materia prima para realizar la correspondiente mezcla.

En la prueba de adherencia (TSR) se observó que los tres ligantes asfálticos presentaron buena trabajabilidad durante el proceso de mezclado con los agregados. Las tres mezclas (ligante-agregado), presentaron altos esfuerzos máximos de tracción lo cual implica una buena cohesión interna aportada por el ligante asfáltico. Sin embargo la mezcla hecha con la modificación 16 se destacó por presentar el resultado más alto en esta prueba.

De acuerdo a la caracterización fisicoquímica, se observó que los productos modificados con Elvaloy (modificación 16 y 18) cumplieron con todas las especificaciones para asfaltos de alto módulo. Mientras que el producto modificado con la resina no cumplió con la especificación para penetración a 25°C.

El producto obtenido a partir de la brea viscorreducida sin oxidar, modificada con Elvaloy y mezclada con asfalto 70/90 en una proporción 20/80, presentó los mejores resultados del producto final. Lo que quiere decir que posiblemente no se requiera la oxidación de la brea VR para producir un asfalto de alto módulo.

5. CONCLUSIONES

- Se encontró que las mejores condiciones para llevar a cabo el proceso de oxidación de la brea viscorreducida (400°C+) fueron las siguientes:

Temperatura de reacción: 240 – 260°C

Catalizador (1 % wt): CaCO₃

Tiempo de reacción: 1 hora

Flujo de aire: 92,3 mL/min*Kg de carga

Flujo de nitrógeno: 3077 mL/min*Kg de carga

- A partir de la oxidación de la brea viscorreducida (400°C+) a las mejores condiciones de operación se obtuvo un producto oxidado con las siguientes características:

Menos susceptibilidad térmica

Penetración más baja

Temperaturas de agrietamiento altas

- Se logró determinar que entre los cuatro agentes modificadores utilizados en este trabajo para modificar la brea viscorreducida oxidada, el Elvaloy resulta ser el mejor, ya que permite obtener un producto con puntos de ablandamiento altos, baja susceptibilidad térmica, buena resistencia a la pérdida de masa e índices de adherencia que cumplen con la especificación.
- Se pudo establecer que la mejor proporción de mezclado de la brea viscorreducida (oxidada y modificada) con el asfalto 70/90 era de 20/80 (% brea / % asfalto).
- Después de realizar la oxidación y modificación de la brea viscorreducida (400°C+) a las condiciones de operación ya establecidas y con el mejor de los agentes modificadores (Elvaloy), y luego de realizar la mezcla de este producto con el asfalto 70/90 en una proporción 20/80, se obtuvo un asfalto de alto módulo 20/30 que cumplió con las especificaciones internacionales de calidad.
- Se encontró que al modificar la brea viscorreducida (400°C+) sin oxidar con el Elvaloy y luego mezclar este producto con el asfalto 70/90 en una proporción 20/80, se obtuvo un asfalto de alto módulo 20/30 que cumplió con las especificaciones de calidad y que incluso presentó mejores resultados en sus propiedades en comparación con el asfalto de alto módulo obtenido a partir de la brea viscorreducida oxidada, modificada con Elvaloy y mezclada con asfalto 70/90 en la misma proporción 20/80. Lo anterior indica que posiblemente no se requiera oxidar la brea viscorreducida para obtener un asfalto de alto módulo 20/30.

6. RECOMENDACIONES

- Se deben tratar de hacer otros estudios utilizando otro tipo de cargas tales como fondos viscoreducidos de un corte menos alto ($370^{\circ}\text{C}+$ ó $380^{\circ}\text{C}+$), siempre y cuando su punto de chispa sea mayor de 270°C .
- Trabajar con breas viscorreducidas menos duras, con el objetivo de poder incorporar un mayor porcentaje de éstas en la mezcla con el asfalto.
- Realizar pruebas experimentales de oxidación, utilizando brea viscorreducida de la refinería de cartagena.
- Evaluar otro tipo de mezclas (brea viscorreducida – asfalto), utilizando un asfalto comercial de penetraciones altas (100/120) con el fin de compensar la dureza de la brea viscorreducida y mejorar el comportamiento a bajas temperaturas.
- Se debe hacer una inversión para la adquisición de un medidor de gases de mayor precisión para medir de manera más exacta la cantidad de vapores no condensables durante el proceso de oxidación.
- Mejorar el sistema para condensación de gases de manera que se pueda condensar la mayor cantidad posible.
- Variar otros parámetros involucrados en la oxidación, como lo son la temperatura de proceso y la cantidad (%w) de catalizador.

BIBLIOGRAFIA

1. AFANASIEVA N. et al. Adherencia de los Asfaltos. IX Simposio de Ingeniería de los Pavimentos, UIS, Bucaramanga, Colombia, Ponencias del Simposio, Tomo 1. Nov. 1993.
2. AFANASIEVA N. Precipitación de los Asfaltos. 9° Congreso de Química Ambiental y Gestión, Junio 1-5, 1994, Santa Marta-Colombia, Ponencias del Simposio, pag 1-4.
3. AFANASIEVA N. ; ALVAREZ M.. Análisis de las Tendencias de Patentabilidad e Investigaciones en el Área de las Modificaciones Química de los Asfaltos para Pavimentar. X Simposio sobre Ingeniería de Pavimentos, Cali-Colombia, Junio 28-30, 1995,.
4. AFANASIEVA N.. Dispersión y Reología de Fondos de Vacío. Khimiya y Tekhnologiya Topliv y Masel, 1986. N° 1, p.30-31.
5. AFANASIEVA N. Estudio del Proceso de Envejecimiento Térmico y a Presión de las Fracciones de los Asfaltos del Petróleo por Cromatografía Líquida. VI Latin American Congress on Chromatography. Caracas, Jan. 21-25. 1996.
6. AFANASIEVA N. Influencia de las Propiedades Fisicoquímicas y Tamaño de las Partículas Coloidales de las Materias Primas en la Calidad de los Asfaltos Oxidados. Referato del autor. Moscú, 1986, p.1-24.
7. AFANASIEVA N. ; SANABRIA L.. Influencia de los Aditivos de Azufre Elemental en las Propiedades Fisicoquímicas del Asfalto para Pavimentos. 8° Congreso Ibero-Latinoamericano del Asfalto. Santa Cruz de la Sierra, Bolivia, Nov. 1995, p.200-220.
8. AFANASIEVA N. ; STASHENKO E. E.. Caracterización de la Fracción Saturada de los Asfaltos Industriales por Cromatografía de Gases de Alta Resolución y Cromatografía de Gases Acoplada a Espectrometría de Masas. VI Latin American Congress on Chromatography. Caracas, Venezuela. Jan. 21-25. 1996.
9. AFANASIEVA, Natalia; ALVAREZ, Mario. Oxidación Catalítica de Asfaltos. Primeras Jornadas Internacionales del Asfalto, Piedecuesta, Junio 25-26, Memorias, 1998. p. 11-24.
10. ASTM. Book of ASTM. Boston, 1971.
11. BARRERO, R. ; BELLO, A. y DELGADO, R.. Modificación De Asfaltos. Tesis de Grado. Universidad Industrial de Santander. Departamento de Ingeniería Química. Bucaramanga, 1999.
12. CARREÑO, M. y DIAZ, E. Montaje de un Reactor Discontinuo a Nivel Semipiloto para la Oxidación de Asfaltos Colombianos. Tesis de Grado. Universidad Industrial de Santander. Departamento de Ingeniería Química. Bucaramanga, 1997
13. CLAVIJO, E y PEREZ, L.. Oxidación de Crudos Pesados Colombianos. Tesis de Grado. Universidad Industrial de Santander. Departamento de Ingeniería Química. Bucaramanga, 2000.
14. CORBETT, L. W.. Reaction Variables in the Air Blowing of Asphalt. Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev, Vol. 14, N° 2, 1975. p. 181-187.
15. DONALD D. Carlos; GANNON, Charles R. and H. WOMBLES, Robert. Processes for Producing High Grade Asphaltic Materials from Low Grade Bituminous Materials and Products Resulting Therefrom. United States Patent N° 4,456,523. Jun. 26, 1984. <http://www.uspto.gov>
16. FRYAZINOV, V. ; PECHENYI, B. G. and AKHMETOVA, L. A. Interrelation of Density Composition and Properties of Asphalts. Khimiya I Tekhnologiya Topliv I Masel. N° 9, Sept. 1979. p.681-684.

17. GOPPEL, J. M ; KNOTNERUS J.. 4 th World Petrol. Congr., Sect. III g, Milan, Italy, 1954. p. 399.
18. GOUREEV A. A. ; AFANASIEVA N.. Estudio de la Influencia del Grado de Dispersión en las Propiedades Reológicas de Fracciones Pesadas del Petróleo. Conferencia Republicana. Problemas de la Transformación de las Fracciones Pesadas de Crudos con Alto Contenido de Azufre. Bashkyr NIINP. Ufa. 1984.
19. GREENFELD, S. H. Effect of Blowing Variables on Durability of Coating Grade Asphalts. Ind and Eng. Chem. Prod. Res. And Dev. Vol. 3, N° 2, 1964. p. 158-164.
20. GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN ASFALTOS. Montaje de un Reactor Discontinuo para la Oxidación Catalítica de Asfaltos Colombianos. Bucaramanga, 2000.
21. ICP ECOPETROL. Cartilla Práctica para el Manejo de los Asfaltos Colombianos. 1999. p. 5-32.
22. KIRK and OTHMER. Encyclopedia of Chemical Technology. 2ª ed. New York, Board, 1967. Vol. 2. p. 762-806.
23. M. HNIZDIL and H. REIJNAERT. Utilisation of VFCR in Road Bitumen. Bitumen Manufacturing Meeting, 2002. Shell.
24. N. YU. BELOKON, V. G. KOMPANEETS, T.M. STEPANOVA, and L. N. SHABALINA. Visbreaking Residues As Components of Feedstock For Paving Asphalts. Chemistry and Technology of Fuels and Oils, Vol. 37, N° 6, 2001.
25. PAEZ, J. Diseño Básico para una Planta Banco para Oxidación de Asfalto. Tesis de postgrado. Universidad Industrial de Santander. Departamento de Ingeniería Química. Bucaramanga, 1991.
26. QUDDUS, M. A. and KHAN, F.. Factors Influencing Asphalt Oxidation. Fuel. Vol. 69, April 1990.
27. RAMÍREZ GOMEZ, Julio Cesar. Manual de Laboratorio de Pavimentos. Bucaramanga, UIS, 1983, p. 1-30.
28. RESCORLA, A. R; FORNEY, W. E ; BLAKEY, A.R., and FRINO, M.J.. Asphalt Oxidation with Agitation. Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 48, N° 3, 1994. p. 378-380.
29. SENOLT, H. ; TOMASCHKO, H. ; PALVIK, G.. Asphalt Blowing Vessel. Patente U.S. N° 4001091. Jan. 4, 1977. 10 p.
30. SMITH, D. B. and SCHWEYER, H.E.. Heat of Reaction of Air Blowing of Asphalt. Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev, Vol. 2, N° 3, 1963. p. 209 – 214.
31. WAEGENAERE R. Blown Asphalts. Esso Research and Engineering Co. Brit patent, Jan. 1970. N° 1.179.578.
32. WOMBLES, Robert H. ; GANNON, C. and DONALD, D. C. Process for Enhancing Catalytic Response of Asphalt Oxidation Catalyst. Unit States Patent. N° 4456524. June 26, 1984. <http://www.uspto.gov>

ANEXOS

Anexo A

Fotografías de la planta de oxidación de brea viscorreducida de la VRII

Planta de oxidación de breas viscorreducidas



Reactor



Horno



Condensador



Medidor de flujo. Ritter



Controlador de temperatura



Sistema de limpieza



Anexo B.

CARACTERIZACION ASFALTO BARRANCA 70/90

Anexo B.1 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA Y FISICOMECANICA

Datos caracterización fisicoquímica del asfalto barranca 70/90 de GCB

Ensayos	Asfalto Barranca 70/90
Asfalto original	
Penetración a 4°C, 200g, 60s (1/10 mm)	22
Penetración a 25°C, 100g, 5s (1/10 mm)	77
Penetración a 40°C, 50g, 5s (1/10 mm)	363
Viscosidad a 60°C (Poisés)	1560.63
Viscosidad a 135°C (cSt)	252.33
Ductilidad a 25°C (cm)	>100
Punto de ablandamiento (°C)	45.9
Solubilidad en tricloroetileno (%peso)	99.7
Peso específico	1.0018
Contenido de ceras método DIN (%peso)	1.30
Contenido de agua (%)	0.0
Punto de Chispa (°C)	295
Pérdida de masa, RTFOT (%)	0.074
RTFO	
Viscosidad a 60°C	2891.64
Punto de ablandamiento (°C)	50.1
Penetración a 25°C	50
PAV	
Penetración a 25°C	30

A continuación se muestra la composición química (análisis Sara) obtenida para el asfalto analizado en su estado original, RTFO y PAV. De igual manera se presenta el valor del índice de inestabilidad coloidal (IC).

Composición Química del Asfalto 70/90

Muestra	Fracción				IC
	Saturados	Aromáticos	Resinas	Asfáltenos	
Original	15.13	41.05	26.41	17.4	0.48
RTFO	12.97	40.58	28.57	17.88	0.45
PAV	14.4	30.8	36.1	18.65	0.49

Los datos de la destilación simulada de el asfalto Barranca 70/90 se graficaron teniendo en cuenta las especificaciones de Shell que correlacionan la pérdida de masa con la destilación

simulada, las cuales sostienen que un asfalto de buena calidad a 450 °C debe tener un destilado menor del 5% y a 500°C debe tener un porcentaje destilado menor del 11%. Estos resultados se muestran a continuación:

Datos resultados destilación simulada ASTM D 5480

% Peso	Temperatura (°)
IBP	347.9
5	458.8
10	490.8
15	511.3
20	529.0
23	538.1
28	552.8
32	-
40	-
46	-
% Recuperado	28.9

Resultados de ensayos fisicoquímicos de los asfaltos original, RTFO y PAV.

Ensayos	Asfalto Barranca 70/90
Asfalto original	
Penetración a 4°C, 200g, 60s (1/10 mm)	22
Penetración a 25°C, 100g, 5s (1/10 mm)	77
Penetración a 40°C, 50g, 5s (1/10 mm)	363
Viscosidad a 60°C (Poises)	1560.63
Viscosidad a 135°C (cSt)	252.33
Ductilidad a 25°C (cm)	>100
Punto de ablandamiento (°C)	45.9
Solubilidad en tricloroetileno (%peso)	99.7
Peso específico	1.0018
Contenido de ceras método DIN (%peso)	1.30
Contenido de agua (%)	0.0
Punto de Chispa (°C)	295
Pérdida de masa, RTFOT (%)	0.074
RTFO	
Viscosidad a 60°C	2891.64
Punto de ablandamiento (°C)	50.1
Penetración a 25°C	50
PAV	
Penetración a 25°C	30

Resultados de ensayos fisicoquímicos exigidos por la norma INVIAS para asfaltos 80/100.

Ensayos	Barranca 70/90	Especificaciones. INVIAS	
		Min	Max
Asfalto original			
Penetración a 25°C, 100g, 5s (1/10 mm)	77	80	100
Viscosidad a 60 °C (poises)	1561	1000	-
Ductilidad a 25°C (cm)	>100	100	-
Punto de ablandamiento (°C)	45.9	-	-
Indice de penetración	-1.2	-1	+1
Solubilidad en tricloroetileno (%peso)	99.7	99	-
Contenido de agua (%)	0.0	-	0.2
Punto de chispa (°C)	295	230	-
Perdida de masa RTFOT (%)	0.074	-	1
RTFOT			
Penetración a 25°C, 100g, 5s (1/10 mm)	50	-	-
Penetración residual (%)	65	48	-

El betún de Barrancabermeja 70-90, se comparó con las especificaciones del INVIAS para asfaltos 80-100, aunque su penetración se encuentra por fuera del rango establecido por el INVIAS para este tipo de ligantes, sin embargo, cumple con las demás propiedades exigidas por la especificación, excepto por el índice de penetración.

Análisis densidad de carga

Una manera de evaluar la afinidad química o fisicoquímica de una sustancia es midiendo su densidad de carga, que indica de manera directa, a través de la carga superficial, la atracción que ésta puede ejercer sobre otra sustancia.

Por lo tanto, entre más alejados pero de diferente signo se encuentren los valores de densidad de carga para dos compuestos, mayor será su atracción.

Los resultados obtenidos de muestran a continuación:

Resultados densidad de carga del asfalto.

Asfalto	Original	RTFOT	PAV
Barranca 70-90	+1.35	+1.14	+0.88

Resultados densidad de carga del agregado

Agregado	Valor
Filler	+0.36
Arena	+0.52
Grueso	+0.29

A medida que se envejece el asfalto, el proceso de oxidación disminuye la carga, además se observa que la carga del agregado es la misma que la del asfalto lo cual no es favorable para la adherencia en la mezcla asfáltica.

Análisis de la curva reológica

El tratamiento al cual se somete el asfalto durante la preparación, colocación y posterior compactación de la mezcla asfáltica, es de gran importancia para evitar un recubrimiento deficiente de la superficie del agregado mineral o un envejecimiento prematuro del ligante.

Los datos de viscosidades y sus gráficas se presentan a continuación:

Datos de la curva reológica de los asfaltos originales

Temperatura °C	Viscosidad (P) Asfalto 70-90
60	1448.44
80	134.86
100	24.22
120	8.13
140	2.88
160	1.26

Datos de la curva reológica de los asfaltos RTFOT

Temperatura °C	Viscosidad (P) Asfalto 70-90
60	2696.18
80	239.75
100	38.86
120	9.93
140	3.29
160	1.36

Datos de la curva reológica de los asfaltos PAV

Temperatura °C	Viscosidad (P) Asfalto 70-90
60	10446.99
80	594.46
100	75.76
120	20.77
140	6.15
160	2.44

Los valores de viscosidad a diferentes temperaturas de un asfalto original, nos permiten obtener las temperaturas óptimas de mezclado en laboratorio y planta y compactación en el laboratorio. Los datos de las temperaturas obtenidas se presentan a continuación:

Temperaturas óptimas de mezclado en laboratorio y planta y compactación en el laboratorio.

Temperatura °C	Asfalto 70-90
Mezcla	150-155
Compactación	138-143

Grado de desempeño (PG) por tecnología SHRP

El grado de desempeño se determina mediante el empleo de los reómetros de corte dinámico (DSR) y de viga de flexión (BBR). Los ensayos en el DSR se realizan sobre el ligante original, envejecido en película delgada (RTFOT) y envejecido a presión (PAV), mientras el ensayo BBR se realiza únicamente sobre el ligante envejecido PAV.

PG Asfalto 70/90	58 -22
------------------	--------

De acuerdo a las temperaturas obtenidas dentro de la especificación del PG, existe a nivel internacional una clasificación para determinar la calidad del asfalto, la cual depende del rango o diferencia entre la temperatura máxima y mínima del PG, siendo ligante de alta calidad (intervalos superiores a 92), de media calidad (entre 86 y menos de 92) y de baja calidad (entre 76 y menos de 86). Los resultados de esta operación nos muestra que el asfalto 70/90 presenta una diferencia de 80, lo que lo clasifica según esta especificación como un asfalto de baja calidad.

Anexo B.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA ASFÁLTICA

Ensayos para evaluar adherencia:

A continuación se presentan los resultados de la evaluación de adherencia realizado al asfalto 70/90 con arena.

- *Riedel Weber- Adhesividad de los ligantes Bituminosos a los agregados finos:*

Indice de Adhesividad "Riedel Weber"	1 - 9
--------------------------------------	-------

- *Susceptibilidad de la mezcla a la humedad (TSR):*

Asfalto	Esfuerzo de Tensión (psi)		TSR (%)
	Secas	Húmedas	
70/90	100.02	63.88	63.88
Especificación	--	--	80 (min)

La mezcla preparada con asfalto 70/90 no cumple con el valor mínimo establecido para esta prueba según especificaciones SHRP en su tecnología SUPERPAVE 80% Mín)

Anexo C
MANUAL DE OPERACIÓN DE LA PLANTA DE OXIDACION DE BREAS VISCORREDUCIDAS
DE LA VR II

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN
2. PROPÓSITO DE LA PLANTA PARA EL PROYECTO DE PRE-GRADO.
3. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO.
 - 3.1 GENERALIDADES
 - 3.2 PROCESO DE OXIDACION DE LOS ASFALTOS
 - 3.3 MECANISMO DE OXIDACION DE LOS ASFALTOS
 - 3.4 VARIABLES DEL PROCESO DE OXIDACIÓN
4. DESCRIPCIÓN DEL FLUJO
 - 4.1 SECCIÓN DE CARGA
 - 4.2 SECCIÓN DE REACCIÓN
 - 4.3 SECCIÓN DE DESCARGA
5. DIAGRAMA DE LA PLANTA
6. PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN DE LA PLANTA DE OXIDACIÓN DE BREAS VISCORREDUCIDAS.
7. ESPECIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES PRINCIPALES E INSTRUMENTACIÓN.
8. SEGURIDAD
 - 8.1 MATERIALES PELIGROSOS
 - 8.2 PROCEDIMIENTO DE EMERGENCIA
 - 8.3 SEGURIDAD DEL PERSONAL

1. INTRODUCCIÓN.

El propósito de este manual de operaciones es suministrar al personal de operaciones de la Planta de Oxidación de Breas Viscorreducidas, la información básica e instrucciones necesarias para lograr un manejo eficiente y seguro en el proyecto de tesis de pre-grado "Oxidación y modificación química de la brea Viscorreducida de la VR-II a nivel piloto para producir un asfalto modificado", la cual tiene como objetivo estudiar en el laboratorio, las pruebas que muestren la posibilidad de usar breas Viscorreducidas Oxidadas en la producción de Asfaltos.

En este manual se puede encontrar la descripción general del proceso, las variables, así como la descripción de la operación y el procedimiento de manejo cotidiano de la Planta de Oxidación de Breas Viscorreducidas.

Adicionalmente el manual contiene una sección donde se relacionan los principales componentes de la planta, con su respectiva especificación y la instrumentación. De igual manera se hace referencia a los aspectos de seguridad que deben tener presente los operadores.

El Manual servirá al personal de operaciones para familiarizarse con todas las partes de la planta, funcionamiento y localización de los componentes.

El Manual debe considerarse como una guía o referencia y es deber de los responsables técnicos de la planta su actualización de acuerdo con los cambios y variaciones que se puedan presentar en el proceso.

2. PROPÓSITO DE LA PLANTA PARA EL PROYECTO DE PRE-GRADO.

La Planta tiene como propósito la oxidación de la brea viscorreducida de la VR-II para mejorarle la susceptibilidad a la temperatura, así como también despojarla de volátiles, todo esto con el fin de utilizar mas adelante el producto obtenido como componente para un asfalto modificado y darle un uso rentable a las breas viscorreducidas, actualmente utilizadas en la producción de combustóleo.

3. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO.

3.1. GENERALIDADES:

➤ *BITUMENES:*

De acuerdo a la ASTM "American Society for Testin and Material" se refiere a:

"Mezclas de hidrocarburos de origen natural o piroginoso o combinaciones de ambos, frecuentemente acompañado por sus derivados no metálicos, los cuales pueden ser gaseosos,

líquidos, semisólidos o sólidos y los cuales son completamente solubles en disulfuro de carbono” [1] Es decir en el sentido más amplio, el termino material bituminoso puede variar desde gases hidrocarburoados a sólidos tales como carbón bituminoso; sin embargo, en la práctica comercial, esta restringido a aquellas sustancias hidrocarburoadas las cuales son cementosas en apariencia o a partir de las cuales un residuo de este caracter se desarrollará incluyendo materiales tanto naturales como manufacturados [2]. Los bitúmenes abarcan tanto asfaltos como breas, variando desde líquidos a sólidos en consistencia.

La Brea no se encuentra como tal en la naturaleza, esta es manufacturada por acción destructiva del calor, procesos tales como: destilación destructiva, combustión parcial y cracking sobre sustancias orgánicas naturales tales como carbón bituminoso, madera, etc.

Las características de la brea producida son función del material descompuesto y del tipo de proceso usado para lograrlo.

➤ *COMPARACION DE ASFALTOS Y BREAS*

Los asfaltos y breas están compuestos principalmente de bitúmenes. Los asfaltos del petróleo son casi 100% bitumen mientras que los asfaltos naturales y las breas pueden contener una apreciable cantidad de material insoluble en disulfuro de carbono.

La porción insoluble es principalmente material mineral en el caso de los asfaltos minerales y carbón libre en el caso de las breas. Tanto los asfaltos como las breas son materiales cementosos negros o marrón oscuros semejantes en apariencia pero muy diferentes química y físicamente; cada material es una combinación mas o menos homogénea de moléculas hidrocarburoadas las cuales pueden existir en relación de fases que varían desde solución simple, pasando por solución coloidal hasta suspensión de porciones insolubles.

Debido a la complejidad y tamaño de las moléculas en el asfalto y la brea, la química de estas sustancias no esta bien desarrollada, aunque puede decirse que las moléculas en la brea tienden al tipo aromático e insaturado, en contraste a las del asfalto, del tipo alifático y con un bajo grado de reactividad (bajo índice de instauración)

Con respecto a las propiedades físicas, la principal diferencia entre asfaltos y breas es su susceptibilidad a la temperatura. La brea es más susceptible que el asfalto, volviéndose más blanda al calentarse y más quebradiza cuando se enfría, pero la brea usualmente empapa y reviste los agregados minerales con más facilidad que los materiales asfálticos.

Los asfaltos y las breas tienen muchos usos en común, y la escogencia entre los dos es frecuentemente un problema de economía. La durabilidad del asfalto y la brea es un tema que continua recibiendo bastante atención, ambos son materiales orgánicos que se endurecen con el uso. Los factores que contribuyen a ese endurecimiento comprenden: la evaporación de constituyentes volátiles, oxidación y polimerización.

➤ *COMPOSICION DE LOS ASFALTOS*

Los asfaltos están constituidos por un gran número de hidrocarburos de diferente peso molecular, los cuales se encuentran disueltos entre sí, formando una estructura coloidal de asfalto y contienen los siguientes dos grupos básicos:

- Los asfáltenos (hidrocarburos poli-aromáticos)
- Los maltenos o petrolenos (resinas, hidrocarburos saturados, aromáticos)

3.2 PROCESO DE OXIDACION DE LOS ASFALTOS

La oxidación de los asfaltos es un proceso en el cual un material asfáltico es burbujado con aire y temperatura, ésta última en un intervalo de 232 – 280 ° C con el fin de variar sus propiedades y adecuarlos para aplicaciones especiales. Las principales propiedades del asfalto que varían durante el proceso de oxidación son: el punto de ablandamiento, la susceptibilidad con la temperatura, la viscosidad, la gravedad específica, la ductilidad y la composición química.

El asfalto oxidado es utilizado en telas asfálticas, en laminas asfálticas impermeabilizantes, en juntas de placas de concreto, en el mantenimiento de techo de construcciones, para la elaboración de masillas, sellantes y pasta para vidrio en la industria de la Construcción y para la construcción y el mantenimiento de carreteras; de igual manera es utilizado como base para pinturas anticorrosivos, en recubrimientos anticorrosivos para tuberías, impermeabilización de baterías, etc.

Las aplicaciones del asfalto oxidado se basan en que sus propiedades son menos susceptibles a los cambios de temperatura, además presenta un buen comportamiento a temperaturas bajas y es un material eficiente cuando se requiere resistencia a la humedad.

3.3 MECANISMO DE OXIDACION DE LOS ASFALTOS

Aunque la oxidación de asfaltos parece ser aparentemente fácil es de hecho una secuencia complicada de reacciones y interacciones. Las principales reacciones en el proceso de oxidación son: la deshidrogenación, la condensación y polimerización de especies insaturadas y la tendencia predominante es la formación de sustancias más complejas y de alto peso molecular.

La deshidrogenación explica la formación de agua como producto de la reacción de oxidación. Se ha comprobado que la mayor parte del oxígeno del aire que relaciona con el asfalto produce la formación de agua y solo una pequeña parte produce hidrocarburos oxigenados.

Los principales productos de las reacciones de oxidación de asfaltos son agua e hidrocarburos oxigenados tales como ácidos carboxílicos, aldehídos, cetonas, alcoholes y peróxidos orgánicos.

Las reacciones de condensación explican el incremento del peso molecular y la dureza del asfalto oxidado. El endurecimiento del asfalto es acompañado por cambios físicos y coloidales junto con alteración en su composición química. Durante la oxidación de asfaltos la concentración de asfáltenos aumenta a expensas de las resinas y aceites. Con el incremento en el contenido de asfáltenos, la penetración decrece y el punto de ablandamiento aumenta. Al principio de la oxidación de los asfaltos la disminución en penetración es rápida pero con el incremento en la cantidad de asfáltenos la penetración alcanza casi un estado estacionario

continuamente paralelo a la abscisa. Durante la oxidación la relación asfalteno-resina aumenta y cambia la estabilidad del coloide. Los asfaltenos precipitan, y el asfalto pasa de una estructura sol a una estructura gel.

3.4 *TERMODINAMICA DEL PROCESO DE OXIDACION*

En la oxidación de asfaltos una considerable cantidad de calor es liberada, es decir que la reacción es exotérmica y por lo tanto requiere enfriamiento externo después de la fase inicial. La cantidad de calor liberado depende específicamente de la naturaleza del asfalto y del grado de oxidación que se desee para el producto.

Los procesos donde se involucran reacciones exotérmicas son de especial cuidado ya que en el momento en que haya mayor velocidad de reacción, se genera mayor calor, aumentando la temperatura, y por lo tanto se incrementa la presión en el sistema. El fenómeno de aumento auto acelerado de la temperatura, para el caso de reacciones exotérmicas, se conoce en la literatura en inglés como "runway". Un aumento excesivo de la temperatura puede tener diversos efectos. Que se favorezca la ocurrencia de otras reacciones; que se produzcan cambios de la fase en la masa reaccionante; que ocurra un aumento significativo de la presión en el reactor por evaporación de los líquidos o calentamiento de los gases; que se exceda el límite de cedencia del material de construcción del reactor, entre otros.

Otro de los mayores riesgos en la oxidación de asfaltos aparte del representado por el carácter exotérmico de la reacción, es el hecho de que se está poniendo en contacto un combustible ("el asfalto") con un comburente ("el aire") y por consiguiente existe la posibilidad de un incendio.

Un incendio es una reacción química de oxidación - reducción fuertemente exotérmica, siendo los reactivos el oxidante y el reductor. En terminología de incendios, el reductor se denomina combustible y el oxidante, comburente; las reacciones entre ambos se denominan combustiones.

Para que un incendio se inicie es necesario que el combustible y el comburente se encuentren en espacio y tiempo en un estado energético suficiente para que se produzca la reacción entre ambos. La energía necesaria para que tenga lugar dicha reacción se denomina energía de activación; esta energía de activación es la aportada por los focos de ignición.

La reacción de combustión es una reacción exotérmica. De la energía desprendida, parte es disipada en el ambiente produciendo los efectos térmicos del incendio y parte calienta a más reactivos; cuando esta energía es igual o superior a la necesaria, el proceso continúa mientras existan reactivos. Se dice entonces que hay reacción en cadena.

Por lo tanto, para que un incendio se inicie tienen que coexistir tres factores: combustible, comburente y foco de ignición que conforman el conocido "triángulo del fuego"; y para que el incendio progrese, la energía desprendida en el proceso tiene que ser suficiente para que se produzca la reacción en cadena. Estos cuatro factores forman lo que se denomina el "tetraedro del fuego".

El Combustible:

Su peligrosidad depende fundamentalmente de su estado físico (sólido, líquido o gas) y en cada uno de estos estados, de otros aspectos ligados a sus propiedades físico - químicas, su grado de división o fragmentación, etc.

En el caso de *combustibles sólidos* su grado de fragmentación es fundamental ya que a mayor división se precisa de menor energía (en intensidad y duración) para iniciar la combustión. Para *líquidos* y *gases inflamables* son la concentración combustible - aire precisa para la ignición (límite inferior de inflamabilidad) y la energía de activación necesaria (energía mínima de ignición) para que se produzca la reacción de combustión; siendo, además, asimismo un parámetro fundamental para los *líquidos*, la temperatura mínima a la que el combustible emite vapores suficientes para que se forme la mezcla inflamable (temperatura de inflamación o "flash point").

Punto de inflamación:

El punto de inflamación corresponde a la temperatura a la que el asfalto puede ser calentado con seguridad, sin peligro a que se inflame en presencia de una llama. Esta temperatura es mas baja que la necesaria para que el material entre en combustión, por lo tanto este análisis sirve como prueba de seguridad en la operación de las plantas asfálticas en caliente. También sirve para obtener una aproximación del contenido de las fracciones livianas. El punto de inflamación se mide generalmente mediante la copa Cevaland

Según lo reporta la literatura, en la oxidación de asfaltos se debe trabajar preferiblemente con cargas que tengan un flash point de al menos 304.4 °C. También pueden usarse materiales con Flash point menores si la temperatura de oxidación es mantenida 10°C por debajo del flash point del material.

3.5 VARIABLES DEL PROCESO DE OXIDACIÓN

Debido a la compleja estructura del asfalto existe un gran número de variables las cuales pueden ajustar o controlar para obtener un producto con las especificaciones requeridas de calidad. Pero todas estas variables no afectan con la misma intensidad la calidad del producto.

Las variables son:

- La temperatura de reacción
- El flujo de aire
- Nivel del líquido
- Presión
- Dispersión del gas
- Naturaleza de la carga
- Catalizador

➤ LA TEMPERATURA DE REACCIÓN:

La temperatura de reacción apropiada depende de la composición del asfalto a oxidar. El rango de temperatura para oxidación de asfaltos oscila entre 175-288°C en la industria, preferiblemente de 232-280°C. Como en otras reacciones orgánicas un incremento en la temperatura de operación acelera la velocidad de la reacción y reduce el tiempo de soplado con aire. Sin embargo el aumento de la temperatura en el proceso de oxidación de asfaltos deteriora la

calidad del producto, debido a que este presenta una mayor susceptibilidad a los cambios con la temperatura. La temperatura de oxidación no debe ser mayor a 280°C ya que puede existir la posibilidad de que se presente degradación térmica o el inicio del craqueo del asfalto. Las temperaturas de oxidación demasiado altas llevan a la formación de compuestos sólidos, de carbenos y carboides que son indeseables en los asfaltos.

➤ **FLUJO DE AIRE:**

El aumento en el flujo de aire incrementa la velocidad del proceso y produce cambios irreversibles en la calidad del producto. Sin embargo la velocidad de endurecimiento en el asfalto no se incrementa proporcionalmente para flujos de $3.7 \times 10^4 \text{ m}^3 \text{ kg}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ (22.2 L min⁻¹ kg⁻¹) industrialmente. El efecto es positivo hasta cierto punto dependiendo de las características de la carga. Se han dado casos de deterioro en la calidad del producto oxidado al trabajar con altos flujos de aire.

➤ **NIVEL DEL LIQUIDO**

De los estudios realizados para observar el efecto del nivel del líquido en el reactor, se conoce que la velocidad de oxidación se incrementa con la altura del líquido en el reactor tipo columna vertical, debido a que se prolonga el tiempo de contacto del oxígeno con el asfalto. Sin embargo para alturas de líquido grandes la velocidad de oxidación disminuye probablemente debido a una distribución no uniforme del oxígeno en la masa de asfalto.

➤ **PRESIÓN**

Un incremento en la presión del reactor mejora la difusión del oxígeno atmosférico en el asfalto e incrementa la velocidad de reacción, promoviendo la condensación de los aceites de alto punto de ebullición y esto indudablemente afecta la composición y las propiedades de los asfaltos oxidados. Al aumentar la presión se obtienen puntos de ablandamientos mayores para un valor dado de penetración.

➤ **DISPERSIÓN DEL GAS**

La dispersión del gas debe tenerse muy en cuenta para lograr una eficiente absorción del oxígeno en el asfalto. Esto es posible disminuyendo el diámetro de los orificios del distribuidor de aire lo cual produce un aumento en el área interfacial líquido-gas.

➤ **NATURALEZA DE LA CARGA**

La calidad del asfalto oxidado está influenciada en gran medida de la composición del alimento:

La clasificación tradicional de los crudos se basa en el predominio de algunos de los grupos hidrocarburos en la composición química del crudo. Se conocen los crudos de base parafínica, nafténica, aromática e intermedia.

Crudos de base parafínica (P): Contienen elevadas proporciones de compuestos sencillos parafínicos y ceras. No son buenos para producir asfalto.

Crudos de base aromática (A): Se caracteriza por tener altos contenidos de resinas y asfáltenos y trazas de parafino-nafténicos, en su composición predominan los hidrocarburos, bi, policicloaromáticos y nafténicos.

Crudos de base nafténica (N): Se caracteriza por tener alto contenido de resinas y algunas trazas de parafinas o componentes cíclicos, en su composición predominan los hidrocarburos mono, bi-aromáticos y nafténicos.

Crudos de base intermedia (I) ó mixta: Presentan características de los dos anteriores: pueden ser crudo parafínico-intermedio (PI), intermedio-parafínico (IP), intermedio (I), intermedio-nafténico (IN), nafténico-intermedio (NI), etc, según la fracción más representativa.

A fin de obtener asfaltos oxidados tipo quebradizo el alimento debe ser un residuo pesado de un petróleo crudo tipo resinoso/asfálténico, es decir un residuo de un crudo de base aromática (A), y la oxidación debe ser realizada a altas temperaturas (290-300°C) en aparatos con un gran tiempo de residencia ; El alimento a ser usado en la producción de asfaltos plásticos debe ser un residuo liviano de corrida directa y sería oxidado a temperaturas moderadas (250-270°C) en aparatos con un corto tiempo de residencia.

En esta planta de oxidación se utilizará una brea viscorreducida, la cual presenta un gran contenido de asfaltenos, y es apta para la oxidación.

➤ **CATALIZADOR**

La introducción de catalizadores al asfalto alimentado para la oxidación acelera el proceso de condensación molecular e incrementa considerablemente la capacidad de oxidación de la unidad, el uso de estos catalizadores tiende a dar asfaltos de más alta calidad. Muchos catalizadores son usados para incrementar la velocidad de reacción y también para mejorar las propiedades fisicoquímicas del asfalto; el FeCl₃ ha demostrado ser uno de los catalizadores más efectivos y menos costosos, sin embargo en nuestra tesis de pre-grado se utilizaran el Carbonato de Sodio y el Carbonato de Calcio, debido a que estos producen un asfalto oxidado menos corrosivo que el producido por el FeCl₃.

Algunos catalizadores aprobados, usados en el laboratorio y en la industria para la oxidación de asfaltos son los óxidos de metales y no-metales, metales pulverizados, sales y sulfuros en baja concentración. No todos los asfaltos responden a los catalizadores en igual forma y en el mismo grado. La mayor parte de los materiales asfálticos se oxidan a una determinada temperatura en un periodo más corto (hasta 30% del tiempo) cuando se adicionan catalizadores, aunque algunos materiales les toma mas tiempo.

4. DESCRIPCIÓN GENERAL DEL PROCESO.

4.1 SECCIÓN DE CARGA:

El material a cargar en la unidad consiste de una brea viscorreducida de la VR II de un corte ≥ 400 °C con un punto de inflamación de 367 C y de un catalizador que puede ser el carbonato de calcio o de sodio en proporciones previamente definidas. La brea en estado sólido y totalmente triturado es mezclada con el catalizador y la mezcla es adicionada al reactor de forma manual.

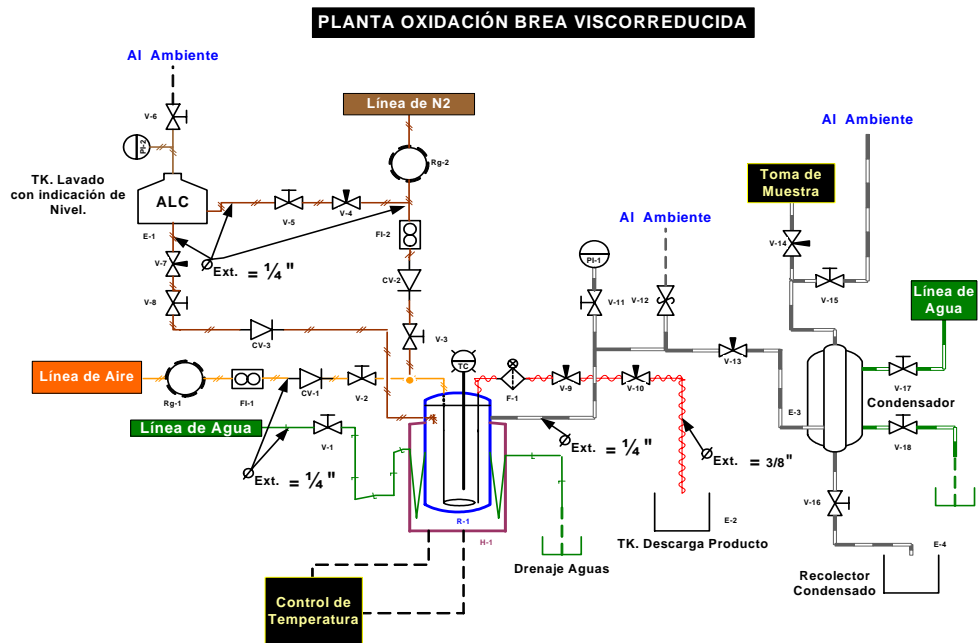
4.2 SECCIÓN DE REACCIÓN:

Una vez adicionada la mezcla en el reactor R-1 se somete a calentamiento y agitación con N₂ burbujeado hasta alcanzar la temperatura requerida. Posteriormente se inyecta aire al reactor y se da inicio a la reacción de oxidación.

4.3 SECCIÓN DE DESCARGA:

Finalizada la reacción de a las condiciones previas establecidas, se detiene el calentamiento y la inyección de aire y el producto obtenido (brea viscorreducida oxidada) se descarga del reactor presurizando con inyección de nitrógeno hasta una presión de 20 psig y se recibe en un recipiente metálico E-2.

5. DIAGRAMA DE LA PLANTA



6. *PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN DE LA PLANTA DE OXIDACIÓN DE BREAS VISCORREDUCIDAS.*

6.1. *OBJETIVO:*

Describir las actividades que se realizan durante la operación de la Planta de Oxidación de Breas viscorreducidas.

6.2. *ALCANCE:*

Este procedimiento comprende las actividades que se realizan durante la operación de la planta y aplica exclusivamente a esta Unidad.

6.3. *DESCRIPCIÓN:*

6.3.1. **PROCEDIMIENTO DE ALISTAMIENTO PARA LA OXIDACIÓN DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II.**

- El responsable técnico de la planta debe anotar las instrucciones de operación en la bitácora.
- Antes de iniciar con el funcionamiento de la planta de oxidación se deben leer las instrucciones de la bitácora.
- Contar con todos los implementos y dotación necesarios para adelantar la corrida programada.
- Verificar el buen funcionamiento de la instalación (revisar líneas de suministro de aire, agua y nitrógeno y verificar si hay energía en la planta).
- Verificar con el indicador de nivel (I.N.) que el tanque de ALC (E-1) esté al nivel deseado.
- Verificar que la válvula de seguridad (V-12) se encuentre debidamente calibrada : set point 50 psi (esta debe ser calibrada cada 6 meses, o cada vez que se dispare).
- Verificar que el almacenamiento de la carga es el indicado y que no tiene agua.

6.3.2. **PROCEDIMIENTO DE CARGA**

- La carga se debe triturar hasta obtener partículas finas y se deben tener a la mano todos los elementos necesarios; guantes y un elemento para picar y golpear el recipiente en el que se vaya a hacer el picado).
- Mezclar la carga con el catalizador manualmente.
- Introducir la mezcla de carga con el catalizador en el interior del reactor.

6.3.3. **PRUEBA DE HERMETICIDAD**

- Una vez cargado el reactor se procede a sellarlo en cruz teniendo la precaución de no dejar mordido ni mal ubicado el sello de asbesto.
- Instalar taponos a las salidas del reactor para realizar la prueba de hermeticidad.
- Conectar a la entrada del reactor una entrada de N₂ a una presión de 40 psi.
- Conectar a la entrada del reactor la línea de salida de gases para permitir el venteo a la atmósfera. Las válvulas (V-13 Y V-15) deben permanecer cerradas durante la prueba de hermeticidad.
- Con una solución jabonosa buscar las posibles fugas.
- Si hay fugas se deben corregir y volver a realizar la prueba de hermeticidad.

- Una vez terminado el chequeo de fugas se abre la válvula (V-13 Y V-15) para ventear el N₂ del reactor.

6.3.4 PROCEDIMIENTO PARA LLEVAR A CABO EL PROCESO DE OXIDACIÓN DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II.

- Introducir el reactor R-1 en el horno e instalar todas las líneas necesarias para llevar a cabo la operación: línea de aire, línea de N₂, línea de agua , línea de ALC, la línea de descarga del producto, línea de salida de gases de reacción.
- Verificar que el sistema este alineado: que cada línea se encuentre con sus respectivas válvulas e instrumentos necesarios para iniciar la operación.
- Verificar que las válvulas de suministro de N₂ (V-3, V-4, V-5) se encuentren cerradas.
- Verificar que las válvula de suministro de aire V-2 se encuentre cerrada.
- Verificar que las válvulas de descarga del producto (V-9 y V-10) se encuentren cerradas.
- Verificar que las válvulas de suministro de ALC (V-7 y V-8) se encuentren cerradas.
- Verificar que la válvula de venteo (V-6) se encuentren cerrada.
- Verificar que la válvula para la toma de muestra de gases (V-14) se encuentre cerrada.
- Verificar que la válvula para la recolección de condensado (V-16) se encuentre cerrada.
- Verificar que la válvula (V-11) conectada al manómetro (I-1) se encuentre abierta.
- Verificar que la válvula de venteo a la atmósfera (V-15) se encuentre abierta.
- Verificar que la válvula (V-13) para salida de gases de reacción se encuentre abierta.
- Verificar que la válvula de suministro de agua para el condensador (V-17 y V-18) se encuentren abiertas.
- Energizar la planta.
- Verificar que la alarma sonora del controlador de temperatura este seteada a 280°C
- Verificar que el corte de energía del controlador de temperatura este seteada a 300°C.
- Verificar la disponibilidad de energía al display (110 V) indicador de la temperatura del reactor.
- Iniciar el calentamiento hasta obtener una temperatura de 120°C
- Inyectar N₂ al reactor abriendo lentamente la válvula (V-3) con el fin de destapar la línea de suministro de aire.
- Abrir la válvula (V-2) para permitir la entrada de aire al reactor.
- Cerrar rápidamente la válvula (V-3) de suministro de N₂.
- Inmediatamente se obtenga una temperatura de 240°C inicializar el cronometro de tiempo de reacción.
- Hacer un registro de temperatura y presión en el reactor cada 5 o 10 min .
- Llevar a cabo la reacción en el tiempo y condiciones deseadas.
- Prender la cinta de calentamiento colocada en la línea de descarga del producto, veinte minutos antes de terminar la operación.

6.3.5. PROCEDIMIENTO DE DESCARGA DEL PRODUCTO.

- Una vez terminada la reacción se cierra las válvulas de entrada de aire al reactor (V-2).
- Cerrar inmediatamente la válvula (V-13) de salida de gases de reacción.
- Introducir N₂ a una presión de 20 psig al reactor abriendo lentamente la válvula (V-3)
- Cerrar la válvula (V-3) de suministro de N₂ en el momento en el que la presión en el reactor alcance 20 psig
- Abrir lentamente las válvulas (V-9 y V-10) para descarga del producto.

- Recoger el producto.
- Repetir esta operación hasta cuando por la línea de descarga salga solamente Nitrógeno.
- Cerrar las válvulas V-9 y V-10 de descarga de producto.
- Después de retirar el producto la temperatura en el horno se lleva a 60°C .

6.3.6. RECOLECCION DE CONDENSADO Y LIMPIEZA.

- Abrir la válvula (V-16) para la recolección del condensado.
- Retirar el producto condensado del tanque recolector E-4 y pesarlo.
- Se retira el tanque de recolección del producto E-2reemplaza por un tanque recolector de ALC E-5
- Se abren lentamente las válvulas (V-7 y V-8) para permitir la entrada de ALC al reactor.
- Se presuriza el tanque de ALC (E-1) abriendo las válvulas (V-4 y V-5) de suministro de N₂ a 10 psig.
- Se deja pasar el ALC, (3,4 litros), hasta llenar el volumen del reactor.
- Se abre la válvula de venteo a la atmósfera (V-6) .
- Se cierran las válvulas de suministro de N₂ al tanque de ALC (V-4 y V-5).
- Se cierran las válvulas de entrada de ALC al reactor R-1 (V-7 y V-8)
- Se abre la válvula (V-3) para permitir la entrada de N₂ al reactor y de esta manera volver a presurizarlo.
- Abrir lentamente las válvulas de descarga del producto (V-9 y V-10) para descarga el ALC.
- Cuando el ALC recolectado en la línea de descarga del producto salga completamente limpio, es decir sin ninguna traza de brea viscorreducida oxidada, se da por terminada la operación de limpieza.
- Apagar y suspender la disponibilidad de energía.
- Dejar enfriar el reactor.
- Cerrar la válvula (V-17) de suministro de agua del condensador E-3
- Retirar el reactor del horno.
- Hacerle al reactor su respectiva limpieza después de cada corrida utilizando ALC para lavar las paredes de este y utilizar un churrusco con el fin de retirar la brea viscoreducida que se halla adherido al reactor.

7. *ESPECIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES PRINCIPALES E INSTRUMENTACIÓN.*

Este capítulo describe los equipos más importantes de la planta de oxidación de brea viscorreducida de la VR II.

7.1 EQUIPOS

7.1.1 REACTOR R-1

- Material: acero al carbono
- Servicio: oxidación de brea viscorreducida.
- Capacidad: 3420,16 cm³
- Presión de operación: 14.7 psi
- Temperatura de operación : 240 °C

- Longitud: 551 mm
- Diámetro externo: 152 mm
- Diámetro interno: 88.9 mm.
- Espesor de la pared: 5.92 mm
- Tapa del reactor: consta de una tapa con acople para un termopozo , un tubo necesario para generar agitación dentro de él, salida tanto para gases de reacción como para descarga del producto y entrada para ALC. Para generar hermeticidad entre la tapa y el cilindro se encuentra un sello o empaque en Asbesto.

7.1.2 HORNO H-1

- Material: Acero al Carbón
- Servicio : Calentamiento del reactor
- Presión de operación: atmosférica
- Temperatura de operación : 300 °C
- Temperatura max: 500 °C
- Longitud: 0.665 m
- Diámetro externo: 0.485 m
- Espesor de pared : 0.08 m
- Sistema de refrigeración interno: tubería 1/4" por donde se hace pasar agua para bajar la temperatura del reactor en caso tal que la temperatura se aumente desmesuradamente.

7.1.3 CONDENSADOR E-3

- Material: Acero Inoxidable
- Servicio: Condensación de los gases de reacción.
- Rango de presión: 0-1800 psi
- Presión de trabajo: atmosférica
- Longitud : 0.34 m
- Diámetro externo: 0.185 m

7.1.4 TANQUE RECOLECTOR DE CONDENSADO E-4

- Material:
- Servicio: Recepción del condensado.
- Diámetro: 0.19 m
- Largo: 0.158 m

7.1.5 TANQUE RECOLECTOR DE PRODUCTO E-2

- Material:
- Servicio: Recepción del producto
- Diámetro: 0.19 m
- Largo: 0.158 m

7.1.6. TANQUE RECOLECTOR DE ALC + BREA VISCORREDUCIDA E-5

- Material:
- Servicio: Recepción del alc + brea viscoreducida
- Diámetro: 0.19 m
- Largo: 0.158 m

7.1.7. TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE ALC E-1

- Material: Acero al carbono
- Servicio: Almacenamiento de ALC
- Diámetro:
- Largo:

7.1.8. TUBING

7.1.8.1. Tubing ¼ in

- Material: acero inoxidable
- Espesor de pared: 0.028 in
- Servicio: suministro de N₂, aire, agua, ALC.
- Presión de trabajo : 4000 psi

7.1.8.2. Tubing 3/8 in

- Material: acero inoxidable
- Espesor de pared: 0.035 in
- Servicio: descarga del producto.
- Presión de trabajo : 3300 psi

7.1.9. Cinta de calentamiento

- Tipo: Calentamiento y control
- Marca: Omegalux
- Longitud : 1.5 m
- Rango de Temperatura :
- Salida: 220 volt
- Potencia de consumo: 720 wat

7.2 INSTRUMENTACIÓN:

7.2.1 Línea de entrada de aire:

7.2.1.1. Reguladores de Presión Rg-1

- Marca: Norgren
- Material: pasta, vidrio, hierro
- Tamaño: ¼ in
- Rango de presión : de 0 a 160 psi
- Inlet: 150 psig
- Outlet: 150 psig
- Temperatura: 50°C

7.2.1.2. Indicador medidor de flujo: Rotámetro FI-1

- Marca: Cole Palmer
- Material: pasta, vidrio, hierro
- Tamaño : ¼ in
- Escala : de (0 a 60)%
- Flujo max: 58.5 l/min
- Presión max: 200 psig

- Tempertura: 121 °C
- 7.2.1.3. Cheque CV-1
- Marca: hoke
 - Material: acero inoxidable
 - Tamaño : ¼ in
 - Presión max: 6000 psig
- 7.2.1.4. válvula de Bola V-2
- Marca: swagelok
 - Tipo: asiento teflón
 - Material: acero inoxidable:
 - Tamaño: ¼ in
 - Presión max : 2500 psi
 - Temperatura: 66°C
- 7.2.2 Línea de Nitrógeno:
- 7.2.2.1. Reguladores de Presión Rg-2
- Marca: Norgren
 - Material: pasta, vidrio, hierro
 - Tamaño: ¼ in
 - Rango de presión : de 0 a 160 psi
 - Inlet: 300 psig
 - Outlet: 150 psig
 - Temperatura: 65°C
- 7.2.2.2. Indicador medidor de flujo: Rotametro FI-2
- Marca: gilmont
 - Material: pasta, vidrio, hierro
 - Tamaño : ¼ in
 - Escala : de (0 a 100)%
 - Flujo máx.: 40 l/min
 - Presión máx.: 200 psig
 - Temperatura: 121 °C
- 7.2.2.3. Cheque CV-2
- Marca: Hoke
 - Material: acero inoxidable
 - Tamaño : ¼ in
 - Presión max: 6000 psig
- 7.2.2.4. válvula de Bola V-3
- Marca: swagelok
 - Tipo: asiento teflón
 - Material: acero inoxidable:
 - Tamaño: ¼ in
 - Presión max : 2500 psi
 - Temperatura: 66°C

7.2.2.5. Válvula de Bola V-5

- Marca: Reina
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Presión máx. : 100 psi
- Temperatura: 100°C

7.2.2.6. Válvula de aguja V-4

- Marca: swagelok
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Presión máx. : 500 psi

7.2.3 Línea de salida de gases de reacción

7.2.3.1. Indicador de presión. PI-1

- Marca: USG
- Material: Acero inoxidable
- Tamaño: Para tubing de ¼ in
- Rango de presión : 0-200 Psi

7.2.3.2. Válvula de Bola V-11

- Marca: CDC
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Rango de presión: 0-5000 psi

7.2.3.3. Válvula de seguridad. V-12

- Marca: HOKE
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Presión de seteo: 50 psi
- Rang

7.2.3.4. Conexiones T

- Marca: Swagelok
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Rango de presión: (Rosca macho: 0-8000 psi), (rosca hembra: 0- 6000 psi).
- Cantidad: dos

7.2.3.5. Válvula de Aguja: V-13

- Marca: Hoke
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable

- Tamaño: ¼ in
- Rango de Presión : 5000 psi

7.2.4 Línea de suministro de ALC

7.2.4.1. Válvula de aguja V-7

- Marca: swagelok
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Presión max : 5000 psi

7.2.4.2. Válvula de Bola V-8

- Marca: swagelok
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Presión max : 2500 psi
- Temperatura: 66 °C

7.2.4.3. Cheque CV-3

- Marca: Nupro
- Material: acero inoxidable
- Tamaño : ¼ in
- Presión máx.: 3000 psi

7.2.4.4. Válvula de Bola V-6

- Marca: Hoke
- Tipo: asiento teflón
- Material: acero inoxidable:
- Tamaño: ¼ in
- Presión máx. : 100 psi
- Temperatura: 100°C

7.2.4.5. Indicador de Presión: PI-2

- Marca: WIKA
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: Para tubing de ¼ in
- Rango de presion : 0-100 Psi

7.2.5 Línea de descarga del producto

7.2.5.1. Válvulas de aguja V-9 y V-10

- Tipo: Asiento Metálico
- Marca: Hoke
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: 3/8 in

- Rango de Presión : 5000 psi
- Cantidad: Dos

7.2.5.2. Filtro F-1

- Marca: Swagelok
- Filtro: 0.5 MICRON
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: 3/8 in
- Rango de Presión : 6000 psi
- Temperatura: -28°C a 482°C

7.2.6 Línea de descarga del condensado:

7.2.6.1. Válvula de bola V-16

- Tipo: Asiento teflón
- Marca: Whitey
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: ¼ in

7.2.7 Línea de salida de gases no condensados:

7.2.7.1. Válvula Aguja para toma de muestras: V-14

- Tipo: Asiento Metálico
- Marca: Whitey
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: ¼ in
- Rango de Presión : 5000 psi
- Temperatura: 38°C

7.2.7.2. Válvula de bola para venteo a la atmósfera. V-15

- Tipo: Asiento Teflón
- Marca: Hoke
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: ¼ in
- Rango de Presión : 3000 psig

7.2.8 Línea de suministro de agua de enfriamiento para el condensador

7.2.8.1. Válvula de bola: V-17

- Tipo: Asiento Teflón
- Marca: Hoke
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: ¼ in
- Rango de Presión : 3000 psig

7.2.8.2. Válvula de bola: V-18

- Tipo: Asiento Teflón
- Marca: Hoke
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: ¼ in

- Rango de Presión : 5000 psig

7.2.9 Línea de suministro de agua sistema de enfriamiento del horno.

7.2.9.1. Válvula de bola: V-1

- Tipo: Asiento Teflón
- Marca: CDC
- Material: acero inoxidable
- Tamaño: ¼ in
- Rango de Presión : 3000psi

8. SEGURIDAD

8.1 MATERIALES PELIGROSOS

BREA VISCORREDUCIDA:

Propiedades Físicoquímicas

Apariencia: líquido a temperaturas superiores a 120°C

Color: Negro

Olor: Alquitrán.

Punto de inflamación corte de 400 °C : 367°C.

Densidad a 15 °C: 1, 0585 gr/ml

Insolubles en n-Heptano (% en peso): 23,73

Estabilidad Y Reactividad

Estable bajo condiciones normales

Información Toxicológica

El líquido causa quemaduras a la piel y los ojos.

Efectos Para La Salud

Inhalación:

- No presenta riesgos por inhalación pero cuando se somete a elevada temperatura emite gases tóxicos.

Piel:

- El líquido caliente causa severas quemaduras al entrar en contacto con la piel.

Ojos:

- El líquido caliente causa severas quemaduras al entrar en contacto con los ojos.

Efectos Crónicos

No reportados.

Primeros Auxilios

Inhalación

- Retire a un lugar donde respire aire fresco. Consulte al médico si persiste algún síntoma.
- Piel
- Todas las personas que trabajen con brea viscorreducida caliente deben estar familiarizadas con las siguientes recomendaciones para prestar primeros auxilios a las víctimas de quemaduras.
- No intente remover la brea caliente del área afectada
- Cuando haya ocurrido un accidente el área afectada debe ser enfriada tan rápido como sea posible para prevenir que el calor cause mayores daños. La brea viscorreducida tiene una capacidad calorífica alta, además es un buen aislante por esta razón la quemadura debe ser lavada con agua fría por lo menos durante 5 minutos.

- Tratamiento adicional, primeros auxilios y cuidado médico

La capa de brea viscorreducida se pega fuertemente a la piel por esto no debe intentar removerse a menos que sea bajo la supervisión de un especialista en quemaduras. La brea fría forma una capa impermeable estéril sobre la quemadura. Si la brea se remueve, la piel puede afectarse en mayor grado y originar complicaciones. En quemaduras de segundo grado puede causar infección y una herida mayor.

- Quemaduras de segundo grado

Se debe dejar la brea y cubrirla con un vendaje que contenga parafina o un ungüento para las quemaduras con base en parafinas como la flamizina (sulfadiazina de plata). Este tratamiento tendrá el efecto de ablandar la brea y se podrá remover en unos días.

- Quemaduras de tercer grado

Se debe evitar remover la brea a menos que se inicie un tratamiento quirúrgico debido a la localización y profundidad de la herida. En tales casos la remoción debe realizarse en el quirófano entre el segundo y el quinto día de haber ocurrido el accidente. Al segundo día un especialista puede evaluar la profundidad de la quemadura. Normalmente no existen problemas secundarios tales como infecciones, sin embargo, es imprescindible comenzar un tratamiento usando sustancias con base en parafinas desde el día del accidente para facilitar la remoción de la brea en la cirugía.

- Quemaduras circunferenciales

El tejido afectado puede hincharse bajo la brea enfriada y endurecida causando un torniquete, en tal caso la brea debe ablandarse como se indicó anteriormente.

Ojos

Lave inmediatamente los ojos con agua fría durante varios minutos, coloque gasa esterilizada sobre los ojos. La breva no debe ser removida por personal no calificado. El paciente debe ir urgente al médico especialista.

-Riesgo de incendio y explosión

Peligros

Material combustible.

Productos De La Combustión

No reportados.

Precauciones

Debe tenerse cuidado al calentarse a temperaturas cercanas a su punto de chispa.

Procedimiento En Caso De Incendio

Evacué y aisle el área de peligro. Elimine toda fuente de ignición. Restrinja el acceso a personas innecesarias y sin la debida protección. Ubíquese a favor del viento. Use equipo de protección personal. Enfríe con agua los contenedores expuestos al fuego. No inhale los vapores producidos.

Agentes Extintores De Fuego

Agua, químico seco, espuma o dióxido de carbono.

Manipulación Y Almacenamiento

a) Manipulación

Use siempre protección personal así sea corta la exposición o la actividad que realice con el producto. Mantenga estrictas normas de higiene, no fume, ni coma en el sitio de trabajo. Use las menores cantidades posibles. Conozca donde está el equipo para atención de emergencias. Rotule los recipientes adecuadamente.

b) Almacenamiento

Lugares ventilados, frescos y secos. Lejos de fuentes de calor e ignición (y de la acción directa de rayos solares). Separado de materiales incompatibles (ver estabilidad y reactividad). Rotule los recipientes adecuadamente. Almacene a temperatura ambiente, en recipientes bien cerrados.

c) Precauciones

Evite inhalación de los vapores. No toque el producto cuando está caliente. Retire el material combustible de los alrededores si hay peligro de fuego.

Equipo De Protección Personal/ Control Exposición

a) Uso Normal

Use guante de viton / neopreno, carnaza no use de caucho butílico / neopreno, overol y gafas con protección lateral, respirador con filtro para vapores orgánicos o máscara cara completa.

b) Control De Emergencias

Equipo de respiración autocontenido (SCBA).

c) Controles De Ingeniería

Ventilación local y general, para asegurar que la concentración no exceda los límites de exposición ocupacional. Debe disponerse de duchas y estaciones lavaojos.

8.2. PROCEDIMIENTO DE PREVENCIÓN DE EMERGENCIAS

8.2.1. OBJETIVO:

Describir el procedimiento a seguir para evitar una emergencia.

8.2.2. ALCANCE:

Comprende las acciones que debe realizar el personal operativo para evitar una emergencia.

8.2.3. DESCRIPCIÓN:

AUMENTO DESMESURADO DE LA TEMPERATURA

- Cortar el flujo de aire, cerrando la válvula V-2
- Abrir la válvula V-3 para permitir la entrada de N₂ al reactor y de esta manera arrastrar el O₂ presente en el.
- Abrir la válvula V-1 para permitir la entrada de agua de enfriamiento del sistema de refrigeración del horno y de esta manera poder controlar el aumento de temperatura.
- Cortar la disponibilidad de energía del horno.

AUMENTO DE LA PRESIÓN:

POR TEMPERATURA

- Cortar el flujo de aire, cerrando la válvula V-2
- Abrir la válvula V-3 para permitir la entrada de N₂ al reactor y de esta manera arrastrar el O₂ presente en el.
- Abrir la válvula V-1 para permitir la entrada de agua de enfriamiento del sistema de refrigeración del horno y de esta manera poder controlar el aumento de temperatura.
- Cortar la disponibilidad de energía del horno.

POR TAPONAMIENTO:

- ❑ Cortar el flujo de aire, cerrando la válvula V-2
- ❑ Abrir la válvula V-1 para permitir la entrada de agua de enfriamiento del sistema de refrigeración del horno.
- ❑ Cerrar la válvula V-11 para proteger el manómetro.
- ❑ Cortar la disponibilidad de energía del horno.

8.3. PROCEDIMIENTO DE EMERGENCIA.

8.3.1. OBJETIVO:

Describir el procedimiento a seguir ante una emergencia en la Planta.

8.3.2. ALCANCE:

Comprende las acciones que debe realizar el personal operativo ante una emergencia.

8.3.3. DESCRIPCIÓN:

FUGAS:

- ❑ Dar conocimiento de la emergencia a la persona más cercana que se encuentre en el área (vigilante), quien se encargará de habilitar el sistema de alarma y avisar al personal involucrado en la emergencia.
- ❑ Habilitar las válvulas de venteo a la atmósfera.
- ❑ Desenergizar la planta, no accionar interruptores en el área cercana a la planta, puesto que se puede generar chispa.

INCENDIO:

- ❑ Dar conocimiento de la emergencia a la persona más cercana que se encuentre en el área (vigilante), quien se encargará de habilitar el sistema de alarma y avisar al personal involucrado en la emergencia.
- ❑ Cortar el flujo de aire en la Planta.
- ❑ Abrir la válvula V-3 para permitir la entrada de N₂ al reactor y de esta manera arrastrar el O₂ presente en el.
- ❑ Abrir la válvula V-1 para permitir la entrada de agua de enfriamiento del sistema de refrigeración del horno y de esta manera poder controlar el aumento de temperatura.
- ❑ Cortar la disponibilidad de energía del horno
- ❑ Utilizar el extinguidor más cercano para tratar de controlar el fuego. Si no se puede controlar, enfríe con chorro o cortina de agua cualquier estructura que este en peligro o algún equipo cercano al lugar del incendio. Conectar la manguera de contra incendios al hidrante más cercano (Entrada a Plantas Piloto).
- ❑ Si las líneas de aire y vapor entran al área del incendio deben bloquearse.

FALLA ELÉCTRICA:

- ❑ Apagar la planta.
- ❑ Cortar la disponibilidad de energía.
- ❑ Cerrar las válvulas de suministro principal y proceder con las secundarias.

9. SEGURIDAD DEL PERSONAL.

9.1. PRINCIPIOS DE SEGURIDAD PARA LOS OPERADORES DE PROCESO:

- ✓ Familiarícese con el uso y el objetivo de cada uno de los elementos y componentes de la Planta.
- ✓ Verifique con regularidad el procedimiento de emergencia.
- ✓ Conozca el lugar donde están ubicados los extintores e hidrantes y su uso.
- ✓ El equipo de protección es inservible a menos que este listo para ser usado cuando se necesite, mantenga este equipo en buenas condiciones.
- ✓ Durante la operación de la Planta use adecuadamente los implementos de seguridad personal, tales como: gafas, casco, guantes, máscara y en lo posible evite exponerse a los vapores.
- ✓ No abra o cierre una válvula a menos que este seguro de lo que esta haciendo.
- ✓ En caso que existan zonas húmedas, llame inmediatamente al personal encargado del aseo, esto con el fin de evitar posibles caídas.
- ✓ Inspeccione los componentes constantemente e informe sobre los defectos y necesidades de reparación.
- ✓ Ubique taponos y/o válvulas sin manija en los sitios de toma de muestras.
- ✓ Cuando ingrese la carga y retire el producto de la Planta, encienda el Sistema de Extracción Localizado.
- ✓ Mantenga los componentes y alrededores completamente limpios, especialmente de aceite y otro tipo de residuo combustible.
- ✓ No guarde productos de reacción en los laboratorios, a no ser que se encuentren herméticamente sellados.
- ✓ Cuando guarde materia prima, muestras y productos, realice la respectiva anotación y ubique una etiqueta en cada recipiente, indicando su fecha, materia prima / producto y el responsable.
- ✓ No manipule o trate de reparar instrumentos o equipos eléctricos, llame al personal especializado.
- ✓ Piense en sus compañeros, no permita que el descuido o la negligencia ponga sus vidas en riesgo.
- ✓ En el momento de verter un líquido caliente en un recipiente y/o reactor, utilice siempre los elementos de seguridad personal, incluyendo una careta para evitar salpicaduras que ocasionen daños.
- ✓ Utilice siempre máscara para manejar productos que desprendan vapores y gases a temperatura ambiente.
- ✓ Maneje productos tóxicos en sistemas cerrados, utilizando siempre máscara y su respectivo traje de protección contra éstos.
- ✓ Antes de realizar cada corrida, se debe revisar la hermeticidad de la planta y de los reactores.
- ✓ Antes de realizar cada corrida, se debe eliminar el aire del sistema, ingresando nitrógeno a 20-40 Psig.

9.2. EQUIPO DE PROTECCIÓN:

La inteligente labor del personal de operaciones, las buenas condiciones para ejecutar el trabajo, no son sustitutos del equipo de protección personal.

El equipo de protección para la seguridad del personal, debe mantenerse siempre en excelentes condiciones de operación y de limpieza.

Las siguientes reglas deben tenerse en cuenta para el uso de los equipos de protección:

- ✓ *Protección de los Ojos:* Los operadores y todo el personal que intervenga debe disponer del uso de gafas de seguridad, tanto en áreas de planta como de laboratorios.
- ✓ *Protección del Rostro (Cara):* Para evitar salpicaduras de compuestos peligrosos y calientes es necesario el uso de la careta.
- ✓ *Protección para los pies:* Para la protección de los pies es obligatorio el uso de botas de seguridad.
- ✓ *Protección Respiratoria:* Mascara con filtros para el manejo de productos que desprendan vapores y gases, además de encender las cámaras de extracción en los laboratorios y el sistema de extracción focalizado en el área de planta.
- ✓ *Protección de la Cabeza:* En todo momento es obligatorio el uso del casco de seguridad en el área de plantas.
- ✓ *Protección de las Manos:* Las manos deberán estar protegidas con guantes de nitrilo, caucho, carnaza o asbesto, dependiendo de la actividad o producto a manejar.

9.3. *EXTINTORES DE FUEGO:*

La mejor prevención contra los incendios es evitar cualquier situación que de lugar a ellos. El piso y la atmósfera debe estar libres de gases y líquidos combustibles, es conveniente realizar inspecciones rutinarias para detectar posibles escapes y derrames.

Para que el personal pueda atacar rápidamente cualquier conato de incendio, se debe conocer el uso y ubicación de los extintores, hidrantes y mangueras.

El siguiente es el listado de los agentes extinguidores de fuego que pueden ser utilizados:

- ✓ *Agua:* Para incendios de papel, madera, equipo de enfriamiento, tanques, etc. Como neblina para proteger el personal del calor radiante y extinguir pequeños incendios ocasionados por hidrocarburos.
- ✓ *Vapor:* Para extinguir incendios ocasionados por hidrocarburos en canales y espacios confinados y para extinguir llamas pequeñas.
- ✓ *Espuma:* Para incendios de hidrocarburos grandes y pequeños.

Los Agentes Extinguidores nombrados anteriormente no se deben utilizar en equipos eléctricos.

- ✓ *Dióxido de Carbono:* Para pequeños incendios de aceite o de gas, cuando el espacio es reducido. Además para equipos eléctricos energizados.
- ✓ *Polvo Seco:* En todo incendio de Aceite o gas.

9.4. TOMA DE MUESTRAS:

- ✓ Las muestras deben ser tomadas por el personal entrenado y autorizado para ello.
- ✓ Un recipiente cerrado no debe llenarse completamente, se debe dejar un espacio libre equivalente a un 15% de su volumen.
- ✓ No debe usarse llaves de tubo y/o llaves expansivas para abrir o cerrar válvulas pequeñas, puesto que se corre el riesgo / peligro de romper la línea entera.

9.5. ORDEN Y MANTENIMIENTO:

En general el orden dentro de la Planta es esencial para la seguridad.

- ✓ Los papeles, madera, materiales sobrantes y otros desechos deben depositarse en recipientes asignados para tal fin.
- ✓ Mantener el área de proceso, el laboratorio, la sala de control y los cuartos auxiliares en perfecto orden y aseo.
- ✓ Los derrames, goteos y escapes, no deben lavarse en forma inmediata, deben cubrirse con arena u otro material absorbente y retirarse rápidamente.
- ✓ Los materiales como tela y papel impregnados de aceite pueden prenderse espontáneamente, por lo tanto deben depositarse en los recipientes asignados para tal fin, los cuales están ubicados en el área del laboratorio y plantas piloto.
- ✓ El acceso a los extinguidotes, mangueras de agua e hidrantes deben permanecer siempre libres de obstrucciones, de igual forma el sistema de renovación de aire de los laboratorios.
- ✓ Por ningún motivo se deben dejar herramientas, tornillos, tuercas, piezas de tubería, bridas, etc, sobre plataformas o pasadizos de una planta en operación.
- ✓ Cualquier tipo de madera, soporte o andamio se debe retirar antes de poner en servicio la Planta.
- ✓ El equipo contra incendios es únicamente para combatir incendios y no debe dársele otro uso, ni moverse de los sitios previamente establecidos.
- ✓ Se debe hacer chequeos frecuentes a los equipos en operación para detectar escapes. Estos deben corregirse oportunamente para evitar que al no ser controlados obliguen a parar la Planta.
- ✓ La corrosión de la estructura o soporte de la Planta, puede causar el debilitamiento del material, por lo cual se debe detectar las causas y realizar las correcciones necesarias.
- ✓ Los ruidos y vibraciones anormales pueden indicarnos que un equipo se encuentra defectuoso y que existen fallas en los soportes. Una observación oportuna de estas anomalías puede evitar situaciones peligrosas.
- ✓ Los equipos de seguridad deben mantenerse en excelentes condiciones, listos para su uso inmediato.
- ✓ Después de utilizar un extinguidor, debe reemplazarse o recargarse nuevamente.
- ✓ Si la planta no se utiliza por un período de tiempo prolongado, esta se debe purgar con nitrógeno antes de realizar la corrida, de esta forma se evita la formación de mezclas explosivas.



PLANTA DE OXIDACIÓN DE BREAS VISCORREDUCIDAS, PARA EL PROYECTO DE PRE-GRADO "OXIDACIÓN Y MODIFICACIÓN QUÍMICA A NIVEL DE PLANTA PILOTO DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II PARA SER UTILIZADA COMO COMPONENTE DE UN ASFALTO MODIFICADO".

- ANÁLISIS DE RIESGO -

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.

1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO OPERATIVO.
2. DIAGRAMA DE LA PLANTA.
3. DESCRIPCIÓN DE LOS EQUIPOS E INFRAESTRUCTURA UTILIZADA
4. PELIGROS Y AMENAZAS PARA PERSONAS, INSTALACIONES Y MEDIO AMBIENTE.
 - 4.1. Sistemas de seguridad.
 - 4.2. Identificación de los peligros
 - 4.3. Aplicación controles a los peligros identificados y sus metodos de recuperación.
 - 4.4. Lista de chequeo.
 - 4.5. Escenarios de riesgos
5. CLASIFICACION DE RIESGOS EN MATRIZ RAM

INTRODUCCIÓN

El propósito de los sistemas de seguridad es asegurar al operador que los peligros que se presentan en su instalación son perfectamente entendidos y que se han hecho arreglos en el sitio para controlarlos de acuerdo con sus consecuencias.

- Esta metodología se concentra en:
 - Manejo de los peligros y
 - Manejo del personal que está directamente relacionado con los peligros.
- El Proceso del Manejo de los Peligros en este sistema está basado en los aspectos legales de la Ley 100 y se basa en:
 - Identificación
 - Evaluación
 - Control
 - Recuperación
- Puede que empezando no sea posible que se solucione el 100% de los problemas de seguridad. Sin embargo, teniendo una lista de peligros lo más completa posible y continuamente revisada, la seguridad permanecerá viva y se mejorará progresivamente.

Equipo Evaluador de Riesgos

Nombre	Cargo
Luis Germán Garzón M.	Líder Técnico I.C.P. de la Tesis de Pregrado.
Sixto Arturo Espinosa	Líder del Análisis
Juliana Mantilla	Tesista
Margaret Mantilla	Tesista
Edwin Pinto Gómez	Soporte Plantas Piloto – Montaje de Plantas.

Equipo para Actualización del Análisis de Riesgos

Nombre	Cargo
Sixto Arturo Espinosa	Líder del Análisis
Luis Germán Garzón M.	Líder Técnico de la Planta.
Juliana Mantilla	Tesista
Margaret Mantilla	Tesista

1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO OPERATIVO.

La planta de oxidación de breas viscoreducidas consta:

- Un reactor en el cual se va llevar a cabo la reacción de oxidación. El reactor posee las siguientes partes: una termocupla , una tapa con su respectivo sello , entrada para suministro de aire y ALC, y salidas independientes tanto para gases de reacción como para descarga del producto.
- Un horno con su respectivo controlador de temperatura el cual sirve para calentamiento del reactor y mantener la temperatura en un intervalo de operación adecuado para la oxidación de la brea viscorreducida.
- Un condensador en el cual se lleva a cabo la condensación de los gases y vapores de reacción.

Condiciones de Operación

Las condiciones de montaje y pruebas se fijan con base en los criterios descritos anteriormente y que los procedimientos aplicados a nivel de planta piloto sean representativos de los procesos a nivel industrial.

Aseguramiento de la calidad

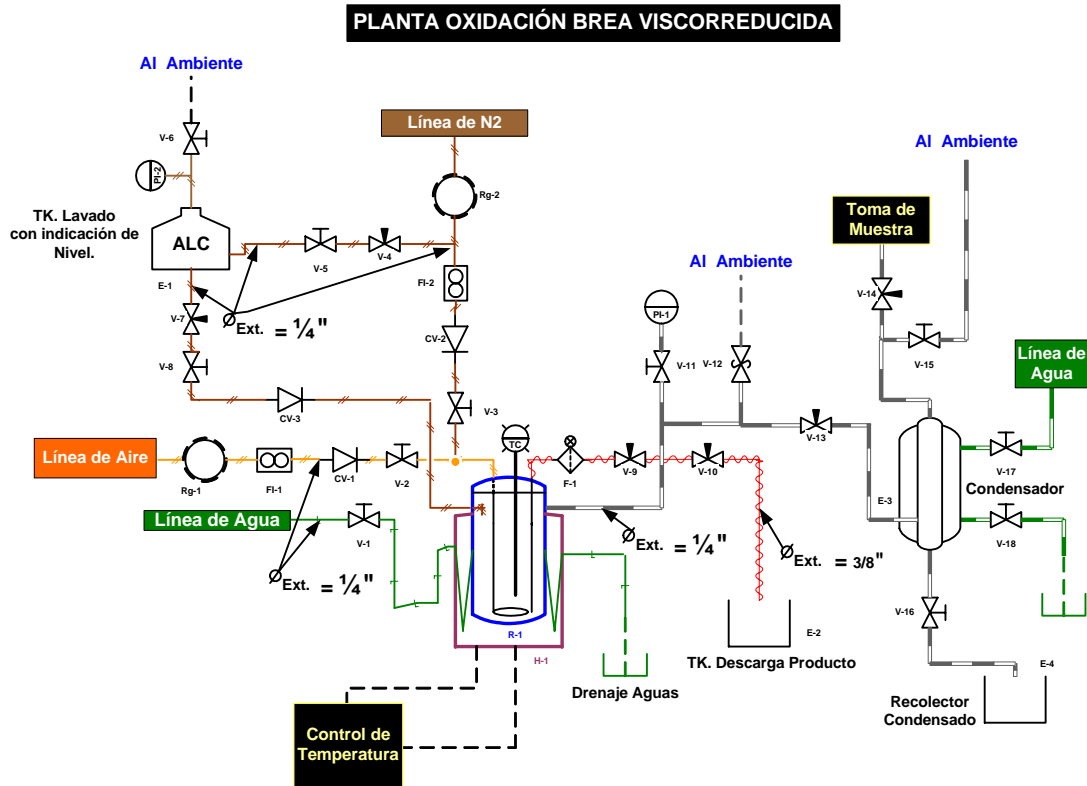
Enseguida se muestra una lista del grupo de Sensores, indicadores, controladores, válvulas que tienen la planta y de ellos podemos deducir la frecuencia de calibración:

- Sensores de temperatura Termocuplas tipo K. Requieren de revisión cada vez que se inicie una nueva corrida y una frecuencia de calibración semestral y/o anual.
- Display de Temperatura (Indicador). Requieren de revisión cada vez que se inicie una nueva corrida y una frecuencia de calibración semestral y/o anual.
- Controladores de Temperatura. Requieren de revisión cada vez que se inicie una nueva corrida y una frecuencia de calibración semestral y/o anual.
- Sistema de Control y Potencia Eléctrica: Requieren de revisión antes de que se inicie una nueva corrida.
- Horno: Requiere de revisión antes de que se inicie una nueva corrida .
- Válvulas de Bola: Requieren de revisión cada vez que se vaya a iniciar una nueva corrida y una frecuencia de ajuste semestral y/o anual.

- Válvulas de Aguja: Requieren de revisión cada vez que se vaya a iniciar una nueva corrida y una frecuencia de ajuste y calibración semestral y/o anual.
- Indicadores de Presión (Manómetros): : Requieren de revisión cada vez que se vaya a iniciar una nueva corrida y una frecuencia de ajuste y calibración semestral y/o anual.
- Indicadores de flujo (Rotametros) : Requieren de revisión previa a cada nueva corrida y una frecuencia de ajuste y calibración semestral y/o anual.

Puesto que la información que se obtiene de esta planta es valiosa en cuanto permite conocer más de la dinámica de esta operación se recalca que en el proceso de montaje se deben cumplir siempre con las medidas de seguridad para las áreas de plantas piloto y de acuerdo a las actividades que se realicen.

2. DIAGRAMA GENERAL DE LA PLANTA



3. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS E INFRAESTRUCTURA UTILIZADA

Los equipos utilizados en la Planta de Oxidación de Breas Viscorreducidas , para el proyecto de pregrado "Oxidación y Modificación Química a nivel de planta piloto de la Brea Viscorreducida de la VR II para ser utilizada como componente de un asfalto modificado "– ICP, son:

1. Horno
 - 1.1 Sistema de refrigeración interno.
 - 1.2 Control de temperatura
 - 1.2.1. Resistencias eléctricas.
 - 1.2.2. Sensor de Temperatura, Termocupla tipo K.
 - 1.2.3. Relee de estado solido con entrada de 4-32 volt y salida de 220 volt para una corriente de 25 A.
 - 1.2.4. Bornas de conexión.
 - 1.2.5. Controlador de temperatura
2. Reactor .
 - 2.1 Tapa Reactor
 - 2.2 Sensor de Temperatura, Termocupla tipo K.
 - 2.3 Indicador de Presión (0 a 200 Psi)
 - 2.4 Válvula de Seguridad. (seteada a 50 psi)
 - 2.5 Tubing para agitación de ¼ in.
3. Condensador
4. Tanque de ALC
 - 4.1. indicador de presion: (0-150)Psi
 - 4.2. indicador de nivel : 2 l
5. Válvulas de Aguja
 - 5.1. SWAGELOK. (SS-1RS4)
 - 5.2. HOKE. (3712G4Y)
6. Valvulas de Bola
 - 6.1. HOKE. (7155G4Y- 7100G4Y)
 - 6.2. SWAGELOK.
7. Cilindro de Recepción.
 - 7.1. Para condensado
 - 7.2. Para producto.
 - 7.3. Para ALC + brea viscoreducida oxidada.

4. PELIGROS Y AMENAZAS PARA PERSONAS, INSTALACIONES Y MEDIO AMBIENTE

4.1 Sistemas de Seguridad

En las instalaciones se encuentran los siguientes equipos de seguridad:

- Existen Elementos de Protección Personal(EPP) adecuados: gafas, guantes cascos, caretas etc.
- Diferentes tipos de equipos extintores: CO₂, polvo químico seco, solkaflam.
- Las áreas se encuentran señalizadas.
- Hay equipos para respuesta inmediata de emergencia: dotación de bombero y equipo de autocontenido.

4.2 Identificación de los peligros

Lista de peligros

1. Exceso de Temperatura: Temperatura de trabajo: mantenerse a un intervalo de operación seguro (240-270 °C) .
2. Combustión espontánea de la carga: Este riesgo al igual que el exceso de temperatura son los mas importante a considerar, debido al carácter exotérmico de la reacción . Hay que tener en cuenta que la temperatura de trabajo sea de al menos 10°C por debajo del punto de inflamación.
3. Exceso de presión: Presión de trabajo : atmosférica. Esta es una consecuencia del exceso de temperatura.
4. Taponamiento de los equipos y tuberías debido al arrastre de trazas de hidrocarburos.
5. Daños eléctricos tanto en el horno, como en los sistemas de control.

Actividades críticas asociadas a los peligros anteriores

- En el aumento de la temperatura del reactor, se corre el riesgo de combustión espontánea de la carga, al igual que un posible incendio en el material aislante, y daños físicos de los equipos.
- En el aumento de la temperatura en el horno, se corre el riesgo de sufrir quemaduras, y posibles lesiones menores al personal. Como también incrementar la temperatura de reacción.
- En el aumento desmesurado de la presión, se corre el riesgo de sufrir lesiones debido a que se pueden soltar las mangueras y demás accesorios asociados a las tuberías así como también el rompimiento de los medidores de presión.
- En el taponamiento de las equipos y accesorios se corre el riesgo de generar altas presiones y los peligros asociados a este suceso.
- En el aumento del flujo de aire, se puede generar alta presión, alta temperatura, aumento en la velocidad de reacción y todos los peligros asociados a estos sucesos.
- Presencia de grietas y dobleces en los sellos del reactor.
- Falla en la verificación y ajuste correcto de las bridas y sellos del reactor y el horno.
- En la manipulación de las válvulas de aguja, se corre el riesgo de quemaduras, puesto que la línea de descarga de gases y el producto, puede estar caliente.
- En la manipulación del Set Point del Controlador de Temperatura.
- En el daño de el controlador de temperatura.
- En el daño o mal funcionamiento de termocuplas instaladas para el proceso.
- En el Montaje de la Planta, puesto que se pueden presentar fugas o rupturas, ya sea en el sello de asbesto del Reactor, en las válvulas o en las líneas por donde va a pasar presión.
- En el Horno, se puede presentar un corto circuito, o daños en las resistencias.
- La presencia y/o tránsito de personal ajeno al proceso.
- En la Falta de Instrucciones.
- Mala operación de la planta.
- En la Calibración y verificación de los componentes de la Planta.
- En la Falta de Supervisión de un Experto.

Lista de otros asuntos que interesan

- Hay en las plantas vecinas peligros de alto riesgo de accidente.

- El personal de vigilancia no está entrenado en asuntos de Seguridad: control de emergencias.

4.3 Aplicación de controles a los peligros identificados y sus métodos de recuperación.

Sugerencias y Medidas de Control

- Tener un excelente conocimiento del proceso de operación y los procedimientos de emergencia asociados a éste (ver página No. 25 del manual de operación).
- Tener un excelente conocimiento del funcionamiento y medidas de control de las plantas vecinas.
- Solicitar la colaboración de los operadores de las plantas vecinas, en cuanto las recomendaciones necesarias para la manipulación de todos los componentes de la Planta.
- Documentarse y practicar la manipulación del Controlador de Temperatura.
- Disponer la planta de tal forma que tenga facilidad de acceso a Mantenimiento.
- Solicitar la Calibración del Indicador de Presión del Reactor.
- Solicitar la Calibración del Indicador de Presión del tanque de ALC.
- Solicitar la Calibración periódica de las termocuplas.
- Solicitar la calibración del sistema de suministro de aire.
- Solicitar la calibración del sistema de suministro de N₂.
- Solicitar a mantenimiento la revisión de todas las válvulas de aguja : HOKE , SWAGELOK y WHITEY.
- Solicitar a mantenimiento la revisión de todas las válvulas de bola : HOKE , SWAGELOK Y REINA.
- Instalar todos lo necesario para la puesta a tierra de los accesorios o elementos eléctricos y/o electrónicos.
- Utilizar los implementos de Seguridad Personal necesarios para cada Actividad
- Identificar todos los componente de la planta.
- Acordonar y señalizar el área física donde se va a realizar el proceso.
- Restringir el paso durante las pruebas de la Planta.
- Evitar la presencia y paso de personal ajeno al proceso.
- Solicitar la supervisión constante de un experto en el momento de Realizar las debidas pruebas.
- Cambiar el sello o empaque de asbesto del Reactor si se encuentra defectuoso, rayado, con grietas, con dobleces, etc.
- Mantener los procedimientos de operación de la planta acompañado con un diagrama de flujo en sitio.
- Informar debidamente al personal de seguridad para el momento de realizar las pruebas de fugas.
- Solicitar la supervisión periódica de un experto del proceso.
- Solicitar al director de la tesis de pregrado del I.C.P. las debidas instrucciones (por escrito) para realizar las pruebas y operación.
- Realizar la prueba de fugas con nitrógeno antes de cada corrida, durante un tiempo de 10 a 15 min con el fin de comprobar la hermeticidad del reactor y desplazar el oxigeno presente.
- Localizar el taco principal de disparo del horno en caso de emergencia.
- Verificar la disponibilidad de energía antes de cada operación.
- Identificar y ordenar debidamente los elementos eléctricos en el Tablero de Control.
- Verificar constantemente el Set Point antes de iniciar cada operación

- Asegurarse de funcionamiento adecuado del sistema de refrigeración instalado tanto para el horno como para el condensador.
- Instalar Cinta de aislamiento térmico en la línea de descarga del producto, para evitar posibles quemaduras.
- Mantener en sitio copias de las Hojas de Seguridad de materiales(MSDS) y leerlas en las reuniones de seguridad.
- Implementar reuniones de intercambio de información de seguridad con las otras plantas con el propósito de coordinar los planes conjuntos de evacuación, sistemas de evacuación, tipos de alarmas etc.
- Revisión y calibración de los indicadores medidores de flujo tanto de aire como de N₂.
- Revisión y calibración del sistema de filtro.
- Revisar periódicamente las termocuplas tipo K.
- Revisar periódicamente todos los indicadores de presión (manómetros).
- Revisar periódicamente y cambiar los elementos eléctricos de control, potencia y las resistencias del horno
- Revisar periódicamente el sistema de control de temperatura y potencia.
- Solicitar la fabricación de 3 sellos más.

Criterios de aceptabilidad

Como se tienen métodos de control y recuperación para los peligros, deberán existir reglas o criterios de aceptabilidad de la empresa (política de la dirección) para su manejo; alternativamente hemos estipulado algunos de ellos, que se listan a continuación:

- Nunca se deberá depender únicamente de un procedimiento de control.
- Al menos un sistema de control deberá "fallar seguro"
- El operador en línea deberá ser consciente de los controles de todos los peligros en su operación.
- Ninguna falla simple podrá causar una situación que amenace contra la vida.
- La instalación deberá ser autosuficiente en proveer protección para el personal.
- Los procedimientos obligatorios deberán ser identificados.
- Implementar un sistema permanente de identificación de peligros y manejo de riesgos aplicado a la parte operativa, con el fin de aumentar los criterios y destrezas de seguridad dentro del personal técnico. Estas técnicas deberán cumplir las etapas de diseño y desarrollo de equipos.

4.4. LISTA DE CHEQUEO.

LISTA DE CHEQUEO PARA ARRANQUE DE LA PLANTA DE OXIDACIÓN DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II.

1. El responsable técnico de la planta debe anotar las instrucciones de operación en la bitácora.
2. Antes de iniciar con el funcionamiento de la planta de oxidación se deben leer las instrucciones de la bitácora.
3. Contar con todos los implementos y dotación necesarios para adelantar la corrida programada.

4. Verificar el buen funcionamiento de la instalación (revisar líneas de suministro de aire, agua y nitrógeno y verificar si hay energía en la planta).
5. Verificar con el indicador de nivel (I.N.) que el tanque de ALC (E-1) esté al nivel deseado.
6. Verificar que la válvula de seguridad (V-12) se encuentre debidamente calibrada : set point 50 psi
7. Verificar que el almacenamiento de la carga es el indicado y que no tiene agua.
8. Verificar que la carga sea triturada hasta obtener partículas finas y que se tengan a la mano todos los elementos necesarios; guantes, gafas y un elemento para picar y golpear el recipiente en el que se vaya a hacer el picado).
9. Mezclar la carga con el catalizador manualmente.
10. Introducir la mezcla de carga con el catalizador en el interior del reactor .

LISTA DE CHEQUEO PARA PRUEBA DE HERMETICIDAD

11. Una vez cargado el reactor sellarlo en cruz teniendo la precaución de no dejar mordido ni mal ubicado el sello de asbesto.
12. Instalar tapones a la salidas del reactor para realizar la prueba de hermeticidad.
13. Conectar a la entrada del reactor una entrada de N₂ a una presión de 40 psi.
14. Conectar a la entrada del reactor la línea de salida de gases para permitir el venteo a la atmósfera. Verificar que las válvulas (V-13 Y V-15) permanezcan cerradas durante la prueba de hermeticidad.
15. Con una solución jabonosa buscar las posibles fugas.
16. Si hay fugas se deben corregir y volver a realizar la prueba de hermeticidad.
17. Una vez terminado el chequeo de fugas se abre la válvula (V-13 Y V-15) para ventear el N₂ del reactor.

LISTA DE CHEQUEO PARA LLEVAR A CABO LA OXIDACIÓN DE LA BREA VISCORREDUCIDA DE LA VR II.

18. Introducir el reactor R-1 en el horno e instalar todas las líneas necesarias para llevar a cabo la operación: línea de aire, línea de N₂, línea de agua , línea de ALC, la línea de descarga del producto, línea de salida de gases de reacción.
19. Verificar que el sistema este alineado: que cada línea se encuentre con sus respectivas válvulas e instrumentos necesarios para iniciar la operación.
20. Verificar que las válvulas de suministro de N₂ (V-3, V-4, V-5) se encuentren cerradas.
21. Verificar que las válvula de suministro de aire V-2 se encuentre cerrada.
22. Verificar que las válvulas de descarga del producto (V-9 y V-10) se encuentren cerradas.

23. Verificar que las válvulas de suministro de ALC (V-7 y V-8) se encuentren cerradas.
24. Verificar que la válvula de venteo (V-6) se encuentren cerrada.
25. Verificar que la válvula para la toma de muestra de gases (V-14) se encuentre cerrada.
26. Verificar que la válvula para la recolección de condensado (V-16) se encuentre cerrada.
27. Verificar que la válvula (V-11) conectada al manómetro (I-1) se encuentre abierta.
28. Verificar que la válvula de venteo a la atmósfera (V-15) se encuentre abierta.
29. Verificar que la válvula (V-13) para salida de gases de reacción se encuentre abierta.
30. Verificar que la válvula de suministro de agua para el condensador (V-17 y V-18) se encuentren abiertas.
31. Energizar la planta.
32. Verificar que la alarma sonora del controlador de temperatura este seteada a 280°C
33. Verificar que el corte de energía del controlador de temperatura este seteada a 300°C.
34. Verificar la disponibilidad de energía al display (110 V) indicador de la temperatura del reactor.
35. Iniciar el calentamiento hasta obtener una temperatura de 120°C
36. Inyectar N₂ al reactor abriendo lentamente la válvula (V-3) con el fin de destapar la línea de suministro de aire.
37. Abrir la válvula (V-2) para permitir la entrada de aire al reactor.
38. Cerrar rápidamente la válvula (V-3) de suministro de N₂.
39. Inmediatamente se obtenga una temperatura de 240°C inicializar el cronometro de tiempo de reacción.
40. Hacer un registro de temperatura y presión en el reactor cada 5 o 10 min
41. Llevar a cabo la reacción en el tiempo y condiciones deseadas.
42. Prender la cinta de calentamiento instalada en línea de descarga del producto, veinte minutos antes de terminar la operación.

LISTA DE CHEQUEO PARA DESCARGA DEL PRODUCTO

43. Una vez terminada la reacción se cierra las válvulas de entrada de aire al reactor (V-2).
44. Cerrar inmediatamente la válvula (V-13) de salida de gases de reacción.
45. Introducir N₂ a una presión de 20 psig al reactor abriendo lentamente la válvula (V-3)
46. Cerrar la válvula (V-3) de suministro de N₂ en el momento en el que la presión en el reactor alcance 20 psig
47. Abrir lentamente las válvulas (V-9 y V-10) para descarga del producto.
48. Recoger el producto.
49. Repetir esta operación hasta cuando por la línea de descarga salga solo Nitrógeno.
50. Cerrar las válvulas V-9 y V-10 de descarga de producto.

51. Después de retirar el producto la temperatura en el horno se lleva a 60°C .

LISTA DE CHEQUEO PARA RECOLECCION DE CONDENSADO Y LIMPIEZA

52. Abrir la válvula (V-16) para la recolección del condensado.
53. Retirar el producto condensado del tanque recolector E-4 y pesarlo.
54. Se retira el tanque de recolección del producto E-2 remplazarlo por un tanque recolector de ALC E-5
55. Se abren lentamente las válvulas (V-7 y V-8) para permitir la entrada de ALC al reactor.
56. Se presuriza el tanque de ALC (E-1) abriendo las válvulas (V-4 y V-5) de suministro de N₂ a 10 psig .
57. Se deja pasar el ALC (3,4 litros).
58. Se abre la válvula de venteo a la atmósfera (V-6) .
59. Se cierran las válvulas de suministro de N₂ al tanque de ALC (V-4 y V-5).
60. Se cierran las válvulas de entrada de ALC al reactor R-1 (V-7 y V-8)
61. Se abre la válvula (V-3) para permitir la entrada de N₂ al reactor y de esta manera volver a presurizarlo.
62. Abrir lentamente las válvulas de descarga del producto (V-9 y V-10) para descarga el ALC.
63. Cuando el ALC recolectado en la línea de descarga del producto salga completamente limpio , es decir sin ninguna traza de brea viscorreducida oxidada, se da por terminada la operación de limpieza.
64. Apagar y suspender la disponibilidad de energía.
65. Dejar enfriar el reactor
66. Cerrar la válvula V-17 de entrada de agua al condensador.
67. Retirar el reactor del horno.
68. Hacerle al reactor su respectiva limpieza después de cada corrida utilizando ALC para lavar las paredes de este y utilizar un churrusco con el fin de retirar la brea viscorreducida que se halla adherido al reactor.

4.5. ESCENARIO DE RIESGOS.

La tabla No. 1. muestra los escenarios de riesgo de la Planta de Oxidación de Breas Viscorreducidas , para el proyecto de pregrado “Oxidación y Modificación Química a nivel de planta piloto de la Brea Viscorreducida de la VR II para ser utilizada como componente de un asfalto modificado”– ICP y sus respectivos códigos a tener en cuenta durante la evaluación con la matriz RAM.

Escenario	Código
1. Altas temperaturas en el horno.	POB-1
2. Bajas temperaturas en el horno.	POB-2
3. Altas temperaturas en el reactor.	POB-3

4.	Baja temperatura en el reactor	POB-4
5.	Alta presión en el reactor.	POB-5
6.	Baja Presión en el reactor.	POB-6
7.	Alto flujo de aire en el reactor.	POB-7
8.	Bajo flujo de aire en el reactor.	POB-8
9.	Alta temperatura en el condensador.	POB-9
10.	Alta presión en el condensador.	POB-10

Tabla. 1. Escenario de riesgos.

5. CLASIFICACIÓN DE RIESGOS EN MATRIZ RAM

Los anteriores escenarios se calificaron siguiendo la metodología de evaluación de riesgos de la matriz RAM, y se obtuvieron los siguientes resultados:

Código	PE	EC	MA	IM	Calificación
POB-1	1C	1C	1C	1C	<i>1C</i>
POB-2	0D	1D	0D	1D	<i>1D</i>
POB-3	3C	2C	2C	3C	<i>3C</i>
POB-4	0C	1C	0C	1C	<i>1C</i>
POB-5	2C	2C	2C	2C	<i>2C</i>
POB-6	0D	1D	0D	1D	<i>1D</i>
POB-7	3B	2B	2B	1B	<i>3B</i>
POB-8	0E	0E	0E	1E	<i>1E</i>
POB-9	0E	0E	0E	1E	<i>1E</i>
POB-10	0E	1E	0E	1E	<i>1E</i>

Tabla. 2. Clasificación de los riesgos.

MATRIZ DE EVALUACION DE RIESGOS- RAM

CONSECUENCIAS				PROBABILIDAD					
				A	B	C	D	E	
Personas	Económica	Ambiental	Imagen de la Empresa		No ha ocurrido en Ecopetrol	Ha ocurrido en Ecopetrol	Ha ocurrido en el ICP	Sucede varias veces por año en el ICP	Sucede varias veces por año en la Planta Piloto
Una o más fatalidades	Catastrófica	Masivo	Internacional	5					
Incapacidad Permanente	Grave	Mayor	Nacional	4					
Incapacidad Temporal	Severo	Localizado	Regional	3		POB-7	POB-3		
Lesión Menor	Importante	Menor	Local	2			POB-5		
Lesión Leve	Marginal	Leve	Interna	1			POB-1 POB-4	POB-2 POB-6	POB-8 POB-9
Ninguna Lesión	Ninguna	Ningún Efecto	Ningún Impacto	0					

	MUY ALTO
	ALTO
	MEDIO

	BAJO
	DESPRECIABLE

Tabla. 3. Matriz de Riesgos

Anexo D.

DATOS CORRIDAS EXPLORATORIAS

A continuación se presentan las especificaciones de las condiciones de operación de las corridas exploratorias hechas tanto para la breas viscorreducida como para el asfalto 70/90.

- Catalizador: Se utilizó en un porcentaje de 1% w
- Pen : Penetración: Se llevo a cabo a 200g, 60s y se midió en 1/10 mm
- IP: índice de penetración: Calculado en base a la formula de ARENAS
- T.A : Temperatura de agrietamiento: Calculada en °C
- P. M. RTFOT: Pedida de masa: Se midió en porcentaje.
- P.A: Punto de Ablandamiento: Se midió en °C
- Dp por DSR: Resistencia a la deformación plástica: Se midió en °C
- Carga utilizada : 650 gr de breas viscorreducida para cada corrida
- Flujo de nitrógeno: Se midió en mL/min*kg
- Flujo de aire: Se midió en mL/min*kg

Anexo D1. Datos corridas exploratorias de la oxidación de los Fondos viscoreducidos (corte 400C+)

Corrida N°	Catalizador 1 % w	Flujo N2	Flujo Aire	Tiempo	Pen. 30 °C,	Pen. 40 °C	IP	T.A.
Brea VR sin oxidar					8	17	1,38	12
2	Na ₂ CO ₃	3077	23,07	1	6	13	1,2	14
3	Na ₂ CO ₃	5907,69	39,23	4	7	13	2,8	14,75
4	-	3077	0	4	3	7	0,56	18
5	Na ₂ CO ₃	0	92,3	1	2	9	-2,97	13,5
6	Na ₂ CO ₃	0	23,07	1	4	11	-0,62	13
7	CaCO ₃	0	92,3	1	6	13	1,2	14,5
8	CaCO ₃	12000	92,3	1	4	14	-1,94	16
9-	Na ₂ CO ₃	3077	92,3	1	1	4	-2,52	15
24 Rep 9	Na ₂ CO ₃	3077	92,3	1	1	3	-1,14	15
11-12	CaCO ₃	3077	92,3	1	3	6	1,98	18
26 rept 11	CaCO ₃	3077	92,3	1	2	6	1,4	17,5

Anexo D-2. Corridas realizadas con asfalto 70/90 variando tipo de catalizador.

Corrida No	Catalizador	Pen a 25°C	P.A.	I.P	P. M. (%) RTFOT	Dp por DSR	T.A
asfalto	-	77	45,9	-1,24	0,074	58	-29
13	NaCO3	62	46,6	-1,64	0,162	64	-33
14	CaCO3	66	46,6	-1,43	0,154	64	-33,5
15	FeCl3	55	48,1	-1,45	0,247	64	-32
17-asfalto	-	70	46,5	-1,31	0,130	-	-30

Las corridas realizadas con asfalto 70/90 de GCB, fueron realizadas a las siguientes condiciones:

Tiempo de reacción: 1 hora

Flujo de nitrógeno: 3077 mL/min*kg

Flujo de aire: 92,3 mL/min*kg

En la corrida 17, no se utilizó aire, ni catalizador.

Anexo D-3. Cromatografía de gases de reacción. (Corridas 9, 11,4)

Corrida	Porcentaje en peso %				
	Nitrógeno	Oxígeno	CO ₂	CO	Metano
4	100				
9	99,003	0,906	0,0819	0,00959	0
11	98,445	1,289	0,129	0,00527	0,132

Anexo E.

METODOS DE ENSAYO PARA LA CARACTERIZACION DEL ASFALTO.

PENETRACIÓN DE MATERIALES BITUMINOSOS

Norma : ASTM D-5

Alcance:

Este método de ensayo cubre la determinación de la penetración de materiales bituminosos sólidos y semisólidos.

Definición:

Consistencia de un material bituminoso expresada como la distancia en décimas de milímetro que una aguja estándar penetra verticalmente una muestra del material, bajo condiciones conocidas de carga, tiempo y temperatura.

Significado y uso:

El ensayo de penetración se usa como una medida de la consistencia. Altos valores de penetración indican una consistencia blanda.

Precisión y error

Los criterios para juzgar la aceptación de los resultados de la penetración para el asfalto a 25 °C están dados de la siguiente forma:

Penetraciones entre 0 y 50 se acepta diferencia en una unidad.

Penetraciones igual o mayor de 60 se acepta diferencia de cuatro unidades.

Tiempo total del análisis.

El tiempo de la servida de la muestra oscila entre 10 a 30min dependiendo de las condiciones que llegue al Laboratorio. El tiempo del análisis como mínimo es de 3Horas obtenido un tiempo total de 3 horas y media.

Equipo utilizado para realizar prueba de penetración



METODO DE ENSAYO ESTANDAR PARA EL PUNTO DE ABLANDAMIENTO DE BITUMENES (EQUIPO DE ANILLO Y BOLA)

Norma : ASTM D 36

Alcance

Este método de ensayo permite la determinación del punto de ablandamiento de bitúmenes en el rango entre 30 y 157°C (86 y 315°F), utilizando un equipo de anillo y bola sumergido en agua destilada (entre 30 y 80°C), glicerina usp (entre 80 y 157°C) ó etilenglicol (entre 30 y 110°C).

Definición

Por ser termoplásticos, los asfaltos no alcanzan un punto de fusión, por lo tanto el punto de ablandamiento se determina por la temperatura en la que el material asfáltico alcanza un determinado estado de fluidez. La prueba da una relación de la deformación plástica del asfalto con el aumento de la temperatura.

Significado y uso

Los bitúmenes son materiales viscoelásticos sin un punto de fusión exactamente definido; cuando la temperatura se incrementa se vuelven más blandos y menos viscosos. Por ésta razón, los puntos de ablandamiento se deben determinar mediante un método definido arbitrariamente para que los resultados sean reproducibles.

Es útil en la clasificación de bitúmenes, se utiliza para establecer la uniformidad de los despachos o fuentes de suministro y es un indicativo de la tendencia del material a fluir a temperaturas elevadas similares a las encontradas en servicio

Equipo utilizado para el punto de ablandamiento de bitúmenes (equipo de anillo y bola) 1astm d 36



MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA PUNTOS DE INFLAMACIÓN Y FUEGO POR COPA ABIERTA CLEVELAND Norma: ASTM D 92

Alcance

Este método de ensayo determina los puntos de inflamación y fuego de los productos del petróleo utilizando un equipo manual ó automático de copa abierta Cleveland. •Este método es aplicable a todos los productos del petróleo, con puntos de inflamación superiores a 79 °C (175 °F) e inferiores a 400 °C (752 °F) excepto los combustóleos.

Significado y uso

El punto de inflamación es una medida de la tendencia de la muestra a formar, bajo condiciones controladas de laboratorio, una mezcla inflamable con el aire.

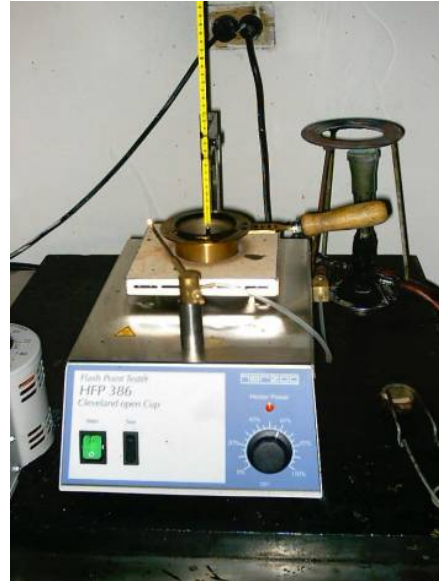
El punto de inflamación es utilizado en regulaciones de seguridad y embarque para definir materiales inflamables y combustibles.

El punto de inflamación puede indicar la posible presencia de materiales altamente volátiles e inflamables en un material relativamente no volátil ni inflamable.

Resumen del método

Llene la copa de ensayo con la muestra de tal forma que la parte alta del menisco de la muestra esté exactamente en la marca de llenado y ubique la copa en el centro del calentador. La temperatura de la copa de ensayo y la muestra debe ser inferior en más de 56°C (100 °F) respecto al punto de inflamación esperado.

Equipo utilizado para el ensayo estándar para puntos de inflamación y fuego por copa abierta cleveland (ASTM D 92)



RIEDEL WEBER –ADHESIVIDAD DE LOS LIGANTES BITUMINOSOS A LOS AGREGADOS FINOS.

Norma: INV E-774

Con esta prueba se determina la adhesividad de los ligantes asfálticos respecto de una arena natural o de trituración, para tal fin se somete la mezcla agregado-ligante a la acción de soluciones de carbonato sódico de diferentes concentraciones.

SUSCEPTIBILIDAD DE LA MEZCLA A LA HUMEDAD

Equipo: Marshall Stability Tester-Soiltest

Norma: AASHTO T 283-89

En este ensayo se evalúan los efectos de la saturación y el acondicionamiento acelerado en agua de las mezclas bituminosas compactadas en el laboratorio, para determinar la susceptibilidad al agua y la compenetración asfalto-agregado.

Con la mezcla optima se procede a realizar el curado de 16 horas a 60° y dos horas 135°C para luego conformar 6 especímenes a un porcentaje de vació de 6 +/- 1%. Dichas muestras se dividen en dos grupos de 3, un grupo se somete a saturación al vació entre el 55 y 80 de los vacíos de aire, para luego permanecer sumergidos a 60°C por 24 horas; estos especímenes son conducidos a un baño de agua a 25°C a dos horas, tiempo al cual se procede a determinar la máxima resistencia a tracción "St" mediante la aplicación del principio de tracción indirecta. El

otro grupo (especímenes secos) se sumerge en un baño de agua a 25°C por dos horas para determinar lo mismo que con las muestras acondicionada, la máxima resistencia a la tracción St.

El valor de la relación de esfuerzos de tracción “TSR” se determina comparando estos dos esfuerzos máximos.

MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA MEDIR EL EFECTO DEL CALOR Y AIRE SOBRE UNA PELÍCULA MOVIL DE ASFALTO (Rolling Thin-Film Oven Test)

Norma : ASTM D 2872

Alcance

Este método se emplea para medir el efecto del calor y el aire sobre una película delgada en movimiento de materiales asfálticos semisólidos. Los efectos de este tratamiento se determinan a partir de la medición de ciertas propiedades del asfalto, antes y después del ensayo.

Significado y uso

Este método indica el cambio producido en las propiedades del asfalto durante el proceso convencional de mezclado en caliente, aproximadamente a 150°C (302°F), mediante medición de la viscosidad u otras propiedades reológicas. Este valor se determina por medio de la prueba de envejecimiento en película rotatoria y simula el envejecimiento termooxidante que sufre el asfalto cuando es mezclado con los agregados

Resumen del método

Una película de material asfáltico en movimiento es calentada en un horno a 163°C (325°F), durante 85 minutos. Los efectos del calor y el aire se determinan a partir de los cambios en los valores de los ensayos físicos efectuados antes y después del tratamiento en el horno. Se proporciona un procedimiento opcional para determinar el cambio con base en el peso de la muestra.

Equipo utilizado para el ensayo de RTFOT



ENVEJECIMIENTO A PRESION (PRESSURIZED AGING VESSEL PAV)

Equipo: Horno Gallenkamp

Norma: AASHTO PP1 (ASTM PS 36)

Este ensayo consiste en mantener una muestra de asfalto envejecido en película delgada (RTFOT), bajo 300 psi de presión, a 100°C de temperatura, por un periodo de tiempo de 20 horas. Para de esta manera intentar predecir el comportamiento en vía a largo plazo.

RESISTENCIA A LA DEFORMACIÓN

Equipo: Dinamic Shear Rheometer (DSR)

Norma: AASHTO TP5

Reómetro de corte dinámico (DSR) mide el modulo complejo (G') y el ángulo de fase (δ), sometiendo a la muestra a tensiones de corte oscilante, lo cual permite calcular la respuesta de la deformación de la muestra. Con estos valores se determina la máxima temperatura que puede resistir un asfalto antes de sufrir una deformación plástica.

RESISTENCIA AL FISURAMIENTO TERMICO

Equipo: Bending Bean Rheometer (BBR)

Norma: AASHTO TP1

Consiste en determinar la resistencia de un asfalto al fisuramiento térmico a bajas temperaturas.

EVALUACIÓN DEL GRADO DE DESEMPEÑO (PG)

Equipos: DSR, BBR, Hornos de envejecimientos RTFOT y PAV

Norma: AASHTO MTP1

Esta prueba sirve para determinar las temperaturas optimas de desempeño de un asfalto. Para lo cual se realiza sobre la muestra los siguientes ensayos: envejecimiento en película delgada rotatoria (RTFOT), envejecimiento a presión (PAV), resistencia dinámica al corte (DSR), y al fisuramiento térmico (BBR).

METODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA DETERMINACIONES DE VISCOSIDAD DE ASFALTOS UTILIZANDO EL EQUIPO BROOKFIELD (CURVA REOLOGICA)

Equipo: Viscosímetro Rotacional Marca Brookfield Model RV-DVIII.

Incertidumbre: +/- 3.5 % para un nivel de confianza del 95%

Norma: ASTM D 4402

Con base en el procedimiento de la norma de ensayo, se determina la viscosidad de los asfaltos en mPa.s o cP, a diferentes temperaturas. El equipo aplica un torque por medio de una aguja que gira dentro de la mezcla del cemento asfáltico, a una temperatura determinada. La viscosidad del material se mide con base en la resistencia que éste ofrece al flujo, por lo tanto, es posible conocer el comportamiento que exhibe el ligante asfáltico con las variaciones de temperatura. Los valores resultantes son empleados igualmente para determinar las temperaturas de mezclado y compactación del material asfáltico. Los resultados son útiles para la determinación de los intervalos de temperaturas de mezclado y compactación del ligante.

COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ASFALTO (SARA)

Equipo: IATROSCAN – TLC/FID – Analisador MK6

Norma: IP ST-G-2

La determinación de la composición química se realiza mediante cromatografía líquida en capa delgada, Thin Layer Chromatography, TLC. Se utilizan solventes orgánicos de polaridad creciente los cuales separan las diferentes fracciones, según su afinidad por cada reactivo empleado como fase móvil, y como fase estacionaria se utiliza silica gel. La cuantificación de la composición se realiza mediante el detector de ionización de llama, flame ionization detector, FID. Los resultados de la determinación de las fracciones de los diferentes tipos de hidrocarburos, se reportan en porcentaje en masa.

GRAVEDAD ESPECIFICA

Norma: I.N.V.E-707 (ASTM-D 70)

La gravedad específica de los materiales bituminosos semisólidos, cementos asfálticos y breas blandas, se definen como la proporción de un volumen dado del material a 25°C o 15.56 °C a la masa de un volumen igual de agua destilada a la misma temperatura.

Anexo F

MEZCLAS ASFÁLTICAS DE ALTO MÓDULO

Las mezclas asfálticas de alto módulo, es decir mezclas con alta rigidez y/o módulo dinámico, son una alternativa útil para disminuir o minimizar el ahuellamiento o acanalamiento en capas asfálticas. Así mismo la base asfáltica de alto módulo permite reducción de espesores, trayendo como consecuencia la disminución de los costos de construcción del pavimento. Adicionalmente, estas mezclas presentan una superior y significativa rigidez, de orden de magnitud dos o tres veces más respecto a las mezclas fabricadas con cementos asfálticos convencionales o refinados. Lo anterior nos permite asegurar que los materiales constitutivos de las mezclas de alto módulo, deberán ser de alta calidad.

MATERIALES

CEMENTO ASFÁLTICO DE BAJA PENETRACIÓN

Uno de los objetivos de este trabajo de grado es producir un cemento asfáltico 20/30 (1/10 mm a 25°C) el cual por su baja penetración es utilizado en mezclas asfálticas de alto módulo. El cemento asfáltico de baja penetración es de amplia aplicación en Francia desde inicio de la década de los años 70's. Sus características y especificaciones se muestran en la tabla. 23, donde además son comparadas con las equivalentes de los cementos asfálticos producidos en la actualidad por ECOPETROL S. A. en las refinerías de Barrancabermeja (70/90, 1/10 mm a 25°C) y Apiay (60/80, 1/10 mm a 25°C).

Características y especificaciones francesas de ligante bituminosos de baja penetración

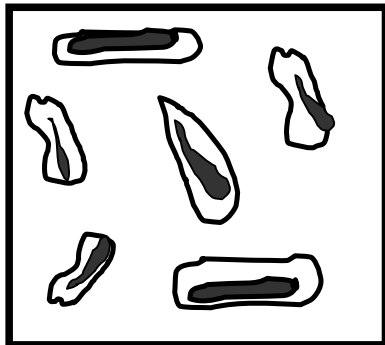
Característica	LCPC 20/30
Punto de ablandamiento A&B, °C	55/63
Penetración a 25°C, 100 g, 5 s, 1/10 mm	20/30
Densidad relativa a 25°C	1/1.10
Diferencia de punto de ablandamiento A&B después de envejecimiento RTFOT, °C	≤ 8
Punto de ablandamiento A&B después de envejecimiento RTFOT, °C	≥ 57
Penetración residual después de envejecimiento RTFOT, %	≥ 60
Punto de Inflamación o chispa, °C	≥ 250
Ductilidad a 25°C, cm	≥ 25
Solubilidad, %	≥ 99.5
Contenido de parafinas, %peso	≤ 4.5
Temperatura de mezcla, °C	180

Según se aprecia de la tabla anterior, el cemento asfáltico a emplearse debe ser un asfalto duro , con un punto de ablandamiento alto.

Composición Quím.ca de un asfalto de alto módulo:

En un asfalto de alto módulo hay menor porcentaje de aromáticos y saturados que en un asfalto normal; es decir que predomina la fase dispersa de los asfaltenos sobre la continua de los maltenos.

En la siguiente figura, se puede observar una mayor concentración de los asfaltenos y resinas (parte sólida y semisólida respectivamente del asfalto) lo cual da como resultado una mayor consistencia al cemento asfáltico que se traduce en baja penetración, alto punto de ablandamiento y viscosidad.



Asfalto normal



Asfalto alto modulo