

**SELECCIÓN Y EVALUACIÓN CUANTITATIVA DE ADITIVOS PARA LA  
EXTRACCIÓN LIQUIDO- LIQUIDO EN LA OBTENCIÓN DE BASES  
LUBRICANTES**

**CATALINA BALLESTEROS RODRIGUEZ**

**SANDRA LILIANA MONSALVE JAIMES**

**Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico**

**Codirector - UIS**

**Crisóstomo Barajas Ferreira**

**Ingeniero Químico, M.Sc.**

**Decano de la facultad de Ingenierías Físico-Químicas**

**Codirector - ICP**

**Edgar Francisco Pantoja Agreda**

**Ingeniero Químico, Ph.D**

**Ingeniero ECOPETROL-ICP**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**Bucaramanga**

**2004**

## TABLA DE CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>10</b>
<b>1. FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<b>12</b>
1.1. MATERIA PRIMA	12
1.2. REFINACIÓN DEL PETRÓLEO	13
1.3 ESQUEMA CONVENCIONAL DE LA PLANTA DE PARAFINAS	14
1.3.1. Extracción Líquido – Líquido	17
1.3.2 Desparafinado	26
1.3.3 Unidad De Tratamiento Con Hidrógeno	27
1.4 BASES LUBRICANTES	27
1.4.1 Base Parafínica	27
1.4.2 Base Nafténica	28
1.4.3 Usos	28
1.5 ADITIVOS PARA LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO	28
1.5.1 Mecanismo de Acción de los Surfactantes	30
1.6 FUNDAMENTO TEÓRICO PARA EL DISEÑO DE PLATOS PERFORADOS DE UNA COLUMNA DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO	31
1.6.1 Formación De Las Gotas	32
1.6.2 Mezcla Y Transferencia De Masa Entre Las Fases Dispersa Y Continua	33
1.6.3 Sedimentación	34
<b>2. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN Y CÁLCULOS PREVIOS</b>	<b>36</b>
2.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS DESTILADOS DE ESTUDIO	36
2.1.1 Densidad y Gravedad Específica	36
2.1.2 Viscosidad	37
2.1.3 Color	37
2.1.4 Destilación Simulada	38
2.1.5 Contenido De Azufre	39
2.1.6 Residuo De Carbón Conradson (CCR)	39
2.1.7 Cromatografía De Columna (SARA, SAR)	40
2.1.8 Punto De Inflamación	40
2.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS BASES LUBRICANTES	41
2.2.2 Índice de Viscosidad	41
2.2.3 Índice de Refracción	41
2.2.4 Destilación Simulada	41
2.2.5 Análisis SAR	42
2.3 BALANCE DE MATERIA	42
2.4 CÁLCULO DE PESO DEL ADITIVO	42
2.5 CÁLCULO DE REMOCIÓN DE AROMÁTICOS	44
<b>3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL</b>	<b>46</b>
3.1 DESCRIPCIÓN MATERIA PRIMA	46
3.1.1 Cargas de Estudio	46
3.1.2 Aditivos	
3.2 PRUEBAS EXPLORATORIAS	

3.2.1 Descripción Del Equipo	48
3.2.2 Procedimiento Experimental	49
3.2.3 Procedimiento de Operación	50
3.2.4 Caracterización De Los Rafinatos De Las Pruebas Exploratorias	52
3.3 PRUEBAS EN PLANTA PILOTO	52
3.3.1 Unidad de Extracción Líquido – Líquido	52
3.2.2 Diseño Experimental	55
3.3.3. Procedimientos Operativos	61
3.3.4 Desparafinado de Bases Lubricantes	62
<b>4. RESULTADOS Y ANÁLISIS</b>	<b>70</b>
4.1 CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS CARGAS	70
4.2 ADITIVOS SELECCIONADOS	71
4.3 PRUEBAS EXPLORATORIAS	72
4.3.1 Caracterización del Solvente NMP más Aditivo a Diferentes Concentraciones	74
4.4 PRUEBAS EN PLANTA PILOTO	76
4.4.1 Repetibilidad de la Planta Piloto	76
4.4.2 Corridas con el Destilado Medio	79
4.4.3 Corridas con DAO	80
4.4.4 Efectos de la Remoción de Aromáticos	87
4.4.5 Análisis de Destilación Simulada	94
4.5 CONSIDERACIONES PARA EL DISEÑO DE LOS PLATOS PERFORADO	97
4.5.1 Propiedades De Los Fluidos Involucradas En El Proceso	97
4.5.2 Diseño del plato	104
4.5.3 Control de Temperatura	118
<b>5. EVALUACIÓN ECONÓMICA</b>	<b>119</b>
5.1. Producción del Proyecto	120
5.1.1. Costo del Aditivo	120
<b>CONCLUSIONES</b>	<b>124</b>
<b>RECOMENDACIONES</b>	<b>126</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS</b>	<b>127</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>131</b>

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1. Comparación de las Propiedades de los Solventes	20
Tabla 2.1. Relación de la Concentración de Aditivo con el Volumen de Solvente	44
Tabla 3.1. Matriz Experimental de las Pruebas Exploratorias	51
Tabla 3.2. Condiciones de Operación de las Pruebas Exploratorias	51
Tabla 3.3 Niveles en las Condiciones de Operación	56
Tabla 3.4. Número de Corridas o Experimentos para el Diseño Experimental	57
Tabla 3.5. Combinaciones del Diseño Factorial	58
Tabla 3.6. Resultados del Diseño Factorial para la Carga DM y el Aditivo 1	59
Tabla 3.7. Variables de Operación del Diseño Factorial	59
Tabla 3.8. Rutina Tabular de Análisis para el Rendimiento del DM con Aditivo 1	60
Tabla 3.9 Divisores de los Factores	61
Tabla 3.10. Secuencia de Temperatura del Baño de Enfriamiento	68
Tabla 3.11. Secuencia de Diluciones para la Etapa de Desparafinado	69
Tabla 3.12. Diluciones de Solvente para la Etapa de Dilución	69
Tabla 4.1. Caracterización de las Cargas	71
Tabla 4.2 Balance de Masa de las Pruebas Exploratorias	74
Tabla 4.3. Resultados de las Pruebas Exploratorias	74
Tabla 4.4. Valores de la Tensión del NMP con aditivo	79
Tabla 4.5. Valores de la Viscosidad del NMP con aditivo	79
Tabla 4.6. Repetibilidad de las Corridas en Blanco	81
Tabla 4.7. Datos de IR y VI para la Correlación del DM	82
Tabla 4.8. Resultados de las Corridas con DM	82
Tabla 4.9. Datos para la Correlación de IR y VI para el DAO	88
Tabla 4.10. Resultados de las Corridas con DAO	88
Tabla 4.11 Resultados del SAR y %RA para el DAO	95
Tabla 4.12. Destilación Simulada del DAO	100
Tabla 4.13. Propiedades de la carga y el solvente	106
Tabla 4.14. Propiedades del Teflón	115
Tabla 5.2 Rendimientos de Desparafinado e Hidrotratamiento a Nivel Industrial	120
Tabla 5.3. Flujos máxicos Producción de Bases e Ingresos	120
Tabla 5.4. Ingresos Obtenidos con el Aditivo a 150 ppm	121
Tabla 5.5. Ingresos Obtenidos con el Aditivo a 500 ppm	122

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Componentes del Petróleo	13
Figura 1.2. Proceso de Refinación del Petróleo	14
Figura 1.3. Diagrama de Bloques de la Unidad de Destilación de Crudos (C.D.U)	15
Figura 1.4. Desasfaltado de los Fondos de Vacío	16
Figura 1.5. Esquema de Producción de Bases Lubricantes	16
Figura 1.6. Fundamento de la Extracción Líquido-Líquido	17
Figura 1.7. Etapa de Intercambio en Extracción Líquido-Líquido	18
Figura 1.8. Proceso de Extracción Líquido-Líquido	24
Figura 1.9. Composición del NMP	25
Figura 1.10. Diagrama de Bloque de la Unidad de Tratamientos con Hidrógeno	27
Figura 3.1. Metodología Experimental	47
Figura 3.2. Contactor Batch	49
Figura 3.3. Equipo de Destilación al Vacío para el Despojo de Solvente	50
Figura 3.4 Procedimiento de las Corridas de las Pruebas Exploratorias	52
Figura 3.5. Sección de Carga	54
Figura 3.6. Sección de Extracción	54
Figura 3.7. Sección de Productos	55
Figura 3.8. Equipo de Destilación al Vacío para Recuperación de Solvente	64
Figura 3.9. Correlación entre el IR y VI	65
Figura 3.10. Unidad de Desparafinado de Bases Lubricantes	67
Figura 3.11. Equipo de Rotoevaporación	70
Figura 4.1. Estructura Molecular de los Aditivos	73
Figura 4.2. Rendimientos e IR para las Pruebas Preliminares	75
Figura 4.3. Rendimiento e IR para el Aditivo wr 142(1)	77
Figura 4.4. Rendimiento e IR para el Aditivo wr 46(3)	78
Figura 4.5 Correlación para Determinar el VI del DM	82
Figura 4.6. %R y VI para las Corridas en Blanco	83
Figura 4.7. Resultados de %R y VI para el nivel T, S/C	84
Figura 4.8. Resultados %R y VI para el nivel T+, S/C	85
Figura 4.9. Resultados %R y VI para el nivel T, S/C-	86
Figura 4.10. Resultados %R y VI para el nivel T+,S/C-	86
Figura 4.11. Correlación para Determinar el VI del DAO	88
Figura 4.12. Análisis de los Blancos	89
Figura 4.13. Resultados de %R y VI para el nivel T,S/C	90
Figura 4.14. Resultados %R y VI para el nivel T+, S/C	91
Figura 4.15. Resultados %R y VI para el nivel T, S/C-	92
Figura 4.16. Resultados %R y VI para el nivel T+,S/C-	93
Figura 4.17. Correlación del VI y %RA para corridas en Blanco	94
Figura 4.18. Resultados de VI y %RA para el nivel T, S/C	96
Figura 4.19. Resultados de VI y %RA para el nivel T+, S/C	96
Figura 4.20. Resultados de VI y %RA para el nivel T, S/C-	96
Figura 4.21. Resultados de VI y %RA para el nivel T+, S/C-	97
Figura 4.22. Destilación Simulada para el Aditivo A1[1]	98

Figura 4.23. Plano Columna de Vidrio de Extracción Líquido-Líquido	100
Figura 4.24. Curva de Destilación Simulada del DAO	101
Figura 4.25. Selección del Paquete de Ecuaciones para la Simulación	102
Figura 4.26. Selección de las Propiedades Globales	102
Figura 4.27. Entrada de los Datos de Destilación Simulada	103
Figura 4.28. Selección de los Cortes para la Simulación	104
Figura 4.29. Propiedades de las Corrientes	105
Figura 4.30. Diseño de las Boquillas de los Platos	108
Figura 4.31. Dirección de las Líneas de Flujos de Refinado	113
Figura 4.32. Diseño del Plato Perforado	118
Figura 5.1. Esquema de Producción de Bases Lubricantes	119

## RESUMEN

### TITULO

Selección y Evaluación Cuantitativa de Aditivos para la Extracción Líquido-Líquido en la Obtención de Bases Lubricantes.

### AUTORES

Ballesteros Rodríguez, Catalina. Monsalve Jaimes, Sandra Liliana.\*\*

### PALABRAS CLAVES

Extracción líquido-líquido, Bases lubricantes, Aditivos, Planta Piloto, N-Metil-Pirrolidona, Parafinas, Destilados, Diseño de platos.

### DESCRIPCIÓN

Este trabajo esta dedicado al estudio del efecto del uso de aditivos en el proceso de extracción líquido-líquido para aumentar el rendimiento de la operación y remoción de aromáticos de las diferentes cargas (destilados Parafínicos Medio (DM) y Pesado (DAO)), manteniendo la calidad de los productos medida como índice de viscosidad.

En la fase inicial se realizó una serie de pruebas exploratorias en proceso Batch con 5 aditivos de naturaleza química diferente, que actúan como surfactantes modificando las propiedades del solvente N-Metil-Pirrolidona (NMP). Se tomó como criterio de selección, para escoger dos aditivos, aquellos que lograron aumentar el rendimiento y/o asegurar la calidad de los refinatos. Posteriormente se llevo a cabo el estudio a escala piloto en proceso continuo en la planta del ICP, donde se evaluaron los efectos al cambiar las condiciones de operación como Temperatura, Relación Solvente Carga, % de aditivo. Adicionalmente se realizó el diseño de los platos perforados para acoplarlos a una columna de vidrio de extracción existente en el ICP con el fin de visualizar los fenómenos que ocurren durante el proceso.

Se demostró que las propiedades del solvente cambian en cuanto a la selectividad y al poder de solvencia con la adición de los aditivos con centros polares ( $-\text{OH}$ ,  $-\text{N}_3^+$ ,  $\text{HSO}_3^-$ ), que aumentan la polaridad del solvente, disminuyen la tensión interfacial y actúan como tensoactivos incrementando las interacciones entre el solvente y las estructuras más polares de la carga (aromáticos). Se escogió el aditivo WR-142 utilizado a concentraciones de 150 ppm para el DM y 500 ppm para el DAO que equivale a un ingreso total de 1,4 y 0.78 MUS \$/año respectivamente.

---

\* Proyecto de Grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Directores: Barajas Ferreira, Crisóstomo. Pantoja Agreda, Edgar Francisco (ICP).

## SUMMARY

### TITLE

Selection and Quantitative Evaluation of Additives for the Extraction liquid-liquid in the Obtaining of Lubricant Bases. \*

### AUTHORS

Ballesteros Rodríguez, Catalina. Monsalve Jaimes, Sandra Liliana. \*\*

### KEY WORDS

Extraction liquid-liquid, Lubricant Bases, Additives, Pilot Plant, N-Metil-Pyrrolidone, Paraffins, Distilled, Design of plates.

### DESCRIPTION

This work this dedicated to the study of the effect of the use of additives in the liquid-liquid extraction process to increase the yield of the operation and removal of aromatic of the different loads (Half Paraffinic Distilled (DM) and Heavy (DAO)), maintaining the quality of the products measured as index of viscosity.

In the initial phase was carried out a series of exploratory tests in process Batch with 5 additives of different chemical nature that act as surfactants modifying the properties of the solvent N-Metil-Pirrolidona (NMP). We took as selection approach, to choose two preservatives, those that were able to increase the yield and/or to assure the quality of the refinatos. Later on you carries out the study to scale pilot in continuous process in the unit of extraction of the ICP, where the chosen preservatives were evaluated to different concentrations varying the operation conditions (temperature, Relation Solvent-Load). Additionally was carried out the design of the plates perforated to couple them to a column of glass of extraction existent in the ICP with the purpose of visualizing the phenomena that happen during the process.

It was demonstrated that the properties of the solvent change as to the selectivity and to the power of solvency with the addition of the additives with polar centers (-OH,  $-N_{\equiv}^{+}$ ,  $HSO_3^{-}$ ) that increase the polarity of the solvent, diminish the tension interfacial and act as tensoactivos increasing the interactions between the solvent and the most polar structures in the load (aromatic). The additive WR-142 was chosen used to concentrations of 150 ppm for the DM and 500 ppm for the DAO that it is equal to a total entrance of 1,4 and 0.78 MUS \$/ year respectively.

---

\* Thesis.

\*\* Physic Chemistry Engineering Faculty. Chemical Engineering School. Universidad Industrial de Santander. Directors: Barajas Ferreira, Crisóstomo. Pantoja Agreda, Edgar Francisco (Petroleum Colombian Institute).

## INTRODUCCIÓN

El petróleo es la fuente energética de mayor uso en el país. Su composición varía, pero es básicamente una mezcla de hidrocarburos entre los que se pueden nombrar parafinas, olefinas, aromáticos, naftenos etc. La mayor parte de estos compuestos necesitan ser extraídos o separados desde los compuestos originales para obtener diferentes productos combustibles, lubricantes y petroquímicos. Entre las diferentes técnicas usadas en la separación de estos productos, se encuentra la extracción líquido-líquido; la cual está basada en la utilización de un solvente líquido para extraer la sustancia o sustancias deseadas.

El Instituto Colombiano del Petróleo, en conjunto con la Universidad Industrial de Santander ha planteado líneas de investigación en las áreas de Petroquímica como son los procesos de conversión de fracciones del petróleo.

Dentro de un conjunto de actividades destinadas al mejoramiento operacional de la planta de parafinas que a su vez complementa el proyecto de optimización de refinerías, se ha propuesto un proyecto de grado que permita evaluar cuantitativamente aditivos en el proceso de extracción líquido-líquido para la obtención de bases lubricantes.

De estudios realizados previamente<sup>[20]</sup>, se determinó que estos aditivos actúan como surfactantes, y tienen un efecto sustancial en las propiedades del solvente que debido a su naturaleza polar son compatibles, los aditivos estudiados en la literatura son sales de amonio cuaternarias con diferentes grupos sustituidos.

En la obtención de bases lubricantes la calidad y rendimiento de los productos depende de la primera unidad de proceso, extracción con fenol. Una mejora en la operación aumentando el rendimiento de refinato y/o asegurando la calidad, representa beneficios económicos para la GCB.

En las instalaciones del ICP se cuenta con una unidad de extracción líquido-líquido con N-Metil pirrolidona a nivel piloto, en la cual se realizarán pruebas tendientes a evaluar el comportamiento de éstos aditivos y las condiciones óptimas de operación para su posterior escalado en la planta de fenol del complejo industrial de Barrancabermeja, con la adición de estos aditivos, se espera que éstos mejoren las propiedades del solvente, permitiendo un aumento del rendimiento de la operación, y/o mejorando la remoción de aromáticos de las diferentes cargas, Destilado Liviano, medio y aceite desasfaltado (DAO), buscando mantener estables las especificaciones de calidad requeridas, debido a que por la variabilidad de las cargas, del solvente y de la estabilidad del proceso, hasta el momento no es posible mantener un intervalo de variabilidad de la calidad del producto aceptable para los compradores.

Este es el primer estudio que se desarrolla sobre este tema en el país que permite ampliar los conocimientos que se tiene sobre esta operación unitaria, adicionalmente se analizarán los beneficios económicos, operacionales y técnicos que ofrece el adecuado uso de los aditivos.

# 1. FUNDAMENTO TEÓRICO

## 1.1. MATERIA PRIMA <sup>[1]</sup>

El petróleo es una mezcla de hidrocarburos compuestos principalmente por átomos de carbono (C) e hidrógeno (H) y organizados en formas de cadenas con mayores o menores ramificaciones, anillos saturados e insaturados con cadenas laterales, compuestos inorgánicos tales como azufre, níquel y vanadio, etc.

Los átomos se organizan entre sí para constituir una sustancia (molécula), la cantidad de átomos de carbono que compone una sustancia dada, o un corte dado puede ser de uno a varias decenas, siendo el hidrocarburo más simple el metano que consiste en la unión de un átomo de carbono con cuatro de hidrógeno.

Cuando los átomos de carbono se agrupan en cadenas ramificadas, las sustancias que conforman se denominan isoparafinas, si se organizan en cadenas lineales las sustancias se denominan n-parafinas, éstas son repeticiones de la estructura  $-CH_2-$  con terminaciones de  $-CH_3$ , se pueden también encontrar con uniones a otro tipo de estructura tal como un anillo. El anillo conformado por 6 átomos de carbono unido a dos de hidrógeno, conforman las llamadas cicloparafinas o sustancias nafténicas, si el anillo cuenta con solo un hidrógeno por cada átomo de carbono se denomina benceno y constituye el aromático más simple.

Las bases lubricantes se componen de hidrocarburos de 24 a 40 átomos de carbono agrupados como n-parafinas, en un anillo aromático y una cadena parafínica larga, o, un anillo de parafina (ciclo parafina) y una cadena parafínica larga (Figura 1.1).

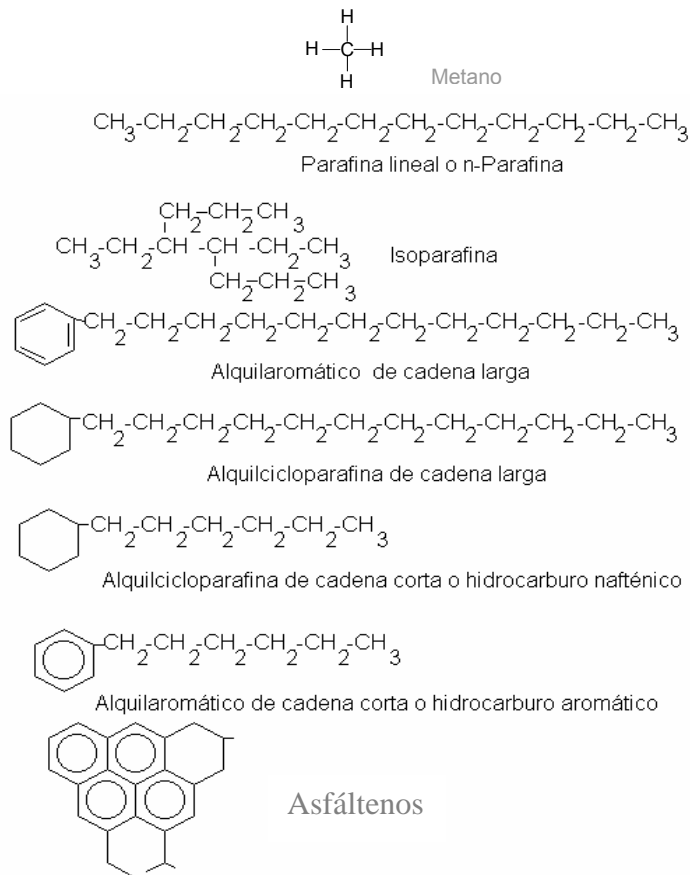


Fig. 1.1. Componentes Del Petróleo

## 1.2 REFINACIÓN DEL PETRÓLEO <sup>[2]</sup>

Una vez extraído el petróleo es necesario someterlo a una serie de tratamientos para poder obtener sus diferentes derivados y emplearlos a nivel industrial. El primer paso es remover del petróleo crudo ciertas sales inorgánicas suspendidas en forma de diminutos cristales, al igual que el agua que también pueda contener, después el petróleo pasa a ser refinado mediante procesos masivos de destilación y fraccionamiento. (Figura 1.2).

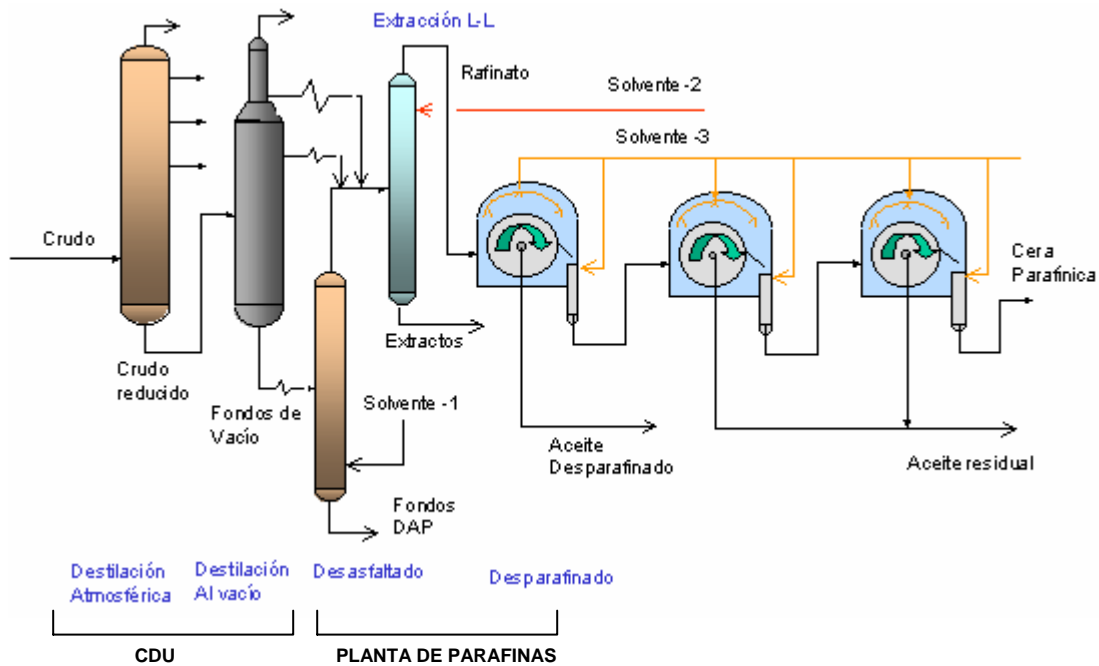


Figura 1.2. Proceso De Refinación Del Petróleo

La primera etapa de la cual proviene la materia prima para la planta de parafinas es la destilación, consta de las unidades combinadas de destilación atmosférica y destilación al vacío, llamadas Topping que conforman la unidad de destilación de crudos (CDU), (Figura 1.3), esta unidad recibe la carga de crudo o mezcla de crudos y mediante el proceso de fraccionamiento se producen los diferentes cortes, desde gas de la cima hasta los destilados livianos, medios, pesados y los fondos de vacío.

Para ello, primero se calienta el crudo a  $400^{\circ}\text{C}$  para que entre vaporizado a la torre de destilación, los vapores suben a través de pisos o compartimentos que impiden el paso de los líquidos de un nivel a otro, al ascender los vapores se van enfriando dando lugar a que en cada uno de los pisos se vayan condensando distintas fracciones, cada una de las cuales posee una temperatura específica de licuefacción.

En la unidad de destilación atmosférica sólo se pueden separar sin descomponerse los hidrocarburos que contienen de 1 a 20 átomos de carbono. De los gases incondensables el metano es el hidrocarburo más ligero, el que sigue es el etano, otra fracción está

constituida por la gasolina virgen, que se compone de hidrocarburos de cuatro a nueve átomos de carbono, la mayoría de cuyas moléculas están distribuidas en forma lineal, mientras que otras forman ciclos de cinco y seis átomos de carbono. La fracción que contiene de 10 a 14 átomos de carbono tiene una temperatura de ebullición de 174° a 288° C, que corresponde a la fracción denominada keroseno, la última fracción que se destila de la torre primaria es el gasóleo, que tiene un intervalo de ebullición de 250° a 310° C y contiene de 15 a 18 átomos de carbono, de aquí se obtiene el combustible diesel.

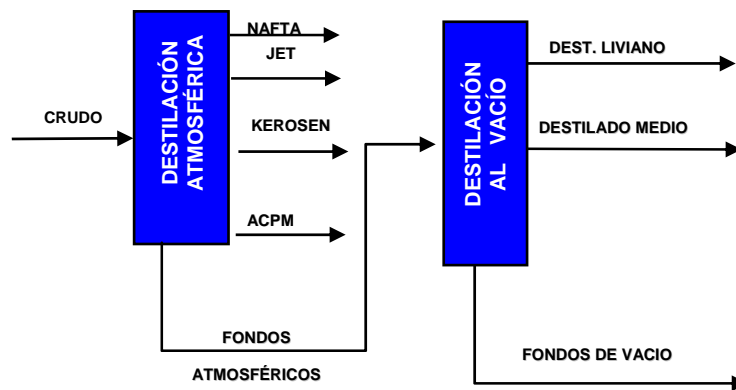


Figura 1.3. Diagrama De Bloques De La Unidad De Destilación De Crudos (CDU)

Cuando las temperaturas de ebullición de los componentes del sistema son superiores a 350 °C se recurre al vacío para poder realizar la destilación, de esta unidad se obtienen sólo dos fracciones, una de destilados, Destilado Liviano (DL) y Destilado Medio (DM) y otra de residuos o fondos de vacío. De acuerdo al tipo de crudo que se esté procesando, la primera fracción es la que contiene los hidrocarburos que constituyen los aceites lubricantes y las parafinas, y los fondos son los que tienen los asfaltos y el combustóleo pesado. Los fondos de vacío se envían a la unidad de desasfaltado con propano en donde se retiran sustancias tales como resinas asfálticas e hidrocarburos aromáticos y nafténicos con un número alto de anillos en la molécula. Los productos obtenidos de esta unidad son: el DAO (aceite desasfaltado) a emplear en la obtención de bases

lubricantes, o en la producción de gasolinas en las unidades de ruptura catalítica (FCC, Figura 1.4).

Los solventes empleados son parafinas livianas tales como propano (para la producción de DAO), n-butano, i-butano y naftas livianas tales como n-pentano grado técnico o de campo.

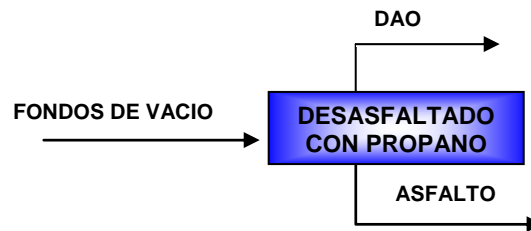


Figura 1.4. Desasfaltado De Los Fondos De Vacío

## 2.2 ESQUEMA CONVENCIONAL DE LA PLANTA DE PARAFINAS [2]

El objetivo general es la producción de ceras y bases lubricantes, a partir de destilados de crudos parafínicos y nafténicos. El esquema desarrollado para este propósito actualmente corresponde al esquema parafínico, denominado así por las características del crudo recibido (Figura 1.5). Este esquema de producción de bases lubricantes utiliza las unidades en el siguiente orden: extracción, desparafinado e hidrotratamiento.

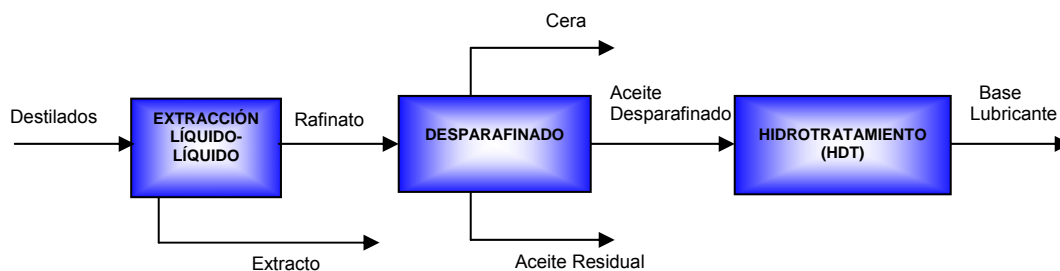


Figura 1.5. Esquema De Producción De Bases Lubricantes

### 1.3.1 Extracción Líquido – Líquido <sup>[3,4,5]</sup>

El objetivo de esta operación es purificar uno o varios compuestos o efectuar una recuperación de un componente que se separa de la mezcla poniéndolo en contacto con un solvente. El proceso se basa en la diferencia de las densidades de la carga y del solvente, ello permite al inyectar la corriente más densa por la cima y la menos densa por el fondo de la columna, que se genere un flujo ascendente de la corriente liviana y un flujo descendente de la corriente pesada.

Una etapa ideal de una columna de extracción L-L se compone de una agitación ideal y luego una decantación ideal, tal como se aprecia en la figura 1.6. La agitación ideal permite un buen contacto entre los componentes para que haya solubilidad de algunos componentes de la carga en el solvente y la decantación ideal permite que se formen dos fases líquidas: la rica en solvente llamada extracto y la pobre en solvente o refinato.

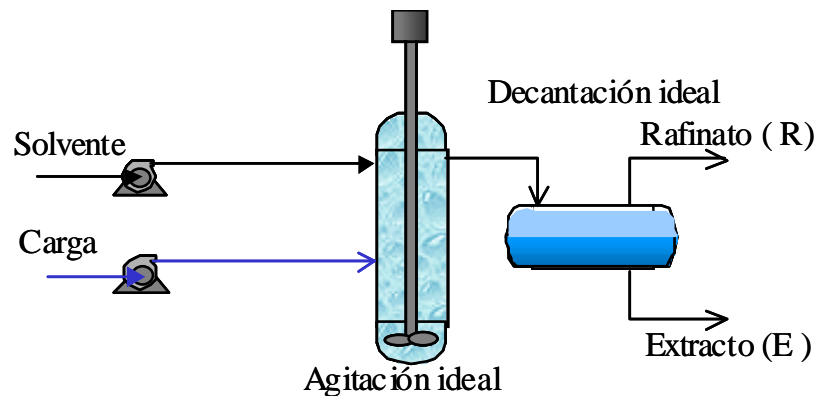


Figura 1.6. Fundamento De La Extracción Líquido-Líquido

Una agitación ideal debe tener en cuenta no caer en el campo de las emulsiones estables, pues ello va en contra de la decantación y causa un fenómeno de arrastre en la columna, similar al fenómeno de inundación de una columna de destilación. Cada conjunto de agitación ideal y decantación ideal conforman una etapa teórica, figura 1.7<sup>[3]</sup>.

En la figura 1.7, se muestra una etapa de intercambio típica. Como se observa, cada etapa tiene una parte de mezcla y otra de decantación, permitiendo íntimo contacto entre el solvente y la carga, la unión de las etapas en la columna, brindan el tiempo suficiente para que el solvente ejecute la extracción de los componentes más a fines a él. Si se analiza lo que sucede dentro de una columna, se puede decir que en la medida en que la carga asciende por ser menos densa que

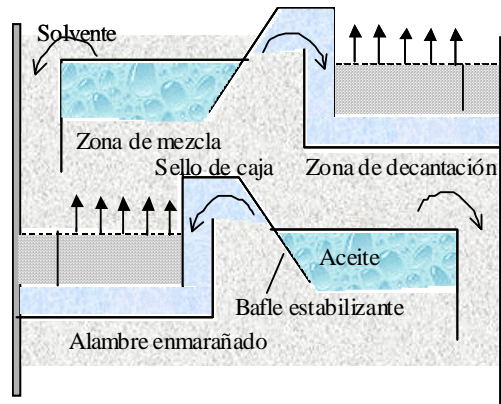


Figura 1.7. Etapa De Intercambio En Extracción L-L

el solvente, se encuentra en su camino con solvente cada vez más puro, con mayor fuerza de solvencia, lo cual incrementa el retiro de componentes más difíciles de eliminar.

Normalmente, las columnas operan con un perfil de temperatura entre cima y fondo de alrededor de 10°C, siendo la cima la parte más caliente para permitir una buena rectificación. El perfil de temperatura se define por medio de la temperatura con la cual entra el solvente a la cima de la columna y por la temperatura con la cual entra la carga en la parte baja de la columna.

**1.3.1.1 Mecanismo de la extracción líquido-líquido** <sup>[6]</sup>: Estudios sobre la eficiencia en los procesos de extracción muestran que la turbulencia interfacial o emulsificación incrementan la transferencia de masa entre las fases. Si en las fases de extracción hay dos gotas adyacentes al llegar a un remolino de la fase continua, empuja la gota y le imprime una fuerza suficiente para que pase de una fase a la otra contribuyendo a la coalescencia, la cual es incrementada si los componentes extractados causan un apreciable decrecimiento en la tensión interfacial (cuando dos líquidos inmiscibles se ponen en contacto aparece una interfase; las fuerzas de atracción que actúan en las moléculas de la interfase no están balanceadas debido a la gran cantidad de compuestos presentes por lo que se produce una tensión interfacial).

Otra explicación alternativa es que cuando ocurre transferencia de las gotas hacia una fase continua, la región entre gota y gota es más concentrada en soluto y la absorción de soluto es por tanto enlazada entre las gotas. Esta absorción se extiende por la capa superficial hacia fuera de la línea del remolino; la capa entre las gotas es además adelgazada promoviéndose la coalescencia y produciendo una protuberancia en la superficie de las gotas llevándolas a que se unan. Por esta razón la adición de agentes superficiales activos tiene como efecto incrementar el porcentaje de extracción.

**1.3.1.1 Solvente** <sup>[7,8,9]</sup> : En la extracción líquido- líquido se aprovecha la propiedad de ciertos compuestos polares para disolver aromáticos y la relativa inmiscibilidad con parafinas y compuestos nafténicos. Una selección cuidadosa del solvente es la clave para el buen funcionamiento de una columna de extracción, algunas de las propiedades utilizadas para este fin son:

- ▶ **Relación de distribución del soluto:** Indica la solubilidad del soluto en el solvente, a mayor relación de distribución, menor será la cantidad de solvente a utilizar.
- ▶ **Selectividad:** Representa la diferencia en la solubilidad entre el soluto y el diluyente. A mayor selectividad menor número de etapas de contacto.
- ▶ **Gravedad específica:** Una considerable diferencia entre las densidades del extracto y el refinato favorece la separación, ya que en el proceso se usa la fuerza de la gravedad para lograr la separación de los componentes.
- ▶ **Viscosidad:** Una baja viscosidad facilita la mezcla entre la carga y el solvente, una rápida transferencia de las moléculas del soluto hacia el solvente y el bombeo del solvente.
- ▶ **Tensión superficial:** La tensión superficial caracteriza el contacto entre dos fases: gas-líquido o líquido-líquido. En un líquido homogéneo las moléculas están rodeadas por otras similares, cuando se incorpora otro líquido estas tratan de repelerse, si la tensión superficial es baja, se logra que las moléculas se hagan más homogéneas.
- ▶ **Recobro del solvente:** Si la volatilidad del solvente es muy diferente a la del soluto, la separación se puede hacer por evaporación instantánea o destilación, debido a esto se busca que el solvente tenga alta volatilidad.

Industrialmente es necesario tener en cuenta otros criterios para una buena selección del solvente:

- ▶ Toxicidad
- ▶ Riesgos ambientales
- ▶ Inflamabilidad
- ▶ Estabilidad térmica
- ▶ Corrosión
- ▶ Disponibilidad y precio

En la tabla 1.1 se muestran las propiedades de los solventes utilizados normalmente en el proceso de extracción líquido-líquido.

PROPIEDAD	FENOL	FURFURAL	NMP
Gravedad específica	1.07	1.15	1.03
Punto de ebullición, °C	181	161	201
Punto de fusión, °C	-37	-24	
Calor de vaporización, BTU/lb	206	194	212
Calor de vaporización, BTU/galón	1547	1625	1537
Capacidad de solvencia	pobre	buena	excelente
Selectividad	buena	excelente	muy buena
Estabilidad	pobre	buena	excelente
Biodegradabilidad	buena	buena	buena
Toxicidad	alta	moderada	baja
Emulsividad	alta	baja	moderada
Relación solvente/carga	baja	moderada	muy baja
Temperatura de extracción	intermedia	moderada	baja
Rendimiento de refinato	bueno	excelente	muy bueno
Color del producto	bueno	muy bueno	excelente
Corrosividad	moderada	intermedia	baja
Costo energético	intermedio	moderado	bajo
Inversión	moderada	intermedia	baja
Costo relativo del solvente	0.36	1.0	1.5

Tabla 1.1. Comparación De Las Características De Los Solventes

**1.3.1.3 Variables en la extracción L-L** <sup>[2,7,8,10]</sup>: Las variables más importantes en la refinación con solvente son: la calidad de la carga, la relación solvente / carga, agua o aceite en el solvente circulante, porcentaje de solvente húmedo, la temperatura de la cima de la columna y el perfil de temperatura.

► **Calidad de la carga:** De acuerdo a su origen las cargas pueden ser de tipo parafínico, nafténico o intermedio.

**a. Hidrocarburos parafínicos:** Los normales presentan un muy alto índice de viscosidad (VI) y muy alto punto de fluidez, los ramificados presentan un alto VI y un bajo punto de fluidez



Normales

Ramificados

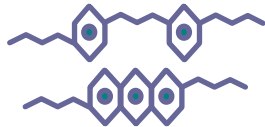
**b. Hidrocarburos Nafténicos:** Los superiores presentan bajo índice de viscosidad y muy bajo punto de fluidez, los inferiores presentan alto índice de viscosidad y bajo punto de fluidez.



Superiores

Inferiores

**c. Hidrocarburos Aromáticos:** Los superiores presentan un alto índice de viscosidad y un bajo punto de fluidez, los inferiores presentan un muy bajo índice de viscosidad y un alto punto de fluidez.



Superiores

Inferiores

► **Relación solvente-carga (S/C):** Es la relación entre la velocidad de inyección del solvente y la de la carga, medidos ambos flujos a la entrada de la torre de extracción. Para una cantidad determinada de carga, un aumento en la inyección de solvente mejora la calidad del refinado pero disminuye su rendimiento. La óptima relación para una carga dada se determina experimentalmente, teniendo en cuenta parámetros de proceso como rendimiento requerido y calidad de productos, además de criterios operacionales como los requerimientos energéticos en los sistemas de recobro de solvente que influyen en el tamaño y costo de los equipos, limitando la selección desde el punto de vista económico.

► **Perfil de temperatura de operación:** La temperatura máxima de extracción está determinada por la miscibilidad de la carga en el solvente empleado. Las curvas de temperatura vs. porcentaje de solvente señala un punto máximo en el cual no hay separación entre las fases extracto y refinado, haciéndose necesario manejar la operación

en condiciones menos severas, teniendo en cuenta además la optimización de los requerimientos energéticos y el rendimiento para la calidad establecida. El fenómeno de la solubilidad es afectado por la temperatura. El incremento en la temperatura mejora la solubilidad de los dos componentes.

► **Contenido de agua en el solvente:** Adicionando agua al solvente de extracción se modifica su selectividad, lo cual se traduce en un aumento en el rendimiento del proceso, pero a su vez se requiere incrementar la relación solvente-carga para mantener la calidad del refinado producto. La operación más eficiente se encamina en utilizar solventes que permitan operar a relaciones solvente-carga bajas, encontrando la cantidad de agua óptima que garantice el procesamiento de la máxima cantidad de carga, obteniendo altos rendimientos y excelente calidad.

**1.3.1.4 Extracción con Fenol** <sup>[2]</sup> : A escala industrial específicamente en la planta de parafinas del Complejo Industrial de Barrancabermeja (CIB), se utiliza el fenol como solvente para la operación de extracción líquido-líquido.

Los procesos de extracción líquido-líquido que utilizan fenol como solvente, se introdujeron hacia 1930 y han sido reemplazados, en gran parte del mundo, por procesos que utilizan NMP.

El fenol se aplica en la refinación de cargas parafínicas, las cuales requieren altas temperaturas de extracción y no se recomienda para procesar cargas nafténicas, debido a que para obtener bases lubricantes nafténicas con especificaciones de calidad es necesario someter la carga a refinación severa con hidrógeno en caso contrario se debe cambiar el solvente utilizando furfural o NMP. El fenol disuelve algunas parafinas y cicloparafinas tanto como a los aromáticos, por lo que se hace necesario adicionar agua para que actúe como antisolvente e incrementar así la selectividad del fenol, que es generalmente más baja que la del furfural o el NMP. La hoja de seguridad del Fenol se encuentra en el Anexo B.

Durante el proceso, la carga intercambia calor por medio de intercambiadores para incrementar su temperatura hasta 90 °C y se envía a la cima de la columna de absorción en donde se contacta a contracorriente con la mezcla azeotrópica conformada por fenol y agua, para recuperar fenol del agua.

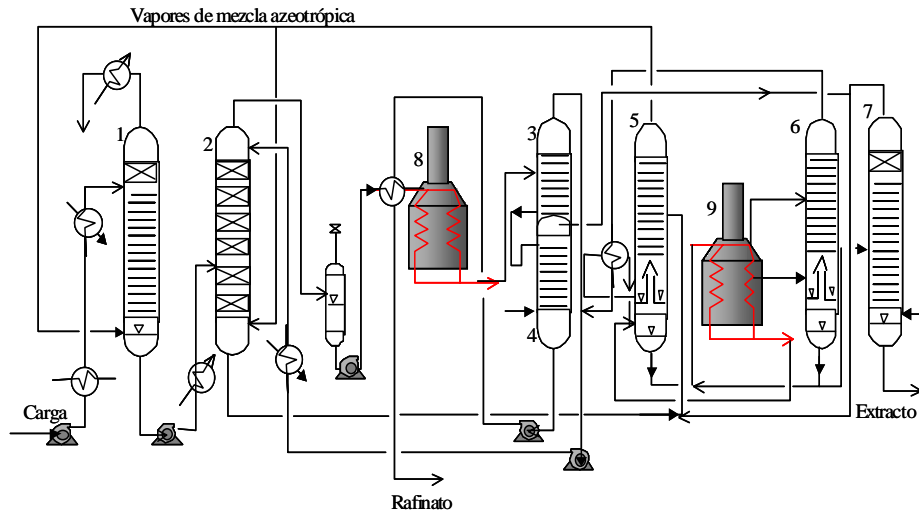
A la salida de la columna de absorción la temperatura de la carga es de 110-115 °C. La carga sale por el fondo, se enfría para controlar la temperatura del fondo de la columna de extracción L-L y entra a esta columna por la parte media baja. El fenol a la entrada a la columna se calienta 4-8 °C por encima de la temperatura de la salida del refinato por medio de intercambio térmico para controlar la temperatura de cima y entra por la parte superior de la misma.

En la columna de extracción se contactan a contracorriente el fenol con la carga y en cada plato de intercambio se forman dos fases: una ascendente conformada por refinato de diferente nivel de purificación dependiendo de la altura y una descendente conformada por extracto. La temperatura de la cima se mantiene en 8-12 °C por debajo de la temperatura crítica de solubilidad, de lo contrario desaparece la interfase y se pierde la selectividad. El gradiente que se mantiene entre la cima y el fondo de la columna es de 10-30 °C.

En la parte superior de decantación de la columna se forman dos fases: refinato y extracto. El nivel de la interfase se mantiene por encima del punto de inyección de fenol a la columna. El refinato solución a la salida de la columna de extracción L-L contiene alrededor de un 14% m de fenol, intercambia calor y alcanza su temperatura adecuada para la recuperación del fenol en el horno tubular.

Después del paso por el horno, la corriente entra a la columna de destilación a 270-290 °C. En esta columna, la mayor parte del fenol se retira en forma de vapor, para evitar el arrastre de refinato con los vapores de fenol. La columna tiene alrededor de 6 a 7 platos de intercambio bañados por fenol. Los vapores de fenol se condensan y se envían al tambor de fenol seco. El refinato de esta columna, con una concentración de 2-3 % m de

fenol se envía a la columna despojadora con vapor de agua para producir el refinato libre de fenol. Los vapores de agua y fenol se condensan y se unen a la corriente de extracto fenólico proveniente de la columna de extracción L-L.



Columnas: 1- absorbedora; 2-extractora; 3-Flasheo de refinato; 4-despojadora de refinato; 5-secadora; 6- evaporadora de extracto; 7-despojadora de extracto. 8 y 9- Hornos.

Figura 1.8. Proceso De Extracción Líquido-Líquido

El extracto fenólico intercambia calor con fenol caliente para incrementar su temperatura hasta 150-160 °C y se envían a la columna secadora. Esta columna se encuentra dividida en dos por medio de un plato semiciego: la parte superior con 12 platos y la inferior con una bandeja. En esta columna se seca el fenol, el cual se retira por la parte inferior y por la superior se retira la mezcla azeotrópica.

De la bandeja de la columna una corriente se envía al rehervidor con vapores de fenol y regresa a la columna para controlar la temperatura del fondo. El extracto solución seco se envía al horno tubular para incrementar su temperatura hasta 250-280 °C. Parte de los vapores se recirculan al fondo de la columna para controlar la temperatura de la secadora en 330 °C.

La temperatura de la cima de la columna se mantiene a condiciones que permitan la evaporación del fenol (0.2-0.3 MPa y 230.240 °C). El fenol se envía al tambor de fenol seco. El extracto solución que sale por el fondo de la columna tiene alrededor de 2-5 % m de fenol, se envía a la columna despojadora de extracto en la cual por la cima se retiran los vapores de fenol y agua y por el fondo el extracto producto libre de fenol. (Figura 1.8).

#### 1.3.1.5 Tecnología del NMP<sup>[6,7,8,9]</sup>

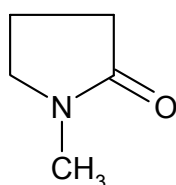


Figura 1.9. Composición del NMP

El N-methyl pyrrolidone ( 1-metil-2-pirrolidona) ha reemplazado al furfural y al fenol en la mayoría de las plantas que utilizan procesos de extracción con solvente para la obtención de bases lubricantes en el mundo.

El NMP no es tóxico y presenta excelente poder solvente y selectividad. Se ha comprobado que el cambio de solvente en las unidades de extracción de bases lubricantes incrementa de un 25% a un 60% las velocidades de alimentación posibles en el proceso.

La inversión, operación y costos energéticos son más bajos comparados con el fenol y el furfural debido a que necesita relaciones solvente-carga más bajas dando esta condición como resultado unidades más pequeñas, menores consumos de energía para dar la misma calidad de bases obtenidas usando fenol o furfural. La tecnología el NMP es más simple que la del fenol por cuanto no se forma mezcla azeotrópica.

Este solvente es el utilizado en la planta piloto de extracción líquido-líquido del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP), que reproduce tanto en rendimiento como en calidad la unidad de extracción con fenol del CIB.

En el proceso de extracción, el NMP se mezcla con el agua para reducir la solubilidad de la parte parafínica de la carga en el solvente, disminuyendo la pérdida de parafinas en el extracto. La hoja de seguridad del NMP se encuentra en el Anexo B.

### **1.3.2 Desparafinado <sup>[2,11]</sup>**

Los productos de la etapa de extracción líquido- líquido, Refinado liviano (RL) producto de extracción del DL, Refinado medio (RM) proveniente del DM y Refinado DAO obtenido a partir de la carga DAO) son la carga para la unidad de desparafinado, donde se obtienen los siguientes productos, Aceite desparafinado liviano, Aceite desparafinado medio, Aceite desparafinado Bright stock, respectivamente.

El proceso de Desparafinado con solventes selectivos, es el más difundido a nivel comercial, y se basa en la solubilidad de los diferentes hidrocarburos sólidos en los solventes utilizados. Se divide en las etapas de cristalización, que implica la dilución y enfriamiento de la carga en el solvente; filtración, en la que se separa la base lubricante de la cera y la recuperación del solvente.

El objetivo de esta unidad es separar los hidrocarburos sólidos (ceras) del aceite desparafinado, utilizando solventes selectivos, basado en las diferencias de la solubilidad de los diferentes hidrocarburos en cada solvente y en un proceso de cristalización el cual involucra la remoción de ceras naturales de fracciones del petróleo usando los solventes convenientes a bajas temperaturas.

Las características de un solvente ideal para desparafinado son, un bajo poder solvente para la cera, elevado poder solvente para el aceite, bajo punto de congelación, baja viscosidad, fácil remoción por vaporización, adaptable a todas las cargas, buena estabilidad química y térmica, no corrosivo para los metales convencionales, no tóxico y

de bajo costo. Ningún solvente por si solo cumple con los anteriores criterios, sin embargo, mezclas de cetonas y solventes aromáticos se aproximan a estos requerimientos. Actualmente se utiliza metil-etil-cetona como antisolvente de la cera y tolueno como solvente del aceite (proceso MEC).

### 1.3.3. Unidad De Tratamiento Con Hidrógeno <sup>[2]</sup>

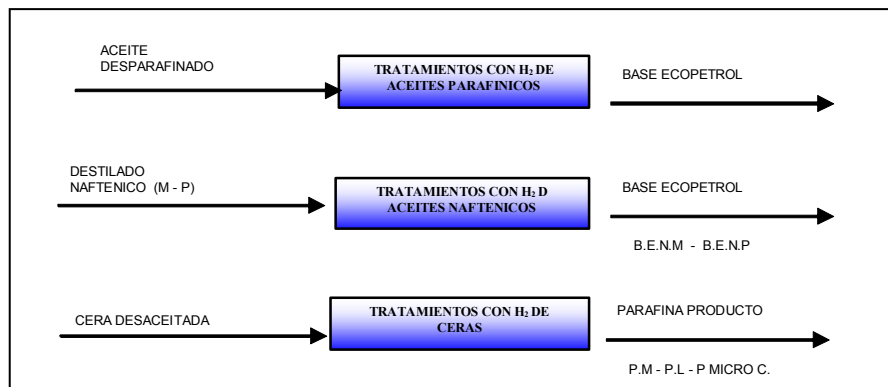


Figura 1.10. Diagrama de Bloques de la Unidad de los Tratamientos con Hidrogeno

Esta unidad de proceso busca mejorar la calidad de los aceites y las parafinas mediante el proceso de Hidrogenación catalítica, mejorando las características de la carga como son: color, olor, índice de Viscosidad, estabilidad a la oxidación (removiendo S, O, N y saturando las Olefinas), chispa y humedad.

La unidad de tratamiento con Hidrogeno comprende tres secciones, cada una de ellas destinada a un tipo diferente de carga, la primera para destilados parafínicos, la segunda para destilados nafténicos y la tercera para parafinas o ceras, y ha sido diseñada para procesar en forma simultánea los tres tratamientos. (Figura 1.10).

## 1.4 BASES LUBRICANTES <sup>[2]</sup>

### 1.4.1 Base Parafínica

Este tipo de base posee un importante contenido de parafinas (de ahí su denominación) la cual es extraída para ser comercializada por separado, pero a su vez algo de contenido

de la misma en el aceite es bueno para los propósitos de lubricación. Es la más importante en la elaboración de bases lubricantes. Las bases lubricantes de origen parafínico tienen las siguientes ventajas:

- ▶ Alto índice de viscosidad, mayor resistencia a los cambios de viscosidad a causa de la temperatura.
- ▶ Alto flash point, menor evaporación de su masa con la temperatura y mayor resistencia a la oxidación.
- ▶ Baja coloración, implica menor cantidad de impurezas.

#### **1.4.2 Base Nafténica**

Son bases de color amarillo más intenso que las bases parafínicas. Las bases nafténicas tienen las siguientes ventajas:

- ▶ Bajo punto de escurrimiento
- ▶ Mayor solubilidad con materiales orgánicos
- ▶ Más fáciles de refinar, menor costo.

#### **1.4.3 Usos<sup>[12]</sup>**

La principal aplicación de las bases lubricantes es la manufacturación de aceites lubricantes, tanto para uso en automotores (aceite tipo carter) como para usos en la industria. Las bases parafínicas son preferidas para la fabricación de aceites de alto índice de viscosidad, mientras que las bases nafténicas se utilizan preferentemente en la elaboración de lubricantes para bajas temperaturas y con mayor fluidez. También se usan como materia prima para la fabricación de tintas, vaselinas o como agentes ablandadores del fique.

### **1.5 ADITIVOS PARA LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO<sup>[13,14]</sup>**

Los aditivos reportados en la literatura<sup>[13]</sup>, utilizados en el proceso de extracción líquido-líquido pertenecen a la familia de los surfactantes, la literatura sugiere la adición de un

componente polar, debido a que este tiene una fuerte influencia en la selectividad por los aromáticos debido a su carácter polar, mejorando esta propiedad en el solvente. Las características principales de los surfactantes se definen a continuación:

Los surfactantes son moléculas que poseen a la vez un grupo polar y un grupo apolar. El grupo polar es en general un grupo funcional que contiene heteroátomos como O, S, N o P; los grupos polares más comunes son los grupos: carboxilato, sulfonato, sulfato, amonio y fosfato. Los grupos hidroxilo y éter deben tener un cierto orden de multiplicidad para producir un grupo polar apropiado (poliol, poliéter).

En cuanto al grupo apolar es en general una cadena hidrocarbonada de tipo alquilo ó alquil-arilo con típicamente 12 a 20 átomos de carbonos. Usualmente se clasifican los surfactantes de acuerdo a su ionización en medio acuoso. Aquellos que se disocian en un ión surfactante cargado negativamente (anión) y un catión metálico se llaman surfactantes aniónicos.

A esta categoría pertenecen los jabones o carboxilatos, los alquilbenceno sulfonatos (detergentes en polvo), el dodecil (éster) sulfato (agente espumante más corriente), y los xantatos (agentes colectores para flotación de minerales). Estos son los surfactantes más importantes desde el punto de vista de la producción ya que representan más del 50% del total.

Después de los surfactantes aniónicos, los más importantes son los surfactantes no iónicos que representan un 40% de la producción total. Estos surfactantes no producen iones cuando se encuentran en solución acuosa y sus grupos polares son del tipo polialcohol y/o poliéter (poli-óxido de etileno o de propileno). A esa categoría pertenecen los alcoholes, alquilfenoles polietoxilados, y los ésteres de sorbitan etoxilados o no. Los surfactantes no iónicos son mucho menos sensibles a los electrólitos que los surfactantes aniónicos y por tanto pueden usarse en medio salino, particularmente en agua dura que contiene iones bivalentes calcio y magnesio.

Los demás surfactantes son los catiónicos que poseen una carga positiva y los anfóteros que tienen a la vez una carga positiva y una carga negativa. Se usan, exclusivamente en aplicaciones especiales que justifican su costo.

### **1.5.1 Mecanismo de Acción de los Surfactantes <sup>[14]</sup>**

Los surfactantes actúan en la interfase y permiten controlar las propiedades del sistema, según el caso y el uso se califican como jabón, detergente, tensoactivo, emulsionante, dispersante, espumante, humectante, hidrofobante, inhibidor de corrosión, etc. El surfactante juega un papel de primera importancia en los sistemas que poseen una fase continua líquida en la cual el surfactante puede migrar por convección o difusión: las espumas, las emulsiones y las suspensiones.

La lista anterior evidencia el gran número de propiedades que puede tener un agente activo superficialmente o surfactante. Por eso se prefiere el neologismo "surfactante" a la palabra castellana tradicional "tensoactivo", porque esta última implica una acción sobre la tensión, lo que es sólo una de las propiedades de los surfactantes.

Un fenómeno interfacial es por definición un fenómeno que se produce en una interfase o cuya existencia está ligada a la presencia de una interfase. Una interfase es el límite entre dos fases inmiscibles. La propiedad más relevante de la interfase es su área, la cual es en general grande en la mayoría de las aplicaciones de interés.

Cuando se desplaza un fluido en la vecindad de una interfase, se puede producir un arrastre de materia susceptible de modificar las condiciones físico-químicas cerca de la interfase o en la interfase misma.

En consecuencia se puede producir en la interfase, un gradiente de potencial (tensión interfacial), que en general tiende a oponerse al movimiento que lo originó. La presión no es la misma de una parte y otra de una película que separa dos gotas de diámetros

diferentes. Como consecuencia puede ocurrir un desplazamiento o un transporte de masa por difusión a través de la película.

El fluido contenido en una película inter-gotas se drena por acción de la gravedad, y tiende a alimentar en fluido las películas ubicadas debajo, las cuales se drenan de la misma forma. Es de hacer notar que este movimiento gravitacional es susceptible de transportar material con concentración diferente o con temperatura diferente. En ambos casos esto puede generar gradientes de tensión. Los gradientes de tensión pueden producirse por efecto de la temperatura ya que la tensión superficial e interfacial varía levemente con la temperatura. En conclusión la presencia de un agente surfactante en una interfase produce en general un cambio de tensión.

## **1.6 FUNDAMENTO TEÓRICO PARA EL DISEÑO DE PLATOS PERFORADOS DE UNA COLUMNA DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO <sup>[4,10]</sup>**

Una torre de platos perforados puede ser considerada como una serie de cortas columnas o etapas arregladas una sobre las otras en el cual las fases contactadas fluyen en contracorriente. Las etapas o compartimientos son separadas por platos con un gran número de pequeñas perforaciones a través de las cuales fluye la fase dispersa.

En el proceso de extracción en fase líquida se pueden distinguir tres etapas:

1. Formación de las gotas de la fase dispersa
2. Mezcla y transferencia de masa entre la fase dispersa y continua
3. Sedimentación de ambas fases

Cada una de las etapas da lugar a ecuaciones propias de comportamiento y el proceso en su totalidad debe buscar la manera de conseguir una máxima efectividad a partir de las condiciones propias de cada etapa.

El equipo de extracción debe ser diseñado para tener el área de contacto y el grado de mezcla más alto posible dentro de límites razonables de costo y consumo de energía.

Esto normalmente implica un grado muy fino de subdivisión de una fase en la otra, el límite práctico en esta división está fijado por el hecho de que al aumentar la dispersión y subdivisión también aumenta la dificultad de sedimentación subsiguiente y la consiguiente separación de las dos fases. Asegurar la dispersión suficiente es, sin embargo, la más difícil de las dos tareas, puesto que la tensión interfacial es casi siempre alta por tratarse de líquidos. El estudio realizado comprende básicamente las siguientes premisas:

- ▶ Un sistema de formación de gotas diseñado con bastante precisión para que se den las condiciones de tamaño de las gotas y su chorro de formación.
- ▶ Un sistema de contacto de las dos corrientes de líquido que favorezca la mezcla íntima de las dos fases y por lo tanto promueva efectivamente la transferencia de masa (paso del soluto de una fase a otra).
- ▶ Un espacio suficientemente grande para que las gotas de la fase dispersa se sedimenten y coalescan, y puedan luego iniciar la reformación de gotas en la siguiente etapa.

Se deben formular ecuaciones para cada etapa e integrarlas para la operación global. También se deben presentar y discutir los principios fundamentales aplicables a cada etapa y su importancia en la operación y diseño de los equipos.

### **1.6.1 Formación De Las Gotas**

En el equipo de extracción de platos perforados, que se considera en este estudio, la fase dispersa se produce pasando el líquido a través de perforaciones en cada uno de los platos.

El paso de la fase dispersa en forma de gotas, requiere en primer lugar de su formación en una perforación, o boquilla, y luego después de pasar por la fase continúa se deben sedimentar en una capa a partir de la cual se repite el proceso de formación de las gotas.

Las gotas de la fase dispersa deben ser razonablemente uniformes en tamaño para asegurar altas velocidades de flujo en la torre y de tal manera que se pueda prevenir la coalescencia de las mismas en su paso por la fase continua.

El distribuidor usado para formar las gotas consiste en boquillas de diámetro pequeño que producen gotas de tamaño muy fino, en consecuencia de una gran superficie interfacial, lo cual garantiza altas velocidades de transferencia de masa. Por otra parte, estas condiciones también determinan bajas velocidades de inundación y reducen un posible taponamiento.

Las boquillas no deben ser menores de 0,1 pulgadas y para evitar gotas de tamaño excesivo, no deben ser mas grandes de 0,25 pulgadas.

El paso de las gotas dispersas a través de la unidad requiere, que la gota se forme en la boquilla y posteriormente que las gotas se colapsen en un nivel lindero con la otra fase por debajo del plato perforado, donde forma una cabeza que impulsa a través de las perforaciones la formación de nuevas gotas y así sucesivamente.

### **1.6.2 Mezcla Y Transferencia De Masa Entre Las Fases Dispersa Y Continua**

La velocidad de transferencia de masa varía dependiendo de cuál líquido de un sistema dado sea disperso y cual contínuo, manteniendo todas las anteriores características constantes.

Normalmente es deseable dispersar la fase que fluya con la más alta velocidad volumétrica, puesto que para un tamaño de gota dado, esta produciría la más alta área interfacial, además, la fase dispersa tiene el Hold-up (fracción de volumen de la columna

ocupado por la fase dispersa) más pequeño en el extractor; por razones de costo, será deseable dispersar el líquido más costoso ó el más volátil. También por razones de seguridad se aconseja dispersar el líquido más inflamable, para evitar peligro de incendio.

Teniendo en cuenta los aspectos anteriores y debido a que el NMP es la fase de mayor velocidad volumétrica, el líquido más costoso, el más inflamable y que la transferencia de masa se realiza desde los destilados hacia el NMP; se deduce que la fase a dispersar es la fase pesada o NMP.

### **1.6.3 Sedimentación**

La mezcla de líquidos procedentes de la fase dispersa consiste en unas pequeñas gotas de un líquido dispersadas en un continuo del otro líquido. La estabilidad, ó permanencia de la emulsión es la de mayor importancia en el proceso de extracción de líquidos, puesto que es necesario separar las fases al final de cada etapa. Se deben evitar emulsiones estables que no se sedimenten y coalescan rápidamente. Para que una emulsión se rompa ó se separe en dos fases deben ocurrir coalescencias y sedimentaciones en ambas fases.

La velocidad de sedimentación de una emulsión es más rápida si el tamaño de las gotas y la diferencia de densidades de los líquidos son grandes y si la viscosidad de la fase continua es pequeña. Las emulsiones estables, aquellas que se sedimentan solamente en periodos largos de tiempo, generalmente se forman cuando el diámetro de las gotas dispersas están dentro del rango de 1 a 1,5 micras, mientras que las dispersiones de gotas con un diámetro mayor de un milímetro o más grandes se sedimentan rápidamente.

La coalescencia de las gotas sedimentadas es más rápida entre mayor es la tensión interfacial. Esta es normalmente baja para líquidos con alta solubilidad mutua y es susceptible de bajarse aun más con ayuda de agentes humidificadores. Además, una alta viscosidad de la fase continua inhibe la velocidad a la cual se remueve la película entre los dos líquido.

En el diseño de los platos para el proceso de extracción líquido – líquido intervienen una gran cantidad de parámetros que son muy difíciles de evaluar, entre estos se pueden nombrar:

- ▶ Efectos de las impurezas en el solvente.
- ▶ Formación de emulsiones, que generalmente se presenta cuando la diferencia de densidades es  $<$  de  $0,02 \text{ g/cm}^3$ .
- ▶ Variación de la forma de la gota en su trayectoria a través de la columna.
- ▶ Variación de las propiedades físicas de las fases con la variación en la concentración del soluto en éstas.
- ▶ Turbulencia interfacial producidas por gradientes de concentración a lo largo de la superficie de las gotas

Por lo tanto en el desarrollo del diseño de los platos se harán las siguientes consideraciones:

- ▶ El solvente y la carga alimentados están libres de impurezas que influyan en el proceso de transferencia de masa.
- ▶ No hay reacción química entre las sustancias contactadas
- ▶ Los líquidos en contacto no formarán emulsiones en su trayectoria a través de la torre
- ▶ Las gotas formadas en las toberas de dispersión conservaran su estado de esfericidad en su trayectoria a través de la torre
- ▶ La variación de las propiedades físicas de los líquidos contactados, tales como densidad, tensión interfacial, difusividad, se consideraran despreciables con el cambio en la concentración del soluto en estas

Las ecuaciones de diseño son basadas en el concepto de gota única, es decir que las gotas se pueden considerar como unas independientes de las otras.

## 2. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN Y CÁLCULOS PREVIOS

### 2.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS DESTILADOS DE ESTUDIO

Se hace necesario conocer las características de cada uno de los compuestos con los cuales se va a llevar a cabo la experimentación, para de esta manera establecer criterios de comparación entre los productos iniciales y finales. Todas las pruebas realizadas a los destilados fueron aprobadas en los laboratorios de caracterización de crudos, cromatografía y reología.

#### 2.1.1 Densidad Y Gravedad Específica

La densidad y la gravedad específica son dos propiedades que permiten la caracterización preliminar de la fracciones del petróleo. La densidad es definida como la relación entre la masa de un cierto volumen de combustible líquido, a una determinada temperatura, que generalmente es de 15°C. La gravedad específica es la relación de la densidad del combustible con respecto a la densidad del agua destilada a 4°C. La densidad ( $\rho$ ) se determina en un densímetro digital PAARDMA 48, con norma ASTM D-4052. La densidad y la gravedad API ( $^{\circ}$ API) se relacionan por la siguiente expresión:

$$API = \frac{141.5}{\rho} - 131.5 \quad [17]$$

La densidad esta influenciada por la composición química del crudo o sus fracciones pero una correlación cuantitativa es difícil de obtener, sin embargo, se ha podido establecer que un incremento en los compuestos aromáticos aumenta la densidad y un incremento

en los hidrocarburos saturados la disminuye, esto ha permitido realizar algunas correlaciones de ésta propiedad con otras propiedades fisicoquímicas.

### **2.1.2 Viscosidad**

Se define como la resistencia a fluir. Es la propiedad que define la mayor o menor facilidad que presentan las sustancias para fluir venciendo el rozamiento interno de su masa y las paredes de los conductos. La viscosidad varía de manera notable con la temperatura, las variaciones de presión por el contrario no tienen influencia.

La temperatura para la medida y el reporte de la viscosidad no está claramente definida; la norma ISO 8217 sólo reconoce la temperatura de 50°C, sin embargo, una medida de viscosidad a 50°C puede ser inexacta, especialmente para crudos muy viscosos o cerosos, para este propósito 80°C es una buena alternativa. Norma ASTM D-445. En ésta investigación se realizaron medidas de viscosidad de 40 y 80° C.

### **2.1.3 Color ASTM D-1500**

Éste método abarca la determinación visual del color de una amplia variedad de productos de petróleo, como los aceites lubricantes, el diesel y las ceras. Es usado principalmente para el control de la producción de dichas fracciones y a su vez es una cualidad importante en los productos porque en algunos casos puede usarse para indicar el grado de refinamiento. Cuando el intervalo de color de un producto particular es conocido, sus variaciones pueden indicar una contaminación con algún otro producto, oxidación o degradación del producto por efectos térmicos, exposición a la luz, almacenamiento, etc.

Se deposita una muestra líquida en una celda y usando una fuente de luz estándar se compara con discos de vidrio de color definidos por numeración entre 0,5 – 0,8; cuando los colores coinciden se reporta.

#### **2.1.4 Destilación Simulada**

La destilación simulada (DS) por cromatografía de gases es aplicada en la industria petroquímica para obtener la distribución de puntos de ebullición real (TBP) de crudos y fracciones del petróleo (Butler, 1979). Para este estudio, se aplican los siguientes métodos ASTM D2887 alta temperatura, D5480 modificado. Estos métodos utilizan una columna empacada de cromatografía de gases no polar en conjunto con un detector de ionización de llama. Las máximas temperaturas registradas por cada método es aproximadamente 540 y 710°C respectivamente.

#### **2.1.5 Contenido De Azufre**

El contenido de azufre es de gran influencia sobre las fracciones del petróleo. El contenido de azufre se determina en el equipo Horiba norma ASTM D4294-02, mediante la exposición por rayos x de la muestra, la excitación resultante comparada con una muestra patrón proporciona la concentración.

#### **2.1.6 Residuo De Carbón Conradson (CCR)**

Éste análisis consiste en una destilación destructiva, realizada con el propósito de determinar el porcentaje masa (%m) de material carbonoso no volátil después de quemar la carga. Norma ASTM D4530-03. El CCR es una propiedad que se puede correlacionar con la viscosidad, contenido de asfáltenos, azufre o como indicador de la tendencia de formar coque de las fracciones.

### **2.1.7 Índice de Refracción**

Cuando la luz se mueve a través de un medio para pasar a otro sufre un cambio de velocidad y, si el ángulo de incidencia no es de 90°, sufre también un cambio de dirección. Para una entrecara, un ángulo, una temperatura, una longitud de onda de luz particular, la cantidad de desviación o refracción dependerá de la composición del líquido. Si la muestra es transparente el método consiste en medir la refracción de la luz transmitida a través de la entrecara vidrio - muestra. Si la muestra es opaca, lo que se mide es la reflectancia cercana al ángulo crítico de la entrecara vidrio - muestra.

La medición se realiza en un refractómetro Mettler Tolen RE40 de alta resolución donde la temperatura puede ser controlada, el índice debe ser reportado con 4 cifras decimales especificando la temperatura de medición, tal como lo indica la norma ASTM D1218-02.

### **2.1.8 Cromatografía De Columna (SARA, SAR)**

La separación de compuestos individuales de una mezcla compleja puede realizarse por medio de la cromatografía. En este método un adsorbente es empacado en una columna o en un lecho en el cual se separa el componente deseado, posteriormente el adsorbente es removido por medio de un solvente específico. El análisis SAR (saturados, aromáticos y resinas) y el SARA (saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos) siguen las normas ASTM D-2007 / 2549 MOD.

### **2.1.9 Punto De Inflamación**

Es la temperatura mínima a la cual se forman suficientes vapores para arder en forma instantánea cuando se suministra una fuente de ignición. Este test se utiliza para determinar las condiciones de almacenamiento y operación, para evitar incendios y explosiones. Una reducción en el punto de inflamación significa contaminación con combustible y un incremento significa pérdida de livianos por evaporación.

### **2.1.10 Punto de Fluidez**

Es la temperatura a la cual el aceite deja de fluir por lo que se pierde la capacidad de lubricación y las piezas móviles pierden su movilidad.

## **2.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS BASES LUBRICANTES <sup>[15]</sup>**

Se denomina base lubricante a sustancias que interpuestas entre dos superficies en movimiento reducen la fricción y/o el desgaste entre ellos, mediante la formación de un colchón de deslizamiento entre dichas superficies.

Las temperaturas de cristalización, los puntos de fluidez, el índice de viscosidad y el índice de refracción dependen del tipo de hidrocarburo. Para el caso de las isoparafinas, en la medida en que la cadena lateral se desplaza de los extremos hacia el centro de la molécula, se reduce el punto de fusión.

En los destilados livianos encontramos más parafinas lineales que en el DAO, mientras que en este predominan las isoparafinas y los hidrocarburos cíclicos. En cuanto a la longitud de la cadena lateral en los alquilaromáticos y alquilcicloparafinas se tiene, que en los destilados livianos esta longitud es mayor que en el DAO. Esta situación nos la confirman los altos valores en los índices de refracción ( $IR = 1.500$ ) y los bajos valores en los índices de viscosidad ( $VI$ ) del DAO y su base lubricante en comparación con los  $IR$  ( $1.4500$ ) y los valores más altos en  $VI$  en los destilados livianos y sus bases lubricantes.

### **2.2.1 Viscosidad**

Es una propiedad consistente en la resistencia al desplazamiento de una corriente con referente a otra. Es la propiedad principal de los lubricantes, la cual reduce la fricción entre las piezas en movimiento, evita la formación de puntos calientes y reduce el desgaste, ello se realiza creando una película de separación entre las partes. La

viscosidad es la medida de la resistencia al flujo a condiciones dadas de temperatura, se expresa en forma absoluta o cinemática.

### **2.2.2 Índice de Viscosidad**

Es un número empírico que mide la capacidad del aceite de cambiar su viscosidad con el incremento en la temperatura. El índice de viscosidad puede ser correlacionado directamente con el contenido de aromáticos (y en consecuencia con la estabilidad a la oxidación) sólo en el caso de cortes de lubricantes de la misma familia procesados a diferentes grados de extracción. Los índices de viscosidad de los aceites nafténicos son inferiores a los de los parafínicos en virtud de que contienen una mayor proporción de compuestos aromáticos y sus viscosidades varían sensiblemente por efecto de la temperatura. Los aceites cuya viscosidad es menos sensible al cambio de temperatura se consideran que tienen un alto VI.

### **2.2.3 Índice de Refracción**

El índice de refracción varía con la clase de estructura de los componentes de la muestra. Los tipos de enlaces y la estructura cíclica de los aromáticos, hacen que el índice de refracción se aumente en presencia de éstos o se disminuya en el caso de que éstos sean retirados, el valor de su medida no proporciona el contenido real de aromáticos, sino que muestra una tendencia, es una forma rápida e indirecta de medir el contenido de aromáticos en el refinato. Gracias a la versatilidad, rapidez y confiabilidad de esta medida, la refinería de Barrancabermeja y muchas otras han adoptado esta propiedad en la determinación de la calidad de los productos y verificación de las condiciones operacionales.

La medición se realiza en un refractómetro Mettler Toledo RE40 de alta resolución donde la temperatura puede ser controlada, el índice debe ser reportado con 4 cifras decimales especificando la temperatura de medición, tal como lo indica la norma ASTM D1218-02.

#### **2.2.4 Destilación Simulada**

Las curvas de destilación permiten conocer la proporción de componentes volátiles en el aceite, los cuales son responsables de la inflamabilidad, la volatilidad y, en parte, del consumo y espesamiento de los mismos. Otra ventaja es que permite conocer los aceites básicos residuales. Para este estudio, se aplicó el método ASTM D2887 alta temperatura. La máxima temperatura registrada por este método es aproximadamente 710°C.

#### **2.2.5 Análisis SAR**

Es utilizado para determinar el contenido de Saturados y Aromáticos, presenta ventajas frente a otros análisis de cromatografía por su mejor repetibilidad, menor cantidad de muestra y mayor rapidez. El contenido de Saturados y Aromáticos permite conocer la composición de los aceites básicos de una manera global, pero más precisa que otras mediciones tales como el VI y viscosidad. Sin embargo no indica el tipo de compuestos en presentes en el aceite.

### **2.3 BALANCE DE MATERIA**

Para hallar el rendimiento del refinato se requiere conocer el peso de la carga inicial (DM) y el peso de los productos (rafinatos) libres de solvente. Se evalúan los porcentajes de cada refinato, requiriéndose que las pérdidas de masa no superen el 5%. El balance se reporta llevado al 100% respecto a la carga.

$$\text{Rendimiento: } \frac{\text{Masa de refinato} \times 100}{\text{Masa de carga}}$$

Durante el desarrollo de esta investigación se tuvieron en cuenta todos los balances de materia necesarios para garantizar la veracidad de los resultados, tanto en las pruebas

preliminares como en las corridas en planta piloto, considerando el porcentaje de pérdidas para el desarrollo óptimo de los experimentos.

## 2.4 CÁLCULO DE PESO DEL ADITIVO

Se calcula con respecto al peso y volumen de carga, pero debe ser adicionado con el solvente para que su distribución sea totalmente homogénea. Para las pruebas preliminares como el proceso de extracción se lleva a cabo en un extractor Batch se determina directamente despejando el peso del aditivo de la siguiente relación así:

$$[\ ] \text{ ppm} = \frac{\text{Peso de Solute (Aditivo)} * 10^6}{\text{Peso de Carga}} \quad [19]$$

Se reemplaza la concentración del aditivo en ppm, el peso de la carga en gramos y se despeja de la ecuación anterior el peso del aditivo, de esta manera se obtiene la cantidad de aditivo en gramos que se debe mezclar y homogenizar con el solvente (NMP).

Pero teniendo en cuenta que en la planta piloto se llevó a cabo un proceso continuo, se desarrolló un método para adicionar el solvente con la concentración adecuada de aditivo a la torre según la relación solvente/carga (S/C).

A continuación se presenta el procedimiento por medio de un ejemplo para el cálculo del peso del aditivo para una concentración de 150 ppm con relación S/C 1:8 para la carga DM:

1. Se toma una base de cálculo de volumen de carga y se calcula el peso utilizando la densidad.

Volumen: 100 ml;      Densidad: 0,8896 g/ml;      Peso DM: 88,96 g

2. El peso de carga se reemplaza en la siguiente relación al igual que la concentración de aditivo.

$$[\ ] \text{ ppm} = \frac{\text{Peso de Solute (Aditivo)} * 10^6}{\text{Peso de Carga}}$$

$$150 \text{ ppm} = \frac{\text{Peso de Aditivo} * 10^6}{88,96 \text{ g}}$$

$$\text{Peso de aditivo} = 0,01344 \text{ g}$$

2. Con el volumen de carga y la relación S/C, se relaciona el peso de aditivo con el volumen de solvente.

$$S/C = 1,8 \Rightarrow S = 1,8 * 100 \text{ ml}$$

$$\text{Volumen de Solvente (S)} = 180 \text{ ml}$$

$$\frac{\text{Peso de aditivo}}{\text{Volumen de solvente}} = \frac{0,01344 \text{ g de aditivo}}{180 \text{ ml}}$$

La formula para cualquier volumen de solvente con una concentración de aditivo de 150ppm, con relación S/C 1:8 para la carga DM es:

$$\text{Peso de aditivo} = \text{Volumen de solvente (ml)} * 7,4133 * 10^{-5} \text{ (g/ml)}$$

Así, a medida que se agotaba el solvente durante una corrida se administraba el volumen necesario mezclado con el peso de aditivo correspondiente.

S/C %	DESTILADO MEDIO		DAO	
	1.8	1.5	2.0	1.8
150	PA= Vste(ml)*7.41*10 <sup>-5</sup> g/ml	PA= Vste(ml)*8.96*10 <sup>-5</sup> g/ml	PA= Vste(ml)*6.36*10 <sup>-5</sup> g/ml	PA=Vste(ml)*7.05*10 <sup>-5</sup> g/ml
500	PA= Vste(ml)*2.47*10 <sup>-4</sup> g/ml	PA= Vste(ml)*2.96*10 <sup>-4</sup> g/ml	PA= Vste(ml)*2.12*10 <sup>-4</sup> g/ml	PA=Vste(ml)*2.35*10 <sup>-4</sup> g/ml
1000	PA= Vste(ml)*4.94*10 <sup>-4</sup> g/ml	PA= Vste(ml)*5.93*10 <sup>-4</sup> g/ml	PA= Vste(ml)*4.24*10 <sup>-4</sup> g/ml	PA=Vste(ml)*4.71*10 <sup>-4</sup> g/ml

Tabla 2.1 Relación de la concentración de aditivo con el volumen de solvente

Las relaciones para las condiciones de relación S/C de las diferentes cargas estudiadas para cada porcentaje de aditivo se presentan en la tabla 2.1.

## 2.5 CALCULO DE REMOCIÓN DE AROMÁTICOS

Se realizó por medio de los resultados del análisis SAR de la carga DAO y los refinatos evaluados de la misma carga, el cual nos cuantifica el porcentaje de aromáticos contenidos en ellos, de esta manera realizando un balance de masa del proceso de extracción ya que conocemos los rendimientos obtenidos podemos obtener los aromáticos removidos de la carga así:

1. Se realiza el balance de masa.

$$W_{\text{DAO}} * X_{\text{AC}} = W_{\text{RAFINATO}} X_{\text{AF}} + W_{\text{EXTRACTO}} * X_{\text{AE}}$$

$W_{\text{DAO}}$  = Peso de la carga (g).

$X_{\text{AC}}$  = Fracción aromática de la carga.

$W_{\text{RAFINATO}}$  = Peso del refinato (g).

$X_{\text{AF}}$  = Fracción aromática del refinato.

$W_{\text{EXTRACTO}}$  = Peso del Extracto (g).

$X_{\text{AE}}$  = Fracción aromática del extracto

3. Se toma una base de cálculo de 100 g para la carga inicial. Conocemos dos fracciones de aromáticos, la de la carga y la del refinato. Con la ayuda del rendimiento del refinato obtenemos los pesos en gramos del refinato y del extracto.
4. Conocidos los anteriores datos procedemos a despejar la variable  $X_{AE}$  que nos determina el contenido de aromáticos en el extracto.
5. Hallamos la cantidad en gramos de aromáticos de la carga y del extracto multiplicando las respectivas fracciones de aromáticos por su peso en gramos correspondiente.
6. Entonces el porcentaje de remoción de aromáticos se relaciona así:

$$\%RA = \frac{W_{AE}}{W_{AC}} * 100$$

Los resultados de porcentaje de remoción de aromáticos son reportados en el capítulo 4.

### 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la Figura 3.1 se puede observar la metodología planteada para desarrollar y alcanzar los objetivos del proyecto.

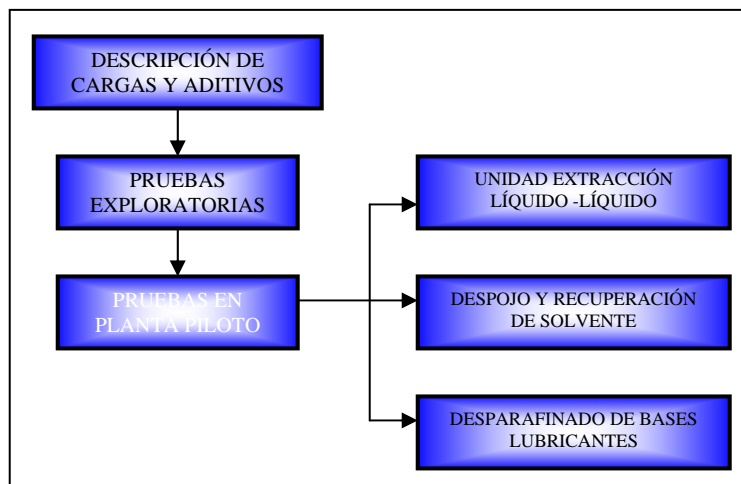


Figura 3.1 Metodología Experimental

#### 3.1 DESCRIPCIÓN MATERIA PRIMA

##### 3.1.1 Cargas de Estudio

Los destilados analizados fueron el DM y el DAO, el Destilado Parafínico Liviano (DL) no se tuvo en cuenta en esta investigación ya que se obtiene de la misma unidad de destilación al vacío que el DM, donde las propiedades físicas y químicas entre estos varían muy poco, como el DM es más estable porque proviene de un corte mas pesado, se puede predecir el comportamiento de los aditivos para el DL basándose en los resultados obtenidos para el DM.

### **3.1.2 Aditivos**

Los aditivos evaluados en el proceso de extracción líquido-líquido, son surfactantes que fueron sintetizados en el instituto colombiano del petróleo-ICP. Se seleccionaron cuatro compuestos, que se confrontaron con un producto comercial de reconocida trascendencia. Los surfactantes se seleccionaron de tal manera que cada uno de ellos represente una familia de compuestos con una estructura molecular determinada.

### **3.1.3 NMP**

Es un producto de la síntesis a alta presión a partir de acetileno y formaldehído. Físicamente presenta un leve olor a amina y el color es ligeramente amarillo. En la industria es usualmente utilizado como solvente para la extracción de aromáticos de corrientes derivadas del petróleo, debido a su excelente selectividad por dichos elementos, estabilidad y a que es químicamente inerte, además, es completamente miscible con en agua en todas las proporciones y no forma azeótropos con ella.

## **3.2 PRUEBAS EXPLORATORIAS**

Se realizaron con la finalidad de estudiar el comportamiento de los aditivos a condiciones de relación solvente/carga (S/C) y temperatura (T) constantes cambiando la concentración respecto a la carga. A los productos obtenidos en estas pruebas se les determinó el rendimiento e índice de refracción como base para seleccionar los aditivos de mejor comportamiento y encontrar un rango de concentración de operación de los aditivos que serán utilizados para realizar un estudio más riguroso en la planta piloto del ICP. Es importante aclarar que los rendimientos e índices de refracción obtenidos en estas pruebas no se pueden extrapolar a los resultados que se van a obtener en el estudio a escala piloto debido a que esta unidad opera de forma continua con nueve etapas de extracción y el equipo de extracción usado a nivel de laboratorio para realizar las pruebas simula la extracción de tres etapas en proceso Batch, pero se puede esperar la misma tendencia.

Al realizar esta selección se pretende aprovechar la facilidad de operación del equipo de extracción para realizar los cambios de concentración y de aditivos, debido a que es un proceso Batch donde se manipulan volúmenes de carga y solvente bajos, permitiendo una fácil evacuación y lavado para cada corrida evitando la contaminación de los diferentes productos. Estas pruebas solo se llevaran a cabo con la carga DM porque el objeto es identificar y seleccionar los aditivos que causen el mejor impacto, adicionalmente, se tiene conocimiento de un estudio preliminar realizado en el ICP con esta carga a escala laboratorio de las condiciones óptimas de operación en cuanto a Temperatura, Relación S/C, agitación. etc.

### 3.2.1 Descripción Del Equipo

**3.2.1.1 Contactor Batch:** Consta de un recipiente de vidrio con un baño de aceite, recubierto con aislante, una mirilla para visualización, un agitador de velocidad variable y un indicador de temperatura el cual se adapta a una termocupla.

La carga y el solvente se alimentan por la boquilla superior y se agitan para mantener una mezcla homogénea. La temperatura de operación se consigue a través de una camisa externa a lo largo del recipiente, por la cual circula aceite térmico proveniente del baño de calentamiento, que controla la temperatura de trabajo deseada. La temperatura de la mezcla se verifica con la termocupla (figura 3.2). En la parte inferior se encuentra la válvula de vaciado para separar las fases una vez se ha concluido el proceso de mezclado y decantación.

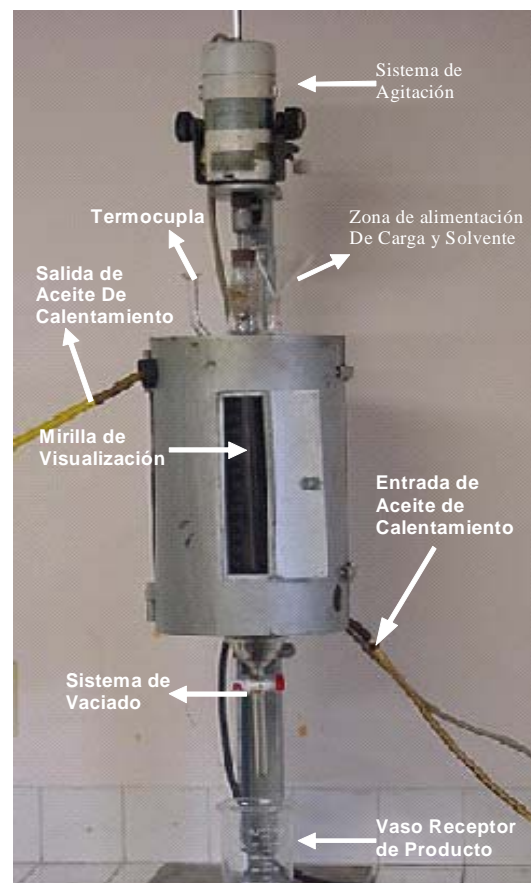


Figura 3.2 Contactor Batch

**3.2.1.2 Equipo de destilación al vacío para el despojo de solvente:** Está formado por una manta de calentamiento, un balón de fondo redondo con dos salidas con capacidad para 500 ml, una boca para la conexión de nitrógeno para evitar la oxidación del producto, la formación de atmósferas explosivas y facilitar el despojo de las trazas finales. La otra boca permite conectar una columna de destilación, que a su vez, se conecta a un condensador de doble tubo con agua de enfriamiento unido a un balón receptor de solvente destilado con un sistema de vacío (figura 3.3).

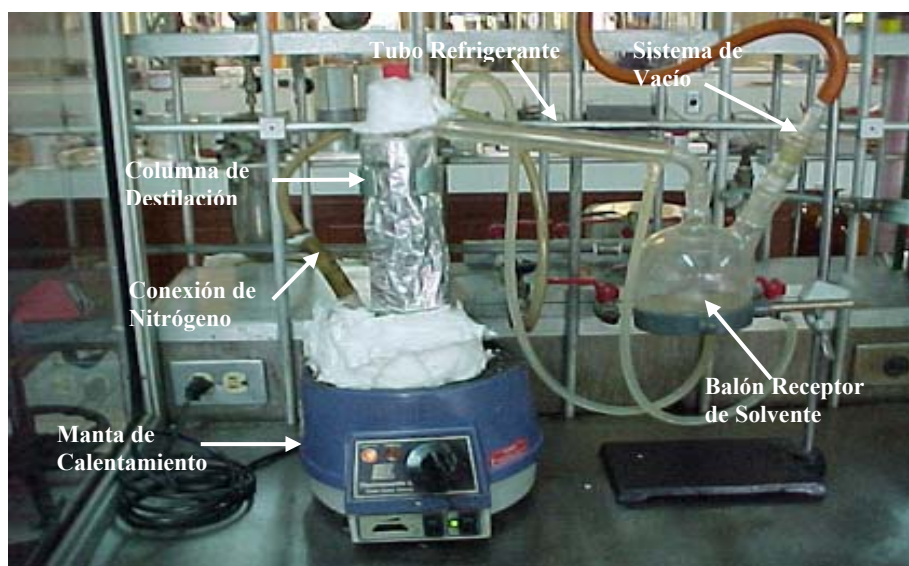


Figura 3.3 Equipo de destilación al vacío para el despojo de solvente.

### 3.2.2 Procedimiento Experimental

**3.2.2.1 Corridas Blanco:** Para garantizar la repetibilidad del equipo se realizaron dos corridas blanco (en ausencia de aditivo) que se establece comparando el rendimiento de los productos, además, es una referencia para evaluar la respuesta de los aditivos a diferentes concentraciones (Tratamiento de control).

**3.2.2.2 Corridas con Aditivo:** Para evaluar los aditivos, éstos se adicionan al solvente de manera homogénea y su peso se determina con relación al peso y volumen de carga

de DM utilizada en el proceso. Las concentraciones escogidas (150 y 1000 ppm) se determinaron con base en un estudio preliminar <sup>[13]</sup>, se tomaron los valores inferior y superior porque conociendo los resultados a niveles extremos se pueden modificar

% ADITIVO \ ADITIVO	150 ppm	1000 ppm
Comercial		
WR 141		
WR 142-1		
WR 142-2		
WR 46-3		

**Tabla 3.1. Matriz experimental de las pruebas exploratorias**

posteriormente las concentraciones dentro de este rango. Para elaborar la matriz experimental de las pruebas (Tabla 3.1), que determina el número de corridas, se tomó como base un diseño experimental donde se ensayaron 5 factores (1 por cada tipo de aditivo), a dos niveles (concentración en ppm), dando como resultado 10 tratamientos.

**3.2.2.3 Condiciones De Operación:** Las condiciones que deben ajustarse antes de iniciar el proceso experimental, son llamadas condiciones fijas, son las revoluciones del agitador, el tiempo de contacto y el tiempo de decantación, que fueron tomados de la literatura para el DM<sup>[6]</sup> al igual que el perfil de temperatura y la relación solvente-carga (S/C). (Tabla 3.2)

<b>Relación S/C</b>	1.8	
<b>Velocidad De Agitación</b>	260 r.p.m	
<b>Perfil De Temperaturas</b>	<b>T1</b>	76
	<b>T2</b>	79
	<b>T3</b>	82

Tabla 3.2 Condiciones de operación de las pruebas exploratorias

### 3.2.3 Procedimiento de Operación

Las pruebas preliminares de extracción líquido-líquido a escala laboratorio se realizan en dos etapas, la etapa de contacto, donde se realiza la extracción, y la etapa de despojo de solvente, donde se destila el rafinato para retirarle el solvente (NMP), que arrastra durante el proceso.

**3.2.3.1 Etapa De Contacto:** El procedimiento estandarizado para realizar una corrida se presenta a continuación. (Figura 3.4)

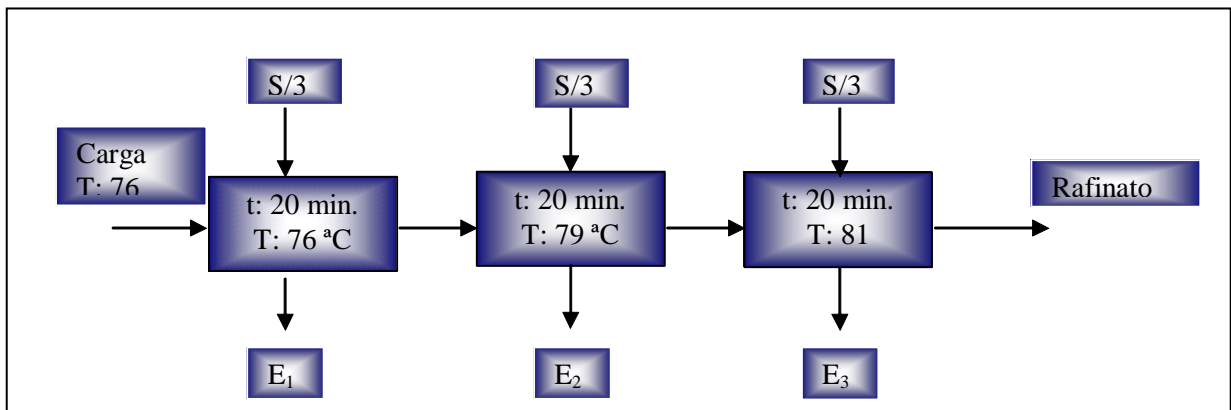


Figura 3.4 Procedimiento de las corridas de las pruebas exploratorias

1. Se pesa el DM calentado a  $T_1$ , se carga al contactor, y se mantiene a esta temperatura por 15 minutos.
2. El solvente NMP en relación 1:8 con la carga se divide en 3 partes, el primer solvente se adiciona calentado previamente y se deja en agitación por 20 minutos.
3. Se suspende la agitación y se deja decantar por otros 20 minutos a una temperatura  $T_2$  para permitir la formación de dos fases líquidas, la fase inferior rica en solvente (Extracto) es retirada del contactor.
4. Se carga la segunda parte del solvente y se agita por 20 minutos a la temperatura  $T_2$ . Se deja decantar por 15 minutos a la temperatura  $T_3$ , se separa el extracto del segundo lavado con NMP.
5. Se agrega la tercera porción del solvente, se agita por 20 minutos a la temperatura  $T_3$ . Se deja decantar por 15 minutos y se procede a separar el extracto del tercer lavado.
6. Se retira la fase superior (Refinado) del equipo de extracción y se envía al proceso de despojo de solvente.

**3.2.3.2 Etapa De Despojo De Solvente:** Al refinado obtenido en el proceso anterior se le retira el solvente debido a que la cantidad de NMP que arrastra el refinado interfiere en la determinación del rendimiento aumentando su porcentaje e influye en la determinación del índice de refracción obteniendo una lectura errónea (Figura 3.3). También se realiza este procedimiento para recuperar el solvente.

### 3.2.4 Caracterización De Los Rafinatos De Las Pruebas Exploratorias

La actividad de los aditivos se determina por dos parámetros que son el índice de refracción y el rendimiento, los cuales son comparados con los resultados obtenidos en las corridas blanco. La evaluación de el(los) aditivo(s) y la concentración óptima de éste(os) se basa en el aumento del rendimiento con una minimización de los IR, lo cual se traduce en una buena eliminación de aromáticos, es decir una buena calidad expresada como VI.

### 3.3 PRUEBAS EN PLANTA PILOTO

Las pruebas a realizar en planta piloto se llevaran a cabo luego de escoger por medio del procedimiento mostrado anteriormente (pruebas preliminares) dos aditivos que hayan cumplido con las expectativas mencionadas o que hayan tenido un mejor comportamiento con respecto a los demás aditivos. Estos serán probados variando las condiciones de operación normales en la unidad de extracción líquido-líquido para evaluar los efectos que tienen sobre el rendimiento y la calidad de los productos. También se utilizó la unidad de desparafinado de bases lubricantes seleccionando las cargas (DM, DAO) y refinatos obtenidos a condiciones normales de operación con el fin de determinar la curva que relaciona el índice de refracción de los refinatos con el índice de viscosidad (VI).

#### 3.3.1 Unidad de Extracción Líquido – Líquido <sup>[11]</sup>

Para realizar las corridas en esta unidad, se cuenta con una planta a nivel piloto con las siguientes características:

**3.3.1.1 Sección de carga:** Se inyecta simultáneamente NMP por la cima y carga por el fondo.

► **Solvente:** El NMP (Normal Metil Pirrolidona), es previamente cargado al tambor D-1 donde es mantenido a condiciones ambientales, el NMP es enviado a la columna de

extracción con la bomba P-1. La transferencia de solvente desde el tambor D-1 hacia la columna de extracción se realiza con la bomba dosificadora P-1 la cual esta dotada de un sistema de doble succión y descarga.

► **Carga a Procesar:** La carga se deposita en el tambor D-2 provisto de una chaqueta de calentamiento, donde es mantenida a una temperatura aproximada de 80°C. La transferencia de carga desde el tambor D-2 hacia la columna de extracción se realiza por medio de la bomba P-1. Inicialmente a la columna se envía solo solvente (75% de llenado), después se realiza inyección simultánea de solvente y carga, con la misma bomba por sistemas independientes. (Figura 3.5)



Figura 3.5 Sección de Carga

**3.3.1.2 Sección de extracción:** Consiste en una columna dividida en cuatro secciones: sección superior (decantador de cima), Sección inferior (decantador de fondos) y dos secciones intermedias de contacto. La carga entra por el fondo y es tratada en contracorriente con el solvente utilizado (NMP) que entra por la cima, se obtienen dos corrientes, la fase liviana rica en compuestos parafínicos con algún contenido de solventes que sale por la cima y se reconoce como refinato o refinado, la fase pesada rica en aromáticos llamada extracto sale por el fondo junto con el solvente utilizado (NMP). (Figura 3.6)

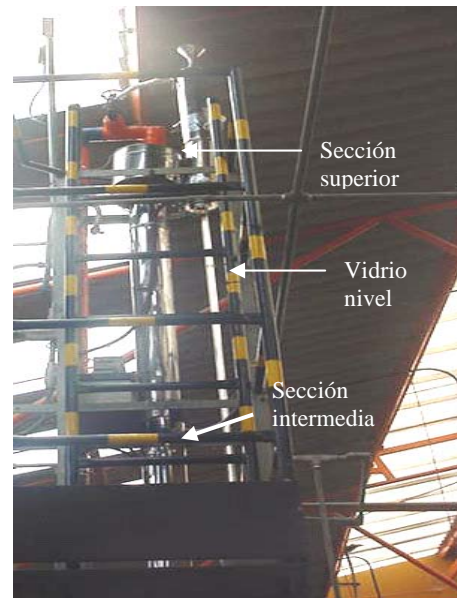


Figura 3.6 Sección de extracción

### 3.3.1.3 Sección de productos

► **Extracto (Aromáticos + solvente):** Esta corriente sale por el fondo de la columna y va a un recipiente de vidrio, D-4 la cual se carga a una Unidad de Destilación al vacío para recuperar el NMP, y reutilizarlo en la Unidad de Extracción.

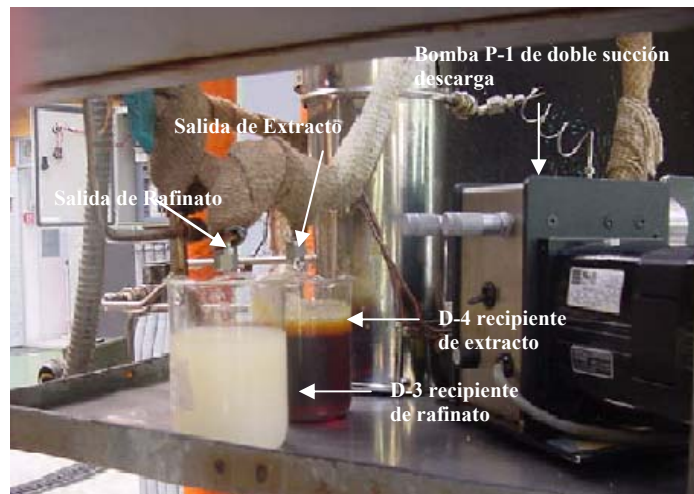


Figura 3.7 Sección de productos

► **Refinado (Compuestos parafínicos con arrastre de solvente):**

Esta corriente sale por la cima de la columna, para llegar al recipiente de vidrio D-3, este recorre la torre por la parte externa manteniéndose fluido por acción del perfil de temperatura. El refinado obtenido es sometido a destilación al vacío para retirar el solvente y posteriormente enviado a la Planta de Desparafinado.

**3.3.1.4 Condiciones De Operación:** En una investigación experimental en la que se va a evaluar el comportamiento de una variable normalmente se escogen niveles de operación que son variaciones de las condiciones normales por encima (+) y por debajo (-) de éstas. Para estudiar la influencia de la temperatura se considera representativo una variación de +/- (5-10)°C del nivel normal y para la relación S/C se considera representativo una variación de 0,2-0,5 puntos.

En esta investigación no es conveniente hacer efectivo algunos niveles por cuestiones de operabilidad y viabilidad como mencionaremos a continuación.

El nivel T<sup>-</sup> no se tomó en cuenta para esta investigación porque la torre no es operable debido a que presenta en algunos puntos solidificación de la carga y taponamiento de la columna.

El nivel de relación S/C<sup>+</sup> no se tomo en cuenta al evaluar los aditivos debido a que a mayor relación S/C, es menor el volumen de carga procesado y hace que la operación no sea rentable económicamente.

Para el DM las condiciones de operación se definieron con base en investigaciones realizadas previamente en el ICP<sup>[16,17]</sup>. Las condiciones de operación encontradas para el perfil de temperatura y relación S/C corresponden a T, S/C respectivamente en la tabla 3.3.

Para el DAO el perfil de temperatura encontrado en la literatura que se tomo como nivel T no fue operable, debido al taponamiento que se presento en algunos puntos por solidificación de la carga y el refinato, tanto en la sección de entrada de carga como en la sección superior, debido a esto fue necesario probar diferentes perfiles de temperatura hasta verificar la salida constante de los

Variable	DM		DAO	
	S/C	S/C <sup>-</sup>	S/C	S/C <sup>-</sup>
Relación S/C	1,8	1,5	2,0	1,8
Perfil De Temperatura	T	T <sup>+</sup>	T	T <sup>+</sup>
T Cima	81	91	90	95
T Intermedia	78	88	95	100
T Fondo	75	85	100	105

Tabla 3.3 Niveles en las Condiciones de operación

productos. Al realizar estas pruebas la temperatura final encontrada que hizo posible la operabilidad de la unidad de extracción fue 8°C por encima del perfil reportado en la literatura, por esta razón se decidió aumentar solo en 5°C el nivel superior T<sup>+</sup>. Las condiciones de operación escogidas se presentan en la tabla 3.3.

### 3.3.2 Diseño Experimental

En cualquier experimento o proyecto, los buenos resultados que se desean obtener dependen en gran manera de la forma como se recopilen los datos. Es por esto que se

debe hacer una planeación adecuada. Para cumplir con este objetivo, se tomó el diseño factorial como una herramienta para llevar a cabo la planeación experimental.

Estos diseños factoriales son ampliamente utilizados en experimentos donde se ven involucrados varios factores, los cuales tienen una gran influencia en el desarrollo del experimento y por lo tanto se desea estudiar el efecto conjunto que tienen ellos sobre una respuesta o resultado.

Se aplicó un diseño factorial 2x2x3 compuesto por 3 factores cuantitativos, el perfil de temperatura (T), la relación solvente-carga (S/C) cada uno a dos niveles y el porcentaje de aditivo respecto a la carga [A] (concentración de aditivo en ppm) , a tres niveles; este análisis se hace para cada aditivo (1,2) usado en cada carga (DM y DAO). Este diseño provee el menor número de combinaciones a partir de los cuales los factores pueden ser estudiados en un arreglo factorial completo. El porcentaje de rendimiento de la extracción y el VI que nos indica la calidad del producto (Rafinado) se tomaron como respuesta a la variable dependiente.

Debido al costo de operación y de las pruebas de caracterización, así como de las

propiedades a analizar no se realizaron réplicas. Bajo esta circunstancia se empleó la metodología presentada por Beltz <sup>[18]</sup> para un diseño factorial 2x2x3 con experimentos no replicados. El total de corridas fueron doce (12) para cada aditivo en cada carga a las condiciones de operación relacionadas anteriormente en la tabla 3.3, esto significa que se realizaran cuatro (4) diseños factoriales para un total de 48 corridas. Como se muestra en la tabla 3.4.

CARGA	ADITIVO	PERFIL DE T <sup>o</sup> C	[A <sub>0</sub> ]		[A <sub>1</sub> ]		[A <sub>2</sub> ]	
			S/C	S/C	S/C	S/C	S/C	S/C
DM	1	T						
		T <sup>†</sup>						
	2	T						
		T <sup>†</sup>						
DAO	1	T						
		T <sup>†</sup>						
	2	T						
		T <sup>†</sup>						

Tabla 3.4. Número de corridas o experimentos para el diseño experimental

**3.3.2.1 Matriz de Diseño:** En la tabla 3.5 se presenta el arreglo estándar para un experimento factorial donde se muestran las posibles combinaciones que posee este diseño. Los niveles de los factores se denominaron 0 y 1, que corresponden al nivel bajo y alto de los factores T, S/C y 0, 1 y 2 para denotar las concentraciones de aditivo [A] a 0, 150 y 500 o 1000 ppm, según el aditivo, donde la [0] corresponde a las pruebas en blanco. Los factores se indican con letras mayúsculas, así, T, S/C y [A]. Los niveles altos de los factores se indican con letras minúsculas y el número (1) significa que todos los factores están puestos en el nivel bajo.

No Exp.	Cond. Exp.	Variables			Respuestas	
		T	S/C	[A]	%Rendimiento	VI (calidad)
1	(1)	0	0	0		
2	t1	1	0	0		
3	s/c1	0	1	0		
4	t1-s/c1	1	1	0		
5	[a ]1	0	0	1		
6	t1-[a ]1	1	0	1		
7	s/c1-[a ]1	0	1	1		
8	t1-s/c1-[a ]1	1	1	1		
9	[a ]2	0	0	2		
10	t1-[a ]2	1	0	2		
11	s/c1-[a ]2	0	1	2		
12	t1-s/c1-[a ]2	1	1	2		

Tabla 3.5 Combinaciones del diseño factorial

Cabe mencionar que estos resultados junto con los resultados de las pruebas exploratorias son analizados en el siguiente capítulo. En este momento se realizará el tratamiento para el caso de las corridas con DM y el primer aditivo seleccionado (Tabla 3.6). Los demás casos se expondrán en el Anexo A.

Tratamiento	T °C			S/C	[A] ppm	Respuestas	
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>			%Rendimiento	VI (calidad)
1	75	78	81	1,5	0	65,19	100,61
2	85	88	91	1,5	0	71,54	101,42
3	75	78	91	1,8	0	74,28	92,14
4	85	88	91	1,8	0	79,88	102,36
5	75	78	81	1,5	150	86,4	89,81
6	85	88	91	1,5	150	81,93	89,81
7	75	78	91	1,8	150	77,47	96,52
8	85	88	91	1,8	150	69,49	93,89
9	75	78	81	1,5	500	70,2	103,82
10	85	88	91	1,5	500	66	104,99
11	75	78	81	1,8	500	74,11	97,69
12	85	88	91	1,8	500	68	102,07

Tabla 3.6 Resultados del diseño factorial para la carga DM y el Aditivo 1

### 3.3.2.2 Implicación de las Variables de Operación

FACTOR		NIVEL	
NOMBRE	NOTACIÓN	COND. OPER.	NOTACIÓN
TEMPERATURA	T	T	T <sub>0</sub>
		T+	T <sub>1</sub>
RELACIÓN S/C	S/C	S/C-	S/C <sub>0</sub>
		S/C	S/C <sub>1</sub>
[ ] DE ADITIVO	[A]	[A] 0 ppm	A <sub>0</sub>
		[A] 150 ppm	A <sub>1</sub>
		[A] 500 ppm	A <sub>2</sub>

Tabla 3.7 Variables de Operación del Diseño Factorial

Como primer paso se identifican los factores como se muestra en la Tabla 3.7, y se aplica una rutina tabular de análisis. A continuación se presenta el procedimiento detallado para el análisis del diseño experimental para el rendimiento del DM utilizando el Aditivo 1 (Tabla 3.8). Las demás respuestas obtenidas se analizaron en el anexo A, para el VI del aditivo 1 con DM, y rendimiento y VI del aditivo 2 para cada una de las cargas DM y DAO.

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	65,19	136,7	290,9	884,49	I	12	73,708	65193,547	
t1	71,54	154,2	315,3	2,77	T	12	0,231	0,639	0,133
s/c1	74,28	168,3	278,3	1,97	S/C	12	0,164	0,323	0,067
t1-s/c1	79,88	147	11,95	-6,17	TxS/C	12	-0,514	3,172	0,660
[a ]1	86,4	136,2	1,13	-12,58	[A]L	8	-1,573	19,782	4,115
t1-[a ]1	81,93	142,1	-10,31	-22,26	Tx[A]L	8	-2,783	61,938	12,883
s/c1-[a ]1	77,47	6,35	17,43	-11,52	S/Cx[A]L	8	-1,440	16,589	3,450
t1-s/c1-[a ]1	69,49	5,6	-21,37	-1,16	TxS/Cx[A]L	8	-0,145	0,168	0,035
[a ]2	70,2	-4,47	5,91	-61,38	[A]c	24	-2,558	156,979	32,652
t1-[a ]2	66	-7,98	-0,75	-0,62	Tx[A]c	24	-0,026	0,016	0,003
s/c1-[a ]2	74,11	-4,2	-3,1	66,08	S/Cx[A]c	24	2,753	181,940	37,843
t1-s/c1-[a ]2	68	-6,11	-1,91	4,36	TxS/Cx[A]c	24	0,182	0,792	0,165

C.T : Combinación de tratamientos

Tabla 3.8 Rutina tabular de análisis para el Rendimiento del DM, con Aditivo 1

El cálculo de los efectos se basa en la determinación de las interacciones de cada uno de los parámetros que se involucran. Estos efectos fueron determinados por el algoritmo de Yates mostrado en la columna operaciones de la tabla 3.8.

La columna “ Operación 1” se obtiene por medio del método de suma y diferencia de los pares; así los seis primeros números se obtienen al sumar las seis parejas de la columna anterior ( $x_1+x_2, \dots, x_{n-1}+x_n$ ) y los siguientes seis números resultan de restarlas ( $x_2-x_1, \dots, x_n-x_{n-1}$ ), donde n es el número de tratamientos; la columna “Operación 2” se obtiene de la misma manera y en la columna “Operación 3” , los 4 primeros números usan la regla:  $x_1+x_2+x_3, \dots, x_{n-2}+x_{n-1}+x_n$ , los siguientes 4:  $x_3-x_1, \dots, x_n-x_{n-2}$  y los restantes números  $x_1-2x_2+x_3, \dots, x_{n-2}-2x_{n-1}+x_n$ . Como comprobación la sumatoria de los tratamientos debe ser igual al primer valor de la columna “Operación 3”.

El divisor de cada tratamiento (Columna 7 de la tabla 3.8) resulta de multiplicar el divisor de los tres factores, según sea el nivel utilizado en dicho tratamiento; estos divisores atribuidos a cada factor, corresponden a la suma del cuadrado de los coeficientes (Tabla 3.9).

El efecto principal de la variable puede conformarse por diversos efectos según el número de niveles de tal variable; así, una variable de dos niveles solo tendrá un efecto lineal representado por el subíndice (L), mientras que una variable de tres niveles estará compuesta por un efecto lineal y un efecto cuadrático representado por los subíndices (L y C) respectivamente. En la tabla 2.13 se calculan todos los efectos, (columna 6 y 8).

Factor	Efecto	Nivel del Factor			Divisor
		a0	a1	a2	
[A]	A0	+1	+1	+1	3
	A1	-1	0	+1	2
	A2	+1	-2	+1	6
		<b>t<sub>0</sub></b>	<b>t<sub>1</sub></b>		
T	T0	+1	+1	2	
	T1	-1	-1	2	
		<b>s/c<sub>0</sub></b>	<b>s/c<sub>1</sub></b>		
S/C	S/C <sub>0</sub>	+1	+1	2	
	S/C <sub>1</sub>	-1	-1	2	

Tabla 3.9 Divisores de los factores

La estimación del efecto Z, es el resultado de dividir el valor de la columna “Operación 3” por el valor de la columna “Divisor” para cada tratamiento de la tabla 2.13; si se divide el cuadrado de la columna “Operación 3” por el mismo divisor se obtiene la columna final, que corresponde a la media cuadrática, (mc).

La ultima columna es el porcentaje de participación que permitirá conocer cuales son los tratamientos con efectos significativos, es decir, valores superiores al 2% para el rendimiento y de 1% para el VI. Este valor se obtiene dividiendo la media cuadrática de cada tratamiento en la media cuadrática total de la respuesta, así:

$\%SS_{Total} = (X_1^2 + X_2^2 + \dots + X_n^2) - (\text{contraste}/N)$ ; Contraste es el primer valor de la columna “operación 3” y N es el número de corridas.

Como podemos observar los porcentajes de participación que presentan efectos son aquellos tratamientos en los que se usaron los aditivos sin embargo los efectos de las respuestas y las interacciones entre los diferentes factores fueron analizadas en el capítulo (3) tres ya que es posible que la sensibilidad de las respuestas obtenidas en la planta piloto presenten discrepancias con los resultados de cada una de las pruebas obtenidas en el diseño experimental.

### 3.3.3 Procedimientos Operativos <sup>[11]</sup>

#### 3.3.3.1 Procedimiento De Arrancada

- ▶ Definir las condiciones de operación como la relación S/C y perfil de temperatura.
- ▶ Proceder a arrancar la planta desde el computador de control, dirigiéndose al display que representa la planta. Desde esta etapa se puede programar los lazos de control de temperatura de las 3 secciones de la columna: cima, medio y fondo.
- ▶ Acondicionamiento del solvente: El NMP se debe cargar en el tambor D-1, debidamente enchaquetado y aforado. Al realizar las pruebas con aditivos verificar que éstos se homogenicen perfectamente en el solvente, si a condiciones ambientales esto no es posible, calentar el solvente hasta lograr la total disolución del aditivo.
- ▶ Acondicionamiento de la carga: Se requiere fundir los destilados y cargarlos en el tambor enchaquetado y aforado D-2. Se debe previamente abrir las válvulas del múltiple de la cima y el fondo.

#### 3.3.3.2 Operación

- ▶ Accionar la bomba dosificadora P-1 para iniciar la inyección de solvente, hasta llenar la columna en un 75% de su capacidad aproximadamente 1 litro.
- ▶ Lograda la anterior etapa realizar la inyección simultánea de carga y solvente, con la bomba P- 1, dando inicio al contacto entre los mismos y a la formación de fases refinato y extracto dentro de la columna. Se espera que la fase pesada o extracto fluya por el fondo de la columna, y que la fase refinato salga por el tope de la misma.
- ▶ Una vez alcanzadas las condiciones de estabilidad, como el perfil de temperatura, relación S/C, ubicación fija de la interfase en el visor de nivel y producción simultánea de extracto y refinato, se puede empezar a recolectar el refinato en un vaso de precipitado tomando el tiempo y el volumen de carga y solvente por medio de los medidores de nivel que se encuentran en los tambores de carga de los mismos, para calcular posteriormente el rendimiento de la operación.
- ▶ Cuando se modifique cualquiera de las condiciones de operación o se realice un cambio de aditivo, es necesario calcular con las velocidades de flujo de carga y solvente

el tiempo necesario para que el contenido de la torre aprox. 1400 ml se desplace, antes de realizar la recolección del refinado.

**3.3.3.3 Etapa de Despojo y Recuperación de Solvente:** En esta etapa se utilizan dos equipos de destilación al vacío, el primero para despojar el solvente arrastrado por el refinado producto de la extracción líquido-líquido mencionado en las pruebas exploratorias (ver figura 3.3) y el segundo para recuperar el solvente del extracto obtenido en el proceso de extracción líquido-líquido, ya que este está compuesto en su mayoría por NMP, con el fin de reutilizarlo en el proceso de extracción. Este equipo consta de una manta de calentamiento, un balón de fondo redondo con dos salidas con capacidad para 2000 ml, una boca para la conexión de nitrógeno que evita la oxidación del producto, la formación de atmósferas explosivas y facilita el despojo de las trazas finales, a su vez sirve para verter la carga a destilar. La otra boca permite conectar una columna de destilación, que está unida a un condensador de doble tubo con agua de enfriamiento unido a un balón receptor de solvente destilado de 1000 ml con dos bocas, con una de ellas se conecta el equipo de destilación al sistema de vacío proporcionado por una bomba (Figura 3.8).

A continuación se mencionarán los pasos a seguir para el uso adecuado de estos equipos, ya que se consideran de alto riesgo:

- ▶ Se debe verter y calentar la carga a la temperatura establecida por medio de la manta de calentamiento.
- ▶ Se conecta el nitrógeno al mínimo para evitar el paso de sustancias no deseadas por la torre de destilación.
- ▶ Se abre la válvula de paso del agua de enfriamiento para el condensador.
- ▶ Se verifica que todas las uniones del equipo se encuentren debidamente selladas para que el sistema de vacío funcione apropiadamente evitando fugas.
- ▶ Se prende la bomba de vacío y se abre lentamente la válvula reguladora de vacío.
- ▶ A medida que baje el nivel en el balón de carga se puede aumentar el vacío cuidadosamente.

- ▶ Cuando el nivel de solvente destilado en el balón receptor este por encima de la mitad, se debe cerrar lentamente la válvula reguladora de vacío.
- ▶ Por medio de otra válvula reguladora conectada a la salida del balón receptor se debe permitir el escape de vacío. Terminada esta operación se debe retirar el solvente destilado del balón receptor para su reutilización.
- ▶ Se debe apagar la bomba de vacío, cerrar todas las válvulas (nitrógeno, agua) y apagar la manta de calentamiento.

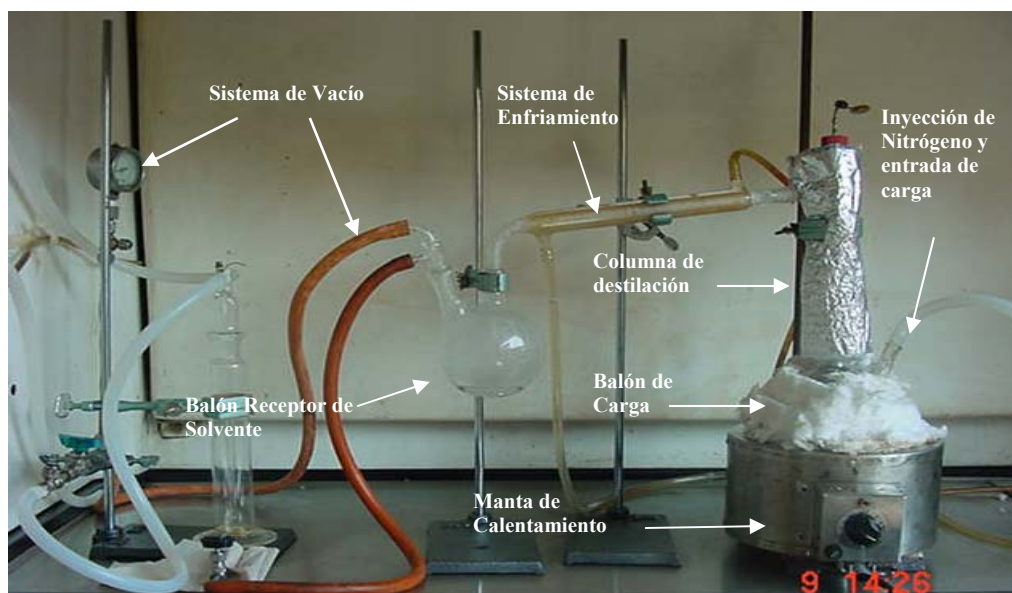


Figura 3.8 Equipo de destilación al vacío para recuperación del solvente.

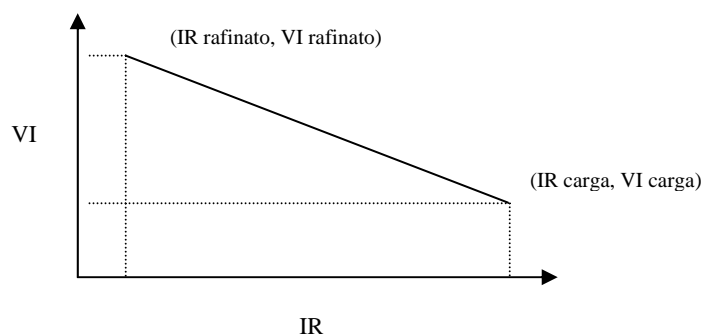
### 3.3.4 Desparafinado de Bases Lubricantes

**3.3.4.1 Correlación Entre El VI Y El Índice De Refracción <sup>[19]</sup>:** En el esquema convencional, la calidad de la base lubricante en cuanto a VI se define en la primera etapa del proceso. Sin embargo, en planta industrial, hasta que el refinato no sea desparafinado, no se puede encontrar el VI, a no ser que la muestra se desparafine en el laboratorio. Cualquiera de estas dos operaciones requiere tiempo, por lo cual no se puede realizar un control efectivo de la unidad. Con el objeto de corregir esta situación, se desarrolló e implementó una metodología que correlaciona el índice de refracción (IR) del refinato sin

desparafinar, con el VI de la base lubricante producto (Figura 3.9). Esta correlación es lineal y se halla para cada carga antes de las corridas [12]. La determinación del IR es una operación que dura unos diez minutos, por lo cual se convierte en una herramienta eficiente de control operacional.

Esta metodología se adoptó para esta investigación debido al gran número de corridas que se van a realizar y la necesidad de determinar la calidad de las bases de manera rápida y efectiva. La correlación se obtuvo de la siguiente manera:

- ▶ Se determina el IR a la carga (DM y DAO)
- ▶ Se desparafina la carga y se determina el VI, este dato se relaciona con el dato obtenido de IR para cada carga y así se obtiene el primer punto de la gráfica, ubicando el IR en el eje de las abscisas y el VI en las ordenadas. Este punto corresponde al límite inferior, debido a que las cargas tienen el VI más bajo ya que no se sometieron al proceso de extracción líquido-líquido.
- ▶ Para evitar hacer extrapolaciones en la gráfica, se miden los IR de todas las corridas en blanco y se escoge la que haya tenido un IR menor para realizar el desparafinado, así obtendríamos el otro extremo de la gráfica que corresponde a la muestra de VI más alto.
- ▶ Se desparafina la muestra seleccionada anteriormente, se determina su VI y se coloca este punto en la gráfica, teniendo en cuenta que el IR medido se ubica en el eje x y el VI en el eje y.
- ▶ Se unen los dos puntos en cada una de las gráficas y se obtiene una relación lineal.



**Figura 3.9 Correlación entre el IR y VI**

- ▶ Para hallar el VI de los demás refinados se ubica su IR en el eje x y se traza una línea vertical hasta cortar la línea de correlación, en este punto se traza una línea vertical hasta cortar el eje y, se lee el VI.

**3.3.4.2 Descripción del Equipo** <sup>[20]</sup>: Consta de un contactor C-1 enchaquetado de 100 ml de diámetro externo por 360 mm de alto, provisto de un sistema de agitación compuesto por un motor que da movimiento al raspador de cuatro paletas de teflón. En su base se halla una válvula V-1 de globo por donde se extrae el producto a filtrar en el embudo de filtración E-1. El sistema de filtración consiste en un embudo E-1 de porcelana enchaquetado de 130 ml de diámetro interno, unido herméticamente a un recipiente de 1000 ml de capacidad donde se recoge el filtrado. La base de filtración esta compuesta por un filtro de material sintético y dos filtros de papel Whatman N-41. El vacío se obtiene por una bomba provista de un controlador de presión que alcanza 10 mbar. Este sistema de vacío se conecta directamente al recipiente de filtrado a través de una válvula. El sistema de refrigeración consiste de un baño Hake provisto de un controlador de temperatura (T mínima alcanzable  $-40^{\circ}$  C). El baño hace circular alcohol etílico grado industrial, utilizado como medio refrigerante, a través de la camisa del embudo de filtración, la cual esta conectada mediante manguera aislada a la chaqueta del contactor, el alcohol circula por la camisa de un recipiente cilíndrico lleno de alcohol que es devuelto al baño para su recirculación (Figura3.10).

**3.3.4.3 Procedimiento De Operación** <sup>[20]</sup>: El proceso de desparafinado se llevó a cabo seis (6) veces durante la realización de esta investigación; cuatro de ellas se realizaron para obtener la curva o correlación de VI correspondiente para cada carga. Para la curva del DM se desparafino el refinato medio (RM), y para la curva del DAO se desparafino el refinato DAO (RDAO) obtenidos de la unidad de extracción líquido-líquido. Las dos restantes se les práctico a dos refinatos obtenidos de la carga DM y DAO respectivamente con el uso del aditivo para posteriormente ser analizados.

### a) Revisión Preliminar

- ▶ Energizar la planta accionando los dispositivos ubicados en el tablero de control.
- ▶ Lavar el contactor con Tolueno, manteniendo el equipo a la temperatura de la dilución inicial (25 °C).
- ▶ Alinear el sistema de refrigeración abriendo las válvulas correspondientes al baño de enfriamiento y al contactor.

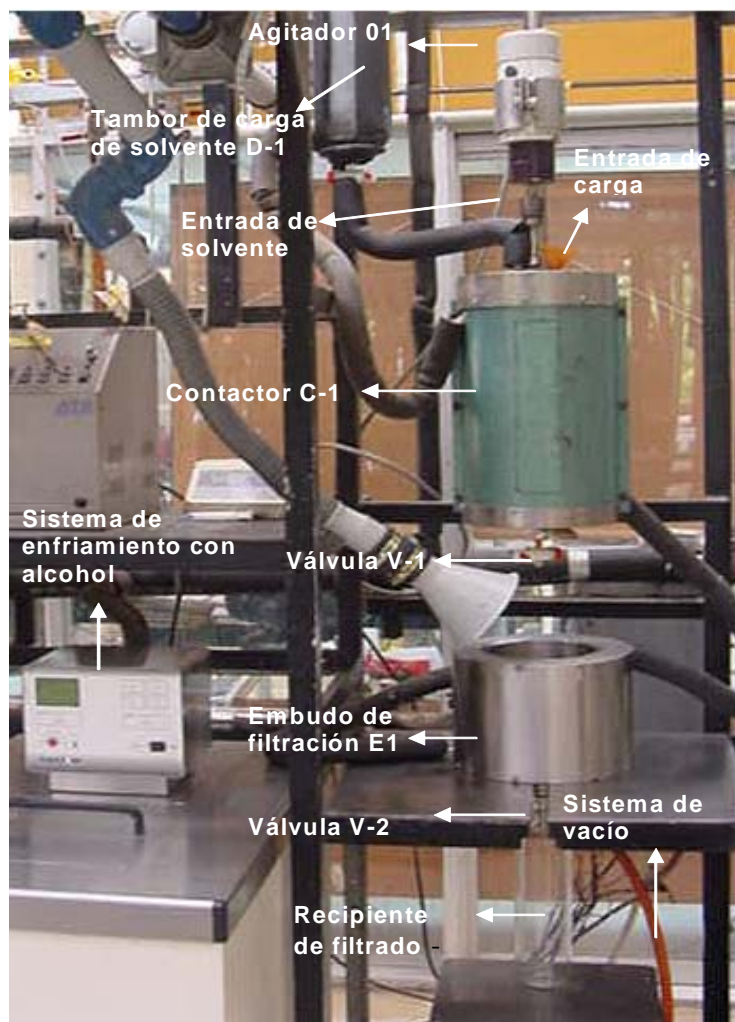


Figura 3.10 Unidad de Desparafinado de Bases Lubricantes

## b) Arrancada y Operación

- ▶ Se ajusta la mezcla deseada de solvente [12], (56% MEK, 44% Tolueno). Esta mezcla se verifica por medio del índice de refracción ya que este debe tener un valor de 1.4320 para garantizar la proporción.
- ▶ Se fija la temperatura del contactor a 25 °C y se introduce la mezcla de la carga a desparafinar previamente pesada (211gr de RM y 180gr de RDAO), y diluida (125 ml de solvente para RM y 800 ml para el RDAO), esto se considera la primera dilución que se debe calentar ( 52°C RM y 60°C RDAO) y agitar hasta que toda la carga quede disuelta en el solvente.
- ▶ Se enciende el agitador y se mantiene a 180 rpm para homogenizar los cristales que se forman y evitar que las ceras se adhieran a las paredes del contactor.
- ▶ Se programa el baño con la secuencia de enfriamiento requerida; a continuación se presenta la tabla 3.10 donde se muestra la secuencia para cada una de las cargas y sus correspondientes tiempos.

RAFINATO MEDIO			RAFINATO DAO		
TEMPERATURAS °C		TIEMPO min.	TEMPERATURAS °C		TIEMPO min.
DESDE	HASTA		DESDE	HASTA	
32	20	5	25	-19	75
20	7.4	24	-19	-29	15
7.4	-1.1	35	-29	-29	15
-1.1	-9.4	35			
-9.4	-20	60			
-20	-20	60			

Tabla 3.10 Secuencia De Temperatura Del Baño De Enfriamiento

- ▶ Para ajustar la viscosidad de la mezcla durante el enfriamiento se realiza una serie de diluciones con el solvente (MEKTOL) a diferentes temperaturas previamente establecidas (tabla 3.11). El número de diluciones depende de la carga a desparafinar, de la relación solvente/carga y del tipo de solvente utilizado, así:

RAFINATO MEDIO					RAFINATO DAO				
Diluciones	T°C	S/C	Vlm Ste(ml)	Tipo Ste	Diluciones	T°C	S/C	Vlm Ste(ml)	Tipo Ste
1	52	0,5	125	Caliente	1	60	4,0	800	Caliente
2	20	1,0	250	Frío	2	-10	0,6	120	Frío
3	7.4	1,2	350	Frío					
4	-1.1	1,3	375	Frío					
5	-9.4	0,6	163	Frío					

Tabla 3.11 Secuencia de Diluciones para la etapa de desparafinado

- ▶ El volumen del solvente frío para realizar las diluciones, se obtiene del tambor D-1 que va directamente al contactor.
- ▶ Cuando se obtiene la temperatura de filtración (-20°C para RM y -29°C para RDAO), se abre la válvula de vaciado V-1 para retirar la mezcla y verterla al embudo de filtración.
- ▶ En el filtro se forma una torta homogénea y húmeda, de donde se debe retirar el aceite lubricante por medio de una primera etapa de filtración a una presión de 10 mbares. Se hace vacío por medio de una bomba que tiene una válvula reguladora de vacío esta se habilita tan pronto deja de pasar el aceite a través del filtro por acción de la gravedad. Cuando la presión aumenta, se cierra esta válvula, se realiza el primer lavado de la torta formada, y se acciona el sistema de vacío nuevamente.
- ▶ Se retira la torta formada en el filtro, y se diluye en solvente en un recipiente de vidrio para someterla a una segunda etapa de filtración donde se obtienen los aceites residuales. Las diluciones y los volúmenes de solvente usados para la etapa de filtración son las siguientes para cada carga. (Tabla 3.12).

RAFINATO MEDIO					RAFINATO DAO				
Diluciones	T °C	S/C	Volumen De Ste	Tipo De Ste	Diluciones	T °C	S/C	Volumen De Ste	Tipo De Ste
Desparafinado	-20				Desparafinado	-29			
Lavado	-20	0,8	200	Frío	Lavado	-29	1,0	200	Frío
Dilución	0	0,97	242	Frío	Dilución	-29	2,5	500	Frío
Refiltrado	0				Refiltrado	0			
Lavado	0	0,8	200	Frío	Lavado	0	1,0	200	Frío

Tabla 3.12 Diluciones de Solvente para la Etapa de Filtración

► Se retira el solvente a los productos obtenidos en un equipo rotoevaporador (Figura 3.11). Este equipo consta de un sistema de calentamiento con aceite donde la carga (base parafínica media o pesada) es calentada en un balón rotativo. Dentro del balón es inyectado nitrógeno para evitar la oxidación de la base. Este balón está unido a un sistema de condensación de agua de enfriamiento que hace que los vapores del solvente rotoevaporados desciendan a un balón donde este es recolectado.

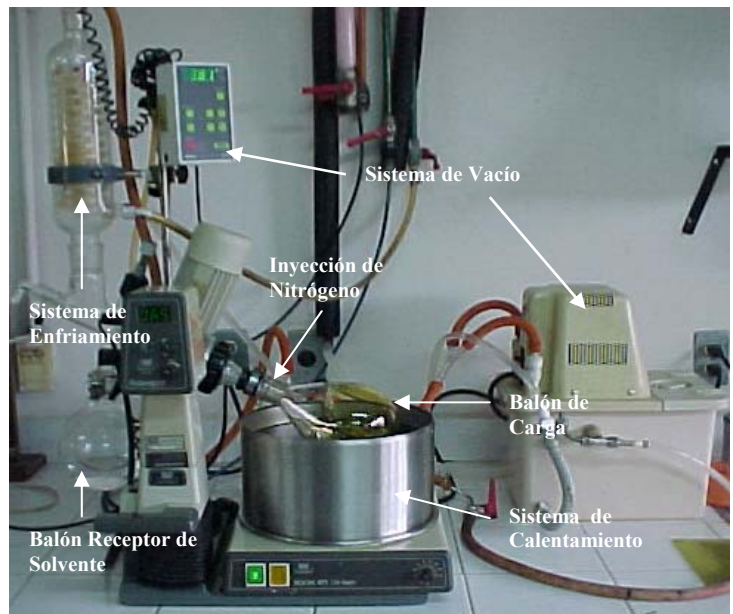


Figura 3.11. Equipo de Rotoevaporación

Todo esto se logra por medio de un sistema de vacío que permite la recuperación total del solvente permitiendo obtener un producto (base) libre de solvente.

### c) Apagada De La Planta

Finalizada la etapa de filtración se procede a:

- Suspender el sistema de vacío, apagando la bomba y el controlador.
- Suspender la agitación.
- Apagar el baño de enfriamiento y cerrar la válvula de alineación.
- Desenergizar todo el sistema.

Nota: Los procesos de desparafinado para las cargas se llevaron a cabo siguiendo el proceso descrito para el refinado DAO ya que se considera que el DM y el DAO son cargas igualmente pesadas.

## 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 4.1 CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS CARGAS

El conocimiento de las propiedades fisicoquímicas de las cargas constituye el primer paso en el desarrollo de la presente investigación. (Tabla 4.1)

Prueba		DM.	DAO	Prueba	DM.	DAO
Pruebas Estándar	Densidad a 15 °C g/ml	<b>0,8859</b>	<b>0,9146</b>	% Dest acum..	Temperatura (°C)	
	Gravedad API	<b>28,1</b>	<b>23,1</b>	PIE	<b>295</b>	<b>354</b>
	Viscosidad a 100 °C mm <sup>2</sup> /s	<b>7,4537</b>	<b>23,257</b>	5	<b>380</b>	<b>450</b>
	Viscosidad a 80 °C mm <sup>2</sup> /s	<b>11,909</b>		10	<b>404</b>	<b>482</b>
	Índice de refracción a 70 °C	<b>1,4758</b>	<b>1,4872</b>	20	<b>227</b>	<b>510</b>
	Punto de fluidez °C	<b>48</b>	<b>78</b>	30	<b>442</b>	<b>527</b>
	Punto de inflamación °C	<b>248</b>	<b>285</b>	40	<b>452</b>	<b>540</b>
	Color	<b>5,9</b>	<b>6,6</b>	50	<b>461</b>	<b>552</b>
	Residuo carbón micro % peso	<b>0,02</b>	<b>1,16</b>	60	<b>472</b>	
	Azufre % peso	<b>0,182</b>	<b>0,366</b>	70	<b>483</b>	
SARA	Fracción	%masa		80	<b>500</b>	
	Saturados		<b>56</b>	90	<b>525</b>	
	Aromáticos		<b>39,2</b>	PFE	<b>583</b>	<b>553</b>
	Resinas		<b>4,4</b>			
	Asfáltenos		<b>0,7</b>	% RECUPERADO	<b>100</b>	<b>51</b>

Tabla 4.1 Caracterización De Las Cargas

Para llevar a cabo la presente investigación se tomaron muestras en las siguientes unidades de la GCB: De la unidad de destilación al vacío se obtuvo el Destilado Parafínico Medio (DM) y de la unidad de Desasfaltado con Propano se obtuvo el Destilado Parafínico Pesado (DAO), provenientes del crudo Cupiagua con corte de destilación inicial 160 °F y final de 1090 °F, cargado a la unidad CDU T 817. Es importante resaltar que las propiedades del crudo cambian constantemente, por lo cual las características y propiedades de estas muestras pueden variar ligeramente entre uno y otro día de operación. De acuerdo a la clasificación de las cargas se evidencia la diferencia entre los DM y DAO, en cada una de las propiedades reportadas, debido a que el destilado medio Tiene un corte entre 370 °C – 450 °C y el destilado pesado entre 426 °C – 500 °C, lo que hace que el DAO contenga sustancias mas pesadas, con mayor contenido de aromáticos y resinas como se evidencia en la tabla anterior donde el DAO presenta un % rendimiento en la destilación simulada hasta el 51 % en peso, contrario al DM que tuvo una destilación completa, además el DAO presenta una disminución en la gravedad API en 5 puntos y un aumento significativo en las demás propiedades.

#### **4.2 ADITIVOS SELECCIONADOS**

Los aditivos que fueron sometidos a estudio en las pruebas exploratorias a escala laboratorio son de naturaleza orgánica, obtenidos por síntesis química a partir de algunos subproductos y corrientes de refinería. Estos substratos, se someten a una serie de reacciones de sustitución y adición electrolítica inter e intramolecular, para introducir grupos funcionales activos de diversa naturaleza.

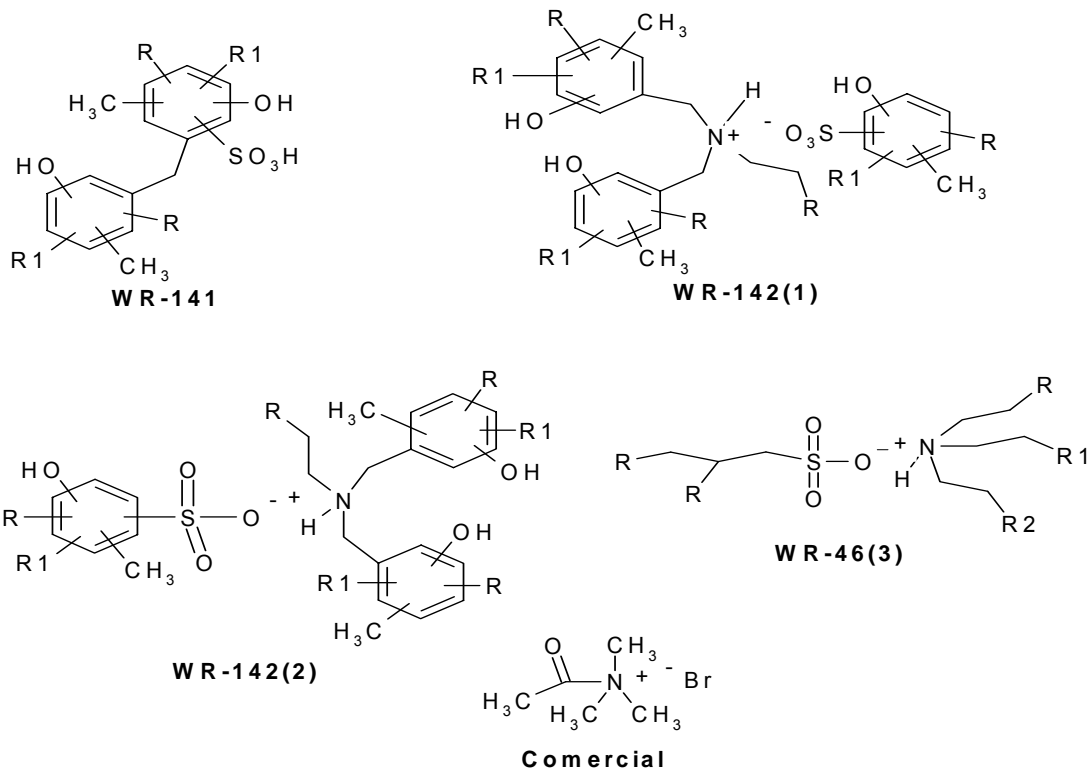


Figura 4.1 Estructura Molecular De Los Aditivos

Estructuralmente, los aditivos utilizados tienen varios centros o puntos polares, representados en los grupos  $-OH$ , los nitrógenos cuaternarios ( $-N^{\oplus}$ ) y el grupo sulfónico  $H_3O_3^-$ , con el fin de otorgarle múltiples propiedades, entre las que se destacan, aumentar la polaridad del solvente, actuar como tensoactivos, incrementando la interacción entre el solvente y las estructuras más polares de la carga y disminuir la tensión interfacial para que actúen como emulgentes y con capacidad de aumentar la polaridad del solvente. Los aditivos seleccionados tienen la estructura molecular mostrada en la figura 4.1.

### 4.3 PRUEBAS EXPLORATORIAS

Se realizó un balance de masa de todas las corridas para verificar la confiabilidad de las pruebas exploratorias efectuadas donde se obtuvo un resultado superior al 98% en todas las corridas lo cual garantiza la apropiada realización de los experimentos. (Tabla 3.1).

Para este balance se tuvo en cuenta la masa de entrada (DM+NMP) y la masa de salida (Extracto + Rafinado) utilizada en cada corrida para comprobar que las perdidas no fueran mayores al 5% que es el valor permisible para determinar la veracidad de los resultados.

CORRIDA	ADITIVO	% ADITIVO	PESO DE CARGA (gr)	PESO DE SOLVENTE (gr)	PESO DE RAFINATO (gr)	PESO DE EXTRACTO (gr)	BALANCE DE MASA (%)
1	Blanco		255,84	530,5	183,07	600,96	99,71
2	Blanco		248,24	545,55	189,36	600,77	99,54
3	Comercial	150	260,72	527,3	189,82	596,26	99,75
4	Comercial	1000	248,11	546,53	183,31	600,41	98,63
5	WR - 141	150	255,64	520,45	193,36	578,36	99,44
6	WR - 141	1000	254,65	537,69	192,92	593,57	99,26
7	WR - 142 - 1	150	241,71	528,54	193,39	574,55	99,70
8	WR - 142 - 1	1000	256,36	530,78	192,06	593,01	99,74
9	WR -142 -2	150	260,35	514,75	201,15	572,59	99,82
10	WR -142 -2	1000	254,54	534,14	189,04	598,22	99,82
11	WR 46-3	150	245,97	524,9	185,03	584,49	99,82
12	WR 46-3	1000	257,51	525,7	206,74	575,04	99,82

Tabla 4.2. Balance De Masa De Las Pruebas Exploratorias

Al evaluar los aditivos a las condiciones descritas en el capítulo 3 se obtuvieron los rendimientos e índices de refracción consignados en la tabla 4.2.

CORRIDA	ADITIVO	%ADITIVO	RENDIMIENTO	DIFERENCIA CON EL PROM.BLANCO	IR	DIFERENCIA CON EL PROM.BLANCO
1	Blanco		72,35		1,4540	
	Blanco		70,84	71,595	1,4535	1,4537
2	Comercial	150	73,23	1,635	1,4535	0,0002
3	Comercial	1000	73,88	2,285	1,4539	-0,0002
4	WR-141	150	75,63	4,035	1,4540	-0,0003
5	WR-141	1000	75,75	4,155	1,4541	-0,0004
6	WR-142(1)	150	81,77	10,175	1,4548	-0,0011
7	WR-142(1)	1000	74,91	3,315	1,4534	0,0003
8	WR-142(2)	150	77,71	6,115	1,4542	-0,0005
9	WR-142(2)	1000	74,72	3,125	1,4537	0,0000
10	WR-46(3)	150	75,22	3,625	1,4540	-0,0003
11	WR-46(3)	1000	80,28	8,685	1,4562	-0,0025

Tabla 4.3 Resultados De Las Pruebas Exploratorias

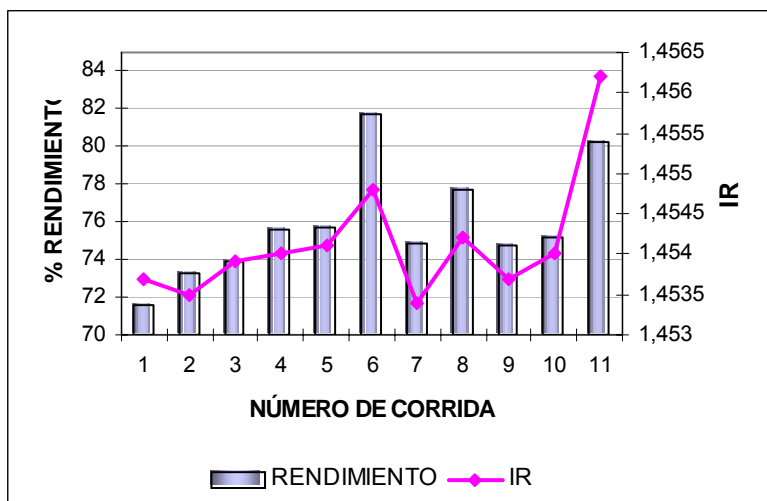


Figura 4.2. Rendimientos e IR Para Las Pruebas Preliminares

En estudios previos realizados en el ICP utilizando el contactor Batch, se determinó que la repetibilidad de las corridas en cuanto a porcentaje de rendimiento se encuentra dentro de un rango de sensibilidad de  $\pm 2\%$ , esto se comprobó por las corridas en blanco realizadas. [7,16,17]

En los procesos de extracción líquido-líquido generalmente un aumento del rendimiento esta asociado con un aumento en el índice de refracción, como lo demuestran las pruebas realizadas, representadas en la figura 4.2, sacrificando la calidad de los productos, se busca que con la utilización de los aditivos, no solo aumente el rendimiento sino también, mantener la calidad para obtener un producto que cumpla con los parámetros exigidos para las bases lubricantes comerciales.

Por esta razón es necesario analizar como se comportan los aditivos con respecto al IR. Se tomó como referencia el informe técnico realizado en el ICP [17] donde se reporta que un cambio en la cuarta cifra decimal del índice de refracción influye de manera significativa en la determinación posterior de la calidad ya que este puede aumentar hasta en 1 punto su VI, de la misma forma a nivel industrial es permisible una variación de  $\pm 3$

puntos de VI a la salida de la unidad de extracción, que traducido a la escala del IR representa +/-0.0020 puntos.

Los resultados de las corridas utilizando los aditivos sintetizados en el ICP son satisfactorios ya que se lograron aumentar los rendimientos significativamente respecto al blanco, manteniéndose los IR dentro del rango permisible de variación demostrando la incidencia directa de los aditivos sobre el rendimiento y la calidad de los productos, aún cuando en estas pruebas preliminares solo se realizan tres de las nueve etapas de extracción del proceso a nivel de planta piloto, impidiendo una extracción mas profunda.

Debido a que todos los refinatos obtenidos con el uso de los aditivos están en el rango permisible de IR se realizó la selección de los aditivos para ser evaluados en planta piloto con base en el rendimiento.

De la gráfica 4.2 se observa que los aumentos más importantes se obtuvieron con el wr 142(1) a 150 ppm, con 10,175 % de aumento, y wr 46(3) a 1000 ppm con 8,685 %. El wr 142(2) a 150 ppm con 6,115% de aumento se descarto por presentar una tendencia similar al wr 142(1) a las concentraciones estudiadas (150-1000 ppm), pero en menor proporción. El aditivo wr 141 no amerita un estudio más riguroso por no responder a los cambios de concentración de aditivo. El comercial se descartó, ya que no presentó un aumento significativo en el rendimiento por encontrarse dentro del rango de sensibilidad.

Finalmente los aditivos que se seleccionaron fueron el aditivo wr 142(1) y el wr 46(3), los cuales se analizaron individualmente para determinar las concentraciones óptimas de aplicación, se utilizó las graficas de las respuestas de rendimiento para 150 y 1000 ppm.

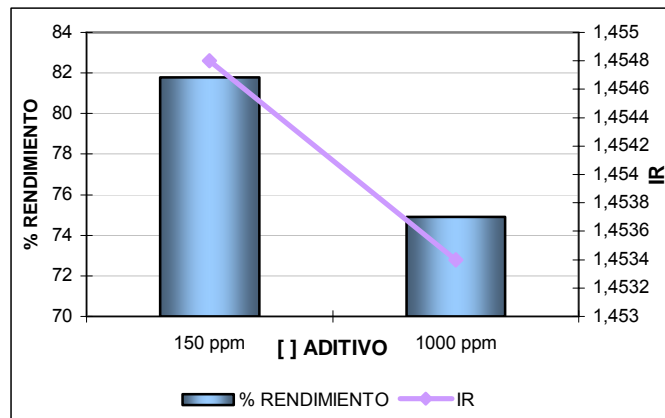


Figura 4.3 Rendimiento e IR para el Aditivo wr 142(1)

El comportamiento positivo mostrado en la figura 4.3 sobre el descenso del IR a 1000 ppm, se debe a que a mayor concentración de aditivo disminuye la tensión interfacial entre el solvente y la carga unido a un aumento en el poder del solvente, ocasionando un mejor contacto íntimo, mejorando la extracción de los compuestos aromáticos, ocasionando un descenso en el rendimiento. En la planta piloto se va a estudiar una concentración intermedia 150 y 500 ppm, esperando mejorar el rendimiento obtenido a 1000 ppm y un valor de IR intermedio o por lo menor similar al obtenido a 150 ppm.

El aumento de rendimiento a 1000 ppm que muestra la figura 4.4 se explica por una posible disminución en el poder de solvencia que produce un descenso en la remoción de aromáticos que hace que aumente su IR y su %R. En la planta piloto se estudiará a una concentración intermedia 150 y 500 ppm buscando compensar estos dos efectos y lograr un aumento del rendimiento junto con una disminución de IR.

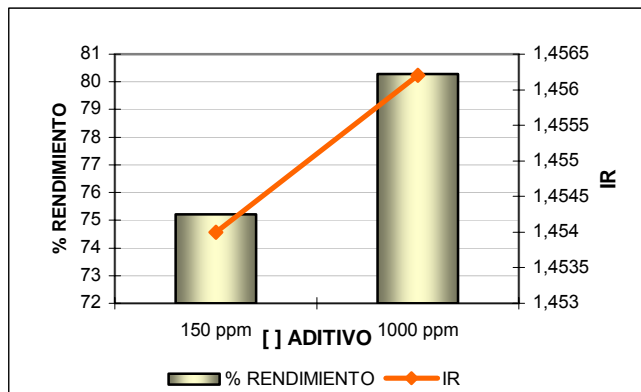


Figura 4.4 Rendimiento E IR Para El Aditivo Wr 46(3)

### 4.3.1 Caracterización del Solvente NMP + Aditivos a Diferentes Concentraciones

#### 4.3.1.1 Polaridad:

Debido a que los aditivos no son sustancias puras por haber sido sintetizadas a partir de subproductos de la industria del petróleo, es muy difícil llegar a conocer su composición exacta y determinar por métodos analíticos su polaridad, sin embargo a partir de las características generales de las corrientes de que fueron obtenidas y la ruta de sintetización se propuso un modelo de molécula para cada aditivo como lo muestra la figura 4.1. En las estructuras propuestas se pueden determinar por inspección los centros polares como un indicativo de la posible polaridad de la molécula: el aditivo comercial tiene dos centros polares al igual que el WR-46-3, con la diferencia de que este último tiene una molécula mas lineal, el aditivo wr 141 tiene 3 centros polares y los wr 142(1) y wr 142(2) tienen 4 centros polares cada uno.

#### 4.3.1.2 Tensión Superficial:

Se realizó una caracterización del solvente NMP más los aditivos seleccionados en las pruebas preliminares a 3 concentraciones de aditivo 150, 500 y 1000 ppm. Se solicitó medir la Tensión superficial de las muestras a 20°C y 70°C, sin embargo por limitaciones

del método del Laboratorio de Reología, solo se pudo caracterizar la muestra a 20°C. Los resultados se consignan a continuación.

Muestra	Concentración (ppm)	Tensión Superficial a 20°C (dinas/cm)
Solvente NMP		39,1
wr 142(1)	150	39,1
wr 142(1)	500	39,1
wr 46 (3)	500	39,1
wr 46(3)	1000	39,1

Tabla 4.4 Tensión Superficial Del NMP Con Aditivo

Debido a la sensibilidad del equipo no se pueden percibir los cambios que se presentan en los resultados reportados, además debido a que la temperatura a la que se realiza la extracción para los destilados es superior a 70°C, es mínimo a esta temperatura que se necesitan conocer los cambios en esta propiedad,

se recomienda entonces caracterizar las muestras en un equipo con mayor sensibilidad y acondicionar el método para la obtención de la Tensión Superficial a 70°C.

#### 4.3.1.3 Viscosidad

Muestra	Concentración (ppm)	Viscosidad (cP)	
		20 °C	80°C
Solvente NMP		1,95	0,973
wr 142(1)	150	1,98	1,01
wr 142(1)	500	1,93	0,976
wr 46 (3)	500	1,93	0,984
wr 46(3)	1000	1,95	1,03

Tabla 4.5. Valores de la viscosidad

La metodología empleada es ICP-PTE.27.008, con una incertidumbre de +/- 3%, debido a este porcentaje, los datos reportados no son significativos de una variación a otra.

#### 4.4 CORRIDAS EN PLANTA PILOTO

La calidad de una base lubricante es definida por la distribución de los diferentes tipos de hidrocarburos presentes. Químicamente, en estas fracciones se encuentran

hidrocarburos parafínicos, cicloparafínicos, aromáticos y la combinación entre ellos, en donde los hidrocarburos aromáticos normalmente presentan sustituciones alquílicas lineales y ramificadas. Entre más larga sea la longitud de la cadena, el hidrocarburo adquiere propiedades de parafinas. En la extracción líquido- líquido , el solvente aprovecha su polaridad , para interactuar con los hidrocarburos más polares del destilado lubricante, primero disuelve lo que es eminentemente aromático y luego lo que tiene un carácter intermedio, enriqueciendo el refinato en estructuras parafínicas y el extracto (fracción soluble) en hidrocarburos aromáticos, por ello variando el poder del solvente por medio de variaciones en la temperatura y/o adición de aditivos, o incrementando la relación solvente carga se pueden variar los rendimientos de refinato y controlar el VI hasta la medida que lo permita la carga dada<sup>[1,2,14,21]</sup>.

Los efectos de las interacciones de T y S/C que se reportan en la literatura son los siguientes:

► **Relación S/C:** El efecto de esta variable sobre el %R y la calidad del refinato a temperaturas fijas de operación revela que un aumento de la relación de solvente da lugar a una extracción más profunda, reduciendo el contenido de aromáticos del refinato y por lo tanto aumentando su VI. Debido a que más compuestos aromáticos se recuperan como extracto, el porcentaje del rendimiento baja. El comportamiento esperado para una reducción de la relación de solvente es el contrario, se espera un aumento del %R como consecuencia de una extracción menos profunda aumentando el contenido de aromáticos dentro del refinato y disminuyendo su VI, por esta misma razón el %R aumenta por ser menor la cantidad de aromáticos que se recuperan en el extracto.

► **Temperatura:** Para una relación S/C y calidad de refinato fija, un aumento en la temperatura aumenta el poder de solvencia del NMP representado por una mayor cantidad de componentes aromáticos removidos a la fase del extracto produciendo menor cantidad de refinato pero de mejor calidad, además la selectividad del solvente disminuye por efecto de la temperatura al incrementar la solubilidad entre carga y solvente y un descenso en la tensión interfacial, pudiéndose presentar arrastre de sustancias de

naturaleza no aromática al extracto, disminuyendo el %R y aumentado su VI. Por esta razón es deseable disminuir la tensión interfacial para permitir mejor contacto entre las fases y aumentar la extracción, sin embargo, si disminuye demasiado conduce a problemas en la extracción.

En los siguientes análisis para el DM y DAO se utilizaron los conceptos descritos anteriormente.

#### 4.4.1 Repetibilidad De La Planta Piloto

Se realizaron tres corridas procesando DM a condiciones normales de T y S/C con el fin de establecer la repetibilidad de la planta comparando el rendimiento de cada uno de las corridas, los resultados se reportan en la tabla 4.6.

CORRIDA	%R
1	74,28
2	73,56
3	75,10

Como se puede observar, la planta piloto presenta un excelente repetibilidad entre los rendimientos con una variabilidad para cada uno de sus resultados inferior al 2%, lo cual brinda confiabilidad en los resultados obtenidos en planta piloto y facilita su análisis.

Tabla 4.6. Repetibilidad De Las Corridas En Blanco

#### 4.4.2 Corridas Con Destilado Medio

Para facilitar el análisis de las corridas en planta piloto se tomarán convenciones para los aditivos y las respuestas de los mismos y se recordarán algunas siglas mencionadas en capítulos anteriores.

**%R:** Porcentaje de Rendimiento

**VI:** Índice de Viscosidad

**A<sub>1</sub>[1]:** Aditivo 1 a 150 ppm

**A<sub>1</sub>[2]:** Aditivo 1 a 500 ppm

**A<sub>2</sub>[1]:** Aditivo 2 a 150 ppm

**A<sub>2</sub>[2]:** Aditivo 2 a 500 ppm

**A<sub>2</sub>[3]:** Aditivo 2 a 1000 ppm

**T:** Perfil normal de temperatura 75-78-81

**T+:** Perfil superior de temperatura 85-88-91

**S/C:** Relación S/C normal 1.8

**S/C-:** Relación inferior de S/C a 1.5

#### 4.4.2.1 Determinación de la Correlación de IR y VI

Según lo descrito en la sección 3.3.4.1 se realizó la correlación de IR y VI tomando dos puntos que corresponden a la carga y a un refinato en blanco. Los datos se consignaron en la tabla 4.7 y la correlación en la grafica 4.5. Con la ecuación mostrada en la figura 4.5 donde  $y$  es VI y  $x$  IR se hallan los datos de VI para todas las corridas, mostrados en la tabla 4.8.

	IR	VI
CARGA	1,4758	25
RAFINATO	1,4532	91

Tabla 4.7. Datos De IR Y VI Para La Correlación De DM

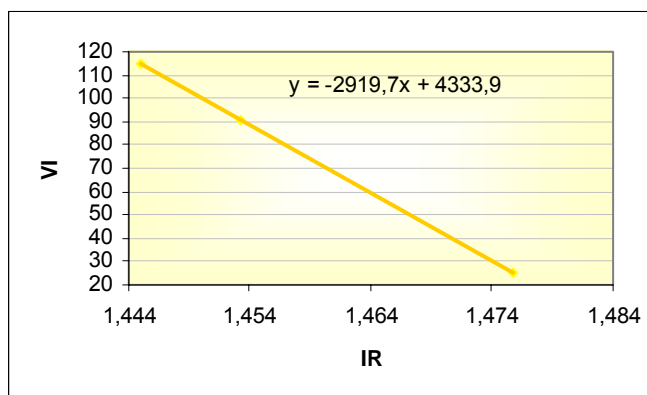


Figura 4.5 Correlación Para Determinar El VI

CORRIDA	T	S/C	Aditivo [ ]	IR	VI	%R	CORRIDA	T	S/C	Aditivo [ ]	IR	VI	%R
1	T	S/C		1,4528	92,1	74,28	12	T+	S/C-	A <sub>1</sub> [2]	1,4484	105,0	66
2	T+	S/C		1,4499	100,6	65,19	13	T	S/C	A <sub>2</sub> [1]	1,45	100,3	72,25
3	T	S/C-		1,4493	88,0	79,88	14	T+	S/C	A <sub>2</sub> [1]	1,4503	99,4	64,89
4	T+	S/C-		1,4532	91,0	75,95	15	T	S/C-	A <sub>2</sub> [1]	1,4507	98,3	75,71
5	T	S/C	A <sub>1</sub> [1]	1,4513	96,5	77,47	16	T+	S/C-	A <sub>2</sub> [1]	1,4488	103,8	70,7
6	T+	S/C	A <sub>1</sub> [1]	1,4522	93,9	69,49	17	T	S/C	A <sub>2</sub> [2]	1,4495	101,8	67,96
7	T	S/C-	A <sub>1</sub> [1]	1,4536	89,8	86,4	18	T+	S/C	A <sub>2</sub> [2]	1,4491	102,9	54,09
8	T+	S/C-	A <sub>1</sub> [1]	1,4536	89,8	81,93	19	T	S/C	A <sub>2</sub> [3]	1,4501	100,0	78,02
9	T	S/C	A <sub>1</sub> [2]	1,4493	102,4	74,31	20	T+	S/C	A <sub>2</sub> [3]	1,4485	104,7	62,34
10	T+	S/C	A <sub>1</sub> [2]	1,4494	102,1	68	21	T	S/C-	A <sub>2</sub> [3]	1,4503	99,4	61,77
11	T	S/C-	A <sub>1</sub> [2]	1,4488	103,8	70,2	22	T+	S/C-	A <sub>2</sub> [3]	1,4489	103,5	60,4

Tabla 4.8 Resultados de las Corridas con DM

#### 4.4.2.2 Análisis De Los Blancos

La importancia de el análisis de los blancos al variar las condiciones de T y S/C, es conocer como se comporta la carga DM respecto a lo que se espera según la literatura y

además tener un criterio de comparación del comportamiento del DM para así evaluar los resultados de %R y VI de los aditivos.

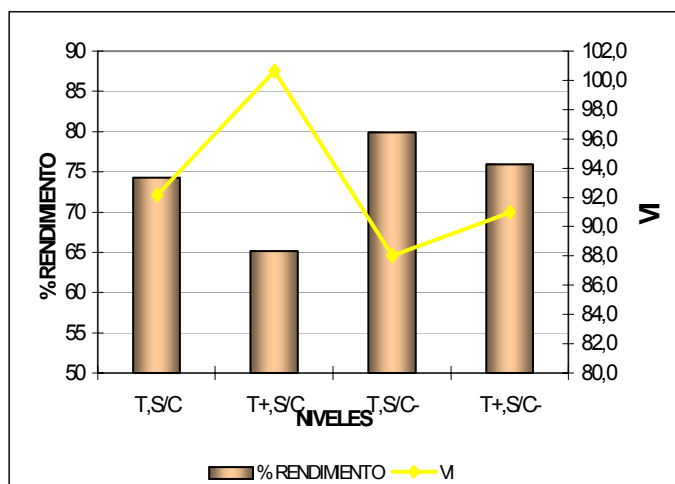


Figura 4.6 %R Y VI Para Las Corridas En Blanco

En la grafica 4.6 se observa que el DM reaccionó a los cambios en los niveles de operación según la literatura descrita en la sección 4.4.

Un aumento en la temperatura reporta un descenso en el %R de 10 puntos y un aumento de VI 8 de puntos, como consecuencia del aumento del poder de solvencia del NMP. Al disminuir S/C, aumenta el %R 6 puntos y el VI baja 4 puntos como resultado de una extracción menos severa con menor remoción de aromáticos. El nivel T+,S/C- presenta una combinación de los efectos manteniendo constante el %R, y su VI presentó una disminución de 1 punto.

Los resultados de las corridas a los mismos niveles de operación, que se diferencien significativamente de las corridas en blanco, se atribuyen a la acción de los aditivos.

#### 4.4.2.3 Análisis de los efectos de los aditivos a cada nivel de operación

El objetivo de este análisis es aislar el efecto del aditivo y su concentración a cada nivel de operación.

### ► Nivel T, S/C

En general a este nivel la adición de aditivos incidió de manera favorable y significativa en el aumento del VI, sin embargo en cuanto a rendimiento el comportamiento fue particular para cada nivel. El A1[1] presento un aumento del %R y VI simultáneamente, este comportamiento por ser opuesto al que ocurre generalmente en el proceso de extracción donde un aumento en uno de estos parámetros se ve compensado por un descenso en el otro, se atribuye a la acción del aditivo, la explicación de este fenómeno radica en que necesariamente aumentó el poder de solvencia del aditivo que se vio reflejado como VI y a la vez aumento la selectividad del solvente hacia las sustancias no aromáticas para no solo compensar el descenso del %R asociado al aumento de VI sino mejorarlo respecto al blanco.

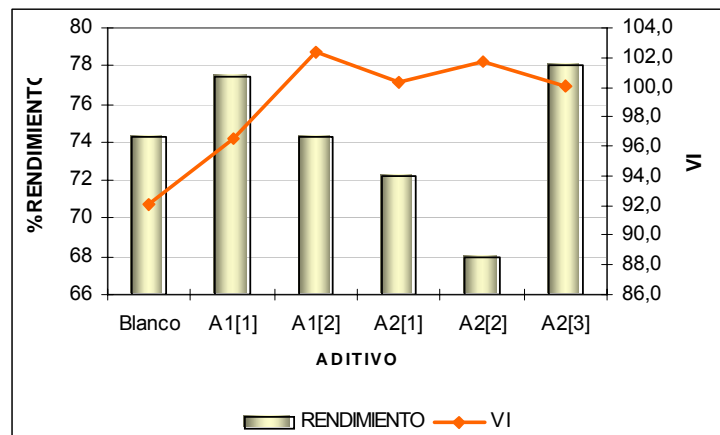


Figura 4.7. Resultados De %R Y V I Para El Nivel T, S/C

Este fenómeno se repite para el A2[ 3], con un aumento del %R de 4 puntos y de VI de 4 puntos respecto al blanco, para el A1[2] que aunque el rendimiento fue igual al blanco, el VI tuvo su valor mas elevado de 10 puntos por encima del blanco y para el A2[1] que tuvo un rendimiento dentro del rango de reproducibilidad de la planta, con un aumento de VI de 8 puntos.

Este comportamiento a escala industrial es muy importante porque se obtiene una base de mejor calidad a iguales o mejores rendimientos de proceso.

El aditivo A2[2], aunque tuvo un aumento de VI importante, el %R disminuyó notablemente, indicando una pérdida de selectividad del NMP, que condujo a un arrastre de sustancias no aromáticas hacia al extracto disminuyendo el %R.

► **Nivel T+, S/C**

Los aditivos A1[1], A2[2],A2[3], se comportaron de acuerdo a lo esperado en los procesos de extracción compensando %R y VI, sin embargo el %R del A2[2], al igual que en el nivel anterior descendió de manera importante sin aumentar su VI significativamente, por un arrastre de sustancias no aromáticas hacia el extracto.

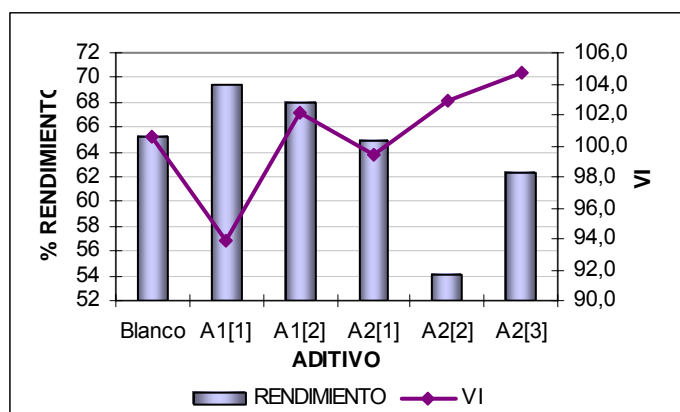


Figura 4.8. Resultados %R Y VI Para El Nivel T+, S/C

En este nivel el resultado mas significativo lo produce el aditivo A1[2], donde se logra aumentar el %R y VI como consecuencia de un aumento del poder de solvencia y la selectividad. El aditivo A2[1] se comporto de manera similar al blanco en %R y VI. Debido a los bajos rendimientos obtenidos al utilizar el aditivo A2[2], no se tuvo en cuenta en los siguientes niveles de operación.

► **Nivel T,S/C-**

Los aditivos A1[2], A2[1] y A2[3], siguieron la tendencia compensando los cambios en %R con cambios en la dirección contraria para el VI, siendo notable la disminución del %R del A2[3] comparado con su aumento de VI, producido por un descenso en la selectividad del

solvente . El resultado más importante para los objetivos del estudio es el aportado por el aditivo A1[1], aumentado el %R en 6 puntos y su VI en 3 puntos .

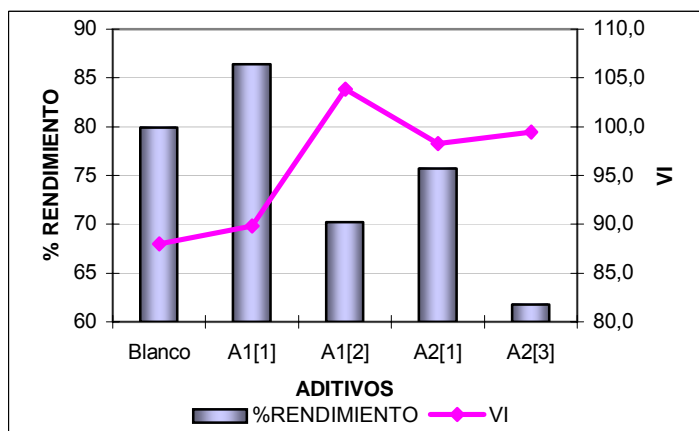


Figura 4.9. Resultados %R Y VI Para El Nivel T, S/C-

► Nivel T+,S/C-

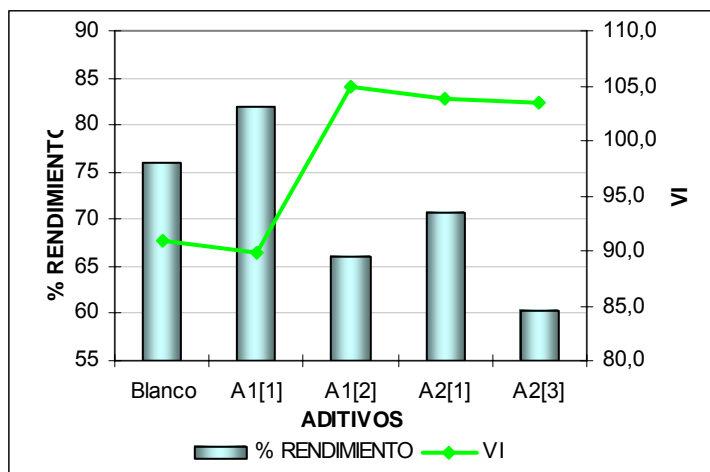


Figura 4.10. Resultados %R Y VI Para El Nivel T+, S/C-

En este nivel al igual que en el anterior los aditivos A1[2], A2[1] y A2[3], siguieron una tendencia compensando aumentos en %R con descenso de el VI, respecto al blanco siendo notable la disminución del %R del A2[3] comparado con su aumento de VI con respecto a el mismo aditivo a concentración inferior, producido por un descenso en la

selectividad del solvente El resultado más significativo es el aportado por el aditivo A1[1], aumentado el %R en 6 puntos con una disminución del VI mínima de 1 punto.

Para cumplir con los objetivos del proyecto que es evaluar el comportamiento de los aditivos tomando como parámetros el aumento del %R aumentando o manteniendo el VI se selecciono el aditivo A1[1] por presentar el comportamiento más constante a todos los niveles estudiados y además reporto los %R más altos manteniendo o mejorando la calidad.

Este estudio no determina una concentración precisa del aditivo ni el nivel determinado de operación para optimizar el proceso de extracción líquido-líquido, sino que permite optar a partir de las respuestas en cuanto a %R y VI que se desean obtener, a que nivel y concentración de aditivo se debe trabajar.

El Aditivo A2 aunque logró aumentar la calidad significativamente sus %R excepto al nivel T,S/C, estuvieron muy por debajo del blanco, haciendo poco rentable económicamente su posible utilización a nivel industrial.

A partir de los resultados obtenidos con el uso del aditivo A1, se pueden obtener respuestas de VI y %R diferentes, de acuerdo a los niveles de operación y a las concentraciones de aditivo que se necesiten para obtener estas respuestas.

#### **4.4.3 Corridas Con DAO**

Para facilitar el análisis de las corridas en planta piloto se tomarán convenciones para los aditivos y las respuestas de los mismos y se recordarán algunas siglas mencionadas en capítulos anteriores.

**%R:** Porcentaje de Rendimiento

**VI:** Índice de Viscosidad

**%RA:** Porcentaje de Remoción de aromáticos

**A<sub>1</sub>[1]:** Aditivo 1 a 150 ppm

**A<sub>1</sub>[2]:** Aditivo 1 a 500 ppm

**A<sub>2</sub>[1]:** Aditivo 2 a 150 ppm

**A<sub>2</sub>[2]:** Aditivo 2 a 1000 ppm

**T:** Perfil normal temperatura 90-95-100

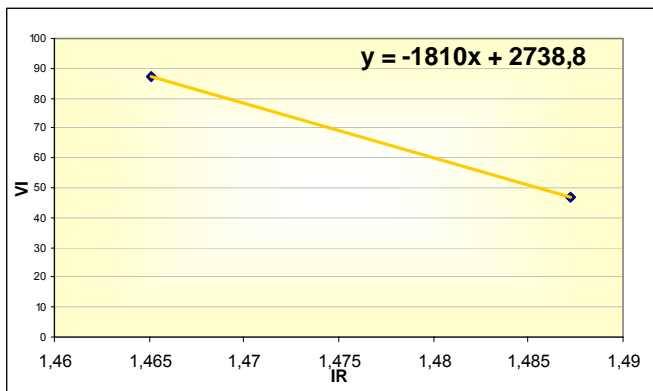
**S/C:** Relación S/C normal 2,0

**T+:** Perfil superior temperatura 95-100-105

**S/C-:** Relación inferior de S/C a 1,8

#### 4.4.3.1 Determinación de la Correlación entre IR y VI

Se realizó la correlación de VI e IR para la carga DAO siguiendo un procedimiento similar al descrito en la sección 3.3.4.1. A continuación se presentan los puntos que se tomaron y la gráfica.



	IR	VI
<b>CARGA DAO</b>	<b>1,4872</b>	<b>47</b>
RAFINATO BLANCO	1,4651	87

Tabla 4.9 Datos De IR Y VI Para La Correlación

Figura 4.11. Correlación De IR Y VI Para La Carga DAO

Con la ecuación mostrada en la figura 4.12 donde y es VI y x IR se hallan los datos de VI para todas las corridas. En la tabla 4.10 Se consignan todos resultados obtenidos a los diferentes niveles para la carga DAO

CORRIDA	T	S/C	Aditivo [ ]	IR	%R	VI	CORRIDA	T	S/C	Aditivo [ ]	IR	%R	VI
1	T	S/C		1,465	58,63	87,2	11	T	S/C-	A <sub>1</sub> [2]	1,4663	66,08	84,8
2	T+	S/C		1,467	54,66	87,0	12	T+	S/C-	A <sub>1</sub> [2]	1,4656	56,67	86,1
3	T	S/C-		1,4651	61,52	83,5	13	T	S/C	A <sub>2</sub> [1]	1,4656	62,17	86,1
4	T+	S/C-		1,4656	65,58	86,1	14	T+	S/C	A <sub>2</sub> [1]	1,4647	52,26	87,7
5	T	S/C	A <sub>1</sub> [1]	1,4657	65,83	85,9	15	T	S/C-	A <sub>2</sub> [1]	1,4666	57,16	84,3
6	T+	S/C	A <sub>1</sub> [1]	1,4652	65,79	86,8	16	T+	S/C-	A <sub>2</sub> [1]	1,4659	62,83	85,5
7	T	S/C-	A <sub>1</sub> [1]	1,4653	60,5	86,6	17	T	S/C	A <sub>2</sub> [2]	1,4665	62,65	84,4
8	T+	S/C-	A <sub>1</sub> [1]	1,4663	62,52	84,8	18	T+	S/C	A <sub>2</sub> [2]	1,4668	49	83,9
9	T	S/C	A <sub>1</sub> [2]	1,4653	57,88	86,6	19	T	S/C-	A <sub>2</sub> [2]	1,4667	57,6	84,1
10	T+	S/C	A <sub>1</sub> [2]	1,465	56,68	87,2	20	T+	S/C-	A <sub>2</sub> [2]	1,4678	58,28	82,1

Tabla 4.10. Resultados De Las Corridas Con DAO

#### 4.4.3.2 Análisis de los Blancos

Se comparó el blanco obtenido a las condiciones normales de proceso T y S/C con el resultado obtenido al modificar dichas variables a los niveles T+ y S/C- y sus combinaciones.

En la gráfica siguiente se presentan los datos para cada una de las corridas:

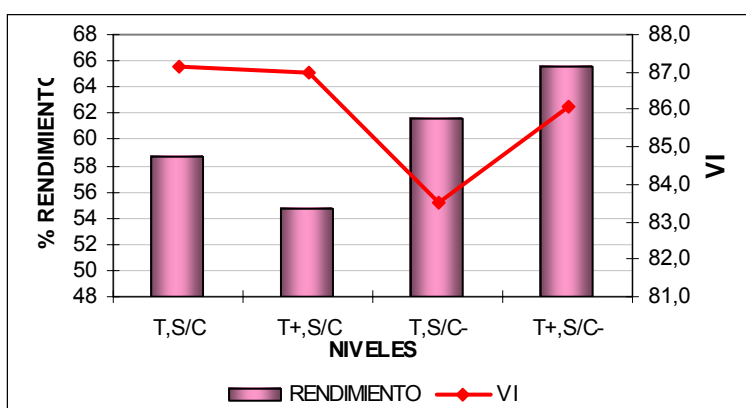


Figura 4.12 Análisis De Los Blancos

De la gráfica anterior se concluyó que tal y como se reporta en la literatura un aumento de temperatura del nivel T, S/C a T+, S/C condujo a un descenso en el %R de +/- 3 puntos porcentuales, el VI permaneció constante, este cambio de temperatura no influyó en el aumento del poder de solvencia hacia los aromáticos al contrario si afectó la selectividad representada en una disminución del %R. El cambio de el nivel T,S/C a T,S/C- aumento el rendimiento en 3 puntos porcentuales, su VI por el contrario disminuyó en 3 puntos, como consecuencia de una condiciones de extracción menos severas, con menor remoción de aromáticos.

El cambio de nivel T,S/C al nivel T+,S/C- reportó un aumento del %R de 7 puntos porcentuales y una disminución de VI de 1 punto, en este caso se presentó una combinación de los efectos producidos al disminuir la relación S/C reflejado en el aumento del %R y un descenso en la calidad al disminuir su VI en un punto. Este comportamiento

se explica por el hecho de que el poder de solvencia disminuyó debido a que hay menos proporción de solvente en la operación y más sustancias de naturaleza aromática por extraer, unido a un menor arrastre de sustancias no aromáticas a la fase del extracto posiblemente por un aumento de la selectividad, que aumentó el %R sacrificando un solo punto de VI.

Al igual que para el destilado medio, los resultados de las corridas al mismo nivel de operación, que se diferencien significativamente del blanco en cuanto a %R y VI se atribuyen a la acción de los aditivos.

#### 4.4.3.3 Análisis de los efectos de los aditivos a cada nivel de operación

##### ► Nivel T, S/C

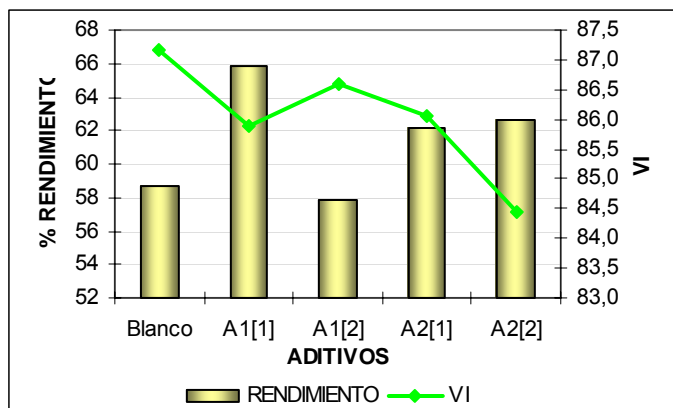


Figura 4.13 Resultados De %R Para El Nivel T, S/C

En este nivel se presentan cambios importantes de %R y VI poco variables. El Aditivo A1[1] en cuanto a %R tuvo un aumento significativo de 7 puntos porcentuales disminuyendo su VI 1 punto con respecto al blanco, este comportamiento se atribuye a una leve disminución del poder de solvencia del NMP, y un aumento importante en la selectividad hacia los no aromáticos que impidió que sustancias de esta naturaleza fueran arrastradas hacia el extracto. Este resultado es muy favorable porque aumenta el %R sin sacrificar de manera significativa la calidad. El Aditivo A1[2] respecto al

blanco se comportó de manera similar al blanco , el aumento en la concentración del aditivo presentó una reducción en el %R de 8 puntos y un aumento de VI en 1 punto, debido posiblemente a que la alta concentración de aditivo bajó considerablemente la solubilidad y la tensión interfacial del sistema carga-NMP, perdiendo selectividad hacia las sustancias de naturaleza no aromática, que fueron arrastradas hacia el extracto. El Aditivo A2[1] tuvo un aumento en su %R de 3 puntos porcentuales respecto al blanco a un VI constante, que indica que no mejoró la remoción de aromáticos, y disminuyó el arrastre de sustancias no aromáticas al extracto aumentando su %R. El A2[2] aumento el %R en 3 puntos porcentuales respecto al blanco y su VI disminuyó en 3 puntos, compensando aumento de %R con disminución de VI. Al aumentar la concentración de aditivo disminuye el poder de solvencia pasando menos sustancias de naturaleza aromática al extracto.

► **Nivel T+,S/C**

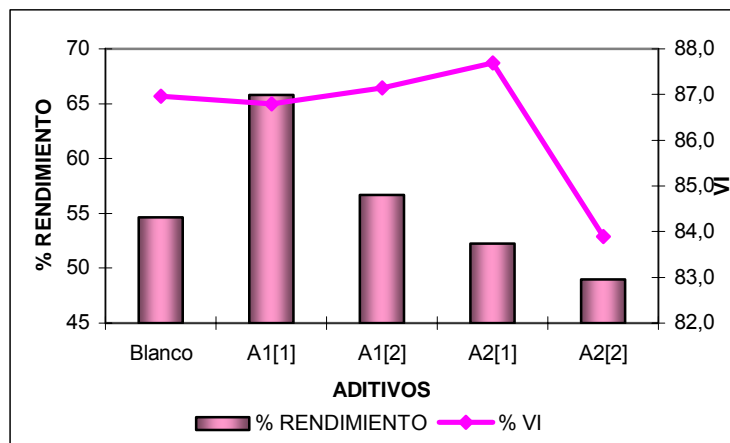


Figura 4.14 Resultados De %R Y VI Para El Nivel T+,S/C

El resultado más importantes lo presenta el Aditivo A1[1], produjo un aumento en la selectividad y mantiene igual el poder de solvencia respecto al blanco, representado por un VI constante y un aumento del %R de 10 puntos. El A1[2] no presentó aumento significativo ni de VI ni de %R respecto al blanco. El aumento en la concentración del aditivo A1 a 1000 ppm influye en la pérdida de selectividad del solvente. El A2[1] presentó un leve aumento del poder de solvencia reflejado en un aumento del VI y

disminución del %R de 5 puntos porcentuales respecto al blanco, a su concentración mayor presentó efectos negativos tanto en %R como en VI.

► **Nivel T, S/C-**

Los resultados mas importantes los reportó el aditivo A1 a sus dos concentraciones, el A1[1] aumenta la calidad en tres puntos manteniendo el rendimiento, es decir aumenta el poder de solvencia retirando más compuestos de naturaleza aromática. A su vez tiene una ligera influencia en la selectividad que permite mantener el %R constante. A mayor concentración tanto el rendimiento como la calidad aumentan en 5 y 1 punto respectivamente, es decir, se presenta un aumento de poder de solvencia y selectividad simultáneamente. El aditivo A2[1] y A2[2] se comportaron similarmente, es decir, no influyó la concentración de aditivo. Se presentó un aumento del VI de 2 puntos compensado con un descenso en el %R de 3 puntos.

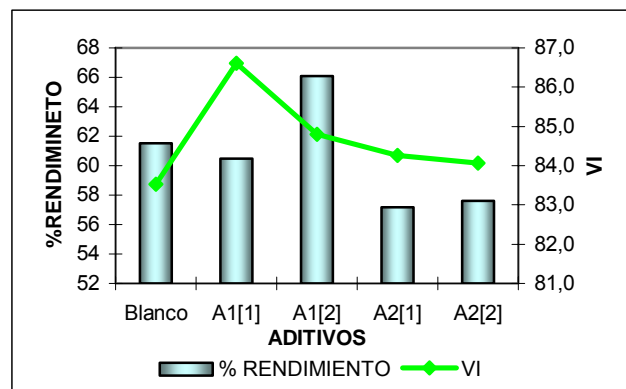


Figura 4.15 Resultados De %R Y VI Para El Nivel T, S/C-

► **Nivel T+,S/C-**

El Aditivo A1[1] disminuyó tanto el %R como el VI por efecto de una ligera pérdida tanto de selectividad como de poder de solvencia. Al aumentar la concentración a 1000 ppm (A1[2])se mantiene la calidad respecto al blanco, y el %R disminuye en 9 puntos, el aumento de la concentración de éste aditivo, produce un aumento del poder de solvencia.

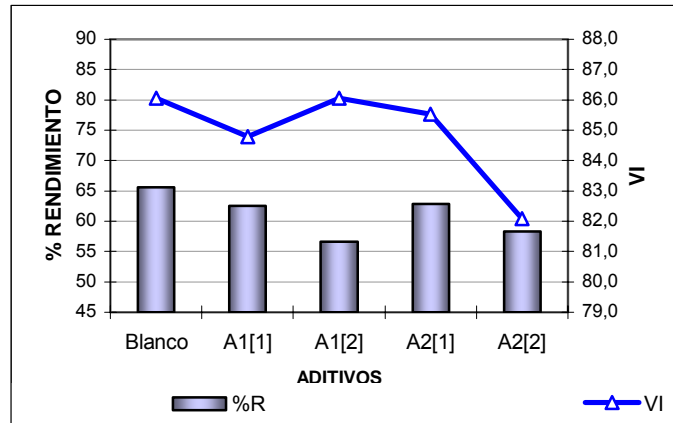


Figura 4.16 Resultados De %R Y VI Para El Nivel T+,S/C-

El aditivo A2[1] mantiene la calidad y su %R respecto al blanco, al aumentar la concentración de solvente tanto el %R como el VI disminuyen debido a pérdidas en la selectividad y poder de solvencia.

El aditivo escogido para utilizar con el DAO es el A1 que corresponde al wr 142(1), por presentar el comportamiento más constante a todos los niveles estudiados y además reportó los %R más altos manteniendo o mejorando la calidad.

Al igual que para el destilado medio, este estudio no determina una concentración precisa del aditivo ni el nivel determinado de operación para optimizar el proceso de extracción líquido-líquido, sino que permite optar a partir de las respuestas en cuanto a %R y VI que se desean obtener, a que nivel y concentración de aditivo se debe trabajar.

El Aditivo A2 aunque logró aumentar la calidad significativamente sus %R excepto al nivel T,S/C, estuvieron muy por debajo del blanco, haciendo poco rentable económicamente su posible utilización a nivel industrial.

#### 4.4.4 Efectos De La Remoción De Aromáticos

Se utilizó el análisis SAR para determinar el %RA hacia la fase del extracto descrito en el capítulo 2. Debido a que el %A en la carga DAO es superior al del DM, los resultados son más significativos.

El análisis SAR reporta el contenido total de aromáticos sin diferenciar con aquellos que tienen presente cadenas alquílicas de alto peso molecular. Por tal motivo, en aquellos casos donde la remoción de aromáticos este relacionada con los monoaromáticos y diaromáticos sustituidos de cadenas largas, su impacto en el VI no será representativo.

Sin embargo, es importante resaltar que aumentos significativos en el VI están relacionados con aumentos en el porcentaje de remoción de aromáticos tal y como se demuestra al correlacionar los datos de VI y %RA para las pruebas en blanco. (Figura 4.17).

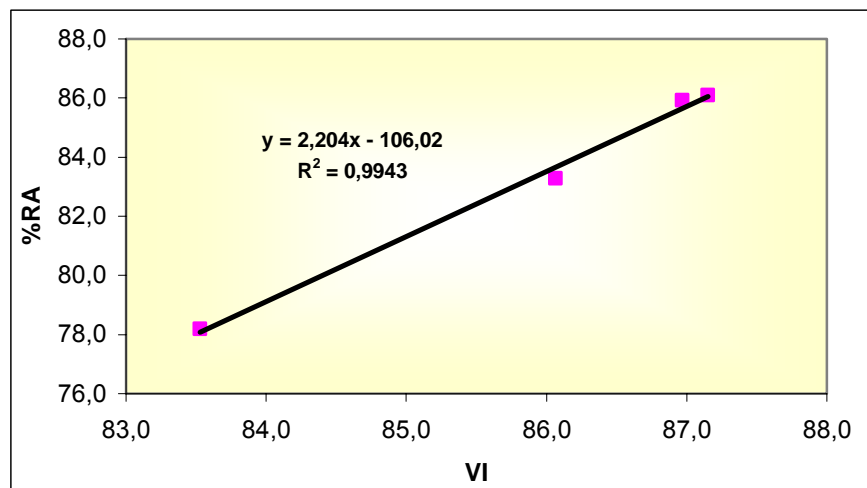


Figura 4.17 Correlación Del VI Y %RA Para Las Corridas En Blanco

Se graficó el comportamiento de los aditivos a los diferentes niveles comparando el VI y el %RA, respecto al blanco para verificar esta tendencia. Los resultados se presentan en la Tabla 4.11.

CORRIDA	T	S/C	A	%R	VI	S	A	R	%RA
1	T	S/C		58,63	87,2	90	9,3	0,7	86,1
2	T+	S/C		54,66	87,0	90	10	0,4	85,9
3	T	S/C-		61,52	83,5	86	14	0,1	78,2
4	T+	S/C-		65,58	86,1	90	10	0,1	83,3
5	T	S/C	A <sub>1</sub> [1]	65,83	85,9	87	12	1,2	80,4
6	T+	S/C	A <sub>1</sub> [1]	65,79	86,8	89	11	0	81,9
7	T	S/C-	A <sub>1</sub> [1]	60,5	86,6	92	6,3	2,1	90,3
8	T+	S/C-	A <sub>1</sub> [1]	62,52	84,8	88	11	0,9	82,3
9	T	S/C	A <sub>1</sub> [2]	57,88	86,6	87	11	1,8	83,8
10	T+	S/C	A <sub>1</sub> [2]	56,68	87,2	88	12	0,4	82,5
11	T	S/C-	A <sub>1</sub> [2]	66,08	84,8	90	8,2	1,7	86,2
12	T+	S/C-	A <sub>1</sub> [2]	56,67	86,1	88	12	0	82,1
13	T	S/C	A <sub>2</sub> [1]	62,17	86,1	93	7	0,5	88,9
14	T+	S/C	A <sub>2</sub> [1]	52,26	87,7	91	9,5	0	87,3
15	T	S/C-	A <sub>2</sub> [1]	57,16	84,3	84	14	1,8	79,9
16	T+	S/C-	A <sub>2</sub> [1]	62,83	85,5	91	7,5	1,6	88,0
17	T	S/C	A <sub>2</sub> [3]	62,65	84,4	87	12	0,7	80,7
18	T+	S/C	A <sub>2</sub> [3]	49	83,9	86	13	0,8	83,5
19	T	S/C-	A <sub>2</sub> [3]	57,6	84,1	90	9,5	0,8	86,0
20	T+	S/C-	A <sub>2</sub> [3]	58,28	82,1	91	8,3	1,2	87,7

Tabla 4.11 Resultados Del SAR Y %RA Para El DAO

Debido a las diferencias en la naturaleza química de los aditivos, en la estructura molecular, y a que solo se usaron 2 concentraciones por nivel de operación, no se puede predecir un comportamiento, se espera que cada aditivo a cada concentración participe de forma puntual en la extracción de hidrocarburos de naturaleza aromática que puedan o no influir en el análisis SAR, y en el resultado del VI.

► **Nivel T,S/C**

En la figura 4.18 la corrida que se comportó en forma contraria a la tendencia presentada con las pruebas sin aditivo es el A2[1], que mostró como al aumentar el %RA su VI no aumenta, sino que desciende un punto respecto al blanco. Posiblemente éste comportamiento se debe a que el aditivo aumentó el poder del solvente hacia la parte aromática de las alquil parafinas de cadenas laterales largas arrastrándolas hacia el

extracto. También se observa que el aditivo A2 al aumentar la concentración de aditivo inhibe el poder de remoción de aromáticos del solvente, disminuyendo el %RA junto con el VI, en forma contraria a aditivo A1 que al aumentar su concentración aumenta su %RA directamente con su VI.

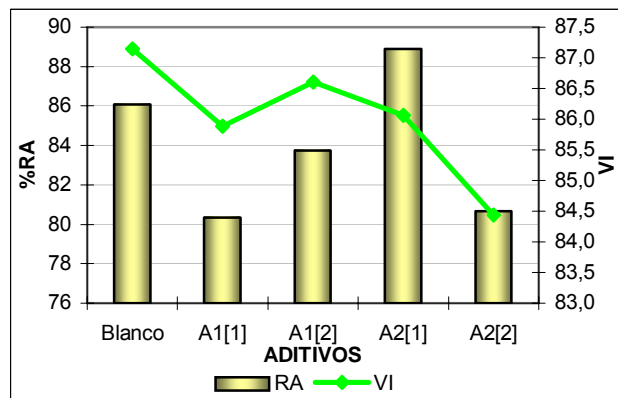


Figura 4.18 Resultados De VI Y %RA Para El Nivel T, S/C

► Nivel T+,S/C

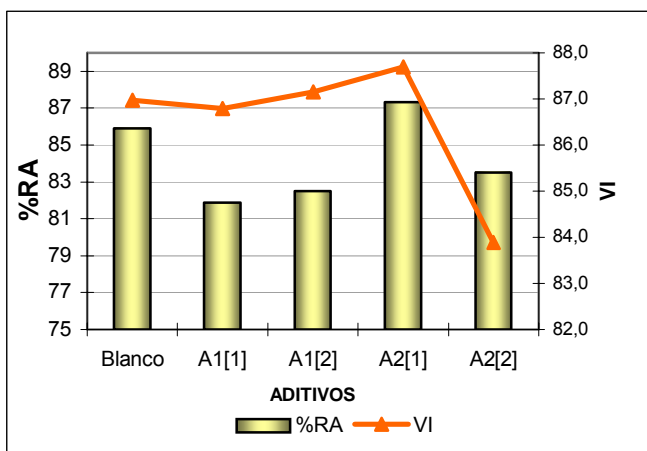


Figura 4.19 Resultados De VI Y %RA Para El Nivel T+, S/C

► Nivel T, S/C<sup>-</sup>

La corrida que se aleja del comportamiento de las pruebas con aditivo, es el A2[2] donde por el aumento de la concentración el %RA aumenta y su VI permanece constante, debido a que el solvente aumenta el poder de solvencia hacia todas las sustancias de naturaleza aromática, incluyendo las alquilparafinas.

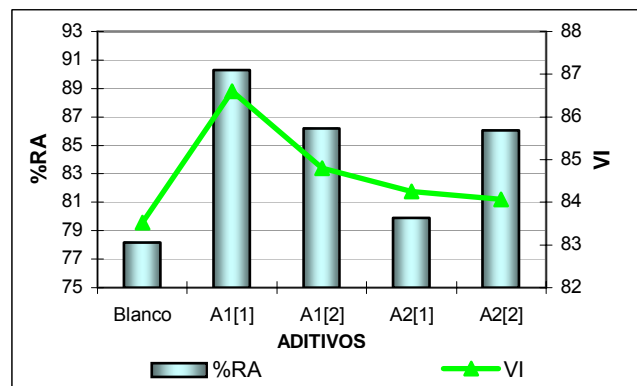


Figura 4.20 Resultados De VI Y %RA Para El Nivel T, S/C-

### ► Nivel T+,S/C-

En este caso el aditivo A2 [2] al igual que en los casos anteriores presentó un aumento en el poder de solvencia hacia las sustancias aromáticas, arrastrando aquellas con radicales alquil y cadenas parafínicas largas, que hacen parte de las bases lubricantes, unido a una pérdida en la selectividad que produjo una disminución importante de los aromáticos que influyen directamente en la calidad.

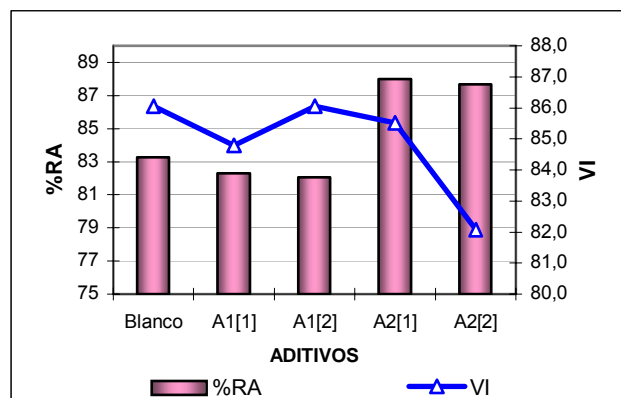


Figura 4.21 Resultados De VI Y %RA Para El Nivel T+.S/C-

Debido a que las bases lubricantes no solo están formadas por cadenas parafínicas, sino por isoparafinas, cicloparafinas y cadenas parafínicas largas con anillos aromáticos como radicales, el aumento del poder de solvencia y la pérdida de selectividad del NMP provocado por el aditivo A2 utilizado a altas concentraciones hace que éstas últimas también sean arrastradas hacia la fase del extracto, este fenómeno se refleja en un aumento del %RA, dejando en el refinato sustancias de naturaleza aromática que afectan la calidad de la base. Por el contrario el A1 sigue una tendencia general de aumento de %RA y de VI.

Para definir mejor este fenómeno se recomienda determinar el contenido de aromático mediante un análisis de espectrometría de masas, que reporta el porcentaje y la distribución de monoaromático, diaromático, tri, tetra y más pesados, además de la distribución de los hidrocarburos parafínicos, cicloparafínicos, di y tricicloparafínicos, etc<sup>[15]</sup>

#### 4.4.5 Análisis de Destilación Simulada

Se escogió el refinato que mejor comportamiento presentó en cuanto a aumento de %R y VI, para realizar la Destilación Simulada y determinar la distribución de puntos de ebullición comparados con la corrida en blanco y predecir que tipo de sustancias pudieron ser removidas.

Este aditivo fue el A1[1] en el nivel T, S/C y T+, S/C, el resultado se presenta gráficamente para visualizar mejor éste análisis.

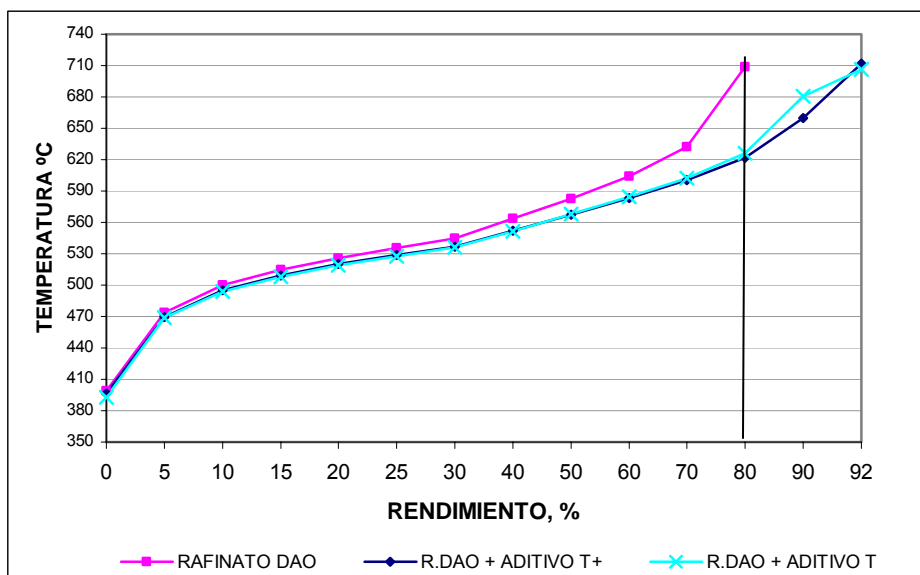


Figura 4.22 Destilación Simulada Para El Aditivo A1[1]

En la figura 4.22 la curva de destilación del refinato blanco evidencia que éste contiene sustancias con elevados puntos de ebullición que no permiten obtener un rendimiento del 100% en peso de la destilación simulada, es decir que a la temperatura máxima del método no se pueden destilar las fracciones pesadas que contiene el refinato, que por su estructura y atracción molecular corresponden a las sustancias aromáticas.<sup>[15]</sup>

El aumento en el rendimiento en un 12 % con el uso de los aditivos demuestra que parte de estas fracciones se removieron durante la extracción con NMP disminuyendo el punto de ebullición de la fracción mas pesada que contiene este refinato, también se detecto que la temperatura no tiene influencia en dicha remoción.

#### **4.5 CONSIDERACIONES DE DISEÑO PARA EL DISEÑO DE LOS PLATOS PERFORADOS**

En las instalaciones de la planta piloto del ICP se encuentra una columna en vidrio, diseñada previamente con el fin de estudiar los fenómenos interfaciales que se presentan en el proceso de extracción líquido - líquido de platos perforados, para cumplir con dicho objetivo se desarrollo un diseño de un modelo de platos perforados que se adecuaran a la columna existente.

La columna de vidrio mostrada en la figura 4.23 esta compuesta por tres secciones, cada sección consta de dos tubos de vidrio concéntricos de 12 y 15 cm de diámetro interno y externo respectivamente con un espesor de 0.6 cm y 75 cm de altura. El espacio entre los tubos fue diseñado para facilitar el calentamiento de cada sección de acuerdo al perfil de temperatura de operación. En los extremos de la columna se encuentran tres boquillas cada una de 3/8 " de diámetro, cuya finalidad es permitir la carga y descarga de los fluidos de operación.

Teniendo en cuenta que en el proceso de obtención de bases lubricantes se utilizan 3 tipos de carga, se realizo el diseño de los platos con las propiedades de la carga que necesitara condiciones más severas de operación, el DAO, para este propósito se utilizaron los datos de destilación simulada de la tabla 4.24.

##### **4.5.1 Propiedades De Los Fluidos Involucradas En El Proceso**

- ▶ Densidad  $\rho$
- ▶ Viscosidad  $\mu$
- ▶ Coeficiente de distribución  $m$

► **Tensión interfasial entre las fases inmiscibles  $\sigma$**

% peso	Grados Centígrados
1	360
5	450.2
10	472.1
15	486.1
20	497.7
25	507.1
30	516.3
35	524.8
40	532.6
45	540.1
50	547.6
51	549.1

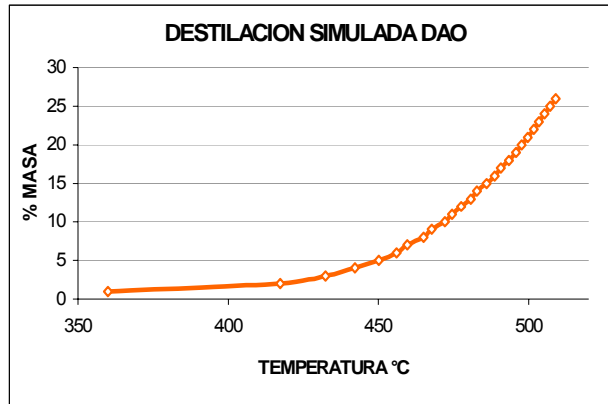


Figura 4.23. Curva De La Destilación Simulada Del DAO

Tabla 4.12 Destilación Simulada De DAO  
Las propiedades mencionadas

anteriormente serán determinadas de dos formas:

1. Determinación utilizando las herramientas del programa Hysys
2. Determinación a partir de correlaciones empíricas

#### 4.5.1.1 Determinación de propiedades utilizando Hysys<sup>[23]</sup>

Para comenzar la simulación que permita calcular las propiedades de la carga y el solvente se realiza el siguiente procedimiento.

► Seleccionar New Case, con esto aparece la ventana del Simulation Basis Manager. En esta ventana seleccionar Add y en la ventana Fluid Package con la pestaña Prop Pka seleccionada, seleccionar el método Termodinámico de Peng Robinson, la escogencia de este modelo Termodinámico se debe a que se han comprobado buenos resultados en la simulación comparados con los resultados de planta cuando se trata de fracciones del petróleo provenientes de las unidades de Baja presión (torres atmosféricas y de Vacío), así como para derivados de las unidades de alta presión con cantidades significativas de componentes livianos.

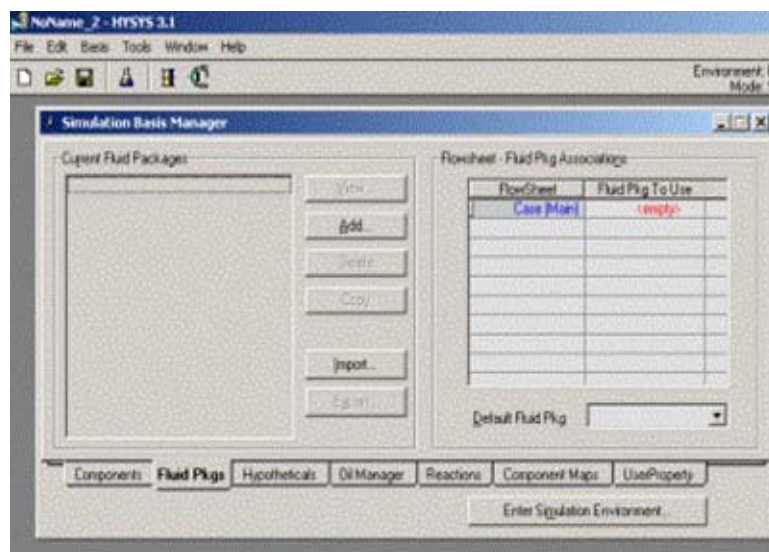


Figura. 4.24 Selección Del Paquete De Ecuaciones Para La Simulación

- ▶ Seleccionar los componentes, activando la pestaña Components y seleccionar n-metilpirrolidone.

Para caracterizar el destilado medio, utilizamos los datos de una destilación simulada efectuada en los laboratorios del ICP al destilado DAO. Este procedimiento se llama caracterización del crudo.

- ▶ Para comenzar la caracterización del crudo presionar la pestaña Oil manager en la ventana Simulation Basis Manager y presionar el botón Enter Oil Environment en la ventana que aparece, presionar el botón Add para crear y ver un nuevo Assay. Abrir la lista Assay Data Type y seleccionar la opción TPB.
- ▶ Para introducir los datos de las propiedades globales seleccionar la opción de Used en el menu desplegable Bulk Properties, activar el botón de Bulk properties en el grupo Input Data y de el valor de gravedad API.

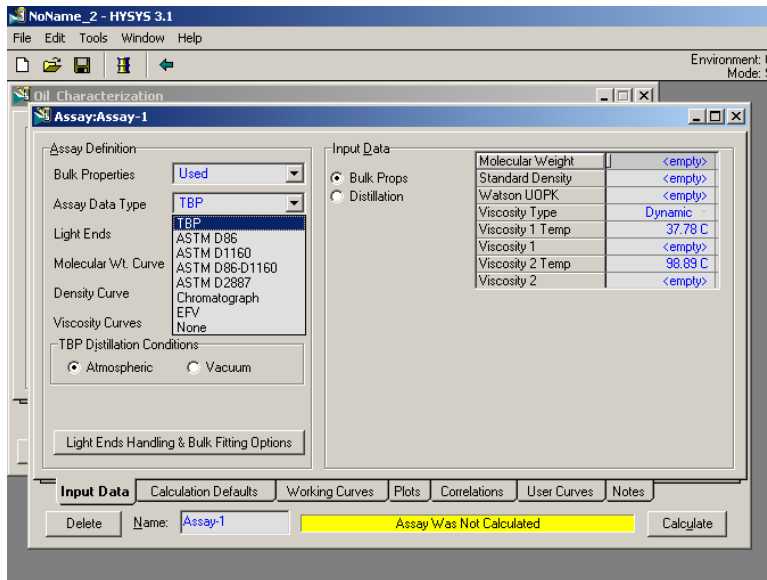


Figura 4.25 Selección de las propiedades globales

- Para entrar los datos de la destilación simulada seleccionar TPB y el botón Edit Assay y aparece la ventana Assay Input Table , donde se dan los valores de el porcentaje en peso y la temperatura.

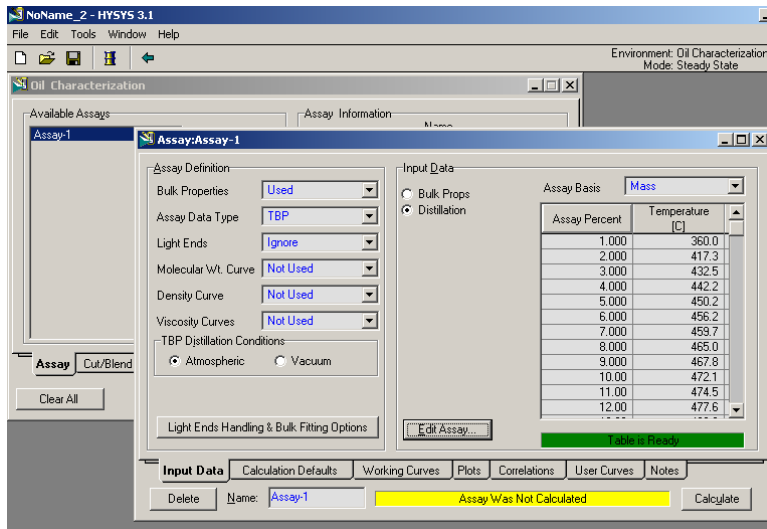


Figura 4.26. Entrada De Los Datos De Destilación Simulada

- ▶ Para generar los pseudocomponentes ( las sustancias que conforman el destilado ), pasar a la pestaña Cut/Blend de la vista Oil Characterization, presionar el botón add y crear una nueva Blend y mostrar su vista de prioridades. En la lista de Available Assays, seleccionar Assay-1, presionar el botón Add .
- ▶ Seleccionar Cut Option que hace referencia en numero de intervalos del punto de ebullición, en este caso se tomo un corte cada 3 grados , lo que dio como resultado 63 cortes.

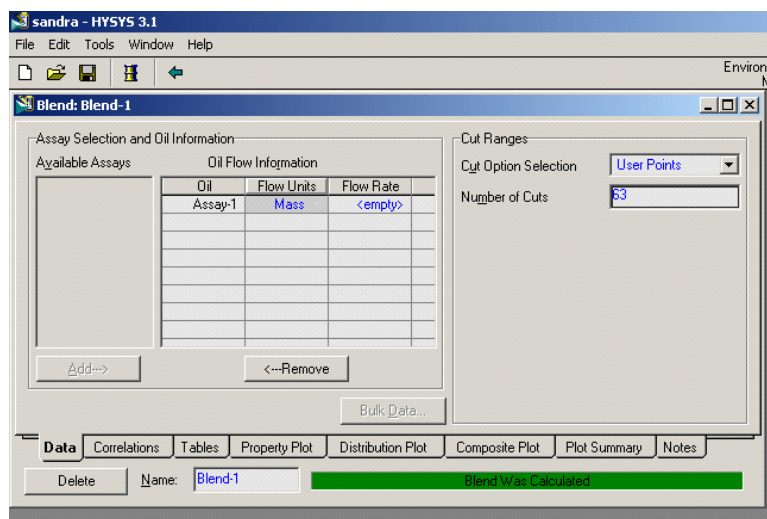


Figura 4.27 Selección De Los Cortes Para La Simulación

- ▶ En la pestaña Tables su puede ver las propiedades que se calculan para estos 63 pseudocomponentes, seleccionar la pestaña Oil Distribution del menú Data type para ver la distribución de los productos.
- ▶ Después de calcular la Blend hay que instalar el crudo en el paquete fluido. Abrir la pestaña Install Oil de la vista Oil Characterization, seleccionar la celda superior en blanco de la columna Stream Name, se le asigna un nombre para crear la corriente en el diagrama de flujo asociado en el paquete fluido de esta corriente.

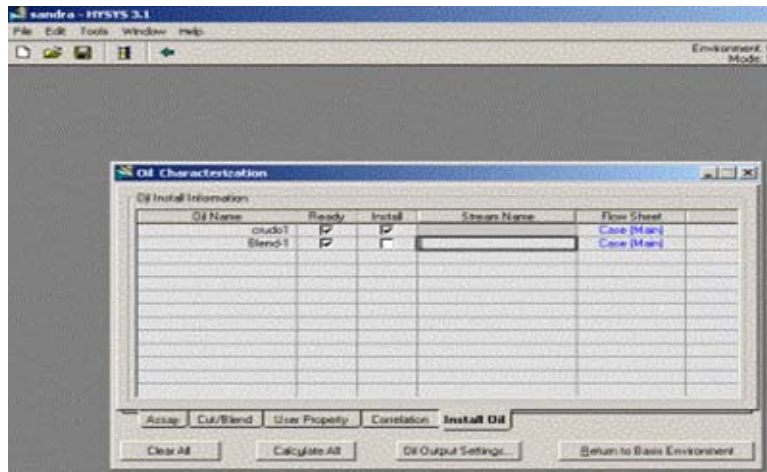


Figura.4.28 Instalación Del Crudo

Las propiedades de la nueva corriente pueden verse en el ambiente Simulation.

- Para pasar al ambiente de simulación presionar el boton Enter Simulation Environment en la esquina inferior derecha de Simulation Basic Manager.

En el ambiente Simulation, se pueden ver las dos corrientes correspondientes a el crudo y el NMP, sin embargo para poder obtener las propiedades se deben introducir datos adicionales como la presión, temperatura y flujo másico.

La presión se tomo como una atmósfera debido a que es la presión a la cual se realizara la extracción líquido-líquido en la planta piloto. La temperatura tomada fue de 82 grados, obtenida promediando los valores del perfil de temperatura de operación de la planta de extracción a escala industrial. El flujo másico no interviene en las propiedades, se coloca una base de cálculo como requisito del programa para ejecutar la simulación.

Las propiedades de las corrientes se pueden ver haciendo doble clic sobre cada una de ellas.

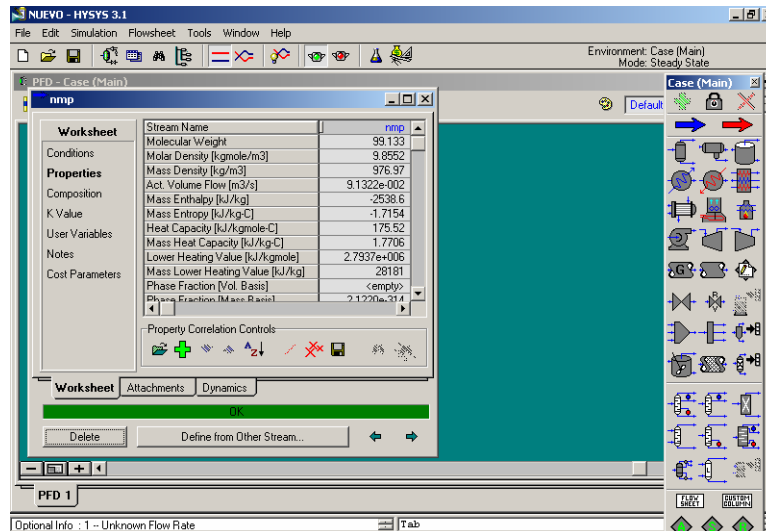


Figura 4.29 Propiedades De Las Corrientes

#### 4.5.1.2 Utilización de correlaciones empíricas

##### ► Determinación de la tensión interfacial

Partiendo de las tensiones superficiales del solvente y de la carga obtenidas a partir de hysys se calculó la tensión interfacial de la mezcla utilizando el método de Winterfeld, Scriven y Davis [24].

$$\sigma_m = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \rho^2 \left( \frac{x_i}{\rho_{li}} \right) \left( \frac{x_j}{\rho_{lj}} \right) (\sigma_i \sigma_j)^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

$\sigma_m$  = Tensión superficial de la mezcla mN/m

$X_{ij}$  = Fracción molar del componente i o j en la mezcla líquida

$\rho_{Lij}$  = Densidad del componente líquido puro i o j Kmole/m<sup>3</sup>

$\sigma_{ij}$  = Tensión superficial del componente puro i o j mN/m

$$\frac{1}{\rho} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{\rho_{li}} \quad (2)$$

Aplicando las propiedades listadas en la tabla 4.10.

$$1/\rho = 3.37$$

$$\sigma = 20.30 \text{ mN/m}$$

Las propiedades que se determinaron fueron las siguientes:

DAO			NMP		
PROPIEDADES	UNIDADES	VALOR	PROPIEDADES	UNIDADES	VALOR
Densidad	Kg/m <sup>3</sup>	886,15	Densidad	Kg/m <sup>3</sup>	976,97
Densidad molar	Kgmol/m <sup>3</sup>	1,4490	Densidad molar	Kgmol/m <sup>3</sup>	9,8552
Viscosidad	cp	31,404	Viscosidad	cp	0,61661
Tensión superficial	dinas/cm	25,758	Tensión superficial	dinas/cm	35,305
Coefficiente de distribución		1	Coefficiente de distribución		1
Fracción molar		0,34	Fracción molar		0,66

Tabla 4.13. Propiedades De La Carga Y El Solvente

#### 4.5.2 Diseño del plato <sup>[4,10]</sup>

##### 4.5.2.1 Selección del diámetro de las perforaciones ( $d_n$ )

El diámetro de las perforaciones depende sobre todo de las propiedades físicas de las fases y la tensión interfacial del sistema.

Se recomienda que el líquido antes de formar las gotas, le sea permitido formar un chorro largo con una velocidad de chorro que oscile entre 0.25 y 1 ft/s; donde el tamaño del chorro esta relacionado con el diámetro de la perforación y la rata de flujo del líquido.

Para obtener un chorro líquido apropiado, se recomienda el siguiente límite dentro del cual el tamaño de la perforación  $d_N$  , debe ser seleccionado:

$$d_n = \frac{1}{2} \left( \frac{\sigma}{\Delta\rho g} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

$$d_n = \Pi \left( \frac{\sigma}{\Delta\rho g} \right)^{\frac{1}{2}}$$

Donde:

$\Delta\rho$ : diferencia de densidades

$\sigma$  : Tensión interfacial

$g$  : Constante gravimétrica

El diámetro más pequeño calculado al valor de  $\frac{1}{2}(\sigma/g)^{\frac{1}{2}}$  se prefiere para sistemas con alta tensión interfacial, y el diámetro mayor cercano al valor  $\pi(\sigma/g)^{\frac{1}{2}}$  para sistemas de baja tensión interfacial.

Los diámetros comúnmente utilizados son 1/8", 3/16", 1/4", 5/16"

$\Delta\rho$ : 0.09082 g/ml

Límite inferior dn: 0.23881525 cm

Límite superior dn: 6.76143329 cm

Se considera que el sistema de estudio tiene alta tensión interfacial  $> 20$  dinas/cm, se selecciona entonces un diámetro de 1/8" que es el mínimo recomendado y es el más cercano al valor calculado.

dn: 0.32 cm

#### 4.5.2.2 Espaciamiento de las perforaciones sobre el plato (P)

Se denomina paso o (pitch), ó distancia entre perforaciones adyacentes, y el arreglo de estas sobre el plato.

Es deseable una gran área libre en el plato, puesto que el tamaño de la gota puede ser aproximadamente 2 a 3 veces el tamaño de la perforación a bajas ratas de flujo, y si las perforaciones son colocadas a menos de tres veces el diámetro del hueco, se podría presentar coalescencia de las gotas resultando impredecible el comportamiento del sistema.

También debe ser evitado un gran espacio libre entre huecos ya que esto podría resultar en una pérdida de eficiencia de la columna.

Se recomienda que el paso sea 2.5 veces el diámetro de la perforación:

$$\text{Paso} = P = 2.5 \, d_n \quad (4)$$

$$P = 2.5 * 0.3175 \, \text{cm} = 0.793 \approx 0.8 \, \text{cm}$$

#### 4.5.2.3 Diámetro de chorro ( $d_j$ )

Después de la selección del diámetro de las perforaciones se calcula el diámetro de chorro para el cual se produce la dispersión de la fase obteniendo la máxima área interfacial de las gotas que completaría el diseño de las boquillas tal como lo muestra la figura 4.31.

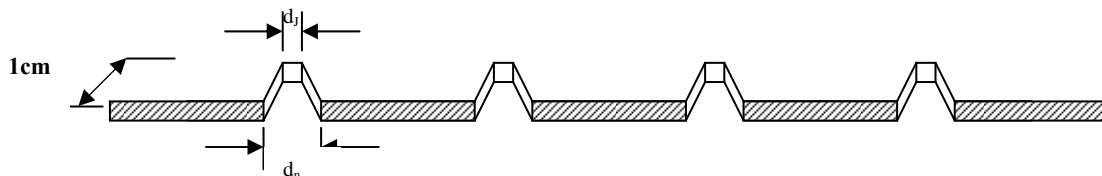


Figura 4.30. Diseño de las boquillas de los platos

$$\frac{d_N}{\left(\frac{\sigma}{\Delta\rho g}\right)^{\frac{1}{2}}} < 0.785 \quad (5)$$

$$\Rightarrow \frac{d_N}{d_J} = 1 + 0.485 \left[ \frac{d_N}{\left(\frac{\sigma}{\Delta\rho g}\right)^{\frac{1}{2}}} \right]^2 \quad (6)$$

para

$$\frac{d_N}{\left(\frac{\sigma}{\Delta\rho g}\right)^{\frac{1}{2}}} > 0.785 \quad (7)$$

$$\Rightarrow \frac{d_N}{d_J} = 0.12 + \frac{151d_N}{\left(\frac{\sigma}{\Delta\rho g}\right)^{\frac{1}{2}}} \quad (8)$$

$$d_J = 0.262 \text{ cm}$$

Se propuso un modelo de plato con espesor de 1 cm para aumentar el área interfasial de las gotas y facilitar la adecuación de las boquillas como muestra la figura 4.31 donde el diámetro superior corresponde al diámetro de orificio y el diámetro inferior del plato corresponde al diámetro del chorro.

#### 4.5.2.3 Velocidad de tobera $U_N$

Con el valor de  $d_J$  se obtiene el valor de la velocidad de tobera, velocidad en la cual se obtiene la máxima área de la gota dispersa; esta velocidad puede ser determinada por medio de la siguiente ecuación:

$$U_N = 2.69 \left( \frac{d_J}{d_N} \right)^2 \left[ \frac{\frac{\sigma}{d_J}}{0.5137 \rho_d + 0.4719 \rho_c} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (9)$$

$$U_N = 16.63 \text{ cm/s}$$

#### 2.4.3.5 Cabeza hidráulica de la fase coalescida sobre el plato

La cabeza de líquido mínima total o altura de la capa de líquido coalescida sobre el plato, para motivar el flujo de la fase dispersa a través de este, es determinada por la caída de presión requerida para hacer que el líquido pase a través de las perforaciones del plato, puede ser expresado por la siguiente ecuación:

$$h_t = h_N + h_\sigma + h_c \quad (10)$$

donde  $h_N$  es la altura o cabeza para vencer la fricción a través de las perforaciones,  $h_\sigma$  es la cabeza requerida para vencer los efectos interfaciales, y  $h_c$  es la cabeza requerida para vencer los efectos de flujo de la fase continua.

Cada una de estas alturas puede ser convenientemente calculada a través de correlaciones empíricas que involucran las variables respectivas.

La altura de la fase dispersada,  $h_N$ , debido al efecto de pérdidas a través del orificio puede ser determinada por medio de la siguiente correlación:

$$h_N = \frac{U_N^2 \left[ 1 - \left( \frac{S_o}{S_t} \right)^2 \right] \rho_d}{2 g_c (0.67)^2 \Delta \rho} \quad (11)$$

Donde  $S_o$ : Área de todas las perforaciones

$S_t$ : Área del plato

Estas áreas se obtienen de las dimensiones de la columna existente en el ICP especificadas en la figura 4.23.

Por razones de facilidad de acoplamiento de los platos a la columna, el área de éstos será igual al área de la columna.

$$S_t = 113 \text{ cm}^2$$

$$S_o = 5\% S_t \quad (12)$$

$$S_o = 5.65 \text{ cm}^2$$

$$h_N = 3.37 \text{ cm}$$

La altura debido a los efectos interfaciales puede ser calculada por medio de la siguiente correlación:

$$h_\sigma = \frac{6 * \sigma}{(d_p)_{0.1} \Delta \rho g_c} \quad (13)$$

$$d_{p0.1} = 1.592 \left( \frac{U_N^2}{2 g d_N} \right)^{-0.0665} \left( \frac{\sigma}{\Delta \rho g} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (14)$$

Donde  $(d_p)_{0.1}$  es el tamaño de la gota producido a una velocidad lineal 0.1 ft/s en la perforación.

$$(d_p)_{0.1} = 0.80 \text{ cm}$$

$$h_\sigma = 1.7047 \text{ cm}$$

La altura  $h_c$  representa el efecto del movimiento de la fase continua que involucra cambios de dirección de flujo, expansión y pérdidas de contracción en su paso a través de la

columna, puede ser calculada a partir de la siguiente correlación, donde  $U_c$  es la velocidad superficial de la fase continua.

$$h_c = 4,5 \left( \frac{U_c^2}{2g\Delta\rho} \right) \quad (15)$$

$$U_c = 1,088 \left( \frac{\sigma\Delta\rho g}{\rho_c} \right)^{\frac{1}{5}} \left( \frac{U_N^2}{2gd_{vs}} \right)^{-0,0818} \quad (16)$$

$$U_c = 5.36 \text{ cm/s}$$

$$h_c = 0.72 \text{ cm}$$

Aplicando la ecuación 10  $h_t = 5.80 \text{ cm}$

#### 4.5.2.4 Número de perforaciones ( $N_p$ )

$S_o$  = Area total de perforaciones

$S_n$ : Area superficial de cada perforación

$$N_p = S_o / S_n \quad (17)$$

$$N_p = 70.25 = 71 \text{ perforaciones}$$

#### 4.5.2.5 Longitud de downcomer

Sobre cada plato se ubica una zona de coalescencia que es limitada mediante la colocación de baffles laterales los cuales se denominan downcomers o upcomers, dependiendo de cual de las fases (liviana o pesada) es la fase dispersa y por lo tanto coalescida bajo o sobre el plato, se recomienda entre 3 y 4 veces la altura de la capa coalescida, en este caso la fase a dispersar es la fase pesada o solvente y por lo tanto la zona de coalescencia se ubica sobre el plato.

$$L_{dc} = 3 * h_t \quad (18)$$

$$L_{dc} = 17.41 \text{ cm} \approx 18 \text{ cm} + 1 \text{ cm de espesor del plato} = 19 \text{ cm}$$

#### 4.5.2.7 Área del Downcomer

Es considerada generalmente entre un 9% y 12% del área de la columna. En este diseño se tomo el 11% del  $A_c$

$$A_{dc} = 0.11 \cdot A_c$$

$$A_{dc} = 12.43 \text{ cm}^2$$

(19)

Para efectos de facilidad de instalación de los platos, se tomo con downcomer un tubing cuya área transversal fuera igual al área del downcomer obtenido de la ecuación 19. El radio del downcomer obtenido fue de 1.97cm, que se aproximó a 2 cm. El diámetro de tubing más cercano a este valor que se encuentra en la industria es de 1 ½" de diámetro. Este tubing también servirá para direccionar el flujo del refinato en su asenso a través de la columna como lo muestra la figura 4.32 además su ubicación respecto al plato podrá ser modificada según lo requiera la operación.

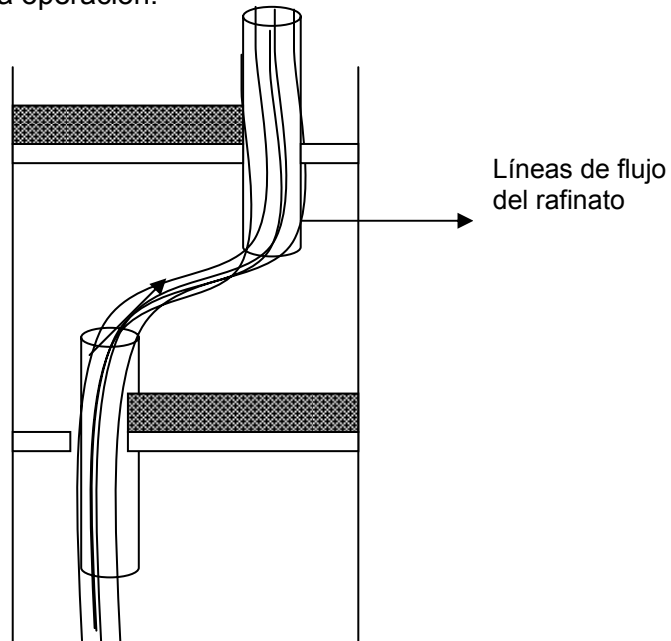


Figura 4.31. Dirección de las líneas de flujo de refinato

#### 4.5.2.8 Espaciamiento entre los platos

Para unidades pequeñas, se recomienda un espaciamiento de 10 veces la altura de la capa coalescida como espaciamiento entre platos

$$Z_c > 10h_t \quad (20)$$

Sin embargo como se trata de un diseño que permita estudiar los fenómenos dentro de la columna, se colocaran los platos móviles, para poder variar su espaciamiento y como influye éste en el proceso de extracción. Teniendo en cuenta que la columna esta dividida en tres secciones de 75 cm cada una, se colocaran inicialmente 3 platos por sección, cuidando que la entrada de carga y solvente se haga después del primer plato de la sección inferior y superior respectivamente para no interferir con el proceso de separación de las fases. El acople de los platos se hará por medio de O`ring para permitir cambios en la ubicación de los platos según se requiera durante la adecuación de los mismos.

#### 4.5.2.9 Material del Plato perforado

El material del plato perforado es el teflón o PTFE (politetrafluoroetileno), es un polímero en el que se repite la unidad (F<sub>2</sub>C-CF<sub>2</sub>). Es capaz de resistir temperaturas de unos 300° C durante largos periodos sin apenas sufrir modificaciones. Es resistente a la mayoría de los ácidos, las bases, y a muchos disolventes orgánicos, entre ellos el NMP. Sus propiedades se deben básicamente a que los átomos de fluor del teflón crean una especie de barrera que dificulta el ataque de agentes químicos sobre la estructura carbonada del mismo.

RESISTENCIA QUÍMICA	Ácidos – concentrados	Buena
	Ácidos – diluidos	Buena
	Alcalis	Buena
	Alcoholes	Buena
	Cetonas	Buena
	Grasas y Aceites	Buena
	Halógenos	Buena
	Hidrocarburos Aromáticos	Buena
PROPIEDADES ELÉCTRICAS	Constante Dieléctrica @1MHz	2,0-2,1
	Factor de Disipación a 1 MHz	0,0003 - 0,0007
	Resistencia Dieléctrica ( kV mm <sup>-1</sup> )	50-170
	Resistividad Superficial ( Ohm/sq )	10 <sup>17</sup>
	Resistividad de Volumen ( Ohmcm )	10 <sup>18</sup> -10 <sup>19</sup>
PROPIEDADES MECANICAS	Alargamiento a la Rotura ( % )	400
	Coefficiente de Fricción	0,05-0,2
	Dureza - Rockwell	D50-55 -Shore
	Módulo de Tracción ( GPa )	0,3-0,8
	Relación de Poisson	0,46
	Resistencia a la Tracción ( MPa )	10-40
	Resistencia al Impacto Izod ( J m <sup>-1</sup> )	160
PROPIEDADES FÍSICAS	Absorción de Agua - en 24 horas ( % )	0,01
	Densidad ( g cm <sup>-3</sup> )	2,2
	Índice Refractivo	1,38
	Índice de Oxígeno Límite ( % )	95
	Inflamabilidad	V0
	Resistencia a la Radiación - Alfa	Mala
	Resistencia a la Radiación - Beta	Mala
	Resistencia a los Ultravioletas	Excelente
Resistencia a la Radiación - Gamma	Mala	
<b>PROPIEDADES TÉRMICAS</b>	Calor Específico ( J K <sup>-1</sup> kg <sup>-1</sup> )	1000
	Coefficiente de Expansión Térmica ( x10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	100-160
	Conductividad Térmica ( W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	0,25 a 23C
	Temperatura Máxima de Utilización ( C )	180-260
	Temperatura Mínima de Utilización ( C )	-260
	Temperatura de Deflección en Caliente - 1.8MPa ( C )	54
	Temperatura de Deflección en Caliente - 0.45MPa ( C )	120

Tabla 4.14 Propiedades del teflón

Los tubing que hacen las veces de downcomer serán de acero inoxidable, también se podrán adecuar a los requerimientos de la operación que aseguren un proceso de extracción eficiente y además como se trata de evaluar el comportamiento fluidodinámico del proceso se podrá estudiar como influyen estos cambios en el proceso de extracción.

El diseño del plato perforado se muestra en la figura 4.33.

#### 4.5.3 Control de Temperatura

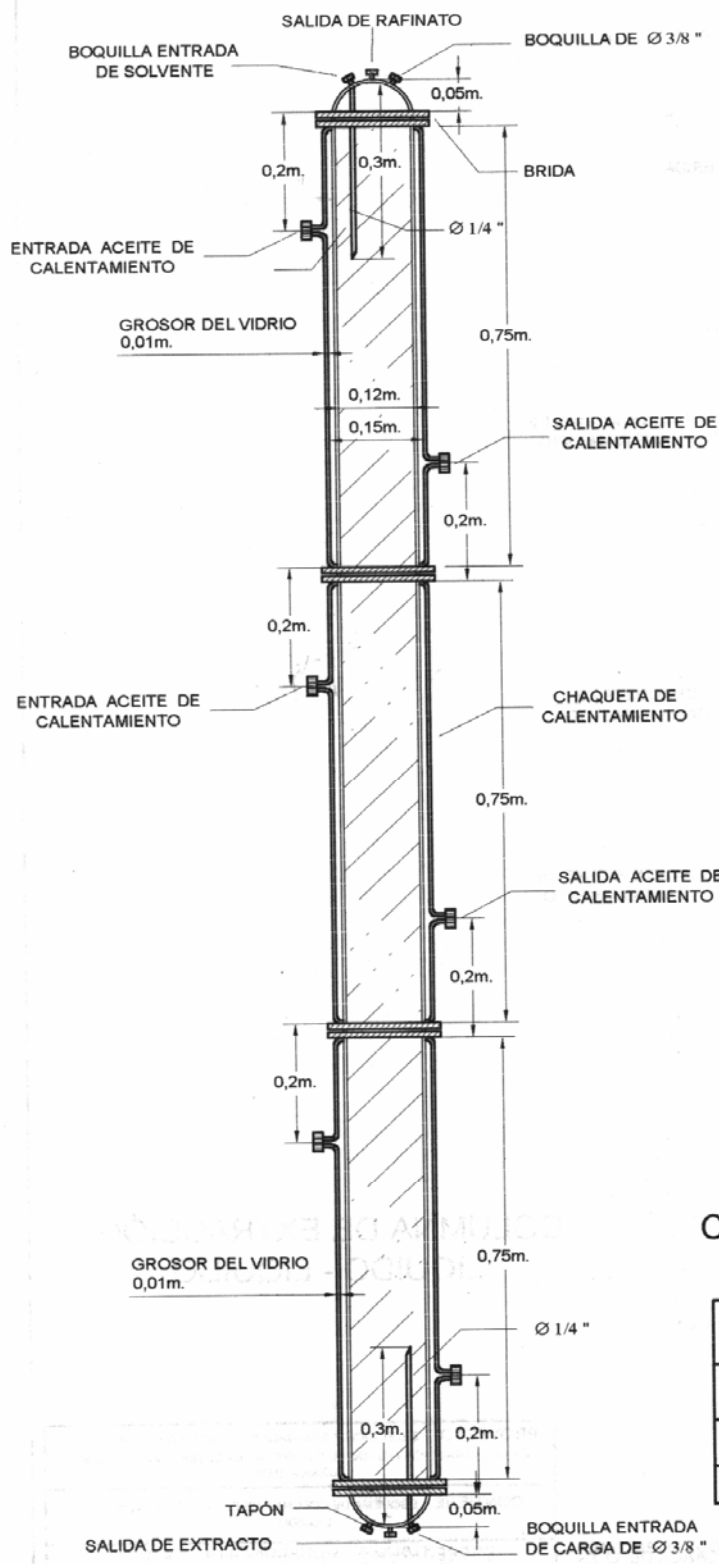
La temperatura juega un factor decisivo en cualquier proceso de extracción líquido-líquido, ya que como se explico en el capítulo anterior las propiedades físicas de los fluidos

involucrados en el proceso en su mayor parte dependen de la temperatura a la cual se realice dicho proceso.

Por esta razón es de gran importancia un adecuado control de la temperatura durante la realización de cualquier prueba.

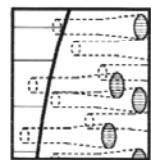
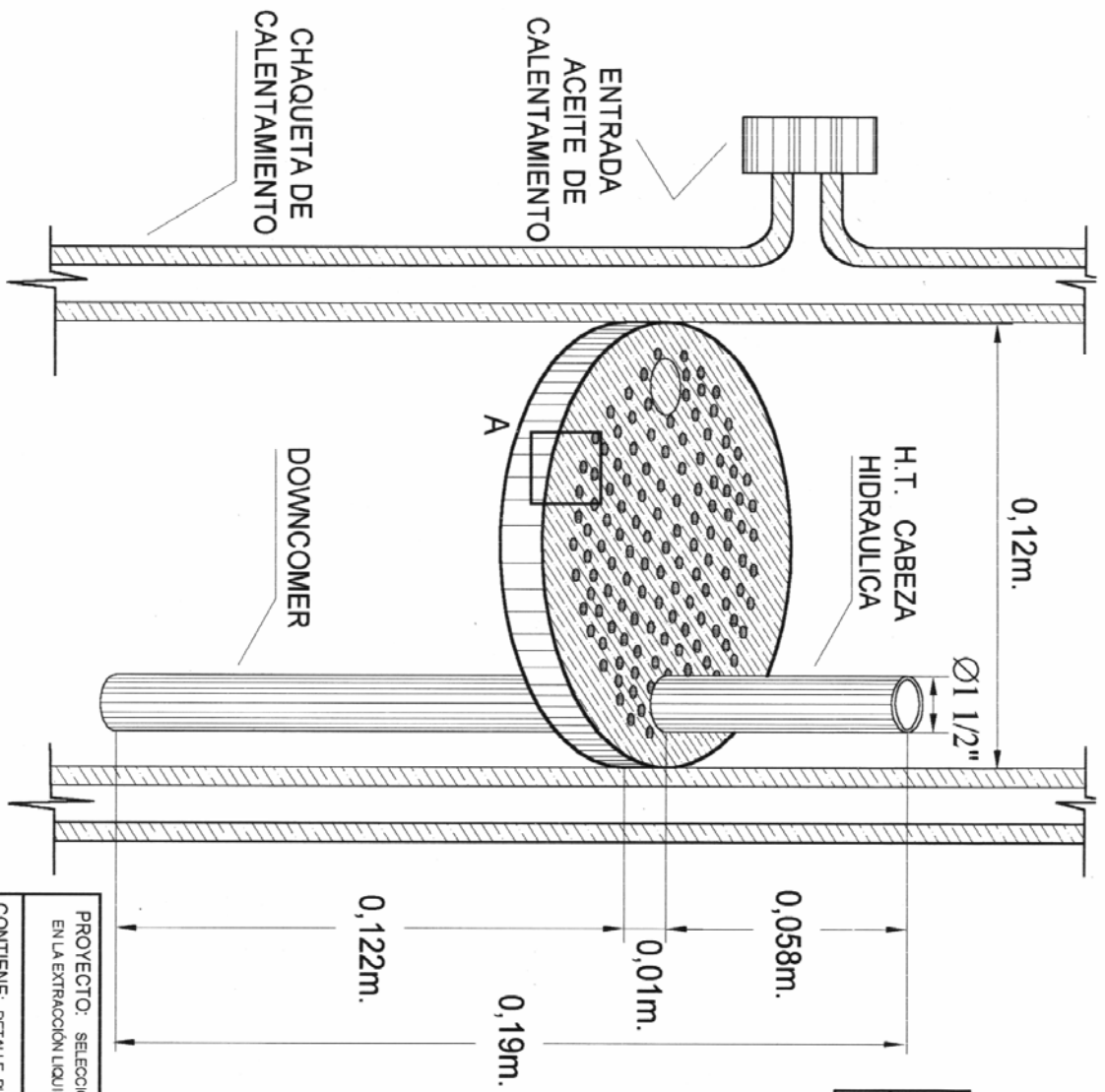
Para obtener determinado perfil de temperatura a través de la torre se cuenta con:

- ▶ Baños de calentamiento con aceite de silicona para cada una de las tres secciones en que esta dividida la columna.
- ▶ El tambor de carga de Destilados tiene una chaqueta de calentamiento con vapor para garantizar la fluidez de los mismos.



### COLUMNA DE EXTRACCIÓN LIQUIDO - LIQUIDO

PROYECTO: SELECCIÓN Y EVALUACIÓN CUANTITATIVA DE ADITIVOS EN LA EXTRACCIÓN LIQUIDO - LIQUIDO PARA LA OBTENCIÓN DE BASES LUBRICANTES	
CONTIENE: ESQUEMA DE COLUMNA DE EXTRACCIÓN LIQUIDO - LIQUIDO.	
PRESENTADO A : CONVENIO U.I.S. - I.C.P.	
FECHA : ABRIL DEL 2004	PLANO : 1 DE 2



DETALLE "A"  
ORIFICIOS DEL PLATO

PROYECTO: SELECCIÓN Y EVALUACIÓN CUANTITATIVA DE ADITIVOS EN LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO - LÍQUIDO PARA LA OBTENCIÓN DE BASES LUBRICANTES		
CONTIENE: DETALLE PLATO DE COLUMNA DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO - LÍQUIDO		
PRESENTADO A: CONVENIO U.I.S. - I.C.P.		
FECHA: ABRIL DEL 2004	ESC_ 13	PLANO: 2 DE 2

## 5. EVALUACIÓN ECONÓMICA

El objetivo primordial de este capítulo es evaluar los beneficios económicos para la GCB al implementar el uso del aditivo wr 142 (1) en los Destilados parafínicos DM y DAO.

Debido a que dentro de los alcances de este proyecto no está la implementación del uso de los aditivos a escala industrial no se tienen en cuenta en esta evaluación los costos de adecuación de la planta de Fenol del CIB.

Para analizar el impacto económico de la utilización del aditivo se realizó una cuantificación de los ingresos y egresos con base en las sumas de dinero que ECOPETROL recibe o deja de recibir. Se trata de un análisis en el cual, los precios actuales del mercado se utilizaron para valorar los producidos del proyecto.

El esquema de producción se presenta en la figura 5.1. En la unidad de extracción líquido-líquido se aplican los rendimientos obtenidos en este estudio para cada nivel de operación y concentración del aditivo.

Como muestra la figura para obtener la base lubricante final se requieren los procesos de desparafinado e hidrot ratamiento, se tomaron entonces los rendimientos de éstas unidades obtenidos en el proceso industrial, reportados en la tabla 5.2.



Figura 5.1 Esquema de producción de parafinas

DESTILADOS	DESPARAFINADO	HIDROTRATAMIENTO
DM	53,5%	95%
DAO	54%	95%

## 5.2 Rendimientos De Desparafinado E Hidrotratamiento A Nivel Industrial

Los datos del análisis se reportan con base en el flujo de entrada de carga en Kilotoneladas por año (Kton/año) a la unidad de extracción líquido-líquido del CIB. Para el DM el flujo se obtuvo a partir de la capacidad de la planta de fenol calculada en 0,38 KTon/día y los 131 de operación, para una producción anual de 49,7 KTon/año, para el flujo del DAO se determinó a partir de la capacidad de producción anual de la planta de desasfaltado, equivalente a 47,4 KTon/año (consignada en la segunda columna de la tabla 5.3).

La producción anual en KTon de Base lubricante mediana y Bright Stock consignada en la tabla 5.3 que se utilizó para medir el impacto del uso de los aditivos, se obtuvo utilizando los porcentajes de rendimiento para las pruebas en blanco para el nivel T, S/C. El ingreso base se obtuvo multiplicando este valor por el precio actual de las bases que es de US \$ 1.4 por galón para la base media y de US \$ 1.5 para la base Bright Stock.

DEST.	FLUJO DE ENTRADA Kton/año	rendimiento % peso de Raf.	Raf. Kton/año	Total base lubricante Kton/año	Ingreso Base MUS \$kton
DM	49,7	74,28	39,91	18,8	8,706
DAO	47,4	67,8	32,1	16,5	7,259

DEST: Destilados; %wt: Porcentaje en peso; Raf: rafinado

Tabla 5.3 Flujos másicos, producción de bases e ingresos

## 5.1 PRODUCCIÓN DEL PROYECTO

### 5.1.1 Costo Del Aditivo

El aditivo utilizado es sintetizado a partir de subproductos de la refinería, por esta razón el costo de la materia prima es mínimo si se compara con cualquier producto comercial, sin embargo se ha propuesto un costo de aditivo de \$ 1500 pesos por kilo, que incluye los

reactivos necesarios para sintetizar el aditivo los costos y la mano de obra directa e indirecta.

En la tabla 5.4 se obtiene el efecto sobre los ingresos que se ha denominado ganancia adicional. En la columna de ingreso bruto se representa los ingresos recibidos por la empresa al multiplicar la producción anual de bases lubricantes obtenida utilizando los rendimientos obtenidos en este estudio para cada nivel de operación, utilizando una concentración de aditivos de 150 ppm, por el precio actual de cada uno de los productos.

La cantidad de aditivo utilizada se determina con base en el peso de carga según lo expuesto en la sección 2.4, por esta razón, su costo se obtuvo a partir de los flujos de entrada de carga a la unidad de extracción con fenol reportados en la tabla 5.3. Su valor se especifica en MUS\$ /año en la quinta columna de la tabla 5.4

El ingreso neto resulta de restar el ingreso bruto menos el costo del aditivo, y la ganancia adicional resulta de la diferencia entre el ingreso neto a cada nivel de operación con el valor del blanco reportado en la fila dos de la tabla.

BASE	NIVEL	VI	INGRESO BRUTO (MUS \$) / año	COSTO DEL ADITIVO (MUS \$) / año	INGRESO NETO (MUS \$) / año	GANANCIA ADICIONAL (MUS \$) / año
BASE MEDIA	BLANCO	91	8,7063		8,7063	
	T,S/C	96,5	9,0802	0,0041	9,0760	0,3697
	T+,S/C	93,9	8,1448	0,0041	8,1407	-0,5655
	T,S/C-	90	10,1268	0,00414	10,1227	1,4164
	T+,S/C-	90	9,6029	0,004	9,5988	0,8925
BASE BRIGH STOCK	BLANCO	87,1	6,2768		6,2768	
	T,S/C	85,9	7,0476	0,0039	7,0437	0,7668
	T+,S/C	86,8	7,0434	0,0039	7,0473	0,7704
	T,S/C-	86,6	6,4770	0,0039	6,4810	0,2041
	T+,S/C-	84,8	6,6933	0,0039	6,6972	0,42040

Tabla 5.4. Ingresos obtenidos con el aditivo a 150 ppm

En la base parafínica media el resultado mas importante se obtuvo al utilizar el aditivo en el nivel T, S/C-, con un aumento de 1,416 millones de dólares, que podría verse

incrementado si se tiene en cuenta que por trabajar a una relación S/C menor existe además un ahorro en el costo de solvente utilizado y otro asociado a una disminución del costo energético en el proceso de recuperación del solvente.

Para el caso del brighth stock, el nivel T, S/C y T<sup>+</sup>, S/C, se presentan aumentos en los ingresos por el orden de 0.76 millones de dólares, en el nivel T<sup>+</sup> se debe estudiar además los costos energéticos del aumento de temperatura.

Para realizar la tabla 5.5 se siguió un procedimiento similar al descrito anteriormente para una concentración de aditivo de 500ppm.

DEST.	NIVEL	VI	INGRESO BRUTO (MUS \$) / año	COSTO DEL ADITIVO (MUS \$) / año	INGRESO NETO (MUS \$) / año	GANANCIA ADICIONAL (MUS \$) / año
BASE MEDIA	BLANCO	91	8,7063		8,7063	
	T,S/C	102,4	8,7098	0,0138	8,6960	-0,0102
	T <sup>+</sup> ,S/C	101,2	7,9702	0,0138	7,9564	-0,7498
	T,S/C	103,8	8,2280	0,0138	8,2142	-0,4920
	T <sup>+</sup> ,S/C	105	7,7358	0,0138	7,7220	-0,9842
BASE BRIGHT STOCK	BLANCO	87,1	6,2768		6,2768	
	T,S/C	86,6	6,1965	0,0039	6,1833	-0,0934
	T <sup>+</sup> ,S/C	87,1	6,0895	0,0039	6,0763	-0,2005
	T,S/C	84,7	7,0744	0,0039	7,0612	0,7844
	T <sup>+</sup> ,S/C	86,0	6,0670	0,0039	6,0538	-0,2230

Tabla 5.5. Ingresos obtenidos con el aditivo a 500 ppm

En la tabla 5.5 para la base media y la base brighth stock en general, no se observan aumentos en la ganancia adicional, esto se debe a que los precios de ventas dependen de la calidad ofertada representada por el VI, y este análisis se realizó con precios de bases lubricantes con VI de 96 para la base media y de 85 para la base brighth stock, se hace necesario entonces hacer un estudio de precios acorde con la calidad obtenida.

A esta concentración se resalta el aumento de ingresos obtenido al nivel T, S/C de 0.7844 millones de dólares, cifra que podría aumentar si se tiene en cuenta el ahorro de solvente y la disminución del costo energético de recuperación del mismo.

Las especificaciones de calidad de las bases que actualmente ofrece ECOPETROL se muestran en el anexo C, sin embargo no ha sido posible hasta el momento cumplirle a los clientes con lo ofrecido en el catalogo de productos, la utilización del aditivo permite estabilizar la calidad de las bases, aumentar su producción y a su vez ampliar los intervalos de calidad, diversificando los productos para satisfacer las necesidades del mercado nacional.

## CONCLUSIONES

- A nivel de planta piloto se determinó que el uso de los aditivos seleccionados agregados al solvente mejoran el proceso de extracción líquido-líquido con NMP, influenciando determinantemente en la producción y mejoramiento de la calidad de las bases lubricantes, ya que se obtuvieron aumentos significativos en el rendimiento y se logró mantener y en algunos casos aumentar el VI del producto refinado reportados en el transcurso de este estudio.
- En el desarrollo de ésta investigación se demostró que las propiedades del solvente cambian en cuanto a la selectividad y al poder de solvencia del NMP con la adición de los aditivos con centros polares ( $-\text{OH}$ ,  $-\text{N}^+$ ,  $\text{HSO}_3^-$ ), que otorgan múltiples propiedades entre las que se destacan, aumentar la polaridad del solvente, disminuir la tensión interfacial y actuar como tensoactivos incrementando las interacciones entre el solvente y las cargas.
- Aunque el SAR no solo es sensible al contenido de aromáticos que afectan la calidad del producto (VI), sino también a otras moléculas que presentan carácter aromático como los monoaromáticos sustituidos de cadenas largas y las cadenas alquílicas de alto peso molecular, se demostró que existe una tendencia lineal del contenido de ellos en el refinado con respecto al VI para las corridas realizadas con aditivo.
- La destilación simulada permitió discutir la selectividad que tienen los aditivos por remover las sustancias más pesadas (en este caso los aromáticos presentes en la carga) al presentarse una destilación con mayor rendimiento de refinado obtenido usando los aditivos.

- Los estudios realizados a nivel de planta piloto son totalmente reproducibles a nivel industrial en el CIB, por esto aunque el solvente utilizado por las plantas es diferente se espera que el aditivo interactúe de forma similar con el fenol, ya que se considera tienen propiedades semejantes, pero es posible que sea necesario modificar la concentración óptima que permita el buen desempeño del mismo.
- La alternativa más adecuada para mejorar el procesamiento de la unidad de extracción líquido-líquido en la GCB corresponde al uso del aditivo WR 142(1) a temperatura normal y relación S/C menor a concentración de 150 ppm para el DM generando un beneficio económico sobre los ingresos adicionales de 28450 US \$/ año por cada Kton de carga procesada que equivale a un ingreso total de 1,4 MUS \$/año, para el DAO el uso del aditivo WR 142 (1) a 500 ppm generando un beneficio económico de 16550 US \$/ año por cada Kton de carga procesada, y un ingreso total de 0.78 MUS \$/año .

## RECOMENDACIONES

- Estudiar el aditivo seleccionado a concentraciones entre 150 y 500 ppm para demostrar posibles tendencias de rendimientos y de VI a condiciones de operación constantes, ya que dentro de este rango se obtuvieron los datos más representativos de rendimiento y calidad, pues debido al gran número de corridas que se realizaron en este estudio no se pudo extender dicha investigación.
- Utilizar otros tipos de análisis para caracterizar las cargas y los productos obtenidos con y sin aditivo, como la espectroscopia de masas que permite un esquema detallado de la composición de todas las sustancias pertenecientes a estos compuestos, para identificar que tipos de aromáticos son removidos por acción del aditivo; además de usar técnicas analítica más avanzadas para evaluar las propiedades de tensión interfacial con equipos que reporten una sensibilidad mayor.
- Realizar una evaluación técnico-económica completa para establecer el beneficio de ésta metodología.
- Realizar un estudio de mercados que evalué la ampliación del catálogo de productos para determinar el posible volumen de venta a los diferentes rangos de calidad que se podrían ofrecer usando adecuadamente la concentración de aditivo que permita obtener los requerimientos establecidos por los clientes.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] **SPEIGTH, James**; The chemistry and technology of petroleum, Segunda Edición, New York: Marcel Dekker Inc. 199.
- [2] **PANTOJA, Edgar F**; Curso de Obtención de Bases Lubricantes, ECOPETROL, CIP, Bucaramanga, 2002.
- [3] **BUSHNELL, J. D y FIOCCO, R. J.** "Engineering aspects of the EXOL N lube extraction process". May, 1980.
- [4] **TREYBAL, Robert E.** Liquid Extraction. New York. Mc Graw Hill, 1963.
- [5] **CUSACK, R. Et al.** A fresh a look at a liquid - liquid extraction. En. Chemical Engineering. Vol. 98, No. 1 ( 1991), p. 66-76.
- [6] **TIRADO SANTAMARÍA, Elvira.** Desaromatización del destilado parafínico medio por extracción líquido – líquido con N- Metilpirrolidona. Bucaramanga, 1994. Tesis (Post-grado en Química). Universidad Industrial de Santander. Escuela de Post-grado en Química.
- [7] **ESCOBAR, Edgar Eduardo. PÉREZ CORZO, Alexandra.** Empleo del NMP como solvente para la extracción líquido-líquido de aromáticos en el procesamiento de bases

lubricantes. Bucaramanga, 1995. Tesis (Pregrado en Ingeniería Química). Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química.

**[8] BELL, James D.** Extraction Of Hydrocarbon Oils Using A Combination Polar Extraction Solvent-Aliphatic -Aromatic Or Polar Extraction Solvent-Polar Substituted Naphthenes Extraction Solvent Mixture. Patente Número 4,909,927. Marzo 20,1990. Exxon Research and Engineering Company.

**[9] ECOPETROL.** Unidad de extracción con fenol. Manual de Operación. Grupo III de operaciones II. 1988. 382-386.

**[10] SILVA GONZALEZ, Leonidas.** Diseño y construcción de una torre de extracción líquido- líquido de tipo platos perforados. Bucaramanga,1995. Tesis (Pregrado Ingeniería Mecánica). Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Mecánica.

**[11] BOLAÑOS, Claudia.** Manual de Operación Planta de Extracción Líquido-Líquido con NMP. ICP. 2003

**[12]** [www.ecopetrol.com/productos/bases/co](http://www.ecopetrol.com/productos/bases/co).

**[13] RYABOV, V. G; SHUVEROV V. M; STARKOVA, N. N; PEPELYAEV, S. N y PORSYUROVA, I. V.** Selection Of Surfactants For Treatment Of Lube Fractions With N-Methylpyrrolidone. En: Chemistry and Technology of Fuels and Oils, Vol. 33, No. 2, 1997.

**[14] SALAGER Jean-Louis.** Fenómenos Interfaciales en Dispersiones Polifásicas y en Medios Porosos. Laboratorio De Formulación, Interfases Reología Y Procesos. Universidad De Los Andes. Facultad De Ingeniería Escuela De Ingeniería Química. Mérida Venezuela. 2002.

[15] **GUERRERO De O, Maria; VITOLO, Josefina, M.** Caracterización de las Bases Lubricantes Venezolanas. Revista Técnica INTEPEV: 103-114. Venezuela Julio de 1984.

[16] **SANTOS, Liliana.** Seguimiento Operacional a la Corrida Parafínica con la mezcla de los Crudos Caño Limón (43%)-Cupiagua(44%)-Cusiana (4%)-Zulia (9%)-GCB. ICP.Piedecuesta, Mayo de 1999.

[17] **BRAVO, Olga; BOLAÑOS , Claudia.** Seguimiento Operacional a la Corrida Parafínica con el Crudo Cupiagua. ICP. Piedecuesta, 2000.

[18] **BELZ, M.** Statistical Methods in the Process Industries. Great Britain. MacMillan Press Ltda., 1973. 527-541 p.

[19] **CARRILLO, J, A., PANTOJA, . y GOMEZ, R. D.,** 1995. Aplicación del Índice de Refracción para el Control Operacional en la Planta de Extracción Líquido-Líquido en la Manufactura de Bases Lubricantes, Ingeniería Química, Mayo 1995-1997.

[20] **BOLAÑOS, Claudia.** Manual de Operación Planta de Desparafinado. ICP. 2003

[21] **SHELL GLOBAL SOLUTIONS,** Manufacturing Lube Oil.

[22] **SKOOG, Douglas A.** Química Analítica, 4ta Ed. Madrid (España): McGraw-Hill. 1989.

[23] simulación de Procesos Químicos por medio de Hysys

[24] **PERRY, Robert H;** Manual del Ingeniero Químico. Tomo II. Sexta edición. Madrid: Mc. Graw Hill. 2000

## ANEXO A

### RESULTADOS DEL DISEÑO FACTORIAL

A continuación se reportan los principales resultados obtenidos en el análisis de las respuestas de rendimiento y VI de la carga DAO y DM con el uso de los dos aditivos seleccionados a los diferentes niveles.

#### 1. Matriz de Diseño de Resultados

Se presentan tres matrices de diseño con las respectivas respuestas obtenidas de rendimiento y VI para cada carga y aditivo experimentalmente. En la sección tres de este proyecto se presentó el procedimiento con el que se obtuvo cada resultado.

Tratamiento	T °C			S/C	[A] ppm	Respuestas	
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>			%Rendimiento	VI (calidad)
1	75	78	81	1,5	0	65,19	100,61
2	85	88	91	1,5	0	71,54	101,42
3	75	78	91	1,8	0	74,28	92,14
4	85	88	91	1,8	0	79,88	102,36
5	75	78	81	1,5	150	75,71	98,28
6	85	88	91	1,5	150	70,7	103,82
7	75	78	91	1,8	150	72,25	100,32
8	85	88	91	1,8	150	64,89	99,44
9	75	78	81	1,5	1000	61,77	99,44
10	85	88	91	1,5	1000	60,4	103,53
11	75	78	81	1,8	1000	78,02	100,03
12	85	88	91	1,8	1000	62,34	104,70

**Tabla 1.1 Resultados del diseño factorial para el DM y el Aditivo 2**

Tratamiento	T °C			S/C	[A] ppm	Respuestas	
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>			%Rendimiento	VI (calidad)
1	90	95	100	1,8	0	61,52	83,53
2	95	100	105	1,8	0	65,58	86,06
3	90	95	100	2,0	0	58,63	87,15
4	95	100	105	2,0	0	54,66	86,96
5	90	95	100	1,8	150	60,5	87,71
6	95	100	105	1,8	150	62,52	85,85
7	90	95	100	2,0	150	65,83	86,96
8	95	100	105	2,0	150	65,79	87,89
9	90	95	100	1,8	500	66,08	85,85
10	95	100	105	1,8	500	56,67	87,15
11	90	95	100	2,0	500	57,88	87,71
12	95	100	105	2,0	500	56,68	88,27

**Tabla 1.2 Resultados del diseño factorial para el DAO y el Aditivo 1**

Tratamiento	T °C			S/C	[A] ppm	Respuestas	
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>			%Rendimiento	VI (calidad)
1	90	95	100	1,8	0	61,52	83,53
2	95	100	105	1,8	0	65,58	86,06
3	90	95	100	2,0	0	58,63	87,15
4	95	100	105	2,0	0	54,66	86,96
5	90	95	100	1,8	150	57,16	85,29
6	95	100	105	1,8	150	62,83	86,59
7	90	95	100	2,0	150	62,17	87,15
8	95	100	105	2,0	150	52,26	88,83
9	90	95	100	1,8	500	57,6	85,10
10	95	100	105	1,8	500	58,28	83,06
11	90	95	100	2,0	500	62,65	85,48
12	95	100	105	2,0	500	49	84,92

**Tabla 1.3 Resultados del diseño factorial para el DAO y el Aditivo 2**

## 2. Análisis De Los Tratamientos

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	100,61	202	396,5	1175,13	I	12	97,928	115077,543	
t1	101,42	194,5	370	26,8	T	12	2,233	59,853	18,449
s/c1	92,14	179,6	408,6	-5,79	S/C	12	-0,483	2,794	0,861
t1-s/c1	102,36	190,4	11,03	9,99	TxS/C	12	0,833	8,317	2,564
[a ]1	89,81	208,8	10,22	12,04	[A]L	8	1,505	18,120	5,585
t1-[a ]1	89,81	199,8	5,55	-5,48	Tx[A]L	8	-0,685	3,754	1,157
s/c1-[a ]1	96,52	0,81	-7,53	-1,52	S/Cx[A]L	8	-0,190	0,289	0,089
t1-s/c1-[a ]1	93,89	10,22	10,79	-6,2	TxS/Cx[A]L	8	-0,775	4,805	1,481
[a ]2	103,82	0,00	-9,05	65,04	[A]c	24	2,710	176,258	54,330
t1-[a ]2	104,99	-2,63	9,41	-3,86	Tx[A]c	24	-0,161	0,621	0,191
s/c1-[a ]2	97,69	1,17	-2,63	-38,16	S/Cx[A]c	24	-1,590	60,674	18,702
t1-s/c1-[a ]2	102,07	4,38	3,21	17,88	TxS/Cx[A]c	24	0,745	13,321	4,106

Tabla 2.1 Rutina tabular para el análisis del VI del DM con A1

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	65,19	136,7	290,9	836,97	I	12	69,748	58376,565	
t1	71,54	154,2	283,6	-4,51	T	12	-0,376	1,695	0,347
s/c1	74,28	146,4	262,5	26,35	S/C	12	2,196	57,860	11,861
t1-s/c1	79,88	137,1	11,95	-17,41	TxS/C	12	-1,451	25,259	5,178
[a ]1	75,71	122,2	0,59	-28,36	[A]L	8	-3,545	100,536	20,609
t1-[a ]1	70,7	140,4	-17,05	-29	Tx[A]L	8	-3,625	105,125	21,549
s/c1-[a ]1	72,25	6,35	17,43	0,76	S/Cx[A]L	8	0,095	0,072	0,015
t1-s/c1-[a ]1	64,89	5,6	-9,27	-13,56	TxS/Cx[A]L	8	-1,695	22,984	4,711
[a ]2	61,77	-5,01	18,19	-13,68	[A]c	24	-0,570	7,798	1,598
t1-[a ]2	60,4	-7,36	-0,75	-6,28	Tx[A]c	24	-0,262	1,643	0,337
s/c1-[a ]2	78,02	-1,37	-2,35	54,16	S/Cx[A]c	24	2,257	122,221	25,054
t1-s/c1-[a ]2	62,34	-15,68	-14,31	-10,36	TxS/Cx[A]c	24	-0,432	4,472	0,917

Tabla 2.2 Rutina tabular para el análisis del Rendimiento del DM con A2

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	100,61	202	396,5	1206,09	I	12	100,508	121221,091	
t1	101,42	194,5	401,9	35,55	T	12	2,963	105,317	88,147
s/c1	92,14	202,1	407,7	-8,11	S/C	12	-0,676	5,481	4,587
t1-s/c1	102,36	199,8	11,03	3,57	TxS/C	12	0,298	1,062	0,889
[a]1	98,28	203	15,76	11,17	[A]L	8	1,396	15,596	13,053
t1-[a]1	103,82	204,7	8,76	-2,27	Tx[A]L	8	-0,284	0,644	0,539
s/c1-[a]1	100,32	0,81	-7,53	9,29	S/Cx[A]L	8	1,161	10,788	9,029
t1-s/c1-[a]1	99,44	10,22	-2,34	-8,83	TxS/Cx[A]L	8	-1,104	9,746	8,157
[a]2	99,44	5,54	1,76	0,51	[A]c	24	0,021	0,011	0,009
t1-[a]2	103,53	-0,88	9,41	-11,73	Tx[A]c	24	-0,489	5,733	4,798
s/c1-[a]2	100,03	4,09	-6,42	-1,09	S/Cx[A]c	24	-0,045	0,050	0,041
t1-s/c1-[a]2	104,7	4,67	0,58	22,83	TxS/Cx[A]c	24	0,951	21,717	18,176

Tabla 2.3 Rutina tabular para el análisis del VI del DM con A2

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	61,52	127,1	240,4	732,34	I	12	61,028	44693,490	
t1	65,58	113,3	254,6	-12,47	T	12	-1,039	12,958	6,862
s/c1	58,63	123	237,3	-13,4	S/C	12	-1,117	14,963	7,924
t1-s/c1	54,66	131,6	0,09	-1,88	TxS/C	12	-0,157	0,295	0,156
[a]1	60,5	122,8	-1,95	-3,08	[A]L	8	-0,385	1,186	0,628
t1-[a]1	62,52	114,6	-10,61	-10,7	Tx[A]L	8	-1,338	14,311	7,579
s/c1-[a]1	65,83	4,06	-13,81	5,62	S/Cx[A]L	8	0,703	3,948	2,091
t1-s/c1-[a]1	65,79	-3,97	8,6	16,24	TxS/Cx[A]L	8	2,030	32,967	17,458
[a]2	66,08	2,02	-8,19	-31,58	[A]c	24	-1,316	41,554	22,005
t1-[a]2	56,67	-0,04	-8,03	-6,62	Tx[A]c	24	-0,276	1,826	0,967
s/c1-[a]2	57,88	-9,41	-2,06	-39,2	S/Cx[A]c	24	-1,633	64,027	33,906
t1-s/c1-[a]2	56,68	-1,2	8,21	4,3	TxS/Cx[A]c	24	0,179	0,770	0,408

Tabla 2.4 Rutina tabular para el análisis del Rendimiento del DAO con A1

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	83,53	169,6	343,7	1041,09	I	12	86,758	90322,366	
t1	86,06	174,1	348,4	2,15	T	12	0,179	0,385	2,1021
s/c1	87,15	173,6	349	8,79	S/C	12	0,732	6,439	35,1356
t1-s/c1	86,96	174,9	2,34	-0,67	TxS/C	12	-0,056	0,037	0,2041
[a ]1	87,71	173	-2,05	5,28	[A]L	8	0,660	3,485	19,0164
t1-[a ]1	85,85	176	1,86	-0,48	Tx[A]L	8	-0,060	0,029	0,1572
s/c1-[a ]1	86,96	2,53	4,52	-1,54	S/Cx[A]L	8	-0,193	0,296	1,6177
t1-s/c1-[a ]1	87,89	-0,19	1,29	1,98	TxS/Cx[A]L	8	0,248	0,490	2,6742
[a ]2	85,85	-1,86	2,98	-4,14	[A]c	24	-0,172	0,714	3,8971
t1-[a ]2	87,15	0,93	-2,72	8,3	Tx[A]c	24	0,346	2,870	15,6637
s/c1-[a ]2	87,71	1,3	2,79	4,92	S/Cx[A]c	24	0,205	1,009	5,5039
t1-s/c1-[a ]2	88,27	0,56	-0,74	-9,04	TxS/Cx[A]c	24	-0,377	3,405	18,5813

Tabla 2.5. Rutina tabular para el análisis del VI del DAO con A1

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	61,52	127,1	240,4	702,34	I	12	58,528	41106,790	
t1	65,58	113,3	234,4	-11,18	T	12	-0,932	10,416	4,080
s/c1	58,63	120	227,5	-23,6	S/C	12	-1,967	46,413	18,181
t1-s/c1	54,66	114,4	0,09	-37,94	TxS/C	12	-3,162	119,954	46,989
[a ]1	57,16	115,9	1,7	-12,86	[A]L	8	-1,608	20,672	8,098
t1-[a ]1	62,83	111,7	-12,97	-13,06	Tx[A]L	8	-1,633	21,320	8,352
s/c1-[a ]1	62,17	4,06	-13,81	9,58	S/Cx[A]L	8	1,198	11,472	4,494
t1-s/c1-[a ]1	52,26	-3,97	-5,56	-6,3	TxS/Cx[A]L	8	-0,788	4,961	1,943
[a ]2	57,6	5,67	-4,23	-0,92	[A]c	24	-0,038	0,035	0,014
t1-[a ]2	58,28	-9,91	-8,03	-16,28	Tx[A]c	24	-0,678	11,043	4,326
s/c1-[a ]2	62,65	0,68	-15,58	-6,92	S/Cx[A]c	24	-0,288	1,995	0,782
t1-s/c1-[a ]2	49	-13,65	-14,33	8,8	TxS/Cx[A]c	24	0,367	3,227	1,264

Tabla 2.6 Rutina tabular para el análisis del Rendimiento del DAO con A2

C.T	Rta(y)	Operaciones			Nombre del Efecto	Divisor	Estimación del Efecto Z	Media Cuadrática mc	% de Participación
		1	2	3					
1	83,53	169,6	343,7	1030,12	I	12	85,843	88428,935	
t1	86,06	174,1	347,9	0,85	T	12	0,071	0,060	0,207
s/c1	87,15	171,9	338,6	10,86	S/C	12	0,905	9,828	33,742
t1-s/c1	86,96	176	2,34	-0,86	TxS/C	12	-0,072	0,062	0,212
[a]1	85,29	168,2	1,11	-5,14	[A]L	8	-0,643	3,302	11,338
t1-[a]1	86,59	170,4	-2,6	-4,94	Tx[A]L	8	-0,617	3,050	10,473
s/c1-[a]1	87,15	2,53	4,52	-2,28	S/Cx[A]L	8	-0,285	0,650	2,231
t1-s/c1-[a]1	88,83	-0,19	4,1	4,2	TxS/Cx[A]L	8	0,525	2,205	7,570
[a]2	85,1	1,3	2,24	-13,46	[A]c	24	-0,561	7,549	25,916
t1-[a]2	83,06	1,68	-2,72	-2,48	Tx[A]c	24	-0,103	0,256	0,880
s/c1-[a]2	85,48	-2,04	0,38	-1,44	S/Cx[A]c	24	-0,060	0,086	0,297
t1-s/c1-[a]2	84,92	-0,56	1,48	-2	TxS/Cx[A]c	24	-0,083	0,167	0,572

Tabla 2.7 Rutina tabular para el análisis del VI del DAO con A2

Al igual que el ejemplo mostrado en el capítulo 3 los porcentajes de participación más representativos se ven reflejados en los tratamientos que fueron realizados con los aditivos seleccionados, para el caso del análisis del porcentaje de rendimiento de refinato los resultados con un mayor porcentaje de participación fueron realizados con el aditivo 1 como fue aclarado en el capítulo 4 y para el caso del análisis de la calidad los tratamientos con resultados óptimos fueron los realizados con el aditivo 2 con el que ciertamente se obtuvieron mejores calidades.

## ANEXO B.

### HOJAS DE SEGURIDAD DE SOLVENTES Y PRODUCTOS

En este anexo se presentan la fichas de seguridad de las sustancias utilizadas en el desarrollo de este proyecto, tanto de los solventes como de las bases obtenidas.

<b>NOMBRE:</b> N-METIL PIRROLIDONA
<b>DATOS FISICO-QUIMICOS</b>
<b>INFLAMABLE:</b> NO <b>OXIDANTE:</b> NO <b>CORROSIVO:</b> NO
<b>EXPLOSIVO:</b> NO <b>TOXICO:</b> NO <b>ASFIXIANTE:</b> NO
<b>IRRITANTE:</b> NO <b>RADIOACTIVO:</b> NO
<b>APARIENCIA Y COLOR:</b> Líquido incoloro, con olor débil a amina
<b>SOLUBILIDAD:</b> Soluble en agua.
<b>Densidad Relativa del Vapor (aire = 1):</b> 3.4
<b>REACTIVIDAD</b>
<b>ESTABLE:</b> Estable bajo condiciones normales.
<b>CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE:</b> Mantenga alejado de toda fuente de ignición o calor.
<b>INCOMPATIBILIDADES (material para evitar):</b> Agentes clorantes. Disuelve varios tipos de plásticos y cauchos.
<b>PRODUCTOS PELIGROSOS POR DESCOMPOSICION:</b> Óxidos de nitrógeno, Monóxido de carbono, dióxido de carbono
<b>DATOS SOBRE RIESGOS DE INCENDIO Y EXPLOSION</b>
<b>PELIGROS:</b> <b>Combustible.</b> No enciende con facilidad.
<b>MEDIO EXTINGUIDOR:</b> El agua es inefectiva. Use polvo químico seco, espuma de alcohol, dióxido de carbono.
<b>PROCEDIMIENTO ESPECIAL PARA COMBATE DE INCENDIOS:</b> <b>Evacue</b> o aísle el área de peligro. Restrinja el acceso a personas innecesarias y sin la debida protección. Ubíquese a favor del viento. Use equipo de protección personal. Evite inhalar los vapores o humos.
<b>DATOS SOBRE RIESGOS PARA LA SALUD</b>
<b>RUTAS DE EXPOSICIÓN:</b>
<b>INGESTIÓN:</b> SI <b>INHALACIÓN:</b> SI <b>ABSORCIÓN:</b> SI <b>CONTACTO:</b> SI <b>OJOS:</b> SI
<b>EFFECTOS AGUDOS:</b> No hay efectos reportados.
<b>CONDICIONES MEDICAS AGRAVADAS POR SOBREXPOSICION:</b> <b>Medidas y auxilios</b>
<b>INGESTIÓN:</b> Lave la boca con agua. Si está consciente, suministre abundante agua. No induzca el vómito. Busque atención médica inmediatamente.
<b>INHALACIÓN:</b> Traslade al aire fresco. Si no respira administre respiración artificial. Si respira con dificultad suministre oxígeno. Mantenga la víctima abrigada y en reposo. Busque atención médica inmediatamente.
<b>PIEL:</b> Retire la ropa y calzado contaminados. Lave la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste repita el lavado. Busque atención médica inmediatamente.
<b>OJOS:</b> Lave con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levante y separe los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste repita el lavado. Busque atención médica inmediatamente.

MEDIDAS PREVENTIVAS
<b>PROTECCIÓN PERSONAL</b>
<b>PROTECCIÓN RESPIRATORIA:</b> Respirador con filtro para vapores orgánicos.
<b>GUANTES PROTECTORES:</b> Impermeables.
<b>PROTECCIÓN OCULAR:</b> Gafas de seguridad.
<b>CONTROLES DE INGENIERÍA ESPECÍFICOS</b>
<b>VENTILACIÓN LOCAL EXHAUSTIVA:</b> Ventilación local y general, para asegurar que la concentración no exceda los límites de exposición ocupacional. Control exhaustivo de las condiciones de proceso. Debe disponerse de duchas y estaciones lavaojos.
PRECAUCIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANEJO
<b>ÁREAS:</b> Lugares ventilados, frescos y secos.
<b>RECIPIENTES:</b> Lejos de fuentes de calor e ignición. Evite el contacto directo con la sustancia.
PROCEDIMIENTO EN CASO DE DERRAMES Y FUGAS
Evacue o 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. Ventile el área. No permita que caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Absorba el material derramado con arena o tierra. Recoja con herramientas que no produzcan chispas y deposite en contenedores limpios y secos con cierre hermético para su posterior disposición. Lavar la zona con abundante agua.
PROCEDIMIENTO PARA DISPOSICIÓN DE RESIDUOS
No se volatiliza a la atmósfera. Diluya y adicione carbón para reducir color.

<b>NOMBRE:</b> METIL ETIL CETONA (MEK)
DATOS FISICO-QUIMICOS
<b>INFLAMABLE:</b> NO <b>OXIDANTE:</b> NO <b>CORROSIVO:</b> NO
<b>EXPLOSIVO:</b> NO <b>TOXICO:</b> NO <b>ASFIXIANTE:</b> NO
<b>IRRITANTE:</b> NO <b>RADIOACTIVO:</b> NO
<b>APARIENCIA Y COLOR:</b> Líquido claro, incoloro, con olor agradable
<b>SOLUBILIDAD:</b> Soluble en agua, alcohol y éter.
<b>Límites de Inflamabilidad (%V/V):</b> 2-12
<b>Densidad Relativa del Vapor (aire = 1):</b> 2.50
REACTIVIDAD
<b>ESTABLE:</b> Estable bajo condiciones normales.
<b>CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE:</b> Evite toda fuente de ignición y calor. Asegurese de conocer las vías de evacuación y la ubicación de alarmas, extintores y duchas. Mantenga buena ventilación. Los equipos eléctricos, de iluminación y ventilación deben ser a prueba de explosión. Conecte a tierra los recipientes para evitar descargas electrostáticas.
<b>INCOMPATIBILIDADES (material para evitar):</b> Agentes oxidantes fuertes y ácido sulfúrico.
<b>PRODUCTOS PELIGROSOS POR DESCOMPOSICION:</b> Monóxido de carbono, dióxido de carbono
DATOS SOBRE RIESGOS DE INCENDIO Y EXPLOSION
<b>PELIGROS:</b> Líquido inflamable. Los vapores pueden formar mezclas explosivas con el aire, viajar hasta una fuente de ignición y regresar con llamas. Los contenedores pueden explotar cuando se calientan.
<b>MEDIO EXTINGUIDOR:</b> Agua en forma de rocío, espuma, neblina, dióxido de carbono o polvo químico.
<b>PROCEDIMIENTO ESPECIAL PARA COMBATE DE INCENDIOS:</b> Evacue o aisle el área de peligro. Restrinja el acceso a personas innecesarias y sin la debida protección. Ubíquese a favor del viento. Use equipo de protección personal. Enfíe los contenedores expuestos al fuego usando agua en forma de rocío desde una distancia segura.

DATOS SOBRE RIESGOS PARA LA SALUD
<b>RUTAS DE EXPOSICIÓN:</b>
<b>INGESTIÓN: SI INHALACIÓN: SI ABSORCIÓN: SI CONTACTO: SI OJOS: SI</b>
<b>EFFECTOS AGUDOS:</b> La exposición de la piel puede causar degradación del tejido liposo (dermatitis). La exposición repetida a 500 ppm por 20 a 30 minutos causa mareo, pérdida de apetito, ardor en los ojos, dolor de estómago, náuseas, vómito, insomnio, dolor intestinal y colitis.
<b>CONDICIONES MEDICAS AGRAVADAS POR SOBREPONICION:</b>
<b>Medidas y auxilios</b>
<b>INGESTIÓN:</b> Lave la boca con agua. Si está consciente, suministre abundante agua. No induzca el vómito. Si este se presenta en forma natural, incline la víctima hacia el frente para evitar la bronco aspiración. Busque atención médica inmediatamente. <b>INHALACIÓN:</b> Traslade al aire fresco. Si no respira administre respiración artificial. Si respira con dificultad suministre oxígeno. Mantenga la víctima abrigada y en reposo. Busque atención médica inmediatamente. <b>PIEL:</b> Retire la ropa y calzado contaminados. Lave la zona afectada con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste repita el lavado. Busque atención médica inmediatamente. <b>OJOS:</b> Lave con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levante y separe los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste repita el lavado. Busque atención médica inmediatamente.
MEDIDAS PREVENTIVAS
<b>PROTECCIÓN PERSONAL</b>
<b>PROTECCIÓN RESPIRATORIA:</b> Respirador con filtro para vapores orgánicos.
<b>GUANTES PROTECTORES:</b> Impermeables.
<b>PROTECCIÓN OCULAR:</b> Gafas de seguridad.
<b>CONTROLES DE INGENIERÍA ESPECÍFICOS</b>
<b>VENTILACIÓN LOCAL EXHAUSTIVA:</b> Ventilación local y general, para asegurar que la concentración no exceda los límites de exposición ocupacional. Control exhaustivo de las condiciones de proceso. Debe disponerse de duchas y estaciones lavaojos.
PRECAUCIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANEJO
<b>ÁREAS:</b> Lugares ventilados a niveles del piso, frescos y secos.
<b>RECIPIENTES:</b> Lejos de fuentes de calor e ignición. Separado de materiales incompatibles. Rotule los recipientes adecuadamente. Almacene en contenedores de acero. Los equipos eléctricos, de iluminación y ventilación deben ser a prueba de explosión.
PROCEDIMIENTO EN CASO DE DERRAMES Y FUGAS
Evacue o 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. Ventile el área. No permita que caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Absorba el material derramado con arena o tierra. Recoja con herramientas no metálicas y deposite en contenedores limpios y secos con cierre hermético para su posterior disposición.
PROCEDIMIENTO PARA DISPOSICIÓN DE RESIDUOS
Se puede realizar una incineración controlada del producto.

<b>NOMBRE:</b> TOLUENO
DATOS FISICO-QUIMICOS
<b>INFLAMABLE:</b> NO <b>OXIDANTE:</b> NO <b>CORROSIVO:</b> NO
<b>EXPLOSIVO:</b> NO <b>TOXICO:</b> NO <b>ASFIXIANTE:</b> NO

<b>IRRITANTE: NO RADIOACTIVO: NO</b>
<b>APARIENCIA Y COLOR:</b> Líquido incoloro de olor penetrante semejante al benceno.
<b>SOLUBILIDAD:</b> Insoluble en agua, soluble en alcohol, benceno y éter
<b>Límites de Inflamabilidad (%V/V):</b> 1.2-7
<b>Densidad Relativa del Vapor (aire = 1):</b> 3.1
<b>REACTIVIDAD</b>
<b>ESTABLE:</b> Estable bajo condiciones normales.
<b>CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE:</b> Mantenga retirado de zonas con riesgo de fuego, en recipientes tapados y con ventilación al nivel del piso. No fume en el sitio de trabajo. Los equipos eléctricos, de iluminación y ventilación deben ser a prueba de explosiones.
<b>INCOMPATIBILIDADES (material para evitar):</b> Agentes oxidantes fuertes perclorato de plata, tetróxido de nitrógeno, ácido sulfúrico y ácido nítrico..
<b>PRODUCTOS PELIGROSOS POR DESCOMPOSICION:</b> Monóxido de carbono, dióxido de carbono
<b>DATOS SOBRE RIESGOS DE INCENDIO Y EXPLOSION</b>
<b>PELIGROS:</b> Inflamable. Sus vapores son más pesados que el aire, forman mezclas explosivas con él y pueden viajar hasta la fuente de ignición regresando después en llamas. Emite humos tóxicos.
<b>MEDIO EXTINGUIDOR:</b> Espuma, dióxido de carbono o polvo químico seco. El agua en chorro resulta inefectiva.
<b>PROCEDIMIENTO ESPECIAL PARA COMBATE DE INCENDIOS:</b> Evacue o aísle 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. Retire los contenedores de la fuente de calor si no hay riesgo si esto no es posible, enfríelos con agua en forma de rocío desde una distancia segura. No inhale los humos.
<b>DATOS SOBRE RIESGOS PARA LA SALUD</b>
<b>RUTAS DE EXPOSICIÓN:</b>
<b>INGESTIÓN: SI INHALACIÓN: SI ABSORCIÓN: SI CONTACTO: SI OJOS: SI</b>
<b>EFFECTOS AGUDOS:</b> Repetido o prolongado contacto puede causar dermatitis. Pérdida de peso, disturbios del sueño, pérdida de la habilidad para concentrarse y alteraciones en la visión.
<b>CONDICIONES MEDICAS AGRAVADAS POR SOBREEXPOSICION:</b>
<b>Medidas y auxilios</b>
<b>INGESTIÓN:</b> Lave la boca con agua. Si está consciente, suministre abundante agua. No induzca el vómito. Busque atención médica inmediatamente.
<b>INHALACIÓN:</b> Traslade al aire fresco. Si no respira administre respiración artificial. Si respira con dificultad suministre oxígeno. Mantenga la víctima abrigada y en reposo. Busque atención médica inmediatamente.
<b>PIEL:</b> Retire la ropa y calzado contaminados. Lave la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste repita el lavado. Busque atención médica inmediatamente.
<b>OJOS:</b> Lave con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levante y separe los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste repita el lavado. Busque atención médica inmediatamente.
<b>MEDIDAS PREVENTIVAS</b>
<b>PROTECCIÓN PERSONAL</b>
<b>PROTECCIÓN RESPIRATORIA:</b> Respirador con filtro para vapores orgánicos. Equipo de respiración autónomo y equipo de protección total.
<b>GUANTES PROTECTORES:</b> Impermeables.
<b>PROTECCIÓN OCULAR:</b> Gafas de seguridad.
<b>CONTROLES DE INGENIERÍA ESPECÍFICOS</b>
<b>VENTILACIÓN LOCAL EXHAUSTIVA:</b> Ventilación local y general, para asegurar que la

concentración no exceda los límites de exposición ocupacional. Debe disponerse de duchas y estaciones lavaojos.

**PRECAUCIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANEJO**

**ÁREAS:** Lugares ventilados a niveles del piso, frescos y secos.

**RECIPIENTES:** Lejos de fuentes de calor e ignición. Separado de materiales incompatibles. Rotule los recipientes adecuadamente. El depósito debe estar construido de materiales resistentes para evitar descargas electrostáticas. Los equipos eléctricos, de iluminación y ventilación deben ser a prueba de explosiones.

**PROCEDIMIENTO EN CASO DE DERRAMES Y FUGAS**

Evacue o 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. Ventile el área. No permita que caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Construya diques. Transfiera el líquido o absorba con arena o tierra a contenedores limpios, secos y con cierre hermético.

**PROCEDIMIENTO PARA DISPOSICIÓN DE RESIDUOS**

Se puede realizar una incineración controlada del producto.

<b>NOMBRE:</b> BASE PARAFINICA BRIGHT STOCK HIDROFENOLIZADA		
<b>OBTENCIÓN</b>	<b>Y</b>	<b>USOS:</b>
Pertenece al paquete de bases lubricantes. Estas bases son fraccionadas del petróleo obtenidas en la etapa de destilación al vacío de crudos seleccionados y que luego de ser sometidas a tratamientos de desparafinado, hidrogenación y extracción con fenol, presentan características apropiadas para la fabricación de aceites lubricantes de óptima calidad. Proceden de crudos de naturaleza parafínica. La principal aplicación de las bases se presenta en la formulación de aceites lubricantes tanto para uso automotor como para uso industrial. Las bases parafínicas son preferidas donde se requiere un índice de viscosidad alto. Otros usos secundarios son los siguientes: vehiculos en formulaciones de tintas, en vaselinas o como agente para ablandamiento de fique.		
<b>ROMBO DE SEGURIDAD</b>		
RIESGO DE INFLAMABILIDAD 1 RIESGO PARA LA SALUD 0		
RIESGO DE REACTIVIDAD 0 RIESGOS ESPECIALES		
<b>DATOS FISICO-QUIMICOS</b>		
<b>INFLAMABLE:</b> NO <b>OXIDANTE:</b> NO <b>CORROSIVO:</b> NO		
<b>EXPLOSIVO:</b> NO <b>TOXICO:</b> NO <b>ASFIXIANTE:</b> NO		
<b>IRRITANTE:</b> NO <b>RADIOACTIVO:</b> NO		
<b>APARIENCIA Y COLOR:</b> Líquido muy viscoso de color ámbar oscuro.		
<b>SOLUBILIDAD EN AGUA (%PESO):</b> Ninguna.		
<b>PUNTO DE EBULLICIÓN (760 mm Hg.):</b> >300°C <b>PRESIÓN DEL VAPOR (37.8°C):</b> <0.HI. Hg. a 20°C		
<b>GRAVEDAD ESPECIFICA:</b> 0.9		
<b>REACTIVIDAD</b>		
<b>ESTABLE:</b> SI		
<b>CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE:</b> Es estable bajo condiciones normales de manejo y almacenamiento. El contacto con agentes oxidantes, fuentes de ignición y de calor. Calor extremo. Evite el contacto repetido o prolongado con la piel, además, evite respirar sus vapores o nieblas.		
<b>INCOMPATIBILIDADES (material para evitar):</b> Agentes oxidantes fuertes		
<b>PRODUCTOS PELIGROSOS POR DESCOMPOSICION:</b> Monóxido de carbono.		
<b>POLIMERIZACIÓN PELIGROSA:</b> NO OCURRIRÍA		
<b>DATOS SOBRE RIESGOS DE INCENDIO Y EXPLOSION</b>		
<b>PUNTO DE INFLAMACIÓN (método utilizado):</b> 270°C (515°F)		
<b>MEDIO EXTINGUIDOR:</b> Dióxido de carbono, espuma, químico seco. Utilice agua para enfriar los		

recipientes, estructuras y personal expuesto al fuego.
<b>PROCEDIMIENTO ESPECIAL PARA COMBATE DE INCENDIOS:</b> Los bomberos deben utilizar aparatos de respiración autocontenidos.
<b>DATOS SOBRE RIESGOS PARA LA SALUD</b>
<b>RUTAS DE EXPOSICIÓN:</b>
<b>INGESTIÓN: NO INHALACIÓN: NO ABSORCIÓN: NO CONTACTO: NO OJOS: NO</b>
<b>EFFECTOS AGUDOS:</b> El contacto repetido o prolongado con la piel puede causar irritación leve, por ingestión produce náuseas, vómito, dolor de cabeza e irritación gastrointestinal.
<b>CONDICIONES MEDICAS AGRAVADAS POR SOBREXPOSICION:</b>
<b>Medidas y auxilios</b>
<b>INGESTIÓN:</b> Si el paciente está consciente, no induzca al vómito.
<b>INHALACIÓN:</b> Traslade la víctima a un sitio fresco. Si no respira utilice respiración cardiopulmonar.
<b>PIEL:</b> Quítese la ropa. Lave inmediatamente las áreas de contacto con agua y jabón.
<b>OJOS:</b> Lávelos con abundante agua durante unos 15 minutos.
<b>EN TODOS LOS CASOS LLAME AL MEDICO.</b>
<b>MEDIDAS PREVENTIVAS</b>
<b>PROTECCIÓN PERSONAL</b>
<b>PROTECCIÓN RESPIRATORIA:</b> No se requiere bajo condiciones ordinarias de uso y con adecuada ventilación.
<b>GUANTES PROTECTORES:</b> Impermeables.
<b>PROTECCIÓN OCULAR:</b> Gafas de seguridad.
<b>CONTROLES DE INGENIERÍA ESPECÍFICOS</b>
<b>VENTILACIÓN LOCAL EXHAUSTIVA:</b> Extractores generales y locales para mantener los requerimientos del TLV.
<b>PRECAUCIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANEJO</b>
<b>ÁREAS:</b> Frescas, limpias, bien ventiladas, alejadas de toda fuente de ignición.
<b>RECIPIENTES:</b> Limpios y bien cerrados, alejados de posibles fuentes de ignición.
<b>PROCEDIMIENTO EN CASO DE DERRAMES Y FUGAS</b>
Suministre adecuada ventilación. Aleje toda fuente de ignición. Absorba con arena o tierra. Recoja en un recipiente limpio para posterior disposición.
<b>PROCEDIMIENTO EN CASO DE DERRAMES Y FUGAS</b>
Suministre adecuada ventilación. Aleje toda fuente de ignición. Absorba en arena o tierra. Recoja en un recipiente limpio para disposición posterior.
<b>PROCEDIMIENTO PARA DISPOSICIÓN DE RESIDUOS</b>
Intente recuperar o incinere en forma adecuada.

<b>NOMBRE: BASE PARAFINICA MEDIA HIDROFENOLIZADA</b>
<b>OBTENCIÓN Y USOS:</b> Pertenece al paquete de bases lubricantes. Estas bases son fracciones del petróleo obtenidas en la etapa de destilación al vacío de crudos seleccionados y que luego de ser sometidas a tratamientos de desparafinado, hidrogenación y extracción con fenol, presentan características apropiadas para la formulación de aceites lubricantes de óptima calidad. Proceden de crudos de naturaleza parafínica. La principal aplicación de las bases parafínicas se presenta en la formulación de aceites lubricantes tanto para uso automotor como para uso industrial. Las bases parafínicas son requeridas donde se requiere un índice de viscosidad alto. Otros usos secundarios de

las bases son los siguientes: vehiculos en formulaciones de tinta, en vaselinas o como agente para ablandamiento del fique.

<b>ROMBO DE SEGURIDAD</b> <b>RIESGO DE INFLAMABILIDAD 1 RIESGO PARA LA SALUD 0</b> <b>RIESGO DE REACTIVIDAD 0 RIESGOS ESPECIALES</b>
<b>OTRO NOMBRE:</b>
<b>DATOS FISICO-QUIMICOS</b>
<b>INFLAMABLE: NO OXIDANTE: NO CORROSIVO: NO</b>
<b>EXPLOSIVO: NO TOXICO: SI ASFIXIANTE: NO</b>
<b>IRRITANTE: NO RADIOACTIVO: NO OTRO:</b>
<b>APARIENCIA Y COLOR: Líquido viscoso de color ámbar.</b>
<b>SOLUBILIDAD EN AGUA (%PESO): Ninguna</b>
<b>ESTADO FISICO: PRESIÓN AL VAPOR (20°C): &lt;0.1 mm Hg a 20°C</b>
<b>GRAVEDAD ESPECIFICA: PUNTO DE CONGELACIÓN:</b>
<b>DENSIDAD DEL VAPOR (aire = 1): NIVEL DE OLOR:</b>
<b>REACTIVIDAD</b>
<b>ESTABLE: SI</b>
<b>CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE:</b> Es estable bajo condiciones normales de uso y almacenamiento. Calor extremo. Impida el contacto repetido y prolongado con la piel, además, evite respirar sus vapores.
<b>INCOMPATIBILIDADES (material para evitar):</b> Agentes oxidantes fuertes
<b>PRODUCTOS PELIGROSOS POR DESCOMPOSICION:</b> Monóxido de carbono
<b>POLIMERIZACIÓN PELIGROSA: NO OCURRIRÁ</b>
<b>DATOS SOBRE RIESGOS DE INCENDIO Y EXPLOSION</b>
<b>PUNTO DE INFLAMACIÓN (método utilizado): 200°C (425°F)</b>
<b>PUNTO DE AUTOIGNICION: &gt; 300°C</b>
<b>LIMITE DE INFLAMABILIDAD (%Volumen): INFERIOR (LEL): SUPERIOR (UEL):</b>
<b>MEDIO EXTINGUIDOR:</b> Dióxido de carbono, espuma, químico seco. Utilice agua para enfriar los recipientes, estructuras y personal expuestos al fuego.
<b>PROCEDIMIENTO ESPECIAL PARA COMBATE DE INCENDIOS:</b> Los bomberos deben utilizar aparatos de respiración autocontenidos.
<b>RIESGOS ESPECIALES POR FUEGO Y EXPLOSION:</b>
<b>DATOS SOBRE RIESGOS PARA LA SALUD</b>
<b>RUTAS DE EXPOSICIÓN:</b>
<b>INGESTIÓN: NO INHALACIÓN: NO ABSORCIÓN: NO CONTACTO: NO OJOS: NO</b>
<b>EFFECTOS AGUDOS:</b> El contacto repetido o prolongado con la piel puede resultar en irritación. Por ingestión causará náuseas, vómito, e irritación gastrointestinal.
<b>EFFECTOS CRÓNICOS:</b>
<b>CONDICIONES MÉDICAS AGRAVADAS POR SOBREXPOSICION:</b> Medidas y auxilios
<b>INGESTIÓN:</b> Si el paciente está consciente no induzca al vómito.
<b>INHALACIÓN:</b> Traslade la víctima a un sitio fresco. Si no respira utilice respiración cardiopulmonar.
<b>PIEL:</b> Quite la ropa contaminada. Lave las áreas de contacto con agua y jabón.
<b>OJOS:</b> Lávelos con abundante agua durante unos 15 minutos.
<b>EN TODOS LOS CASOS LLAME AL MEDICO.</b>
<b>CARCINOGENICO: NO</b>
<b>EMBRIOTOXICO: NO</b>
<b>MUTAGÉNICO: NO</b>

<b>TERATOGENICO:</b> NO
<b>MEDIDAS PREVENTIVAS</b>
<b>PROTECCIÓN PERSONAL</b>
<b>PROTECCIÓN RESPIRATORIA:</b> No se requiere bajo condiciones ordinarias de uso y con adecuada ventilación.
<b>GUANTES PROTECTORES:</b> Impermeables.
<b>PROTECCIÓN OCULAR:</b> Gafas de seguridad
<b>OTRAS:</b>
<b>CONTROLES DE INGENIERÍA ESPECÍFICOS</b>
<b>VENTILACIÓN LOCAL EXHAUSTIVA:</b> Extractores generales y locales para mantener los requerimientos del TLV.
<b>VENTILACIÓN MECÁNICA:</b>
<b>CONTROLES ESPECIALES:</b>
<b>PRECAUCIONES DE ALMACENAMIENTO Y MANEJO</b>
<b>ÁREAS:</b> Frescas, limpias, bien ventiladas, alejadas de toda fuente de ignición.
<b>RECIPIENTES:</b> Limpios y bien cerrados, alejados de posibles fuentes de ignición.
<b>CÓDIGO DE COLORES PARA ALMACENAMIENTO:</b>
<b>OTROS:</b>
<b>PROCEDIMIENTO EN CASO DE DERRAMES Y FUGAS</b>
Suministre adecuada ventilación. Aleje toda fuente de ignición. Absorba en arena o tierra. Recoja en un recipiente limpio para disposición posterior.
<b>PROCEDIMIENTO PARA DISPOSICIÓN DE RESIDUOS</b>
Intente recuperar o incinere en forma adecuada

## ANEXO C

## ESPECIFICACIONES BASES LUBRICANTES

BASE PARAFINICA LIVIANA (BP - 22 H/F)				
CLASE: Base lubricante parafínica				
REFERENCIA: Norma Icontec 1840 (Pendiente actualización)				
FECHA DE ACTUALIZACIÓN: ENERO DE 2001				
PROPIEDADES MÉTODO UNIDADES ESPECIFICACIÓN				
	ASTM	MIN	MAX	
Color	D 1500			1.5
Corrosión lámina de cobre	D 130			1
obtenido de agua y sedimento	D 96	% Vol.		0.05
Índice de viscosidad	D 2270		95	
Volatilidad	D 2887	% Vol.		15
Punto de inflamación	D 92	°C(°F)	200(392)	0(32)
Punto de fluidez	D 5949	°C(°F)		
Tiempo de separación de la emulsión	D 1401	Minutos		15
Viscosidad a 100°C	D 445	mm <sub>2</sub> /s	4.3	5

BASE PARAFINICA MEDIA (BP - 68 H/F)				
CLASE: Base lubricante parafínica				
REFERENCIA: Norma Icontec 1840 (Pendiente actualización)				
FECHA DE ACTUALIZACIÓN: ENERO DE 2001				
PROPIEDADES MÉTODO UNIDADES ESPECIFICACIÓN				
	ASTM	MIN	MAX	
Color	D 1500			3.5
Corrosión lámina de cobre	D 130			1
obtenido de agua y sedimento	D 96	% Vol.		0.05
Índice de viscosidad	D 2270		95	
Punto de fluidez	D 5949	°C(°F)		0(32)
Punto de inflamación	D 92	°C(°F)	220(428)	
Tiempo de separación de la emulsión	D 1401	Minutos		15
Viscosidad a 100°C	D 445	mm <sub>2</sub> /s	8	9

BASE PARAFINICA BRIGHT STOCK (BP - 320 H/F)				
CLASE: Base lubricante parafínica				

REFERENCIA: Norma Icontec 1840 (Pendiente actualización)				
FECHA DE ACTUALIZACIÓN: ENERO DE 2001				
<b>PROPIEDADES MÉTODO UNIDADES ESPECIFICACIÓN</b>				
	<b>ASTM</b>		<b>MIN</b>	<b>MAX</b>
Color	D 1500			6.0
Corrosión lámina de cobre	D 130			1
Contenido de agua y sedimento	D 96	% Vol.		0.05
Índice de viscosidad	D 2270		85	
Punto de fluidez	D 5949	°C(°F)		0(32)
Punto de inflamación	D 92	°C(°F)	268(514.4)	
Tiempo de separación de la emulsión	D 1401	Minutos		15
Viscosidad a 100°C	D 445	mm <sup>2</sup> /s	28.0-34.0	

<b>BASE NAFTENICA MEDIA (BN - 100H)</b>				
CLASE: Base lubricante nafténica				
REFERENCIA: Norma Icontec 1840 (Pendiente actualización)				
FECHA DE ACTUALIZACIÓN: ENERO DE 2001				
<b>PROPIEDADES MÉTODO UNIDADES ESPECIFICACIÓN</b>				
	<b>ASTM</b>		<b>MIN</b>	<b>MAX</b>
Color ASTM	D 1500			3.5
Corrosión lámina de cobre, 3h a 100°C	D 130			1
Contenido de agua y sedimento	D 96	% Vol.		0.05
Índice de viscosidad	D 2270		40	
Número de neutralización	D 664	mg KOH/g		0.05
Punto de fluidez	D 5949	°C(°F)		.15 (5)
Punto de inflamación	D 92	°C(°F)	200(392)	
Residuo carbón Conradson	D 4530 [1]	%masa		0.2
Viscosidad a 100°C	D 445	mm <sup>2</sup> /s (ssu)	7.6(51.1)	10.1 ( 59.6)

<b>BASE NAFTENICA PESADA (BN - 460H)</b>				
CLASE: Base lubricante nafténica				
REFERENCIA: Norma Icontec 1840 (Pendiente actualización)				
FECHA DE ACTUALIZACIÓN: ENERO DE 2001				
<b>PROPIEDADES MÉTODO UNIDADES ESPECIFICACIÓN</b>				
	<b>ASTM</b>		<b>MIN</b>	<b>MAX</b>
Color ASTM	D 1500			5
Corrosión lámina de cobre, 3h a 100°C	D 130			1
Contenido de agua y sedimento	D 96	% Vol.		0.05
Índice de viscosidad	D 2270		41	
Número de neutralización	D 664	mg KOH/g		0.08
Punto de fluidez	D 5949	°C(°F)		.4(25)
Punto de inflamación	D 92	°C(°F)	240(464)	
Residuo carbón Conradson	D 4530 [1]	%masa		0.6
Viscosidad a 100°C	D 445	mm <sup>2</sup> /s (ssu)	16.3(83.1)	19.9(98.1)

