

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

Guillermo Salas Caicho¹, Jorge Duque Rivera²

¹ Tesista de Ingeniería en Mecánica; email: gasalas@espol.edu.ec

² Director de Tesis, Ingeniero Mecánico; email: jduque@espol.edu.ec

RESUMEN

En Guayaquil, la disposición final ambientalmente segura de los aceites lubricantes usados es un problema que las empresas industriales y/o comerciales tienen que enfrentar. Este trabajo efectúa una evaluación experimental para una regeneración de un aceite comercial, como lo es el SAE 40. El proceso de regeneración que se probó, consta de tres etapas en un mismo equipo: Pre-tratamiento, Deshidratación térmica y Filtración.

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

Se efectúa un diseño experimental factorial 2³ completamente aleatorizado con 3 factores, 2 niveles y 2 réplicas, para el análisis de los tratamientos. El resultado más favorable es 180° C/ 90 min/ 30 psi, el cual reduce los sedimentos a 0.12 %v, agua 0.055 %v, cenizas sulfatadas 0.875% peso y pH a 7.025. Con respecto a las propiedades físicas del aceite, la viscosidad a 40° C es de 44.5 cSt, bajando a un grado (SAE 30), pero con un IV de 77.6, el cual podría ser no tan útil para su re-utilización y más bien habría que buscar otra aplicación para este aceite tratado.

IV: Índice de viscosidad, SAE: Sociedad de Ingenieros Automotrices

ABSTRACT

In Guayaquil, the environmentally disposal sound of used lubricant oils is a problem that the industrial and/or commercial companies have to face. This work makes an experimental evaluation of a regeneration for a commercial oil, as the SAE 40. The regeneration process that was tested, consists of three stages in one equipment: Pre-treatment, Thermal Dehydration and Filtration.

A prototype with a capacity of 400 CC of oil, electric heater of 300 W and a packed bed of dehydrated zeolites of 181.8 g was built for the implementation of the process.

A 2³ factorial experimental in completely randomized design is made with 3 factors, 2 levels and 2 replicas, for the analysis of the treatments. The most favorable result is 180° C / 90 min / 30 psi, which decrease the silts to 0.12 %v, water 0.055 %v, sulfated ash 0.875% weight and pH at 7.025. With regard to the physical properties of the oil, the viscosity to 40° C is of 44.5 cSt, going down to a degree (SAE 30), but with a IV of 77.6, which could not be so useful for its re-use and rather it would be necessary to look for another application for this oil treaty.

INTRODUCCIÓN

Existen diversos estudios de factibilidad para la recolección y el reciclaje del aceite automotor usado en nuestro país ^[1]. Los cuales muestran que el consumo de aceite ha ido incrementando ligeramente y lineal o exponencialmente, motivo preocupante por la necesidad de un programa de recolección, selección para una posible regeneración de los aceites lubricantes usados.

La transportación de Guayaquil produce un gran volumen de aceites lubricantes usados. Según información disponible de Fundación Natura y Swisscontact, muestra que el consumo de aceite de los vehículos automotor fue de aproximadamente de 2,168,000 galones en 1995. Otro estudio obtenido gracias a las estadísticas de vehículos matriculados en el país durante 1997 y proyectando los consumos por tipo de vehículo durante un año, mostró que en la provincia del Guayas se consume 2,668,559 galones/ año. Además se conoce que en 1996 las descargas de aceite y grasa fue de 613.62 ton/ año, el cual creció ligeramente en el 2001 a 730 ton/ año, y la concentración de estos aceites y grasas en el límite urbano fue de 300 mg/L en algunos canales de la urbe, cuando la máxima concentración permitida debería ser de 20 mg/L.

Este trabajo evalúa experimentalmente un proceso de depuración multi-etapa para la posible regeneración de aceites lubricantes usados; considerando la facilidad de construcción y manipulación, factibilidad del costo del proceso en nuestro medio, y eficacia de la depuración. Este

proceso es parte de dos tipos de procesos de Regeneración por Lavado y Re-refinamiento ácido/ zeolita ^[2].

Con la selección del tratamiento se pretende que con el cambio de niveles de factores a experimentar como: temperatura, tiempo y presión de aire, cambien las propiedades físicas del aceite como viscosidad, índice de viscosidad, °API, contenido de cenizas, además de reducir niveles de agua, sedimentos y neutralizar el aceite por la acidez presente en este.

Se construye un prototipo hermético para la evaluación experimental; debido a las altas temperaturas a trabajar (130 – 180° C), se realiza un proceso de hermetización del prototipo. El diseño del calentador eléctrico según recomendaciones del fabricante, debe ser externo para que no se impregnen los contaminantes del aceite y se recaliente la resistencia. Finalmente probamos con zeolitas deshidratadas como tierra filtrante, realizando algunas pruebas de filtración a presión constante y observando el volumen de filtrado en un tiempo determinado y el porcentaje de sedimentos, para la selección del tamaño de grano y cantidad de zeolita en el proceso de depuración.

Finalmente se realiza un diseño experimental factorial ²³ completamente aleatorizado con dos niveles, tres factores y dos réplicas, para la selección de los mejores niveles de los factores que tienen influencia más significativa en las variables de respuesta analizadas en el presente trabajo;

estableciendo una posible regeneración de aceites lubricantes y/o el uso de estos aceites usados en aplicaciones menos exigentes.

METODOLOGÍA

Se considera regenerar aceite mineral mono-grado de automotor SAE 40, por ser un aceite comercial y tener una referencia en sus propiedades ante una posible regeneración. Sin embargo, es importante que este aceite cumpla con ciertas regulaciones establecidas por la EPA (Tabla 1), para no ser considerado este aceite como un desecho peligroso e invalidar su regeneración.

Tabla 1. Límites contaminantes de aceites usados.

Elemento/Propiedad	Nivel aceptable
Arsénico	5 ppm máx.
Cadmio	2 ppm máx.
Cromo	10 ppm máx.
Plomo	100 ppm máx.
Punto de inflamación	100 ° F min
Total de halógenos	4000 ppm máx.
PCB	2 ppm máx.
Cenizas sulfatadas	0.6 % peso

Fuente: *Standard for the Management of Used Oil, 40-CFR 279* ^[1]

Con respecto a las *degradaciones del aceite*, el SOS Services program ^[3] analiza nueve diferentes sustancias: Cu, Fe, Cr, Pb, Sn, Al, Mo, Si y Na. Por lo general son desgastes de metales encontrados en motores y máquinas, excepto el silicio (indica generalmente suciedad) y el sodio (indica agua o algún refrigerante). Ciertos elementos en una muestra puede ser debido a aceites aditivados más que el desgaste de un sistema.

Además se detecta hollín, que es un residuo insoluble de la combustión incompleta del combustible. Una cantidad de combustible no quemado (gasolina o diesel) es disuelta en el aceite, y de esta cantidad, hay presencia de hidrocarburos ligeros como el producto de las cadenas rotas de hidrocarburos pesados, incluyendo hidrocarburos poli-aromáticos (PAH) debido a esta combustión incompleta del combustible. Cuando existe una concentración elevada, ocurre la depleción y eventualmente el incremento de viscosidad del aceite.

La oxidación ocurre en aceites de transmisión, hidráulicos y motores, este es un proceso químico que se empieza a presentar en el aceite una vez que la reserva alcalina proveniente de los aditivos antioxidantes ó de los detergentes-dispersantes se empieza a agotar. Los factores que influyen y aclaran el proceso son: Azufre S, proviene de la base lubricante cuando es derivada del petróleo y del combustible no quemado cuando se trata de aceites automotriz. El oxígeno proviene del aire y su presencia es inevitable. El dióxido de azufre (SO₂), es el resultado de la oxidación parcial del aceite y se presenta cuando se agota la reserva alcalina del aceite. El agua puede estar presente en el aceite por condensación de la humedad del aire presente dentro del equipo, o por la contaminación del aceite ya sea durante su almacenamiento ó porque los sellos ó retenedores del equipo están en mal estado. Cualquier cantidad por encima de 0.5 % vol es considerada excesiva. Las partículas Cu y Fe, actúan como catalizadores del proceso de oxidación; estas partículas pueden

provenir del desgaste normal o anormal de los mecanismos lubricados. El ácido sulfúrico (H_2SO_4), producto final cuando el aceite se oxida y se presenta cuando la reserva alcalina tanto de los aditivos como de la base lubricante se agota. Una vez que el aceite alcanza esa condición, se debe cambiar y la única manera de recuperar la base lubricante es por destilación o por procesos químicos, como el tratamiento con tierra de Fuller o zeolitas. La tabla II muestra las propiedades del aceite SAE 40 usado en el experimento.

Tabla II. Propiedades del aceite SAE 40 usado

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

Selección del tratamiento

La selección del proceso se basa en mejorar las propiedades del aceite usado para aplicaciones menos exigentes, principalmente la viscosidad, punto de inflamación, índice de viscosidad, ° API y densidad del aceite que identifican a un aceite de grado SAE. Además se pretende reducir el porcentaje de agua y sedimentos, de cenizas y la neutralización del nivel de ácido presente en el aceite, extrayendo ciertos procesos claves tanto en la regeneración por lavado como la re-refinación ácido/ zeolita.

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

En el *pre-tratamiento*, al aceite usado se le añade una concentración molar de ácido sulfúrico (H_2SO_4) de 2 M, con una mezcla de ácido sulfúrico de 5% vol; la acción del ácido sulfúrico como deshidratador forma sulfatos y agua, formando un lodo insoluble. Luego se calienta a una temperatura de 120° C por 40 minutos a presión atmosférica, para eliminar el agua contenida en el aceite lubricante usado. Este pre-tratamiento es la forma más simple de depurar un aceite y es típicamente usado en las regeneraciones [4]. No se varía las concentraciones del ácido sulfúrico y se utiliza una menor concentración para prevenir el nivel de pH bajo en el aceite. La cantidad de volumen del ácido es mínima tal que al ser mezclado con el aceite baja su punto de ebullición y con un ligero calentamiento se pretende reducir el porcentaje de volumen de agua y parte de este ácido.

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

La *filtración*: Después de terminar la deshidratación térmica, por la presión asociada al calentamiento, algo del aceite fluirá a través de un

lecho compacto de zeolitas de granulometría determinada y de su filtro papel resina de 5 µm. En este lecho los compuestos sulfatados se remueven por adsorción y se filtran partículas metálicas. Para completar la depuración se filtra el aceite forzándolo con presiones de aire a experimentar a fluir por el lecho de zeolitas CLI y del papel resina.

Selección de los factores y niveles a experimentar

Los niveles de los factores estudiados son:

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

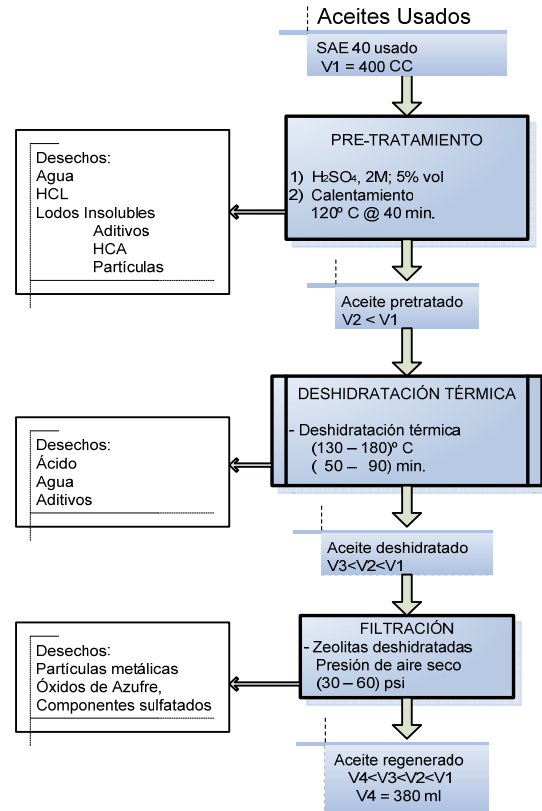
La *temperatura*, es el parámetro más importante que influye sobre las variables de respuestas del aceite usado. Al aumentar la temperatura se eliminan algunos compuestos volátiles, hidrocarburos ligeros y agua, por lo que siempre aumenta la viscosidad de un lubricante al realizar este tipo de tratamiento. Si se necesita un aceite de más viscosidad, se calienta a temperatura entre 130 y 325° C a presiones reducidas y por tiempos extendidos; por lo general los aceites lubricantes tienen una estabilidad térmica hasta 371° C [4].

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

el contacto del aceite con la zeolita (por lo menos de 30 minutos).

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

Fig.1. Procesos de depuración aplicado al aceite SAE 40 usado.



El prototipo experimental se diseña en base a los niveles de factores seleccionados. Para la hermetización del equipo de prueba se muestra los resultados finales en la tabla III. Se procede a un diseño y consrucción del cuerpo cilíndrico y las tapas roscadas. Luego se hermetiza seleccionando los sellos

tipo O (VMQ silicona) y lámina de asbesto comprimida S1212.

Tabla III. Recipiente PV-S04

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

Máx. Presión interna, psi	Máx. Presión externa, psi
100	0
Máx. Temperatura, ° C	Mín. Temperatura, ° C
200	ambiente
Presión de prueba, psi	a temperatura ° C
120	27

La resistencia eléctrica es de tipo banda, con una potencia de 300 W, 220 V, máxima temperatura de 200° C, y un control de temperatura análogo (error ±5° C) y una termocupla J.



Fig.2. Prototipo de prueba

Con respecto a la zeolita se realizan pruebas de filtrado a presión constante y se escoge un lecho de zeolitas tipo CLI de 181.8 g (34 % peso) con un tamaño de grano de 150 µm y con una altura del lecho poroso de 15 mm.

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

Diseño Experimental

Para la determinación de los resultados del mejor tratamiento a mejorar las propiedades del aceite SAE 40 usado se sometieron los datos a un diseño experimental factorial 2^3 completamente aleatorizado con dos repeticiones y se analizó los efectos significativos con un análisis de la varianza [5].

El estadístico para probar las hipótesis hechas en el modelo

experimental es $F_0 = \frac{MS_{Tratamientos}}{MS_{Error}}$,

las hipótesis nulas H_0 que se formulan se rechazan si $F_0 > F_{0.05,1,8}$, donde $F_{0.05,1,8}$ es el

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

La tabla IV da los tratamientos que minimizan y maximizan las variables de respuesta estudiadas.

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

Tabla IV. Nivel de los factores en las que maximizan o minimizan las variables de respuesta

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

CONCLUSIONES y RECOMENDACIONES

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

Se puede mejorar el índice de viscosidad con mejoradores de IV en proporciones recomendadas.

Recurriendo a un diseño experimental factorial 2^3 completamente aleatorizado y por medio de un análisis de la varianza se escogieron los efectos más significativos. Estos efectos tuvieron concordancia lógica con respecto a lo esperado:

- i) Incremento de la viscosidad por efecto de la temperatura.
- ii) Reducción del porcentaje de agua.

- iii) Aumento del punto de inflamación, por lo que el aceite es de baja volatilidad.
- iv) Neutralización del aceite debido a la zeolita CLI.
- v) Reducción de cenizas.

Con la deshidratación térmica y posterior filtración por el lecho de zeolitas se mejoran los puntos de inflamación. Se eliminan los compuestos orgánicos volátiles con una temperatura de 180° C y con presiones de aire seco de 30 psi, bajando la volatilidad del aceite regenerado.

La neutralización del aceite se debe en su mayor parte al lecho de zeolita con un 34 % peso y un tamaño de grano de 150 µm. Con presiones de aire seco sobre el aceite de 30 psi, hay mayor tiempo de contacto para que ocurra un proceso de adsorción de la zeolita con compuestos ácidos del aceite.

Con los resultados descritos en el Diseño Experimental, se recomendaría para una próxima realización del mismo, un nuevo diseño tomando como parámetros la concentración de ácido sulfúrico, camas de tierras diatomeas (Natril y Tonsil) y zeolitas, tamaño de grano de estas tierras y cantidad de tierra con respecto al aceite a tratar. Por la cantidad de experimentos y más factores a experimentar (más de 3 factores) sería recomendable realizar un diseño experimental fraccionado.

Es recomendado que para una posible re-utilización del aceite se realice pruebas en una máquina o motor para comprobar su

estabilidad térmica, oxidación y el comportamiento de la película hidrodinámica del lubricante, así como su tiempo de vida. Recuérdese que las propiedades del aceite son necesarias pero no suficientes para la re-utilización en un motor.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

[2] J. George Wills, Lubrication Fundamentals Mobil (New York, 1980), chapter 1 and 16.

[3] SOS, Services Test for Caterpillar Engine, Keeping and oil analysis, 2001.

[4] Flores Pérez, Aguilera Zúñiga, "Clarificación y Regeneración de Aceites Dieléctricos" (Tesis, Facultad de Ingeniería Química, Universidad de Guayaquil, 2000), Capítulo 2: Proceso de Regeneración de Aceite.

[5] Robert L. Mason, Statistical Design and Analysis of Experiments, (New York 1989), chapter 7: Factorial Experiments in completely Randomized designs.