

**UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO**

**Colegio de Ciencias e Ingeniería**

**Diseño, construcción y puesta en marcha de un reactor  
de lecho fijo en acero inoxidable para el craqueo  
catalítico de aceites lubricantes usados**

**Trabajo de titulación**

**Cintia Molina Barrera**

**Ingeniería Química**

Trabajo de Titulación presentado como requisito  
para la obtención del título  
de Ingeniera Química

Quito, 28 de julio de 2015

**UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO**  
**COLEGIO DE CIENCIAS E INGENIERÍA**

**HOJA DE CALIFICACIÓN**  
**DE TRABAJO DE TITULACIÓN**

**Diseño, construcción y puesta en marcha de un reactor de lecho fijo en  
acero inoxidable para el craqueo catalítico de aceites lubricantes usados**

**Cintia Molina Barrera**

Calificación:

Nombre del profesor, Título académico

Daniela Almeida Streitwieser, Dr.-Ing.

Firma del profesor

\_\_\_\_\_

Quito, 28 de julio de 2015

## Derechos de Autor

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

Firma del estudiante: \_\_\_\_\_

Nombres y Apellidos : Cintia Molina Barrera

Código: 00103437

Cédula de identidad: 1718542333

Lugar y fecha: Quito, julio de 2015

## **DEDICATORIA**

Este trabajo se lo dedico a mis padres, primero por darme la vida y segundo por siempre ser mi guía en mi vida personal, espiritual y académica. También se lo dedico a mi ángel, mi abuelito Albertito, que desde el cielo siempre tengo una luz que me guía en cada paso que doy y sé que ahora él fue mi guía y apoyo para culminar este trabajo.

## AGRADECIMIENTOS

Estos agradecimientos se lo debo primero a Dios por ser mi guía espiritual.

A mis padres por darme la oportunidad de estudiar en esta Universidad de la que siempre seré orgullosa, agradecerles también por ser siempre mi apoyo y ejemplo en todos los momentos de mi vida.

A mis hermanas, por ser siempre mi apoyo incondicional, por brindarme sus consejos y sonrisas.

A mi novio, por ser parte de esta experiencia universitaria y ser siempre mi consejero en todo momento.

A mis profesores del Departamento de Ingeniería Química, porque de cada uno de ellos me llevo un ejemplo de ser humano y profesional. Gracias por impartirnos siempre sus conocimientos.

Un especial agradecimiento a Daniela Almeida, Directora del Departamento de Ingeniería Química, por ser mi Directora del proyecto de titulación y por darme la oportunidad de ser su asistente. Me llevo muchas enseñanzas impartidas por usted de las que siempre estaré agradecida.

A Nelson Herrera, profesor del Departamento de Ingeniería Electrónica, por toda su ayuda, dedicación, e interés.

Agradecerles a mis amigos de mi carrera, especialmente a los cuatro con los que compartí los cinco años de esta vida universitaria, de los que me llevo muchos recuerdos, experiencias y momentos que nunca me olvidaré. Gracias porque de cada uno de ustedes me llevo algo especial.

A la empresa Bolivar International Supply S.A., distribuidor autorizado de la empresa Swagelok, por su auspicio en todos los implementos y accesorios para la construcción de este proyecto.

## RESUMEN

El aceite lubricante usado es un desecho que ha causado un grave daño ambiental, ya sea en el aire, en el suelo y en el agua. Dado este problema, se ha visto la oportunidad de implementar un proceso en el que a este desecho se lo pueda aprovechar y reutilizar. A partir del aceite lubricantes usado se pueden obtener combustibles alternativos similares a los de venta comercial, es por eso que se ha rediseñado un sistema para craqueo catalítico de estos aceites lubricantes usados que incluye una zona de calentamiento, de craqueo y una columna de destilación.

A partir de este diseño, se eligió el material adecuado para la construcción que es el acero inoxidable, por sus propiedades anticorrosivas, y resistencia a altas presiones y temperaturas. También, se acopló un sistema de bombeo y control de temperatura a lo largo del proceso.

Durante la puesta en marcha, se realizaron pruebas de hermeticidad con agua, pruebas en caliente con agua y una mezcla etanol-agua; y posteriormente pruebas de craqueo térmico y catalítico. En la prueba de craqueo catalítico se utiliza como catalizador los aluminosilicatos mesoporosos con Zn al 2% y vidrio como inerte.

Los resultados que se obtienen son favorables ya que se logró optimizar el craqueo al cambiar el material del reactor e implementar un nuevo sistema de control de temperatura.

## ABSTRACT

Used lubricating oil is a waste that has caused a severe damage to environment, air, soil and water. Given this problem, there is an opportunity to start a process in which this waste can be taken into advantage and reused. With this used lubricating oil we can obtain alternative fuels similar to those sold in the market, and this is why a new system has been redesigned for catalytic cracking of these lubricating oils that include a heating zone, cracking and a distillation column.

With this design, the adequate material was chosen for the construction such as stainless steel, due to its anticorrosive properties and its resistance to high pressure and temperature. A pumping system as well as a temperature control system was also chosen to work throughout the whole process.

During the process, sealing tests with water were done, warm system tests were run with water and with a combination of both, water and ethanol and afterwards, thermic cracking and catalytic cracking tests were also done. On the catalytic cracking test aluminum silicate mesoporous were used as catalyzer with Zn 2% and glass as inert.

The obtained results are favorable since the cracking was optimized by changing the material of the reactor and applying a new temperature controlling system.

## **TABLA DE CONTENIDO**

<b>1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>16</b>
<b>1.1. Antecedentes.....</b>	<b>16</b>
<b>1.2. Justificación del proyecto .....</b>	<b>17</b>
<b>1.3. Objetivos .....</b>	<b>18</b>
1.3.1. Objetivo general.....	18
1.3.2. Objetivos específicos .....	18
<b>2. MARCO TEÓRICO.....</b>	<b>19</b>
<b>2.1. Aceite lubricante .....</b>	<b>19</b>
<b>2.2. Aceite lubricante usado .....</b>	<b>19</b>
2.2.1. Reglamentos y proyectos sobre el aceite lubricante usado en el Distrito Metropolitano de Quito .....	21
<b>2.3. Combustibles alternativos .....</b>	<b>22</b>
<b>2.4. Craqueo catalítico de combustibles .....</b>	<b>23</b>
2.4.1. Catalizadores utilizados en el craqueo catalítico .....	23
<b>2.5. Diseño del proceso.....</b>	<b>25</b>
2.5.1. Reactor de lecho fijo para el craqueo catalítico .....	25
2.5.2. Sistema de calentamiento considerando transferencia de calor por convección interna forzada .....	29
2.5.3. Columna de destilación flash.....	35
2.5.4. Sistema de control de temperatura.....	37
<b>2.6. Criterios para la construcción del sistema.....</b>	<b>38</b>
<b>2.7. Caracterización de la materia prima y del producto final .....</b>	<b>41</b>
2.7.1. Ensayo de destilación por cromatografía de gases y espectroscopia de masa (GC-MS).....	41
2.7.2. Determinación de gravedad API.....	42
2.7.3. Determinación del contenido de azufre .....	43
2.7.4. Viscosidad cinemática .....	44
<b>3. CONSTRUCCIÓN .....</b>	<b>46</b>
<b>3.1. Construcción del sistema para el craqueo catalítico de aceites lubricantes usados .....</b>	<b>46</b>



3.1.1.	Construcción del sistema de calentamiento .....	46
3.1.2.	Construcción del reactor de lecho fijo .....	49
3.1.3.	Construcción de la columna de destilación .....	50
<b>3.2.</b>	<b>Materiales de construcción del reactor de lecho fijo, precalentamiento y la columna de destilación flash .....</b>	<b>52</b>
3.2.1.	Equipos y accesorios principales para la construcción.....	52
3.2.2.	Herramientas para la construcción.....	56
3.2.3.	Accesorios auxiliares .....	56
3.2.4.	Sistema de control de temperatura.....	57
3.2.5.	Termocuplas .....	58
3.2.6.	Sistema de bombeo .....	58
<b>3.3.</b>	<b>Costos de inversión del proyecto .....</b>	<b>60</b>
<b>3.4.</b>	<b>Lógica de operación del sistema de craqueo catalítico .....</b>	<b>60</b>
<b>3.5.</b>	<b>Preparación del catalizador de aluminio silicato meso poroso con Zn al 2% .....</b>	<b>67</b>
3.5.1.	Reactivos para la preparación del catalizador de aluminio silicato .....	67
3.5.2.	Procedimiento para la preparación del catalizador de aluminio silicato .....	68
<b>4.</b>	<b>RESULTADOS Y PUESTA EN MARCHA .....</b>	<b>70</b>
<b>4.1.</b>	<b>Armado y puesta en marcha del proceso de craqueo y destilación.....</b>	<b>70</b>
4.1.1.	Sistema de bombeo .....	70
<b>4.2.</b>	<b>Problemas presentados durante la puesta en marcha .....</b>	<b>73</b>
4.2.1.	Manta de calentamiento .....	73
4.2.2.	Relleno de la columna de destilación .....	74
<b>4.3.</b>	<b>Calibración de la bomba y del sistema de calentamiento.....</b>	<b>76</b>
4.3.1.	Con agua .....	76
4.3.2.	Destilación de la mezcla etanol-agua .....	76
<b>4.4.</b>	<b>Puesta en marcha en frío con agua y etanol-agua.....</b>	<b>77</b>
<b>4.5.</b>	<b>Puesta en marcha en caliente con aceite lubricante usado.....</b>	<b>81</b>
4.5.1.	Craqueo térmico del aceite lubricante usado .....	82
4.5.2.	Craqueo catalítico del aceite lubricante usado.....	85
<b>4.6.</b>	<b>Caracterización de la materia prima del aceite lubricante usado.....</b>	<b>89</b>
4.6.1.	Contenido de azufre de la materia prima .....	89
<b>4.7.</b>	<b>Caracterización del producto obtenido después del craqueo catalítico .....</b>	<b>89</b>

4.7.1. Ensayo de destilación por cromatografía de gases y espectroscopia de masa (GC-MS).....	89
4.7.2. Gravedad API .....	100
4.7.3. Contenido de azufre .....	100
4.7.4. Viscosidad cinemática .....	101
<b>5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....</b>	<b>103</b>
<b>6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>105</b>
<b>7. ANEXOS .....</b>	<b>111</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1: Estructura cristalina de las zeolitas .....	24
Figura 2.2: Diseño del proceso .....	25
Figura 2.3: Nomenclatura para un reactor de flujo en pistón .....	27
Figura 2.4: Perfil de temperaturas para la transferencia de calor por convección.....	31
Figura 2.5: Mecanismo de convección interna forzada con elemento de calentamiento eléctrico.....	31
Figura 2.6: Esquema de una destilación flash .....	35
Figura 2.7: Diagrama de bloque del controlador proporcional.....	38
Figura 2.8: Esquema de la técnica instrumental GC-MS .....	41
Figura 2.9: GC-MS de marca Shimadzu modelo QP2010 Ultra .....	42
Figura 2.10: Picnómetro para medición de grados API (Roldán Vilorio, 2008) .....	43
Figura 2.11: Analizador de azufre marca HORIBA modelo SLFA 2100/2800 .....	44
Figura 2.12: Viscosímetro cinemático .....	45
Figura 3.1: Tubo de acero inoxidable que conforma la zona de calentamiento .....	46
Figura 3.2: Anillos de cerámica cubriendo la niquelina .....	46
Figura 3.3: Cubierta de fibra cerámica alrededor de la niquelina .....	47
Figura 3.4: Termocuplas tipo K.....	47
Figura 3.5: Controlador de temperatura ajustable .....	48
Figura 3.6: Sensor/Controlador de la temperatura límite .....	49
Figura 3.7: Partes del reactor de lecho fijo .....	50
Figura 3.8: Lecho fijo del reactor .....	50
Figura 3.9: Columna de destilación .....	51
Figura 3.10: Condensador.....	51
Figura 3.11: Anillos de acero inoxidable.....	52
Figura 3.12: Configuración para una circulación directa al tanque de residuos.....	62
Figura 3.13: Configuración para una recirculación pura del sistema .....	64
Figura 3.14: Configuración para la combinación entre recirculación y flujo al tanque de residuos .....	66
Figura 3.15: Diagrama de bloque para la preparación del catalizador sintético .....	69
Figura 4.1: Sistema completo para el craqueo catalítico de aceite lubricante usado.....	70
Figura 4.2: Bomba centrífuga marca GRUNDFOS.....	71

Figura 4.3: Calibración 1 bomba Grundfos .....	71
Figura 4.4: Calibración 2 bomba Grundfos .....	72
Figura 4.5: Calibración 3 bomba Grundfos .....	72
Figura 4.6: Bomba peristáltica.....	73
Figura 4.7: Lana de vidrio quemada por superar límites de temperatura .....	74
Figura 4.8: Fibra cerámica como material aislante térmico .....	74
Figura 4.9: Prueba de resistencia a altas temperaturas de canicas.....	75
Figura 4.10: Prueba de resistencia de las canicas a hidrocarburos o gasolinas .....	75
Figura 4.11: Curva de calibración de la bomba peristáltica .....	76
Figura 4.12: Recta que determina la temperatura del controlador superior e inferior.....	77
Figura 4.13: Perfil de temperaturas en las diferentes termocuplas acopladas al sistema ....	78
Figura 4.14: Calibración del Índice de refracción vs. % Volumen etanol-agua.....	79
Figura 4.15: Perfil de temperaturas ensayo etanol-agua.....	80
Figura 4.16: Perfil del % Volumen etanol vs. Tiempo .....	80
Figura 4.17: Filtración del aceite lubricante usado antes de la puesta en marcha .....	81
Figura 4.18: Secado del aceite lubricante usado.....	81
Figura 4.19: Rectas que determina la temperatura del controlador superior e inferior .....	82
Figura 4.20: Curva de calibración de la bomba peristáltica con aceite lubricante usado ....	83
Figura 4.21: Perfil de temperaturas de craqueo térmico hasta 250°C .....	84
Figura 4.22: Perfil de temperaturas de craqueo térmico hasta 350°C .....	85
Figura 4.23: Recta de controladores de temperatura para el craqueo catalítico a 360°C ....	86
Figura 4.24: Lecho fijo del reactor de craqueo catalítico .....	87
Figura 4.25: Perfil de temperatura para el craqueo catalítico a 360°C .....	88
Figura 4.26: Cromatograma de la muestra 1 correspondiente al craqueo térmico a 250°C	90
Figura 4.27: Cromatograma de la muestra 2 correspondiente al craqueo térmico a 250°C	91
Figura 4.28: Cromatograma de la muestra 1 correspondiente al craqueo térmico a 350°C	92
Figura 4.29: Cromatograma de la muestra 2 correspondiente al craqueo térmico a 350°C	94
Figura 4.30: Cromatograma de la muestra 1 correspondiente al craqueo catalítico a 360°C .....	95
Figura 4.31: Producto Final del craqueo catalítico a 360°C .....	97
Figura 4.32: Cromatograma de la muestra 2 correspondiente al craqueo catalítico a 360°C .....	97

Figura 4.33: Cromatograma de la muestra 3 correspondiente al craqueo catalítico a 360°C .....	98
Figura 4.34: Análisis del contenido de azufre de las fases del producto final.....	101
Figura 4.35: Viscosidad cinemática de las fases del producto final del craqueo catalítico .....	102

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1: Contaminantes más comunes del aceite lubricante usado (Montoro, Pujol, & et.al, 2010) .....	20
Tabla 2.2: Ejemplos de combustibles alternativos y su fuente de obtención (Hackenberg, 2010).....	22
Tabla 2.3: Ventajas y desventajas de un reactor de lecho fijo (Davis & Davis, 2003) .....	26
Tabla 2.4: Datos cinéticos de la reacción .....	26
Tabla 2.5: Parámetros de diseño .....	29
Tabla 2.6: Valores calculados de los parámetros de diseño para el reactor de lecho fijo ...	29
Tabla 2.7: Parámetros de diseño .....	32
Tabla 2.8: Parámetros utilizados para el diseño del cilindro de calentamiento .....	34
Tabla 2.9: Parámetros de operación para la columna de destilación .....	36
Tabla 2.10: Parámetros de diseño para la columna de destilación .....	37
Tabla 2.11: Tipos de aceros inoxidables, características, propiedades y ejemplos (Romeva, 2008).....	40
Tabla 2.12: Grados API para los tipos de combustibles comerciales (Intriago, 2014) .....	43
Tabla 3.1: Equipos principales .....	52
Tabla 3.2: Accesorios principales (Swagelok, 2015) (Forum Energy Technologies, 2015) (Retena, 2014).....	54
Tabla 3.3: Herramientas para la construcción (Swagelok, 2015) .....	56
Tabla 3.4: Accesorios auxiliares (Swagelok, 2015) .....	56
Tabla 3.5: Elementos sistema de control .....	57
Tabla 3.6: Elementos de las termocuplas .....	58
Tabla 3.7: Elementos del sistema de bombeo .....	59
Tabla 3.8: Costos de inversión del proyecto .....	60
Tabla 3.9: Configuración para una circulación directa al tanque de residuos .....	63
Tabla 3.10: Configuración para una recirculación pura del sistema .....	65
Tabla 3.11: Configuración para la combinación entre recirculación y flujo al tanque de residuos .....	67
Tabla 3.12. Características y cantidades de los reactivos para la preparación del catalizador .....	67

Tabla 4.1: Ecuaciones que determinan las temperaturas en el controlador superior e inferior para el ensayo en agua y mezcla etanol-agua .....	77
Tabla 4.2: Ensayo con agua .....	78
Tabla 4.3: Ensayo con etanol-agua .....	79
Tabla 4.4: Ecuaciones que determinan las temperaturas en el controlador superior e inferior para el ensayo de craqueo térmico y catalítico de aceite lubricante usado .....	82
Tabla 4.5: Ensayo craqueo térmico aceite lubricante usado hasta 250°C .....	83
Tabla 4.6: Ensayo craqueo térmico aceite lubricante usado hasta 350°C .....	84
Tabla 4.7: Ecuaciones que determinan las temperaturas en el controlador superior e inferior para el ensayo de craqueo catalítico de aceite lubricante a 360°C .....	86
Tabla 4.8: Ensayo de craqueo catalítico con aceite lubricante usado a 360°C .....	87
Tabla 4.9: Caudales con la prueba de craqueo catalítico en equilibrio .....	88
Tabla 4.10: Balance de masa craqueo catalítico a 360°C .....	89
Tabla 4.11: Detalle de compuestos de la muestra 1 del craqueo térmico a 250°C .....	90
Tabla 4.12: Detalle de compuestos de la muestra 2 del craqueo térmico a 250°C .....	91
Tabla 4.13: Detalle de compuestos de la muestra 1 del craqueo térmico a 350°C .....	93
Tabla 4.14: Detalle de compuestos de la muestra 2 del craqueo térmico a 350°C .....	94
Tabla 4.15: Detalle de compuestos de la muestra 1 del craqueo catalítico a 360°C .....	96
Tabla 4.16: Detalle de compuestos de la muestra 2 del craqueo catalítico a 360°C .....	98
Tabla 4.17: Detalle de compuestos de la muestra 3 del craqueo catalítico a 360°C .....	99
Tabla 4.18: Grados API de las fases del producto final de craqueo catalítico .....	100

# 1. INTRODUCCIÓN

## 1.1. Antecedentes

En la actualidad, el desarrollo de nuevas fuentes de energía es uno de los principales desafíos a los que se enfrenta la sociedad. Una alternativa son los combustibles sintéticos que se pueden obtener a partir de los aceites lubricantes usados, conocidos también como aceites quemados (Trujillo Cruz & Suntaxi Llumiquinga, 2009). El aceite quemado tiene un alto potencial como combustible sintético ya que tiene un alto poder calorífico. Según Trujillo y Suntaxi, 1 m<sup>3</sup> de aceite usado contiene un valor energético de 40 000kJ (45kJ/kg) (Trujillo Cruz & Suntaxi Llumiquinga, 2009).

Además, estos desechos representan un grave problema ambiental, ya que se producen en grandes cantidades y contaminan suelo, aire y agua. Por lo que es necesario implementar nuevas alternativas donde el desecho se reutilice como materia prima (Proaño & Crespo, 2009). Según un estudio, 1 litro de aceite usado contamina 1 millón de litros de agua. Si se queman 5L se contamina 1 millón de m<sup>3</sup> de aire y para que el suelo se recupere de este aceite, se requieren 15 años (Acosta, Moctezuma-Zárate, Cárdenas, & Gutiérrez, 2007).

Según la Subsecretaría de industrias e innovación tecnológica del Ecuador, en diciembre del 2011 se recolectan 70.000 galones del aceite lubricante usado en la ciudad de Quito, pero esta cifra sigue en aumento (MIPRO, 2011). En la ciudad de Quito desde el 2008 hasta la actualidad, la empresa privada Biofactor S.A. se encarga de la recolección, almacenamiento y venta a la empresa Guapán como combustible alternativo para los hornos cementeros (Aroil Lubricantes, 2015). El aceite lubricante usado junto con otros combustibles como el bunker y el diésel, son quemados en estos equipos térmicos (Vázquez, 2013). Este es uno de los planes para el control ambiental que ha implementado el Municipio de Quito (MIPRO, 2011).

Existen otras alternativas para la reutilización del aceite lubricante, como por ejemplo su conversión a combustibles como diésel y gasolina. El Laboratorio de Desarrollo de Energías Alternativas (LaDEA) de la Universidad San Francisco de Quito ha explorado esta posibilidad mediante el proyecto CAP-Fuel desde el año 2008. La conversión del aceite usado se ha realizado primeramente mediante cracking térmico (Játiva, 2011). Actualmente el proyecto se enfoca al cracking catalítico ya que este permite una reducción



sustancial de la temperatura de operación (LaDEA, 2014). A partir de estudios realizados anteriormente en el proyecto CAP-Fuel, se han obtenido resultados positivos al tener como producto final un combustible con características similares al Diésel #2 (LaDEA, 2014). Los estudios previos incluyen datos cinéticos, de diseño y construcción de un sistema de reacción, que a pesar de que se obtuvo resultados favorables, las condiciones de operación no fueron las adecuadas (Álvarez, 2014) (Vargas, 2012). En la presente investigación se mostrarán algunas de las mejoras realizadas en el diseño, construcción y puesta en marcha del reactor de lecho fijo para la conversión de aceite lubricantes usados.

## **1.2. Justificación del proyecto**

El aceite lubricante usado producido y recolectado en grandes cantidades por mecánicas, vulcanizadoras e industrias es la razón primordial para buscar nuevas soluciones al manejo adecuado y reutilización del mismo. En investigaciones previas realizadas sobre el craqueo catalítico y térmico de aceites lubricantes usados, se presentaron algunos inconvenientes en el diseño y construcción del reactor de lecho fijo utilizado para llevar a cabo estos procesos. Se pudo observar que la construcción de un reactor mediante vidrio de laboratorio, a pesar de su facilidad de obtención y del menor costo, no era un material adecuado para llevar a cabo la reacción de craqueo térmico que requiere altas temperaturas y hermeticidad. Así, en el presente trabajo se realizó el diseño del reactor considerando como material de construcción el acero inoxidable, ya que éste resiste las condiciones de operación más agresivas que son necesarias para llevar a cabo el proceso de craqueo catalítico y térmico de aceites lubricantes usados.

La investigación en un nuevo diseño de reactor para la obtención de un combustible sintético a partir de aceites lubricantes usados, es de gran importancia ya que al cambiar el material del reactor, de vidrio a acero inoxidable, i) reducirá pérdidas de calor, ii) fugas de material, iii) será más robusto y iv) tendrá una vida útil superior. Además permitirá avanzar hacia el objetivo final que es obtener un combustible que cumpla con las normas INEN establecidas para poder comercializar posteriormente el combustible obtenido.

## **1.3.Objetivos**

### **1.3.1. Objetivo general.**

Implementación de un reactor de lecho fijo en acero inoxidable para la obtención de combustibles sintéticos a partir de aceites lubricantes usados.

### **1.3.2. Objetivos específicos.**

- Diseño del reactor de lecho fijo.
- Construcción del reactor de lecho fijo en acero inoxidable.
- Realizar la puesta en marcha en frío del reactor.
- Realizar la puesta en marcha en caliente del reactor.
- Realizar balance de masa del proceso de craqueo catalítico.
- Realizar balance de energía del proceso de craqueo catalítico.
- Realizar la caracterización y análisis del producto obtenido a partir del proceso de craqueo catalítico.

## **2. MARCO TEÓRICO**

### **2.1. Aceite lubricante**

El aceite lubricante es una sustancia líquida que se utiliza en la industria automotriz así como en diferentes equipos como, por ejemplo, en compresores o turbinas (Gulf Oil International, 2015). Su función principal es evitar el desgaste originado por fricción o rozamiento entre diferentes superficies, piezas o mecanismos metálicos que se encuentren en movimiento, así como servir de refrigerante, sellante y anticorrosivo (Gulf Oil International, 2015).

El aceite lubricante puede ser de tres tipos, dependiendo de la base con la que esté formulado: mineral, sintética o semi-sintética (Ordoñez, 2012). El aceite mineral se obtiene después de un proceso de destilación y refinación del petróleo. El sintético se obtiene de transformaciones químicas y físicas que optimizan las moléculas del mismo, obteniendo un aceite de mejor calidad. La fabricación de aceites sintéticos consiste en la polimerización de moléculas de bajo peso molecular que se obtienen del cracking del petróleo, con condiciones de operación controladas que permitan obtener un aceite con una baja volatilidad y alta viscosidad. Y por último, el aceite lubricante semi-sintético es la unión de los dos primeros (Velázquez, 2013).

Las principales ventajas de usar el aceite sintético en diferentes motores y equipos, es su alta estabilidad térmica, alto índice de viscosidad y su alta cantidad de aditivos, por eso su costo es mayor comparado con el mineral (Vitess Motor Oil, 2010). Por el contrario, el aceite mineral se lo lleva a un proceso de refinación para eliminar los compuestos parafínicos mejorando así su punto de congelación, así como los nafténicos y aromáticos para mejorar su índice de viscosidad. Sin embargo, el aceite mineral al tener una mínima cantidad de aditivos, se convierte en un lubricantes más económico, con menor viscosidad y menor resistencia a las temperaturas (Vitess Motor Oil, 2010). Por estas razones es el más apto para realizar un craqueo térmico y catalítico.

### **2.2. Aceite lubricante usado**

Una vez que el aceite lubricante es utilizado, este va perdiendo diferentes propiedades físico-químicas, y se desagrada como consecuencia de las elevadas temperaturas, altas

velocidades de cizallamiento, contaminación externa y por el ambiente corrosivo en el que se desempeña (Payri González & Desantes Fernández, 2005). Además, el aceite lubricante se contamina con productos orgánicos de oxidación o procedentes del desgaste de algunos metales y sólidos de los que está compuesto el motor (Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, 2006). Una vez que el aceite lubricante ha cumplido su tiempo de uso dentro de los motores se convierte en un desecho conocido como aceite lubricante usado (Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, 2006).

El aceite lubricante usado es un residuo líquido, cuya viscosidad depende de su uso y procedencia (Gabinete de Salud Laboral y Medio Ambiente, 2006). Su color característico es negro, contiene diferentes sustancias y compuestos peligrosos que están disueltos, entre ellos los metales resultantes del desgaste del motor (Gabinete de Salud Laboral y Medio Ambiente, 2006). Los contaminantes más comunes de un aceite lubricado usado se muestran en la Tabla 2.1. Esta composición puede tener variación dependiendo del motor, la contaminación externa o la temperatura a la que se encontraba (Montoro, Pujol, & et.al., 2010).

Tabla 2.1: Contaminantes más comunes del aceite lubricante usado (Montoro, Pujol, & et.al., 2010)

<b>Compuesto</b>	<b>Consecuencia</b>
Partículas metálicas	Desgaste del motor
Óxidos metálicos	Desgaste metálico y oxidación de partículas
Polvo atmosférico e impurezas	Conductos con fugas permiten el ingreso de estas partículas al motor
Productos carbonosos	Paso de los gases de la combustión al depósito del aceite en el motor (cárter)
Agua	Condensación del vapor de la combustión o del sistema de refrigeración

La recolección y el manejo de este residuo es de gran importancia ya que como menciona la Agencia de Protección Ambiental EPA:

“El aceite de motor usado de un cambio de aceite podría contaminar hasta un millón de galones de agua dulce, equivalente al suministro anual para 50 personas” (EPA, 2012).

### **2.2.1. Reglamentos y proyectos sobre el aceite lubricante usado en el Distrito Metropolitano de Quito.**

Desde el 2004, el Municipio del Distrito Metropolitano de Quito, inicia la recolección del aceite lubricante usado que día a día se genera en las diferentes mecánicas, vulcanizadoras, industrias y concesionarias del Distrito (Beltrán, 2012). Estos lugares tienen la obligación de entregar de forma gratuita a la empresa encargada de la recolección el desecho que se recoge diariamente, y por ningún concepto comercializarlo, según la Ordenanza Municipal 213 (Beltrán, 2012). En el año 2011 solo en la ciudad de Quito se recolectaron 70.000 galones al mes de este residuo provenientes de locales o fuentes fijas (MIPRO, 2011).

Este incremento se debe a la cantidad de vehículos que cada vez aumenta y que circulan diariamente en el Distrito Metropolitano de Quito. En el 2013 transitaron 400.000 vehículos, con una tasa de crecimiento del 10-12% anual (Pacheco, 2014). Es decir, que para el año 2015 la cantidad de autos superará los 500.000 (Agencia Pública de Noticias del Ecuador y Suramérica ANDES, 2012). Sin embargo, el Comex aprobó la restricción en la importación de vehículos y según la Asociación Ecuatoriana Automotriz (AEA), la importación de vehículos se reducirá en un 55% para el 2015 (AEA, 2015). Francisco Martínez, técnico automotriz, menciona que un vehículo urbano que tiene un recorrido de 3000km cada 4 meses, cambia el aceite entre 3-4 veces al año (Mosquera, 2010).

El aceite es un desecho insoluble, que contiene diferentes sustancias tóxicas y que sufre un proceso de degradación lento (EPA, 2012). Esta es la razón que su almacenamiento es un factor importante que se debe considerar, según la EPA (Environmental Protection Agency), los recipientes usados para el almacenamiento de aceite lubricante usado deben cumplir los siguientes requerimientos (EPA, 2012):

- Colocar una etiqueta en el recipiente con el nombre de la sustancia que contenga, en este caso “aceite lubricante usado”.
- Mantener los recipientes en buenas condiciones, es decir que estos no sufran un proceso de oxidación, que no tengan fugas para evitar derrames del desecho.
- No mezclar el aceite lubricante usado con otro tipo de sustancias.
- Almacenar este residuo en lugares seguros y alejados del personal.

Actualmente, el Ministerio de Industrias y Productividad, y el Ministerio de Ambiente están comprometidos con Biofactor S.A. en apoyar técnicamente el proyecto de recolección y manejo de aceite lubricante usado para reducir los efectos negativos en el medio ambiente. Además, están trabajando juntos en programas de ecoeficiencia y renovación industrial que se enfocan en apoyar a las empresas para que produzcan más con un menor efecto nocivo para el medio ambiente, es decir, con un menor gasto de recursos (Ministerio del Ambiente, 2014).

### 2.3. Combustibles alternativos

La búsqueda de nuevas fuentes de energía para sustituir los combustibles que se generan de fuentes fósiles o no renovables, por combustibles alternativos provenientes de fuentes renovables, es de gran importancia (AeroMundo, 2012). El aumento del precio y agotamiento de fuentes fósiles como el petróleo, son las razones por las que se busca dar solución a este inconveniente, considerando como fuentes de obtención la materia orgánica y residuos que se generan en diferentes industrias (AeroMundo, 2012).

Los combustibles alternativos son aquellos que se obtienen a partir de la biomasa o residuos agrícolas, forestales, industriales, y humanos (Serna, Barrera, & et.al., 2011). Algunos ejemplos de estos combustibles se muestran en la siguiente Tabla 2.2 (Hackenberg, 2010).

Tabla 2.2: Ejemplos de combustibles alternativos y su fuente de obtención (Hackenberg, 2010)

<b>Combustible Alternativo</b>	<b>Fuente de obtención</b>	<b>Método de obtención</b>
Bioetanol	Almidón de maíz caña de azúcar	Fermentación de azúcar y almidón
Biodiesel	Aceites vegetales, grasas animales	Transesterificación
Biogás o biometano	Residuos agrícolas	Romper lignocelulosa en azúcar con métodos físicos, químicos y enzimáticos
Biocombustibles (bioetanol y biodiesel)	Algas	Fermentación, transesterificación y gasificación
Combustibles líquidos (bioetanol y biodiesel)	Biomasa lignocelulósica de plantas como desechos agrícolas o madereros	Métodos termoquímicos como la gasificación de la biomasa y el proceso de Fischer Tropsch

## **2.4. Craqueo catalítico de combustibles**

El catalytic cracking como su nombre lo indica proviene de las palabras “to crack” que significa romper (Leidinger, 1997). En el proceso del cracking las moléculas que poseen mayor peso molecular se rompen en moléculas más pequeñas, es decir aquellas que poseen menor peso molecular (Leidinger, 1997).

El craqueo catalítico es el proceso que se lleva a cabo en presencia de un catalizador, en el cual se descomponen los hidrocarburos pesados que son compuestos que poseen moléculas con mayor peso molecular, en fracciones ligeras como las gasolinas (Caicedo, Mejía, & et.al., 2014). En este proceso los hidrocarburos pesados se exponen a altas temperaturas entre 350°C y 450°C, y bajas presiones, en presencia del catalizador que favorecerá la producción de ciertos compuestos (Kraus, 2014).

El craqueo catalítico se puede llevar a cabo en un reactor de lecho fluidizado o lecho fijo (Caicedo, Mejía, & et.al., 2014). Actualmente se llevan a cabo cualquiera de los dos métodos, y cada uno presenta ventajas dependiendo del producto que se desea obtener (Sotelo, Aguado, & et.al., 2009). Sin embargo, el reactor de lecho fijo al tener el lecho de partículas estático en el interior de este, le convierte en un diseño simple, más económico y fácil de operar (Iborra, Tejero, & et.al., 2013).

El catalizador, que generalmente es sólido en forma de gránulos o polvo, acelera la reacción y rompe las moléculas del hidrocarburo a temperaturas menores respecto de procesos únicamente térmicos. Con el catalizador también se evita la formación de coque y residuos carbonosos que reducen el rendimiento de las fracciones livianas que se obtienen (Sotelo, Aguado, & et.al., 2009). Los catalizadores más utilizados para llevar a cabo este proceso son las zeolitas sintéticas que son silicatos de aluminio ácidos al estar unidos con metales nobles como el platino. Estos son utilizados especialmente para el craqueo catalítico de residuos sólidos como plásticos y aceites en general (Villaquirán & Mejía, 2014).

### **2.4.1. Catalizadores utilizados en el craqueo catalítico.**

Durante el proceso de craqueo catalítico se utiliza variedad de catalizadores, entre los que se encuentran los aluminosilicatos naturales que son tratados con ácidos, los que tienen una combinación de alúmina-silicio sintéticas amorfas y, por último, los catalizadores de alúmina-silicio sintéticos cristalinos que también se los conoce como zeolitas o tamices moleculares (Pineda, 2015).

Las zeolitas están conformadas por silicatos hidratados que están compuestos de aluminio (Al) con sodio (Na), calcio (Ca), potasio (K) y una mínima cantidad de agua ( $H_2O$ ) (Klein & Hurlbut, 2003). Estas zeolitas están formadas por estructuras de tetraedros de  $AlO_4$  y  $SiO_4$ . Los átomos de Al y Si se encuentran en el centro de la estructura y los átomos de oxígeno en los vértices, como se muestra en la Figura 2.1 (Picasso & Sun Kou, 2008). A medida que a la zeolita se la expone a altas temperaturas, ésta va perdiendo moléculas de agua sin afectar la estructura de la misma (Klein & Hurlbut, 2003).

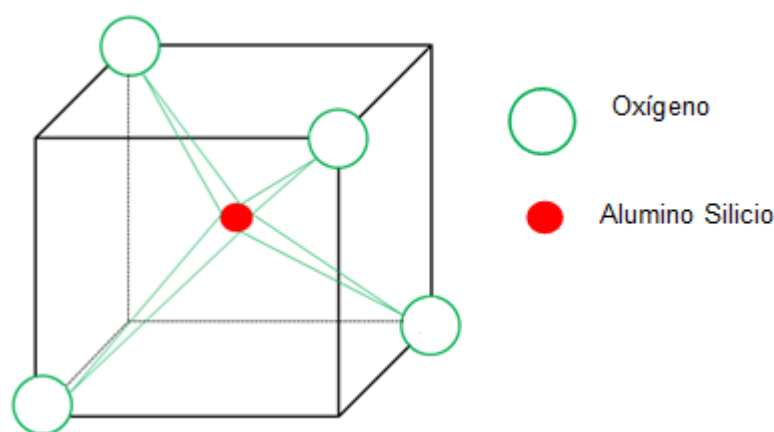


Figura 2.1: Estructura cristalina de las zeolitas

El catalizador de zeolitas presenta una alta actividad debido a que el proceso de craqueo catalítico se lleva a cabo en tiempos relativamente cortos (Gary & Handwerk, 2003). El cambio en el catalizador cada cierto tiempo es por la presencia de algunos elementos como el vanadio, níquel, hierro, cobre presentes en los aceites pesados, que son el veneno para el catalizador, así como el nitrógeno que al reaccionar con los centros ácidos del mismo baja su rendimiento (Gary & Handwerk, 2003).

El uso de las zeolitas comparado con los catalizadores amorfos sintéticos y naturales, es que presentan una mayor actividad, menor producción de coque, mayor rendimiento en gasolina para cierta conversión, así como también la obtención de productos con menor porcentaje de compuestos parafínicos y aromáticos (Gary & Handwerk, 2003). En esta investigación utilizan los aluminio silicatos mesoporosos con Zn al 2%, sintetizado en el Departamento de Ingeniería Química de la Universidad San Francisco de Quito. El uso de zinc en la preparación de la zeolita mantiene y retiene la cristalinidad de la misma comparada con otros metales alcalinos o alcalinotérreos (Pineda, 2015).



## 2.5. Diseño del proceso

El diseño del proceso consiste en plantear un sistema completo para el craqueo catalítico de aceites lubricantes usados. El sistema consta en una zona de calentamiento, donde el aceite adquiere la temperatura deseada, la zona de craqueo que consiste en el reactor de lecho fijo, y una columna de destilación donde los vapores generados ingresan al condensador posterior. El proceso es descrito en un diagrama de bloque en la Figura 2.2.

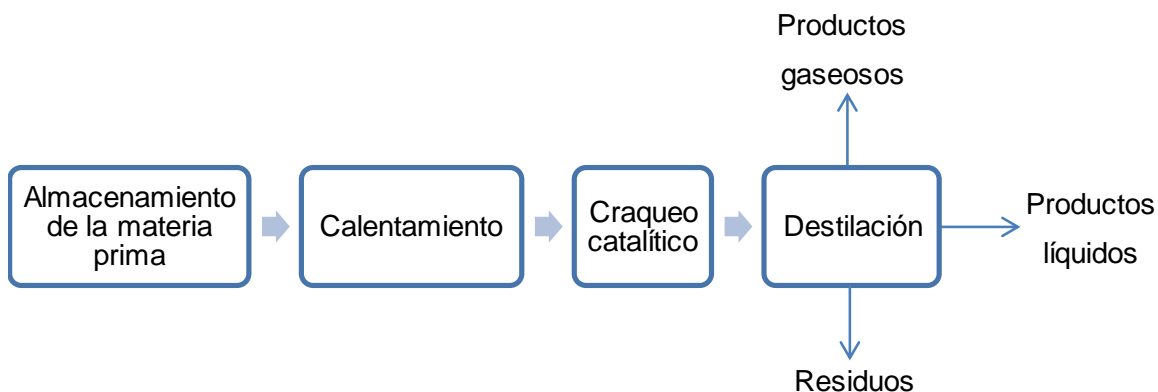


Figura 2.2: Diseño del proceso

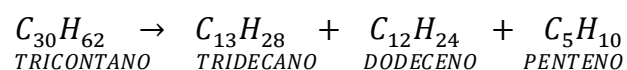
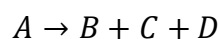
### 2.5.1. Reactor de lecho fijo para el craqueo catalítico.

El craqueo catalítico se efectúa en un reactor de lecho fijo, formado por el catalizador y material inerte. La reacción química consiste de 3 fases: líquido (aceite lubricante usado), sólido (catalizador) y productos gaseosos formados a partir del craqueo. En este caso, la elección más acertada consiste en un reactor de lecho fijo en el que se hace fluir el aceite ya sea de forma ascendente, descendente o transversal, a través del catalizador que generalmente se retiene con tamices que poseen ranuras o pequeñas perforaciones por las que el fluido pueden atravesar (Sinnott & Towler, 2012). Posteriormente los vapores craqueados son separados en una columna de destilación donde serán condensados y recolectados (Sivasankar, 2008). Sus principales ventajas y desventajas de usar ese tipo de reactor son las que se muestran en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3: Ventajas y desventajas de un reactor de lecho fijo (Davis &amp; Davis, 2003)

Ventajas	Desventajas
<ul style="list-style-type: none"> <li>Fácil de limpiar (Davis &amp; Davis, 2003)</li> <li>Usado en procesos petroquímicos (Davis &amp; Davis, 2003)</li> <li>Mayor conversión por peso de catalizador (Coker, 2001)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Canalización del flujo de líquido a través del lecho de catalizador provoca zonas muertas (Coker, 2001)</li> </ul>

Para el diseño del reactor se utilizó la cinética de trabajos anteriores considerando una reacción global de la siguiente forma (Vargas, 2012) (Álvarez, 2014).



Los datos cinéticos que se obtienen de estudios anteriores son los que se observan en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4: Datos cinéticos de la reacción

Datos cinéticos	Símbolo	Valor	Unidades
Orden de la reacción	$n$	1	$[-]$
Constante cinética	$k$	0,04486	$[1/min]$
Constante cinética modificada	$k'$	0,0098	$\left[\frac{mL}{min * g}\right]$
Energía de activación	$Ea$	370,39	$\left[\frac{kJ}{mol}\right]$

De igual manera, se debe realizar el diseño de este reactor de lecho fijo a partir del balance de masa de un reactor de flujo en pistón (PFTR) isotérmico de la Figura 2.3, considerando un flujo idealizado (Bartholomew & Farrauto, 2006).

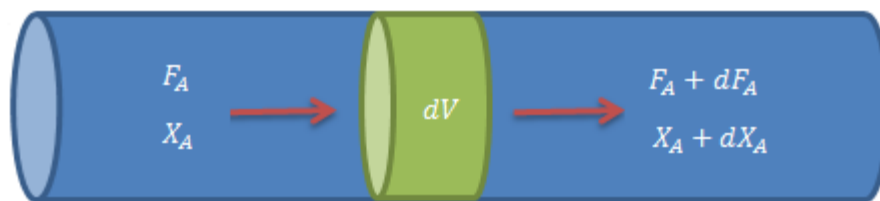


Figura 2.3: Nomenclatura para un reactor de flujo en pistón

El balance de masa para el reactor de flujo en pistón se desarrolla a continuación:

$$E - S - G = A$$

$$F_A - (F_A + dF_A) - (-r_A)dV = 0$$

Donde:

$F_{A0}$ : flujo molar de alimentación [mol/min]

$F_A$ : flujo molar de salida [mol/min]

Se sabe que:

$$dF_A = d[F_{A0}(1 - X_A)] = -F_{A0}dX_A$$

Sustituyendo este valor en el balance de masa general, se obtiene la siguiente expresión:

$$F_{A0}dX_A = (-r_A)dV$$

Se integra la expresión anterior:

$$\int_0^V \frac{dV}{F_{A0}} = \int_0^{X_{Af}} \frac{dX_A}{-r'_A}$$

Resolviendo la integral:

$$\frac{V}{F_{A0}} = \frac{\tau}{C_{A0}} = \int_0^{X_{Af}} \frac{dX_A}{-r'_A} \quad \text{Ecuación 2.1}$$

La constante cinética  $k$  se relaciona con la masa del catalizador  $W$ , a partir de la siguiente relación:

$$k'W = kV \quad \text{Ecuación 2.2}$$

Dónde:

$V$ : volumen del reactor	$[mL]$
$W$ : masa catalizador	$[g]$
$k$ : constante cinética	$[1/min]$
$k'$ : constante cinética modificada	$\left[\frac{mL}{min \cdot g}\right]$

Resultando en la siguiente ecuación:

$$\frac{W}{F_{A0}} = \int_0^{X_A} \frac{dX_A}{-r'_A} \quad \text{Ecuación 2.3}$$

Dónde:

$W$ : masa del catalizador	$[g]$
$F_{A0}$ : flujo molar	$[mol/min]$
$X_A$ : conversión	$[-]$
$-r'_A$ : velocidad de reacción	$[mol/min \cdot g]$

Para la velocidad de reacción se considera una reacción de primer orden, así como un factor de expansión  $\varepsilon_A$ , en el que la forma general de la reacción es la mencionada anteriormente.

$$-r'_A = k' C_A = k' C_{A0} \frac{(1-X_A)}{(1+\varepsilon_A X_A)} \quad \text{Ecuación 2.4}$$

Dónde:

$\varepsilon_A = y_A \frac{\sum v_i}{ v_A }$ : factor de expansión	$[-]$
$C_{A0}$ : concentración inicial	$[mol/L]$

La masa de catalizador se calcula a partir de la siguiente ecuación:

$$W = \frac{v}{k'} [-(1 + \varepsilon_A) \ln(1 - X_A) - \varepsilon_A X_A] \quad \text{Ecuación 2.5}$$

Los valores de los parámetros para el diseño se muestran en la Tabla 2.5. Considerando que el volumen del reactor se considera el mismo utilizado en el estudio de la cinética. Se considera también que el tiempo de residencia se define como  $\tau = V/\dot{V}$ .

Tabla 2.5: Parámetros de diseño

Parámetros	Símbolo	Valor	Unidades
Conversión deseada	$X_A$	0,6	[-]
Volumen del reactor	$V$	157	[mL]
Caudal de alimentación	$\dot{V}$	50	$\left[\frac{mL}{min}\right]$
Tiempo de residencia	$\tau$	3,14	[min]
Temperatura	$T$	330	[°C]
Largo del reactor	$L$	125	[cm]
Diámetro del reactor	$\emptyset$	1,27	[cm]

El diámetro del reactor se consideró de ½ pulgada por facilidad en los accesorios y tubos de acero utilizados en la construcción.

Al resolver las ecuaciones anteriores, se determina el factor de expansión y la masa de catalizador para el diseño del reactor de lecho fijo como se muestra en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6: Valores calculados de los parámetros de diseño para el reactor de lecho fijo

Parámetros	Símbolo	Valor	Unidades
Factor de expansión	$\varepsilon_A$	2	[-]
Masa del catalizador	$W$	7,89	[g]
Densidad del catalizador	$\rho_b$	0,23	$\left[\frac{g}{mL}\right]$

De esta manera se diseña el reactor para craqueo catalítico de aceites lubricantes usados.

### 2.5.2. Sistema de calentamiento considerando transferencia de calor por convección interna forzada.

En la transferencia de calor existen tres mecanismos en los que se lleva a cabo el intercambio térmico entre un cuerpo que tiene mayor temperatura frente a otro que tiene una menor temperatura. Estos mecanismos se dividen en conducción, convección y radiación (Cengel & Ghajar, 2011).

La transferencia de calor por conducción se lleva a cabo cuando en un sólido, el calor fluye desde una región de mayor temperatura a una región de menor temperatura. Esta transferencia de calor dependerá de la conductividad térmica del sólido (Kreith, Manglik, & et.al., 2012). Por el contrario, la transferencia de calor por radiación, es la cantidad de calor radiante o energía que sale de una superficie a otra sin que exista contacto entre estos o algún sólido conductor (Kreith, Manglik, & et.al., 2012).

La transferencia de calor por convección ocurre entre un fluido que se encuentra en movimiento natural o forzado, a través de una superficie, en el que ambos poseen diferentes temperaturas (Incropera & De Witt, 1999). El movimiento del fluido es natural cuando existe un gradiente de densidades, y forzado, cuando el fluido es inducido por un gradiente de presión generado por compresores, bombas o ventiladores presión (Kreith, Manglik, & et.al., 2012).

Cuando se lleva a cabo la transferencia de calor por convección, se debe considerar las propiedades del fluido como la viscosidad, conductividad térmica, calor específico, flujo (turbulento o laminar) y velocidad del mismo (Cengel & Ghajar, 2011). De igual manera se debe considerar la geometría del medio material por el que vaya a circular este fluido (Cengel & Ghajar, 2011).

La convección forzada de igual forma puede ser de tipo flujo externo o flujo interno (Incropera & De Witt, 1999). En el interno, el flujo es impulsado al interior de la superficie, ya sea por un compresor o una bomba en el caso de gas o líquido respectivamente (Incropera & De Witt, 1999). Al contrario, en la convección externa forzada, se produce el intercambio térmico entre la superficie y el fluido en movimiento, impulsado por una bomba o un compresor que lo hacen fluir alrededor de ésta (Incropera & De Witt, 1999). El perfil de temperatura para la transferencia de calor por convección se observa en la Figura 2.4

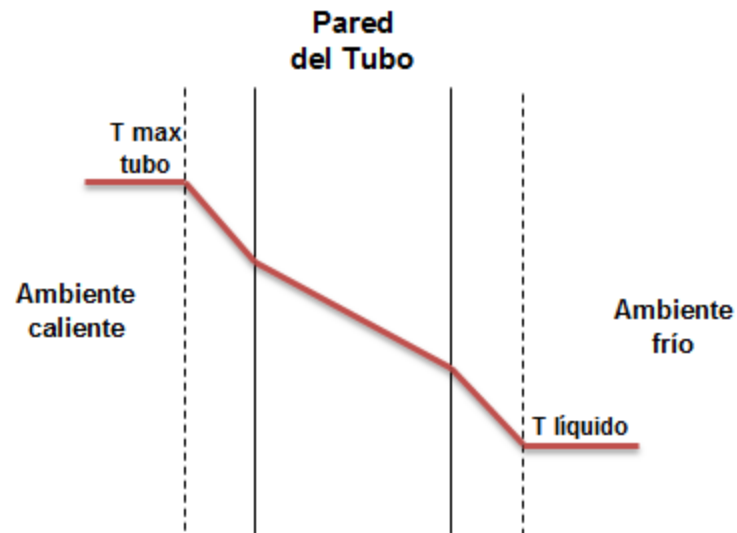


Figura 2.4: Perfil de temperaturas para la transferencia de calor por convección

Para poder realizar el diseño del cilindro de precalentamiento del aceite lubricante usado, se considera la transferencia de calor por el mecanismo de convección interna forzada (Mills, 1992). Para ello se utiliza como forma geométrica, un tubo que está envuelto con un elemento de calentamiento eléctrico aislado como se observa en la Figura 2.5.



Figura 2.5: Mecanismo de convección interna forzada con elemento de calentamiento eléctrico

Una vez planteado el mecanismo de convección interna forzada, se detallan los parámetros de diseño a considerarse en la Tabla 2.7.

Tabla 2.7: Parámetros de diseño

Parámetros	Símbolo	Valor	Unidades
Diámetro del cilindro	$D$	0,0127	[m]
Temperatura de entrada	$T_{entrada}$	373	[K]
Temperatura de salida	$T_{salida}$	623	[K]
Densidad del aceite	$\rho$	877	[Kg/m <sup>3</sup> ]
Capacidad calorífica del aceite	$C_p$	2432	[J/kgK]
Conductividad térmica del aceite	$k$	0,145	[W/mK]
Viscosidad dinámica del aceite	$\mu$	0,113	[Ns/m <sup>2</sup> ]
Potencia	$P$	2000	[W]
Caudal de alimentación	$\dot{V}$	50	[mL/min]

### Número de Reynolds

El número de Reynolds está definido como el producto de la velocidad másica por unidad de área,  $G$ , por el diámetro del tubo,  $D$ , sobre la viscosidad dinámica del fluido  $\mu$  y se expresa mediante la siguiente Ecuación 2.6 (Mills, 1992)

$$Re = \frac{G \cdot D}{\mu} \quad \text{Ecuación 2.6}$$

Dónde:

$G$ : es la velocidad másica por unidad de área  $[kg/s \cdot m^2]$

$D$ : diámetro del tubo  $[m]$

$\mu$ : Viscosidad dinámica del fluido  $[kg/s \cdot m]$

La velocidad másica se define como el flujo másico  $\dot{m}$ , sobre el área transversal del cilindro como se muestra en la siguiente ecuación:

$$G = \frac{\dot{m}}{A_c} \quad \text{Ecuación 2.7}$$

Dónde:

$\dot{m}$ : Flujo másico  $[kg/s]$

$A_c$ : Área del cilindro:  $\pi r^2$   $[m^2]$



Al reemplazar la Ecuación 2.7 en la Ecuación 2.6 se obtiene la siguiente Ecuación 2.8 para el cálculo del número de Reynolds (Mills, 1992):

$$Re = \frac{4\dot{m}}{\pi D \mu} \quad \text{Ecuación 2.8}$$

Para un Reynolds menor a 2100 se considera flujo laminar, lo que permite suponer las siguientes ecuaciones para el resto de cálculos.

### ***Coefficiente de transferencia de calor promedio***

El coeficiente de transferencia de calor,  $h_c$ , está definido como el número de Nusselt,  $Nu$ , por el cociente entre la conductividad térmica del fluido,  $k$ , por el diámetro del cilindro  $D$ :

$$h_c = Nu_D \frac{k}{D} \quad \text{Ecuación 2.9}$$

Dónde:

$\overline{Nu}_D$ : Número de Nusselt [—]

$k$ : conductividad térmica del fluido [W/mK]

$D$ : diámetro del cilindro [m]

Se considera que la temperatura de la pared del cilindro es uniforme, ya que tiene un elemento de calentamiento con un flujo uniforme sobre la superficie. Por lo que el número de Nusselt tiene el siguiente valor constante (Mills, 1992):

$$\overline{Nu}_D = 4.36 \quad \text{Ecuación 2.10}$$

### ***Longitud del cilindro del calentamiento***

Para calcular la longitud del cilindro de calentamiento se debe realizar un equilibrio de calor como se observa a continuación (Mills, 1992). El equilibrio viene dado por el producto entre el flujo de calentamiento del elemento,  $q$ , por el área transversal del cilindro definido como  $\pi DL$ , igualado al producto entre el flujo másico  $\dot{m}$ , la capacidad calorífica del fluido,  $C_p$ , y el gradiente de temperatura. La fórmula se observa en la siguiente ecuación.

$$q\pi DL = \dot{m}C_p(T_{salida} - T_{entrada}) \quad \text{Ecuación 2.11}$$

Dónde:

q: flujo de calentamiento del elemento  $[W/m^2]$

D: diámetro del cilindro  $[m]$

$\dot{m}$ : Flujo másico  $[kg/s]$

$C_p$ : Capacidad calorífica del fluido  $[J/kgK]$

T: temperatura  $[K]$

L: longitud del cilindro de calentamiento  $[m]$

Se despeja la longitud del cilindro de la Ecuación 2.11 se obtiene la siguiente expresión (Mills, 1992):

$$L = \frac{\dot{m}C_p(T_{salida} - T_{entrada})}{q\pi D} \quad \text{Ecuación 2.12}$$

El flujo de calentamiento del elemento viene dado por el cociente entre la potencia del calentamiento eléctrico sobre el área del cilindro. Resolviendo las ecuaciones anteriores, se determinan los parámetros calculados para el diseño del cilindro de calentamiento los cuales se muestran en la Tabla 2.8.

Tabla 2.8: Parámetros utilizados para el diseño del cilindro de calentamiento

Parámetros	Símbolo	Valor	Unidades
Flujo másico	$\dot{m}$	$3,65 \times 10^{-4}$	$[kg/s]$
Área del cilindro	$A_c$	$1,27 \times 10^{-4}$	$[m^2]$
Flujo de calentamiento	$q''$	$1,58 \times 10^7$	$[W/m^2]$
Número de Reynolds	$Re$	0,324	$[-]$
Número de Nusselt	$Nu$	4,36	$[-]$
Coefficiente de transferencia de calor	$h$	49,8	$[W/m^2K]$
Longitud cilindro de calentamiento	$L$	2,5	$[m]$
Volumen sistema de calentamiento	$V$	317	$[mL]$
Tiempo de residencia	$\tau$	6,34	$[min]$

El flujo másico  $\dot{m}$ , está definido como el producto entre la densidad del fluido,  $\rho$ , y el caudal de alimentación,  $\dot{V}$ .

### 2.5.3. Columna de destilación flash.

Una vez que se lleva a cabo el cracking térmico y el catalítico, se procede a una destilación para separar las diferentes fracciones de hidrocarburos obtenidas. En la destilación se lleva a cabo la separación de las fracciones livianas considerando sus puntos de ebullición (McCabe, Smith, & et.al., 2002). Existen dos métodos por los que se pueden llevar a cabo la destilación. El primero se basa en la producción de vapor, mediante la ebullición de una mezcla líquida que se desea separar en fracciones y la condensación de la fracción liviana sin recircular el líquido nuevamente a la columna. El segundo método consiste en recircular una parte de este condensado nuevamente a la columna para entrar en contacto con los vapores que ascienden por la misma (McCabe, Smith, & et.al., 2002).

El primer método se conoce como destilación instantánea o flash y consiste en la vaporización de una fracción definida de una mezcla líquida. Por lo tanto, para que exista la separación del vapor y del condensado se requiere que la mezcla se encuentre en equilibrio con el líquido residual. El esquema de la destilación flash se observa en la Figura 2.6 (McCabe, Smith, & et.al., 2002).

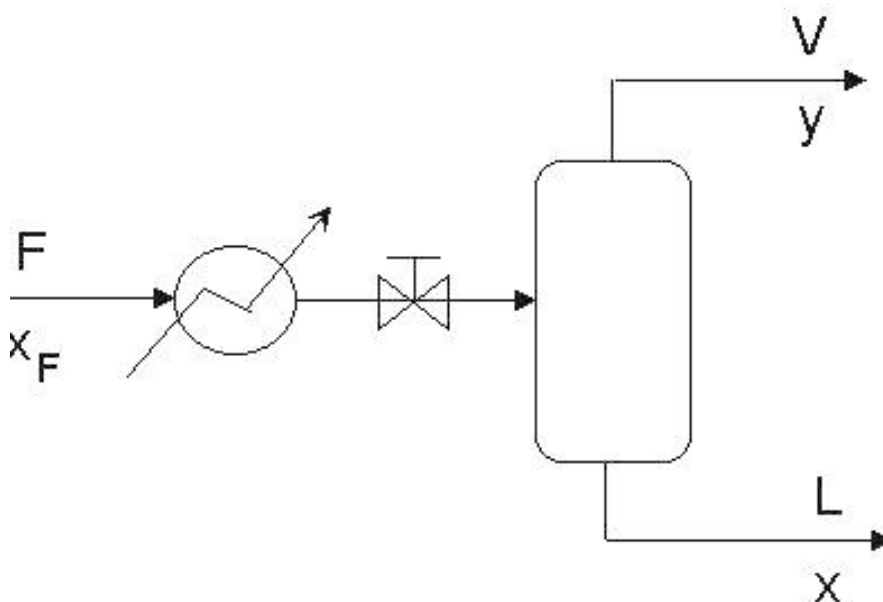


Figura 2.6: Esquema de una destilación flash

En la destilación flash, primero la alimentación precalentada se controlada con una válvula. Los vapores que se forman abandonen la columna por la parte superior conteniendo los

componentes más volátiles. El líquido residual abandona la columna por la parte inferior conteniendo los componentes menos volátiles (Costa López, Cervera March, & et.al., 1991). Estas columnas de destilación generalmente son cilindros verticales que se les agrega un relleno de objetos sólidos o platos para asegurar el contacto entre el vapor y el líquido (Costa López, Cervera March, & et.al., 1991). Los rellenos son elementos sólidos que deben ser inertes con las fases circulantes y que están distribuidos en la columna (Costa López, Cervera March, & et.al., 1991). Estos rellenos pueden ser de diferentes tipos dependiendo del área superficial que posean, estos incluyen los anillos raschig, anillos pall, silla intalox, anillo lessing, entre otros (Costa López, Cervera March, & et.al., 1991).

Para el diseño de la columna de destilación, se calcula el diámetro de la misma a partir de la siguiente Ecuación 2.13 (McCabe, Smith, & et.al., 2002):

$$\emptyset = \sqrt{\frac{(4V)(22.4)(T+273)(760)}{\pi(u)(3600)(P)(273)}} \quad \text{Ecuación 2.13}$$

Dónde:

$V$ : flujo molar [*kmol/h*]

$T$ : temperatura [ $^{\circ}C$ ]

$u$ : relación de densidades (0.5-0.6) [—]

$P$ : presión [*mmHg*]

Se definen los parámetros de operación como se indica la Tabla 2.9 y a partir de la Ecuación 2.13 se calcula el diámetro de la columna de destilación.

Tabla 2.9: Parámetros de operación para la columna de destilación

Parámetros	Símbolo	Valor	Unidades
Presión	$P$	760	[ <i>mmHg</i> ]
Flujo molar	$V$	0,045-0,15	[ <i>kmol/h</i> ]
Temperatura	$T$	350	[ $^{\circ}C$ ]
Diámetro de la columna de destilación	$\emptyset$	4-8	[ <i>cm</i> ]
Número de platos equivalentes	$N$	6	[—]

El diámetro de la columna de destilación depende de los componentes de la mezcla, en este caso el aceite lubricante posee compuestos entre C<sub>15</sub>-C<sub>50</sub>. Además de que se considera un caudal inicial máximo de operación que puede existir de 600 [mL/min].

Para determinar el largo de la columna se considera la siguiente relación:

$$\frac{L}{D} \leq 20 \quad \text{Ecuación 2.14}$$

Dónde:

*L*: altura de la columna [cm]

*D*: diámetro de la columna [cm]

Para el caso de estudio se considera una relación de un valor de 13 veces el largo de la columna con respecto al diámetro de la misma. Por lo que los parámetros de diseño de la columna de destilación se muestran en la Tabla 2.10.

Tabla 2.10: Parámetros de diseño para la columna de destilación

Parámetros	Símbolo	Valor	Unidades
Diámetro de la columna	<i>D</i>	7,62	[cm]
Altura de la columna	<i>L</i>	100	[cm]

El flujo de alimentación entra en un punto intermedio de la columna de destilación. Posterior a la destilación, los vapores producidos entran a un condensador para la recolección del producto deseado.

Una vez realizado el diseño de cada sección del sistema de craqueo catalítico de aceite lubricantes usado para la obtención de combustible alternativo, se muestra el esquema completo del mismo con sus dimensiones a escala en el Anexo 7.1.

#### 2.5.4. Sistema de control de temperatura.

El sistema de control de temperatura se basa en una regulación proporcional cuando el elemento de control final de regulación efectúa un movimiento o una carrera proporcional a la magnitud de la desviación con referencia a una posición inicial correspondiente a una señal de error nula (Roca, 2002). El diagrama de bloques del controlador proporcional se muestra en la Figura 2.7.

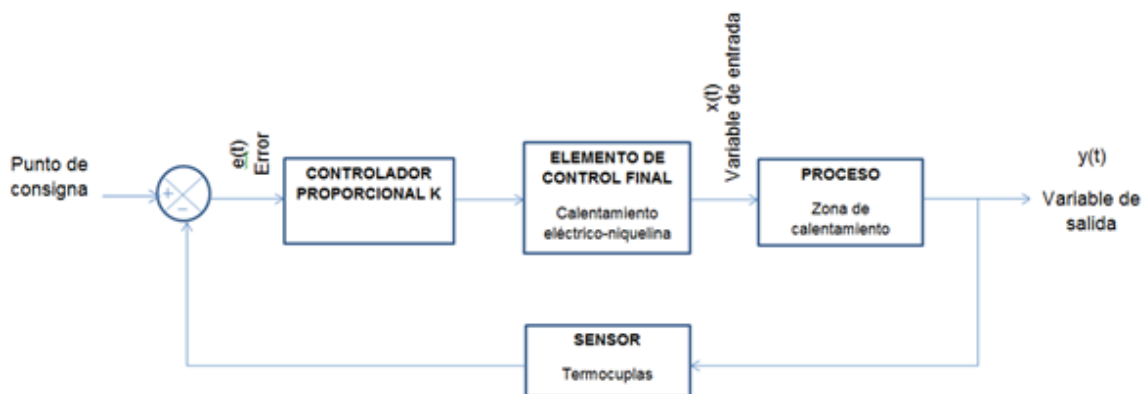


Figura 2.7: Diagrama de bloque del controlador proporcional

En el caso de esta investigación, el controlador proporcional va a estar dado por el Set Point de temperatura que se le proporcione con el fin de mantener una estabilidad en la temperatura deseada. El elemento de control final es la temperatura generada por la resistencia eléctrica, es decir, la niquelina. El proceso a controlar, es la zona de calentamiento descrita anteriormente, que tiene como objetivo, mantener una temperatura constante durante el proceso de operación. La retroalimentación del proceso, a través de las termocuplas, permite ajustar la constante de proporcionalidad dependiendo del error al comparar la señal censada con el punto de consigna.

## 2.6. Criterios para la construcción del sistema

La selección adecuada del material de construcción de piezas y equipos en cualquier diseño de proceso, es una de las decisiones más importantes. A continuación se detallan todos los requisitos y factores para la elección correcta del material para elaborar piezas y equipos (Romeva, 2008).

- El material de elección debe cumplir y responder a la función que tenga el equipo, es decir que se deben considerar las propiedades físicas y mecánicas que el material puede soportar. Para esto, se debe conocer su resistencia mecánica, su rigidez, sus propiedades deslizantes, sus propiedades térmicas, eléctricas y ópticas, entre otras.
- Como segundo factor que se debe conocer es el proceso de fabricación que se llevará a cabo para la conformación de la pieza. Esto significa que a pesar que el material posea las propiedades que se requieren, no siempre su proceso de elaboración y de acabado será el deseado, el disponible, y que tenga un costo de elaboración moderado.
- Para la elección del material se recomienda basarse en aplicaciones anteriormente experimentadas, así como en materiales que normalmente se usan.

- Considerar las propiedades del fluido con el que se va a trabajar, es decir su viscosidad, volatilidad, poder calorífico, densidad, entre otras propiedades.

Los materiales utilizados para diseñar piezas y equipos son varios, pero cada uno se diferencia por su composición química, estado que puede ser sólido, líquido o gas, estructura que puede variar entre amorfa y cristalina, impurezas, componentes, entre otros. Estos materiales se dividen en tres grupos principales: metales metálicos como el acero, aluminio y latón; materiales a base de polímeros como los termoplásticos o los elastómeros y el último las cerámicas (Romeva, 2008).

En el caso de esta investigación, el material seleccionado debe resistir altas temperaturas y presiones de operación que se llevan a cabo en el proceso de craqueo térmico y catalítico de aceites lubricantes usados. Además, debe ser un material con propiedades anticorrosivas ya que se trabaja directamente con hidrocarburos. Una vez conocida la teoría para la adecuada selección de material para el diseño de cualquier proceso, se ha considerado que para este proyecto el material más adecuado es el acero inoxidable. Se elige este material debido a que posee propiedades anticorrosivas, además de mejorar las propiedades mecánicas del mismo cuando está expuesto a altas temperaturas.

Este contiene aleaciones de Hierro (Fe) como elemento base, aleaciones de Cromo (Cr) con un porcentaje mínimo de 10.5% y por último carbono (C) con un porcentaje mínimo del 1.2% (Romeva, 2008). Todos estos elementos conforman el acero inoxidable y le aportan sus propiedades características del mismo.

A este material se le puede agregar aleaciones de otros elementos como Ni, Si, Mn, Mo, Ti, y Nb para mejorar las propiedades específicas de este material (Romeva, 2008). Algunas de estas propiedades del acero inoxidable son (Romeva, 2008) (Hidalgo Togores, 2010):

- Alta resistencia a la corrosión.
- Buen comportamiento mecánico.
- Alta resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas.
- Fácil limpieza y esterilización.
- Material resistente y duradero.
- Excelente relación calidad-peso.

Dentro de la división de los aceros inoxidable, se encuentran tres diferentes tipos según su composición. A continuación se presenta la Tabla 2.11 con los diferentes tipos de acero inoxidable.

Tabla 2.11: Tipos de aceros inoxidables, características, propiedades y ejemplos (Romeva, 2008)

<b>Tipo de acero inoxidable</b>	<b>Características</b>	<b>Propiedades</b>	<b>Ejemplos (Según Normativa AISI)</b>
Martensítico	Contenido de Cr (11-18%) y de C ( $\leq 0,10-0,50\%$ )	Buena templabilidad, alta resistencia, alta dureza, tenacidad moderada, alta resistencia a la corrosión	AISI 420, AISI 431, AISI -440C
Ferrítico	Contenido de Cr (13-27%) y de C ( $\leq 0,10-0,20\%$ )	Propiedades mecánicas moderadas, baja tenacidad, soldabilidad aceptable	AISI 409, AISI 430
Austenítico	Aleaciones de Cromo y Níquel	Resiste temperaturas superiores a $850^{\circ}\text{C}$ o a temperaturas criogénicas de $-200^{\circ}\text{C}$ , baja templabilidad, alta tenacidad, alta resistencia a la fatiga, alta resistencia a la corrosión, alta resistencia a altas temperaturas.	AISI 301, AISI 304, AISI 316, AISI 316L

Al revisar cada una de las propiedades de los diferentes tipos de acero inoxidable, y considerando que el proceso que se va a llevar a cabo en este proyecto, es el craqueo catalítico a altas temperaturas del aceite lubricante usado para la conversión a diésel se seleccionó como el material más adecuado al acero inoxidable AISI 316L. Por cuanto el aceite posee una alta viscosidad, es volátil, con un alto poder calorífico y que al estar en contacto con superficies de bronce y cobre pueden provocar corrosión (Romeva, 2008).

El acero inoxidable AISI 316L (0.03%C), es una modificación del 316 (0.08%C), con un bajo porcentaje de carbono, es de tipo austenítico, con la siguiente composición: 17% de Cr, 12% de Ni y 2% de Mo (Romeva, 2008). Al tener un porcentaje mínimo de Molibdeno, este material tiene una mayor resistencia a la corrosión, principalmente cuando existe una baja tensión (Sierra, Bravo, & et.al., 2014). Además mejora sus propiedades mecánicas cuando el material este expuesto a altas temperaturas (Sierra, Bravo, & et.al., 2014).



## 2.7. Caracterización de la materia prima y del producto final

La caracterización del aceite lubricantes usado y del producto que se obtiene del craqueo térmico y catalítico, se basa en las siguientes técnicas detalladas a continuación.

### 2.7.1. Ensayo de destilación por cromatografía de gases y espectroscopia de masa (GC-MS).

La técnica instrumental de GC-MS mostrada en la Figura 2.8, es la combinación de cromatografía de gases, como método de separación y espectrometría de masas, como método de detección e identificación de componentes presentes en una mezcla de compuestos (McMaster, 2008). Con esta técnica se realizan análisis de sustancias que son suficientemente volátiles (McMaster, 2008). De igual forma, esta técnica permite temperaturas de elución de hasta 500°C para compuestos estables (Hubschmann, 2015).

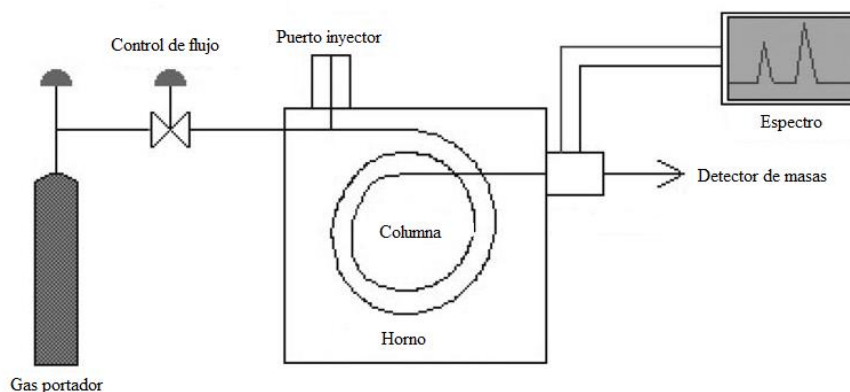


Figura 2.8: Esquema de la técnica instrumental GC-MS

El análisis consiste en inyectar la muestra en una corriente de gas inerte que pasa por capilares empaquetados de sílica fundidos, y que al abandonar la columna son examinados en el analizador de masas (McCabe, Smith, & et.al., 2002). Como resultado del análisis se obtienen espectros en los cuales se puede determinar la estructura molecular de cierto compuesto a partir de su peso molecular y su fragmentación (McMaster, 2008).

El equipo que se usa para el análisis de los compuestos presentes en las fracciones de petróleos, es el GC-MS de marca Shimadzu modelo QP2010 Ultra mostrado en la Figura 2.9 (Shimadzu Corporation, 2015).



Figura 2.9: GC-MS de marca Shimadzu modelo QP2010 Ultra

### 2.7.2. Determinación de gravedad API.

La gravedad específica es la medida de densidad que se usa para comparar un producto pesado o hidrocarburo con el agua, a una misma temperatura (Roldán Viloría, 2008). La densidad es una propiedad de los fluidos que disminuye si aumenta la temperatura e incrementa si el compuesto es más pesado (Roldán Viloría, 2008). La gravedad específica de un compuesto se puede medir con grados API o Baumé, en los que se considera una temperatura de referencia de 15.6°C o 60°F (Mott, Mecánica de Fluidos, 2006).

La gravedad API (*American Petroleum Institute*), se calcula a partir de la siguiente Ecuación 2.15 (Mott, Mecánica de Fluidos Aplicada, 1996) y las tablas de corrección.

$$\text{Grados API} = \frac{141.5}{sg} - 131.5 \quad \text{Ecuación 2.15}$$

Dónde:

$sg$ : gravedad específica a 60°F      [—]

$^{\circ}API$ : Grados API      [—]

En la Tabla 2.12 se muestran los valores del  $^{\circ}API$  para diferentes tipos de combustibles comerciales (Intriago, 2014).

Tabla 2.12: Grados API para los tipos de combustibles comerciales (Intriago, 2014)

Tipo de Combustible	°API
Gasolinas (Extra y Super)	49-61
Jet A1/Diesel 1	39-51
Diesel 2/Premium	35,9-66,4

La gravedad API presente en los combustibles que se obtienen en este proyecto se analiza en un picnómetro que nos provee el Laboratorio de Control de Calidad el Beaterio. Este picnómetro es se observa en la Figura 2.10.



Figura 2.10: Picnómetro para medición de grados API (Roldán Viloría, 2008)

### 2.7.3. Determinación del contenido de azufre.

El contenido de azufre presente en los combustibles provoca el desgaste de los segmentos y la camisa de los motores, este desgaste corrosivo se debe a la condensación del agua y los compuestos que contienen azufre provenientes de la combustión (Payri & Desantes, 2005). El contenido de azufre depende si son combustibles destilados o residuales, para los primeros, la concentración máxima de azufre oscila entre el 1-2%, y para los residuales entre 3.5-5% (Payri & Desantes, 2005).

Es por eso que para el análisis del contenido de azufre de la aceite lubricante usado y del combustible sintético que se obtiene como producto, se usa el equipo analizador de azufre en aceite por fluorescencia de rayos X (Horiba Jobin Yvon, 2015). Los resultados que se

obtienen de este equipo se basan en la norma ASTM 4294, además mide rangos de contenido de azufre entre 0-9.999% y la cantidad de muestra usada varía entre 4-10mL (Horiba Jobin Yvon, 2015). La marca de este equipo es HORIBA JOBIN YVON y el modelo SLFA-2100/2800. Este equipo se encuentra en el Laboratorio de Control de Calidad el Beaterio y se observa en la Figura 2.11 (Horiba Jobin Yvon, 2015).



Figura 2.11: Analizador de azufre marca HORIBA modelo SLFA 2100/2800

#### 2.7.4. Viscosidad cinemática.

En la dinámica de fluidos, se define a la viscosidad cinemática como la razón de la viscosidad dinámica en la densidad del fluido (Mott, Mecánica de Fluidos Aplicada, 1996). Y se define con la siguiente ecuación:

$$v = \frac{\eta}{\rho} \quad \text{Ecuación 2.16}$$

Dónde:

$v$ : velocidad cinemática  $[m^2/s]$

$\eta$ : viscosidad dinámica  $[kg/ms]$

$\rho$ : densidad  $[kg/m^3]$

De manera experimental, la viscosidad cinemática es proporcional al tiempo que tarda en fluir el volumen determinado de un líquido a través del viscosímetro (McCabe, Smith, & et.al., 2002). Para éste análisis, se usa un viscosímetro de Canon Fenske que se basa en las normas ASTM D-445, ASTM-6822 y ASTM D-93 (Servicio de Acreditación Ecuatoriano, 2014). Este viscosímetro utilizado se observa en la siguiente Figura 2.12.



Figura 2.12: Viscosímetro cinemático

## 3. CONSTRUCCIÓN

### 3.1. Construcción del sistema para el craqueo catalítico de aceites lubricantes usados

Una vez diseñados las zonas principales del sistema de craqueo catalítico, y elegido el material más adecuado para este proceso, se procede a su construcción.

#### 3.1.1. Construcción del sistema de calentamiento.

La construcción del sistema calentamiento, está conformado por diferentes elementos que se detallan a continuación:

El calentamiento se da en un tubo de acero inoxidable 316L, largo de 250cm, con un diámetro de 1,27cm, espesor de la pared de 0,08cm y con calentamiento eléctrico externo formado por la niquelina. Este elemento se muestra en la Figura 3.1.



Figura 3.1: Tubo de acero inoxidable que conforma la zona de calentamiento

La niquelina a utilizarse, es una resistencia en forma de espiral que convierte la energía eléctrica en calor. Este elemento tenía una longitud de 480cm y una potencia teórica de 2000 Watts a 220V. Debido a que la superficie a calentarse es un metal conductor que se pondrá al rojo vivo, fue indispensable aislar totalmente la niquelina con anillos de cerámica. La niquelina aislada con anillos de cerámica se observa en la siguiente Figura 3.2.



Figura 3.2: Anillos de cerámica cubriendo la niquelina

Para evitar que el calor de la niquelina se disipe por los alrededores, se coloca una manta de calentamiento de fibra cerámica. La fibra cerámica de marca Calorcol, con una densidad de  $96 \text{ kg/m}^3$  y una resistencia hasta una temperatura de trabajo de  $1260^\circ\text{C}$  y se la coloca alrededor del tubo con la niquelina en rollada como se muestra en la Figura 3.3.



Figura 3.3: Cubierta de fibra cerámica alrededor de la niquelina

Las termocuplas tipo K que se utilizaron para el control y lectura de temperaturas, se colocaron herméticamente dentro de un accesorio “Te” considerando la siguiente ubicación de la misma como se observa en la siguiente Figura 3.4.



Figura 3.4: Termocuplas tipo K

Las tres termocuplas tipo K que se colocan en el sistema se acoplan al sistema de control de temperatura ajustable, y fueron distribuidas de la siguiente manera. La termocupla 1 se coloca a la salida del sistema de calentamiento, es decir a la entrada del reactor de lecho fijo. La termocupla 2 se ubica a la salida del reactor de lecho fijo y por último la termocupla 3 se coloca en la parte superior de la columna de destilación para leer la temperatura de los vapores generados.

El sistema de control de temperatura utilizado para la construcción del sistema de craqueo catalítico, fue construido por estudiantes de la clase de Electrónica para Ingeniería y guiado

por el Ing. Nelson Herrera, docente de la carrera de Ingeniería Electrónica de la Universidad San Francisco de Quito. Este controlador ajustable de temperatura mostrado en la Figura 3.5 consta de los siguientes dispositivos electrónicos: controlador Arduino UNO genérico de 5V, relé en estado sólido de 225V y 25A y un display LCD en el que se puede observar la lectura de las temperaturas detectadas por las tres termocuplas distribuidas a los largo de todo el sistema.

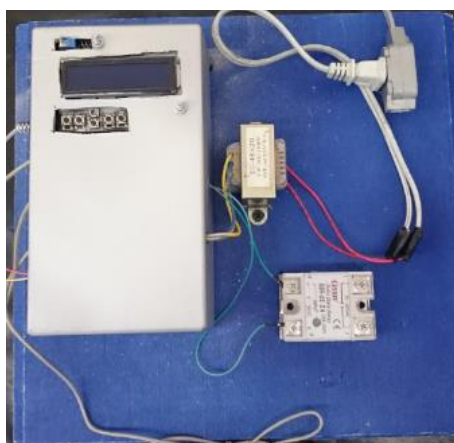


Figura 3.5: Controlador de temperatura ajustable

Antes de empezar la puesta en marcha, la temperatura deseada de operación se debe establecer una vez prendido el dispositivo, ya que el sistema tomará esta temperatura como referencia para inicializar el controlador (controlador superior). Este instructivo de operación se muestra en el Anexo 7.2.

El sistema de control de temperatura utiliza las termocuplas y un sensor extra de temperatura límite (controlador inferior), con el fin de evitar fluctuaciones a lo largo de los experimentos. Debido a las altas temperaturas que se requieren en el proceso, es necesario conectar la niquelina a una fuente de 220V en serie con el relé de control. Éste se abrirá o se cerrará dependiendo de la señal enviada por el controlador y el límite de temperatura establecido en el sensor extra. Por lo que el sistema de control con el sensor extra se observa en la Figura 3.6.



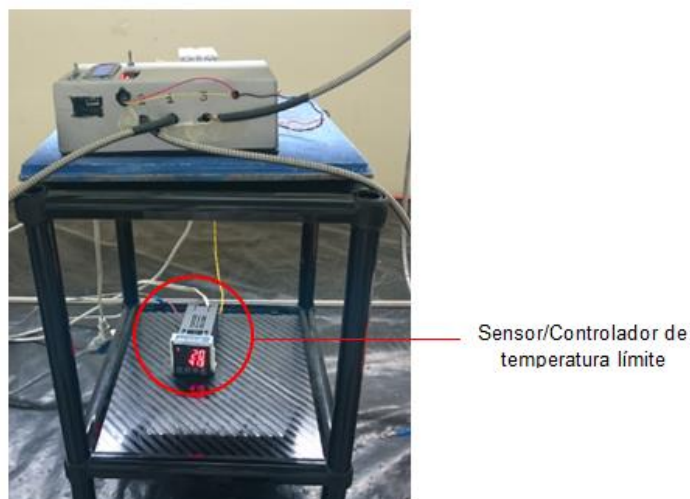


Figura 3.6: Sensor/Controlador de la temperatura límite

Este sensor de temperatura extra está conectado directo a una termocupla que se encuentra en contacto con el tubo de calentamiento.

Cabe mencionar que al configurar la temperatura en el controlador superior, se debe dar un valor a la constante de proporcionalidad. Esta constante se define como el cociente entre la variable de entrada  $x(t)$  sobre el error  $e(t)$  que corresponde a la ganancia del proceso en lazo abierto. La constante está definida con la siguiente expresión:

$$K_p = \frac{x(t)}{e(t)}$$

Este valor corresponde a un valor de 13 ya que experimentalmente es la constante que no permite que existan fluctuaciones de temperatura. El instructivo para configurar la constante  $K_p$  se muestra en el Anexo 7.2.

El código usado para el control de temperatura se lo realiza en el programa Arduino y se presenta en el Anexo 7.3. Este programa ofrece la posibilidad de adquirir y recolectar los datos de la temperatura detectada en las 3 termocuplas cada segundo a través del programa Cool Term en Windows y Zterm1.2 en Mac. Es indispensable, conectar la computadora al arduino con un cable de puerto serial para la adquisición de los datos.

### 3.1.2. Construcción del reactor de lecho fijo.

La construcción del reactor de lecho fijo, está conformado por diferentes elementos que se detallan a continuación:

El reactor es un tubo de acero inoxidable 316L, largo de 125cm, con un diámetro de 1,27cm, espesor de la pared de 0,08cm y recubierto con la manta de fibra cerámica antes descrita. El reactor se muestra en la siguiente Figura 3.7.



Figura 3.7: Partes del reactor de lecho fijo

Internamente, el reactor posee un lecho fijo compuesto de 6g de aluminio-silicatos, 12,7g de inerte y malla de acero inoxidable a los extremos enganchadas en las termocuplas para evitar el desplazamiento del catalizador a la columna de destilación. El largo aproximado del lecho es de 45cm. El lecho se observa en la siguiente Figura 3.8.



Figura 3.8: Lecho fijo del reactor

### 3.1.3. Construcción de la columna de destilación.

Para la construcción de la columna de destilación, se detallan los elementos que la componen:

La columna de destilación, es un cilindro de acero inoxidable 304, de 100 cm de largo, 7,62cm de diámetro y con 5 salidas para acoples. Además posee un medidor de nivel con manguera de PFA y recubierta con lana de vidrio. La columna se muestra en la Figura 3.9.

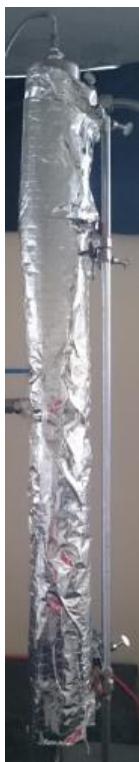


Figura 3.9: Columna de destilación

En la salida superior de la columna de destilación, se incluye un condensador. Éste es un cilindro de acero inoxidable 304, de 40cm de largo y 5,08cm de diámetro. Está diseñado con 4 salidas, 2 de ellas para la circulación del agua y las otras 2 para la entrada y salida de los condensados a través de un tubo interno soldado. El condensador se muestra en la Figura 3.10.



Figura 3.10: Condensador

El relleno de columna de destilación está conformado por anillos de acero inoxidable de 2 cm de largo y 1in de diámetro como se observa en la Figura 3.11. Este relleno cubre aproximadamente el 75% de la altura de la columna con un peso de 4,144kg. Los platos equivalentes para la columna son 6.





Figura 3.11: Anillos de acero inoxidable

### 3.2. Materiales de construcción del reactor de lecho fijo, precalentamiento y la columna de destilación flash

#### 3.2.1. Equipos y accesorios principales para la construcción.

Los equipos principales del sistema de craqueo catalítico son: reactor para el craqueo catalítico, cilindro de precalentamiento, columna de destilación y condensador. Estos equipos se detallan a continuación en la Tabla 3.1.







Tabla 3.1: Equipos principales



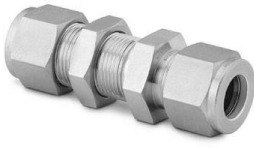

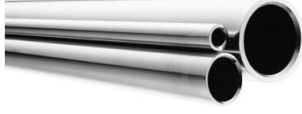
Ítem	Nombre	Explicación	Foto
1	Reactor de lecho catalítico	Cilindro construido con tubing Swagelok, de 1,27cm de diámetro y 125cm de largo	
2	Cilindro de precalentamiento	Cilindro construido con tubing Swagelok, de 1,27cm de diámetro y 250cm de largo enrollado con niquelina y con manta de calentamiento de fibra cerámica	

Ítem	Nombre	Explicación	Foto
3	Columna de destilación	Cilindro de 7,62cm de diámetro y 100cm de largo, con 6 salidas para distintas conexiones. Medidor de nivel con manguera de PFA	
4	Condensador	Cilindro de 5,08cm de diámetro y 40cm de largo, con 2 salidas para las conexión interna soldada de de tubing y 2 salidas para el flujo de agua	
5	Tanque de alimentación	Cilindro de acero inoxidable de 15cm de diámetro y 31 cm de largo. Con 3 entradas para alimentación y 1 salida. Medidor de nivel con manguera de PFA	

Los accesorios que se utilizaron para la construcción del reactor de craqueo, el cilindro de calentamiento, la columna de destilación y el condensador se encuentran en la Tabla 3.2 (Swagelok, 2015) (Forum Energy Technologies, 2015) (Retena, 2014).

Tabla 3.2: Accesorios principales (Swagelok, 2015) (Forum Energy Technologies, 2015)  
(Retena, 2014)




Ítem	Nombre	Ref.	Función	Foto
1	Conector Swagelok 1/2" OD Tubo x 1/2" MNPT	SS-810-1-8	Conexión entre salida y entrada de las bombas al tubing de 1/2"	
2	Unión recta Swagelok 1/2" OD Tubo	SS-810-6	Conexión entre el tubing de 1/2"	
3	Unión te Swagelok 1/2" OD Tubo	SS-810-3	Conexión entre tubing para distribuir tres salidas	
4	Unión te Swagelok 1/2" OD Tubo x 1/2" OD x 1/4" NPT Hembra	SS-810-3-4TTF	Conexión entre tubing y salida para conexión de las termocuplas	
5	Válvula Swagelok de aguja con bonete integral Cv 0.73, 1/2" Obturador de regulación	SS-1RS8	Válvula de aguja a la salida de la columna de destilación	
6	Válvula de bola PBV Flotante. Full Port, FNPTxFNPT	S-6322-38-3600-GL-NC / 0,5 in (192719)	Controlar entrada de flujo a cada equipo	

Ítem	Nombre	Ref.	Función	Foto
7	Codo Swagelok 3/8" OD Tubo x 1/2" MNPT	SS-600-2-8	Codo auxiliar para colocar la manguera utilizada como sensor de nivel en la columna de destilación	
8	Tubo de PFA, 3/8" OD x 0,062" de pared x 50 pies.	PFA-T6-062-50	Tubo de resina perfluoroalcóxido utilizado como sensor de nivel	
9	Unión recta pasamuros Swagelok 1/2" OD Tubo	SS-810-61	Conexión entre tubing y soldadura en el condensador	
10	Válvula Check de 1/2" Swagelok, 1 psig (0.07 bar)	SS-8C-1	Válvula antirretorno	
11	Tubo sin soldadura SS316/316L, 1/2"OD x 0.035" de pared x 20 Pies	SS-T8-S-035-20	Tubing de 1/2" para fluir producto en todo el sistema	

### 3.2.2. Herramientas para la construcción.

Las herramientas para la construcción se detallan en la Tabla 3.3.



Tabla 3.3: Herramientas para la construcción (Swagelok, 2015)

Item	Nombre	Ref.	Función	Foto
1	Cortatubos para tubo de Acero inoxidable, Cobre blando y Aluminio de 3/16 a 1" OD	MS-TC-308	Cortadora de tubing de acero inoxidable	
2	Desbarbador de tubo, para tubo de 3/16" a 1 1/2" y 4 a 38 mm OD	MS-TDT-24	Limador para eliminar excesos en las terminaciones del tubing	
3	Dobladora de tubo manual para tubo de 1/2" OD, 1 1/2" de Radio de curvatura	MS-HTB-8	Dobladora de tubing de acuerdo al radio de curvatura que se necesite	


### 3.2.3. Accesorios auxiliares.

Los accesorios auxiliares utilizados durante la construcción se detallan Tabla 3.4

Tabla 3.4: Accesorios auxiliares (Swagelok, 2015)

Item	Nombre	Ref.	Función	Foto
1	Cinta sellante de PTFE para roscas, 1/2 x 288" (12.7 x 732 cm) teflón	MS-STR-8	Teflón para sellar uniones roscadas	
2	Juego de férulas de acero inoxidable (1 férula delantera / 1 férula trasera) de 1/2" OD	SS-810-SET	Férulas de repuesto para los accesorios	






Ítem	Nombre	Ref.	Función	Foto
3	Soportes universales	LaDEA	Soportar los equipos principales	

### 3.2.4. Sistema de control de temperatura.

Los elementos que conforman el sistema de control se detallan a continuación en la Tabla 3.5.





Tabla 3.5: Elementos sistema de control

Ítem	Nombre	Descripción	Foto
1	Arduino UNO	Microcontrolador con 8 salidas digitales y 6 pines de entrada. Tiene conexión a USB. El voltaje de operación es de 5V	
2	Relé en estado sólido	Réle con una corriente máxima de trabajo de 25A y voltaje de 225V	
3	Display LCD 1602A	Pantalla para mostrar lectura de temperaturas. Se acopla al Arduino UNO	

### 3.2.5. Termocuplas.

Los elementos que conforman las termocuplas se detallan a continuación en la Tabla 3.6.

Tabla 3.6: Elementos de las termocuplas

Ítem	Nombre	Descripción	Foto
1	Termocupla tipo K	Termocuplas para medición de temperaturas. De 0,47cm de diámetro y 12,7cm de largo. El cable de la termocupla es de 121,92cm	
2	Reducciones SS304 1/2" NPT x 1/8" NPT	Reducción para la salida ubicada en la parte final superior de la columna	
3	Reducción 1/4" x 1/8", SS316	Reducción para colocar el acople de compresión	
4	Acople de compresión 1/8" NPT simple	Acople para colocar la termocupla herméticamente	

### 3.2.6. Sistema de bombeo.

Los elementos que conforman el sistema de bombeo se detallan a continuación en la Tabla 3.7.

Tabla 3.7: Elementos del sistema de bombeo

Ítem	Nombre	Ref.	Descripción	Foto
1	Bomba centrífuga marca GRUNDFOS	GRUNDFOS 25-42 180	Bomba centrífuga. Con una temperatura máxima de operación de 110°C. Camisa del rotor de acero inoxidable, cojinetes radiales de cerámica	
2	Reductores de acero al carbono de 1 ½" a ½"	Reductor	Reducción para juntar la salida y entrada de la bomba con el tubing	
3	Bomba peristáltica Master Flex	Bomba 77200-50	Bomba peristáltica que provee pequeños caudales. Se acopla la manguera col palmer	
4	Manguera Colpalmer	Manguera L/S 17	Manguera Cole Parmer de marca Masterflex con una formulación de silicona curada con peróxido y con un tamaño L/S 17	
5	Reóstato	Reóstato	Controla el caudal de la bomba a través de la corriente suministrada	

### 3.3. Costos de inversión del proyecto

Los costes de inversión general del proyecto se muestran en la Tabla 3.8 a continuación. Las cotizaciones y facturas respectivas se detallan en Anexo 7.4.

Tabla 3.8: Costos de inversión del proyecto

Item	Empresa	Descripción	Valor total
1	Swagelok	Accesorios y equipos en acero inoxidable 316L	\$1.891,88
2	PBV	4 Válvulas de bola	\$151,51
3	Retena S.A.	Accesorios para adecuar las termocuplas en el sistema	\$214,83
4	Megafrío	Lana de vidrio y cintas de aluminio	\$25,00
5	Detal Químicos	Alcohol Potable	\$22,40
6	Acindec S.A.	Columna de destilación y condensador	\$588,00
7	Acero Comercial	Bomba centrífuga	\$277,29
<b>TOTAL</b>			<b>\$3.170,91</b>

### 3.4. Lógica de operación del sistema de craqueo catalítico

En el diseño del sistema para el craqueo catalítico de aceites lubricantes usados para la obtención de combustibles alternativos, se consideraron las siguientes configuraciones que se pueden llevar a cabo en el mismo.

En cada lógica de operación, el valor de 1 significa abierto y 0 significa cerrado. Así como las V significan cada una de las válvulas enumeradas en el sistema y B son las bombas utilizadas.

El arranque del sistema de craqueo catalítico empieza con el llenado de la materia prima en el tanque de alimentación, después, se abre la válvula 1 que se encuentra a la salida del tanque de alimentación, la válvula 4, 5, 6 y para permitir el ingreso del aceite lubricante usado a la columna. Se enciende la bomba hasta que el aceite lubricantes usado llegue a un nivel en equilibrio en la columna. Una vez que se mantiene el estado de equilibrio se procede a detallar la lógica de operación del sistema de craqueo.

Para la lógica de operación con un solo paso por el sistema, se debe considerar la siguiente configuración como muestra en la Figura 3.12.

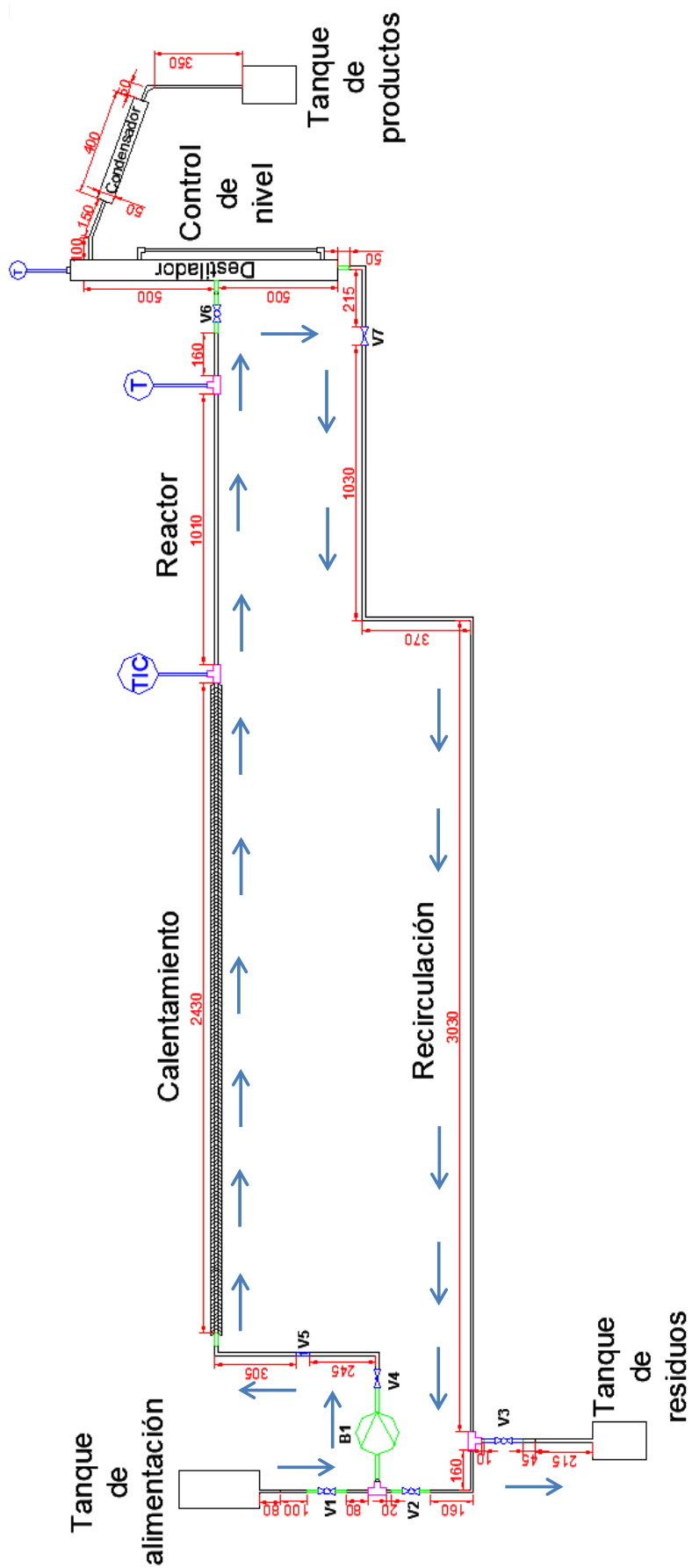


Figura 3.12: Configuración para una circulación directa al tanque de residuos

Los pasos a seguir para una configuración en la que la materia prima pase una sola vez por el sistema de craqueo se muestra en la Tabla 3.9

Tabla 3.9: Configuración para una circulación directa al tanque de residuos

	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	B1	Observaciones
<b>Paso 1</b>	1	0	0	1	1	1	0	0	
<b>Paso 2</b>	1	0	0	1	1	1	0	1	Abrir B1 hasta llegar al nivel del destilador
<b>Paso 3</b>	1	0	1	1	1	1	1	1	

Cuando se desea tener la recirculación pura del aceite por todo el sistema, los pasos que se debe seguir se muestran en el siguiente diagrama como se muestra en la Figura 3.13.

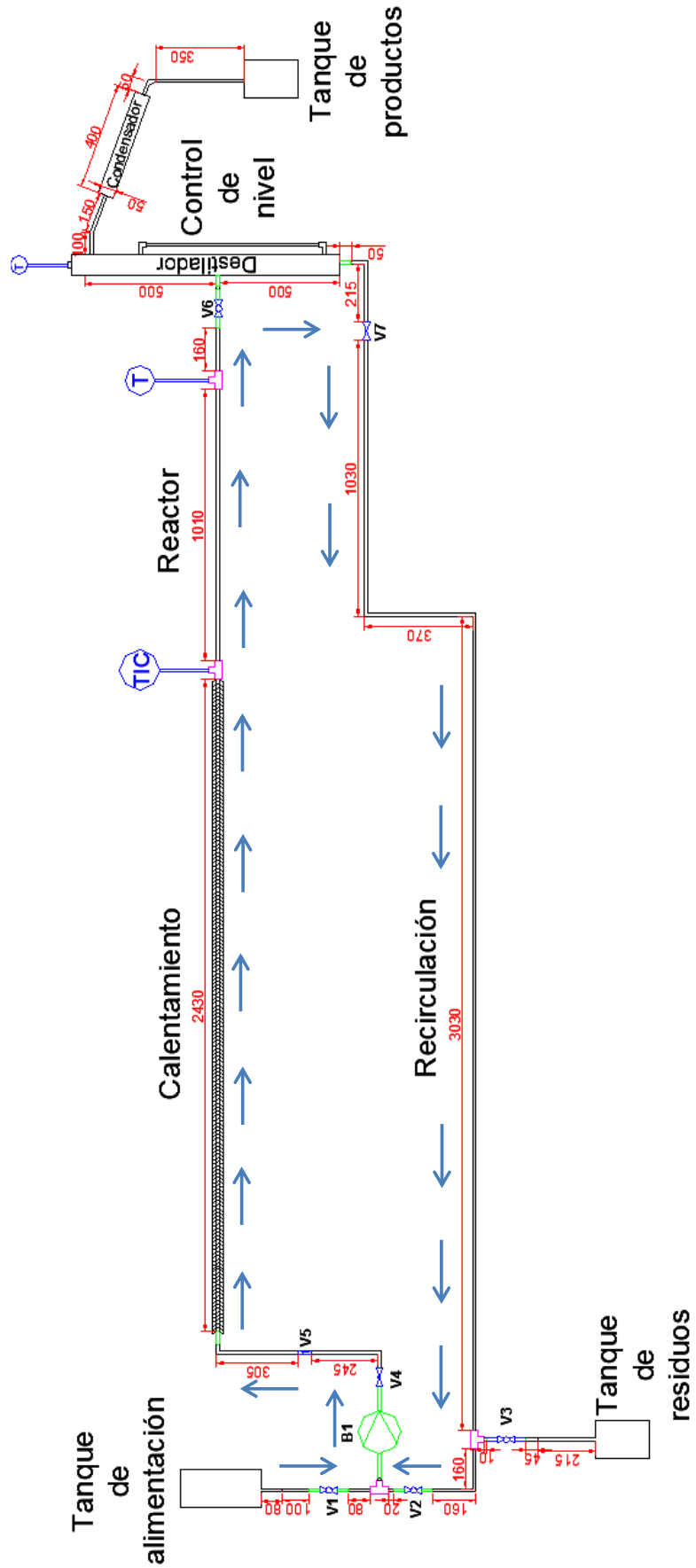


Figura 3.13: Configuración para una recirculación pura del sistema



Considerando una recirculación, la lógica de operación se muestra en la Tabla 3.10.

Tabla 3.10: Configuración para una recirculación pura del sistema

	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	B1	Observaciones
<b>Paso 1</b>	1	0	0	1	1	1	0	0	
<b>Paso 2</b>	1	0	0	1	1	1	0	1	Abrir B1 hasta llegar al nivel del destilador
<b>Paso 3</b>	0	1	0	1	1	1	1	1	

La configuración real en el que se considera una tasa de recirculación junto con la alimentación y desalajo al tanque de residuos se muestra en la Figura 3.14.

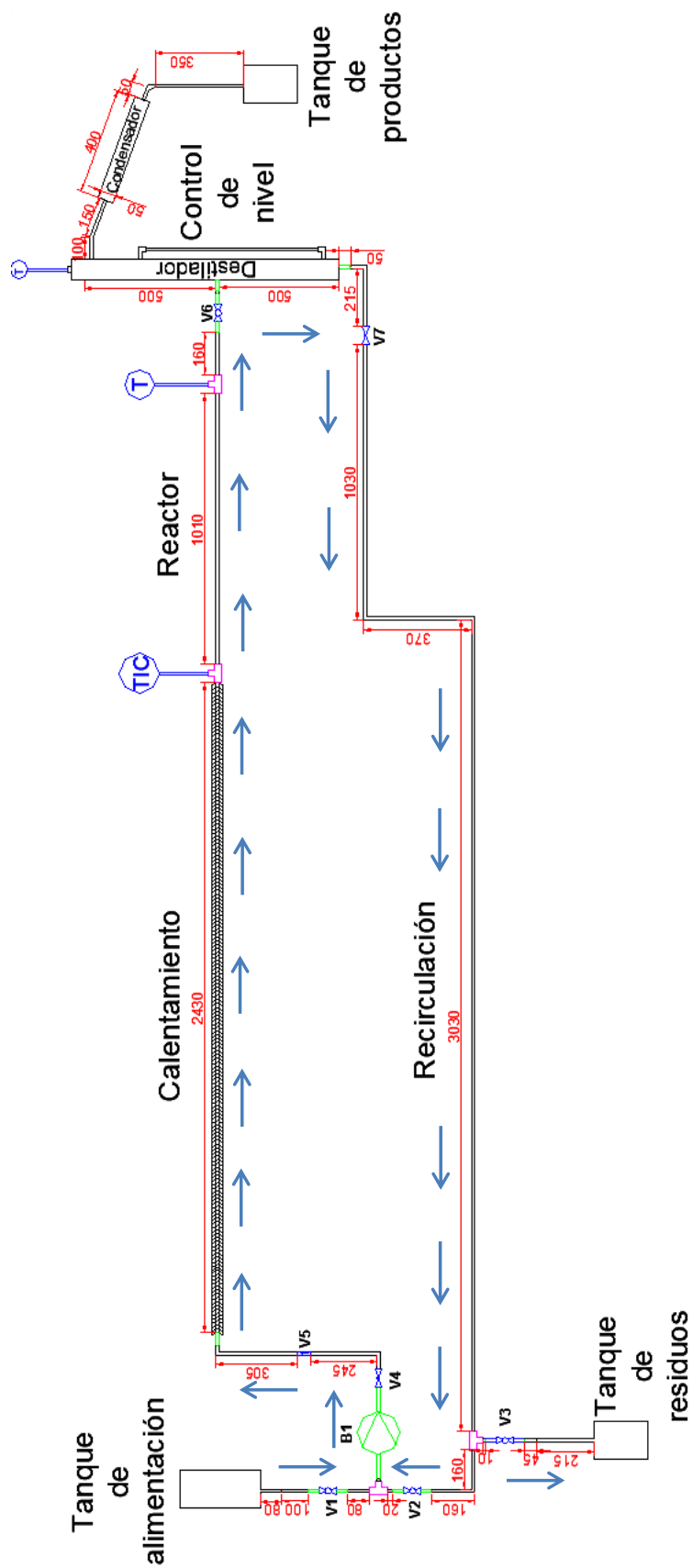


Figura 3.14: Configuración para la combinación entre recirculación y flujo al tanque de residuos

Los respectivos pasos a seguir para llevar a cabo esta configuración se observa en la siguiente Tabla 3.11.

Tabla 3.11: Configuración para la combinación entre recirculación y flujo al tanque de residuos

	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	B1	Observaciones
<b>Paso 1</b>	1	0	0	1	1	1	0	0	
<b>Paso 2</b>	1	0	0	1	1	1	0	1	Abrir B1 hasta llegar al nivel del destilador
<b>Paso 3</b>	1	1	1	1	1	1	1	1	V7 regular el caudal para mantener nivel destilador

### 3.5.Preparación del catalizador de aluminio silicato meso poroso con Zn al 2%

Durante la reacción de craqueo catalítico se usan los catalizadores sintéticos de aluminio-silicatos con zinc al 2%. El método de preparación ha sido modificado con respecto a tesis anteriores, considerando la mitad de la cantidad de Tritón. Este cambio se debe a que a menor cantidad de este compuesto, la consistencia del catalizador se asemeja a piedras más que a polvo (Álvarez, 2014). La preparación de este catalizador se muestra a continuación.

#### 3.5.1. Reactivos para la preparación del catalizador de aluminio silicato.

Los reactivos que se utilizan para la preparación de este catalizador se detallan en la Tabla 3.12.

Tabla 3.12. Características y cantidades de los reactivos para la preparación del catalizador

Reactivo	Formula	Cantidad	Unidades
Tri-sec-butilato de aluminio (TBA)	$Al[OCH(CH_3)C_2H_5]_3$	1.9	[g]
Tetraetil-ortosilicato (TEOS)	$C_8H_{20}O_4Si$	11.5	[g]
Polioxoetileno (8) isooctil fenil éter (tritón)	$C_{34}H_{62}O_{11}$	2.25	[g]
Cloruro de Zinc	$ZnCl_2$	0.23	[g]
Ácido clorhídrico	$HCl$	2-3	[gotas]
Agua destilada	$H_2O$	30	[mL]

La adquisición de reactivos y preparación de este catalizador se llevó a cabo en los laboratorios del Departamento de Ingeniería Química y se detalla a continuación.

### 3.5.2. Procedimiento para la preparación del catalizador de aluminio silicato.

La preparación del catalizador sintético se basa en instrucciones de tesis anteriores considerando que la cantidad de Tritón se disminuía a la mitad. Primeramente, se colocan 2.25g de Tritón X-114 en 30mL de agua destilada en un Erlenmayer, a esta mezcla se la agita con la ayuda de un agitador magnético hasta tener como resultado una espuma blanca espesa. A esta mezcla se agrega el cloruro de zinc  $ZnCl_2$  en relación peso/peso con la matriz que es TEOS, es decir que por 11.5g de TEOS se coloca el 2% de este valor correspondiente a 0.23g de  $ZnCl_2$ .

Posteriormente, se le coloca de 1 a 2 gotas de ácido clorhídrico  $HCl$  a la mezcla, ya que la ruta de síntesis de este catalizador es en medio ácido. Seguido, con la ayuda de un embudo de decantación se colocan gota a gota los 11.5g de TEOS en un tiempo de 2 horas con agitación constante.

Aparte, en otro Erlenmayer se colocan 1.9g de TBA y se mezcla con el contenido que se preparó anteriormente en el primer Erlenmayer y se agita la mezcla realizada durante 24 horas. Una vez transcurrido este tiempo de agitación, a la mezcla se la trasvasa a un reactor de teflón y se lo sella completamente. Una vez sellado el reactor se lo coloca en una estufa durante 24 horas a una temperatura de 150°C.

Al producto que se obtiene después del proceso hidrotermal en la estufa, se lava con una mezcla de etanol agua y se lo filtra al vacío. El resultado de la filtración (sólido) se coloca en un crisol y se coloca en la mufla por 24 horas a una temperatura de 550°C. Al sacar el producto de la mufla se lo coloca en un desecador para que no adquiera humedad la muestra.

Este proceso mencionado anteriormente para la preparación del catalizador sintético se observa en el siguiente diagrama de bloque de la Figura 3.15.

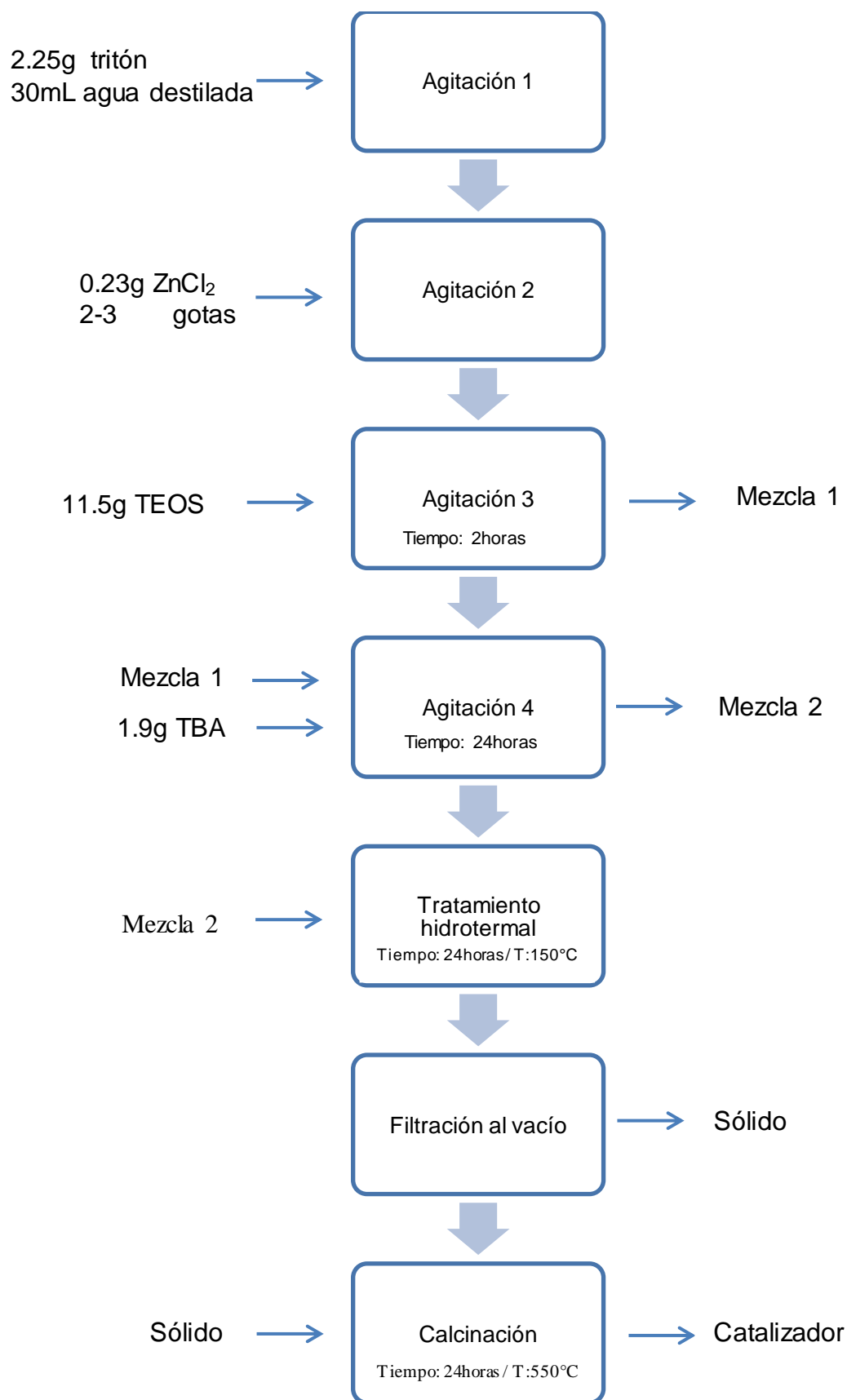


Figura 3.15: Diagrama de bloque para la preparación del catalizador sintético

## 4. RESULTADOS Y PUESTA EN MARCHA

### 4.1. Armado y puesta en marcha del proceso de craqueo y destilación

Para poder realizar los análisis correspondientes al craqueo térmico, catalítico y la separación de compuestos a través de la columna de destilación, primero se arma y se pone en marcha el sistema de craqueo con el reactor de lecho fijo de flujo horizontal ubicado en el Laboratorio de Energías Alternativas LADEA de la Universidad San Francisco de Quito. Al armar todo el sistema que consta de un cilindro de precalentamiento, el reactor de lecho fijo, la columna de destilación y un posterior condensador, se procede a la puesta en marcha para pruebas de hermeticidad para confirmar si existe fugas en el sistema. De igual forma se arrancan y calibran los sistemas de bombeo, de control de temperatura y control de flujo. El proceso completo se observa en la siguiente Figura 4.1.

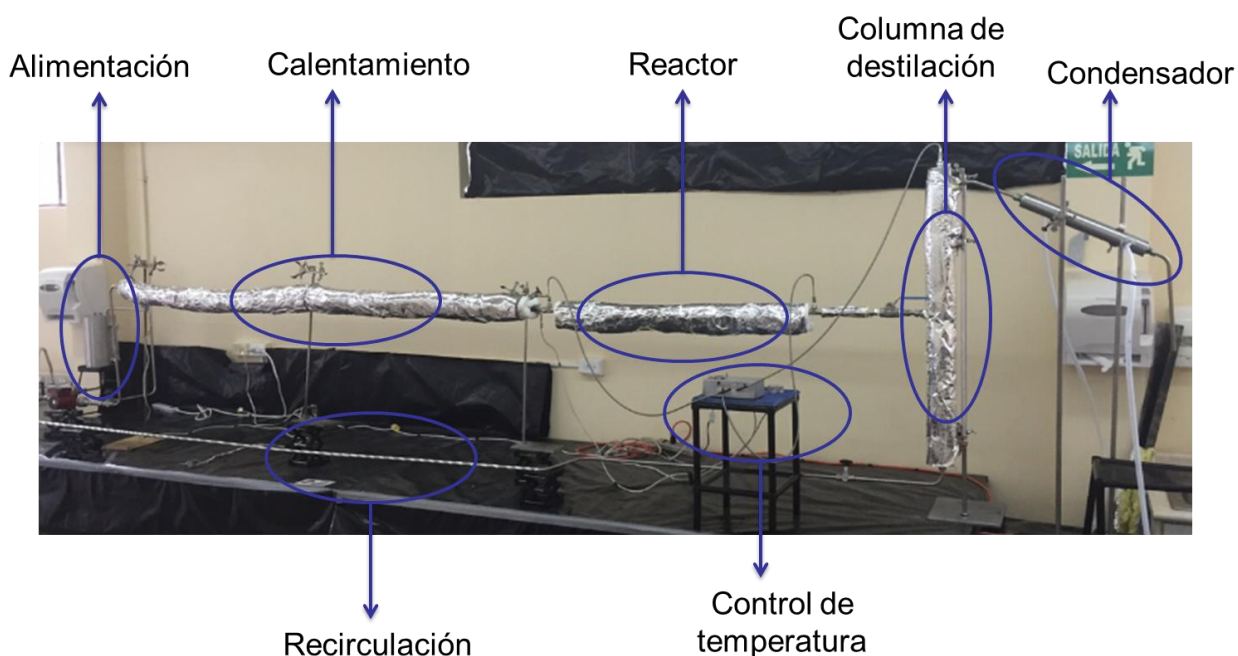


Figura 4.1: Sistema completo para el craqueo catalítico de aceite lubricante usado

#### 4.1.1. Sistema de bombeo.

El bombeo se realiza desde el tanque de alimentación ubicado al inicio de todo el sistema. Este tanque contiene la materia prima que en el caso de esta investigación es el aceite lubricante usado. Al comienzo de la construcción se implementó una bomba centrífuga marca Grundfos, con una temperatura máxima de operación de 110°C, con cojinetes radiales de cerámica, cojinete axial de carbono, camisa del rotor y placa de soporte de acero. Además, la presión de trabajo es de 10bar y con tres diferentes corrientes de

arranque en velocidad. La bomba marca Grundfos mostrada en la Figura 4.2 estaba diseñada para soportar temperaturas hasta 110°C, sin embargo, la temperatura necesaria para operar sigue siendo uno de los problemas.



Figura 4.2: Bomba centrífuga marca GRUNDFOS

A pesar de tener una potencia relativamente baja, menor a 1/2hP, los caudales que suministraba eran altos comparado con el caudal de alimentación requerido. Las curvas de calibración de la bomba en diferentes momentos, muestran la inestabilidad de la misma.

La primera curva de calibración que se observa en la Figura 4.3, tiene un caudal mínimo de 584mL/min y máximo de 1512mL/min.

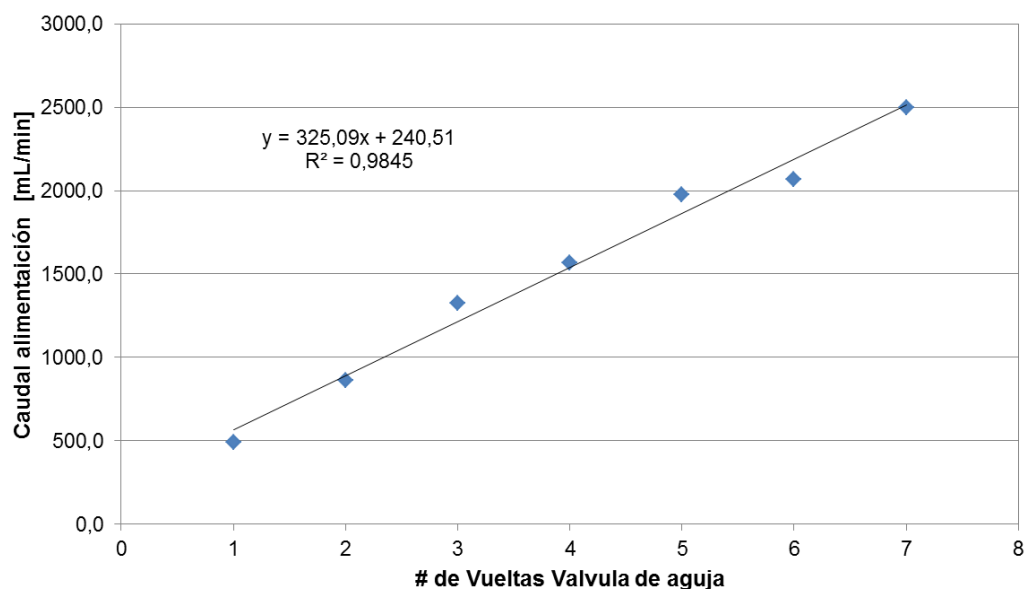


Figura 4.3: Calibración 1 bomba Grundfos

La siguiente curva de calibración 2, se muestra en la Figura 4.4. En esta curva se observa que la bomba presenta un caudal mínimo de 489mL/min y máximo de 2500mL/min.

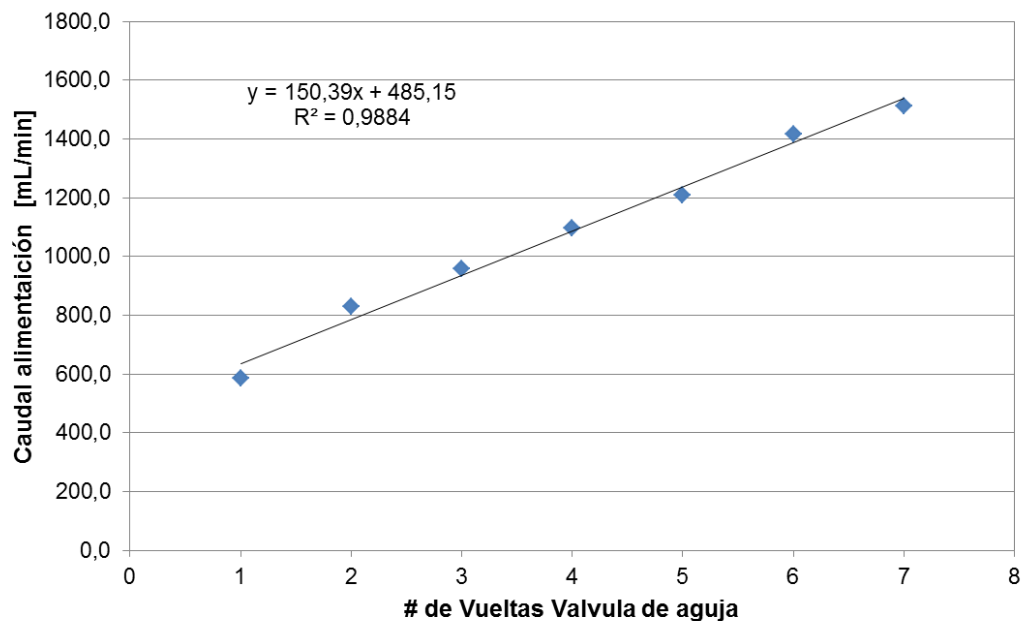


Figura 4.4: Calibración 2 bomba Grundfos

Y la última curva de calibración como muestra de la inestabilidad de la bomba Grundfos, se muestra en la Figura 4.5 con un caudal mínimo de 537mL/min y máximo de 2117mL/min.

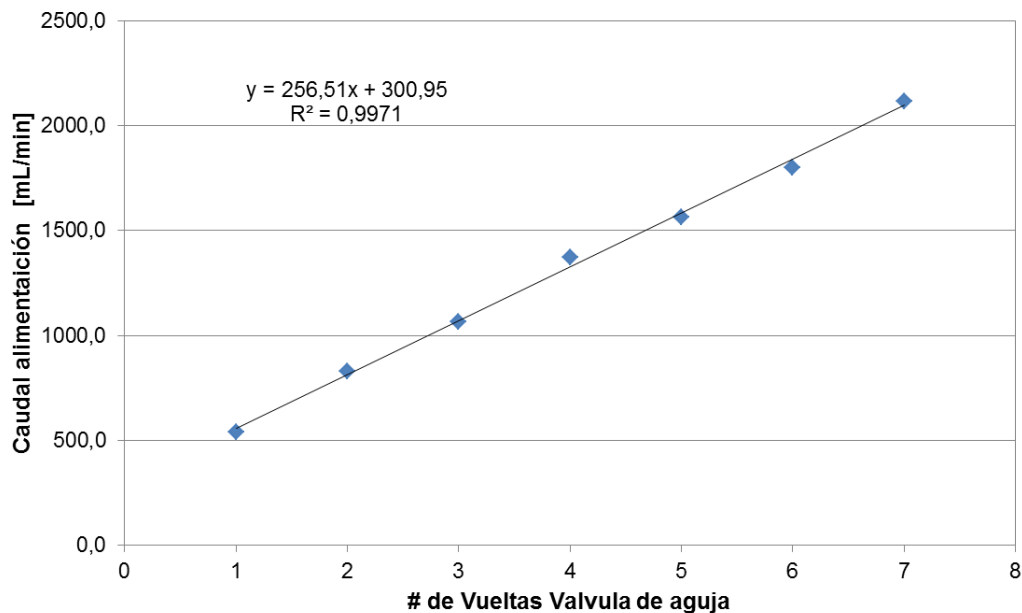


Figura 4.5: Calibración 3 bomba Grundfos

Al ser el comportamiento de la bomba bastante variable, se realizó el cambio del sistema de bombeo a una bomba peristáltica acoplada a un reóstato que nos permitió proporcionar caudales pequeños necesarios para operar la planta piloto instalada. De la misma manera,



el limitante de ésta bomba es el material de silicona de la manguera ya que una vez realizados algunos experimentos con aceite a altas temperaturas y la limpieza del sistema con gasolina, la manguera se desgastó y hubieron cortes en la misma. La bomba peristáltica usada se observa en la siguiente Figura 4.6.



Figura 4.6: Bomba peristáltica

## 4.2. Problemas presentados durante la puesta en marcha

### 4.2.1. Manta de calentamiento.

Al iniciar la construcción, como material aislante térmico de la niquelina se colocó lana de vidrio. Sin embargo, para las primeras pruebas de hermeticidad y puesta en marcha en caliente ya se presentaron problemas ya que la temperatura excedió el límite soportado por este material que era de  $250^{\circ}\text{C}$  (Insuma, 2008). A pesar de que el agua y la mezcla etanol-agua no sobrepasan esa temperatura, la lana de vidrio tenía contacto directo con una cobertura de -hierro que cubría la niquelina y ésta superó los límites de temperatura que resiste este material, y por eso se presentaron quemaduras en la lana de vidrio como se muestra en la Figura 4.7.



Figura 4.7: Lana de vidrio quemada por superar límites de temperatura

Dados estos inconvenientes, se reemplazó la lana de vidrio la fibra cerámica que resiste hasta una temperatura de  $1260^{\circ}\text{C}$ , la misma que se observa en la Figura 4.8.



Figura 4.8: Fibra cerámica como material aislante térmico

#### **4.2.2. Relleno de la columna de destilación.**

Al analizar el relleno específico necesario para la columna de destilación, se requiere que cumpla las siguientes características. Primero debe ser inerte frente a hidrocarburos, y segundo, debe resistir altas temperaturas ya que va a estar en contacto directo con el producto de la reacción de craqueo.

La primera elección fueron las canicas ya que son económicas, de vidrio, resisten altas temperaturas y son inertes. Por lo que para comprobar si resisten las condiciones de operación, se colocó en la mufla a  $580^{\circ}\text{C}$  durante 6 horas. Una vez transcurrido ese lapso

de tiempo, se las retiró de la mufla y se observó que se encontraban quebradas como se observa en la Figura 4.9.



Figura 4.9: Prueba de resistencia a altas temperaturas de canicas

Posteriormente, para determinar la resistencia de las canicas en hidrocarburos o gasolinas, se las sumergió en vasos con gasolina como se observa en la siguiente Figura 4.10.



Figura 4.10: Prueba de resistencia de las canicas a hidrocarburos o gasolinas

Como se puede apreciar, una vez que estuvieron en contacto con la gasolina, las canicas de color azul presentan una descoloración, mientras que las blancas se mantienen intactas. Dados estos problemas en el color y la temperatura, se decidió no utilizar las canicas como material de relleno, ya que el color puede afectar en los análisis del producto final que se obtiene y si se rompen pueden ocasionar problemas en la operación.

Es por eso que se determinó que los anillos de acero inoxidable como relleno en la columna de destilación.

### 4.3. Calibración de la bomba y del sistema de calentamiento

#### 4.3.1. Con agua.

Una vez que el sistema de craqueo catalítico de aceites lubricantes usados se encuentra armado, se procede a realizar las pruebas de hermeticidad con agua. Esta prueba consiste en bombear el líquido desde el tanque de almacenamiento mediante la bomba peristáltica al sistema de precalentamiento y posteriormente al reactor. El líquido que no se evapora se recircula al sistema o simplemente se lo descarga al tanque de residuos. Todos los flujo de entrada y salida de cada equipo serán controlados a partir de válvulas ya sea de bola o de aguja. Se realiza esta prueba de hermeticidad para corroborar que el sistema no presente fugas, además de que se debe realizar la curva de calibración de la bomba usada.

La curva de calibración de la bomba peristáltica acoplada a un reóstato encargado de regular el caudal, se muestra en la Figura 4.11.

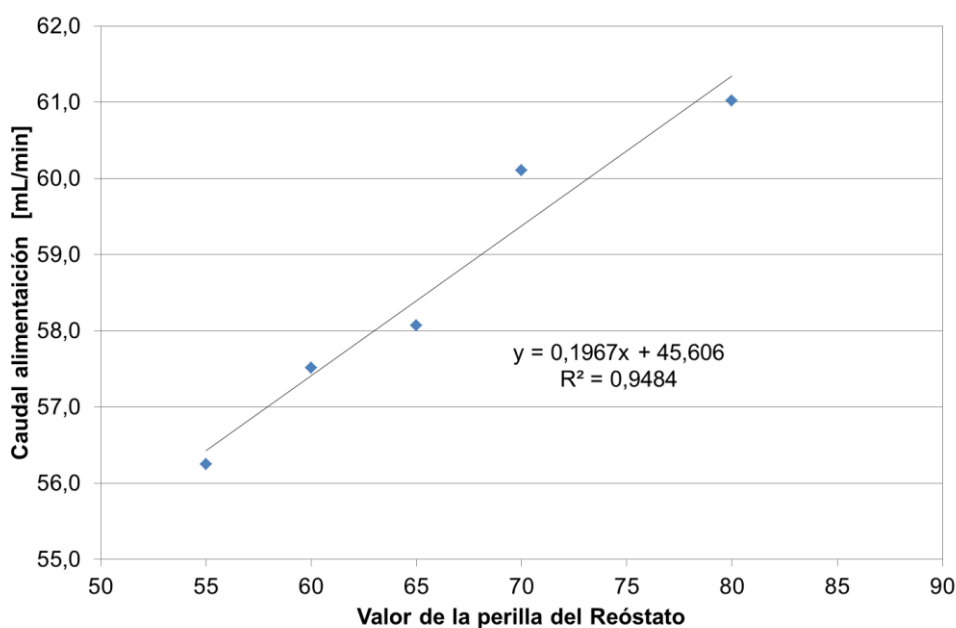


Figura 4.11: Curva de calibración de la bomba peristáltica

#### 4.3.2. Destilación de la mezcla etanol-agua.

Para llevar a cabo la puesta en marcha del reactor y calibrar el sistema de control de temperatura, se realiza una destilación de una mezcla de etanol-agua. Para calcular las temperaturas del controlador superior e inferior, se muestran las rectas respectivas para cada uno de ellos que se obtienen de diferentes ensayos con agua y mezcla etanol-agua. Las rectas correspondientes al controlador superior e inferior se observan en la Figura 4.12.

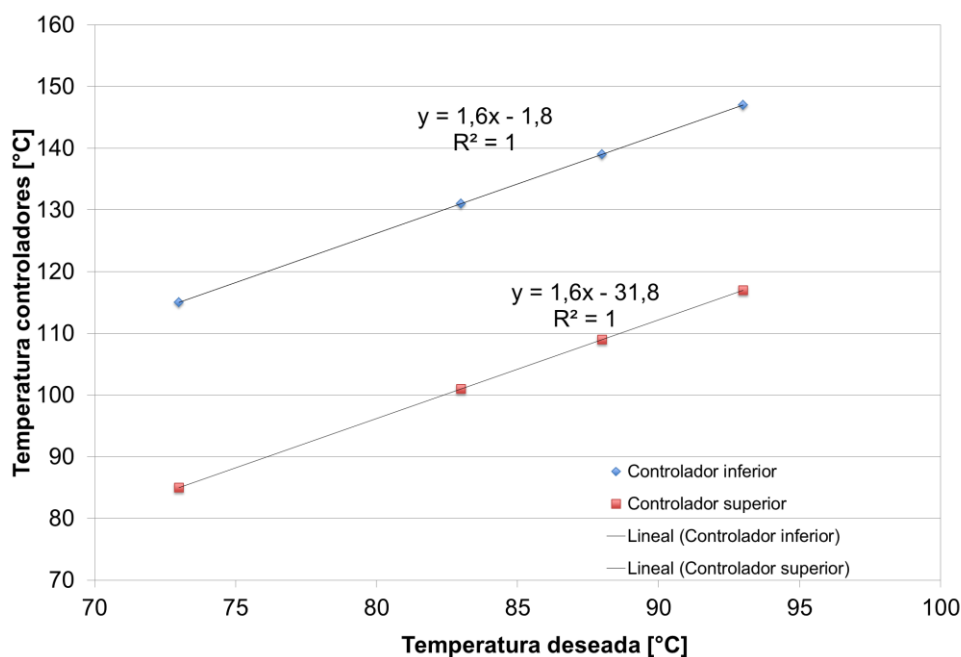


Figura 4.12: Recta que determina la temperatura del controlador superior e inferior

En síntesis, las ecuaciones que se deben aplicar para conocer el set point de la temperatura en cada uno de los controladores a partir de la temperatura de operación que se desea, se observan en la Tabla 4.1 debido al offset.

Tabla 4.1: Ecuaciones que determinan las temperaturas en el controlador superior e inferior para el ensayo en agua y mezcla etanol-agua

Temperatura de operación deseada [°C]	Temperatura control superior $y_1$ [°C]	Temperatura control inferior $y_2$ [°C]
$x$	$y_1 = 1,6x - 31,8$	$y_2 = 1,6x - 1,8$

#### 4.4. Puesta en marcha en frío con agua y etanol-agua

Una vez calibrada la bomba se realiza una prueba de hermeticidad y destilación de agua para verificar el sistema de control de temperatura para observar si existen mayores fluctuaciones de temperatura al momento de llevar a cabo la prueba en caliente.

En la Tabla 4.2 a continuación se describen los parámetros de operación utilizados para llevar a cabo el ensayo con agua caliente a una temperatura de operación de 97°C, considerado que esta es la temperatura a la que hierve el agua en Cumbayá.

Tabla 4.2: Ensayo con agua

Volumen usado [mL]	Caudal de alimentación [mL/min]	Temperatura control superior [°C]	Temperatura control inferior [°C]	Potencia máxima [W]
3000	56	123	153	742

En esta prueba se obtuvo un perfil de temperaturas de las tres termocuplas que se muestra en la Figura 4.13.

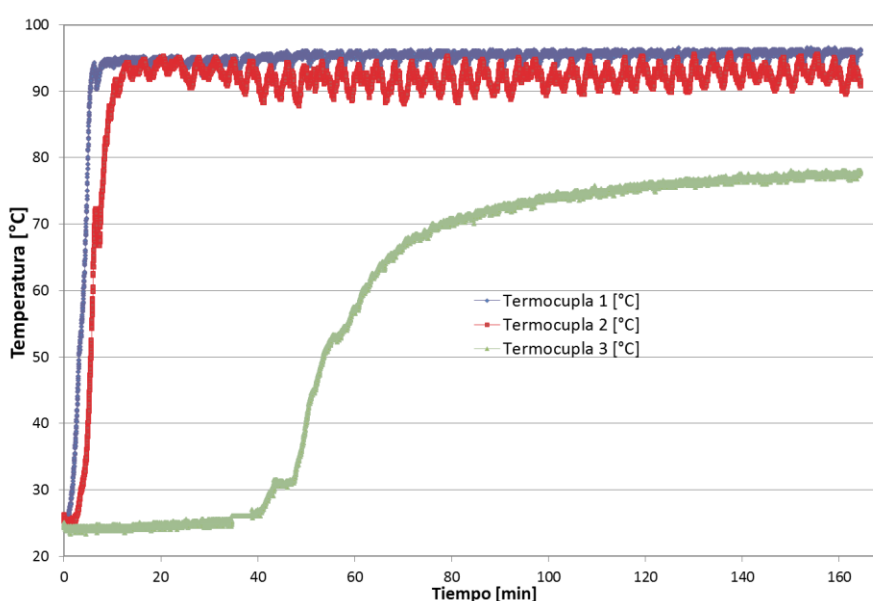


Figura 4.13: Perfil de temperaturas en las diferentes termocuplas acopladas al sistema

Como se puede observar las fluctuaciones de temperatura en la termocupla 1 son de  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ , en la termocupla 2 es de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  y en la temperatura 3 se observa un crecimiento hasta llegar al equilibrio.

A continuación se realiza la puesta en marcha con una mezcla de etanol al 30% y agua al 70%. Esta puesta consiste en bombear la mezcla a través del sistema, los vapores producidos ascienden por la columna y son transformados en líquido una vez que atraviesan el condensador. Los residuos líquidos que no se evaporan, se descargan al tanque de residuos. El producto final que se obtiene es analizado en un refractómetro comparando con la curva de calibración que se obtiene con concentraciones conocidas de

la mezcla etanol-agua. La curva de calibración de la concentración de etanol se observa en la siguiente Figura 4.14.

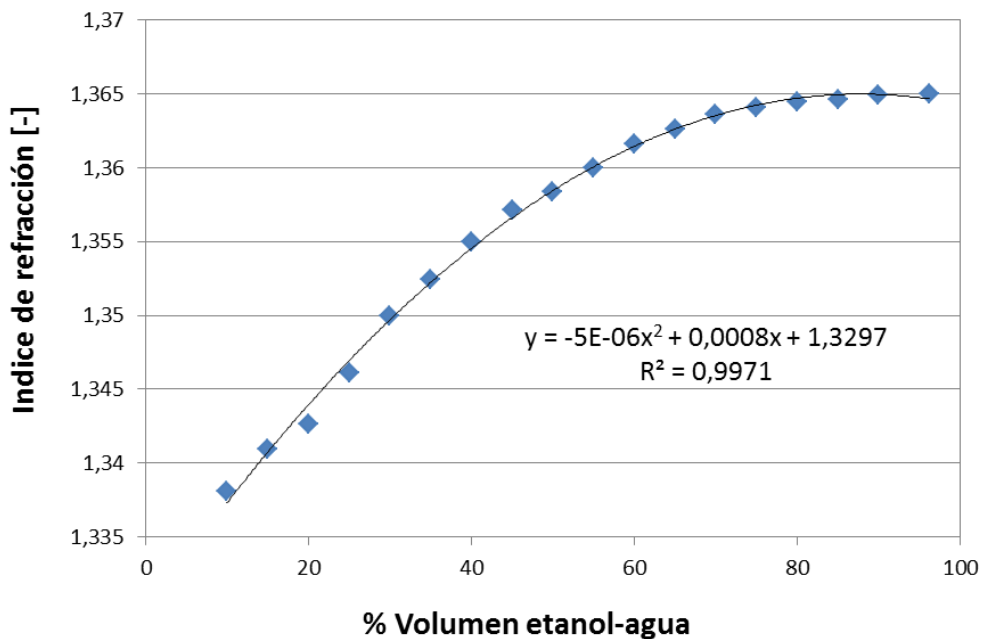


Figura 4.14: Calibración del Índice de refracción vs. % Volumen etanol-agua

En la Tabla 4.3 se describen los parámetros considerados para llevar a cabo el ensayo de destilación de la mezcla etanol al 30%-agua al 70% a una temperatura de operación de 85°C.

Tabla 4.3: Ensayo con etanol-agua

Tiempo de destilado [min]	Volumen usado [mL]	Caudal de alimentación [mL/min]	Temperatura control superior [°C]	Temperatura control inferior [°C]	Potencia máxima [W]
126	4300	56	104	134	742

En el tiempo de operación se obtuvo un volumen de destilado de 50mL, y un perfil de temperaturas en las tres termocupas que se muestra en la Figura 4.15

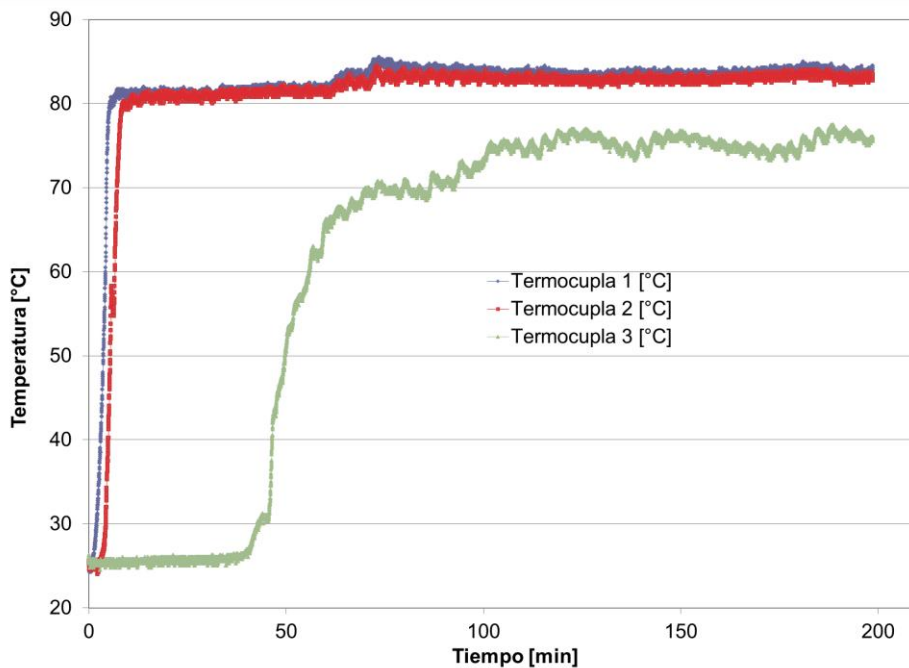


Figura 4.15: Perfil de temperaturas ensayo etanol-agua

Al analizar el porcentaje de etanol que se recupera en el tiempo de destilado mencionado que fue de 126min. Este análisis se observa en la Figura 4.16.

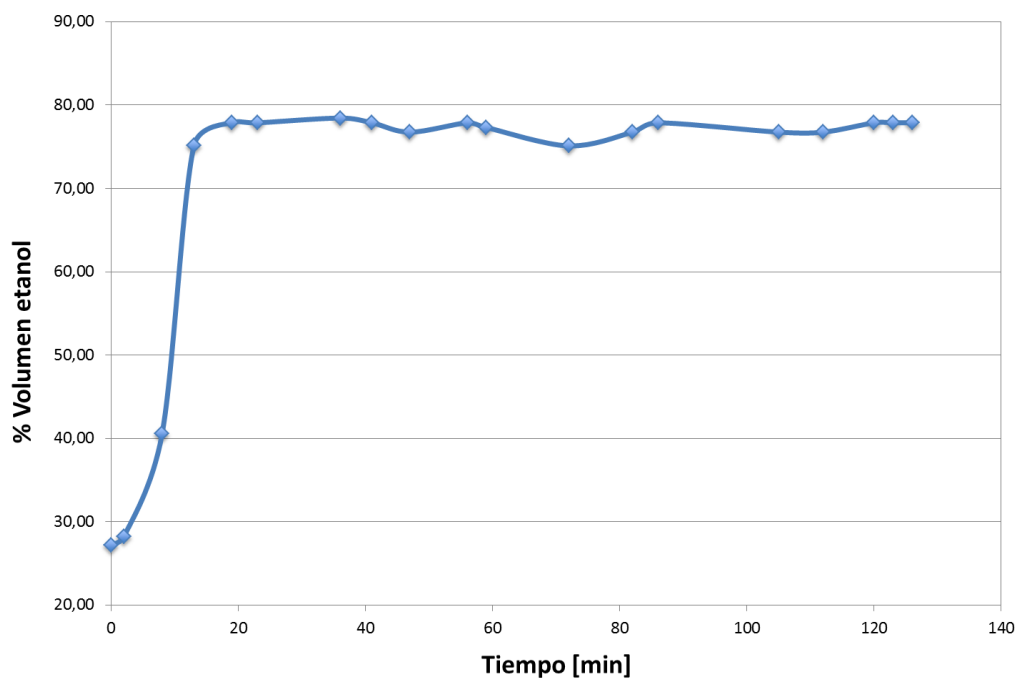


Figura 4.16: Perfil del % Volumen etanol vs. Tiempo



#### 4.5. Puesta en marcha en caliente con aceite lubricante usado

Para realizar la puesta en marcha en aceite con el aceite lubricante usado, primero se debe realizar el pretratamiento a la materia prima. Para esto, el aceite lubricante usado se filtra con una malla de acero eliminar cualquier residuo sólido presente. El filtrado del aceite se observa en la Figura 4.17.



Figura 4.17: Filtración del aceite lubricante usado antes de la puesta en marcha

Posterior al filtrado del aceite, se le coloca en la estufa a  $110^{\circ}\text{C}$  como se observa en la Figura 4.18. Este proceso de secado se lo realiza al aceite para eliminar la mayor cantidad de agua.



Figura 4.18: Secado del aceite lubricante usado

Una vez tratado el aceite lubricante usado, se lleva a cabo la puesta en marcha del reactor en caliente. Primero, se deben calcular las temperaturas del controlador superior y controlador inferior de la misma forma que se realizó con el agua, pero en este caso la fuente de voltaje fue de 110V.

Es decir, para el controlador superior e inferior las rectas con su respectiva ecuación que se deben considerar se muestran en Figura 4.19.

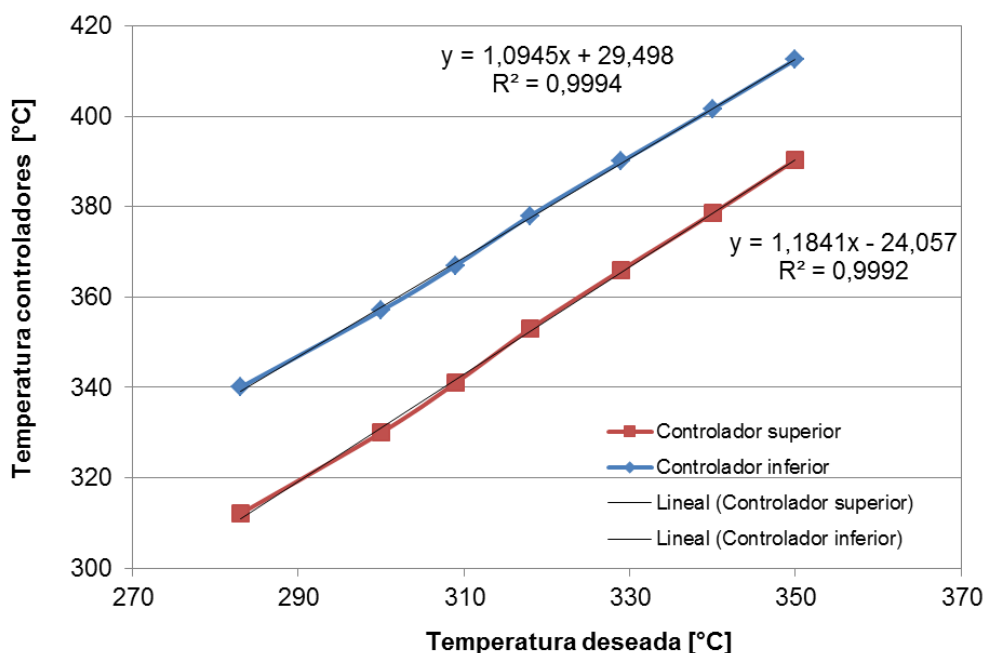


Figura 4.19: Rectas que determina la temperatura del controlador superior e inferior

En síntesis, las ecuaciones que se deben aplicar para calcular la temperatura en cada uno de los controladores a partir de la temperatura de operación que se desea, se observan en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4: Ecuaciones que determinan las temperaturas en el controlador superior e inferior para el ensayo de craqueo térmico y catalítico de aceite lubricante usado

Temperatura de operación deseada [°C]	Temperatura control superior $y_1$ [°C]	Temperatura control inferior $y_2$ [°C]
$x$	$y_1 = 1,1841x - 24,057$	$y_2 = 1,0945x + 29,498$

#### 4.5.1. Craqueo térmico del aceite lubricante usado.

La puesta en marcha del reactor al craquear el aceite lubricante usado sin catalizador, se realiza de igual forma que con la mezcla etanol-agua. Primero se debe realizar una curva de calibración de la bomba peristáltica usando aceite lubricante usado ya que su caudal también dependerá de las propiedades de viscosidad que el mismo presente. Esta curva de calibración se observa en la Figura 4.20.

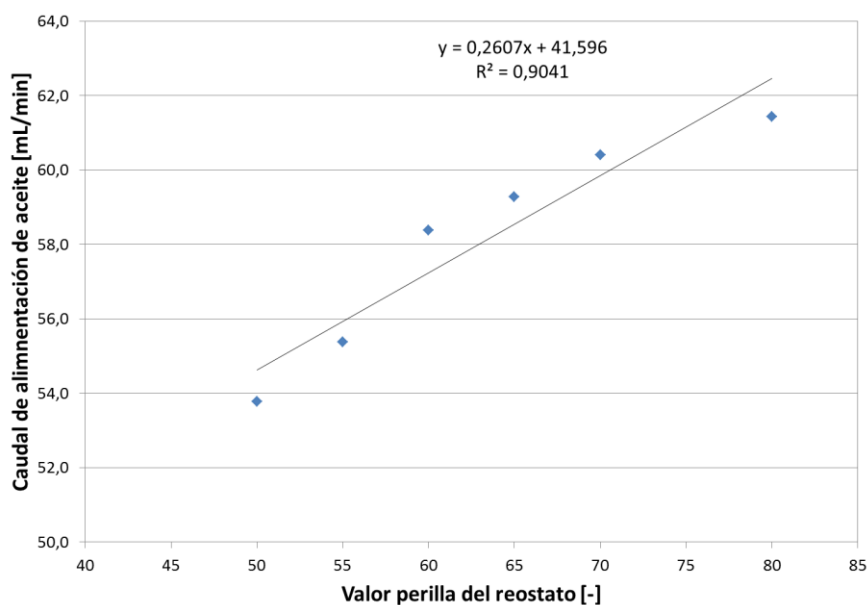


Figura 4.20: Curva de calibración de la bomba peristáltica con aceite lubricante usado

Posteriormente, se detallan los parámetros de operación para llevarse a cabo el ensayo de craqueo térmico de aceite lubricante usado desde 120°C hasta una temperatura de 250°C por 40 minutos oscilando  $\pm 5^\circ\text{C}$ , en pasos de 10°C hasta estabilizar la temperatura y alcanzar la temperatura final. Estos parámetros se observan en la Tabla 4.5.

Tabla 4.5: Ensayo craqueo térmico aceite lubricante usado hasta 250°C

Tiempo de destilado [min]	Volumen usado [mL]	Caudal de alimentación [mL/min]	Temperatura control superior [°C]	Temperatura control inferior [°C]	Potencia máxima [W]
545	3000	54	Variable	Variable	742

En este tiempo de operación se obtuvo un perfil de temperaturas de las tres termocuplas que se muestra en la Figura 4.21. La temperatura final de craqueo térmico a 250°C, se mantuvo estable durante 40 minutos oscilando  $\pm 5^\circ\text{C}$ , obteniendo dos muestras. La primera muestra fue un gas casi transparente y la segunda muestra fue un condensado de color amarillo. Estas muestras son caracterizadas posteriormente.

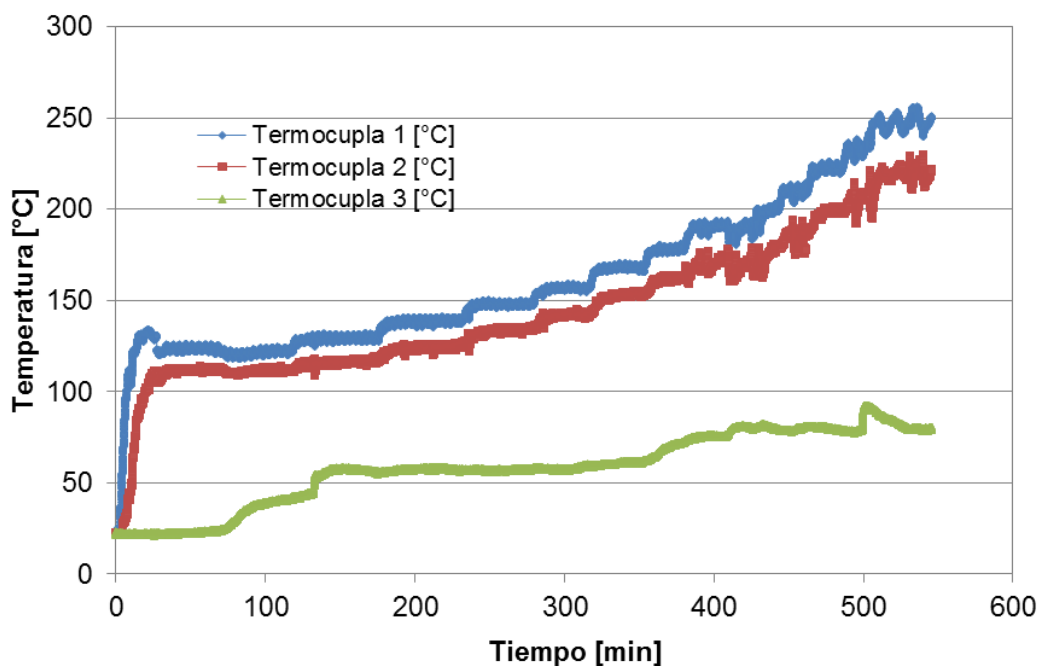


Figura 4.21: Perfil de temperaturas de craqueo térmico hasta 250°C

A continuación se realiza el craqueo térmico desde 150°C hasta una temperatura de 350°C, por 40 minutos oscilando  $\pm 5^\circ\text{C}$ , en pasos de 10°C. Los parámetros de operación de este ensayo se muestran en la Tabla 4.6

Tabla 4.6: Ensayo craqueo térmico aceite lubricante usado hasta 350°C

Tiempo de destilado [min]	Volumen usado [mL]	Caudal de alimentación [mL/min]	Temperatura control superior [°C]	Temperatura control inferior [°C]	Potencia máxima [W]
554	3000	54	Variable	Variable	742-2342

El perfil de temperaturas en las tres termocuplas, para el ensayo de craqueo térmico hasta 350°C se observa en la Figura 4.22

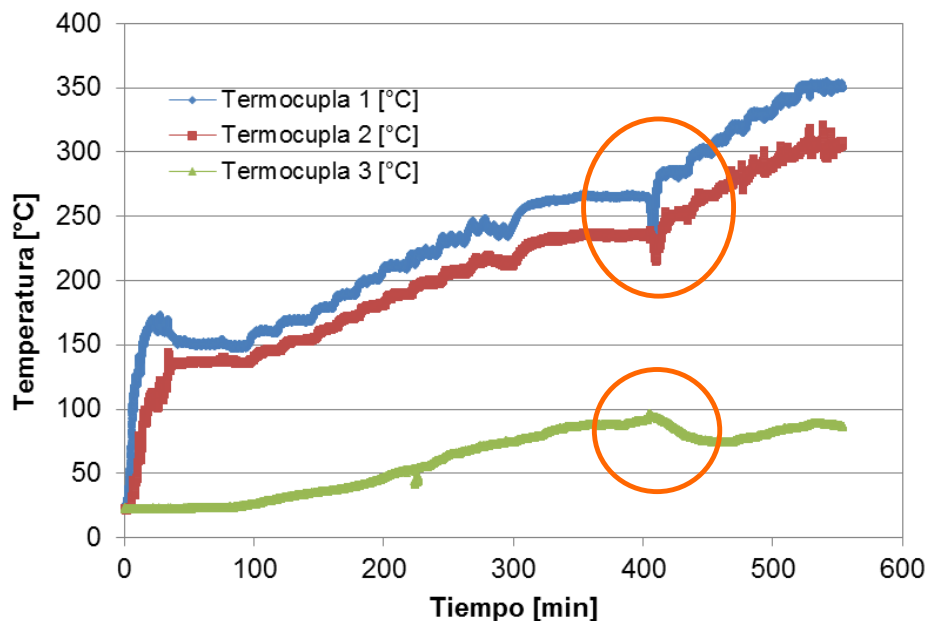


Figura 4.22: Perfil de temperaturas de craqueo térmico hasta 350°C

Se puede observar en la figura anterior, que en los círculos encerrados, la temperatura decrece. Esto se debe a que al principio la niquelina de calentamiento se encontraba conectada a una fuente de 110V, pero la potencia no fue suficiente para seguir con el calentamiento hasta la temperatura de 350°C ya que con ese voltaje a temperatura máxima fue de 265°C. Es por eso, que se realizó el cambio a la fuente de 220V, pero en la transición la temperatura disminuyó. Una vez realizado el cambio, se continuó con el calentamiento hasta la temperatura deseada y al final se obtuvo dos muestras, un líquido amarillo oscuro y uno claro.

#### 4.5.2. Craqueo catalítico del aceite lubricante usado.

La puesta en marcha para el craqueo catalítico con aceite lubricante usado, consiste primero en describir las rectas correspondientes al controlador de temperatura superior e inferior considerando una fuente de voltaje de 220V. Las rectas para cada controlador, ya sea el superior o inferior se muestran en la Figura 4.23.

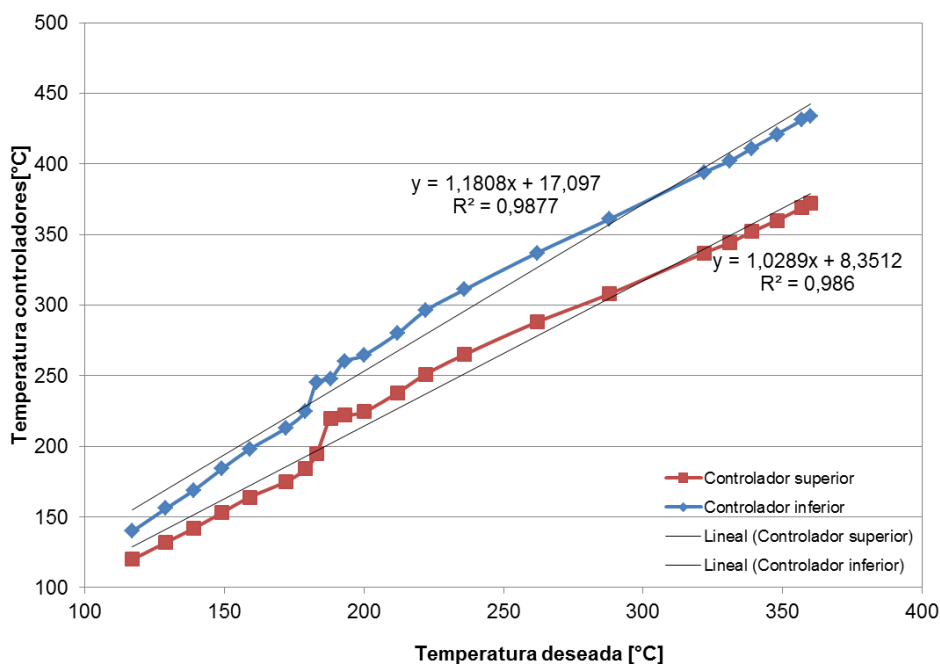


Figura 4.23: Recta de controladores de temperatura para el craqueo catalítico a 360°C

En resumen, estas ecuaciones correspondientes para cada rango de temperatura con una fuente de voltaje de 220V se observa en la Tabla 4.7.

Tabla 4.7: Ecuaciones que determinan las temperaturas en el controlador superior e inferior para el ensayo de craqueo catalítico de aceite lubricante a 360°C

Temperatura de operación deseada [°C]	Temperatura control superior $y_1$ [°C]	Temperatura control inferior $y_2$ [°C]
$x$	$y_1 = 1,0289x + 8,3512$	$y_2 = 1,1808x + 17,097$

Esta variación de ecuaciones para el craqueo térmico a 250°C con el craqueo catalítico a 360°C, se debe a que al trabajar con una fuente de 110V la temperatura máxima alcanzada era de 265°C con una variación en el controlador de  $\pm 2^\circ\text{C}$  con respecto a la temperatura deseada. Debido a que se necesitaba una temperatura de craqueo de 360°C, fue necesario cambiar la fuente de voltaje de 220V para alcanzar dicha temperatura, encontrando que con esta modificación el controlador tenía fluctuaciones de  $\pm 4^\circ\text{C}$  respecto a la temperatura deseada.

La puesta en marcha del reactor con aceite lubricante usado, se realiza de igual forma que con la mezcla etanol-agua, pero utilizando el aceite lubricante usado como líquido a fluir en el reactor para ser craqueado. De igual forma, se requiere colocar el lecho fijo en el

reactor que consiste de aluminio silicatos con Zn al 2% y como catalizador inerte, vidrio. Se coloca 6g de aluminio silicatos mezclados con 6g de vidrio, una vez colocada esta mezcla se coloca adicionalmente 6,7g de vidrio. En los extremos del lecho fijo se colocó malla de acero para inmovilizar el catalizador y evitar que se desplace hacia la columna. El largo de todo el lecho fijo es de aproximadamente 45cm.

El lecho fijo se muestra a continuación en la Figura 4.24.



Figura 4.24: Lecho fijo del reactor de craqueo catalítico

En la Tabla 4.8 se muestran los parámetros de operación del craqueo catalítico del aceite lubricante usado.

Tabla 4.8: Ensayo de craqueo catalítico con aceite lubricante usado a 360°C

Tiempo de destilado [min]	Volumen usado [mL]	Caudal de alimentación [mL/min]	Temperatura control superior [°C]	Temperatura control inferior [°C]	Potencia máxima [W]
540	3000	54	Variable	Variable	2342

El perfil de temperaturas en las tres termocuplas, para el ensayo de craqueo catalítico hasta 360°C se observa en la Figura 4.25. Se observa una pérdida de calor entre la zona de calentamiento y el reactor de 40°C.

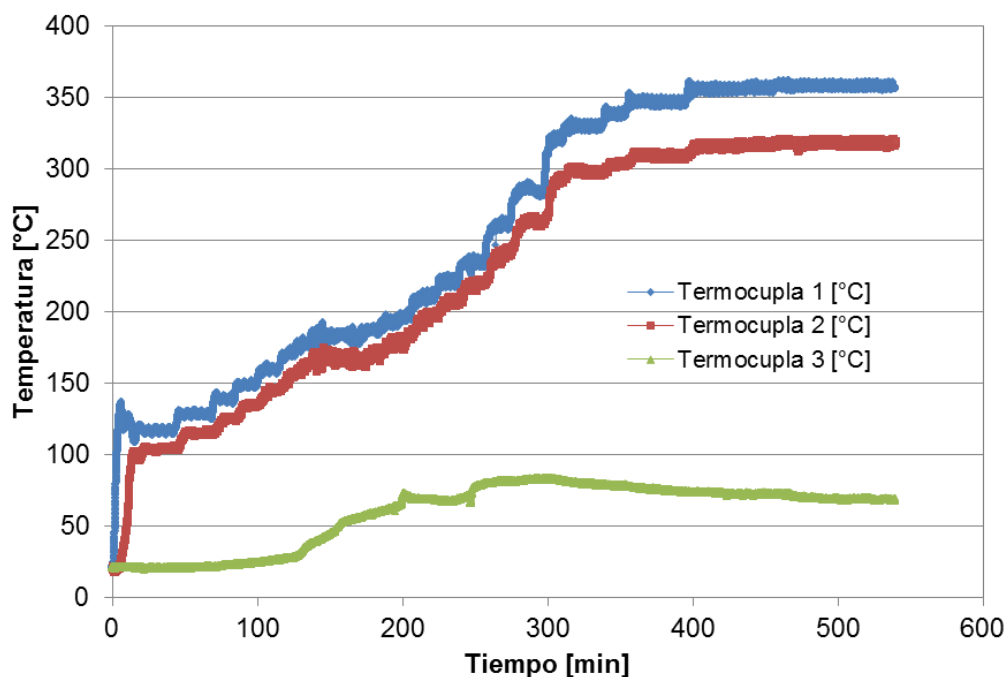


Figura 4.25: Perfil de temperatura para el craqueo catalítico a 360°C

Durante el proceso se tomaron las siguientes mediciones de caudales en cada lugar al estar en equilibrio en la columna a una temperatura de craqueo de 360°C mostrados en la Tabla 4.9.

Tabla 4.9: Caudales con la prueba de craqueo catalítico en equilibrio

<b>Caudal condensado [mL/h]</b>	<b>Caudal tanque alimentación [mL/min]</b>	<b>Caudal de salida [mL/min]</b>
6,4	54,05	61,7

Esa variación en el caudal de alimentación y de salida, se debe a la viscosidad del aceite que se obtiene en estos dos puntos. En la entrada el aceite posee una menor temperatura que en la salida, por lo que el aceite a la salida saldrá más rápido de lo que entra.

De igual forma se realiza el balance de masa para la prueba de craqueo catalítico a 360°C como se muestra en la Tabla 4.10. El craqueo se mantiene a una temperatura entre 350-360°C durante aproximadamente 2.5 horas hasta obtener un líquido con dos fases y otro de color café.



Tabla 4.10: Balance de masa craqueo catalítico a 360°C

Parámetro	Alimentación		Descarga		Consumo ó Producción [%g]
	[g]	%	[g]	%	
<b>Alimentación</b>	2631	100	2565,23	97,5	2,5
<b>Recolección de descarga</b>	0	-	22,32	0,85	0,84
<b>Pérdidas gaseosas</b>	0	-	43,45	1,65	1,65

A partir del balance de masa se obtiene que el condensado equivalente al 0,85% del volumen total recogido al final, y las pérdidas gaseosas el 1,65%.

#### **4.6. Caracterización de la materia prima del aceite lubricante usado**

##### **4.6.1. Contenido de azufre de la materia prima.**

El contenido de azufre que posee el aceite lubricante usado depende de los aditivos que contiene el mismo. El aceite lubricante que se usó, fue el aceite mineral SAE 40, monogrado y utilizado en motores a gasolina de 4 tiempos. Al realizar el análisis del contenido de azufre de la materia prima, se obtiene un porcentaje de azufre de 0,29021% con una desviación estándar de  $\pm 0,00029\%$ . Lo que se espera es que este valor del contenido de azufre disminuya en el producto que se obtenga del craqueo térmico del aceite lubricante usado.

#### **4.7. Caracterización del producto obtenido después del craqueo catalítico**

##### **4.7.1. Ensayo de destilación por cromatografía de gases y espectroscopia de masa (GC-MS).**

Una vez realizadas las pruebas de craqueo térmico y catalítico del reactor, se caracteriza el producto que se obtiene por el ensayo de destilación por cromatografía de gases y espectroscopia de masa GC-MS utilizando la técnica de destilación simulada.

Para el ensayo de craqueo térmico a 250°C se obtuvo dos diferentes muestras. Para la muestra 1, se obtuvo una bolsa recolectora con gas incoloro, el cromatograma es el mostrado en la Figura 4.26.

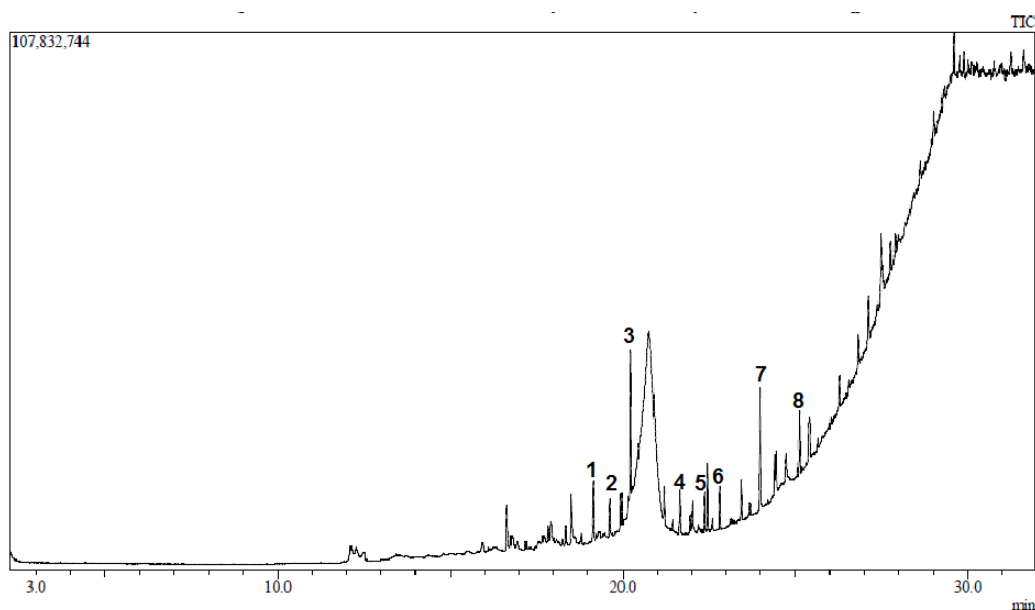


Figura 4.26: Cromatograma de la muestra 1 correspondiente al craqueo térmico a 250°C. En la figura se observa picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.11.

Tabla 4.11: Detalle de compuestos de la muestra 1 del craqueo térmico a 250°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	19,137	72	Ácido sulfuroso
2	19,621	96	Ácido sulfuroso
3	20,230	162	Ácido 9-octadenoico
4	21,660	90	Ácido sulfuroso
5	22,459	80	Ácido sulfuroso
6	22,807	81	Ácido sulfuroso
7	23,990	114	Óxido de Trifenilfosfina
8	25,121	189	Tiofen-2-metilamina

Según el espectro y la tabla detallada de compuestos, la presencia de sulfurados y aminas en el producto final sobresalen. La presencia de estos compuestos se debe a la base con la que es hecho el aceite lubricante. La combustión del azufre dentro del motor del vehículo produce ácido sulfúrico, es por eso que en estas muestras el azufre es el compuesto más abundante.

Para la muestra 2, se obtuvo una bolsa recolectora con un gas y un condensado color amarillo el cromatograma es el mostrado en la Figura 4.27.

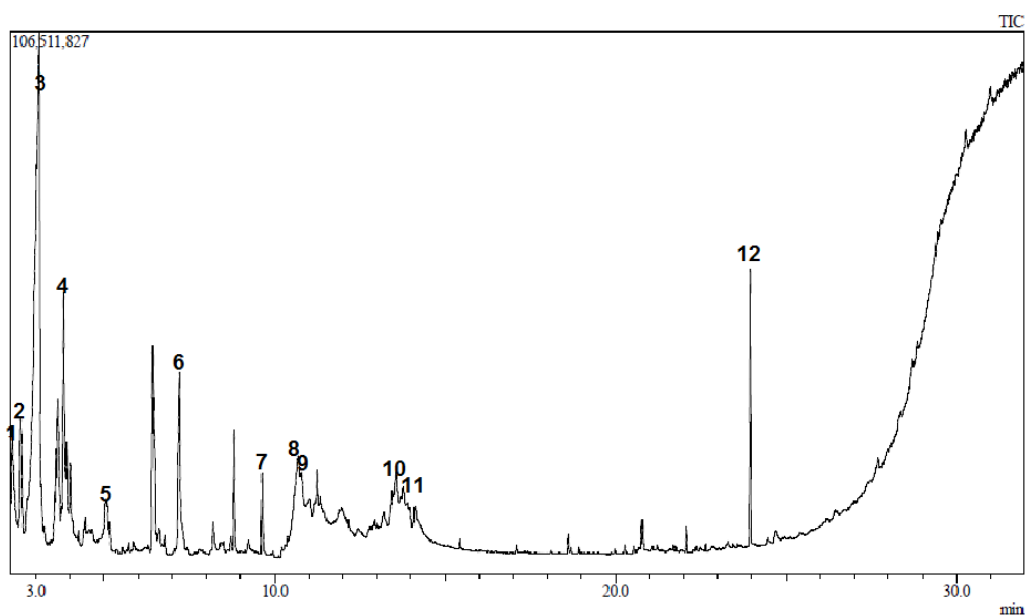


Figura 4.27: Cromatograma de la muestra 2 correspondiente al craqueo térmico a 250°C. En la figura se observa picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.12.

Tabla 4.12: Detalle de compuestos de la muestra 2 del craqueo térmico a 250°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	2,306	58	Hidroperóxido, 1-metilpentil
2	2,555	50	Etano
3	3,103	60	Hidroperóxido, 1-metilpentil
4	3,650	151	1-Hexanamina
5	5,059	45	Ciclohexanona
6	7,196	49	2-propil-1-pentanol
7	9,635	49	Etanol
8	10,704	136	Cis ácido vacénico
9	10,808	140	Cis-11-ácido eicosenoico
10	13,555	132	Ácido erúcico
11	13,783	146	22-ácido tricosenoico
12	23,959	59	Diisooctil ftalato

En la segunda muestra lo que abundan son los compuestos como los alcoholes, aminas e hidroperóxido. Los hidroperóxidos son compuestos que se forman en la primera etapa de la oxidación, para eliminarlos del motor de combustión interna es necesario incorporar un filtro con un sustrato inmovilizado como carbón activado (Matute & Sarmiento, 2012).

Al igual, para el ensayo de craqueo térmico a 350°C se obtuvo dos diferentes muestras. Para la muestra 1, un condensado color amarillo pálido y el cromatograma es el mostrado en la Figura 4.28.

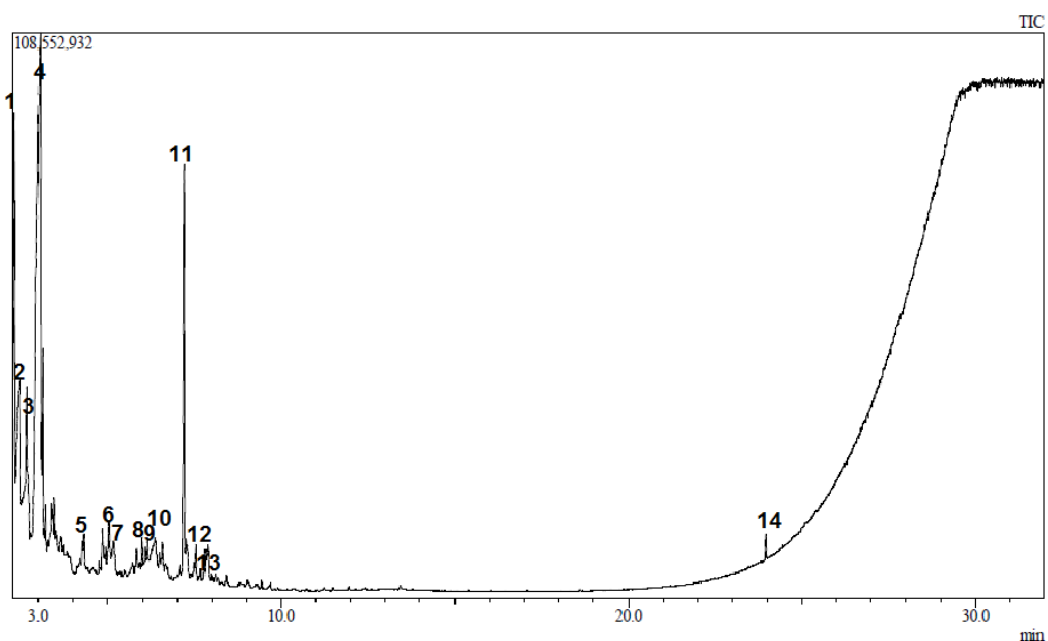


Figura 4.28: Cromatograma de la muestra 1 correspondiente al craqueo térmico a 350°C  
En la figura anterior se observa los picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.13.

Tabla 4.13: Detalle de compuestos de la muestra 1 del craqueo térmico a 350°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	2,291	66	Ácido acético
2	2,469	81	Ácido acético
3	2,682	63	Pentano
4	3,061	67	2-heptanol
5	4,279	59	N,N-Isoftaloilbis(3-ácido aminobenzoico)
6	5,050	66	Ciclohexanona
7	5,181	58	2-ciclopenten-1-ona
8	5,993	62	2-decen-1-ol
9	6,154	65	Ácido metil carbámico
10	6,366	68	Fenol
11	7,197	72	1-Deceno-2,4-dimetil
12	7,549	60	Fenol
13	7,875	56	Fenol
14	23,938	37	Diisooctil ftalato

En el espectro anterior se pueden observar compuestos como alcoholes, ftalatos, aminas, y ácido acético. La presencia de ftalatos se da por la reacción entre un anhídrido ftálico con un alcohol, y son perjudiciales ya que existe una baja relación entre el índice de viscosidad/punto de congelación (Sanz, 2014).

Para la muestra 2, se obtuvo una bolsa que recolecto gas y condensado amarillo, el cromatograma es el mostrado en la Figura 4.29.

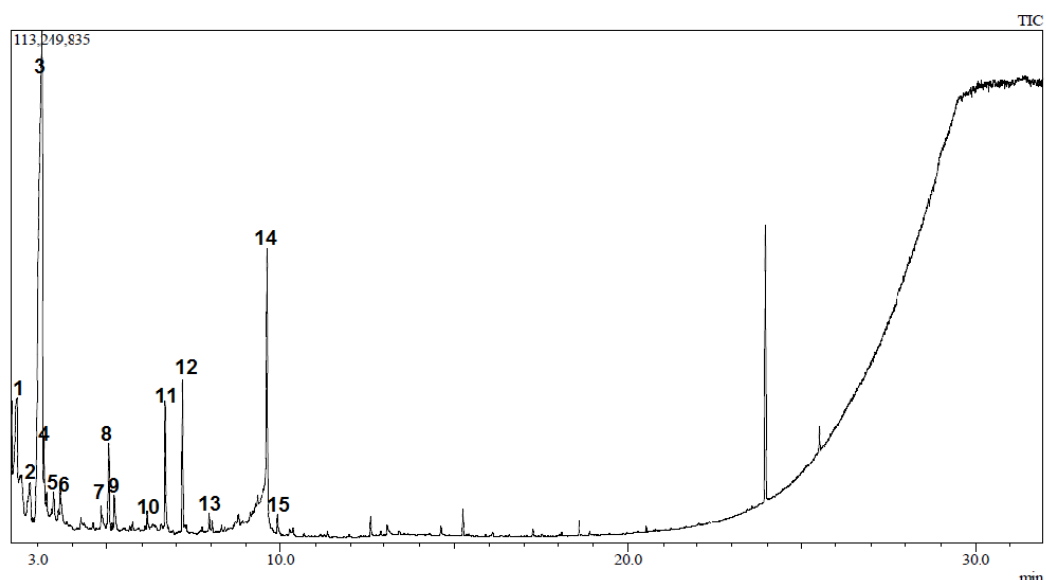


Figura 4.29: Cromatograma de la muestra 2 correspondiente al craqueo térmico a 350°C  
En la figura se observa picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.14.

Tabla 4.14: Detalle de compuestos de la muestra 2 del craqueo térmico a 350°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	2,410	77	Ácido acético
2	2,777	54	1-butanol
3	3,119	61	Ácido butanoico
4	3,173	57	Butanal
5	3,467	51	2-ácido piridincarboxílico
6	3,654	49	1,2-dideoxi-1-eritro-pentitol
7	4,845	43	Piridina
8	5,066	50	Ciclohexanona
9	5,217	55	Propano
10	6,148	47	1,5-hexadieno-3,4-diol,2,5-dimetil
11	6,687	53	Tiazol
12	7,180	54	Etanol
13	7,934	51	2-acetoxi-3-tert-butil-s-fenilpropanetioal
14	9,636	64	Ácido acético
15	9,928	34	Bis (2-etilhexil)ftalato

Como se observa en la mayoría de espectros la mayoría de compuestos son similares, hay la presencia de alcoholes, aminas, y tiazol. El tiazol es un aditivo antioxidante de los aceites lubricantes (Amer, Hassan, & et.al., 2011).

Por último, se analizaron 3 muestras del producto que se obtuvo del craqueo catalítico a 360°C. Para la muestra 1, consistió de un condensado color amarillo que fue recolectado en una bolsa, el cromatograma es el mostrado en la Figura 4.30.

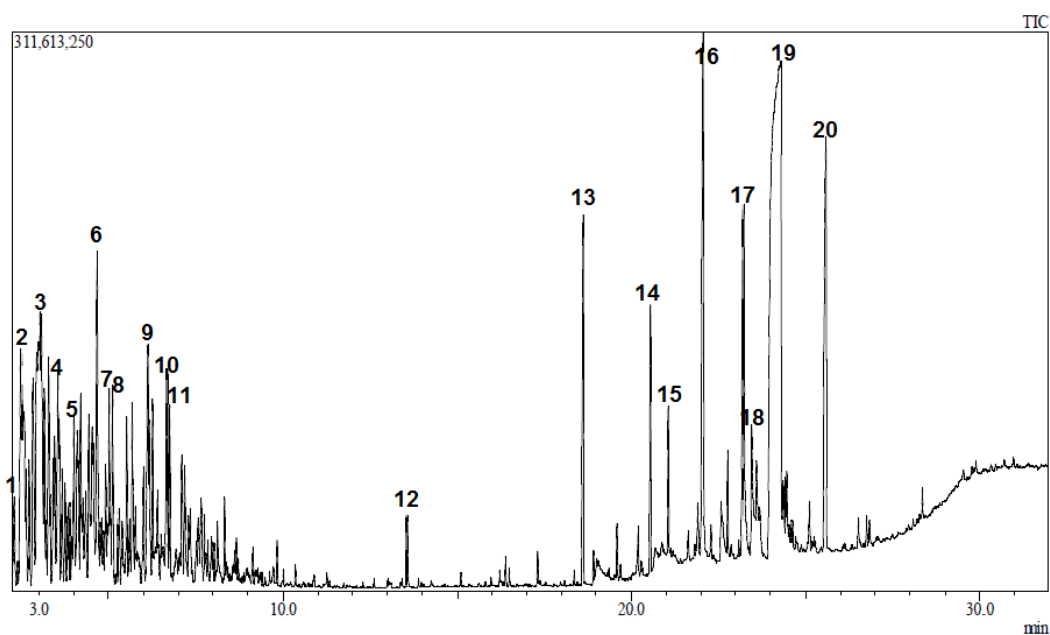


Figura 4.30: Cromatograma de la muestra 1 correspondiente al craqueo catalítico a 360°C. En la figura anterior se observa los picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.15.

Tabla 4.15: Detalle de compuestos de la muestra 1 del craqueo catalítico a 360°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	2,508	48	Ácido dicloroacético, decil ester
2	2,825	46	1-octeno
3	3,284	49	1-octanol
4	3,555	40	1-octanol
5	4,191	49	Ciclooctano
6	4,652	69	Cloruro de n-dodecilpiridinio
7	5,030	65	1,4 metanofalizin
8	5,131	40	1-Hexanol
9	6,271	62	1,1 Ciclobutanodicarboxiamida
10	6,680	63	Ciclohexano
11	6,743	37	1-Heptanol
12	13,562	32	1-Decanol
13	18,602	110	Ácido eicosanoico
14	20,536	122	Metil 18-metilicosanoato
15	21,064	169	Ácido hexadecanoico
16	22,002	195	Ácido oxiraneoctanoico
17	23,194	230	9-Octadecenal
18	23,446	222	8-Hexadecenal
19	24,305	191	Acido Benzoico
20	25,595	255	Ácido Tereftálico

En el análisis de la muestra anterior, el ciclooctano y el ciclohexano son compuestos que forman parte de los principales de las fracciones de gasolina y que se encuentra dentro del grupo de los hidrocarburos cíclicos saturados o nafténicos (Meneses, 2014). Además se existen otros compuestos como alcoholes y ésteres.

Para la muestra 2 y 3, se obtuvo un producto final con dos fases como se observa en la Figura 4.31. Estas dos fases fueron analizadas por separado.



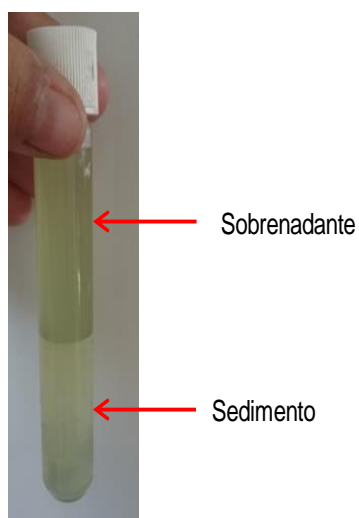


Figura 4.31: Producto Final del craqueo catalítico a 360°C

Para la muestra 2, se analiza el sedimento y el cromatograma es el mostrado en la Figura 4.32.

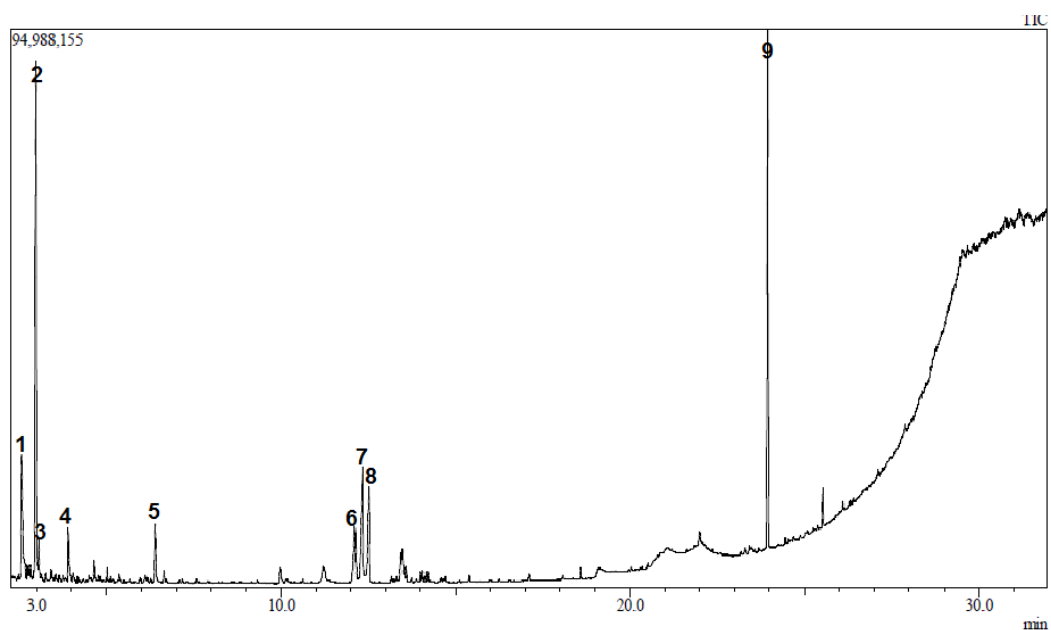


Figura 4.32: Cromatograma de la muestra 2 correspondiente al craqueo catalítico a 360°C

En la figura se observa picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.16.

Tabla 4.16: Detalle de compuestos de la muestra 2 del craqueo catalítico a 360°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	2,577	26	Pirazina
2	2,969	44	Hidroperóxido
3	3,064	30	Tolueno
4	3,906	26	Pirazina
5	6,395	29	Fenol
6	12,119	42	Pirrolidina
7	12,337	41	1,2,3,4,5,6-Hexahidro-1-[2-mercaptoetil]-S-triazina-2,4,6-triona
8	12,524	41	Ácido butanoico
9	23,954	156	Diisooctil ftalato

En esta muestra se presentan compuestos como el fenol, que se obtiene de una primera destilación del petróleo junto con los tiofenoles (Arroyave & Villa, 2011). Estos forman parte de la composición de los aceites lubricantes. El tolueno es otro compuesto presente en el producto final, ese formar parte de los hidrocarburos aromáticos presentes en las gasolinas o combustibles que se obtienen del petróleo (Arroyave & Villa, 2011).

Por último, para la muestra 3, el sobrenadante del producto final, el cromatograma se observa en la Figura 4.33.

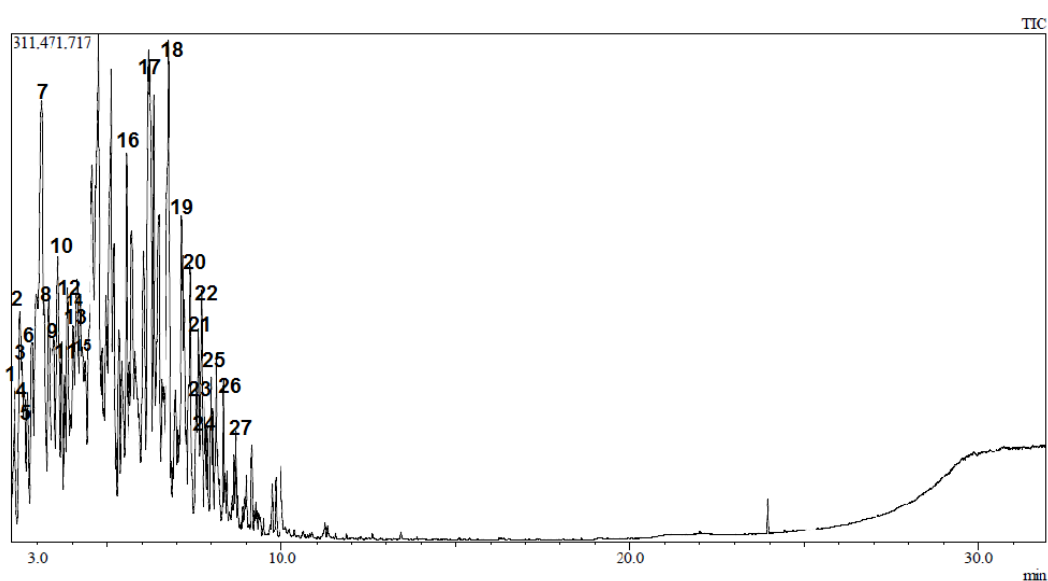


Figura 4.33: Cromatograma de la muestra 3 correspondiente al craqueo catalítico a 360°C

En la figura se observa picos referentes a compuestos que se muestran en la Tabla 4.17.

Tabla 4.17: Detalle de compuestos de la muestra 3 del craqueo catalítico a 360°C

# de Pico	Tiempo de retención	Masa del pico	Nombre del compuesto
1	2,340	48	1-butanotiol
2	2,521	46	Ciclobutano
3	2,579	43	Hexil octil éter
4	2,646	44	1-Heptanol
5	2,717	54	1-Hepteno
6	2,848	51	1-Octeno
7	3,323	54	Ciclooctano
8	3,477	52	1-Decanol
9	3,556	57	1,2-Epoxinonano
10	3,703	50	1-Octanol
11	3,785	46	1-Heptanol
12	3,883	63	2-Pentanotiol
13	4,022	63	Ácido acético
14	5,333	56	1-Dodecanol
15	5,412	54	10-Heneicoseno
16	5,569	-	Dodecanal
17	6,019	-	3-ácido cloropropiónico
18	6,963	-	1-Octanol
19	7,325	-	2-etil-1-dodecanol
20	7,365	-	Ácido tricloroacético
21	7,612	-	Cloruro n-dodecilpiridina
22	7,689	-	Naftaleno
23	7,784	-	2-Hexil-1-octanol
24	7,994	-	-
25	8,038	-	-
26	8,137	-	Carveol
27	8,337	-	1-Hexanol

De igual forma, los compuestos que abundan en esta muestra son los alcoholes además del ciclo butano y el ciclo octano que son algunos de los cicloalcanos que forman los hidrocarburos presentes en la gasolina (Cubillos, 2011). El naftaleno se obtiene al quemar combustibles, es un compuesto que se volatiliza fácilmente y se deriva del petróleo.

### 4.7.2. Gravedad API.

La gravedad API de cada una de las fases que se obtuvo en el producto final, permiten comparar con la gravedad API de los combustibles comerciales mostrados anteriormente. En la Tabla 4.18 a continuación se detallan los valores correspondientes de la gravedad específica, los grados API corregidos y el combustible a cual se asemeja cada una de las fases del producto final. Para esta prueba se usó un volumen de muestra de 7mL.

Tabla 4.18: Grados API de las fases del producto final de craqueo catalítico

<b>Fase del producto final</b>	<b>Gravedad específica</b>	<b>Grados API</b>	<b>Combustible que se asemeja</b>
Sobrenadante	0,525	136,1	Condensados
Sedimento	0,723	64,5	Diesel 2/Gasolinas

Cuando los grados API son altos, se dice que son hidrocarburos livianos o los condensados. Estos condensados que se obtienen, provienen de los vapores generados al principio del craqueo catalítico. Pero en el caso de los sedimentos, se obtiene un producto que se asemeja al diésel 2 y a las gasolinas. A pesar de que el rango de grados API para el diésel 2 es hasta 66.4, podría existir la confusión de que más se asemeje a una gasolina.

El no extraer un producto similar al diésel 2, que es de interés, se puede estar determinando que la temperatura a la que los hidrocarburos presentes en el aceite lubricante usado, no llegaron a la temperatura de craqueo óptima para obtener como producto final el diésel 2. Estos se puede observar en la pérdida de calor que existe entre la zona de calentamiento y el reactor.

### 4.7.3. Contenido de azufre.

Una vez analizadas las dos fases del producto, se observa que el sobrenadante al tener un contenido de azufre de 0,8641%, no cumple con el porcentaje máximo de contenido de azufre de ningún combustible comercial. Es decir, el valor de porcentaje máximo en relación peso/peso de azufre que puede tener el diésel 1 es 0,3%, el diésel 2 es de 0,7%, la gasolina extra es 0,075% y la gasolina super es de 0,1%.

Por el contrario, el sedimento tiene un porcentaje de azufre de 0,2491%, siendo este valor aceptable para comprobar que la fase sedimentada tiene un contenido de azufre que cumple con el diésel 1 y el diésel 2. Los valores de contenido de azufre se muestran en la Figura 4.34.

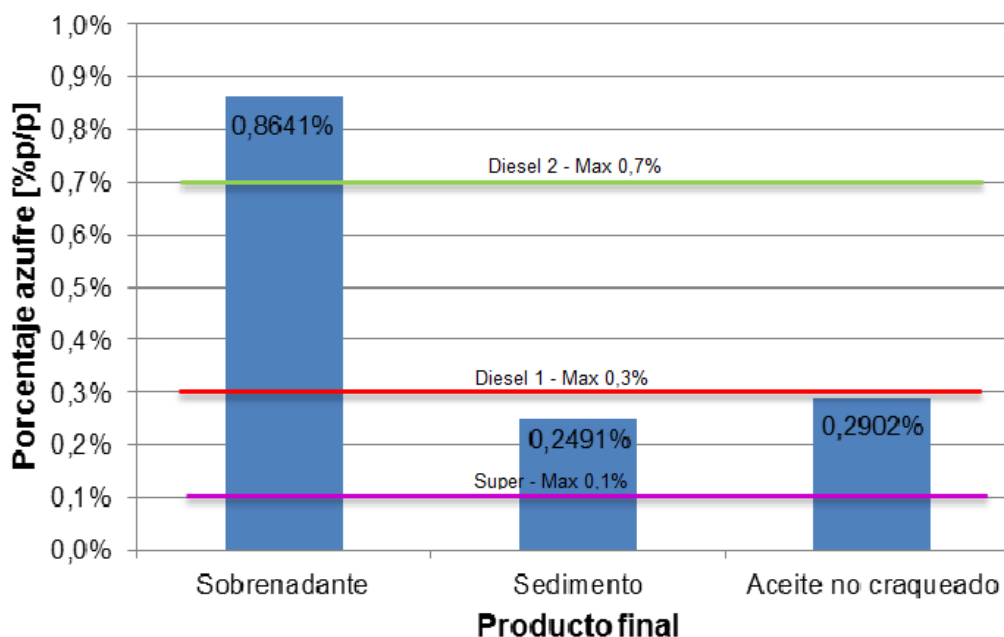


Figura 4.34: Análisis del contenido de azufre de las fases del producto final

De igual manera, se debe considerar que el azufre es un compuesto que envenena el catalizador, es por eso que se debe hacer un pre-tratamiento del aceite lubricante usado para eliminar el contenido de azufre presente en el mismo u optimizar el catalizador con otros elementos como cobalto o molibdeno.

#### 4.7.4. Viscosidad cinemática.

Los análisis realizados de viscosidad cinemática, se llevaron a cabo en un baño térmico a 40°C. Se espera mínimo unos 30 minutos hasta que el viscosímetro con la muestra alcance la estabilidad térmica a la temperatura mencionada y posteriormente se toman los datos de tiempo. El viscosímetro utilizado fue el 100P(604) con su respectiva constante con un valor de 0,01462. La viscosidad cinemática para el sobrenadante y el sedimento del producto final se observa en la Figura 4.35.

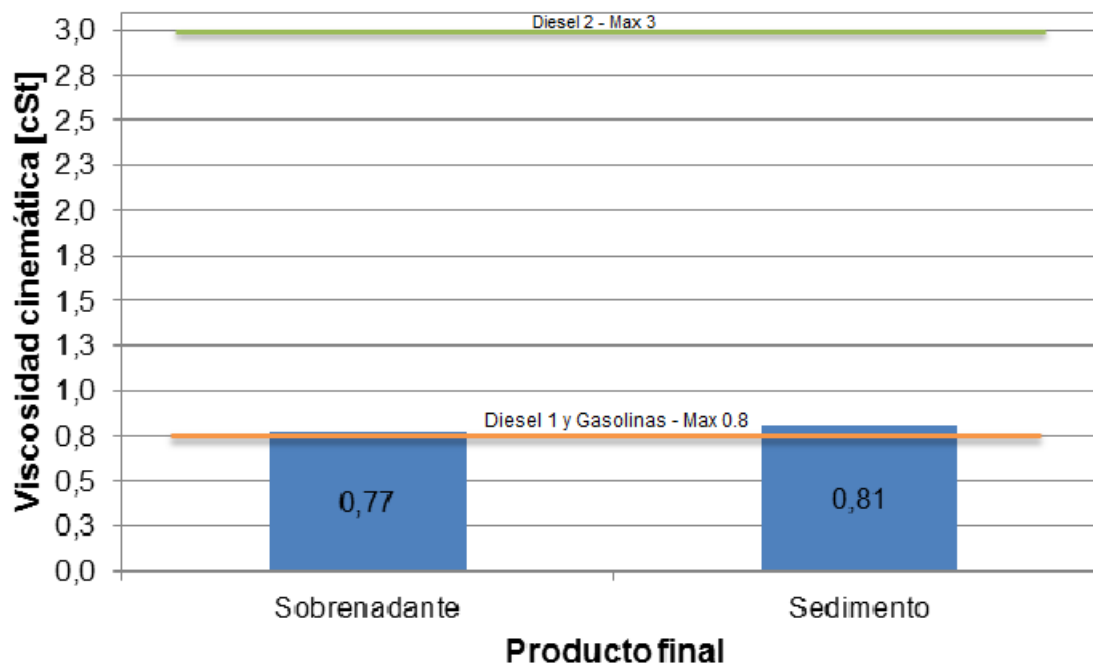


Figura 4.35: Viscosidad cinemática de las fases del producto final del craqueo catalítico

Como se observa, el sobrenadante posee una viscosidad cinemática dentro del límite para ser diésel 1 o gasolina. Sin embargo, se podría determinar la presencia de diésel 1 o gasolinas en el sedimento, a pesar de que la viscosidad determinada sobrepasa con un valor mínimo este límite de viscosidad que se debe cumplir.

## 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El proyecto consiste en el diseño y construcción de un nuevo sistema de craqueo catalítico y térmico de aceites lubricantes usados para su conversión en combustibles alternativos. Este proceso se llevó a cabo en un reactor de lecho fijo de acero inoxidable 316L.

Primero, se diseña un sistema completo para el craqueo catalítico de estos aceites lubricantes usados. El sistema consiste de una zona de calentamiento, donde el aceite adquiere la temperatura deseada, la zona de craqueo que consiste en el reactor de lecho fijo, y en una columna de destilación donde los productos se separan del aceite al vaporizarse e ingresan a un condensador donde cambian de fase gaseosa a líquida.

Para la construcción se definió el material adecuado para este proceso como el acero inoxidable 316L. Se eligió este material ya que al contener una pequeña cantidad de Molibdeno, evita la corrosión al trabajar con aceites, resiste altas temperaturas y presiones. La mayoría de equipos y accesorios corresponden a la empresa Swagelok S.A quien su distribuidor autorizado es Bolivar International Supply S.A. Algunos equipos como la columna y el condensador fueron construidos por la empresa Acindec S.A, quienes trabajan con acero inoxidable 304.

Durante la construcción se presentaron algunos problemas como el sistema de bombeo, se adquirió una bomba marca Grundfos que poseía una potencia de 1/2HP. Sin embargo, los caudales que provee esa bomba, son altos comparado con el caudal de operación que se necesita. Además de realizar algunas modificaciones en el diseño para aliviar la sobrepresión generada por la bomba al hacerla funcionar con caudales menores al óptimo, los resultados no fueron los adecuados. Además la bomba podía operar hasta una temperatura de 110°C. Dados estos inconvenientes en el sistema de bombeo, se eligió la bomba peristáltica como la mejor solución a pesar de que su manguera no resiste temperaturas mayores a 250°C.

Otro problema presentado fue la manta de calentamiento, al principio se colocó lana de vidrio, pero al superar la temperatura límite, la misma se quemó. Es por eso que se decidió colocar fibra cerámica que resiste hasta una temperatura de 1260°C, suficiente para la temperatura de operación del reactor.

Una vez superados estos inconvenientes se realizó la puesta en marcha de todo el sistema de craqueo catalítico para aceite lubricantes usados y su conversión en combustibles

alternativos. Para ello se realizaron pruebas de hermeticidad en caliente y en frío con agua, pruebas en caliente con una mezcla etanol-agua para corroborar el comportamiento óptimo de la columna de destilación y, por último, pruebas de craqueo térmico y catalítico del aceite lubricantes usado. Cabe mencionar que para el craqueo catalítico se utilizó como catalizador, aluminio-silicatos con Zn al 2% y como inerte, pedazos de vidrio de igual o similar tamaño que el catalizador.

Durante las pruebas de calentamiento, se incorporó un sensor/controlador de temperatura límite para evitar las fluctuaciones en la temperatura. Con esto se obtuvieron resultados óptimos, ya que al estar la fuente conectada a 110V con una temperatura máxima de operación de 265°C, la temperatura fluctuaba entre 1-2°C con respecto a la temperatura deseada. Al conectar la fuente a 220V, la temperatura fluctúa entre 3-4°C con respecto a la temperatura de operación deseada.

Una vez realizadas las debidas pruebas de craqueo térmico y catalítico del aceite lubricante usado, se realiza la caracterización del producto en el equipo de cromatografía de gases y espectro de masas (GC-MS) adquirido por la Universidad San Francisco de Quito. En este equipo se determinaron compuestos que forman parte de la composición de hidrocarburos livianos como las gasolinas. De igual forma, se analizó el contenido de azufre, la viscosidad cinemática y la gravedad API de las dos fases que se obtuvieron en el producto final del craqueo catalítico y se determinó la presencia de fracciones de gasolinas y de diésel.

Como recomendaciones para proyectos que se realicen posteriormente, se plantean que se debe implementar un sistema de bombeo adecuado que resista la temperatura de operación del proceso y que suministre los caudales necesarios para llevar cabo el proceso. También se debe implementar en el sistema de control un programa más exacto para evitar las fluctuaciones a medida de que la fuente de voltaje aumenta. Además de incluir un sistema de recolección de gases a la salida del condensador para poder ser analizados posteriormente. Optimizar el catalizador utilizado para poder reutilizarlo las veces que sean necesarios sin que el mismo se desactive.



## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Acosta, I., Moctezuma-Zárate, M., Cárdenas, J., & Gutiérrez, C. (2007). Bioadsorción de cádmio (II) en solución acuosa por biomásas fúngicas. *Información Tecnológica*.
- AEA. (2015 de enero de 2015). La restricción de cupos a los vehículos importados promedia el 55%.
- AeroMundo. (26 de diciembre de 2012). Combustibles Alternativos para Aviación. *Aeromundo Magazine*.
- Agencia Pública de Noticias del Ecuador y Suramérica ANDES. (11 de marzo de 2012). *Quito busca en el Metro la solución a sus problemas de movilidad*. Recuperado el 5 de julio de 2015, de <http://www.andes.info.ec/es/videos-reportajes-econom%C3%AD/614.html>
- Álvarez, B. (2014). Craqueo catalítico de aceite lubricante usado en un reactor de lecho fijo para la obtención de combustibles sintéticos. *Tesis Universidad San Francisco de Quito*. Quito.
- Amer, F., Hassan, H., & et.al. (2011). *Synthesis and Evaluation of Some New Thiazoles as Antioxidant Additives for Egyptian Lubricating Oils*. Canada: Advance in petroleum exploration and development.
- Aroil Lubricantes. (2015). *Monitoreo de aceite usado*. Recuperado el 22 de mayo de 2015, de [http://aroil.com.ec/es/servicios/monitoreo\\_de\\_aceite\\_usado.aspx](http://aroil.com.ec/es/servicios/monitoreo_de_aceite_usado.aspx)
- Arroyave, J., & Villa, L. (2011). *Estandarización de la técnica de cromatografía de gases con detector de ionización por llama para la determinación de BTEX (benceno, tolueno, etilbenceno y xileno) en matrices acuosas*. Recuperado el 19 de julio de 2015, de <http://recursosbiblioteca.utp.edu.co/dspace/handle/11059/2268>
- Bartholomew, C., & Farrauto, R. (2006). *Fundamentals of Industrial Catalytic Processes*. New Jersey: John Wiley & Sons Incorporation.
- Beltrán, J. L. (2012). *Propuestas para el manejo de fluidos contaminantes de un taller automotriz en el sector sur del Distrito Metropolitano de Quito*. Latacunga: Tesis ESPE.

- Caicedo, E., Mejía, R., & et.al. (2014). Reutilización de un residuo de la industria petrolera (FCC) en la producción de elementos constructivos. *19*(1).
- Cengel , Y., & Ghajar, A. (2011). *Transferencia de calor y masa*. México D.F: McGraw Hill/Ineramericana Editores S.A.
- Coker, K. (2001). *Modeling of Chemical Kinetics and Reactor Design*. United States of America: Butterworth-Heinemann.
- Costa López, J., Cervera March, S., & et.al. (1991). *Introducción a los procesos, las operaciones unitarias y los fenómenos de transporte*. Barcelona: Editorial Reverté S.A.
- Cubillos, J. (octubre de 2011). *Evaluación de la fitorremediación como alternativa de tratamiento de aguas contaminadas con hidrocarburos*. Obtenido de <http://recursosbiblioteca.utp.edu.co/dspace/bitstream/11059/2782/1/6281683C962.pdf>
- Davis, M., & Davis, R. (2003). *Fundamentals of Chemical Reaction Engineering*. Boston: McGraw-Hill.
- EPA. (11 de noviembre de 2012). *Programa para el manejo de aceite usado*. Obtenido de <http://www.epa.gov/wastes/conservation/materials/usedoil/sp-index.htm#ydiydi>
- Forum Energy Technologies. (2015). *Ball Valves*. Recuperado el 25 de mayo de 2015, de [http://www.f-e-t.com/our\\_products\\_technologies/valve-solutions/ball-valves/](http://www.f-e-t.com/our_products_technologies/valve-solutions/ball-valves/)
- Gabinete de Salud Laboral y Medio Ambiente. (2006). *Guía para la gestión de aceites usados*. (Navarra) Recuperado el 19 de mayo de 2015, de [http://www.navarra.ccoo.es/comunes/recursos/17441/pub53167\\_Gestion\\_de\\_aceites\\_usados.pdf](http://www.navarra.ccoo.es/comunes/recursos/17441/pub53167_Gestion_de_aceites_usados.pdf)
- Gary, J., & Handwerk, G. (2003). *Refino de Petróleo*. New York: Reverté S.A.
- Gulf Oil International. (2015). *Manual técnico*. Obtenido de [http://www.gulfoil.com.ar/faq/manual\\_tecnico.pdf](http://www.gulfoil.com.ar/faq/manual_tecnico.pdf)
- Hackenberg, N. (26 de enero de 2010). *Árboles y los biocombustibles de segunda generación*. Recuperado el 5 de julio de 2015, de <http://www.arbolesymedioambiente.es/home.html>

- Hidalgo Togores, J. (2010). *Tratado de enología*. México D.F: Mundi-Prensa.
- Horiba Jobin Yvon. (2015). *The Standard in Sulfur Measurement for the Petroleum Industry*. Recuperado el 23 de mayo de 2015, de <http://ats-scientific.com/uploads/products/docs/Horiba-SLFA-series-brochure.pdf>
- Hubschmann, H.-J. (2015). *Handbook GC-MS*. Alemania: Wiley-VCH.
- Iborra, M., Tejero, J., & et.al. (2013). *Reactores Multifásicos*. Recuperado el 5 de julio de 2015, de <http://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/33262/1/APUNTES%20RM.pdf>
- Incropera, F., & De Witt, D. (1999). *Fundamentos de transferencia de calor*. México: Prentice Hall Hispanoamericana S.A.
- Insuma. (2008). *Sección rígida sin revestimiento*. Recuperado el 21 de julio de 2015, de <http://www.insumasrl.com.ar/aislacion.htm>
- Intriago, M. (28 de noviembre de 2014). *Laboratorio Pascuales y la Libertad*. Obtenido de [http://acreditacion.oae.gob.ec/admin\\_oae/\\_upload/PASCUALES%20LA%20LIBERTAD%20Noviembre%202014.pdf](http://acreditacion.oae.gob.ec/admin_oae/_upload/PASCUALES%20LA%20LIBERTAD%20Noviembre%202014.pdf)
- Játiva, F. (2011). *Conversión de aceite lubricante usado de automóviles a Diesel #2*. Quito.
- Klein, C., & Hurlbut, C. (2003). *Manual de Mineralogía*. Barcelona: Editorial Reverté S.A.
- Kraus, R. (2014). *Petróleo y gas natural*. Recuperado el 5 de julio de 2015, de <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/TextosOnline/EnciclopediaOIT/tomo3/78.pdf>
- Kreith, F., Manglik, R., & et.al. (2012). *Principios de Transferencia de Calor*. México D.F.: Cengage Learning Editores S.A.
- LaDEA. (30 de junio de 2014). *Proyecto CAP-Fuel USFQ*. Recuperado el 2015, de [https://www.usfq.edu.ec/programas\\_academicos/colegios/politecnico/institutos/ladea/Paginas/investigacion.aspx](https://www.usfq.edu.ec/programas_academicos/colegios/politecnico/institutos/ladea/Paginas/investigacion.aspx)

- Leidinger, O. (1997). *Procesos Industriales*. Lima: Fondo Editorial de la Pontificia Universidad Católica del Perú.
- Matute, J. A., & Sarmiento, D. (2012). *Obtención de aceite base mineral mediante la recuperación del aceite usado en vehículos automotrices*. Cuenca.
- McCabe, W., Smith, J., & et.al. (2002). México D.F: McGraw-Hill.
- McMaster, M. (2008). *GC/MS A practice user's guide*. Canada: John Wiley & Sons.
- Meneses, R. (2014). *Biorremediación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en microcosmos de suelo a campo abierto*. Recuperado el 16 de julio de 2015, de <http://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/8974/1/UPS-CT005259.pdf>
- Mills, A. (1992). *Heat Transfer*. Boston: Richard Irwin INC.
- Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial. (2006). *Manual Técnico para el Manejo de Aceites Lubricantes Usados*. Obtenido de [https://www.uis.edu.co/webUIS/es/gestionAmbiental/documentos/manuales/Manejo o%20de%20Aceites%20Lubricantes%20Usados.pdf](https://www.uis.edu.co/webUIS/es/gestionAmbiental/documentos/manuales/Manejo%20de%20Aceites%20Lubricantes%20Usados.pdf)
- Ministerio del Ambiente. (2014). *Prestadores de Servicio para el manejo de materiales peligrosos*. Obtenido de [http://www.ambiente.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2014/11/BD\\_GESTORES\\_-23-07-141.pdf](http://www.ambiente.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2014/11/BD_GESTORES_-23-07-141.pdf)
- MIPRO. (9 de diciembre de 2011). Cartera de Industrias ayuda a procesar aceite residual. *El telégrafo*. Recuperado el 22 de mayo de 2015
- Montoro, L., Pujol, T., & et.al. (2010). *Comparativa entre la ferrografía analítica y las técnicas espectrométricas de análisis de aceites lubricantes usados*. Girona.
- Mosquera, R. (mayo de 2010). *Racionalización del uso del automóvil en Quito: Un análisis de incentivos económicos*. Recuperado el 6 de julio de 2015, de <http://www.udla.edu.ec/wp-content/uploads/2013/12/1432011130Racionalizacion-del-uso-del-automovil-en-Quito-final.pdf>
- Mott, R. (1996). *Mecánica de Fluidos Aplicada*. México: Prentice Hall Hispanoamericana S.A.
- Mott, R. (2006). *Mecánica de Fluidos*. México: Pearson Educación de México S.A.

- Ordoñez, M. Á. (2012). *Mantenimiento de sistemas de refrigeración y lubricación de los motores térmicos*. Málaga: INNOVA.
- Pacheco, M. (27 de diciembre de 2014). 50000 automotores nuevos circulan en las vías de Quito. *El Comercio*.
- Payri González, F., & Desantes Fernández, J. (2005). *Diagnóstico de motores diesel mediante el análisis del aceite usado*. Barcelona: Editorial Reverté S.A.
- Payri, F., & Desantes, M. (2005). *Diagnóstico de motores diesel mediante el análisis del aceite usado*. España: Editorial Reverté S.A.
- Picasso, G., & Sun Kou, M. (2008). *Aplicaciones tecnológicas de las arcillas modificadas*. Lima: Sociedad Química del Perú.
- Pineda, A. (2015). *Silicatos y alúminosilicatos mesoporosos funcionalizados como catalizadores en reacciones de interés en química fina*. Córdoba.
- Proaño, O., & Crespo, S. (2009). Obtención de combustibles a partir de residuos plásticos. *Revista Politécnica*, 30, 137-144.
- Retena. (2014). *Productos Retena*. Recuperado el 12 de julio de 2015, de <http://www.retena.ec/nosotros.htm#>
- Roca, A. (2002). *Control de procesos*. Barcelona: Alfaomega Grupo Editor.
- Roldán Vilorio, J. (2008). *Fuentes de energía*. Madrid: Cengage Learning Paraninfo S.A.
- Romeva, C. R. (2008). *Selección de materiales en el diseño de máquinas*. Barcelona: EDICIONS UPC.
- Sanz, A. (2014). *Química Orgánica Industrial*. Recuperado el 16 de julio de 2015, de <http://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-13.php>
- Serna, F., Barrera, L., & et.al. (2011). *Impacto Social y Económico en el uso de Biocombustibles*. *Journal of Technology Management & Innovation*.
- Servicio de Acreditación Ecuatoriano. (2014). *Alcance de acreditación-Laboratorio de Control de Calidad El Beaterio-EP PETROECUADOR*. Quito.

- Shimadzu Corporation. (2015). *High-End Gas Chromatograph-Mass Spectrometer*. Recuperado el 22 de mayo de 2015, de <http://shimadzu.com/an/gcms/qpultra.html>
- Sierra, J., Bravo, O., & et.al. (2014). *Evaluación electroquímica de recubrimientos de biovidrio/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> soportados sobre acero inoxidable AISI 316L y su relación con el carácter bioactivo de las películas*. Bucaramanga.
- Sinnott, R., & Towler, G. (2012). *Diseño en Ingeniería Química*. Cataluña: Editorial Reverté S.A.
- Sivasankar, B. (2008). *Engineering Chemistry*. New Delhi: McGraw-Hill Publishing Company Limited.
- Sotelo, J., Aguado, J., & et.al. (2009). *Reciclado químico de plásticos y aceites lubricantes usados mediante catalizadores zeolíticos*.
- Swagelok. (2015). *Productos Swagelok*. Recuperado el 25 de mayo de 2015, de <http://www.swagelok.com/products.aspx>
- Trujillo Cruz, J., & Suntaxi Llumiquinga, R. (2009). Levantamiento del catastro de generadores, diseño de un plan de recolección y alternativas para la disposición final de los aceites usados en el cantón Rumiñahui-Provincia de Pichincha. (pág 76). Quito.
- Vargas, D. (2012). *Estudio cinético de la reacción de craqueo catalítico de aceite lubricante usado para la obtención de Diesel #2*. Quito.
- Vázquez, J. J. (2013). *Gestión Integral del aceite automotor reciclable en Cuenca*. Obtenido de <http://dspace.ucuenca.edu.ec/bitstream/123456789/546/1/TESIS.pdf>
- Velázquez, A. L. (febrero de 2013). *Métodos de obtención, caracterización y aplicaciones de biolubricantes*. Recuperado el 20 de julio de 2015, de <http://148.226.12.104/bitstream/123456789/32671/1/ramirezromero.pdf>
- Villaquirán, M., & Mejía, R. (2014). *Aprovechamiento del catalizador gastado de FCC en la síntesis de zeolitas de bajo contenido de sílice*. ISSN: 0255-6952, Universidad Simón Bolívar, Cali.
- Vitess Motor Oil. (2010). *Los lubricantes para automoción*. Recuperado el 4 de julio de 2015, de <http://www.vitess.es/lubricantes.pdf>

## 7. ANEXOS

**Anexo 7.1:** Diagrama de construcción completo del sistema para craqueo catalítico de aceite lubricantes usados.

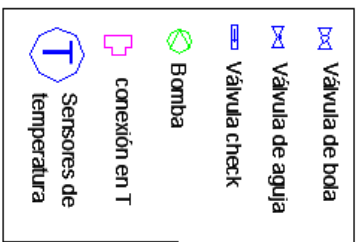
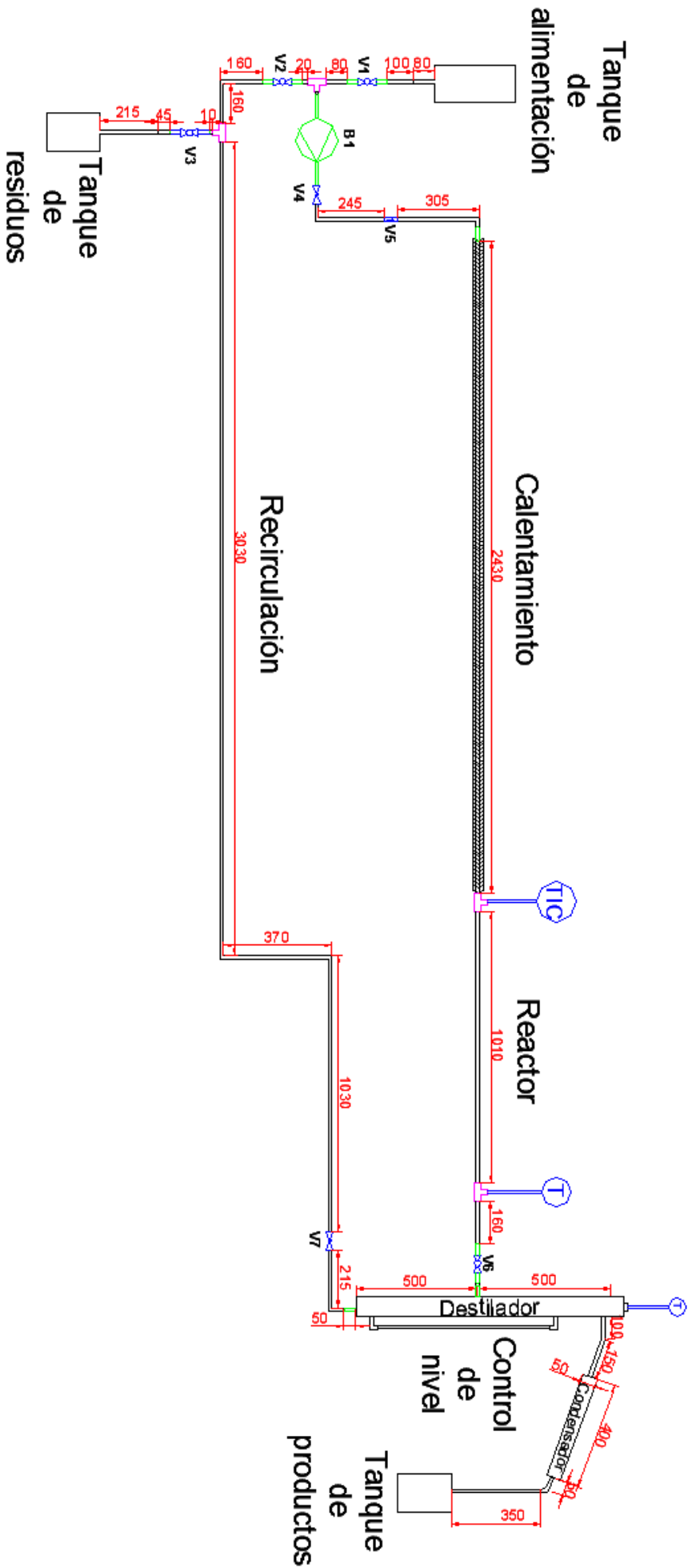


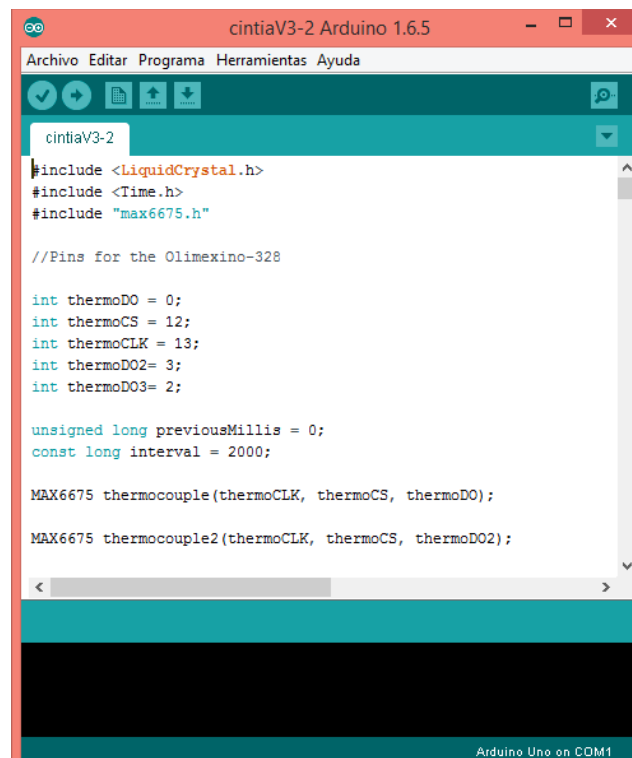
Diagrama del sistema de craqueo catalítico para aceites lubricantes usados Universidad San Francisco de Quito			
Diagrama en medidas reales del sistema de craqueo catalítico para aceites lubricantes usados		Escala: 1:1	Dibujado por: Cintia Molina
			Diseñado por: Cintia Molina
			Revisado por: Daniela Almeida
Trabajo de Titulación		Codificación: VISIO.01.2015	Fecha: 28/julio/2015



**Anexo 7.2:** Pasos para configurar la constante de proporcionalidad  $K_p$  y la temperatura del controlador superior.

1. En los botones de la pantalla LCD, aplaste SELECT durante 2 segundos. Se le dirigirá a un menú de configuración de la temperatura de calentamiento deseada.
2. Con los botones UP y DOWN configura la temperatura a la deseada. Una vez establecida esta temperatura, para confirmar aplastar LEFT.
3. Para configurar la constante de proporcionalidad  $K_p$ , mantener aplastado 2 segundos el botón RIGHT. Se le dirigirá a un menú de configuración de la constante  $K_p$ .
4. Nuevamente, con los botones UP y DOWN, configurar el valor designado de esta constante. Para confirmar el valor aplastar el botón LEFT.

**Anexo 7.3:** Código de Arduino para el control de temperatura del sistema de craqueo catalítico del aceite lubricante usado



```
Arduino IDE - cintiaV3-2 Arduino 1.6.5
Archivo Editar Programa Herramientas Ayuda
cintiaV3-2
#include <LiquidCrystal.h>
#include <Time.h>
#include "max6675.h"

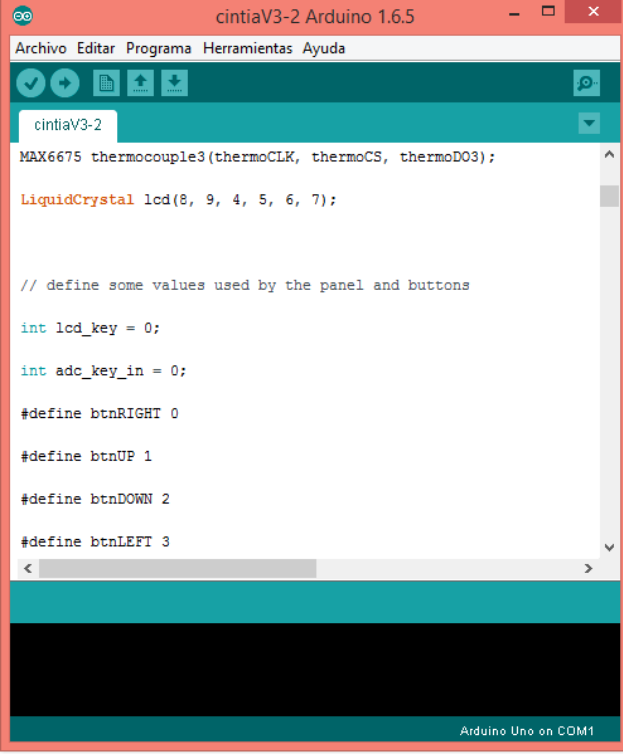
//Pins for the Olimexino-328

int thermoDO = 0;
int thermoCS = 12;
int thermoCLK = 13;
int thermoDO2= 3;
int thermoDO3= 2;

unsigned long previousMillis = 0;
const long interval = 2000;

MAX6675 thermocouple(thermoCLK, thermoCS, thermoDO);
MAX6675 thermocouple2(thermoCLK, thermoCS, thermoDO2);

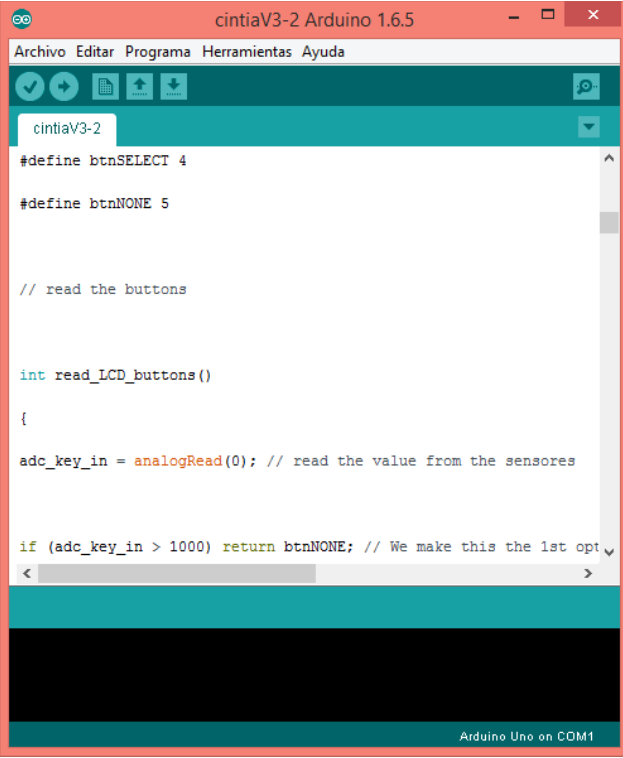
Arduino Uno on COM1
```



The screenshot shows the Arduino IDE interface with the file 'cintiaV3-2' open. The code in the editor includes the following lines:

```
MAX6675 thermocouple3(thermoCLK, thermoCS, thermoDO3);  
  
LiquidCrystal lcd(8, 9, 4, 5, 6, 7);  
  
// define some values used by the panel and buttons  
  
int lcd_key = 0;  
int adc_key_in = 0;  
  
#define btnRIGHT 0  
  
#define btnUP 1  
  
#define btnDOWN 2  
  
#define btnLEFT 3
```

The IDE status bar at the bottom indicates 'Arduino Uno on COM1'.



The screenshot shows the Arduino IDE interface with the file 'cintiaV3-2' open. The code in the editor includes the following lines:

```
#define btnSELECT 4  
  
#define btnNONE 5  
  
// read the buttons  
  
int read_LCD_buttons()  
{  
  
  adc_key_in = analogRead(0); // read the value from the sensores  
  
  if (adc_key_in > 1000) return btnNONE; // We make this the 1st opt
```

The IDE status bar at the bottom indicates 'Arduino Uno on COM1'.



```
Arduino IDE - cintiaV3-2 Arduino 1.6.5
Archivo  Editor  Programa  Herramientas  Ayuda
cintiaV3-2
#define btnSELECT 4
#define btnNONE 5

// read the buttons

int read_LCD_buttons()
{
  adc_key_in = analogRead(0); // read the value from the sensores

  if (adc_key_in > 1000) return btnNONE; // We make this the 1st option for speed reasons since it will be the most likely result
}
```

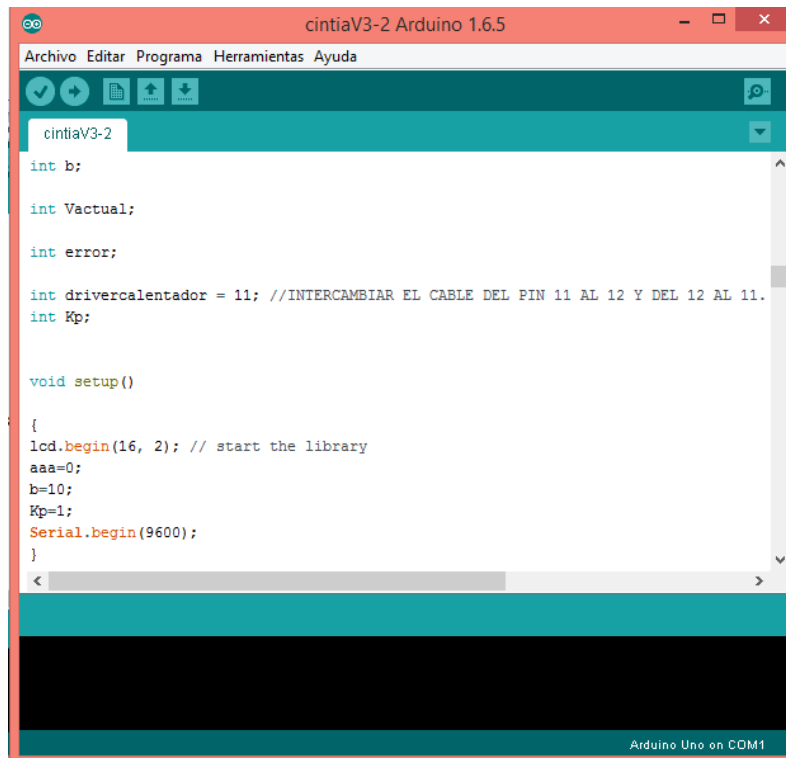
Arduino Uno on COM1



```
Arduino IDE - cintiaV3-2 Arduino 1.6.5
Archivo  Editor  Programa  Herramientas  Ayuda
cintiaV3-2
if (adc_key_in < 50) return btnRIGHT;
if (adc_key_in < 195) return btnUP;
if (adc_key_in < 380) return btnDOWN;
if (adc_key_in < 555) return btnLEFT;
if (adc_key_in < 790) return btnSELECT;
return btnNONE; // when all others fail, return this...
}

int aaa;
```

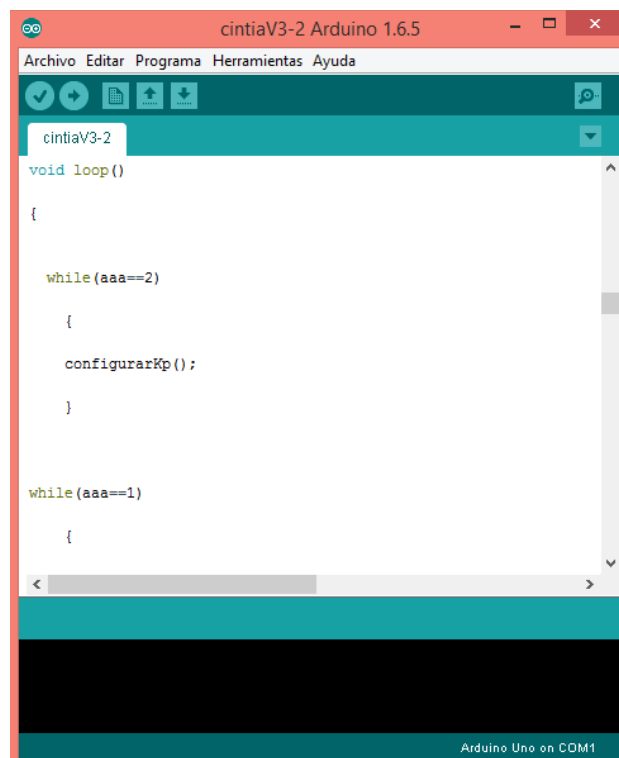
Arduino Uno on COM1



The screenshot shows the Arduino IDE interface for a program named 'cintiaV3-2'. The code in the editor is as follows:

```
int b;  
  
int Vactual;  
  
int error;  
  
int drivercalentador = 11; //INTERCAMBIAR EL CABLE DEL PIN 11 AL 12 Y DEL 12 AL 11.  
int Kp;  
  
void setup()  
{  
  lcd.begin(16, 2); // start the library  
  aaa=0;  
  b=10;  
  Kp=1;  
  Serial.begin(9600);  
}
```

The IDE status bar at the bottom indicates 'Arduino Uno on COM1'.



The screenshot shows the Arduino IDE interface for the same program 'cintiaV3-2', displaying the loop() function:

```
void loop()  
{  
  
  while (aaa==2)  
  {  
    configurarKp();  
  }  
  
  while (aaa==1)  
  {
```

The IDE status bar at the bottom indicates 'Arduino Uno on COM1'.

```

cintiaV3-2 $
configurar();

}

while(aaa==0){

    Vactual= thermocouple.readCelsius();
    error = (b - Vactual)*Kp; //CONSTANTE DE PROPORCIONALIDAD
    // Serial.println(Vactual);
    // Serial.println(b);
    // Serial.println(Kp);
    // Serial.println(error);
    if (error < 0) {(error=0);}
    if (error > 253) {(error=253);}
//Serial.println(error);
    analogWrite(drivercalentador, error);
}

```

138 Arduino Uno on COM1

```

cintiaV3-2 $
digitalClockDisplay();
leertemperatura();

    lcd_key = read_LCD_buttons(); // read the buttons

switch (lcd_key) // depending on which button was pushed, we perform an action
{
    case btnSELECT:
    {
        aaa++;
        break;
    }

    case btnRIGHT:
    {
        aaa++;
        aaa++;
        break;
    }
}

```

138 Arduino Uno on COM1

```

}
}
}

///////////////////////////////////////////////////configurarProporcion/////////////////////////////////

void configurarKp()
{

  lcd.clear();
  lcd.setCursor(0,0); // move to the beginning of the second line
  lcd.print("Configure Kp ");
  lcd.setCursor(0,1);
  lcd.print(" ");
  lcd.setCursor(0,1); // move to the beginning of the second line
  lcd_key = read_LCD_buttons(); // read the buttons
  switch (lcd_key) // depending on which button was pushed, we perform an action

```

```

{
  case btnRIGHT:
  {
    break;
  }
  case btnLEFT:
  {
    aaa=0;

    Serial.print("\n");
    Serial.print("Proporcion: ");
    Serial.println(Kp);

    return;
    //Serial.println("TIEMPO, TEMPERATURA1 (*C), TEMPERATURA2 (*C), TEMPERATURAS (*C) ");
    break;
  }
  case btnUP:
  {
    Kp++;

```

```

break;
}
case btnDOWN:
{
Kp--;
if (Kp<=0) {Kp=1;}

break;
}
case btnSELECT:
{
break;
}
case btnNONE:
{
break;
}
}
lcd.setCursor(12,1); // move to the beginning of the second line
lcd.print(Kp);

```

138 Arduino Uno on COM1

```

delay(400);
return;
}

//configurarTemperatura//

void configurar()
{
lcd.clear();
lcd.setCursor(0,0); // move to the beginning of the second line
lcd.print("Configure temp ");
lcd.setCursor(0,1);
lcd.print(" ");
lcd.setCursor(0,1); // move to the beginning of the second line

```

138 Arduino Uno on COM1

```

cintiaV3-2 $
lcd_key = read_LCD_buttons(); // read the buttons
switch (lcd_key) // depending on which button was pushed, we perform an action
{
  case btnRIGHT:
  {
    break;
  }
  case btnLEFT:
  {
    aaa=aaa-1;
    Serial.print("\n");
    Serial.print("Setpoint temperatura: ");
    Serial.println(b);
    Serial.print("Proporcion Kp: ");
    Serial.println(Kp);
    Serial.println("TIEMPO, TEMPERATURA1 (*C) , TEMPERATURA2 (*C) , TEMPERATURA3 (*C) , POTENCIA ($) ")
    break;
  }
  case btnUP:

```

138 Arduino Uno on COM1

```

{
  b++;
  break;
}
case btnDOWN:
{
  b--;
  if (b<0) {b=0;}

  break;
}
case btnSELECT:
{
  break;
}
case btnNONE:
{
  break;
}
}

```

138 Arduino Uno on COM1



```

cintiaV3-2 $
    lcd.setCursor(12,1); // move to the beginning of the second line
    lcd.print(b);
    delay(400);
    return;
}

//////////////////leer temperatura//////////////////
void leer temperatura()
{
    lcd.clear();
    lcd.setCursor(0,0);
    lcd.print("[C] T1 T2 T3"); // print a simple message

    lcd.setCursor(0,1); // move to the beginning of the second line
    lcd.setCursor(4,1);
    lcd.print(round(thermocouple.readCelsius()));
    Serial.print(",");
    Serial.print(thermocouple.readCelsius());
    Serial.print(",");
}

```

138 Arduino Uno on COM1

```

cintiaV3-2 $
    lcd.setCursor(8,1);
    lcd.print(round(thermocouple2.readCelsius()));
    Serial.print(thermocouple2.readCelsius());
    Serial.print(",");
    lcd.setCursor(12,1);
    lcd.print(round(thermocouple3.readCelsius()));
    Serial.print(thermocouple3.readCelsius());
    Serial.print(",");
    Serial.println(error);

    delay(500);
    return;
}

//////////////////RELOJ//////////////////
void digitalClockDisplay() {
    Serial.print(hour());
    printDigits(minute());
    printDigits(second());
}

```

138 Arduino Uno on COM1

```
}  
  
void printDigits(int digits){  
  Serial.print(":");  
  if(digits < 10)  
    Serial.print('0');  
  Serial.print(digits);  
  
}  
  
< >  
  
138 Arduino Uno on COM1
```

#### **Anexo 7.4:** Costos de inversión del proyecto en detalle

Ítem 1: Swagelok



Swagelok Ecuador  
 Av. Shyris N35-174 y Suecia  
 Ed. Renazzo Plaza  
 Oficina 605-A  
 Telf.: (593-2) 245-1220  
 Fax: (593-2) 245-1221  
 bisca@bis.ec  
 Quito - Ecuador  
 www.swagelok.com

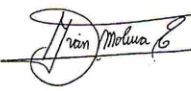


COTIZACION No. BIS-449-VAR-15 / REV01							Página: 1 de 2	
A: CINTIA MOLINA BARRERA				Su Referencia: E-MAIL				
Attn. CINTIA MOLINA				Fecha: 20/07/2015				
ITEM	CANT	UNID	REFERENCIA	DESCRIPCION	PRECIO UNITARIO	PRECIO TOTAL		
1	14	EA	SS-810-1-8	SS Swagelok Tube Fitting, Male Connector, 1/2 in. Tube OD x 1/2 in. Male NPT TE: STOCK	17,20	240,80		
2	4	EA	SS-810-6	SS Swagelok Tube Fitting, Union, 1/2 in. Tube OD TE: STOCK	20,64	82,56		
3	4	EA	SS-810-3	SS Swagelok Tube Fitting, Union Tee, 1/2 in. Tube OD TE: STOCK	39,33	157,32		
4	3	EA	SS-1RS8	SS Integral Bonnet Needle Valve, 0.73 Cv, 1/2 in. Swagelok Tube Fitting, Regulating Stem / Max Temperature with Pressure Rating 450°F @ 3435 PSIG /232°C @ 236 BAR; Room Temperature Pressure Rating 5000 PSIG @ 100°F /344 BAR @ 37°C TE: STOCK	92,02	276,06		
5	2	EA	SS-600-2-8	SS Swagelok Tube Fitting, Male Elbow, 3/8 in. Tube OD x 1/2 in. Male NPT TE: STOCK	22,82	45,64		
6	2	EA	SS-810-61	SS Swagelok Tube Fitting, Bulkhead Union, 1/2 in. Tube OD TE: STOCK	29,93	59,86		
7	2	EA	SS-810-P	316 Stainless Steel Plug for 1/2 in. Swagelok Tube Fitting TE: STOCK	8,14	16,28		
8	1	EA	SS-8-P	Stainless Steel Pipe Fitting, Pipe Plug, 1/2 in. Male NPT TE: STOCK	8,72	8,72		
9	1	EA	SS-8C-1	SS Poppet Check Valve, Fixed Pressure, 1/2 in. Swagelok Tube Fitting, 1 psig (0.07 bar) Max Temperature Pressure Rating 375°F @ 2185 PSIG /190°C @ 150 BAR; Room Temperature Pressure Rating 3000 PSIG @ 100°F /206 @ BAR 37°C TE: STOCK	93,37	93,37		
10	2	EA	SS-810-3-4TTF	SS Swagelok Tube Fitting, Female Branch Tee, 1/2 in. Tube OD x 1/2 in. Tube OD x 1/4 in. Female NPT TE: STOCK	44,60	89,20		
11	1	EA	SS-810-SET-10	SS Ferrule Set (10 Front Ferrule/10 Back Ferrule) for 1/2 in. OD Swagelok Tube Fitting, Please order in multiples of ten TE: STOCK	29,24	29,24		
12	1	EA	MS-STR-8	PTFE Tape Thread Sealant, 1/2 x 288 in. (12.7 x 732 cm) TE: STOCK	2,41	2,41		
13	1	EA	MS-TCW-308	Tube Cutter Replacement Cutting Wheel TE: STOCK	8,76	8,76		



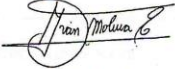
Swagelok Ecuador  
 Av. Shyris N35-174 y Suecia  
 Ed. Renazzo Plaza  
 Oficina 605-A  
 Telf.: (593-2) 245-1220  
 Fax: (593-2) 245-1221  
 bissa@bis.ec  
 Quito - Ecuador  
 www.swagelok.com



COTIZACION No. BIS-449-VAR-15 / REV01				Página: 2 de 2		
A: CINTIA MOLINA BARRERA			Su Referencia: E-MAIL			
Attn. CINTIA MOLINA			Fecha: 20/07/2015			
14	1	EA	PFA-T6-062-50	PFA Tubing, 3/8 in. OD x 0.062 in. Wall x 50 Feet TE: STOCK	8,60	8,60
15	6	EA	SS-T8-S-035-20	316/316L SS Seamless Tubing, 1/2 in. OD x 0.035 in. Wall x 20 Feet (Order in 20 foot increments) max. Working pressure: 2600 psig TE: STOCK	95,06	570,36
				SUBTOTAL	USD.	1.689,18
				12% IVA		202,70
				TOTAL DDP QUITO		1.891,88
VALIDEZ		30 DÍAS				
ENTREGA:		INDICADO EN CADA ÍTEM / BASADO EN EXISTENCIAS A LA FECHA.				
TERMINO DE PAGO:		CREDITO 30 DIAS				
		STOCK SUJETO A VENTA PREVIA POR FAVOR, COLOCAR LA ORDEN DE COMPRA A: BOLIVAR INTERNATIONAL SUPPLY BIS S.A. PRECIOS VÁLIDOS PARA LA OFERTA TOTAL				
 IVAN MOLINA GERENTE GENERAL						

Ítem 2: PBV


**BOLIVAR INTERNATIONAL SUPPLY BIS S.A.**


<b>COTIZACION No. BIS-456-VAR-15</b>						Página: 1 de 1	
A: CINTIA MOLINA BARRERA				Su Referencia: Proyecto Titulación USFQ			
Attn. CINTIA MOLINA				Fecha: 26/06/2015			
ITEM	CANT	UNID	REFERENCIA	DESCRIPCION	PRECIO UNITARIO	PRECIO TOTAL	
1	4	EA	S-6322-38-3600-GL-NC / 0,5 in (192719)	0,5 in. Ball valve, 6322 Series, Floater, 2000 MOP, Full Port, FNPTxFNPT, Lever O, CF8M Body, 316SS Trim, R-TFE seats, Graphite seats, API 598, NACE, Firesafe (192719) PBV S-6322-38-3600-GL-NC Taiwan / TIEMPO DE ENTREGA: STOCK	33,82	135,28	
SUBTOTAL					USD.	135,28	
12% IVA						16,23	
TOTAL DDP QUITO						151,51	
VALIDEZ		30 DÍAS					
ENTREGA:		INDICADO EN CADA ÍTEM / BASADO EN EXISTENCIAS A LA FECHA.					
TERMINO DE PAGO:		<u>STOCK SUJETO A VENTA PREVIA</u> CREDITO 30 DIAS POR FAVOR, COLOCAR LA ORDEN DE COMPRA A: BOLIVAR INTERNATIONAL SUPPLY BIS S.A. PRECIOS VÁLIDOS PARA LA OFERTA TOTAL					
 IVAN MOLINA GERENTE GENERAL							

Av. de Los Shyris N35-174 y Suecia Ed. RENAZZO PLAZA 6to. Piso Of. 605-A  
 Telf.: (593-2) 2269-719 / 721 / 245-1220 Fax: 245-1221 E-mail: bisso@bis.ec  
 Quito - Ecuador

## Ítem 3: Acindec S.A.

		<b>FACTURA</b>			
		R.U.C. :	1791002369001		
<b>ACEROS INDUSTRIALES DEL ECUADOR S.A.</b> Industria Metalmeccánica Contribuyente Especial Nitro: 176 Dirección Matriz : De las Avellanas lote 11 y Av. Eloy Alfaro OBLIGADO A LLEVAR CONTABILIDAD		No.:	001-001-000005903		
		AMBIENTE :	PRODUCCION		
		EMISIÓN :	NORMAL		
		NÚMERO DE AUTORIZACIÓN	0406201512590517910023690015983476151		
		FECHA Y HORA DE AUTORIZACIÓN	04/06/2015	13:04:42	
		Clave de Acceso	 0306201501179100236900120010010000053030318900610		
Razón Social : BOLIVAR INTERNATIONAL SUPPLY BIS S.A. Fecha Emisión : 04/06/2015 RUC : 1791743164001 Dirección : AV. DE LOS SHYRIS N35-174 Y SUECIA Teléfono : ( ) - EXT.      E-mail : S/I					
<b>CÓDIGO PRINCIPAL</b>	<b>CANT</b>	<b>DESCRIPCIÓN</b>	<b>PRECIO UNITARIO</b>	<b>DESCUENTO</b>	<b>VALOR TOTAL</b>
8045-01.	1.00	TUBO DE 3 IN X 1000 MM S.S. 304 CON COUPLINGS ROSCADOS	317.00	0.00	317.00
8045-02	1.00	TUBO DE 2 IN X 400 MM S.S. 304 CON COUPLINGS ROSCADOS E INSTALACION DE PASAMUROS	208.00	0.00	208.00
<b>INFORMACIÓN ADICIONAL :</b>					
Guía de Remisión : S/I Orden Compra : S/I Observaciones:					SUBTOTAL 12% 525.00 SUBTOTAL 0% 0.00 SUBTOTAL No objeto IVA 0.00 SUBTOTAL SIN IMPUESTOS 525.00 DESCUENTOS 0.00 ICE 0.00 IVA 12% 63.00 VALOR TOTAL 588.00
<b>Información</b> S/I : No existe información para el campo solicitado.					