



**UNIVERSIDAD NACIONAL
“PEDRO RUIZ GALLO”
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**



ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“Influencia de la temperatura, tiempo y volúmen
de muestra en la estabilidad de diesel usando el
método Estándar astm d-2274”**

Tesis
Para optar el Título Profesional de
Ingeniero(a) Químico(a)

PRESENTADO POR:

Bach. Moreno Llaja, Kery Stephanye.

Bach. Rendón Izquierdo, Antonio Alonso.

ASESOR:

M.Sc. Benel Fernández, Doyle Isabel

**Lambayeque - Perú
2020**

**Influencia de la temperatura, tiempo y volumen de muestra en la estabilidad de diesel
usando el método estándar astm d-2274**

TESIS

**Para optar el Título Profesional de
Ingeniero(a) Químico(a)**

PRESENTADO POR:

Bach. Moreno Llaja, Kery Stephanye.

Bach. Rendón Izquierdo, Antonio Alonso.

Aprobado por:

M.Sc. Gutiérrez Moreno, Ronald Alfonso
PRESIDENTE

M.Sc. Guerrero Braco, James Jenner
SECRETARIO

M.Sc. Tineo Huancas, Rodolfo Pastor
VOCAL

M.Sc. Benel Fernández, Doyle Isabel
ASESORA

LAMBAYEQUE – PERU

2020

AGRADECIMIENTO

Agradecemos a DIOS ante todo por brindarnos las fuerzas para seguir adelante, por la familia que nos han brindado, por los amigos que ha puesto en nuestros caminos y por todos los buenos y malos momentos que hemos pasado.

Agradecemos a nuestros padres, hermanos y familia, por sus apoyos incondicionales y por motivarnos a continuar y terminar este proyecto, que nos permitirá avanzar en nuestras vidas tanto profesionales como personales. No ha sido sencillo el camino, pero gracias a ellos, lo complicado de lograr esta meta se ha notado menos.

A la vida, porque cada día nos demuestra lo hermosa que es y lo justa que puede llegar a ser, por permitirnos mejorar, darnos la oportunidad de crecer, madurar y ser los que hoy somos.

A la ING. M.SC. DOYLE BENEL FERNANDEZ por guiarnos durante todo el desarrollo de la presente tesis y brindarnos todos sus consejos.

DEDICATORIAS

Con todo amor se la dedico a mi madre JENNY ROXANA LLAJA CULQUI, Eres una mujer que simplemente me hace llenar de orgullo, te amo y no va haber manera de devolverte tanto que me has ofrecido. Esta tesis es un logro más que llevo a cabo, y sin lugar a dudas ha sido en gran parte gracias a ti.

Con cariño, a mi padre EDWIN GILBERT MORENO SOTO, aquel que me enseñó desde pequeña los valores que me caracterizan hoy. A mi hermano STEVE WAGNER, que siempre me apoyo sin quejarse a ir a la universidad cuando no estaba en la ciudad. A FERMIN NEYRA CUBAS por ser una guía paterna que complemento mi vida y la hizo mejor, Y a mi compañero de tesis y pareja ANTONIO ALONSO RENDON IZQUIERDO porque hacemos un equipo perfecto en muchos ámbitos.

Kery Stephanye Moreno Llaja.

Me gustaría dedicar estas líneas a mis padres ADRIAN RENDON MEZA Y BERTHA IZQUIERDO JURADO por haber estado siempre a mi lado, apoyándome incondicionalmente, dándome su amor y confianza para conseguir esta meta trazada que ha sido lograda con mucho esfuerzo, perseverancia y mucha humildad.

A mis hermanos ADRIAN y ALEX y sus esposas, PETTY y PATRICIA, por brindarme su apoyo y motivarme a culminar este proyecto y en mi vida.

Y a mí amada chica KERY STEPHANYE MORENO LLAJA, por impulsarme a ser mejor y apoyarme en cada momento.

Antonio Alonso Rendón Izquierdo

Contenido

RESUMEN	9
CAPITULO 1: INTRODUCCIÓN.....	11
CAPITULO 2: ANTECEDENTES Y BASES TEORICAS.....	13
2.1 ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACION.....	13
2.2 BASES TEORICAS.....	15
2.2.1. Diésel: Elaboración del combustible diésel.....	15
2.2.2. Definición y tipos de hidrocarburos presentes en el combustible Diésel.....	16
2.2.3. Hidrotratamiento (HDT)	18
2.2.4. Uso del combustible Diésel	19
2.2.5. Propiedades del Diésel	20
A. Número de cetanos	20
B. Destilación.....	21
C. Viscosidad	22
D. Residuo de carbón	22
E. Azufre.....	22
F. Punto de inflamación.....	22
G. Punto de escurrimiento	23
H. Cenizas	23
I. Agua y sedimentos	23
J. Densidad.....	23
K. Acidez total.....	24
L. Lubricidad	24
M. Estabilidad a la oxidación.....	25
➤ Tipo de Estabilidad	28
➤ Consecuencias de la perdida de estabilidad del diésel sobre la operación del motor	30
➤ Método ASTM D-2274.....	32
➤ Resumen del método de prueba	34
CAPITULO 3: MATERIALES Y MÉTODOS.....	36
3.1 Tipo de investigación.....	36
3.2 Población y Muestra.....	36
Población.....	36

Muestra	36
3.3 Variables	38
Variables independientes	38
Variables dependientes.....	38
3.4 Reactivos y Materiales	39
Reactivos.....	39
Materiales.....	39
Técnicas	39
Instrumentos de Recolección de Datos	39
3.5 Métodos	40
3.5.1 Método de prueba estándar para estabilidad de la oxidación del aceite combustible destilado (método acelerado) ASTM D-2274	40
3.5.2 Método para determinar la masa insoluble filtrable(A) en miligramos por 100ml.....	43
3.5.3 Método para determinar la masa adherente(B) en miligramos por 100ml.....	43
3.5.4 Método para determinar la masa total(C) en miligramos por 100ml.....	44
3.6 Diseño del equipo de Tren de Oxidación.....	45
3.6.1 Materiales	45
3.6.2 Proceso de armado.....	45
CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	47
4.1. RESULTADOS	47
PRUEBA 01.....	47
PRUEBA 02.....	50
PRUEBA 03.....	53
PRUEBA 04.....	57
PRUEBA 05.....	60
PRUEBA 06.....	63
PRUEBA 07.....	67
PRUEBA 08.....	70
PRUEBA 09.....	73
4.2. DISCUSIÓN	77

CAPITULO 5: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	78
5.1. CONCLUSIONES	78
5.2. RECOMENDACIONES	79
CAPITULO 6: BIBLIOGRAFIA.....	80
6.1. REFERENCIA BIBLIOGRAFICA.....	80
6.2. ANEXOS	84
ANEXO 1:	84
ANEXO 2:	91
ANEXO 3:	92
ANEXO 4:.....	102
ANEXO 5:.....	103

RESUMEN

La presente investigación tiene por objetivo evaluar la influencia de la temperatura, tiempo y volumen de muestra en la estabilidad de Diésel usando el método estándar ASTM D-2274. El método de prueba utilizado indica que se debe utilizar un volumen de 350 ml de combustible destilado medio filtrado envejecido a 95 °C (203 °F) durante 16 h mientras se burbujea oxígeno a través de la muestra a una velocidad de 3 L/h.

En el estudio se planteó modificar las variables de volumen, temperatura y tiempo, por lo cual se trabajó con volúmenes de 300, 350 y 400 ml de combustible a una temperatura de 85, 95 y 105 °C durante 12, 16 y 20 horas. Después del envejecimiento, la muestra se enfrió hasta temperatura ambiente aproximadamente antes de filtrarla para obtener la cantidad de insolubles filtrables. Las sustancias insolubles adherentes se retiraron con trisolvente de la superficie de la celda de oxidación y del material de vidrio asociado. El trisolvente se evaporó para obtener la cantidad de insolubles adherentes. La suma de las sustancias insolubles filtrables y adherentes, expresadas en miligramos por 100 ml, se reportaron como insolubles totales.

Al finalizar el método con las diferentes variables se concluyó que: La temperatura que se evaluó a 85 °C y 95 °C, no existe una gran diferencia en la formación de sólidos (gomas); en comparación a la de 105 °C. En cuestión del tiempo, se observó que a mayor tiempo de residencia, mayor será la formación de sólidos (gomas). El volumen de muestra; tiende a ver un aumento en la formación de sólidos (gomas).

Sin embargo, no existe una referencia definida como para vincular una relación entre estas variables.

Palabras clave: Diésel, estabilidad, ASTM, insolubles totales.

ABSTRACT

The objective of this is to evaluate the influence of the temperature, time and volume of the sample on the stability of Diesel using the standard ASTM D-2274 method. The test method used indicates that a volume of 350 ml of distilled fuel filtered medium aged at 95 ° C (203 ° F) should be used for 16 h while oxygen is bubbled through the sample at a rate of 3 L/h.

The study considered modifying the variables of volume, temperature and time, for which we worked with volumes of 300, 350 and 400 ml of fuel at a temperature of 85, 95 and 105 ° C for 12, 16 and 20 hours. After aging, the sample was cooled to room temperature approximately before filtering to obtain the amount of insoluble filters. Adherent insoluble substances were removed with solvent from the surface of the oxidation cell and associated glass material. The solvent was evaporated to obtain the amount of adherent insolubles. The sum of the insoluble filterable and adherent substances, expressed in milligrams per 100 ml, were reported as total insoluble.

At the end of the method with the different variables it was concluded that: The temperature of 85°C and 95°C, there is not a big difference in the formation of solids (gums); compared to 105 ° C. In a matter of time, it was observed that the longer the residence time, the greater the formation of solids (gums). The sample volume; there tends to be an increase in the formation of solids (gums).

However, there is no defined reference to link a relationship between these variables.

Keywords: Diesel, stability, ASTM, total insolubles.

CAPITULO 1: INTRODUCCIÓN

La pérdida de estabilidad es un punto importante en este proyecto, este se puede definir como el conjunto de cambios químicos que tienen lugar en el combustible, y que producen o pueden producir consecuencias adversas en el combustible y en el motor: incremento de la viscosidad y la acidez, malos olores (rancidez) y formación de depósitos en la cámara, entre otros. La destilación fraccionada, si bien permite obtener cortes que cumplen y se ajustan a la mayoría de las propiedades necesarias y requeridas en los combustibles vehiculares, no garantiza la calidad de los mismos ya que algunas propiedades de los combustibles como la estabilidad a la oxidación quedan por fuera de control en cualquier sistema de destilación.

Además de lo anterior, los combustibles derivados de pirolisis de plásticos, por la naturaleza misma del proceso de cracking térmico y/o catalítico, contienen una gran cantidad de enlaces dobles, lo cual los hacen inestables en el tiempo, con tendencia a la repolimerización y formación de Gomas.

Lo anterior, unido a la presencia de oxígeno en los productos, el cual se introduce al proceso en forma de biomasa contaminante, como residuos de alimentos o papel, presentes en las envolturas procesadas, aumenta la inestabilidad de los combustibles y la tendencia a la formación de gomas. Esta produce un ensuciamiento en las válvulas de los motores de gasolina y obstrucción en los filtros y en los sistemas de inyección de los motores Diésel.

La gran mayoría de empresas solo producen combustibles industriales de bajo valor, para uso energético o como materia prima (feedstock) para otros procesos petroquímicos, en cuyo caso su valor se asimila a los crudos del sector Petrolero.

La formación de gomas en la gasolina, comparada con la del Diésel, es un poco más problemática para el funcionamiento de los motores debido a la forma como los mismos hacen uso del combustibles, a través del carburador o mediante un sistema de inyección al múltiple antes de las válvulas de admisión, mientras que los motores Diésel inyectan directamente al cilindro o en algunos casos a cámaras

de pre combustión, proceso en el cual la presencia de gomas es menos problemática que en el caso de los motores a gasolina.

Con el fin de contribuir a la solución de este problema, se tiene como objetivo principal, evaluar la influencia de la temperatura, tiempo y volumen de muestra en la estabilidad del diésel (DB5) por el método estándar ASTM D2274 y como objetivos específicos, el diseñar un equipo que permita someter el Diésel a una oxidación acelerada, determinar la cantidad de formación de gomas producido en la oxidación del diésel y caracterizar el Diésel antes y después del proceso de oxidación acelerada.

CAPITULO 2: ANTECEDENTES Y BASES TEORICAS

2.1 ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN

Calderón, F. (2016); evaluó la estabilidad del diésel mezclándolo a diferentes proporciones con un diésel obtenido por pirolisis de plástico, mediante el método estándar ASTM D 2274.

Para el cual se realizó las siguientes mezclas:

1. Diésel B-10 - 100 %: Diésel DPC - 0%
2. Diésel B-10 - 50 %: Diésel DPC - 50 %
3. Diésel B-10 - 75 %: Diésel DPC - 25 %
4. Diésel B-10 - 0 %: Diésel DPC - 100 %

Se obtuvo que:

En la Mezcla No. 4 se observó un anillo de goma adherente al vidrio en la parte superior del líquido. Igualmente, aunque muy leve en las mezclas No. 2 y 3. En los tubos de inyección de aire, también se observó el anillo de goma adherente, con mayor intensidad en la mezcla No. 4 (DPC 100 %), casi imperceptible en la Mezcla No. 2 (DPC 50 %) y No perceptible en mezcla No. 3 y No. 1 (DPC al 25 % y 0 %)

Además se determinó que el diésel usado al 100% de la pirolisis del plástico es altamente inestable y forma gomas, en comparación a la mezcla (50/50); donde era imperceptible la aparición de las gomas. También se determinó que en una mezcla del 20% del diésel DPC en mezcla con 80% de Diésel B10, tendría un buen producto en especificación con la norma ASTM D 2274.

McCormick, R. et al. (2005); aplicaron el Rancimat y el ASTM D2274 a varias muestras de biodiesel. Encontraron que el residuo insoluble de los biodiesel fue extremadamente bajo (típicamente 5 mg/100 ml muestra), y que

los resultados de ambos ensayos no fueron comparables, dándose casos de bajo periodo de inducción y también bajo residuo insoluble.

Miyata, I. et al. (2004); realizaron el ensayo Rancimat y el ASTM D2274 a varias muestras de biodiesel con distintos orígenes, y no encontraron relación alguna entre los resultados de ambos ensayos.

Sin embargo, Westbrook, S. (2005); propone un método ASTM D2274 modificado especialmente para el biodiesel y completado con medidas de viscosidad y acidez. La modificación consiste en la utilización de isooctano (u otro disolvente no polar) para recoger todos los insolubles formados durante el ensayo, y el empleo de filtros de fibra de vidrio porque los de celulosa son incompatibles con el biodiesel.

Con respecto a los antecedentes regionales acerca del tema, no se llegó a encontrar dicha información.

2.2 BASE TEÓRICA

2.2.1 DIÉSEL: ELABORACION DEL COMBUSTIBLE DIESEL

En una refinería, el petróleo es convertido a una variedad de productos mediante procesos físicos y químicos. El primer proceso al que se somete el petróleo en la refinería, es la destilación para separarlo en diferentes fracciones. La sección de destilación es la unidad más flexible en la refinería, ya que las condiciones de operación pueden ajustarse para poder procesar un amplio intervalo de alimentaciones, desde crudos ligeros hasta pesados. Dentro de las torres de destilación, los líquidos y los vapores se separan en fracciones de acuerdo a su peso molecular y temperatura de ebullición.

Las fracciones más ligeras, incluyendo Gasolinas y Gas Licuado de Petróleo (GLP), vaporizan y suben hasta la parte superior de la torre donde se condensan. Los líquidos medianamente pesados, como el Kerosene y el Diésel, se quedan en la parte media.

Los líquidos más pesados y los Gasóleos ligeros primarios, se separan más abajo, mientras que los más pesados en el fondo. Las Gasolinas contienen fracciones que hierven por debajo de los 200°C mientras que en el caso del Diésel sus fracciones tienen un límite de 350°C. Esta última, contiene moléculas de entre 10 y 20 Carbonos, mientras que los componentes de la gasolina se ubican en el orden de 12 carbonos o menos.

El combustible Diésel, también se manufactura, en muchos casos a partir de mezclas de Gasóleos con Kerosene, y Aceite Cíclico Ligero, el cual es producto del proceso de Craqueo Catalítico Fluido. En un tiempo, la manufactura de diésel involucró utilizar lo que quedaba después de remover productos valiosos del petróleo. Hoy en día el proceso de fabricación del diésel es muy complejo ya que comprende escoger y mezclar diferentes fracciones de petróleo para cumplir con especificaciones precisas. (Maples, 2000, p.62)

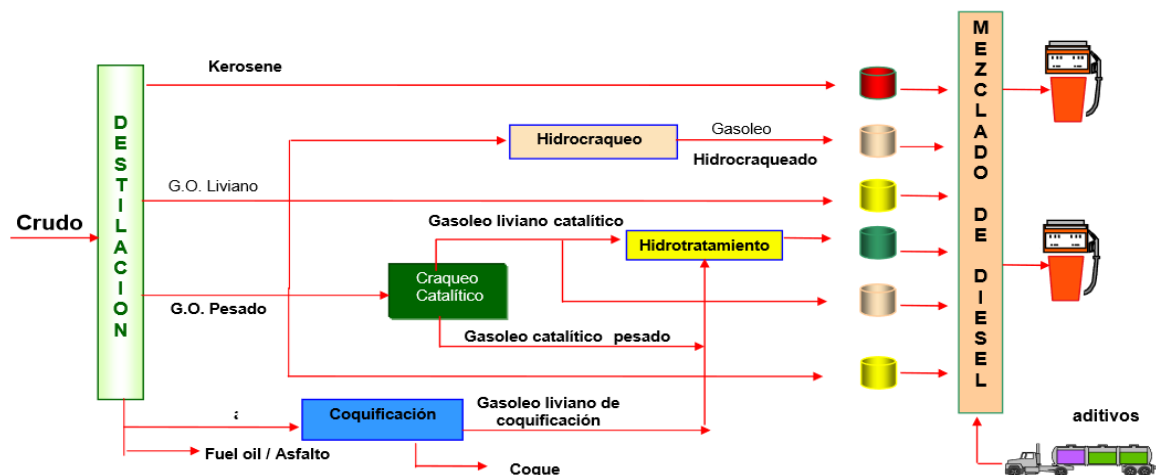
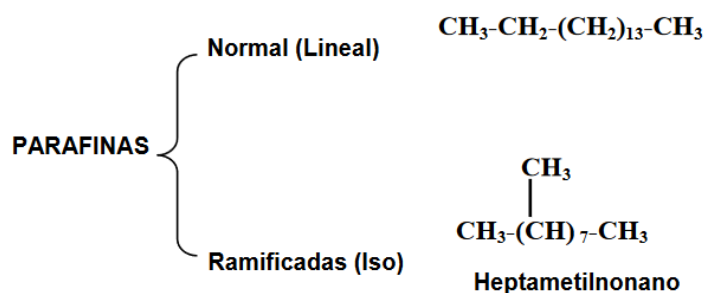


Figura 1: Elaboración y mezclado de diésel.

2.2.2 DEFINICIÓN Y TIPOS DE HIDROCARBUROS PRESENTES EN EL COMBUSTIBLE DIESEL

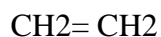
Es una mezcla balanceada cuyo rango de ebullición se encuentra entre 130°C a 400°C y en su composición, existen hidrocarburos de tipo: parafínicos, olefínicos, nafténicos y aromáticos.

- Hidrocarburos Parafínicos: Son hidrocarburos saturados (alcanos), pues sólo presentan enlaces sencillos. Pueden ser de cadena recta (alcanos normales) o ramificados. (Poma,2004, p.15)



Parafinas = Alcanos o Saturados

- Hidrocarburos Olefínicos: Son hidrocarburos que contienen uno o más enlaces dobles carbono-carbono. En virtud de que contienen menos hidrógenos que los alcanos con la misma cantidad de átomos de carbono, con frecuencia se les dice no saturados. (Poma,2004, p.15)

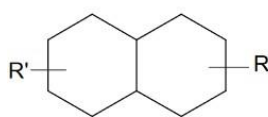


Etileno

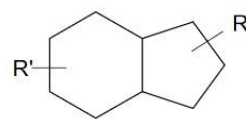


Butileno

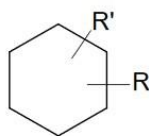
- **Hidrocarburos Nafténicos:** Son hidrocarburos cíclicos saturados, muchos de ellos con grupos metil. Las bicicloparafinas poseen 2 o más anillos saturados fusionados con 2 o más carbonos vecinos comunes. (Poma,2004, p.15)



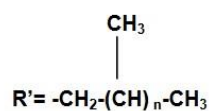
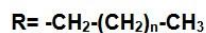
Derivados de decalina



Derivados de hexahidroindanos



Derivados de ciclohexano

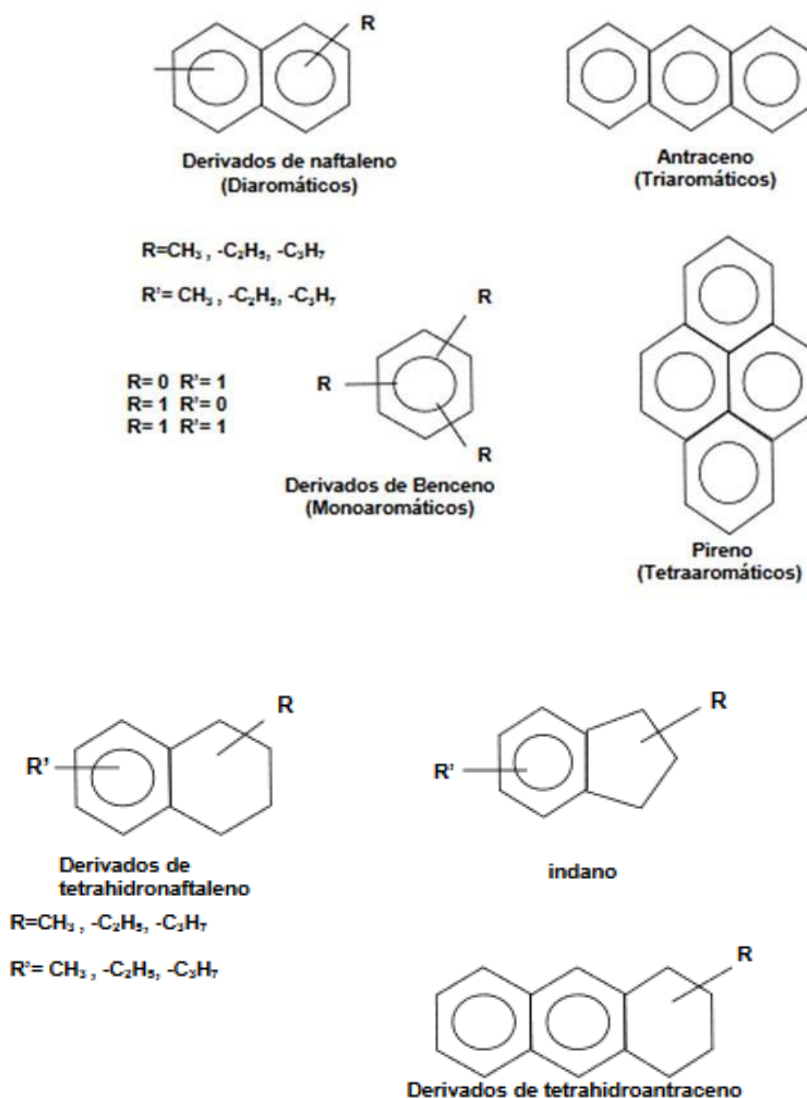


$$n = 0, 1, 2, \dots$$

$$\begin{array}{ll} \text{R} = 0 & \text{R}' = 1 \\ \text{R} = 1 & \text{R}' = 0 \\ \text{R} = 1 & \text{R}' = 1 \end{array}$$

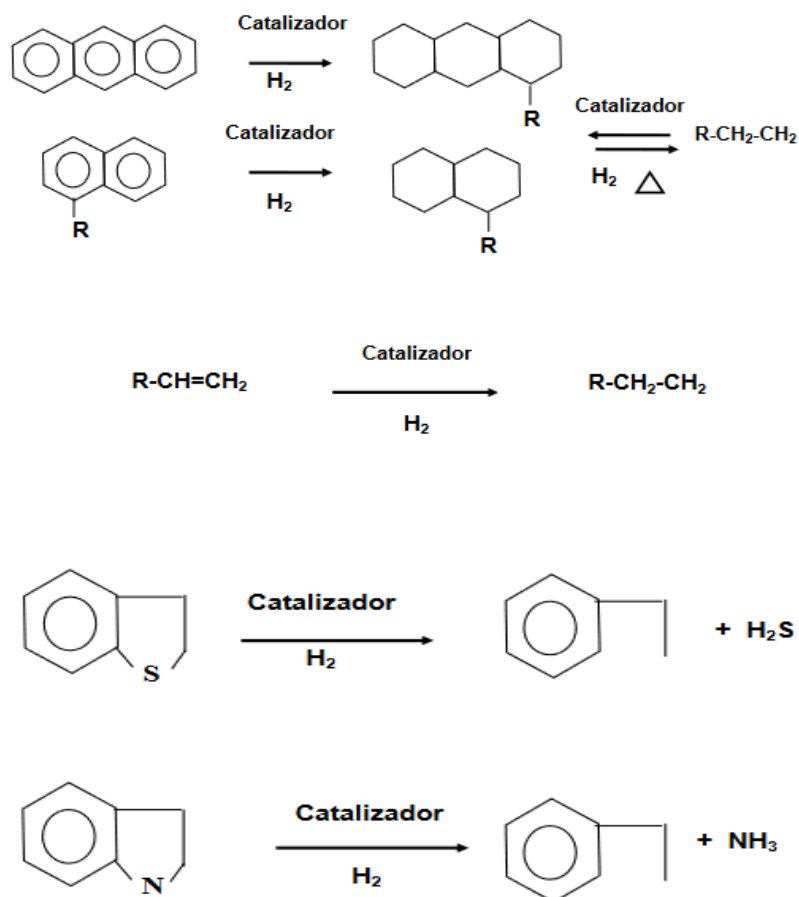
- **Hidrocarburos Aromáticos:** Son aquellos hidrocarburos que poseen anillos bencénicos. es un compuesto orgánico cíclico conjugado que posee una mayor estabilidad debido a la deslocalización electrónica en enlaces π . Para que se dé la aromaticidad, deben cumplirse ciertas premisas, por ejemplo que los dobles enlaces resonantes de la molécula estén conjugados y que se den al menos dos formas resonantes equivalentes. Originalmente el término estaba restringido a un producto del alquitrán mineral, el benceno, y a sus derivados, pero en la actualidad incluye casi la mitad de todos los compuestos orgánicos; el resto son los llamados compuestos alifáticos. El exponente emblemático de la familia de los hidrocarburos aromáticos es el benceno (C_6H_6), pero existen otros

ejemplos, como la familia de anulenos, hidrocarburos monocíclicos totalmente conjugados de fórmula general $(CH)_n$.



2.2.3 HIDROTRATAMIENTO (HDT)

Con el objeto de mejorar la calidad del Diésel, uno de los procesos usados es el Hidrotratamiento. Este consiste en hacer pasar la carga sobre un catalizador en presencia de hidrógeno. Con esto se logra reducir el contenido de azufre, reducir el contenido de nitrógeno, saturar olefinas y reducir aromáticos. Así, se logran Gases, Naftas, Kerosene (Jet A-1) y Gas Oil de muy buena calidad. (Poma, 2004, p.18)



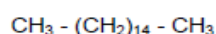
2.2.4 USO DEL COMBUSTIBLE DIESEL

Se consume principalmente en máquinas de combustión interna de alto aprovechamiento de energía, con elevado rendimiento y eficiencia mecánica. Su uso se orienta fundamentalmente como energético en el parque vehicular equipado con motores diseñados para combustible Diésel, tales como camiones de carga de servicio ligero y pesado, autobuses de servicio urbano y de transporte interprovincial, locomotoras, embarcaciones, maquinaria agrícola, industrial y de la construcción (grúas, tractores, aplanadoras, entre otros). (Publicación Técnica Octel Núm. 6, 1989)

2.2.5 PROPIEDADES DEL DIESEL

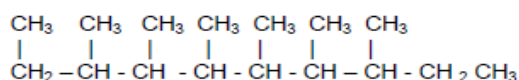
A. NÚMERO DE CETANO

Así como el octano mide la calidad de ignición de la Gasolina, el número de cetano mide la calidad de ignición de un Diésel. Es una medida de la tendencia del Diésel a cascabelear en el motor. La escala se basa en las características de ignición de dos hidrocarburos



Cetano
(n-hexadecano)

y



Heptametilnonano

El n-hexadecano tiene un periodo corto de retardo durante la ignición y se le asigna un cetano de 100; el heptametilnonano tiene un periodo largo de retardo y se le ha asignado un cetano de 15. El número de cetano es un medio para determinar la calidad de la ignición del Diésel y es equivalente al porcentaje por volumen del cetano en la mezcla con heptametilnonano, la cual se compara con la calidad de ignición del combustible prueba (ASTM D-613).

La propiedad deseable de la Gasolina para prevenir el cascabeleo es la habilidad para resistir la autoignición, pero para el Diésel la propiedad deseable es la autoignición.

Típicamente, los motores se diseñan para utilizar números de cetano de entre 40 y 55, debajo de 38 se incrementa rápidamente el retardo de la ignición. El incremento del número de cetano por encima de los valores realmente requeridos por el motor no mejora significativamente su funcionamiento.

En las Gasolinas, el número de octano de las parafinas disminuye a medida que se incrementa la longitud de la cadena, mientras que en el Diésel, el número de cetano se incrementa a medida que aumenta la longitud de la cadena. En general, los aromáticos y los alcoholes tienen un número de cetano bajo. Por ello, el porcentaje de Gasóleos desintegrados, en el Diésel, se ve limitado por su contenido de aromáticos. (Cvengros, Paligova y Cvengrosova, 2006, p. 629)

Muchos otros factores también afectan el número de cetano, así por ejemplo, la adición de alrededor de un 0,5 por ciento de aditivos mejoradores de cetano incrementan el cetano en 10 unidades. Estos aditivos pueden estar formulados con base a alquilnitratos, amil nitratos primarios, nitritos o peróxidos. La mayoría de ellos contienen nitrógeno y tienden, por lo tanto, a aumentar las emisiones de Óxido de Nitrógeno (NO_x).

El número de cetano es una propiedad muy importante; sin embargo, existen otras relevantes que caracterizan la calidad del combustible.

B. DESTILACIÓN

Los requerimientos de volatilidad del combustible dependen del diseño y tamaño del motor, así como de la naturaleza de las variaciones de velocidad y carga, de las condiciones atmosféricas y del arranque. Para motores en servicio que involucran rápidas fluctuaciones de carga y velocidad como en la operación de omnibuses y camiones, los combustibles más volátiles pueden proporcionar una mejor performance, especialmente con respecto al humo y olor. Sin embargo, la mejor economía de combustible generalmente se obtiene con los tipos de combustibles más pesados a causa de su mayor poder calorífico.

C. VISCOSIDAD

Para algunos motores es ventajoso especificar una viscosidad mínima, debido a la pérdida de potencia originada por las fugas en la bomba de inyección e inyector. Por otra parte, la viscosidad máxima está limitada por consideraciones relacionadas con el diseño y tamaño del motor y las características del sistema de inyección.

D. RESIDUO DE CARBÓN

El residuo de carbón da una medida de la tendencia de un combustible a depositar carbón al ser calentado en un bulbo bajo condiciones prescritas. Si bien no está directamente correlacionada con los depósitos en el motor, esta propiedad se considera una aproximación.

E. AZUFRE

El efecto del contenido de azufre en el desgaste del motor y la formación de depósitos en su interior parece que varía considerablemente en importancia y depende en gran medida de las condiciones de operación. El azufre del combustible puede afectar el funcionamiento del sistema de control de emisiones.

F. PUNTO DE INFLAMACIÓN

El punto de inflamación especificado no está directamente relacionado con la performance del motor. Sin embargo, su importancia está relacionada con requisitos legales y precauciones de seguridad relacionadas con el manejo y almacenamiento del combustible y normalmente se especifica para satisfacer las regulaciones de seguridad y de prevención de incendios.

G. PUNTO DE ESCURRIMIENTO

El punto de escurrimiento es importante en relación a la menor temperatura que el combustible pueda alcanzar y aun estar suficientemente fluido para ser bombeado o transferido.

H. CENIZAS

Las sustancias que forman cenizas se pueden presentar en el combustible en dos formas: (1) sólidos abrasivos y (2) jabones metálicos solubles. Los sólidos abrasivos contribuyen al desgaste del motor, bomba de combustible, pistones y anillos; así como a los depósitos en el motor. Los jabones metálicos solubles tienen poco efecto en el desgaste pero pueden contribuir a la formación de depósitos en el motor.

I. AGUA Y SEDIMENTOS

Cantidades apreciables de agua y sedimentos en los motores tienden a causar problemas en las facilidades del manejo del combustible y a su vez, ocasionar averías en el sistema de combustible de un quemador o un motor. Una acumulación de sedimentos en los tanques de almacenamiento y en los filtros, puede obstruir el flujo del combustible del tanque hacia la cámara de combustión. La presencia de agua en los combustibles destilados medios puede causar corrosión de tanques y equipos, si existe la presencia de detergentes, el agua puede causar emulsiones o mostrar una apariencia brumosa. También la presencia de agua fortalece el crecimiento de microorganismos en la interfase combustible – agua en los sistemas de combustibles.

J. DENSIDAD

La densidad es una prueba física fundamental que puede ser usada en conjunción con otras propiedades para caracterizar a los combustibles en productos ligeros y pesados. Su determinación es

necesaria para la conversión de volúmenes medidos a volúmenes a la temperatura estándar de 15 °C; sin embargo, las variaciones en la densidad del combustible resultan en variaciones en la potencia del motor y, consecuentemente, en las emisiones y el consumo. Se ha encontrado, que la densidad influye en el tiempo de inyección de los equipos de inyección controlados mecánicamente.

K. ACIDEZ TOTAL

La presencia de compuestos ácidos puede deberse a la presencia de ácidos orgánicos e inorgánicos, metales pesados y algunos componentes de los aditivos como agentes inhibidores y detergentes o como producto de degradación formados durante su uso o almacenamiento. Principalmente, los productos de degradación contribuyen a un aumento en el número de acidez.

Por más que los ácidos presentes pueden variar ampliamente por sus propiedades corrosivas, el número de acidez no puede ser usado para predecir la corrosividad del combustible en condiciones de servicio. No es conocida alguna correlación general entre el número de acidez y la tendencia a la corrosión del combustible sobre la superficie metálica.

L. LUBRICIDAD

La vida corta de los componentes del motor como la bomba de inyección y los inyectores, muchas veces han sido atribuidos a la carencia de lubricidad del combustible, es por ello necesario evaluar la lubricidad con la finalidad de prevenir el desgaste en las piezas del sistema de inyección.

Las bombas de Diésel, como la bomba de inyección y los inyectores, a falta de un sistema de lubricación externa, dependen de las propiedades lubricantes del Diésel para asegurar una operación apropiada. Se piensa que los componentes lubricantes del Diésel son

los hidrocarburos más pesados y las sustancias polares.

Los procesos de refinación para remover el azufre del Diésel tienden a reducir los componentes del combustible que proveen de lubricidad natural. A medida que se reducen los niveles de azufre, el riesgo de una lubricidad inadecuada aumenta. (Cvengros, Paligova y Cvengrosova, 2006, p. 635)

M. ESTABILIDAD A LA OXIDACIÓN

Esta prueba determina la estabilidad inherente del combustible a la formación de materia insoluble (gomas y barnices) producto de su degradación. Sin embargo, esta prueba no proporciona una predicción de la cantidad de materia insoluble que se formará durante el almacenamiento para un determinado periodo. La cantidad de materia insoluble que se forma durante el almacenamiento está sujeta a condiciones variables de campo y a la composición del combustible.

La escasa estabilidad del diésel es uno de los principales problemas de su uso como combustible puro o en mezclas, y objeto de mucha discusión en la literatura. Aunque pocos estudios han detectado problemas en el motor como consecuencia de la inestabilidad del biodiesel (se habla de formación de depósitos en la cámara, obstrucción de filtros e inyectores, problemas en la bomba de inyección), muchos fabricantes de motores, automóviles y sistemas de inyección han manifestado su preocupación sobre las consecuencias que la inestabilidad del biodiesel puede tener en el motor durante su operación.

Existe abundante bibliografía que estudia el proceso de degradación del diésel a lo largo del tiempo cuando es sometido a unas determinadas condiciones de temperatura, contenido en antioxidante, presencia de metales o disponibilidad de oxígeno, pero es difícil relacionar esta degradación, medida como incremento de viscosidad,

acidez, etc., con la posible obstrucción de filtros, formación de depósitos en la cámara o fallo de la bomba e inyectores. En algunos casos aparecen depósitos en el combustible que pueden obstruir los filtros, pero cuyo origen puede deberse a la gran capacidad de limpieza del biodiesel y no a su tendencia a la oxidación. (Karavalakis, 2010)

De forma general, se pueden realizar las siguientes afirmaciones (obtenidas en y compartidas por otros muchos autores) acerca de la estabilidad del diésel:

- A mayor nivel de insaturación, mayor tendencia a la oxidación (inestabilidad). Además, la presencia de compuestos diinsaturados (éster linoleico, C18:2) y triinsaturados (éster linolénico, C18:3) es más perjudicial que la de monoinsaturados (éster oleico, C18:1, entre otros), y mucho más de lo que cabría esperar si sólo se tiene en cuenta el número total de dobles enlaces. Una posible solución para mejorar la estabilidad es la hidrogenación del combustible o la modificación genética de las semillas para obtener aceites ricos en ácidos saturados, si bien estas técnicas repercuten negativamente en las propiedades de flujo en frío.
- El calor y la exposición directa a la luz solar perjudican la estabilidad del diésel.
- Ciertos metales y aleaciones (cobre, bronce, cinc,...) pueden catalizar el proceso de oxidación. Por tanto, su presencia debe ser evitada durante el almacenamiento del diésel.
- El contacto prolongado con el oxígeno del aire es suficiente para iniciar el proceso de oxidación, fenómeno que se conoce como rancidez. La agitación del combustible (por ejemplo, los movimientos bruscos o el volcado de los bidones de almacenamiento parcialmente llenados) favorece el contacto del biodiesel con el aire y acelera la oxidación.

- Existen antioxidantes naturales presentes en los aceites, como la α -tocoferol y los esteroides, que retardan el proceso de oxidación. Pero no todos los aceites y grasas tienen, en origen, la misma cantidad de estos antioxidantes. Por ejemplo, las grasas animales sólo contienen trazas de tocoferoles (recogido en, procedente de otros autores), y el contenido en tocoferol de la colza es superior al de otras semillas oleaginosas. Sin embargo, el proceso de refinado de los mismos y el de obtención del combustible pueden disminuir su concentración e incluso eliminarlos por completo, perjudicando así la estabilidad a la oxidación del combustible final. Las etapas de lavado, desodorización, secado y destilación del diésel son críticas. Van Gerpen et al. (1996) oxidaron dos muestras de diésel, uno destilado y otro sin destilar. Observaron que el índice de peróxidos de la muestra destilada alcanzó un valor de 96 meq O₂/kg en sólo 6 días, mientras que el de la muestra sin oxidar aumentó más lentamente hasta un valor de 80 meq O₂/kg en 24 días. Los autores achacaron este comportamiento a que el proceso de destilación elimina los antioxidantes naturales presentes en el diésel.
- De forma general, la presencia de antioxidantes naturales no es suficiente para cumplir la especificación de estabilidad a la oxidación, siendo necesaria la adición de antioxidantes al diésel. No basta con cumplir la especificación inmediatamente después de elaborar el diésel, que en el caso europeo es de seis horas: debe asegurarse que dicha especificación se cumplirá durante un periodo razonable de tiempo, que es de seis meses para National diésel Board.
- Bondioli et al. (2003) también piensan que seis meses es suficiente al estimar que éste es el máximo tiempo de vida comercial del biodiésel en condiciones de mercado. Este aspecto debe ser tenido en cuenta por productores y distribuidores de diésel durante el

almacenamiento y distribución, y por los propios estados al diseñar su política de reservas estratégicas de combustible.

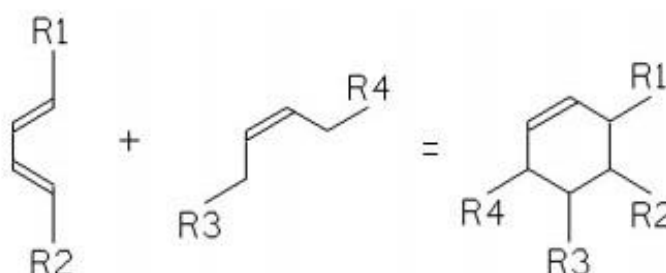
➤ **TIPOS DE ESTABILIDAD:**

La pérdida de estabilidad se puede definir como el conjunto de cambios químicos que tienen lugar en el combustible, y que producen o pueden producir consecuencias adversas en el combustible y en el motor: incremento de la viscosidad y la acidez, malos olores (rancidez) y formación de depósitos en la cámara, entre otros.

En función de que la causa que desencadena la pérdida de estabilidad en el diésel sea la temperatura, la presencia de oxígeno o el largo tiempo de almacenamiento, dicha estabilidad puede ser dividida en estabilidad térmica, estabilidad a la oxidación y estabilidad al almacenamiento, respectivamente. Otros autores consideran sólo la estabilidad térmica y a la oxidación, ya que los cambios químicos que ocurren en el diésel durante su almacenamiento se deben al contacto con el oxígeno (presente en el aire o disuelto en el combustible), y por tanto la estabilidad al almacenamiento es un caso particular de la estabilidad a la oxidación. McCormick et al. (2005) afirma que distinguen sólo entre estabilidad térmica y estabilidad al almacenamiento, si bien en su informe se menciona igualmente que la pérdida de la segunda ocurre por oxidación.

La pérdida de estabilidad por oxidación tiene lugar cuando el oxígeno ataca un átomo de carbono de la molécula de diésel, formándose en última instancia un hidroperóxido. Posteriormente, los hidroperóxidos reaccionan y se forman productos secundarios de la oxidación, como ácidos, aldehídos y polímeros. La presencia de luz, ácidos y metales puede catalizar estas reacciones.

La inestabilidad térmica es importante a partir de 250-300 °C, cuando las moléculas de ésteres poliinsaturados con configuración de dobles enlaces interrumpidos por un grupo metileno (que es la habitual en aceites y ésteres derivados) isomeriza en una configuración de dobles enlaces conjugados. Esta reacción de isomerización tiene una alta energía de activación, y por tanto no ocurre a temperaturas ordinarias. Posteriormente las moléculas con configuración conjugada reaccionan con moléculas con un doble enlace para formar un ciclohexeno según la reacción de Diels Alder.



La reacción de Diels Alder provoca una reducción del número de dobles enlaces y, si tiene lugar entre ésteres, la formación de polímeros de mayor peso molecular que se traduce en un aumento de viscosidad. Si se trata de aceites, estas reacciones pueden desarrollarse dentro de la molécula de triglicérido (entre dos de las cadenas ácidas de la misma) y no afectar significativamente al peso molecular. Estos compuestos podrían formarse durante la utilización del aceite en cocina y, de ser así, mantendrían su estructura durante la transesterificación del aceite obteniendo diésteres en vez de ésteres. Sin embargo, si estos compuestos se forman, son eliminados durante la destilación del biodiesel y no están presentes en el combustible final.

Estas reacciones de polimerización térmica pueden llegar a tener cierta importancia durante el uso del combustible si éste se ve sometido a altas temperaturas durante su circulación por el sistema de

inyección y recirculación al depósito, antes de que el proceso de combustión tenga lugar. La principal consecuencia de la degradación térmica del biodiesel en el sistema de inyección es la obstrucción de los inyectores.

Las normas de calidad para combustible diésel, tanto europea como americana, no incluyen actualmente la estabilidad térmica entre sus especificaciones. No obstante, EMA aconseja el uso de la norma ASTM D6468, a 150 °C, para asegurar la estabilidad térmica de los combustibles empleados en motores diésel. Esta prueba mide la variación de reflectancia del combustible debido a los depósitos formados cuando se mantiene una muestra a dicha temperatura durante 180 minutos. Las pruebas realizadas con diésel muestran un buen comportamiento del mismo, si bien existe discrepancia sobre cómo el color de los depósitos formados con diésel puede afectar al resultado del ensayo. (McCormick et al., 2005)

➤ **CONSECUENCIAS DE LA PÉRDIDA DE ESTABILIDAD DEL BIODIESEL SOBRE LA OPERACIÓN DEL MOTOR.**

El principal inconveniente que la utilización de un diésel oxidado puede tener en el motor es la formación de depósitos en inyectores, bomba de inyección e interior del cilindro. La pureza del diésel empleado en ensayos de duración es importante, el contenido de glicéridos sin reaccionar (mono, di y triglicéridos) y la presencia de ácidos grasos libres, metanol y glicerina juegan un papel importante de cara al desgaste, corrosión y carbonización. También la glicerina presente en el diésel tiene gran tendencia a formar depósitos. Glicerina libre y glicerina total están limitadas en la norma europea de diésel.

Algunos autores han tratado de estudiar la tendencia a formar depósitos del diésel convencional y biodiesel mediante el ensayo JFTOT y no en motor o vehículo. El ensayo JFTOT ('Jet Fuel Thermal

Oxidation Tester') consiste en pasar 600 ml de combustible a lo largo de una superficie metálica que se encuentra a 260 °C. Los depósitos formados en la superficie son evaluados de forma visual (o con alguna otra técnica) y se clasifica en una escala del 1 (pocos depósitos) al 4 (muchos depósitos). En algunos estudios de este tipo el biodiesel tuvo mejor comportamiento que el diésel. En otros ocurrió al contrario. Además de la falta de coherencia, no parece que este ensayo pueda sustituir a las pruebas directas en motor.

Varios autores han evaluado el impacto de biodiesel sobre el sistema de inyección, y especialmente sobre los inyectores. En el proyecto BIOSTAB se ensayaron tres ésteres metílicos de colza con alta, media y baja estabilidad, medida ésta a través del periodo de inducción Rancimat. Al analizar los inyectores no se encontraron problemas con los biodiesel de alta y media estabilidad, y algunos depósitos grasos con el de baja estabilidad. En pruebas en carretera, no se encontraron diferencias significativas en los inyectores al variar la estabilidad del biodiesel.

Zhang et al., (1996) no detectó depósitos en los inyectores con diésel ni con éster metílico de soja, pero sí con éster isopropílico. Estos depósitos pueden deberse al extremadamente alto contenido en monoglicéridos de este combustible (5.2% en base molar).

El contenido en mono, di y triglicéridos ensayó mezclas al 5 y 20% de biodiesel de colza y soja en diésel convencional, y no encontró depósitos ni evidencias de un mal funcionamiento en la bomba de inyección ni en los inyectores.

Waynick, (2005) recoge varios artículos en los que se comparan los depósitos formados por diésel y biodiesel. A la vista de los resultados, ninguna conclusión puede ser establecida. Algunos autores no encuentran diferencias significativas entre diésel y biodiesel. Otros

encuentran depósitos cuando el motor opera con mezclas diésel /biodiésel (no prueban biodiésel puro), pero los mismos autores consideran improbable que el biodiésel sea la causa.

Reece et al., (1995) recogen en su artículo dos estudios realizados por otros autores, Pischinger et al. y Shafer. Pischinger et al. realizaron una prueba de durabilidad con biodiésel de soja mediante un test muy exigente diseñado por Volkswagen cuya duración total era de 1418 horas. El 70% del tiempo se ensayaba en condiciones de potencia máxima, y el 20% en condiciones de par máximo.

Al examinar el desgaste de los cojinetes, segmentos, pistones y válvulas, encontraron que se cumplían las especificaciones impuestas por Volkswagen. Por su parte, Shafer realizó pruebas con biodiésel de soja, colza y palma, en flotas de camiones y autobuses y en motores industriales. Sólo encontró depósitos en los inyectores cuando el contenido en glicerina del biodiésel era demasiado alto.

➤ **METODO ASTM D-2274**

Este método de prueba abarca la medición de la estabilidad inherente de los combustibles derivados del petróleo del destilado medio en condiciones de oxidación específicas a 95 ° C.

Los combustibles utilizados para establecer las medidas de precisión para este método de prueba se describieron como gasóleo, combustible diésel, combustible de calefacción No. 2 y DFM, un combustible destilado de la Armada adecuado para motores diésel, calderas y turbinas de gas. (El término DFM ya no se usa cuando se refiere al combustible que cumple con los requisitos MIL-F-16884, sino que se llama F76 ya que cumple con los requisitos de la NATO F76.) Mientras que el método de prueba puede usarse para combustibles fuera del rango de estos combustibles, las medidas de precisión pueden no ser aplicables.

Este método de prueba no es aplicable a los combustibles que contienen aceite residual o cantidades significativas de componentes derivados de fuentes no petroleras.

Los valores dados en unidades SI aceptables deben considerarse como el estándar. Los valores entre paréntesis son solo para información.

Esta norma no pretende abordar todos los problemas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas de seguridad y salud apropiadas y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.

Este método de prueba proporciona una base para la estimación de la estabilidad de almacenamiento de los combustibles de destilado medio, como el combustóleo n. ° 2.

El método de prueba no puede predecir la cantidad de insolubles que se formarán en el almacenamiento de campo en un período de tiempo determinado. La cantidad de insolubles formados en dicho almacenamiento de campo está sujeta a las condiciones específicas que son demasiado variables para que este método de prueba pueda predecir con precisión.

El método de prueba D 2274 produce resultados más rápidamente que el método de prueba D 4625, la prueba de botella a 43 ° C. Sin embargo, como resultado de la temperatura significativamente elevada y la atmósfera de oxígeno puro, la naturaleza y la cantidad de insolubles pueden desviarse en mayor medida que el Método de prueba D 4625 de los formados en el almacenamiento en el campo. (ASTM D2274, 2003)

➤ **RESUMEN DEL MÉTODO DE PRUEBA:**

Un volumen de 350 ml de combustible destilado medio filtrado se envejece a 95 ° C (203 ° F) durante 16 h mientras se burbujea oxígeno a través de la muestra a una velocidad de 3 L / h. Después del envejecimiento, la muestra se enfría hasta temperatura ambiente aproximadamente antes de filtrarla para obtener la cantidad de insolubles filtrables.

Las sustancias insolubles adherentes se retiran con trisolvente de la superficie de la celda de oxidación y del material de vidrio asociado.

El trisolvente se evapora para obtener la cantidad de insolubles adherentes. La suma de las sustancias insolubles filtrables y adherentes, expresadas en miligramos por 100 ml, se reportan como insolubles totales. (ASTM D2274, 2003)

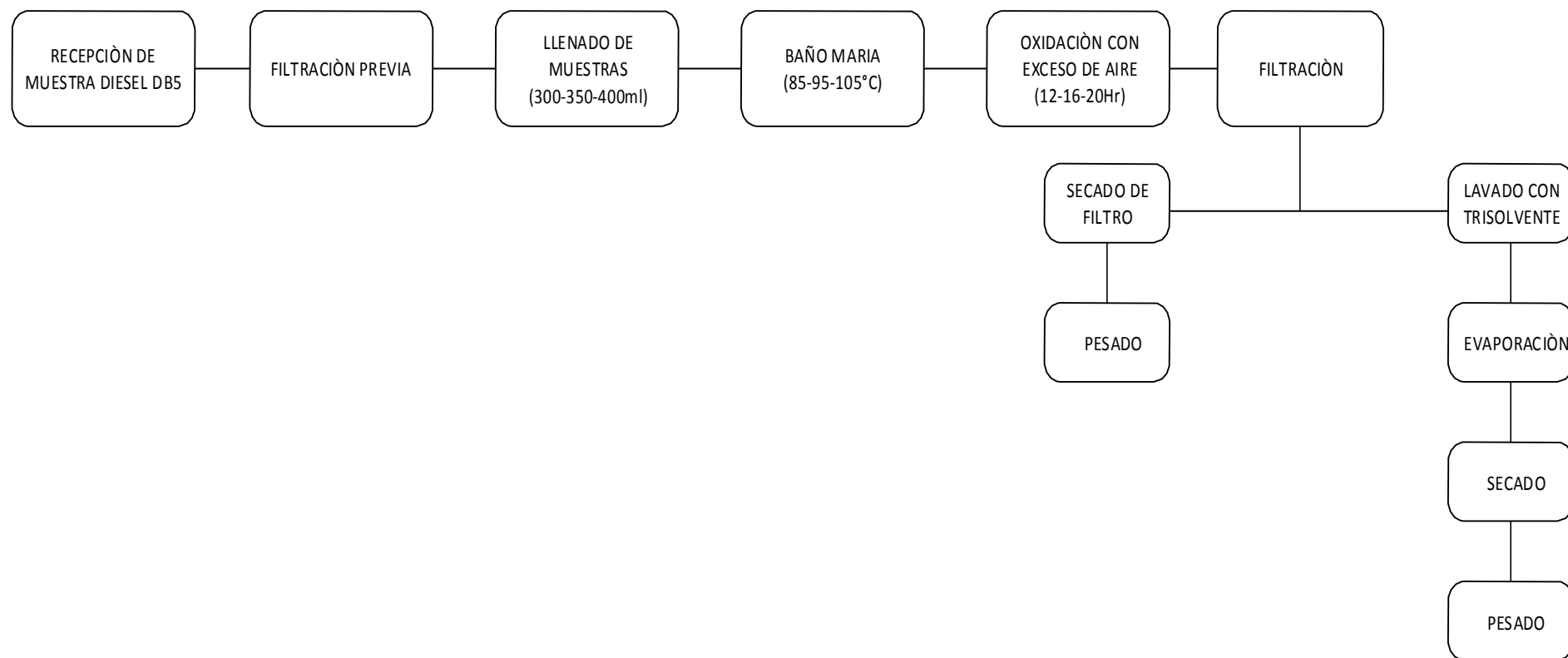


Figura 2: Flujograma para la determinación de la estabilidad del diésel DB5, por el método ASTM D 2274. Fuente: los autores.

CAPITULO 3: MATERIALES Y METODOS

3.1 Tipo de investigación.

La presente investigación es de carácter experimental.

3.2 Población y Muestra.

Población.

Diésel producido en la región norte del País, derivada de la Refinería de Petroperú, ubicada en la ciudad de Talara – Piura.

Muestra.

8 Galones de Diésel recolectado del grifo San José – en la ciudad de Talara.

Las pruebas se desarrollan teniendo en cuenta que se tiene tres variables: TIEMPO, TEMPERATURA, VOLUMEN y cada una tiene tres valores en las cuales se hacen tres repeticiones por cada una; por lo cual se presentan 81 muestras por considerar. Y están enumeradas por orden alfabético de acuerdo al día en que llevo a cabo las pruebas.

Tabla 1*Distribución de las 81 muestras entre volumen, temperatura y tiempo*

TEMPERATURAS	VOLUMENES			TIEMPO
	300	350	400	
85	A-1	A-2	A-3	12
95	A-4	A-5	A-6	
105	B-1	B-2	B-3	
85	A-7	A-8	A-9	
95	A-10	A-11	A-12	
105	B-7	B-8	B-9	
85	A-13	A-14	A-15	
95	A-16	A-17	A-18	
105	B-13	B-14	B-15	
85	B-4	B-5	B-6	16
95	C-1	C-2	C-3	
105	C-4	C-5	C-6	
85	B-10	B-11	B-12	
95	C-7	C-8	C-9	
105	C-10	C-11	C-12	
85	B-10	B-11	B-12	
95	C-7	C-8	C-9	
105	C-10	C-11	C-12	
85	D-1	D-2	D-3	20
95	D-4	D-5	D-6	
105	E-1	E-2	E-3	
85	D-7	D-8	D-9	
95	D-10	D-11	D-12	
105	E-4	E-5	E-6	
85	D-13	D-14	D-15	
95	D-16	D-17	D-18	
105	E-7	E-8	E-9	

Nota. Elaborado por los autores.

3.3 Variables.

Variables independientes:

- Temperatura
- Tiempo
- Volumen de muestra

Variables dependientes:

- Estabilidad del Diésel

Cuadro 1

Operacionalización de Variables

Variables	Dimensión operacional	Indicadores	Técnicas	Instrumentos
Variable independiente				
Temperatura	Magnitud física que indica la intensidad de calor o frio de un cuerpo	Grados Centígrados	La experimentación. La observación directa. Recolección de datos, agrupado en tablas.	Termómetro
Tiempo	Magnitud que sirve para medir la duración o la separación de uno o más acontecimientos	Horas		Cronometro
Volumen	Espacio que ocupa un cuerpo	Mililitros		Probeta
Variable dependiente				
Estabilidad del Diésel DB5	Resistencia de un cuerpo en equilibrio estable a cambiar de posición	Miligramos de solidos / 100 mililitros		Balanza, filtro al vacío,

➤ **Nota.** Elaborado por los autores.

3.4 Reactivos y Materiales

Reactivos

Trisolvente.

n-heptano

Acetona

Tolueno

Metanol

Oxígeno

Materiales

Bomba al vacío

Matraz kitassato

Baño térmico

Bomba de aireación

Botellas de vidrio transparentes

Estufa

Filtros (47 mm de diámetro y 0.8 μm de poro nominal)

Vasos de Precipitado

Calentador eléctrico

Tren de oxidación

Técnicas

En el presente proyecto se usará las técnicas de observación y experimentación.

Instrumentos de recolección de datos

Libreta para apuntes.

Cámara de fotos.

Programa de Microsoft Excel 2013

3.5 Métodos.

3.5.1 MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA LA ESTABILIDAD DE LA OXIDACIÓN DEL ACEITE COMBUSTIBLE DESTILADO (MÉTODO ACELERADO) – ASTM D2274

Este método de prueba abarca la medición de la estabilidad inherente de los combustibles derivados del petróleo del destilado medio en condiciones de oxidación específicas a 95 ° C.

Este método de prueba proporciona una base para la estimación de la estabilidad de almacenamiento de los combustibles de destilado medio, como el combustóleo n. ° 2.

- Velocidad y/o tiempo de agitación.
- Gradientes de velocidad producidos.
- Dosificación de diversos compuestos solos o en mezclas.
- Eficiencia de remoción.

Condiciones de operación.

A. Muestras.

Las muestras se toman de la estación de servicio de combustible de la empresa PetroPeru en un recipiente de 8 galones aprox. Donde en la pruebas se utilizan 3.15 litros en cada una.

B. Flujo de Aire

Las muestras son sometidas con un exceso de aire, para compensar el oxígeno puro necesario, con una bomba de aireación que alimenta 3.5 L/min.

C. Equipos

- Oxidación: La celda del vidrio de borosilicato, consiste en un tubo de ensayo, un condensador y un tubo de suministro de oxígeno. Esta celda es idéntica a la utilizada en el Método de prueba D 943.
- El baño de calefacción: con un medio líquido controlado termostáticamente, debe ser capaz de mantener la temperatura del baño a 95 ± 0.2 ° C (203 ± 0.4 ° F). Debe estar equipado con un dispositivo de agitación adecuado para proporcionar una temperatura uniforme en todo el baño. Debe ser lo suficientemente grande como para contener el número deseado de celdas de oxidación sumergidas a una profundidad de aproximadamente 350 mm. Además, la construcción del baño debe permitir proteger las muestras de combustible en las celdas de oxidación de la luz mientras están en proceso de oxidación.
- Los caudalímetros deben tener la capacidad de medir 6.3 L/h de oxígeno. Se debe proporcionar un fluxómetro para cada celda de oxidación.
- El horno de secado con filtro debe poder evaporar el solvente de manera segura a 80 ± 2 ° C (176 ± 4 ° F). El horno de secado de cristalería debe poder secar el material de vidrio a 105 ± 5 ° C (221 ± 9 ° F).
- El conjunto del filtro, debe ser capaz de sostener los filtros descritos en los puntos a continuación.
- Medios filtrantes, filtros de membrana sin tensioactivo de éster de celulosa de 47 mm de diámetro con un tamaño de poro nominal de 0,8 µm.
- Los filtros individuales se deben usar para la prefiltración.

- Un par de filtros de peso igualado o alternativamente, un control y una muestra previamente pesados, los filtros deben ser utilizados para la determinación de insolubles filtrables
- Vaso de evaporación, vaso de vidrio de borosilicato, capacidad de 200 ml, estilo alto.
- Placa caliente, capaz de calentar un líquido en el recipiente de evaporación a 135 ° C (275 ° F).

D. Proceso

- i. Teniendo la muestra de Diésel, se procede a filtrarla, para eliminar los sólidos provenientes de los grifos.
- ii. Para cada ensayo se mide 500 ml. y se pasa por filtros para luego colocar volúmenes de 300, 350 y 400 en las celdas de oxidación
- iii. Una vez colocadas, se lleva a baño térmico donde se trabaja a Temperaturas de 85, 95 y 105°C, se inserta el tubo suministro de aire en exceso para aprovechar el oxígeno presente.
- iv. Dejar en un lugar oscuro por tiempos de 12, 16 y 20 horas. Pasado el tiempo cubrir la parte superior y dejar enfriar a temperatura ambiente por no mayor de 4 horas.
- v. Se continua pasando las muestras por filtros, para luego ser lavado con 50 ml. de n –heptano (3 veces) para la determinación de los insolubles filtrables, y una lavada más para enjugar el embudo.(desechar lo filtrado)
- vi. Se coloca los filtros en una estufa a 80°C por 30 min, se deja enfriar por 30 min y pesar.
- vii. Luego se lava con volúmenes de 75 ml de Trisolvente (3

veces) para disolver las sustancias insolubles adherentes de las superficies de las celdas de oxidación y de los tubos de suministro de aire. (si presenta color, enjuagar una vez mas)

- viii. Se coloca los enjuagues en un vaso de precipitado y llevarlos a la plancha de calentamiento para ser evaporados. Dejar enfriar los vasos en un desecador sin desecante por 1 hora; para después ser pesados.

3.5.2 METODO PARA DETERMINAR LA MASA INSOLUBLE FILTRABLE (A) EN MILIGRAMOS POR 100 ml.

Se necesita determinar la masa insoluble filtrable (A), que se produce en el curso de estresar el combustible destilado en las condiciones de esta prueba, que es capaz de eliminarse del combustible por filtración. Esto incluye tanto el material suspendido en el combustible como el material que se elimina fácilmente de la celda de oxidación y el tubo de suministro de oxígeno con solvente de hidrocarburo.

Se resta la masa inicial del filtro W1, en miligramos, con el peso del filtro después del secado W2, en miligramos y se divide entre 3.5 para reducir el resultado a una base de 100 ml.

$$A = \frac{W2 - W1}{3.5} = \frac{\text{g S } \text{Fi} / 100}{\text{g}}$$

3.5.3 METODO PARA DETERMINAR LA MASA ADHERENTE DE INSOLUBLES (B) EN MILIGRAMOS POR 100 ml.

Se necesita determinar la masa adherente de insolubles (B), material que se produce durante el estirado del combustible destilado bajo las condiciones de esta prueba y que se adhiere al material de vidrio después de que se ha consumido combustible salido del sistema.

Se resta la masa del vaso en blanco (W3), con el peso del vaso después del secado W4; y se divide por 3.5 para reducir el resultado a una base de 100 ml.

$$X = \frac{W4 - W3}{3.5} = \frac{g \text{ Sólidos totales } / 100 \text{ ml}}$$

3.5.4 METODO PARA DETERMINAR LA MASA TOTAL DE INSOLUBLES (C) EN MILIGRAMOS POR 100 ml

La suma de los insolubles filtrables (A) y los insolubles adherentes (B).

$$C = A + B$$

3.6 DISEÑO DEL EQUIPO DE TREN DE OXIDACIÓN:

Se diseñó el tren de oxidación siguiendo los requerimientos pedidos por el método ASTM D2274, con materiales caseros de uso común. Estos requerimientos solicitan que el equipo tenga:

- Un suministro de oxígeno con flujo de 3.5 L/h.
- Celdas de oxidación de vidrio transparente, limpiadas previamente con trisolvente, capaces de entrar en el baño que tenga una profundidad mínima de 350 mm y donde el nivel del agua del baño maría supere el nivel de las muestras que se encuentran dentro de las celdas de oxidación.
- El equipo debe estar en un ambiente oscuro, protegido de la luz solar durante el proceso de oxidación.

3.6.1 MATERIALES:

Se necesitaron para el armado del equipo de oxidación: Tubo PVC blanco (previamente cortados y limados en tamaños 8 cm.) ver fig. 3; teflón (para el sellado hermético de las conexiones); conexión en T para tubo PVC, ver fig. 4; tapón de PVC, pipeta de 1 ml. Ver fig. 5; corchos, ver fig. 7; equipo de suero para venoclisis, ver fig. 9; botellas de vidrio transparente, ver fig. 10.

3.6.2 PROCESO DE ARMADO:

Se obtuvo un tubo blanco de PVC, fue cortado a una medida de 8 cm aproximadamente, que será unida con las conexiones T de pvc y selladas con teflón para hermetizar el flujo de aire brindado. La cantidad de conexiones T's; será de acuerdo a la cantidad de celdas de oxidación deseadas para el proyecto.

En un extremo del soporte se colocara un tapón de pvc, y por el otro extremo se colocara la unión para el suministro de oxígeno puro, que en este caso será utilizara un exceso de aire para compensar el oxígeno puro necesitado.

Luego para dirigir el aire del soporte hacia las celdas de oxidación, se utilizaron vías de venoclisis que conectaban a los tubos de suministro de aire (se usó pipetas de 1 ml), que estarán en contacto con la muestra de diésel a tratar, este tubo de suministro de aire será, sostenido con un corcho hacia la celda de oxidación, donde todo será sellado herméticamente con teflón. Ver fig. 11.

Para las celdas de oxidación utilizaremos recipientes de vidrio transparentes (botellas de vino), capaces de contener 300, 35 y 400 ml. De Diesel, que serán previamente acondicionadas, lavadas con agua, detergente y posteriormente trisolvente: mezcla de acetona, metanol y tolueno. Ver fig.15.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1 RESULTADOS: PRUEBA 01.

Para un periodo de 12 horas, a 85°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 2

Insolubles filtrables de la muestras a 85°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C					
A-1	0,0788	0,0811	0,0023	300	0,77
A-7	0,0794	0,0818	0,0024	300	0,80
A-13	0,0797	0,0820	0,0023	300	0,77
Muestra con volumen 350 ml a 85°C					
A-2	0,0794	0,0857	0,0063	350	1,80
A-8	0,0799	0,0864	0,0065	350	1,86
A-14	0,0791	0,0851	0,0060	350	1,73
Muestra con volumen 400 ml a 85°C					
A-3	0,0792	0,0889	0,0097	400	2,43
A-9	0,0788	0,0887	0,0099	400	2,48
A-15	0,0793	0,0894	0,0101	400	2,53

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 1 se inicia el día 14 de setiembre del 2019, a las 6 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 85°C por un periodo de 12 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml.

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 3

Insolubles Adherentes de la muestras a 85°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C					
A-1	148,5326	148,5333	0,0007	300	0,23
A-7	147,1318	147,1326	0,0008	300	0,27
A-13	150,9622	150,9630	0,0008	300	0,27
Muestra con volumen 350 ml a 85°C					
A-2	147,7907	147,7919	0,0012	350	0,34
A-8	145,8393	145,8404	0,0011	350	0,31
A-14	145,7581	145,7591	0,0010	350	0,29
Muestra con volumen 400 ml a 85°C					
A-3	145,5946	145,5961	0,0015	400	0,37
A-9	145,7745	145,7759	0,0014	400	0,35
A-15	144,9168	144,9181	0,0013	400	0,33

Nota. Elaborado por los autores.

La esta etapa prueba se inicia el día 15 de setiembre del 2019, a las 8 a.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 4

Insolubles Totales de la muestras a 85°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Sólidos Filtrables / 100 ml	mg Sólidos adherentes / 100 ml	mg Sólidos Totales / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C			
A-1	0,77	0,23	1,00
A-7	0,80	0,27	1,07
A-13	0,77	0,27	1,03
Muestra con volumen 350 ml a 85°C			
A-2	1,80	0,34	2,14
A-8	1,86	0,31	2,17
A-14	1,73	0,29	2,01
Muestra con volumen 400 ml a 85°C			
A-3	2,43	0,37	2,80
A-9	2,48	0,35	2,83
A-15	2,53	0,33	2,85

Nota. Elaborado por los autores.

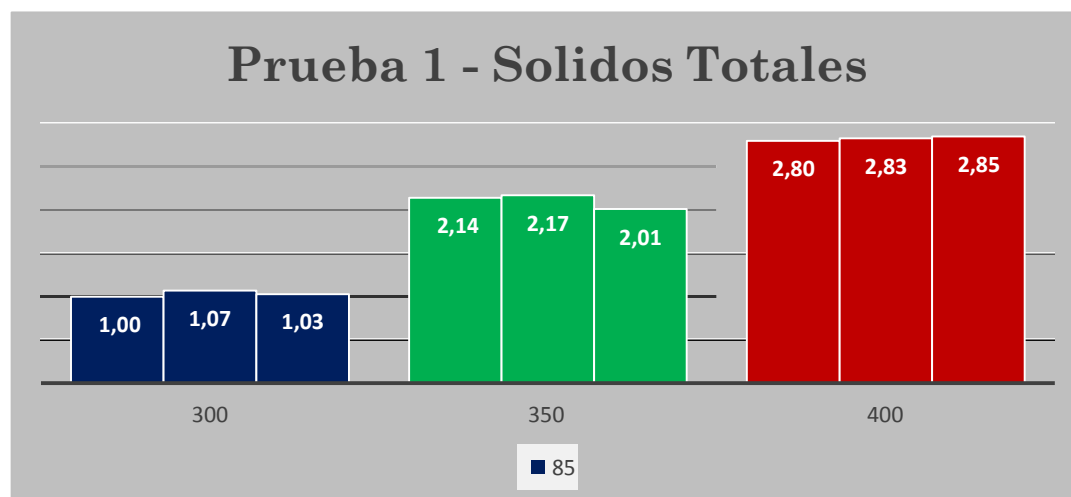


Gráfico 1: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 85°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 02.

Para un periodo de 12 horas, a 95°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 5

Insolubles filtrables de la muestras a 95°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C					
A-4	0,0791	0,0813	0,0022	300	0,73
A-10	0,0796	0,0817	0,0021	300	0,70
A-16	0,0797	0,0820	0,0023	300	0,77
Muestra con volumen 350 ml a 95°C					
A-5	0,0795	0,0858	0,0063	350	1,80
A-11	0,0799	0,0860	0,0061	350	1,74
A-17	0,0796	0,0853	0,0057	350	1,63
Muestra con volumen 400 ml a 95°C					
A-6	0,0795	0,0891	0,0096	400	2,40
A-12	0,0793	0,0888	0,0095	400	2,38
A-18	0,0797	0,0895	0,0098	400	2,45

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 2 se inicia el día 14 de setiembre del 2019, a las 7 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 95°C por un periodo de 12 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml.

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 6

Insolubles Adherentes de la muestras a 95°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C					
A-4	145,9790	145,9798	0,0008	300	0,27
A-10	148,8829	148,8839	0,0010	300	0,33
A-16	150,6734	150,6743	0,0009	300	0,30
Muestra con volumen 350 ml a 95°C					
A-5	147,4562	147,4575	0,0013	350	0,37
A-11	145,6834	145,6849	0,0015	350	0,43
A-17	144,8752	144,8766	0,0014	350	0,40
Muestra con volumen 400 ml a 95°C					
A-6	145,7659	145,7678	0,0019	400	0,48
A-12	149,0752	149,0770	0,0018	400	0,45
A-18	146,4367	146,4385	0,0018	400	0,45

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 15 de setiembre del 2019, a las 10 a.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 7

Insolubles Totales de la muestras a 95°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos	mg Solidos	mg Solidos Totales / 100 ml
	Filtrables / 100 ml	adherentes / 100 ml	
Muestra con volumen 300 ml a 95°C			
A-4	0,73	0,27	1,00
A-10	0,70	0,33	1,03
A-16	0,77	0,30	1,07
Muestra con volumen 350 ml a 95°C			
A-5	1,80	0,37	2,17
A-11	1,74	0,43	2,17
A-17	1,63	0,40	2,03
Muestra con volumen 400 ml a 95°C			
A-6	2,40	0,48	2,88
A-12	2,38	0,45	2,83
A-18	2,45	0,45	2,90

Nota. Elaborado por los autores.

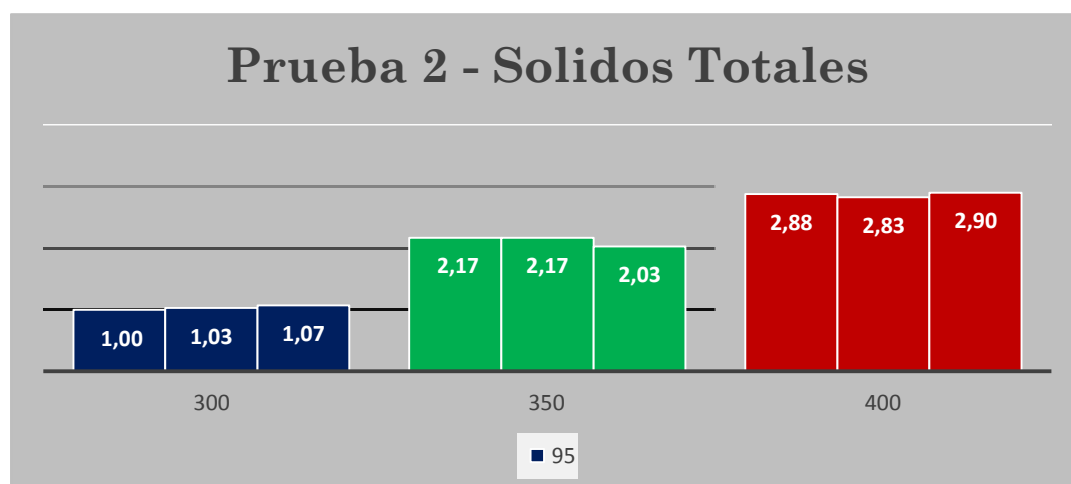


Gráfico 2: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 95°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 03.

Para un periodo de 12 horas, a 105°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 8

Insolubles filtrables de la muestras a 105°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C					
B-1	0,0796	0,0821	0,0025	300	0,83
B-7	0,0793	0,0819	0,0026	300	0,87
B-13	0,0794	0,0824	0,0030	300	1,00
Muestra con volumen 350 ml a 105°C					
B-2	0,0793	0,0859	0,0066	350	1,89
B-8	0,0796	0,0864	0,0068	350	1,94
B-14	0,0796	0,0860	0,0064	350	1,83
Muestra con volumen 400 ml a 105°C					
B-3	0,0794	0,0903	0,0109	400	2,73
B-9	0,0792	0,0900	0,0108	400	2,70
B-15	0,0796	0,0909	0,0113	400	2,83

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 3 se inicia el día 15 de setiembre del 2019, a las 6 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 105°C por un periodo de 12 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml.

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 9

Insolubles Adherentes de la muestras a 105°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C					
B-1	149,0752	149,0762	0,0010	300	0,33
B-7	150,6734	150,6745	0,0011	300	0,37
B-13	148,8829	148,8841	0,0012	300	0,40
Muestra con volumen 350 ml a 105°C					
B-2	145,9790	145,9806	0,0016	350	0,46
B-8	145,7659	145,7677	0,0018	350	0,51
B-14	147,4562	147,4579	0,0017	350	0,49
Muestra con volumen 400 ml a 105°C					
B-3	145,6834	145,6855	0,0021	400	0,52
B-9	146,4367	146,4387	0,0020	400	0,50
B-15	144,8752	144,8773	0,0021	400	0,52

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 16 de setiembre del 2019, a las 8 a.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 10

Insolubles Totales de la muestras a 105°C, 12Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos Filtrables / 100 ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml	mg Solidos Totales / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C			
B-1	0,83	0,33	1,17
B-7	0,87	0,37	1,23
B-13	1,00	0,40	1,40
Muestra con volumen 350 ml a 105°C			
B-2	1,89	0,46	2,34
B-8	1,94	0,51	2,46
B-14	1,83	0,49	2,31
Muestra con volumen 400 ml a 105°C			
B-3	2,73	0,52	3,25
B-9	2,70	0,50	3,20
B-15	2,83	0,52	3,35

Nota. Elaborado por los autores.

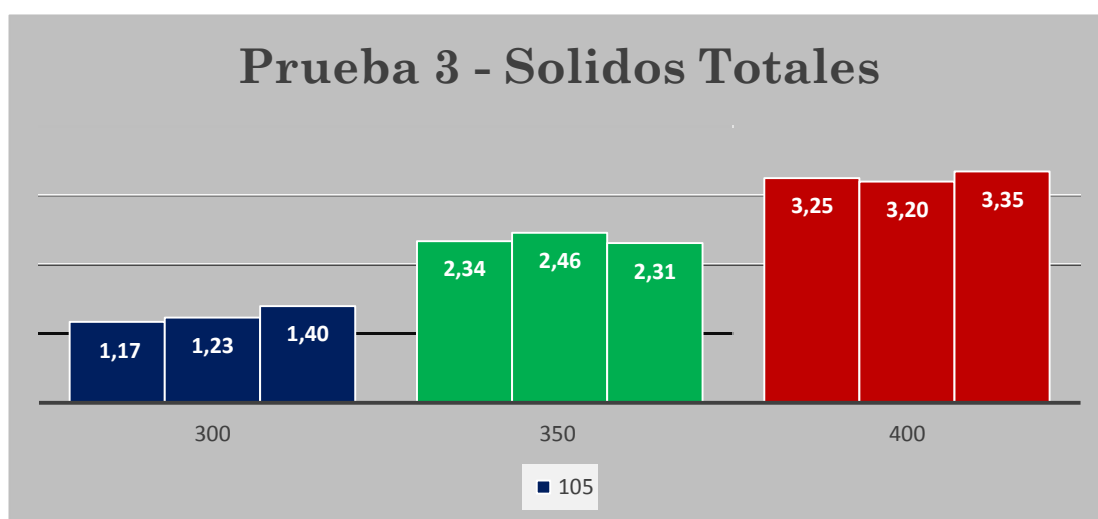


Gráfico 3: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 105°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

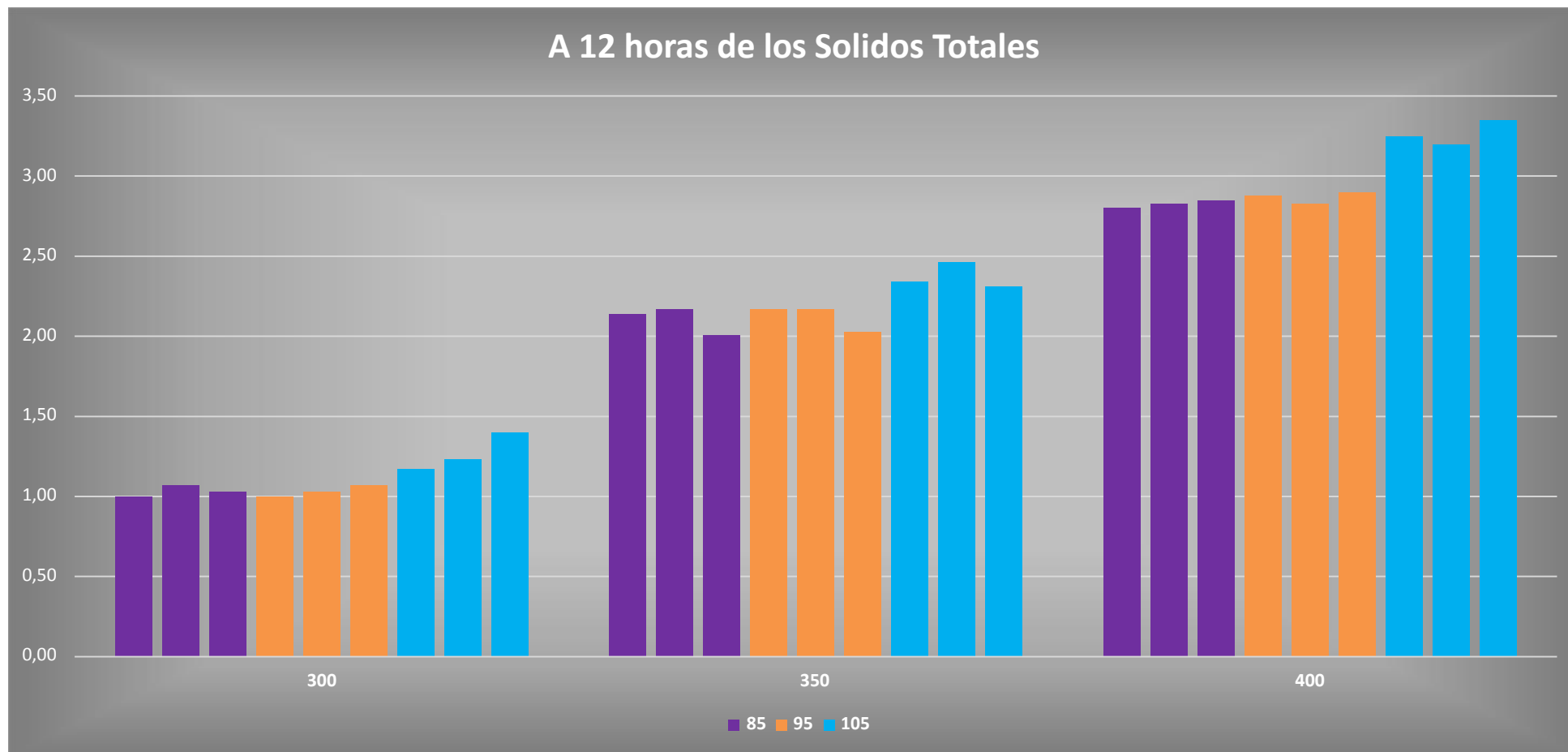


Gráfico 4: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 12 horas, diferentes temperaturas: 85, 95 y 105°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 04.

Para un periodo de 16 horas, a 85°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 11

Insolubles filtrables de la muestras a 85°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C					
B-4	0,0787	0,0854	0,0067	300	2,23
B-10	0,0793	0,0862	0,0069	300	2,30
B-16	0,0792	0,0859	0,0067	300	2,23
Muestra con volumen 350 ml a 85°C					
B-5	0,0795	0,0875	0,0080	350	2,29
B-11	0,0797	0,0881	0,0084	350	2,40
B-17	0,0801	0,0884	0,0083	350	2,37
Muestra con volumen 400 ml a 85°C					
B-6	0,0795	0,0911	0,0116	400	2,90
B-12	0,0799	0,0920	0,0121	400	3,03
B-18	0,0799	0,0917	0,0118	400	2,95

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 4 se inicia el día 15 de setiembre del 2019, a las 4 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 85°C por un periodo de 16 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml.

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 12

Insolubles Adherentes de la muestras a 85°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C					
B-4	144,9168	144,9177	0,0009	300	0,30
B-10	145,7581	145,7591	0,0010	300	0,33
B-16	145,8393	145,8404	0,0011	300	0,37
Muestra con volumen 350 ml a 85°C					
B-5	145,7745	145,7757	0,0012	350	0,34
B-11	145,5946	145,5959	0,0013	350	0,37
B-17	147,7907	147,7920	0,0013	350	0,37
Muestra con volumen 400 ml a 85°C					
B-6	150,9622	150,9640	0,0018	400	0,45
B-12	147,1318	147,1334	0,0016	400	0,40
B-18	148,5326	148,5343	0,0017	400	0,42

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 16 de setiembre del 2019, a las 11 a.m., el cual se sometió a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositaron en un recipiente que fue evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 13

Insolubles Totales de la muestras a 85°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos	mg Solidos	mg Solidos Filtrables / 100 ml
	Filtrables / 100 ml	Adherentes / 100 ml	
Muestra con volumen 300 ml a 85°C			
B-4	2,23	0,30	2,53
B-10	2,30	0,33	2,63
B-16	2,23	0,37	2,60
Muestra con volumen 350 ml a 85°C			
B-5	2,29	0,34	2,63
B-11	2,40	0,37	2,77
B-17	2,37	0,37	2,74
Muestra con volumen 400 ml a 85°C			
B-6	2,90	0,45	3,35
B-12	3,03	0,40	3,42
B-18	2,95	0,42	3,37

Nota. Elaborado por los autores.

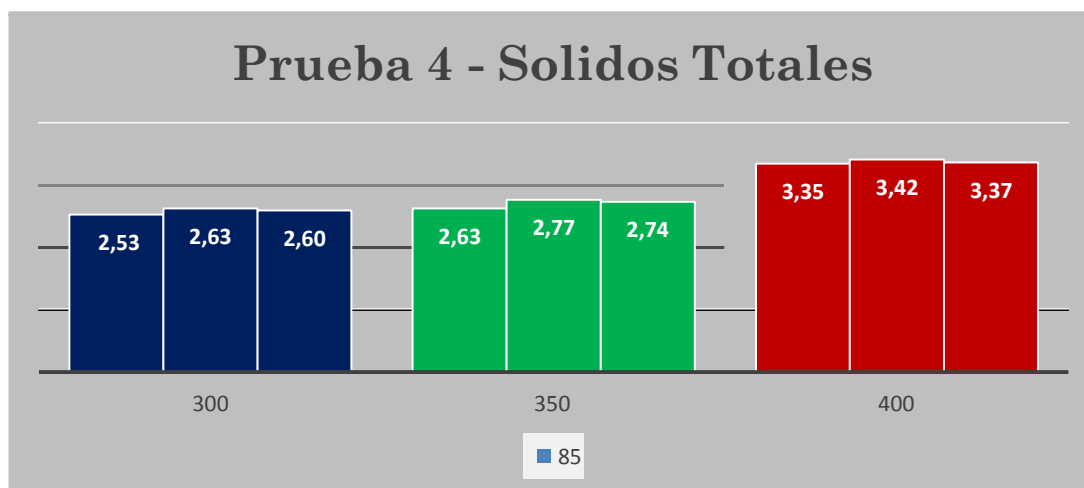


Gráfico 5: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 85°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 05.

Para un periodo de 16 horas, a 95°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 14

Insolubles filtrables de la muestras a 95°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C					
C-1	0,0796	0,0862	0,0066	300	2,20
C-7	0,0799	0,0865	0,0066	300	2,20
C-13	0,0798	0,0860	0,0062	300	2,07
Muestra con volumen 350 ml a 95°C					
C-2	0,0791	0,0872	0,0081	350	2,31
C-8	0,0801	0,0882	0,0081	350	2,31
C-14	0,0798	0,0882	0,0084	350	2,40
Muestra con volumen 400 ml a 95°C					
C-3	0,0801	0,0914	0,0113	400	2,83
C-9	0,0799	0,0913	0,0114	400	2,85
C-15	0,0796	0,0917	0,0121	400	3,03

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 5 se inicia el día 16 de setiembre del 2019, a las 4 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 95°C por un periodo de 16 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 15

Insolubles Adherentes de la muestras a 95°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C					
C-1	145,7659	145,7670	0,0011	300	0,37
C-7	149,0752	149,0765	0,0013	300	0,43
C-13	146,4367	146,4379	0,0012	300	0,40
Muestra con volumen 350 ml a 95°C					
C-2	144,8752	144,8768	0,0016	350	0,46
C-8	147,4562	147,4579	0,0017	350	0,49
C-14	145,6834	145,6850	0,0016	350	0,46
Muestra con volumen 400 ml a 95°C					
C-3	145,9790	145,9812	0,0022	400	0,55
C-9	148,8829	148,8853	0,0024	400	0,60
C-15	150,6734	150,6754	0,0020	400	0,50

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 17 de setiembre del 2019, a las 10 a.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 16

Insolubles Totales de la muestras a 95°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos Filtrables / 100 ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C			
C-1	2,20	0,37	2,57
C-7	2,20	0,43	2,63
C-13	2,07	0,40	2,47
Muestra con volumen 350 ml a 95°C			
C-2	2,31	0,46	2,77
C-8	2,31	0,49	2,80
C-14	2,40	0,46	2,86
Muestra con volumen 400 ml a 95°C			
C-3	2,83	0,55	3,37
C-9	2,85	0,60	3,45
C-15	3,03	0,50	3,53

Nota. Elaborado por los autores.

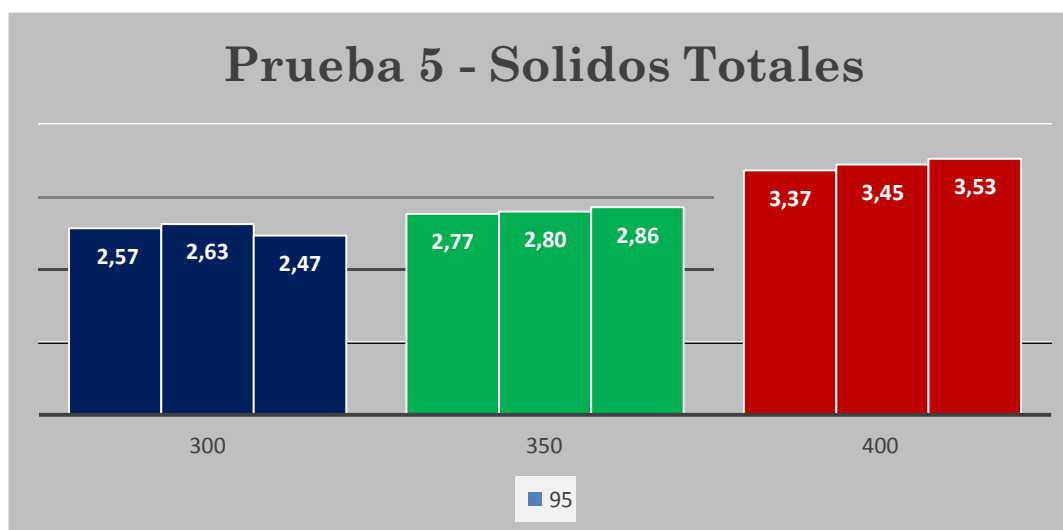


Gráfico 6: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 95°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 06.

Para un periodo de 16 horas, a 105°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 17

Insolubles filtrables de la muestras a 105°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C					
C-4	0,0791	0,0861	0,0070	300	2,33
C-10	0,0795	0,0869	0,0074	300	2,47
C-16	0,0794	0,0866	0,0072	300	2,40
Muestra con volumen 350 ml a 105°C					
C-5	0,0791	0,0881	0,0090	350	2,57
C-11	0,0793	0,0889	0,0096	350	2,74
C-17	0,0792	0,0886	0,0094	350	2,69
Muestra con volumen 400 ml a 105°C					
C-6	0,0795	0,0925	0,0130	400	3,25
C-12	0,0794	0,0930	0,0136	400	3,40
C-18	0,0796	0,0927	0,0131	400	3,28

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 6 se inicia el día 16 de setiembre del 2019, a las 4 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 105°C por un periodo de 16 horas con 3 muestras de 300 ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 18

Insolubles Adherentes de la muestras a 105°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C					
C-4	148,5326	148,5340	0,0014	300	0,47
C-10	145,7745	145,7762	0,0017	300	0,57
C-16	145,5946	145,5961	0,0015	300	0,50
Muestra con volumen 350 ml a 105°C					
C-5	150,9622	150,9642	0,0020	350	0,57
C-11	145,8393	145,8410	0,0017	350	0,49
C-17	145,7581	145,7599	0,0018	350	0,51
Muestra con volumen 400 ml a 105°C					
C-6	147,7907	147,7931	0,0024	400	0,60
C-12	147,1318	147,1343	0,0025	400	0,62
C-18	144,9168	144,9191	0,0023	400	0,57

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 17 de setiembre del 2019, a las 12 p.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 19

Insolubles Totales de la muestras a 105°C, 16Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Sólidos Filtrables / 100 ml	mg Sólidos Adherentes / 100 ml	mg Sólidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C			
C-4	2,33	0,47	2,80
C-10	2,47	0,57	3,03
C-16	2,40	0,50	2,90
Muestra con volumen 350 ml a 105°C			
C-5	2,57	0,57	3,14
C-11	2,74	0,49	3,23
C-17	2,69	0,51	3,20
Muestra con volumen 400 ml a 105°C			
C-6	3,25	0,60	3,85
C-12	3,40	0,62	4,02
C-18	3,28	0,57	3,85

Nota. Elaborado por los autores.

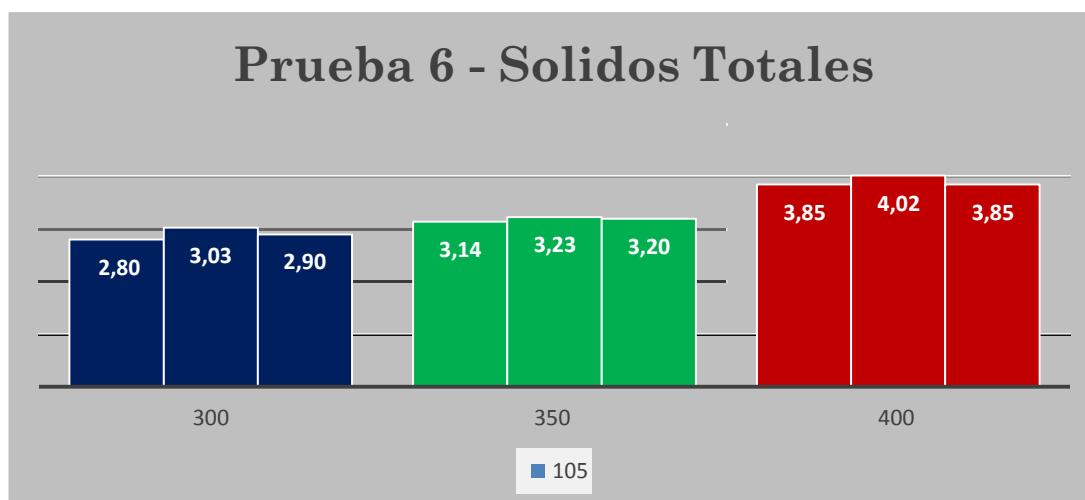


Gráfico 7: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 105°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

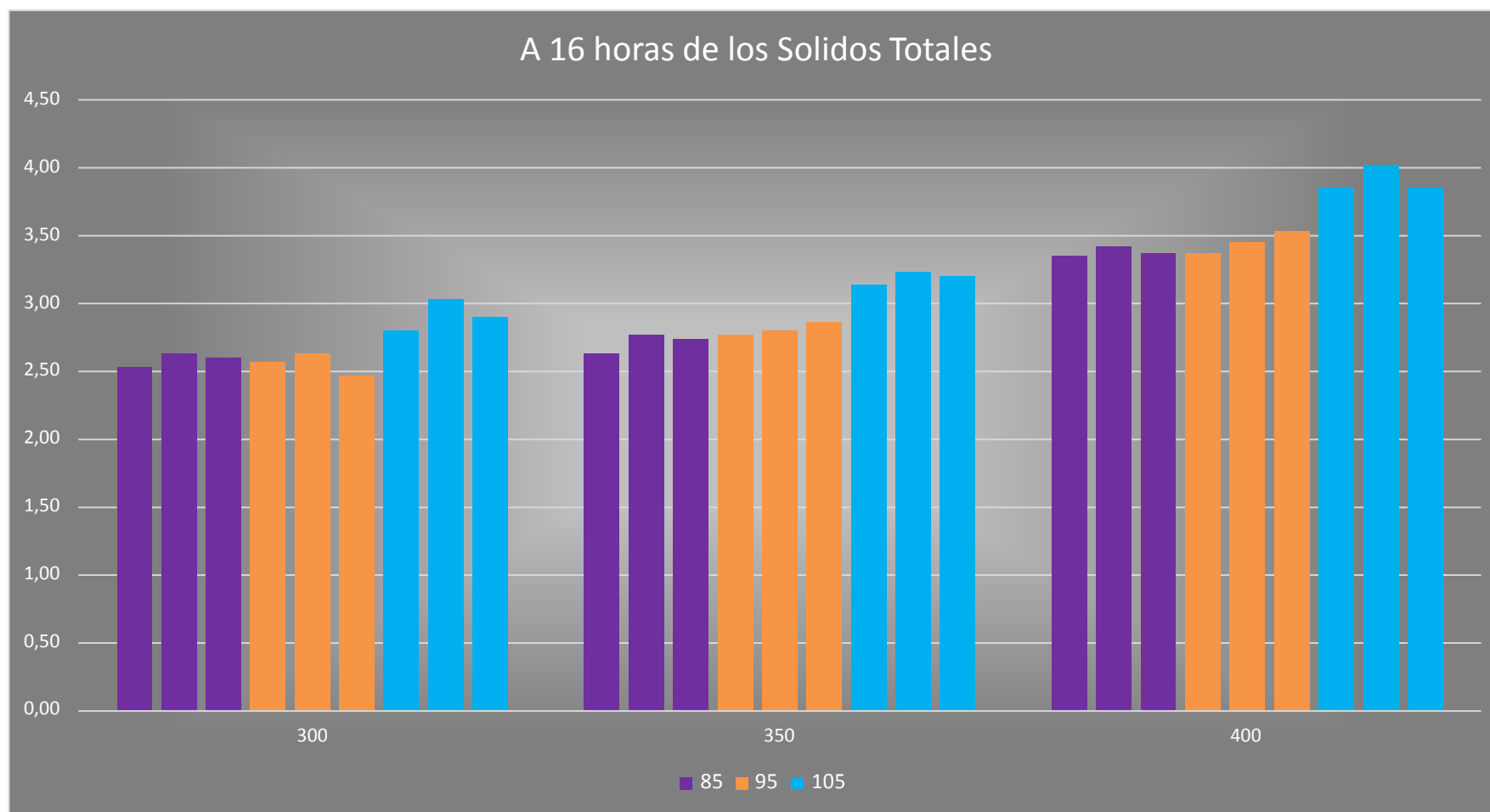


Gráfico 8: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 16 horas, a 85, 95 y 105°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 07.

Para un periodo de 20 horas, a 85°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 20

Insolubles filtrables de la muestras a 85°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C					
D-1	0,0791	0,0879	0,0088	300	2,93
D-7	0,0793	0,0884	0,0091	300	3,03
D-13	0,0794	0,0874	0,0080	300	2,67
Muestra con volumen 350 ml a 85°C					
D-2	0,0795	0,0915	0,0120	350	3,43
D-8	0,0796	0,0923	0,0127	350	3,63
D-14	0,0796	0,0918	0,0122	350	3,49
Muestra con volumen 400 ml a 85°C					
D-3	0,0795	0,0934	0,0139	400	3,48
D-9	0,0796	0,0942	0,0146	400	3,65
D-15	0,0796	0,0939	0,0143	400	3,58

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 7 se inicia el día 17 de setiembre del 2019, a las 6 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 85°C por un periodo de 20 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml.

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 21

Insolubles Adherentes de la muestras a 85°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C					
D-1	145,7581	145,7592	0,0011	300	0,37
D-7	147,1318	147,1330	0,0012	300	0,40
D-13	145,5946	145,5959	0,0013	300	0,43
Muestra con volumen 350 ml a 85°C					
D-2	147,7907	147,7922	0,0015	350	0,43
D-8	145,8393	145,8409	0,0016	350	0,46
D-14	148,5326	148,5343	0,0017	350	0,49
Muestra con volumen 400 ml a 85°C					
D-3	150,9622	150,9641	0,0019	400	0,48
D-9	145,7745	145,7765	0,0020	400	0,50
D-15	144,9168	144,9186	0,0018	400	0,45

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 18 de setiembre del 2019, a las 2 p.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 22

Insolubles Totales de la muestras a 85°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos Filtrables / 100 ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 85°C			
D-1	2,93	0,37	3,30
D-7	3,03	0,40	3,43
D-13	2,67	0,43	3,10
Muestra con volumen 350 ml a 85°C			
D-2	3,43	0,43	3,86
D-8	3,63	0,46	4,09
D-14	3,49	0,49	3,97
Muestra con volumen 400 ml a 85°C			
D-3	3,48	0,48	3,95
D-9	3,65	0,50	4,15
D-15	3,58	0,45	4,03

Nota. Elaborado por los autores.

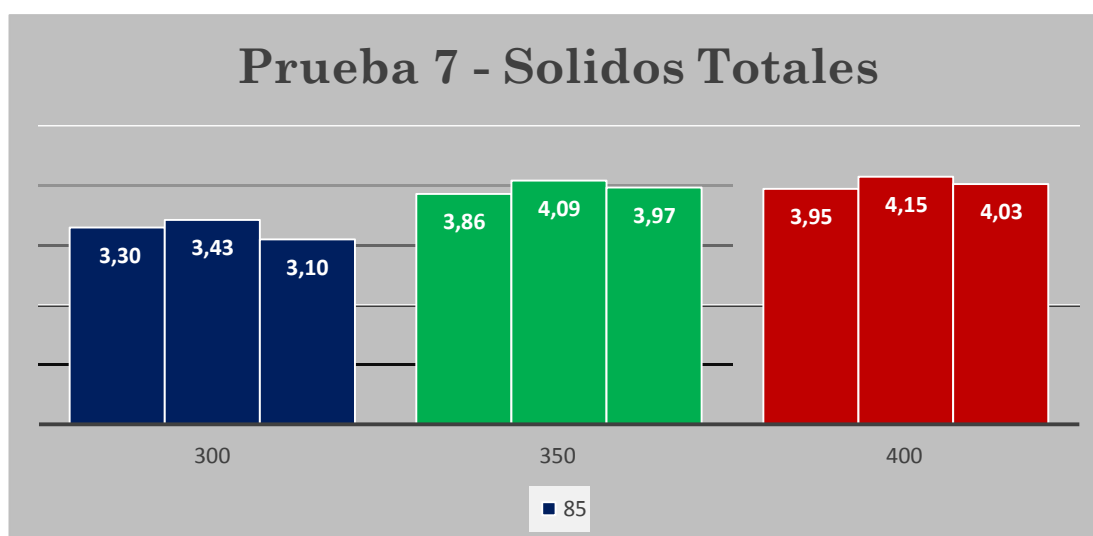


Gráfico 9: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 85°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 08.

Para un periodo de 20 horas, a 95°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 23

Insolubles filtrables de la muestras a 95°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C					
D-4	0,0791	0,0883	0,0092	300	3,07
D-10	0,0799	0,0888	0,0089	300	2,97
D-16	0,0794	0,0879	0,0085	300	2,83
Muestra con volumen 350 ml a 95°C					
D-5	0,0795	0,0919	0,0124	350	3,54
D-11	0,0801	0,0927	0,0126	350	3,60
D-17	0,0799	0,0922	0,0123	350	3,51
Muestra con volumen 400 ml a 95°C					
D-6	0,0795	0,0939	0,0144	400	3,60
D-12	0,0796	0,0947	0,0151	400	3,78
D-18	0,0796	0,0944	0,0148	400	3,70

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 8 se inicia el día 17 de setiembre del 2019, a las 6 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 95°C por un periodo de 20 horas con 3 muestras de 300ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml.

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 24

Insolubles Adherentes de la muestras a 95°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 95°C					
D-4	145,9790	145,9804	0,0014	300	0,47
D-10	147,4562	147,4578	0,0016	300	0,53
D-16	144,8752	144,8767	0,0015	300	0,50
Muestra con volumen 350 ml a 95°C					
D-5	150,6734	150,6752	0,0018	350	0,51
D-11	148,8829	148,8849	0,0020	350	0,57
D-17	145,6834	145,6853	0,0019	350	0,54
Muestra con volumen 400 ml a 95°C					
D-6	146,4367	146,4389	0,0022	400	0,55
D-12	145,7659	145,7683	0,0024	400	0,60
D-18	149,0752	149,0777	0,0025	400	0,62

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 18 de setiembre del 2019, a las 4 p.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 25

Insolubles Totales de la muestras a 95°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos	mg Solidos	mg Solidos Filtrables / 100 ml
	Filtrables / 100 ml	Adherentes / 100 ml	
Muestra con volumen 300 ml a 95°C			
D-4	3,07	0,47	3,53
D-10	2,97	0,53	3,50
D-16	2,83	0,50	3,33
Muestra con volumen 350 ml a 95°C			
D-5	3,54	0,51	4,06
D-11	3,60	0,57	4,17
D-17	3,51	0,54	4,06
Muestra con volumen 400 ml a 95°C			
D-6	3,60	0,55	4,15
D-12	3,78	0,60	4,38
D-18	3,70	0,62	4,32

Nota. Elaborado por los autores.

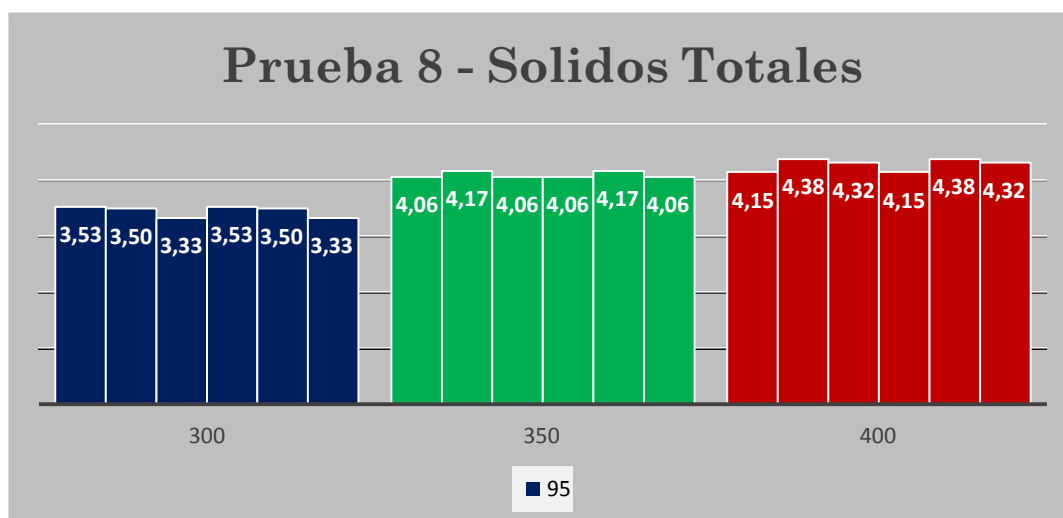


Gráfico 10: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 95°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

PRUEBA 09.

Para un periodo de 20 horas, a 105°C y con volúmenes de 300, 350 y 400ml.

A. INSOLUBLES O SOLIDOS FILTRABLES:

Tabla 26

Insolubles filtrables de la muestras a 105°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Filtro, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Filtrables	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C					
E-1	0,0791	0,0906	0,0115	300	3,83
E-4	0,0793	0,0910	0,0117	300	3,90
E-7	0,0791	0,0905	0,0114	300	3,80
Muestra con volumen 350 ml a 105°C					
E-2	0,0795	0,0932	0,0137	350	3,91
E-5	0,0793	0,0934	0,0141	350	4,03
E-8	0,0794	0,0938	0,0144	350	4,11
Muestra con volumen 400 ml a 105°C					
E-3	0,0795	0,0988	0,0193	400	4,83
E-6	0,0796	0,0990	0,0194	400	4,85
E-9	0,0798	0,0996	0,0198	400	4,95

Nota. Elaborado por los autores.

La prueba 9 se inicia el día 19 de setiembre del 2019, a las 2 p.m., el cual se somete a filtración en vacío, luego a una oxidación, en baño maría a una temperatura de 105°C por un periodo de 20 horas con 3 muestras de 300 ml, 3 muestras de 350 ml y 3 muestras de 400 ml

B. INSOLUBLES O SOLIDOS ADHERENTES:

Tabla 27

Insolubles Adherentes de la muestras a 105°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	Peso del Vaso, g	Peso total después del secado, g	Peso de los sólidos Adherentes	Volumen de muestra, ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C					
E-1	145,7659	145,7676	0,0017	300	0,57
E-4	150,6734	150,6752	0,0018	300	0,60
E-7	150,9622	150,9641	0,0019	300	0,63
Muestra con volumen 350 ml a 105°C					
E-2	147,7907	147,7931	0,0024	350	0,69
E-5	145,7581	145,7604	0,0023	350	0,66
E-8	147,4562	147,4587	0,0025	350	0,71
Muestra con volumen 400 ml a 105°C					
E-3	145,5946	145,5977	0,0031	400	0,77
E-6	145,8393	145,8423	0,0030	400	0,75
E-9	147,1318	147,1350	0,0032	400	0,80

Nota. Elaborado por los autores.

Esta etapa de la prueba se inicia el día 20 de setiembre del 2019, a las 10 a.m., el cual se somete a enjuagar con volúmenes iguales de 25 ml de Trisolvente, para disolver los sólidos adherentes, presentes por la oxidación forzada. Los cuales se depositan en un recipiente que es evaporado en la plancha de calentamiento, para después ser pesados.

C. INSOLUBLES O SOLIDOS TOTALES:

Tabla 28

Insolubles Totales de la muestras a 105°C, 20Hr y de 300, 350 y 400ml.

Muestra	mg Solidos Filtrables / 100 ml	mg Solidos Adherentes / 100 ml	mg Solidos Filtrables / 100 ml
Muestra con volumen 300 ml a 105°C			
E-1	3,83	0,57	4,40
E-4	3,90	0,60	4,50
E-7	3,80	0,63	4,43
Muestra con volumen 350 ml a 105°C			
E-2	3,91	0,69	4,60
E-5	4,03	0,66	4,69
E-8	4,11	0,71	4,83
Muestra con volumen 400 ml a 105°C			
E-3	4,83	0,77	5,60
E-6	4,85	0,75	5,60
E-9	4,95	0,80	5,75

Nota. Elaborado por los autores.

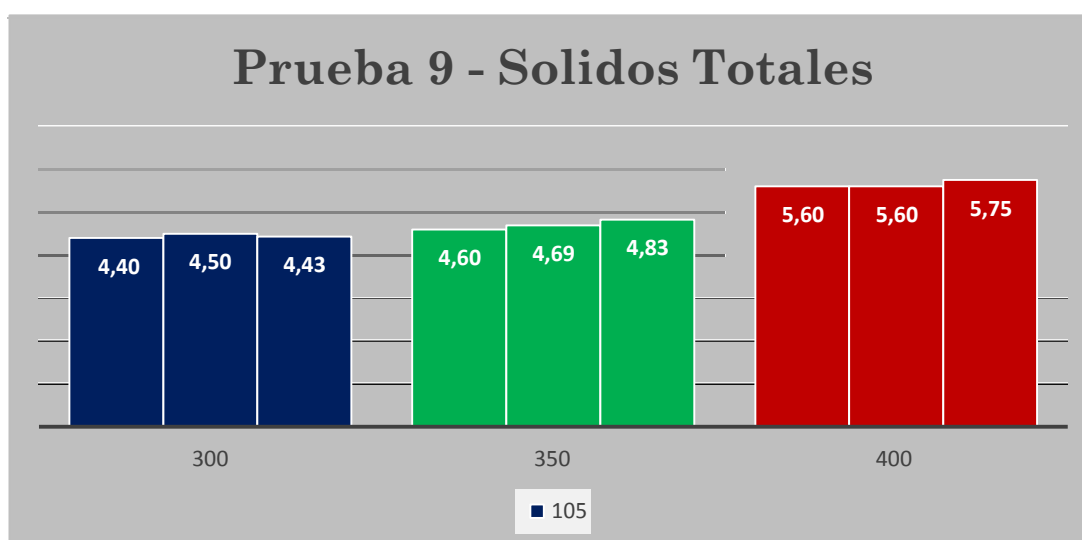


Gráfico 11: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 105°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

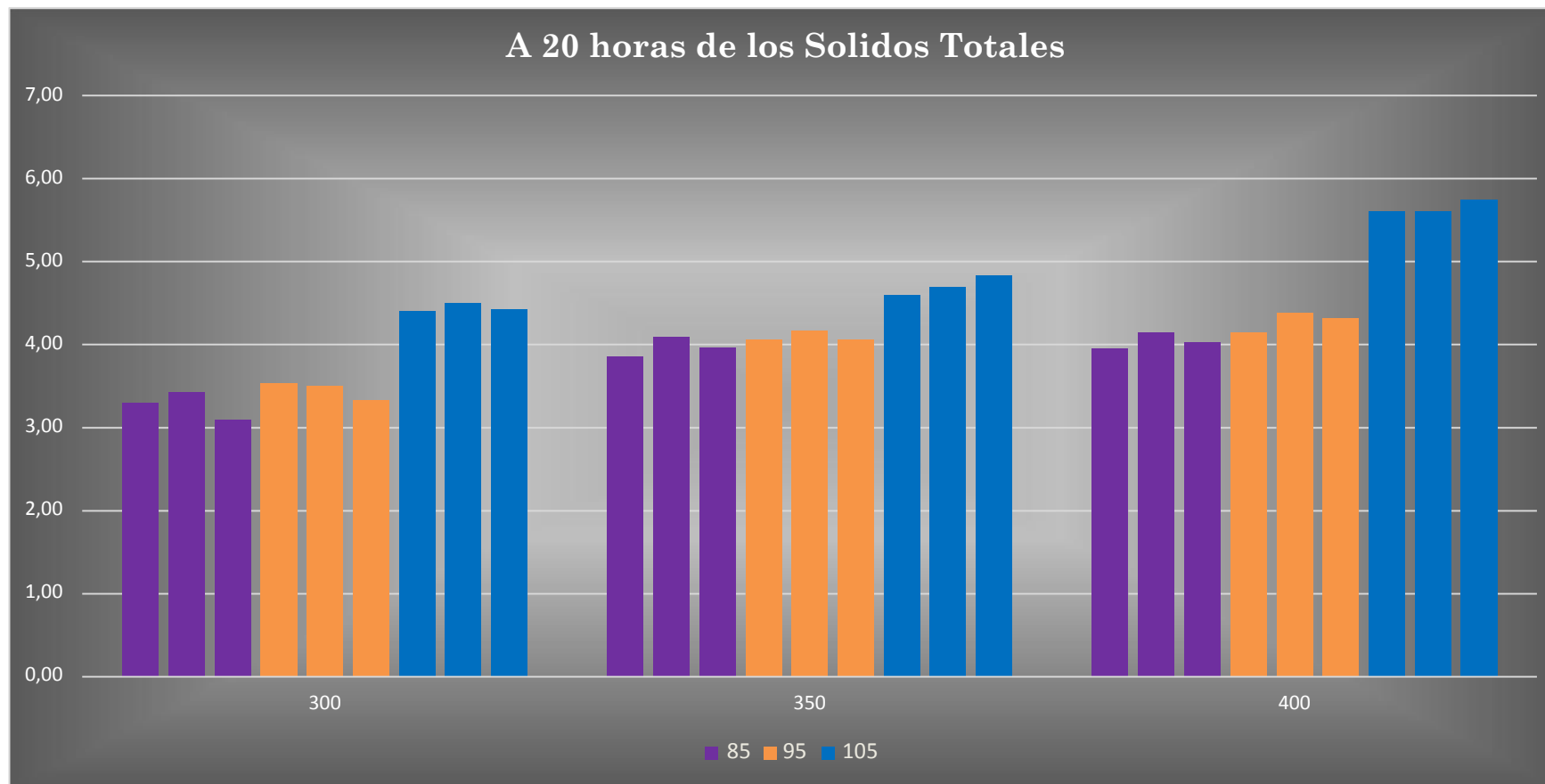


Gráfico 12: Resultados por triplicado de los sólidos totales a 20 horas, a 85, 95 y 105°C y diferentes volúmenes: 300, 350 y 400. Elaboración propia.

4.2. DISCUSIÓN

- El presente trabajo concuerda con McCormick (2005), quienes obtuvieron resultados por debajo de 5 mg/100ml de sólidos, de la misma manera en los resultados que se obtuvieron a 12 y 16 horas, y a 85 y 95°C; a excepción de los resultados de las muestras de 20 horas a 105°C, donde se llegó a alcanzar los 6 mg/100ml de sólidos.
- También, se concordó con Westbrook. (2003), en que se debe utilizar un disolvente no polar para una mejor extracción de los sólidos insolubles. El Isooctano, como en este caso se utilizó el N-Heptano.
- Pero, en lo que no se concuerda es en lo que determina Calderón, F. (2016), quien no obtuvo presencia de sólidos adherentes en sus pruebas al 100% de Diésel; a diferencia de los resultados que se obtuvieron donde se aprecia la presencia de sólidos adherentes.
- Según las gráficas 4,8 y 12 indican que a las temperaturas 85 y 95 grados los resultados en la formación de sólidos no existe una diferencia considerable, a diferencia que a mayor temperatura del requerido, los resultados varían.
- Por último, los resultados indican que mientras mayor volumen mayor formación de sólidos totales, y a mayor tiempo de oxidación de la muestra, mayor es la formación de sólidos totales, demostrando que el tiempo y el volumen de muestra tienen una relación importante en el desarrollo del método ASTM D-2274.

CAPITULO 5: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. CONCLUSIONES

- A partir de los hallazgos encontrados, se concluye que la temperatura, tiempo y volumen de muestra, influyen en la estabilidad del diésel usando el método estándar ASTM D2274.
- Se instala el equipo de oxidación, con materiales de uso común, que permite evaluar la Oxidación del Diésel DB5, en los 3 parámetros estudiados.
- Con respecto al color, se observa que existe una decoloración después de ser sometido a la oxidación, debido a la presencia de hidrocarburos parafínicos, olefínicos y aromáticos que caracterizan el color original del diésel al someterse a la oxidación estos enlaces se van rompiendo y perdiendo la nitidez del diésel.
- Se determina la cantidad de formación de gomas producidos en la oxidación del diésel a temperatura, tiempo y volumen bajo (85°C, 14 h. y 300 ml.) y la recomendada por el método (95°C, 16 h y 350 ml.), resultan valores similares, sin embargo al someterlo a una mayor temperatura, tiempo y volumen (105°C, 20 h. y 400ml.), los resultados que se obtienen son dispersos a comparación (no existe ninguna relación).
- Como aporte del presente trabajo, se determinó que se puede utilizar menor cantidad de muestra (volumen de 300 ml.), a una menor temperatura: 85°C, a un menor tiempo: 14 horas, permitiendo así un ahorro de los recursos.

5.2. RECOMENDACIONES

- Al armar el equipo de oxidación con materiales comunes, se tendrá que tener en cuenta que las uniones deben ser herméticas, para evitar cualquier fuga de aire y así mantener la aireación constante.
- El material que este en contacto con el diésel, deberá ser de vidrio y no deberá contener ningún tipo de residuo (del corcho, de tinta o entre otras cosas), que pueda aumentar el peso final del filtro.
- Mantener el nivel de agua en el baño maría por encima del nivel del líquido en la botella, para que así sea uniforme el calentamiento.
- El material de vidrio deberá ser correctamente lavado y secado, para evitar los errores en los resultados.
- Al desarrollar el método se deberá seguir todo tal como lo indica como ejemplo, usar el filtro de microfibra de vidrio ya que usualmente se usa la de celulosa.
- Se sugiere que todos los equipos se calibren de acuerdo con las instrucciones del fabricante de forma periódica para garantizar la consistencia de los resultados.
- Se recomienda evaluar la eficiencia de otros diésel en diferentes regiones del país y biodiesel con relación al método ASTM D2274.
- Se recomienda realizar estudios posteriores de los diésel de a otras temperaturas, volúmenes y tiempos para más precisión con la evaluación de los resultados.

CAPITULO 6: BIBLIOGRAFIA

6.1. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- ASTM D2274 (2003) Método de prueba estándar para la Estabilidad de la Oxidación del aceite combustible destilado (Método acelerado), West Conshohocken, PA, www.astm.org
- Bondioli P., Gasparoli A., Della Bella L., Taliabue S., Toso G., 2003. Biodiesel stability under commercial storage conditions over one year. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 105, 735-741.
- Calderon, F. (2016). Formacion de Goma en Diesel Derivado del Plastico (Plasticcombustible) DPC en mezcla con Diesel B10
- Chico J. (2005). Simulación del comportamiento de un sistema de inyección con bomba rotativa. Proyecto Fin de Carrera nº 05-10-200096, E.T.S. Ingenieros Industriales, Universidad de Castilla-La Mancha.
- Cvengros J., Paligova J., Cvengrosova Z. (2006). Properties of alkyl esters base on castor oil. *Eur. J. Lipid Sci. Technology* 108, 629-635.
- Chevron. (2007) Diesel fuel specifications and testing: current ASTM D 975 Issues. Disponible on line en: http://www.chevron.com/products/prodserv/fuels/bulletin/diesel/L2_5_3_fs.htm
- García Campillos. (2012), Estudio de la estabilidad a la oxidación y otras propiedades físicas del biodiésel, utilizando bio-oil como aditivo, Universidad de Zaragoza.
- Geller D.P., Goodrum J.W. (2004). Effects of specific fatty acid methyl esters on diesel fuel lubricity. *Fuel* 83, 2351-2356.

- Hacht and Matar. (2001), From Hydrocarbon to Petrochemical, Cap. I.
- Henein N.A., Jawad B., Gulari E. (1990). Effects of physical properties of fuels on Diesel injection. Transactions of the ASME, Journal of Engineering for Gas Turbine and Power 112, 308-316.
- Karavalakis, S. Stournas y D. Karonis. (2010), Evaluation of the oxidation stability of diesel/biodiesel blends. Fuel. **89**(9): p. 2483-2489.
- Kivevele, Mbarawa, Bereczky, T. Laza y J. Madarasz. (2011), Impact of antioxidant additives on the oxidation stability of biodiesel produced from Croton Megalocarpus oil. Fuel Processing Technology, 2011. **92**(6): p. 1244-1248.
- Klopfenstein W.E. (1985). Effect of Molecular Weights of Fatty Acid Esters on Cetane Numbers as Diesel Fuels. Journal of the American Oil Chemists' Society 62(6), 1029-1031.
- Lapuerta M., Armas O., Ballesteros R. (2002). Diesel particulate emissions from biofuels derived from Spanish vegetable oils. SAE paper 2002-01-1657.
- Masjuki H., Zaki A.M., Sapuan S.M. (1993). Methyl ester of palm oil as an alternative diesel fuel. Fuels for Automotive and Industrial Diesel Engines, 104. Institution of Mechanical Engineers.
- McCormick R.L., Alleman T.L., Ratcliff M., Moens L., Lawrence R., (2005). Survey of the Quality and Stability of Biodiesel and Biodiesel Blends in the United States in 2004. *NREL/TP-540-38836*
- Miyata, I., Takei, Y., Tsurutani, K., Okada, M., (2004). Effects of bio-fuels on vehicle performance: Degradation mechanism analysis of bio-fuels. SAE Techn. Pap. Ser. 2004-01-3031.

Norma Técnica Peruana NTP 321.003. (2001), Petróleo y Derivados, 2da Edición.

Pierre, W. (1971), El Petróleo: Refino y Tratamiento Químico, Tomo I.

Poma Karin. (2004), Evaluación de la Calidad del Diesel 2 basado en Sus Propiedades Cetánicas, Perú, p.15-30.

Programa PNUD/Banco Mundial de Asistencia para la Gestión del Sector de la Energía (Enero de 1998), Armonización de las Especificaciones de los Combustibles en América Latina y el Caribe.

Publicación Técnica Octel Núm 6. (Octubre de 1989), Combustibles, motores y medio ambiente.

Reece D.L., Peterson C.L., (1995). Biodiesel Testing in Two On-Road Pickups. *SAE paper 952757*.

Robert E. Maples. (2000), Petroleum Refinery Process Economics, 2 and Edition, p.62, 63, 64, 65, 66.

Rodríguez-Antón L.M., Casanova-Kindelan J., Tardajos G. (2000). High Pressure Physical Properties of Fluids used in diesel Injection Systems. *SAE paper 2000-01- 2046*.

Van Gerpen J.H., Hammond E.G., Johnson L.A., Marley S.J., Yu L., Lee I., Monyem A., (1996). Determining the Influence of contaminants on Biodiesel Properties.

Wauquier, J., (2005) El Refino del Petróleo, Petróleo crudo, Productos petrolíferos, esquemas de fabricación, Edit. Diaz de Santos, España.

- Waynick J.A., (2005). Characterization of biodiesel oxidation and oxidation products. *USA SouthWest Research Institute Project No. 08-10721*.
- Westbrook, S.R. and Stavinoha, L.L. (2003), 'Biodiesel and B20 Blends: Stability Test Methods And Stability Characteristics,' IASH 2003, the 8th International Conference on Stability and Handling of Liquid Fuels, Steamboat Springs, Colorado, September 14-19.
- Westbrook, S. (2005). An Evaluation and Comparison of Test Methods to Measure the Oxidation Stability of Neat Biodiesel. National Renewable Energy Laboratory -NREL- Southwest Research Institute. San Antonio -Texas-: National Renewable Energy Laboratory -NREL- Southwest Research Institute.
- Zhang Y., Van Gerpen J.H., (1996). Combustion Analysis of Esters of Soybean Oil in a Diesel Engine. *SAE paper 960765*.

6.2. ANEXOS

ANEXO 1:

EQUIPO DE OXIDACIÓN

1.- ARMADO DEL TREN DE OXIDACIÓN.

Se necesitaron para el armado del equipo de oxidación: Tubo PVC blanco (previamente cortados y limados en tamaños 8 cm., teflón (para el sellado hermético de las conexiones), conexión en T para tubo PVC, tapón de PVC, pipeta de 1 ml., equipo de suero para venoclisis, corchos, botellas de vidrio transparente.



Figura 3: Tubo PVC blanco, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 4: Conexión en T y tapón en PVC blanco, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 5: Pipetas de 1ml., material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.

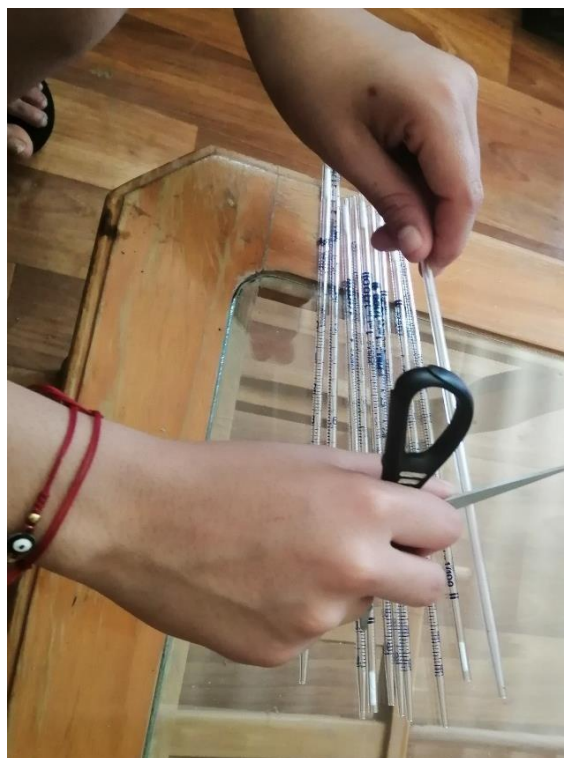


Figura 6: Pipetas de 1ml. Previamente limados para que no ocurra alteración en los resultados, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 7: Corchos, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 8: Corchos previamente taladrados para insertar las pipetas, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 9: Equipo de suero para venoclisis, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 10: Botellas de vidrio transparentes, material utilizado para elaborar el tren de oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 11: Tren de oxidación. Fuente: Los autores.

2.- ARMADO DEL BAÑO DE CALEFACCIÓN Y BOMBA DE AIREACIÓN

Se necesitaron dos baños maría para regularizar a las temperaturas de 85, 95 y 105^ac, y se colocaron dos bombas de aire por cada 9 botellas, por lo cual se usaron 18 botellas a la vez en cada experimento.



Figura 12: Baño maría N°1, material utilizado para el armado de baño de calefacción.
Fuente: Los autores.



Figura 13: Baño maría N°2, material utilizado para el armado de baño de calefacción.
Fuente: Los autores.



Figura 13: Bomba de aireación. Fuente: Los autores.



Figura 14: Instalación completa de tren de oxidación, bomba de aireación y baño de calefacción. Fuente: Los autores.

ANEXO 2:

PREACONDICIONAMIENTO DE ENVASES DE DIESEL DB5

Las botellas en las que el diésel DB5 estuvo, fueron previamente lavadas con detergente y luego con trisolvente: tres partes por igual de metano, tolueno y acetona.



Figura 15: Lavado de botellas transparentes. Fuente: Los autores.



Figura 16: Trisolvente, material para el lavado de envases transparentes. Fuente: Los autores.

ANEXO 3:

PROCEDIMIENTO DEL METODO ASTM D-2274



Figura 17: Botellas con muestras, después de la oxidación. Fuente: Los autores.



Figura 18: Filtros de 47mm y 0.8µm, para los sólidos filtrables. Fuente: Los autores.



Figura 19: Equipo de filtración al vacío, para determinar lo sólidos filtrables. Fuente: Los autores.



Figura 20: Recipientes para la determinación de los sólidos adherentes. Fuente: los autores.

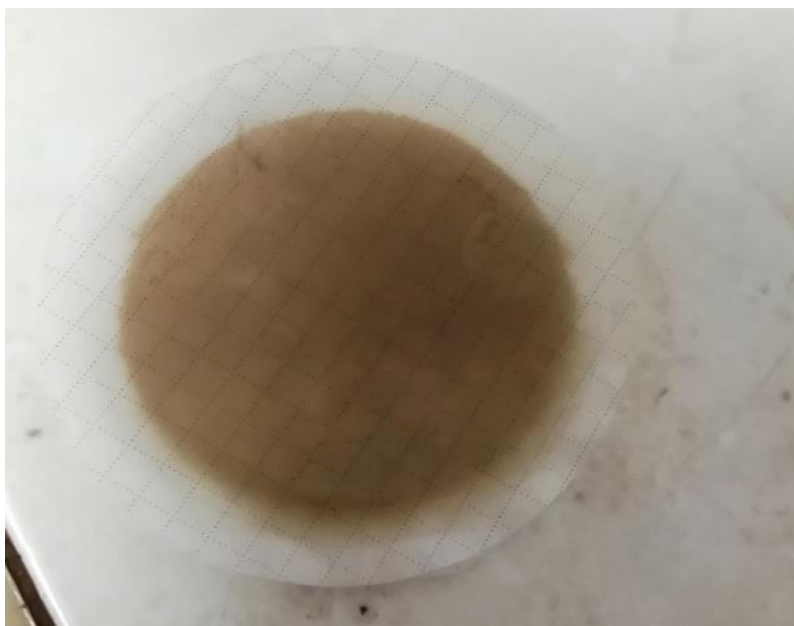


Figura 21: Filtro usado para eliminar solidos suspendidos derivado del grifo. Fuente: los autores.



Figura 22: filtración de diésel en la determinación de sólidos filtrables, enjuagado con n heptano. Fuente: los autores.



Figura 23: Filtros con los sólidos filtrables, para ser secados en la estufa y luego en el secador. Fuente: los autores.



Figura 24: Evaporación del trisolvente, para determinación de los sólidos adherentes. Fuente: los autores.



Figura 25: Pesados de los filtros, para cálculos de sólidos filtrables. Fuente: los autores.



Figura 26: Estufa, para secado de los filtros con los sólidos filtrables. Fuente: los autores.

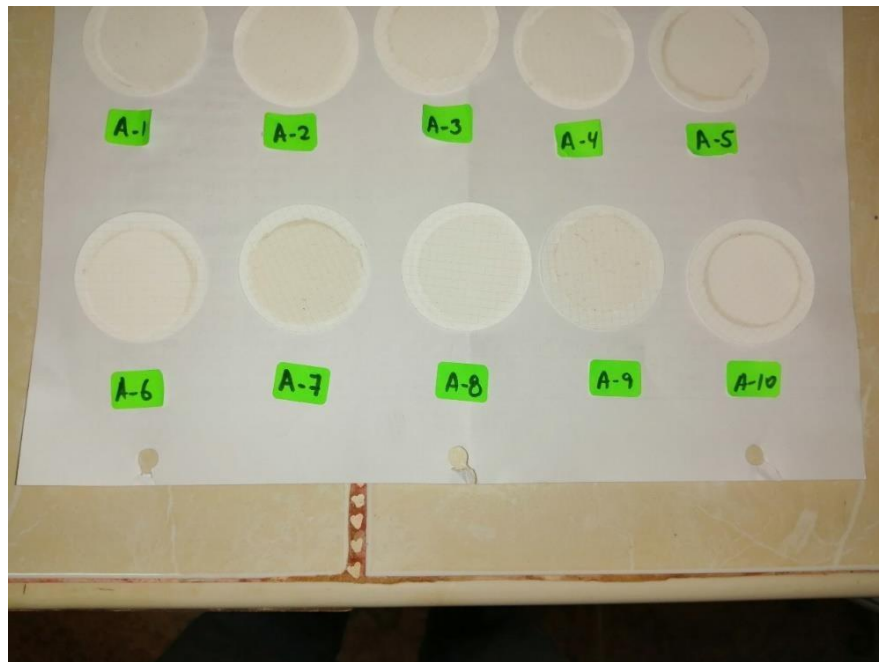


Figura 27: Filtros con sólidos filtrables. A1-A10 Fuente: los autores.

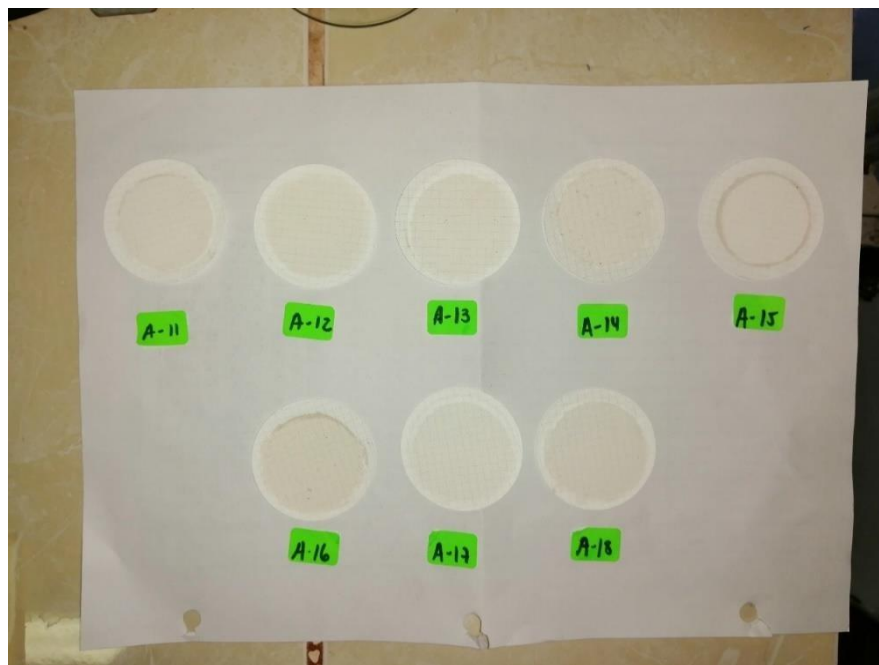


Figura 28: Filtros con sólidos filtrables. A11-A18 Fuente: los autores.



Figura 29: Filtros con sólidos filtrables. B1-B10 Fuente: los autores.



Figura 30: Filtros con sólidos filtrables. B11-B18 Fuente: los autores.



Figura 31: Filtros con sólidos filtrables. C1-C10 Fuente: los autores.



Figura 32: Filtros con sólidos filtrables. C11-C18 Fuente: los autores.



Figura 33: Filtros con sólidos filtrables. D1-D10 Fuente: los autores.

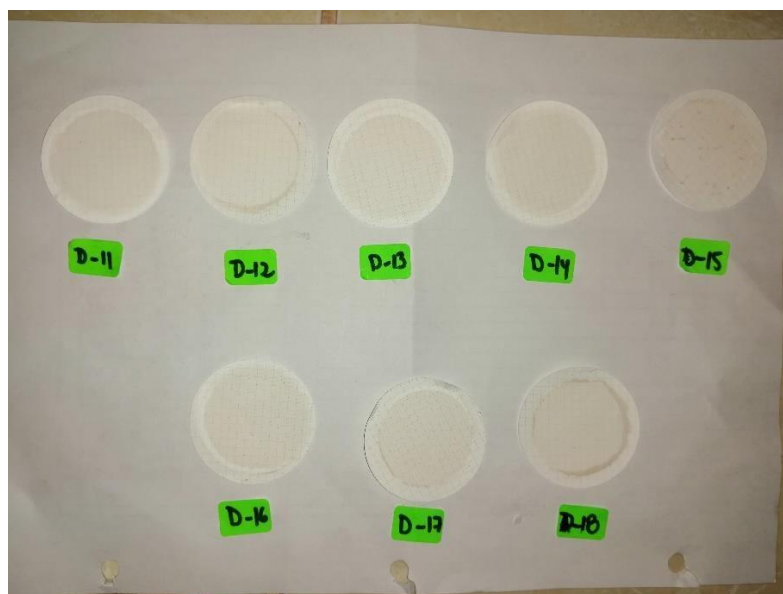


Figura 34: Filtros con sólidos filtrables. D11-D18 Fuente: los autores.



Figura 35: Filtros con sólidos filtrables. E1-E9. Fuente: los autores.

ANEXO 4:

ESPECIFICACIONES TÉCNICAS DE LA MUESTRA DIESEL DB5 TOMADA EN EL AÑO 2019, DE LA ESTACIÓN DE SERVICIOS DE PETROPERU

Petróleos del Perú - PETROPERÚ S.A.



ESPECIFICACIONES TÉCNICAS PETROPERÚ

CLASE DE PRODUCTO		CÓMBUSTIBLE		Fecha efectiva:	
TIPO DE PRODUCTO		DESTILADO MEDIO ULTRA BAJO AZUFRE + 5% BIODIESEL B100		Reemplaza edición de:	
NOMBRE DE PRODUCTO		DIESEL B5 S-50		Enero 2014	
ENSAYOS	ESPECIFICACIONES (a)		MÉTODO		
	MIN.	MAX.	ASTM	OTROS	
APARIENCIA	Clara y brillante, libre de agua y partículas en suspensión				Visual
Color ASTM (b)	3.0		D1500, D6045		Visual
VOLATILIDAD					
Gravedad API a 60 °F	Reportar		D1298, D4052		
Destilación, °C (a 760 mmHg)			D86, D2887, D7344, D7345		ISO 3405
Punto inicial de ebullición	Reportar				
5 %V recuperado	Reportar				
10 %V recuperado	Reportar				
20 %V recuperado	Reportar				
50 %V recuperado	Reportar				
90 %V recuperado	282	360			
95 %V recuperado	Reportar				
Punto final de ebullición	Reportar				
Punto de inflamación, °C	52		D93, D3828, D7094		ISO 2719
FLUIDEZ					
Viscosidad cinemática a 40°C, cSt (c)	1.9	4.1	D-445		ISO 3104
Punto de escurrimiento, °C (d)		+4	D97, D5949, D5950		ISO 3016
COMBUSTION					
Número de cetano (e)	45		D613		ISO 5165
Índice de cetano (f)	40		D4737, D976		ISO 4264
COMPOSICIÓN					
Cenizas, % masa		0.01	D482		ISO 6245
Residuo de carbón, 10% residuo destilación, %masa		0.35	D4530, D189, D524		ISO 6615
Azufre total, mg/Kg		50	D5453, D2622, D7039, D7220		ISO 20846, ISO 14596
CORROSIVIDAD					
Corrosión lámina de cobre, 3h, 50°C, N°		3	D130		ISO 2160
CONTAMINANTES					
Agua y Sedimentos, %V		0.05	D2709		
ESTABILIDAD A LA OXIDACIÓN					
Estabilidad a la oxidación, mg/100mL	Reportar		D2274, D7545		
LUBRICIDAD					
Lubricidad, diámetro rasgado de uso corregido, HFRR a 60°C, micras		520	D6079, D7688		ISO 12156-1
REQUERIMIENTOS DE OPERATIVIDAD					
Punto de Obstrucción del Filtro, Flujo en Frío, (CFPP ó POFF), °C		-8	D6371		UNE-EN-116
CONDUCTIVIDAD					
Conductividad, pS/m	25		D2624, D4306		
BIODIESEL 100 (B100)					
Contenido, % Vol.		5	D7371		UNE EN 14078
OBSERVACIONES:					
(a) De conformidad con el D.S. N° 092-2009-EM y su Fe de Erratas.					
(b) Se aplicará colorante verde en las Plantas de Ventas, según decisión de la Gerencia Comercial.					
(c) La viscosidad cinemática a 40°C puede ser 1.7 cSt., si el Punto de Nube especificado es menor a -12°C para los meses fríos.					
(d) Cuando el cliente lo requiera, se determinará el Punto de Nube por el método ASTM D-2500.					
(e) De no contar con el equipo del método ASTM D-613 (Número de Cetano), se calculará el Índice de Cetano con el método ASTM D-4737.					
(f) El método ASTM D-976, se usará únicamente para combustibles Diesel de rango de N° Cetano entre 56.5 a 60.0.					

ANEXO 5:

CONSTANCIA DE DESARROLLO DE PARTE EXPERIMENTAL POR IQS



Parque 56-19 Talara
Teléfono: 73-381660
Cel. : 968238015
iqs@iqs-sac.com

CONSTANCIA DE DESARROLLO DE PARTE EXPERIMENTAL DE TESIS


Ing. Segundo Neira Falla, Gerente General de la Empresa “**INGENIERIA QUIMICA Y SERVICIOS S.A.C**” identificada con N° de RUC 2084297186 y domiciliada en el parque 56-19 Talara Pariñas Piura.

HACE CONSTAR QUE:

El Sr. **Antonio Alonso Rendón Izquierdo**, identificado con DNI N° **73441152** y la Srta. **Kery Stephanye Moreno Llaja**, identificada con DNI N° **75140756** Bachilleres en la ESPECIALIDAD DE INGENIERIA QUIMICA de la “**UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO**”, hicieron uso de nuestras instalaciones y equipos de laboratorio para uso personal, desde el día viernes 13 de Setiembre del 2019 hasta el día sábado 21 de setiembre del 2019 de forma permanente e ininterrumpida.

Se expide la presente, a solicitud de los interesados para los fines que estimen conveniente.

Talara 23 setiembre del 2019.

Ingenieria Quimica y Servicios S.A.C.

Ing. Segundo Neira Falla
GERENTE GENERAL
C.I.P. N° 76248