

MINISTERIO DE MINAS Y ENERGIA

EVALUACION EXPERIMENTAL DE CRUDOS
EN EQUIPO PILOTO

1970

246

T E S I S

EVALUACION EXPERIMENTAL
DE CRUDOS
EN EQUIPO PILOTO

1382

ECOPETROL
BIBLIOTECA

No. de Ing. _____
Signatura _____
Topografía _____

MINISTERIO DE MINAS Y ENERGÍA
BIBLIOTECA

Ingreso _____

Comprado a _____

Dado por _____

Precio _____ Registrado _____

*Ejemplar
no. 2*

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
- FACULTAD DE INGENIERIA -
DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA

EVALUACION EXPERIMENTAL DEL PETROLEO
CRUDO EN EQUIPO PILOTO

TRABAJO DE TESIS PRESENTADO POR :

GASPAR CASTRO G. ✓

JAIME CORDOBA R. ✓

Como uno de los requisitos básicos para optar el título de
INGENIERO QUIMICO

Presidente de Tesis : DR. GILBERTO SALCEDO

Coordinador y

Director de Trabajo : DR. GUILLERMO GUTIERREZ
(Jefe de Laboratorio de Refinería)

Bogotá, D.E. Septiembre 1970



A MIS PADRES

J. C. R.



A MI MADRE

G. C. G.

P R O L O G O

Los objetivos más importantes de este trabajo fueron los siguientes :

- a. Instalación de un equipo para ensayo de crudos, del tipo "SARNIA MK-II" de destilación combinada, con el fin de sustituir la unidad existente en el Laboratorio del Complejo Industrial de Barranca, que tiene una capacidad muy pequeña.
- b. Puesta en operación de los equipos, incluida obviamente la calibración de los aparatos y la realización de una corrida de ensayo para la cual se empleó crudo "HCT".
- c. Establecimiento de un procedimiento normalizado para la operación de los equipos y para los ensayos sobre cualquier tipo de petróleo crudo.

Con el propósito de cubrir la generalidad de los aspectos que tienen relación con la evaluación de un crudo, se consideró que el trabajo no debería limitarse a exponer los resultados obtenidos en las pruebas, sino que era importante mostrar la significación de las mismas con base en los alcances que ellas tienen, dependiendo de la utilización que ordinariamente se les da a las distintas fracciones resultantes de los procesos de refinería.

A causa de lo anterior, el trabajo incluye una descripción de los procesos existentes en el Complejo Industrial de Barranca; de los productos, tanto de uso final como intermedios que allí se manejan; y de las exigencias de calidad, cuando se emplean como materias primas de ciertas unidades de proceso, o se destinan al mercado como productos de uso final. En esta forma, el lector podrá formarse un juicio claro de la importancia de la evaluación de un crudo, en el sentido amplio de su significado, es decir, conduciéndola desde su material de partida (el petróleo crudo) y llevándola hasta los productos de consumo final, en conexión con sus aplicaciones específicas.

Además, el trabajo contiene una descripción detallada de los equipos empleados en la evaluación de crudos, de la forma de operarlos y de la interpretación de los resultados obtenidos.

En esta forma, los autores del trabajo en consideración, creen haber cubierto los aspectos más importantes de la evaluación de un aceite crudo y esperan haber cumplido a cabalidad con los objetivos buscados.

Los autores dejan constancia de que ni la Universidad Nacional, ni el Jurado Calificador, ni el Presidente de Tesis, son responsables de los conceptos aquí emitidos.

AGRADECIMIENTOS

Expresamos los más sinceros agradecimientos al señor Presidente de la Empresa Colombiana de Petróleos, Dr. Mario Galán Gómez, al Vicepresidente Administrativo, Dr. Mario Delgado E., al Director de Manufactura, Ing. Ernesto Zapata H., y a los Ingenieros Angel M. Días y Pedro Alonso Acevedo, por haber permitido la realización del presente trabajo.

A nuestro Director y Presidente de Tesis : Dr. Gilberto Salcedo, queremos hacerle llegar nuestra más profunda gratitud, por haber sido el promotor del presente estudio y por la valiosa colaboración prestada en las diversas situaciones que requerimos de su dirección y asistencia técnica.

Estamos en deuda con el Ing. Antonio Vélez, por su cooperación sin reserva. También con los Ingenieros Guillermo Gutiérrez, Marco T. Restrepo, Julio de la Roche, Ramiro Molina y Carlos Serrano que nos auxiliaron durante nuestra estadía en Barranca.

No podríamos dejar de mencionar a los señores Jaime Rodríguez, Juan Padilla, Vicente Peña... y muchas otras personas pertenecientes a la Empresa Colombiana de Petróleos, que pusieron su granito de arena en la actual realización. A todos ellos muchas gracias.

C O N T E N I D O

PROLOGO VII

INTRODUCCION 1

PRIMERA PARTE (TEORICA)

CAPITULO 1. REFINACION DE PETROLEO 5

1.1. Métodos de Refinación 6

CAPITULO 2. PRODUCTOS DEL PETROLEO 12

2.1. Productos Gaseosos 13

2.2. Naftas 13

2.2.1. Gasolina para automotores 14

2.2.2. Gasolina para automotores de aviación 16

2.2.3. Solventes 16

2.3. Queroseno 17

2.3.1. Aceites de alumbrado 18

2.3.2. Aceites combustibles para tractor- Tractosina 20

2.3.3. Combustibles para motores de turbinas de aviación "Turbosinas" 20

2.4. Combustibles diesel o ACPM 21

2.5. Gasóleos 22

2.6. Combustóleos 23

2.7. Lubricantes 25

2.7.1. Aceites Lubricantes 26

2.7.2. Grasas Lubricantes 31

2.8. Parafinas 33

2.9. Asfaltos 35

2.10. Residuos Combustibles 37

**CAPITULO 3. PRINCIPALES PROPIEDADES DEL PETROLEO
Y SUS PRODUCTOS 38**

3.1.	Propiedades de volatilidad	39
3.1.1.	Presión de vapor	39
3.1.2.	Puntos de inflamación y de encendido	41
3.1.3.	Puntos de ebullición y rango de ebullición	41
3.1.4.	Punto de ebullición promedio	44
3.2.	Propiedades de combustión	46
3.2.1.	Calor de combustión	47
3.2.2.	Fenómenos de detonación	49
	A. Número de octano	53
	B. Número de comportamiento	56
	C. Sustancias antidetonantes	59
	D. Número de cetano	61
	E. Índice diesel	62
3.2.3.	Poder de iluminación por combustión	64
	A. Número luminométrico	65
	B. Punto de humo	66
3.3.	Propiedades gravimétricas	67
3.4.	Propiedades de flujo y consistencia	69
3.4.1.	Viscosidad	69
3.4.2.	Consistencia	75
3.5.	Propiedades de solidificación y consistencia	76
3.5.1.	Propiedades de solidificación	76
	A. Punto de Congelación	76
	B. Puntos de nube y de fluidez	79
	C. Punto de goteo	80
	D. Puntos de fusión de las ceras o parafinas del Petróleo	80
	E. Punto de ablandamiento	81
3.5.2.	Propiedades de resistencia	82
3.6.	Propiedades térmicas	83
3.6.1.	Capacidad calorífica y entalpía	83
3.6.2.	Calor latente	85
3.6.3.	Conductividad térmica	86
3.6.4.	Relaciones Presión-Volumen-Temperatura para hidrocarburos gaseosos	86
3.6.5.	Compresión y expansión adiabáticas	87
3.6.6.	Propiedades críticas	87
3.7.	Indices de correlación	88
3.7.1.	Factor de caracterización	89

3.7.2.	Constante de viscosidad gravedad	89
3.8.	Propiedades ópticas	90
3.8.1.	Color	90
3.8.2.	Indice de Refracción y dispersión refractaria	91
	A. Índice de refracción	91
	B. Dispersión refractiva	93
	C. Dispersión específica	93
3.9.	Estabilidad a la oxidación	93
3.9.1.	Estabilidad a la oxidación de las gasolinas	94
3.9.2.	Estabilidad a la oxidación de los aceites lubricantes	96
3.9.3.	Estabilidad a la oxidación de las grasas	98
3.10.	Corrosión	98
3.10.1.	Contenido de azufre	99
3.10.2.	Contenido de sulfuros corrosivos	100
3.10.3.	Acidez y alcalinidad	100
3.11.	Influencia de la composición sobre las propiedades	102
3.11.1.	Depósitos y contaminantes	103
3.11.2.	Tipo de hidrocarburos	105
3.11.3.	Punto de anilina	106
3.11.4.	Detergencia de los aceites para motor	107
3.11.5.	Indice de saponificación de las grasas	108
 CAPITULO 4. <u>PRUEBAS DE LABORATORIO</u>		 109
4.1.	Ensayos de volatilidad	110
4.1.1.	Presión de vapor	110
4.1.2.	Puntos de inflamación y encendido	111
4.1.3.	Explosividad	113
4.1.4.	Destilación	113
	A. Destilación Hempell	114
	B. Destilación ASTM	114
	C. Evaporación ASTM	115
	D. Destilación TBP	115
4.2.	Ensayos de combustión	116
4.2.1.	Calor de combustión	117
4.2.2.	Calidad antidetonante de las gasolinas automotor	117
4.2.3.	Calidad antidetonante de las gasolinas de aviación	119
4.2.4.	Susceptibilidad al tetraetilo de plomo	122
4.2.5.	Dosificación de combustibles de referencia	122
4.2.6.	Calidad de encendido del ACPM	123

4.2.7.	Calidad de combustión del queroseno
	A. Pruebas de lámpara
	B. Número luminométrico
	C. Punto de humo
4.3.	Ensayos de gravedad
4.4.	Ensayos de viscosidad y consistencia
4.4.1.	Viscosidad
4.4.2.	Consistencia
4.5.	Ensayos de solidificación y resistencia
4.5.1.	Ensayos de solidificación
	A. Punto de congelación
	B. Punto de nube y de fluidez
	C. Punto de goteo
	D. Puntos de fusión de ceras
	E. Punto de ablandamiento
4.5.2.	Ensayos de resistencia
	A. Ductibilidad
	B. Ensayos de máquina y pruebas de golpe
4.6.	Ensayos de color y refracción
4.6.1.	Color
4.6.2.	Índice de refracción y dispersión refractiva
4.7.	Ensayos de estabilidad a la oxidación
4.7.1.	Estabilidad de las gasolinas
4.7.2.	Estabilidad de los aceites lubricantes
4.7.3.	Estabilidad de las grasas lubricantes
4.8.	Ensayos de corrosión
4.8.1.	Contenido de azufre total
4.8.2.	Contenido de sulfuros de hidrógeno y mercaptanos
4.8.3.	Azufre corrosivo
4.8.4.	Protección contra la corrosión
4.8.5.	Acidez y alcalinidad
4.9.	Ensayos varios para características de naturaleza química o física
4.9.1.	Depósitos y contaminantes
4.9.2.	Análisis de hidrocarburos
	A. Análisis de hidrocarburos en fracciones livianas
	B. Análisis de grupos de hidrocarburos en los productos líquidos del petróleo
4.9.3.	Punto de anilina
4.9.4.	Detergencia de los aceites para motor
4.9.5.	Valor de saponificación

5.2.1.	Alambique y separador de arrastre	186
5.2.2.	Sección de condensación y recolección de producto	187
5.2.3.	Línea de vacío	188
5.3.	Accesorios de vidrio	189
5.3.1.	Adaptador de vacío	189
5.3.2.	Barómetro de control	189
5.3.3.	Burbujeador de nitrógeno	190
5.3.4.	Manómetro de vacío	190
5.3.5.	Manómetro de vacío "McLeod"	190
5.3.6.	Tensímetro Modelo "D"	191
5.4.	Instrumentos eléctricos	193
5.4.1.	Registrador controlador de presión	193
5.4.2.	Medidor registrador de temperatura	197
5.4.3.	Controlador diferencial de temperatura	198
5.4.4.	Controlador de velocidad de vapores "Boil-up"	200
5.4.5.	Controlador de reflujo	203
5.4.6.	Otros instrumentos	203
	A. Controlador de calentamiento inicial	204
	B. Amperímetros	204
	C. Autotransformadores	204
5.5.	Suministro de vacío	204
5.5.1.	Bomba mecánica de vacío	205
5.5.2.	Bomba de difusión	207
5.6.	Suministro de refrigeración	211
5.6.1.	Bombas centrífugas de circulación	211
	A. Modelo D-6 de baja presión	212
	B. Modelo D-11 para servicio pesado	212
5.7.	Servicios	213
5.7.1.	Consumo de potencia	214
5.7.2.	Servicio de agua de refrigeración	215
 CAPITULO 6. <u>DESCRIPCION DEL MONTAJE</u>		216
6.1.	Requisito de espacio	217
6.2.	Estructura	217
6.2.1.	Consola	218
6.3.	Montaje del fraccionador	219
6.3.1.	Empaquetamiento de la columna	220
6.3.2.	Montaje de las partes	221
6.4.	Montaje del destilador de alto vacío	222
6.4.1.	Montaje de las partes	223

ceites de alumbrado, y que se consumen en lámparas (lampoil); combustibles para aplicaciones de calentamiento, como son los aceites de calefacción utilizados en estufas de cocina; combustibles para motores de turbina de aviación o turbosinas (Jet fuels); aceites combustibles para ciertos tipos de tractor que usan ignición por chispa en motores de combustión interna o Tractorinas (Tractor Oil); y, para muchos usos misceláneos como solventes y preparaciones farmacéuticas.

El queroseno es producido a partir de destilados de petróleo que hierven en el rango aproximado de 350-525 °F. (Ver Tabla 11.2). Se compone principalmente de hidrocarburos que contienen de 11 a 15 átomos de carbono por molécula; investigaciones recientes han demostrado que las ciclo-parafinas aromáticas, incluyendo los tetra-hidronaftalenos, son los constituyentes de la fracción queroseno y que las di-ciclo-parafinas que constituyen una parte mínima de la fracción gasolina existen en cantidades apreciables en el queroseno, como también los aromáticos di-nucleares.

El queroseno tiene solamente un propósito: el de quemar bajo condiciones precisamente definidas, pues todas sus propiedades son de significación solamente en la manera que influyen en la combustión, ya sea en iluminación, calentamiento o, como carburante; de modo que el valor de un queroseno depende directamente de su comportamiento en las pruebas de combustión en lámpara, luminosidad y punto de humo que son las propiedades características más importantes para juzgar la calidad de estos combustibles; otras condiciones para apreciar la calidad de un buen queroseno son: el rango de ebullición, la inflamación, la termoviscosidad y estabilidad del color.

2.3.1. ACEITES DE ALUMBRADO

Aquellos productos del petróleo que se queman mediante quemadores de pabilo para producir luz o alumbrado, se les alude como aceites de iluminación o iluminantes. Se fabrican mediante una cuidadosa selección de materias primas y experto refinamiento para proporcionar productos de alta calidad de combustión o quema, juzgados por requisitos exactamente especificados.

En realidad, es el queroseno el aceite de iluminación más importante, de modo que para que este sea utilizado como tal, es necesario que queme adecuadamente, con llama continua por largos períodos, sin atención, puesto que esta es la propiedad fundamentalmente requerida, y con tal objeto se le refina.

La refinación se realiza por extracción con solventes que eliminan los naftenos y aromáticos; el contenido de aromáticos en un queroseno para iluminación, es indeseable, puesto que cuando se consume en las lámparas de pabilo se produce humo y tienen poca iluminosidad; por otra parte, el contenido de azufre debe mantenerse lo más bajo posible para evitar costras en la mecha.

Los aceites de alumbrado y tipos de iluminantes representados por el queroseno, se conocen como aceites de alumbrado de larga duración (Long-Time Burning Oil), queroseno para faros o aceites para señales y aceite de foca mineral, los cuales se utilizan según indican sus nombres, en el alumbrado doméstico, para señales en la marina y trenes de pasajeros y en las lámparas de iluminación de vías férreas. Estos aceites se consumen en lámparas que tienen mechas relativamente anchas y planas, y chimeneas más o menos grandes.

En aceite de alumbrado de larga duración es el iluminante de más alta calidad y se quema en lámparas de semáforo de ferrocarril, los cuales tienen una mecha y un pabilo pequeño. En una prueba de combustión debe quemarse satisfactoriamente durante 5 a 6 días sin atención.

El aceite de foca mineral 150° es un aceite de buena calidad y se quema en lámparas que son similares a aquellas clasificadas como lámparas de coche de ferrocarril cuyos quemadores tienen dos mechas planas en una chimenea. El aceite debe quemarse satisfactoriamente en la prueba de lámpara por lo menos por 20 horas.

Los aceites de señales para vías férreas están constituidos por aceite de foca mineral 150 y manteca de cerdo o aceite de esperma, y se consumen en linternas de mano que usan los brequeros del tren para señalar. El aceite debe consumirse en una prueba de lámpara, con una llama continua y constante que no pueda

apagarse por el necesario vaivén de la linterna cuando el brequero está haciendo señales.

Las características necesarias para un aceite de alumbrado, obviamente, son una buena calidad de quema obtenida en un ensayo de combustión en lámpara, libre de azufre, sulfuros, y adecuadamente refinado.

2.3.2. ACEITES COMBUSTIBLES PARA TRACTOR - TRACTOSINAS

Los combustibles utilizados en los motores de explosión de ciertos tipos de tractor, de los cuales es típico el queroseno que hierve en el rango 302-500 °F, son relativamente poco volátiles de modo que presentan frecuentemente dificultades de arranque, alta dilución del aceite del cárter, carburación y distribución pobres, combustión incompleta y humo; sin embargo, para que un queroseno sea utilizado como tal debe tener un número de octano alto; por estos motivos es comúnmente empleado el aceite de vaporización "TVO".

El aceite de vaporización de tractor "TVO" (Tractor Vaporizing Oil) es un tipo de queroseno aromático, y aunque su volatilidad, mucho más baja que la de la gasolina motor, es lo suficiente para facilitar completa vaporización en el precalentador del motor. El alto contenido aromático es indispensable para combatir el efecto de su baja volatilidad sobre el número de octano; estos aromáticos son normalmente los obtenidos durante la extracción del solvente del queroseno en la producción de los aceites de alumbrado.

2.3.3. COMBUSTIBLES PARA MOTORES DE TURBINA DE AVIACION - "TURBOSINAS"

Los combustibles para motores a chorro de aviación (Jet fuels) abarcan productos de bajo punto de ebullición que hierven entre 115-597°F. e incluyen querosenos y gasolinas de amplio rango de ebullición; los querosenos fueron y aún son preferidos, pero como desafortunadamente representan una pequeña fracción del crudo, es necesario mezclarlos con gasolina para aumentar el rango de ebullición y satisfacer así la gran demanda de turbosinas.

Los problemas relacionados con estos combustibles se refieren principalmente a las condiciones de vuelo de las naves a gran altura, donde se necesitan combustibles de bajas temperaturas de ebullición, bajos puntos de congelación, no muy viscosos, no muy volátiles, poca tendencia a formar depósitos de carbón y de excelente estabilidad para evitar la formación de gomas; la volatilidad de estos combustibles presenta buena facilidad de arranque, mejor rendimiento en la combustión y menores depósitos en el motor, pero tienden a producir obstrucciones y pérdidas por evaporación, como también peligro de encendido. El orden de preferencia es : parafínico, olefínico y aromático; por consiguiente, los combustibles de craqueo son inferiores.

En el desarrollo de estos combustibles son típicos :

- JP-1 : Queroseno parafínico de estrecho corte, bien refinado.
- JP-2 : Esencialmente gasolina de aviación; sin embargo, nunca ha tenido aplicación exclusiva.
- JP-3 : Mezcla de gasolina y queroseno, con tensión de vapor 0,35 - 0,49 Kg/cm²
- JP-4 : Mezcla de gasolina y queroseno, con tensión de vapor 0,14-21 Kg./cm² y rango de ebullición 203-500 °F.
- JP-5 : Un stock parecido al queroseno de alto punto de inflamación para mezclarlo con gasolina de aviación; hierve en el rango 347-554 °F.
- JP-6 : Queroseno de amplio corte que hierve en el rango 248-554 °F.

2.4. COMBUSTIBLES DIESEL O "ACPM"

Los aceites combustibles diesel (DFO) son la fracción de petróleo usada como combustible en los motores de combustión por compresión o "Diesel", que hierve en el rango 482-707 °F, y cuyas propiedades, como son su viscosidad y rango de ebullición, son intermedias entre el queroseno y el aceite lubricante ligero; por eso, en algunos casos, se conoce el combustible diesel como un gasóleo.

Las características de los carburantes diesel en cuanto se refieren al funcionamiento del motor, son similares a las de

las gasolinas motor; así, son de importancia la combustión, volatilidad, depósitos y contaminantes, y fluidez y atomización.

La volatilidad afecta el funcionamiento de la máquina y se controla por el rango de ebullición y el punto de inflamación.

La combustión se refiere a la característica de ignición que puede originar el golpeteo por mal encendido y es medida por el número de cetano y el índice diesel, los cuales tienen importancia para juzgar la fácil puesta en marcha del motor, arranques a bajas temperaturas, bajas presiones del motor y funcionamiento suave. Se han ensayado algunos aceleradores de ignición como nitratos y nitritos de alquilo, aldehidos, cetonas, ésteres y peróxidos. Los motores diesel estacionarios operan satisfactoriamente con combustibles de valores de ignición más bajos que los no estacionarios.

Los depósitos de carbón originan funcionamiento irregular por formación de películas en los pistones y deben ser controlados por ensayos de coquización. Excesivas cantidades de azufre producen corrosión y desgaste del motor. Hasta la más pequeña cantidad de impurezas transportadas por el aire pueden contaminar el combustible debido a la rectificación precisa del pistón de la bomba de inyección.

La atomización se juzga por la viscosidad; combustibles de elevada viscosidad con rango de ebullición dan lugar a depósitos, humo y olor, mientras si estos tienen una muy baja viscosidad dan mal rendimiento por pobre lubricación o bajo poder calorífico.

El punto de fluidez tiene importancia para evitar obstrucciones en los filtros.

2.5. GASOLEOS

El nombre de gasóleos se deriva del hecho de que en un principio esos productos se fabricaron para la carburación o enriquecimiento del gas de agua.

Los gasóleos son los destilados entre el queroseno y las fracciones de lubricantes cuando un crudo de buena calidad se somete a una refinación completa. Algunas veces reciben también el nombre de combustibles destilados, junto con las gasolinas para estufa, combustibles para tractor, combustóleos para uso doméstico y aceites de absorción. También se usa como combustible diesel y combustible para calefacción mezclado con colas de destilados similares; un gasóleo que es adecuado para combustión en una máquina diesel, será también satisfactorio para cualquiera de sus otros usos.

Los gasóleos corresponden principalmente a los hidrocarburos de 15 a 25 átomos de carbono por molécula que hierven aproximadamente entre 527-752^oF. a presión atmosférica. Si en el queroseno son abundantes las cicloparafinas y aromáticos di-nucleares, en los gasóleos llegan a ser importantes las tri-ciclo-parafinas y aromáticos tri-nucleares.

El gasóleo generalmente es craqueado para producir gasolinas que suministran a los combustibles motor características altamente antidetonantes; de esta manera las excesivas existencias de destilados son aprovechadas.

Las características de un gasóleo se refieren principalmente a la corrosión y formación de gomas, además de no formar sedimentos que obstruyan los sistemas de flujo y quemar sin la formación de grandes depósitos de carbón.

2.6. COMBUSTOLEOS

Estos materiales se componen en su mayor parte del residuo de la destilación de crudos de tipo asfáltico, generalmente, y corresponden a una variedad de clases con grados de viscosidad que varían dentro del rango 227 a 6.832 SSU a 100^oF; como no es posible obtener fácilmente este rango de compuestos a partir de los productos primarios de refinería se preparan con destilados de acuerdo a los requisitos de viscosidad.

Como los residuos del petróleo crudo, que constituyen gran parte de los combustóleos, son productos de operaciones de re-

finado, tal como la destilación atmosférica en la que el residuo constituye el "Fuel Oil", contienen compuestos de azufre y asfalto en forma concentrada que le confieren características muy viscosas y algo difíciles de manipular.

Los combustóleos y gasóleos son utilizados como carga para craqueo, combustibles para propósitos en que se justifique un precio premium, por ejemplo, aceite de calefacción doméstica, combustibles para navíos (Combustóleos, Bunkers), combustibles para propósitos metalúrgicos y en general en industria e instalaciones de calefacción a gran escala o en usos donde se precisan condiciones estrechas de control.

Los combustóleos de craqueo son bastante apreciados por tener puntos de fluidez más bajos, menores viscosidades y valores caloríficos ligeramente superiores que los materiales residuales de los cuales proceden; sin embargo, algunos de estos depositan material carbonoso en los serpentines de calefacción, y por tanto para reducir la viscosidad de los combustóleos de craqueo deben emplearse materiales que tengan alto poder disolvente.

Ciertos crudos no corrientes, que tienen bajos contenidos de gasolina y queroseno y que no es conveniente utilizarlos como lubricantes a consecuencia de su elevada proporción de asfalto y compuestos de azufre, se utilizan como combustóleos.

La vaporización de los combustóleos generalmente es difícil, por tanto deben ser atomizados en quemadores especiales, si se quiere que quemen completa y eficientemente; con aceites combustibles más viscosos es necesario reducir la viscosidad antes de ser atomizados, calentando el aceite antes del quemador.

Los requisitos generales para combustóleos se refieren a que deben encontrarse en grado considerable en la mayoría de los aceites de petróleo, sin refinar, relativamente pesados, y de tal carácter que no puedan emplearse de otra forma con mayor provecho. En general todos los combustibles deben estar libres de herrumbe, arena, ácidos o materiales fibrosos que podrían averiar las boquillas de los quemadores; deben estar libres de agentes químicos, neutralizantes de la corrosión que podrían fundir las

paredes de arcilla refractaria del revestimiento de los hornos; el contenido de azufre es de considerable importancia en aplicaciones metalúrgicas; la viscosidad es útil para manejo y pulverización. En los sistemas de alimentación por gravedad es importante tener altos puntos de fluidez o solidificación para evitar la obstrucción de los tamices o filtros. Los depósitos de coque también son de importancia.

2.7. LUBRICANTES

Se designan con este término especialmente las grasas, las composiciones semisólidas y los aceites para engranajes, aún cuando algunos de los materiales son tan semejantes a los aceites líquidos como a los sólidos; por eso, es preferible referirlos como lubricantes líquidos, es decir aceites lubricantes y como grasas lubricantes.

Los aceites lubricantes son los destilados pesados obtenidos por destilación al vacío en los que la mayoría de aromáticos, compuestos de azufre y material resinoso han sido removidos, y en los cuales, para mejorar las propiedades lubricantes, ciertos aditivos como el grafito, le han sido añadidos.

Las grasas lubricantes son compuestos de estructura gelosa o fibrosa consistentes de aceites lubricantes es pesados con jabones metálicos.

Su aplicación generalmente se efectúa en las partes móviles de las máquinas y herramientas con el objeto de facilitar su funcionamiento, y evitar rozamientos excesivos y pérdidas de energía que deteriorarían las piezas en uso.

Las propiedades generales de un lubricante se refieren a la viscosidad, neutralidad, pureza y carácter refrigerante y estabilidad mecánica.

La viscosidad determina el flujo de lubricante a los puntos que ha de lubricar.

La neutralidad, por su índice de acidez, es necesaria para que el lubricante no dañe las partes metálicas de las máquinas.

La pureza se requiere para evitar que partículas sólidas que pueda contener en suspensión no obstruyen los conductos de las partes expuestas.

El carácter refrigerante se debe a que es necesario que el calor sea irradiado al exterior para así disminuir la temperatura de la máquina.

La estabilidad mecánica para que la fricción entre el lubricante y el metal sea lo más reducida posible cuando el lubricante está sometido a grandes esfuerzos en condiciones de movimiento.

2.7.1. ACEITES LUBRICANTES

Los aceites lubricantes son aquellos que se usan como tales, y se distinguen de las demás fracciones del petróleo principalmente por su alta viscosidad.

Los destilados adecuados para la producción de estos aceites son principalmente hidrocarburos que contienen de 25 a 35 o posiblemente 40 átomos de carbono por molécula; en "stock" residuales pueden existir hidrocarburos de 50 a 60 o quizás 80 átomos de carbono por molécula. La mayor proporción de hidrocarburos componentes son las ciclo-parafinas, aromáticos y componentes no hidrocarbonados, aunque esta composición varía ampliamente de acuerdo al tipo de crudo del cual se derivan. Para un aceite acabado, la composición generalmente es muy distinta respecto a la de la fracción lubricante primitiva, puesto que a esta última se le retiran las parafinas, los constituyentes no hidrocarbonados y los aromáticos polinucleares durante la refinación para dar lubricantes de características nafténicas.

Como la manufactura de los diferentes tipos de lubricantes a partir de la destilación atmosférica resulta completamen-

te imposible, por eso ciertos aceites lubricantes se fabrican a partir de productos destilados con vapor o al vacío; mientras que otros a partir de "stock" residuales, y algunos son mezclas de destilados o residuos que suministran las características requeridas.

Las características de los aceites lubricantes dependen evidentemente de las condiciones en que habrán de encontrarse y del trabajo que deberá desempeñar, pero en general los lubricantes no deben ser muy fluidos ni muy viscosos porque serían desplazados rápidamente o ejercerían un arrastre en las partes en movimiento. Los lubricantes requieren la presencia de aditivos, como molibdeno, grafito, compuestos organo-metálicos que contengan calcio, bario, fósforo o azufre para acentuar características deseables como viscosidad, detergencia, fluidez o corrosión, especialmente en las máquinas de alta velocidad, sin los cuales estos aceites no podrían resistir los altos esfuerzos y temperaturas impuestos bajo condiciones de movimiento.

Los aceites de turbina de vapor necesitan de una viscosidad moderadamente baja y una elevada estabilidad química; para un sistema de engranajes sin-fin se requieren aceites de alta viscosidad y considerable carácter de extrema presión "E. P.", pero la lubricación de un sistema de señales de ferrocarril, en clima nórdico, la seguridad de funcionamiento es la cualidad más importante y se elegirá un aceite que ante todo permanezca fluido y efectivo a las temperaturas más bajas que puedan esperarse. La estabilidad química a altas temperaturas, aún para cortos períodos de servicio, es necesaria como es el caso de aceites para motor de gasolina.

Los aceites lubricantes a menudo efectúan funciones diferentes a las de lubricación :

Uno de sus principales usos es como enfriante; el calor es desarrollado en muchos tipos de maquinaria y debe ser removido y disipado para evitar cualquier riesgo o posibilidad de peligro; así, el calor generado por el movimiento de los engranajes es removido por el aceite.

Igualmente los aceites protegen contra la corrosión sobre las partes lubricadas; estos normalmente mantienen una

película sobre la superficie, la cual previene todo contacto con el aire húmedo; por ejemplo los aceites textiles para prevenir corrosión en la aguja de los tejidos.

Los lubricantes son de muchos tipos dependiendo del uso que desempeñarán :

Los más ligeros se suelen emplear como aceites para pifiones, en corte de metales, o también como aislantes en transformadores eléctricos, en cuyo caso la lubricación no es el requisito principal.

Los lubricantes más pesados tienen su principal aplicación en máquinas de combustión interna, diesel, turbinas de gas sin pistón, turbinas de vapor, y en engranajes de todo tipo de maquinaria.

Cada tipo de aceite puede ser usado en distintos grados de viscosidad, pero la casi totalidad de las necesidades de la industria se satisfacen con un número relativamente pequeño de los mismos.

1. ACEITES PARA MOTORES Y MAQUINAS. - La propiedad más importante en estos aceites es el índice de viscosidad porque este define el uso que al lubricante puede dársele. Un aceite lubricante de alto índice de viscosidad puede utilizarse para motores de aviación y automóviles que funcionan en climas templados y árticos, y para maquinarias en instrumentos que soportan una amplia variación de temperatura; los de índice medio son apropiados para la casi totalidad de las máquinas industriales; mientras que los de índice bajo son adecuados para motores diesel y para la mayor parte de lubricación industrial.

Los aceites con base nafténica tienen bajo índice y son satisfactorios como aceites diesel y también para motores de gasolina que trabajen en servicio pesado, aunque la mayoría de los aceites diesel para trabajo pesado se elaboran agregando agentes detergentes a aceites obtenidos de crudos de base parafínica o mixta.

La diferencia entre los aceites para motores de gasolina y diesel radica principalmente en las propiedades detergentes a fin de evitar acumulación de carbón en el motor después de unas horas de funcionamiento. Cuando se usan aceites detergentes a altas temperaturas estos tienden a oxidarse formando un depósito de coque, mientras que los lubricantes parafínicos solo dejan un barniz como residuo asfáltico. Los aceites lubricantes detergentes no tienen suficiente eficiencia en la separación de los depósitos que se producen en los motores de gasolina, en cambio los diesel suprimen en gran escala la formación de coque por mantener en suspensión las sustancias carbonosas; por tanto, se requieren buenas propiedades detergentes en los aceites diesel.

Otra característica importante en los aceites lubricantes motor es la clasificación de viscosidad en grados S. A. E. en países donde se presentan cambios de estaciones; los grados menores corresponden a aceites más delgados, por eso los grados 10 W y 20 W se utilizan en invierno.

Un aceite motor para que cumpla su función debe ser suficientemente fluido, aún diluido con queroseno, durante la puesta en marcha del motor y a la temperatura de la máquina sin causar excesivo desgaste; debe lubricar, enfriar y permanecer en el motor sin alteración relativa. Un consumo excesivo de aceite puede indicar un motor gastado, un pobre ajuste del carburador o una gran velocidad.

Los agentes aditivos, como rebajadores del punto de fluidez, incrementadores del índice de viscosidad o inhibidores de oxidación, son ampliamente utilizados para mejorar las propiedades de los aceites lubricantes motor.

2. ACEITES COMPUESTOS. - El agregado de sustancias grasas, tales como grasa de cerdo, sebo, aceite de castor y esperma, hace que el aceite mineral se extienda y moje más perfectamente una superficie metálica, permitiendo además, la formación de emulsiones con el agua que se adherirán a aquella, por lo cual estas mezclas se practican con los aceites para máquinas de vapor, aceites para compresores de aire, templado de herramientas cortantes, motores marinos o recocido.

Las características más importantes de los aceites mezclados son su porcentaje de aceite graso, neutralización y emulsificación.

3. ACEITES PARA TURBINAS. - Los aceites de este tipo operan a alta velocidad y por este motivo son necesarias ciertas características como emulsificación, espuma y estabilidad extrema que se logra principalmente por una filtración prolongada a través de tierra de batán. La estabilidad es de suma importancia para aceites que han de utilizarse por largos períodos de tiempo.
4. ACEITES RESISTENTES AL FRIO. - El punto de fluidez, la viscosidad y a veces el índice de viscosidad son datos importantes para los aceites usados en los equipos de refrigeración, mecanismos hidráulicos como ametralladoras, instrumentos y cualquier máquina en clima ártico.
5. ACEITES PARA TRANSFORMADOR. - Estos y los aceites para aislamiento deben soportar grandes voltajes, por eso es importante su resistencia dieléctrica; además el número de emulsión de vapor asegura la estabilidad durante varios años de servicio.
6. ACEITES COLOREADOS. - La elaboración de alimentos, la industria textil y papelera y los preparados medicinales requieren el empleo de aceites ordinarios "Black oils", pues su olor no tiene importancia. La calidad lubricante es destruída en su mayor parte por la decoloración.
7. ACEITES CORROSIVOS. - Algunas aplicaciones dependen en parte de la corrosividad de un aceite, por lo menos a altas temperaturas; tales productos, como lubricantes de extrema presión "E. P." para engranajes en trabajos pesados y aceites para herramientas cortantes, requieren la adición de azufre, cloro o compuestos de estos elementos. Cada aplicación necesita los ensayos adecuados de corrosión y especiales de funcionamiento.

La clasificación anterior satisface casi todos los usos industriales, sin embargo otros tipos de agrupación como la de viscosidad SAE es útil para aceites lubricantes motor, o el de la Bureau of Ships, quizá mejor pero más complicado, que consiste en

una serie de números de cuatro dígitos cada una, y una detallada tabulación de las propiedades de los aceites incluidos en la misma; así, el primer dígito designa el tipo de aceite y los otros indican el valor de la viscosidad.

2.7.2. GRASAS LUBRICANTES

Las grasas lubricantes son sólidos y semisólidos hechos por espesamiento de aceites lubricantes con jabones metálicos, como son las grasas resistentes al agua, o en casos especiales espesados con arcilla u otra materia mineral. Generalmente son usados para lubricar partes difíciles en donde los lubricantes líquidos no serían adecuados o cuando existe la posibilidad de contaminación por tales compuestos.

El grado y propiedad de las grasas dependen del tipo y cantidad de jabón usado, o espesador, lo mismo que la clase de aceite en el cual se incorpore el jabón, o el espesador; la utilización de arcilla como espesador, suministra grasas de alto punto de fusión, más resistentes a altas temperaturas en lubricación de engranajes que las grasas convencionales.

Las características más importantes de una grasa son su consistencia expresada por la penetración, las propiedades de flujo como la viscosidad y punto de goteo que determinan el uso que se les dará; puesto que una grasa debe funcionar como un fluido viscoso tan pronto se ponga en servicio, llenar pistolas de surtidores, circular por tuberías o mangueras hasta los sitios de lubricación, etc.; además, la estabilidad a la oxidación y al calor, la corrosión, el punto de fusión y emulsificación son importantes, como también buena característica en el ensayo de golpe, especialmente en los lubricantes de extrema presión "E" "P".

Las grasas lubricantes pueden agruparse en diferentes tipos de acuerdo a la clase de espesador incorporados :

1. ACEITES ESPESADOS CON JABON. - Los espesadores habituales son los jabones de sodio, calcio, aluminio, y plomo, que se preparan por saponificación de un glicérido graso de origen animal o vegetal. Este grupo es útil debido a que puede producirse una gran variedad de grasas de diferentes con-

sistencias, mediante la selección de los distintos jabones metálicos, glicéridos grasos y aceites minerales.

Los jabones de sodio y calcio son los espesadores más comunes, pero los jabones de aluminio y litio también se usan cuando se requieren grasas especiales. Las grasas de calcio son adecuadas para engranajes que operan a bajas temperaturas, puesto que ellas tienen puntos de fusión alrededor de 212° F, pero se usan frecuentemente a temperaturas por encima de 122° F. Los puntos de fusión de las grasas de sodio son más altos, usualmente cerca de 320° F. y pueden usarse a temperaturas superiores a las de aplicación de las grasas cálcicas; sin embargo, son menos resistentes que aquellas a la acción del agua que no forman emulsiones, y son por lo tanto inadecuadas para el uso en sitios donde haya exceso de humedad. En la lubricación de chasis se requieren grasas blandas, con buena adhesividad y resistencia al agua; las grasas de aluminio cumplen con estos requisitos. Las grasas de litio combinan altos puntos de fusión, hasta 390° F. y poseen excelentes propiedades a bajas temperaturas, como también resistencia al agua; ellas fueron primero introducidas como lubricantes de aviación y para propósitos especiales.

2. MEZCLAS DE ACEITE MINERAL Y LUBRICANTE SOLIDO. Algunos de los lubricantes sólidos son el grafito, la mica, el talco, el azufre y el amianto fibroso. Estas grasas son inestimables para la lubricación de partes de maquinarias mal ajustadas que funcionan bajo cargas pesadas o intermitentes; en este caso se encuentran los lubricantes para aplanadoras, equipos excavadores y dispositivos de descarga de vagones.
3. MEZCLAS DE RESIDUOS, PARAFINAS, GRASAS NO COMBINADAS, ACEITE DE RESINO Y BREAS. - Este grupo se usa principalmente en la lubricación de barrenos, cables de acero, bombas de agua, dragas, cadenas y engranajes que funcionan bajo agua o expuestos a la interperie.
4. LUBRICANTES DE EXTREMA PRESION "E. P". - Hay tres bases generales para manufacturar los lubricantes de extrema presión, los que ahora se aplican casi con exclusividad

para la lubricación de diferenciales, ejes de transmisión y engranajes :

- a. Mezclas de aceites saponificables que contienen azufre químicamente combinado con un aceite lubricante apropiado, o aceites minerales a los que se les ha agregado flor de azufre.
- b. Mezclas de una base de aceite saponificable tratado con cloruro de azufre y un aceite lubricante de apropiada viscosidad, o cloro combinado directamente con fracciones seleccionadas de aceite mineral.
- c. Lubricantes que contienen jabones de plomo provenientes de ácido graso o nafténico y azufre. Estos pueden contener el azufre que ha sido agregado o bien el que naturalmente se halla presente en el aceite mineral; sin embargo, la práctica más generalizada en la manufactura de lubricantes para engranajes, es agregar un compuesto específico de azufre, tal como el disulfuro de bencilo, que no es corrosivo a la temperatura ambiente, pero sí para el cobre, alrededor de 202 °F.

La teoría en relación a los lubricantes que contienen azufre y cloruro está basada en la suposición de que sobre la superficie del cojinete o del eje, se forma una película de sulfuro de hierro o de cloruro de hierro, la que es responsable en parte de la buena lubricación; por eso, los lubricantes de extrema presión son algo corrosivos y probablemente no deben usarse en cojinetes que contienen cobre; también la alta temperatura generada en la superficie de los dientes del engranaje origina el desgaste por corrosión de las partes ásperas o sobresalientes de la superficie, de manera que la misma es aislada.

2.8. PARAFINAS

Las ceras del petróleo son materiales cristalinos obtenidos de destilados pesados de petróleos de tipo parafínico, los cuales son ricos en hidrocarburos cerosos, mediante procesos de enfriamiento y filtración por centrifugación o por desparafinación

con solventes. Cuando un crudo de este tipo es destilado, algo de cera va a quedar en los aceites lubricantes y algo detrás del residuo, y la cera deberá ser removida del aceite lubricante, o de otra manera el aceite tenderá a solidificarse por enfriamiento.

La cera que contiene gran cantidad de hidrocarburos parafínicos se conoce según el cristal, como : 1. 2. 3.

1. Destilados cerosos, los cuales son cristalizados a un alto grado y se conocen como cera parafínica que consisten esencialmente de parafinas de cadena normal y ramificada en la que las primeras son las más predominantes.
2. Cera residual o residuo ceroso, las cuales, debido al aumento del peso molecular, los cristales tienden a estar en forma de agujas y mucho más pequeños, de tamaño microscópico y que se conocen como cera microcristalina; en estas las parafinas ramificadas están en mayor proporción.
3. El petrolato o petróleo geloso, como a veces es llamado, consiste de cera microcristalina asociada con aceite, o puede ser un residuo refinado obtenido de crudos no asfálticos, por desparafinación centrífuga de los destilados pesados viscosos a vacío, o por mezcla de aceite con cera.

No hay una marcada transición de cera parafínica a microcristalina, pero el aceite asociado tiene un efecto sobre el tipo de cristal : entre más alta es la viscosidad del aceite, menos son los cristales de cera y mayor la tendencia hacia la formación de agujas ; así, la cera parafínica tiene muy poco contenido de aceite.

Las características predominantes de una cera, aparte de su punto de fusión, son el contenido de aceite, viscosidad, color y flexibilidad o plasticidad. Como todos los productos del petróleo, las ceras funden sobre un rango de temperatura; durante el calentamiento gradual se van ablandando hasta llegar a ser plásticas y luego licuar a medida que el calentamiento continúa; no se presenta por tanto, una temperatura de fusión; la solidificación de una cera fundida, sin embargo, comienza a una temperatura a la cual puede ser fácilmente definida y medida, es el punto de conge-

lación; para ceras parafínicas, el punto de congelación es de 100 °F a 155 °F, y para ceras microcristalinas desde 400 °F hasta 200 °F.

Las ceras parafínicas son materiales de color blanco, que tienden a amarillarse por oxidación, esencialmente libres de aceite, en tanto que, las ceras microcristalinas presentan diferente apariencia en colores que varían desde blanco hasta negro o pardo; la consistencia de estas últimas varía igualmente desde un sólido duro y frágil hasta un material blando y plástico, y su contenido de aceite raramente es menor del 2% y puede ser tan alto como el 10%; además, pueden contener sustancias naturales o agregados que inhiben parcialmente el desarrollo cristalino, lo cual tiende generalmente a aumentar la flexibilidad o plasticidad de la cera; en efecto, la cera parafínica puede ser adicionada a algunas ceras microcristalinas sin destruir su flexibilidad; el "vistanex" o polibuteno es un material aditivo corriente para producir plasticidad.

Las ceras de petróleo tienen muchas aplicaciones industriales para fabricar bujías, papel para envolver alimentos, cartones, adhesivos, fósforos, cosméticos, y en una extensión considerable en la industria eléctrica, esto para no mencionar sino unos pocos de la gran versatilidad de sus aplicaciones.

2.9. ASFALTOS

Los asfaltos son los productos sólidos y semisólidos obtenidos como residuo de la destilación al vacío de crudos adecuados, o también puede ser mezcla de tales residuos con el asfalto precipitado producido durante el refinado de ciertos tipos de aceites lubricantes pesados; además, se encuentra como depósito natural solo o mezclado con materia mineral.

Los asfaltos consisten enteramente de hidrocarburos solubles en disulfuro de carbono, como es el de asfalteno; pero otros constituyentes inmediatos son los aceites minerales, resinas, carbones y carbonoides los cuales se encuentran en proporciones muy variadas.

Las características de los asfaltos se refieren a la consistencia y dureza, como la viscosidad, penetración y ablandamiento, y la ductibilidad y capacidad para soportar cargas, cuando el asfalto va a ser usado en la pavimentación, o la flexibilidad si este va a ser utilizado en revestimientos, y también la solubilidad al tetracloruro de carbono porque es necesario conocer la riqueza del asfalto.

El asfalto obtenido por destilación del petróleo crudo puede ser fabricado a diferentes grados de dureza dependiendo de la cantidad de fracciones ligeras removidas durante el proceso de destilación; por tanto, puede variar en consistencia, por ejemplo, fluir bajo su propio peso durante calentamiento, o ser un sólido duro y brillante a temperatura atmosférica. Prácticamente puede producirse un asfalto satisfactorio y a partir de cualquier petróleo crudo, pero para asegurar las propiedades y rendimientos deseables, fácilmente, se realiza a partir de productos seleccionados de carácter asfáltico, lo cual implica bien la separación controlada de los constituyentes volátiles por la destilación al vacío o con vapor, o el soplado de aire para inducir reacciones de condensación y oxidación, con el fin de dar un producto gomoso que se torna brillante por enfriamiento; aunque en realidad, los asfaltos residuales se preparan por destilación instantánea continua al vacío.

La principal aplicación de los asfaltos es a la pavimentación, aunque existen otros usos como revestimiento de techados y tubería, aislamiento eléctrico, cubrimientos de alambre y papel laminado, etc. Los asfaltos para pavimentación son de diferente tipo y características de aplicación. Los primeros asfaltos se aplicaron en forma sólida, pero los asfaltos líquidos que son de más fácil aplicación a carreteras son utilizados, aunque no proporcionan una base resistente, ni superficie dura, mantienen una circulación satisfactoria para el tráfico.

Los asfaltos diluidos "Cutback" o mezclas de asfalto duro con aceites livianos, y las emulsiones de asfaltos son ampliamente usados en pavimentación, puesto que pueden aplicarse como líquidos sin calentamiento previo.

2.10. RESIDUOS COMBUSTIBLES

Las refinerías acostumbran referir como productos residuales del petróleo, aquellos subproductos de las operaciones de refinado que no alcanza un alto precio en el mercado, los cuales pueden ser utilizados, bien como combustibles, o en otras aplicaciones como la pavimentación de carreteras, recubrimiento de techos, pinturas, etc. Algunos de ellos, por ejemplo, son combustóleos, gasóleos, aceites para pulverizar, productos reducidos como destilados residuales de "Topping" y craqueo, coque, aceites recuperados emulsionados, barros de ácido sulfúrico, aceites para carretera, alquitranes, asfaltos y breas.

El combustóleo y los aceites para pulverizar deben estar libres de herrumbe, arena, ácido o materiales fibrosos que podrían averiar los quemadores y libres de agentes químicos que dañen el revestimiento refractario en los hornos.

El residuo de craqueo tiene ventajas sobre los materiales residuales primarios por sus mejores propiedades de fluidez, viscosidad y poder calorífico, pero muestran mayor depósito carbonoso.

El coque de petróleo, además de utilizarse como combustible pulverizado, tiene una vasta aplicación industrial y comercial: fabricación de electrodos de carbón, escobillas y placas para motores eléctricos, manufactura de adhesivos y grafito artificial, preparación de carburo de calcio, pinturas y pigmentos, elaboración de gas e industria cerámica. El alto poder calorífico, ausencia de sustancias que formen escoria, la pequeña cantidad de cenizas y el bajo contenido de azufre de algunos coques de petróleo lo hacen combustible apreciado en procesos metalúrgicos. Algunas propiedades medias del coque son :

Humedad aparente	0.9 - 1.1.
Estructura	Celular & granular
Color	Pardo oscuro & negro grisáceo

CAPITULO TERCERO

PRINCIPALES PROPIEDADES DEL PETROLEO Y SUS PRODUCTOS

Las propiedades físicas de la refinación son en gran parte regidas por las propiedades de los hidrocarburos, ya que estos constituyen la parte fundamental del petróleo, mientras que las operaciones químicas como el tratamiento están relacionadas a la presencia de compuestos de azufre, oxígeno y nitrógeno dependiendo de su estimación el proceso de eliminación empleado. Por tal motivo es necesario mencionar y explicar el significado de las numerosas propiedades de los hidrocarburos, los cuales poseen un valor característico para cada una de estas propiedades y las que a su vez son función directa de la estructura molecular de las sustancias componentes, pues en la práctica de refinación se trabaja más bien con mezclas en lugar de compuestos puros. Estas características son de ordinario de fácil determinación y de amplio uso en especificaciones, pero debido a la complejidad del petróleo y sus derivados, las leyes físicas y químicas que rigen el comportamiento de las mezclas de hidrocarburos no son adecuadas para la mayoría de los cálculos, y el ingeniero debe utilizar para sus diseños propiedades físicas aproximadas recurriendo a menudo a ecuaciones empíricas para determinar estas propiedades.

Debido a la numerosa cantidad de propiedades del petróleo, no se ha hecho ninguna clasificación exacta de estas propiedades, sin embargo, para este trabajo, una agrupación como la siguiente podría ser satisfactoria :

1. Propiedades de volatilidad
2. Propiedades de combustión
3. Propiedades gravimétricas
4. Propiedades de flujo y consistencia
5. Propiedades de solidificación y resistencia
6. Propiedades térmicas
7. Índices de Correlación
8. Propiedades ópticas
9. Estabilidad a la oxidación
10. Corrosión
11. Influencia de la composición sobre las propiedades

3.1. PROPIEDADES DE VOLATILIDAD

La volatilidad de un material es una medida de su tendencia a vaporizar, es decir, de cambiar del estado líquido al estado de vapor. Las expresiones usadas en la industria del petróleo para indicar la volatilidad dependen de la calidad del material y del propósito para el cual se requiere su medida; por ejemplo, la presión de vapor y los puntos de ebullición son útiles para estimar las características de funcionamiento de una gasolina y los puntos de chispa y encendido sirven para indicar la inflamabilidad en el queroseno, como también la volatilidad en combustibles más pesados.

3.1.1. PRESION DE VAPOR

La presión de vapor mide la tendencia de los materiales a formar vapor; esta tendencia en los líquidos volátiles, como la gasolina, es considerable, como puede apreciarse, la gran velocidad con que esta se evapora.

La presión de vapor puede definirse como la fuerza ejercida sobre las paredes de un recipiente cerrado por la presión que vaporiza de un líquido. Se expresa en unidades de lbs./pulg². absolutas, para gasolinas y productos similares; en lbs./pulg² manométricas para gases licuados del petróleo; y, en milímetros de mercurio o, en atmósferas.

La presión de vapor de un líquido aumenta con la temperatura y cuando iguala a la presión ambiente, el líquido hierve. En un líquido puro a una temperatura dada, la presión de vapor es aquella a la cual las fases líquida y vapor están en equilibrio, de modo que si la temperatura se mantiene constante y el vapor es comprimido, la condensación ocurrirá hasta que no se desprenda más vapor, pero, si parte del vapor se expande isotérmicamente, una completa evaporación del líquido ocurrirá.

La variación de la presión con la temperatura para un compuesto puro se expresa por la ecuación de Clausius-Clapeyron :

$$\frac{D_p}{D_t} = \frac{\Delta H_v}{T \Delta V} \quad (3.1.)$$

Donde :

- P - presión de vapor a la temperatura absoluta T.
- ΔH_v - calor latente de vaporización a la temperatura t.
- ΔV - cambio de volumen por vaporización : $V_g - V_l$, donde V_g y V_l son los volúmenes del gas y del líquido, respectivamente.

Para mezclas, la presión de vapor es también un valor definido a una temperatura dada, pero si la mezcla es parcialmente vaporizada, bajo condiciones de equilibrio, la composición del líquido cambiará dependiendo de la cantidad vaporizada y afectará la presión de vapor; en general, la presión de vapor para mezclas dependerá de la razón del volumen del líquido al volumen de vapor, como también de la temperatura, por tanto, estos factores deben ser rígidamente controlados si se desean resultados aceptables.

Si bien en los cálculos de equilibrio líquido-vapor para mezclas se usan valores de la presión de vapor de las sustancias puras, hay poca información acerca de las presiones de vapor verdaderas de las mezclas; por consiguiente, su determinación se realiza experimentalmente por la medida de una presión de vapor modificada

que se conoce como presión de vapor "Reid" (PVR), cuyo valor es inferior a la presión verdadera en el orden de 5 a 9%, a consecuencia de la evaporación de los componentes livianos del líquido durante su determinación. Se usa con frecuencia en la industria del petróleo como una medida de la volatilidad de la gasolina y otros productos cuyo punto de ebullición es tan bajo que no pueden destilarse a presión atmosférica sin serias pérdidas.

3.1.2. PUNTOS DE INFLAMACION Y DE ENCENDIDO

Los puntos de chispa o inflamación y de encendido designan respectivamente, la temperatura a la cual el vapor que se desprende de un aceite se inflamará o explotará instantáneamente en presencia de una llama; y la temperatura a la cual los vapores se desprenden de un aceite a una velocidad suficiente para mantener combustión continua cuando se pone en contacto con la llama. Por tanto, estas propiedades son de importancia técnica para las especificaciones de inflamabilidad como requisitos de seguridad y para indicar la presencia de las fracciones de hidrocarburos más livianos en las muestras, a excepción de la gasolina motor y solventes livianos, los cuales tienen puntos de inflamación por debajo de la temperatura atmosférica normal; por esto, prácticamente a todos los productos combustibles y lubricantes se les ha fijado un mínimo punto de inflamación como medida de seguridad.

3.1.3. PUNTOS DE EBULLICION Y RANGO DE EBULLICION

El punto de ebullición de una sustancia pura es la temperatura a la cual su presión de vapor iguala a la presión ambiente, pero, para presiones diferentes a la atmosférica, es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a la presión existente en el sistema.

Como el crudo y los productos combustibles obtenidos de este son una mezcla compleja de hidrocarburos, cada uno de los cuales hierve a una temperatura diferente, para indicar esta propiedad se considera el rango de ebullición en que hiervan las diversas fracciones del petróleo. Esta es una de las propiedades físicas más importantes en la caracterización de los productos del petróleo como combustibles líquidos, lubricantes y combustibles

residuales para expresar sus características de volatilidad; por ejemplo, en una gasolina la estimación de la volatilidad en términos de rango de ebullición es útil para determinar las características de funcionamiento, y, en el asfalto diluido "Cutback" sirve para determinar la cantidad de solvente que debe agregarse para obtener este producto. Pero aún es más primordial en los procesos de producción, ya que la mayoría de las operaciones de refinación incluyen destilaciones de crudos y de productos combustibles derivados de este, en los cuales los límites de ebullición son la base para la obtención de fracciones definidas. También es útil en el análisis de hidrocarburos sobre las curvas de destilación y gravedad y en la correlación de la mayoría de las propiedades físicas de las fracciones del petróleo a consecuencia de que los puntos de ebullición son función de los pesos moleculares, propiedad esta, que se acentúa más en los hidrocarburos pesados del petróleo; por ejemplo, es el caso del Factor de Caracterización para indicar el carácter predominante de una fracción.

Las determinaciones del rango de ebullición se efectúan mediante procedimientos experimentales estandarizados, como son los ensayos de destilación Engler por métodos ASTM, destilación Hempell y destilación de puntos de ebullición verdaderos "TBP" (15/5), en los cuales se vaporiza la muestra en un recipiente normalizado, y las temperaturas de los vapores y cantidades de destilados obtenidos en toda una serie de intervalos se acostumbra reportarlas como sigue :

PUNTO INICIAL DE EBULLICION "PIE" : La temperatura observada cuando se recoge la primera gota de destilado; esta medida es afectada por la temperatura ambiente, grado de calentamiento y temperatura del condensador.

TEMPERATURAS DE DESTILACION : Son las temperaturas correspondientes a cada corte de destilado.

PUNTO FINAL DE EBULLICION "PFE" : La temperatura máxima obtenida durante la destilación; generalmente ocurre cuando todo el líquido a destilar se ha evaporado.

PUNTO SECO : La temperatura observada cuando la última gota de líquido evapora en el fondo del matraz quedando completamente seco; se mide con propósitos especiales, por ejemplo, la estimación de la volatilidad en hidrocarburos puros livianos y en solventes para pinturas.

RECOBRADO : Se refiere a los volúmenes de líquido recuperado que destila, incluyendo el residuo, medidos simultáneamente con las temperaturas de vapor en los cortes correspondientes.

RESIDUO : El producto final que queda sin destilar en el matraz después de finalizada la separación.

PERDIDAS : La medida de la porción vaporizada que no se condensa, y escapa, bajo las condiciones de operación; las pérdidas por destilación, así como en el punto de ebullición inicial, son afectadas por la temperatura del condensador, presiones barométricas, temperatura ambiente y grado de calentamiento al principio de la destilación.

EVAPORADO : Incluye el recobrado sin contar el residuo y las pérdidas por destilación. Se refiere a una condición intermedia de la destilación por representar los recobrados de cada fracción con sus pérdidas correspondientes como se expresa en las curvas de propiedades; además, esta medida es más reproducible que los recobrados cuando particularmente se trata de los productos más volátiles.

Los datos de las cantidades medidas que son obtenidas en estos ensayos son expresadas en términos de porcentaje de volumen líquido destilado.

Los resultados de estos ensayos son utilizados para la construcción de las curvas de destilación y de otras propiedades, como la gravedad, con el propósito de analizar una muestra de crudo o fracción para determinar su naturaleza, estimar productos probablemente comerciales o datos necesarios para refinación.

En una curva de destilación se marca la temperatura de vapor correspondiente a cada fracción destilada contra el porcentaje de volumen líquido destilado de dicha fracción. En las curvas de propiedades se trazan las propiedades de cada fracción respecto al porcentaje líquido destilado, o las propiedades promedio de una serie de fracciones correspondientes al porcentaje acumulado o rendimiento dependiendo de si la propiedad es o no aditiva, las cuales se denominan respectivamente curvas de porcentaje medio o curvas de propiedades instantáneas y curvas de rendimiento. Las curvas de porcentaje medio son instantáneas porque indican la propiedad de una corriente que se está recogiendo en un porcentaje destilado, por ejemplo, la curva de gravedad contra porcentaje destilado y la curva de viscosidad contra porcentaje de destilado de la fracción lubricante; mientras que las curvas de rendimiento muestran el porcentaje acumulativo o rendimiento de material que tiene la propiedad indicada, por ejemplo la curva de rendimiento por viscosidad y la curva de destilación instantánea.

La destilación TBP es importante porque los cálculos de equilibrio aplicados a los aceites comerciales se basan en los puntos de ebullición obtenidos de este ensayo, y se relaciona con la destilación ASTM porque los productos terminados se venden de acuerdo a los datos de esta destilación; además una correlación entre estas curvas y la curva de vaporización instantánea es necesaria debido a que en los cálculos de ingeniería es de mayor interés la temperatura del líquido requerida para una vaporización dada.

3.1.4. PUNTO DE EBULLICION PROMEDIO

Un punto de ebullición promedio volumétrico se obtiene por integración gráfica de la curva TBP como la ordenada promedio y es un punto preciso de ebullición ponderado sobre una base volumétrica. Igualmente, por una integración promedia de una curva ASTM o Engler, de 100 cc. da una cercana aproximación al punto de ebullición promedio volumétrico con una tendencia hacia valores más altos que los obtenidos promediando una curva volumétrica TBP.

Para propósitos de correlación de las propiedades físicas, el punto de ebullición promedio volumétrico ponderado es menos lógico que el punto de ebullición promedio molar "

ya que particularmente las propiedades molales son las más utilizadas, como se demuestra principalmente en los cálculos de diseño.

Se define el punto de ebullición promedio molal como la temperatura del vapor que se destila cuando el 50% de las moles totales cargadas han destilado; obviamente, este valor es de difícil determinación. El punto de ebullición promedio molal es menor que el promedio volumétrico a consecuencia de que la relación de gravedad específica a peso molecular es más alta para los miembros de bajo punto de ebullición de las series de hidrocarburos.

La relación entre el punto de ebullición molal promedio y el punto de ebullición promedio volumétrico ha sido desarrollado por Watson y Nelson utilizando la pendiente de la curva de destilación Engler entre el 10 y 90% de la curva. En la curva de la Fig. 11.1. del Capítulo Undécimo, se muestra esta correlación para estas temperaturas usando la pendiente Engler en el intervalo citado. En los productos comerciales los coeficientes angulares son más o menos fijos como se muestra a continuación para los productos comerciales conocidos :

Producto Comercial	Coefic. Angular ASTM	Pto. Ebullición Medio	Corrección (C)
	$^{\circ}\text{F}/\%$ ($^{\circ}\text{C}/\%$)		
Disolvente	1 (0.6)	65 - 205	4.5 - 6
Gas. Aviación y queroseno	2 (1.1)	65 - 230	9.5 - 13
Gas. y ACPM	3 (1.7)	95 - 370	14.0 - 20
Gasóleo y Lubricantes	4 (2.2)	120 - 480	20.0 - 29
Gasóleo y Crudo Reduc.	5 (2.8)	150 - 425	29.0 - 40
Mater. Craq. y Petróleo Crudo	6 (3.3)	175 - 370	43.0 - 57
Petróleo Crudo	7 (3.9)	205 - 370	58.0 - 71

En estos productos, la corrección correspondiente a los porcentajes volumétrico y molal se efectúa restándola del punto de ebullición volumétrico.

3.2. PROPIEDADES DE COMBUSTION

La mayoría de los combustibles del petróleo son quemados bajo una diversidad de condiciones para generar energía considerable, por tanto, es necesario conocer aquellas propiedades y condiciones requeridas para obtener una completa y eficiente combustión con el fin de aprovechar el máximo de su energía.

Como primera medida, todos los combustibles necesitan aire para quemar y cuanto más íntima sea la mezcla aire-combustible, la combustión será más completa y eficiente :

Los combustibles líquidos livianos y gaseosos evaporan fácilmente para formar la mezcla gaseosa vapor-aire, como es el caso de las gasolinas en los motores de combustión interna.

Los combustibles líquidos pesados son difíciles de gasificar, de manera que deben ser atomizados para formar dicha mezcla, representada por las pequeñas gotas de combustible que se dispersan en el aire sin dificultad; tal como ocurre con ciertos combustibles al ser utilizados en quemadores.

Los combustibles sólidos, por el contrario, no pueden dispersarse en el aire con facilidad y una combustión completa es difícil; por tanto, dejan siempre como residuo una buena cantidad de depósito carbonoso después de la quema.

Todas estas son condiciones físicas, en las cuales el combustible puede liberar una mayor cantidad de energía, cuyo valor se expresa por el calor de combustión, y en consecuencia este constituye, de por sí, una de las propiedades más importantes de todos los materiales combustibles.

Además, puesto que estos materiales, dependiendo del tipo de combustible y del propósito al cual se van a destinar, son quemados en situaciones totalmente diferentes, requieren propiedades especiales de fundamental importancia, como es el caso de los índices octano y cetano utilizados para manifestar situaciones particularmente diferentes en la calidad de las gasolinas y ACPM que operan en las respectivas máquinas de combustión interna.

3.2.1. CALOR DE COMBUSTION

El calor de combustión o poder calorífico de un combustible es la cantidad de calor liberado como consecuencia de su combustión completa bajo condiciones normalizadas.

Se define el calor de combustión estándar para un material combustible como la energía que se genera por su quema, esto es cuando el material es llevado a su más alto grado de oxidación, y los productos de esta oxidación son enfriados a la temperatura inicial, generalmente 77°F . Los valores generalmente se expresan en unidades térmicas británicas por libra de combustible (BTU/Lb.) o en calorías por gramo del mismo (Cal./gr.).

Esta propiedad es de gran importancia para todos los combustibles sólidos, líquidos y gaseosos, y su conocimiento es de valor cuando se considera la eficiencia térmica de un equipo para producir fuerza o calor; así, las gasolinas, ACPM y combustóleos son analizados para determinar este valor, puesto que es necesario calcular la eficiencia térmica de los motores y hornos.

Las gasolinas de aviación deben tener un alto valor térmico para aumentar el rendimiento en los motores, pero su especificación es limitada a causa de que la cantidad de componentes aromáticos, pues estos tienen calores de combustión más bajos que las olefinas y parafinas.

En combustóleos pesados, disponibles para propósitos de calefacción, el calor de combustión solo es importante para el consumidor; además, estos presentan poca variación en los valores térmicos, de modo que más bien se consideran otras especificaciones que aseguren valores BTU satisfactorios.

Como en la mayoría de las operaciones para generar energía, los productos de la combustión se descargan a temperaturas superiores a 212°F , en consecuencia se producen cantidades considerables de vapor de agua que se forman a partir de los hidrocarburos combustibles quemados, en los cuales, el valor potencial de condensación de este vapor de agua no se utiliza; por tanto, es necesario referirse a dos valores de calor de combus-

ción : un valor más alto o calor de combustión bruto y un valor más bajo o calor de combustión neto.

1. CALOR DE COMBUSTION BRUTO. - Incluye el calor recuperado por la condensación de agua del vapor formado durante la combustión, y su valor se mide directamente usando el calorímetro de bomba convencional.

Algunos valores típicos de estos calores se muestran a continuación para los siguientes productos ::

Gasolina	20.000 BTU/lb.
Aceite de calentamiento	19.400 BTU/lb.
Combustóleo	18.500 BTU/lb.

2. CALOR DE COMBUSTION NETO. - Es el valor en bruto menos el calor de condensación del vapor de agua formado por la combustión de hidrógeno en una cantidad unitaria de combustible; por consiguiente, este valor es más difícil de obtener, debido a que el contenido de hidrógeno del combustible debe ser determinado exactamente para calcular la corrección del calor de condensación del vapor de agua. Este calor es el que ordinariamente se usa para determinar las eficiencias térmicas de los equipos.

Los calores netos de combustión de combustibles de petróleo varían desde 19.774 BTU/lb., para propano, hasta 14.200 BTU/lb., para coque de petróleo, como una amplia gama desde un producto gaseoso a uno sólido.

La determinación de los calores de combustión puede efectuarse a partir de ecuaciones empíricas, lo cual representa ventajas, debido a la exactitud requerida y correcciones implicadas en la determinación experimental. Estas pueden aplicarse para valores en bruto o para valores netos, y están basadas en la observación de que el calor en bruto para cualquier tipo de gasolina o aceite combustible varía linealmente con la gravedad API.

$$Q = 12.400 - 3.100 S^2 \quad (3.2.)$$

Donde :

Q : Calor de combustión, BTU/lb.

S : Gravedad Específica

Para gasolinas de aviación, los calores de combustión netos frecuentemente son determinados en cálculos de rutina por métodos indirectos mediante las medidas de la gravedad API y el punto de anilina, puesto que estas medidas dan una indicación de la composición molecular de la gasolina :

El punto de anilina merma cuando el peso molecular aumenta, esto es a medida que los porcentajes de componentes aromáticos o nafténicos aumentan.

Consecuentemente se presenta una disminución de la gravedad API (Gravedad Específica Incremental) con aumento en el peso molecular.

Los calores de combustión para aceites de calefacción presentan márgenes estrechos de combustión y son útiles cuando se quiere estimar la eficiencia de una unidad de calefacción; sus valores en bruto o en neto aumentan o disminuyen cuando se expresan en unidades de peso o de volumen por incremento de la gravedad API; ambos valores pueden calcularse por la siguiente fórmula empírica si estos aceites están esencialmente libres de sulfuros :

$$Q = 17.687 + 57,9 \times {}^{\circ}\text{API} \quad (3.3)$$

Donde :

Q : Calor de combustión, BTU/lb.

API : Gravedad en grados ${}^{\circ}\text{API}$

3.2.2. FENOMENOS DE DETONACION

La detonación se percibe en los motores de combustión interna como un sonido metálico de tono variable acompañado de recalentamiento y pérdida de potencia.

El fenómeno de detonación se produce en los cilindros de los motores durante quema de combustible, a causa de la formación de ondas de alta presión que se propagan dentro de estos a altas velocidades y chocan contra sus paredes ocasionando el ruido o golpeteo que se oye en el motor; las ondas son formadas por la expansión de los gases quemados contra la parte de la mezcla aún no consumida, la cual se comprime fuertemente y aumenta su temperatura para producir focos de encendido espontáneo que son los que originan las ondas de alta presión.

La detonación es especialmente conocida en los motores de gasolina, cuando la mezcla aire-combustible en el cilindro del motor de ignición por chispa, bajo ciertas condiciones, se enciende espontáneamente, en lugar de consumirse en la llama delantera a medida que progresa la quema en la cámara de combustión; tiene lugar en marcha lenta a elevadas temperaturas bajo cargas pesadas, o durante la aceleración, o cuando la chispa está demasiado adelantada y, por consiguiente, predispuesta para producir un encendido prematuro, y, su aparición se atribuye a la combustión irregular en el cilindro de la máquina, depósitos de carbón, carburante de mala calidad y autoinflamación de parte de la mezcla de gasolina y aire frente a la llama. Cuando la detonación es suave, tiene poco efecto sobre el funcionamiento del motor, pero cuando su intensidad aumenta puede causar pérdida de potencia y averías en los pistones.

En los motores diesel cuando el combustible se inyecta a la cámara de combustión, el encendido no ocurre inmediatamente, sino que existe un período de retardo, esto es un intervalo entre el principio de la inyección del combustible y su autoignición, de manera que, un retraso en el encendido, y si este es muy prolongado, el combustible inyectado para la quema se acumula antes de que el encendido ocurra, y el promedio de la energía liberada cuando este por fin se inflama, es tan grande que la quema se efectúa a excesiva velocidad dando lugar a ondas de presión que chocan contra las paredes del cilindro y originan aspereza o golpeteo en los cilindros los cuales son conocidos como detonación diesel. Como en los motores diesel, el combustible líquido se inyecta en el momento oportuno y la mezcla se incendia y se quema sucesivamente, por tanto, no existe el peligro de encendido prematuro co-



mo en los motores de gasolina; sin embargo, el encendido inmediato requerido en los combustibles diesel en el momento de la inyección del combustible, es en cierta forma inseguro debido a que puede presentarse inyección demasiado rápida o insuficiente mezcla con el aire o mala atomización del combustible o porque el combustible es de difícil encendido ocasionando por cualesquiera de estas causas, un retardo en el período de encendido.

En general la tendencia a detonar puede considerarse razonablemente como una propiedad física o química, ya que el comportamiento de un combustible en un motor de combustión interna está directamente relacionado con la estructura química del combustible :

En los motores de gasolina entran en consideración los siguientes factores :

Características del combustible, especialmente su estructura molecular y la temperatura de encendido espontáneo.

Condiciones de operación, particularmente el grado de compresión, y condiciones de alimentación y encendido : temperatura y riqueza de la mezcla, puesto que un exceso de aire puede ser peligroso; además del encendido preciso, el número de bujías deben estar colocadas en sitios adecuados dentro del cilindro del motor.

Características de la cámara de combustión y diseño del motor, obviamente son importantes.

De estos factores, el grado de compresión y la estructura molecular son de gran importancia en la detonación :

La tendencia a detonar es disminuída por la siguiente conformación en la estructura de los siguientes hidrocarburos componentes de la gasolina :

Para parafínicos :

- a. Acortamiento de la cadena principal
- b. Introducción de cadenas laterales, tales como los grupos metilo.

- c. Centrado de las moléculas por adición de grupos metilo a más o menos al centro de la cadena.

Para olefínicos:

Los mismos factores anteriores, con el traslado del doble enlace hacia el centro de la cadena.

Para nafténicos:

- a. Disminución del tamaño del anillo.
- b. Disminución de la cadena lateral, no ramificada, más larga.
- c. Disminución de los átomos de carbono correspondientes a las cadenas laterales en muchas cadenas cortas en lugar de una larga.
- d. Centrado de las cadenas laterales.

La tendencia a detonar aumenta con el grado de compresión; así, a las gasolinas ordinarias no pueden aplicarse los grados de compresión mayores de 4.5 debido a la detonación posterior, aunque todavía no exista el peligro de encendido prematuro espontáneo; sin embargo, no todas las gasolinas son igualmente detonantes, puesto que los hidrocarburos de la serie parafínica detonan más fácilmente que los de la serie aromática del benceno para una relación de compresión mayor de 3.5. En general las gasolinas por estar constituidas por una mezcla de hidrocarburos, su grado de detonación es un promedio resultante, pues mientras que uno de sus componentes soporta un grado de compresión de 4.5, los demás pueden soportar hasta 5.5.

En los motores diesel donde la ignición espontánea del combustible se efectúa a altas presiones y temperaturas de operación, son deseables para una fácil combustión, hidrocarburos de cadenas parafínicas abiertas y largas, exactamente lo contrario a lo que ocurre en los motores de gasolina en donde se necesita combustibles resistentes a la combustión instantánea; por tanto, para evitar la detonación en los motores diesel, se requieren combustibles de muy fácil infla-

mación; además, de ser favorable mantener calientes las paredes de la cámara de combustión, sobre todo en los puntos o sitios de atomización del combustible, totalmente opuesto a lo que sucede en los motores de gasolina donde una buena refrigeración es fundamental. Por otra parte, aumentando en lo posible la temperatura del aire al principio de la inyección se obtienen altos grados de compresión, dependiendo, claro está, del diseño de la cámara de combustión, tipo de motor, alta o baja velocidad de este, y de las condiciones de funcionamiento. Como puede observarse en los motores diesel, todas las causas que facilitan o dificultan la detonación y los remedios para evitarlas son completamente contrarios a los que deben emplearse en los motores de gasolina para el mismo objeto.

Para indicar la calidad de ignición de los combustibles para los motores de combustión interna, los índices ampliamente conocidos en la industria del petróleo son:

El número de octano para expresar la calidad de las gasolinas.

El número de cetano e índice diesel para estimar la calidad del ACPM.

A. NUMERO DE OCTANO

Para considerar la mayor o menor facilidad con que una gasolina puede producir golpeteo de encendido o detonación en los motores de combustión interna de ignición por chispa, el número de octano expresa satisfactoriamente su calidad antidetonante y comportamiento durante el funcionamiento del motor, especialmente tratándose de motores de alta compresión, ya que, los motores de los vehículos antiguos tenían una relación de compresión entre 3.5 a 4.0, de manera que con estas relaciones tan bajas, la detonación no era problema; pero, como después de algunos años de investigación se llegó a la conclusión de que las altas relaciones de compresión aumentaban la eficiencia del motor, y los fabricantes comenzaron a desarrollar motores C. R. mejorados, entonces fue cuando la detonación comenzó a ser uno de los mayores problemas.

La escala del número octano está basada en las tendencias de golpeteo de dos hidrocarburos puros de casi el mismo punto de ebullición :

El n-heptano, al cual se le ha asignado un número octano de 0, porque es el peor detonante de todas las gasolinas disponibles comercialmente.

El iso-octano (2-2-4-trimetil pentano), al cual se le ha asignado un número octano de 100, porque resulta prácticamente libre de detonación de las gasolinas que se podían conseguir cuando se adoptó la escala octano.

El número de octano se define como el porcentaje en volumen de iso-octano, expresado en números redondos, que debe mezclarse con el n-heptano para igualar la intensidad de detonación de una gasolina investigada mediante un ensayo realizado en un motor normalizado; por tanto, mezclando iso-octano con n-heptano en proporciones adecuadas, resulta posible imitar las propiedades detonantes de las gasolinas.

Los ensayos se efectúan por procedimientos estandarizados como son los métodos Motor e Investigación, aunque, las primeras medidas de la detonación fueron realizadas por Sir Harry Ricardo en colaboración con la Asiatic Petroleum Comp any Limited, posteriormente Shell, en un motor de un cilindro en el que la razón de compresión podía variarse durante la operación; así que esta era aumentada hasta obtener una detonación audible para una razón de compresión crítica "HUCR" la cual era una medida de la máxima potencia de salida del motor. En 1930 se desarrolló en Estados Unidos la máquina CFR por el "Coordinating Fuel Research Committe" donde la detonación se estimaba por un medidor de detonación y no por el oído; una vez establecida la escala octano, fue cuando se impusieron los métodos Motor e Investigación, donde la gasolina bajo prueba en las máquinas CFR podían compararse con el combustible de referencia, esto es, la mezcla iso-octano y n-heptano, para una razón de compresión crítica :

El Método Motor (Cooperative Fuel Research) fue normalizado en 1932, poco después de haberse establecido la esca-

la de número octano. Los detalles del procedimiento fueron establecidos con el fin de obtener resultados similares entre el comportamiento antidetonante obtenido en laboratorio y el que se obtiene en las carreteras, pero como los valores obtenidos, no estaban de acuerdo con los encontrados por el método, excepto a altas temperaturas, por tanto, se comenzó un nuevo trabajo cooperativo que fue el método de Investigación.

El Método de Investigación fue introducido en 1939 por ser más indicativo del comportamiento antidetonante a baja velocidad y de mayor importancia para las refinerías y los motoristas.

Con el desarrollo de los convertidores de torque, aumentó el significado del comportamiento antidetonante a altas velocidades, y por tanto las especificaciones para gasolinas en el futuro estarían dadas en términos de números de octano Motor e Investigación, así que estos métodos han sido aceptados en la industria, aunque no indican directamente el comportamiento del combustible en las carreteras, a causa de los cambios que han sufrido los motores y las diferentes composiciones de las gasolinas.

Como con las gasolinas ordinarias generalmente no podían aplicarse grados de compresión mayores de 4.5 debido a la detonación producida, para mejorar las gasolinas se mezclaron con ellas pequeñas cantidades de sustancias antidetonantes, las cuales hacían elevar la temperatura de inflamación del combustible y por consiguiente el grado de compresión admisible. Entre los antidetonantes estudiados, el tetraetilo de plomo "TEL" resultó ser más favorable, de manera que por los años de 1930, las propiedades del "TEL" ya eran conocidas, y con los consecuentes avances en la refinación, los números de octano y grados de compresión fueron aumentándose; así, en la gasolina premio se llegó a un número de octano de 72 (Método Motor) y una nueva razón de compresión de 4.8. En 1942, el número de octano se mejoró a 79 (Método Motor) para automotores con relación de compresión de 6.6., y así sucesivamente, demostrándose definitivamente el gran poder antidetonante de este compuesto, por lo cual es ampliamente utilizado, pues basta la adición de solo una pequeña cantidad, desde 1,0 a 2,0 cc. pa-

ra elevar el grado de compresión de 4.8 a 7.0.

La escala de Números de Octano ha resultado ser satisfactoria siempre que los valores antidetonantes de los carburantes a valorar permanezcan por debajo del valor máximo de la escala; pero, para gasolinas de aviación a las cuales se les ha añadido "TEL", la escala presenta dificultades, puesto que la gama de números de la escala octano da un promedio mayor que el número de Octano de 100; por consiguiente, para valorar el comportamiento antidetonante de estas gasolinas, a causa de que los Números de Octano no pueden compararse en esta escala, una nueva escala en términos de Números de Comportamiento ha sido introducida.

B. NUMERO DE COMPORTAMIENTO

La escala de Números de Comportamiento es una escala de valores arbitrarios usada para expresar el rendimiento antidetonante de las gasolinas de aviación con promedios por encima del Número de Octano de 100 y derivada empíricamente en base al rendimiento máximo que puede obtenerse en estos combustibles para indicar la eficiencia de la máxima fuerza de salida libre de golpeteo expresada por el Número de Comportamiento.

El Número de Comportamiento para una gasolina de aviación con promedios mayores de 100 en Número de Octano, se define como el porcentaje del rendimiento máximo de la fuerza libre de golpeteo que puede lograrse de este combustible cuando se le compara en un motor normalizado con el del "Iso-octano más ml. de TEL" como combustible referencia medidos bajo las mismas condiciones de operación y expresado en términos de iso-octano más ml. de TEL por galón de iso-octano; por ejemplo, un Número de comportamiento de 120 representa el rendimiento máximo de la fuerza de salida libre de detonación, esto es, la máxima potencia del motor libre de golpeteo y el cual significa que se logra un 20% más de rendimiento comparado con el iso-octano bajo las mismas condiciones.

El golpeteo aunque es usualmente inaudible en una aeronave debido al nivel de bulla y a la ubicación del motor, como en los automotores, es aún de mayor importancia, puesto que si este

es severo y se deja continuar por unos pocos minutos puede ocasionar una seria pérdida de fuerza y daño del motor. Este golpeo depende del tipo de motor, calidad de combustible y condiciones bajo las cuales operan las máquinas de aviación; así para algunas combinaciones de combustibles y motores de aviación, la tendencia a golpetear puede ocurrir al decolar; mientras que para otras combinaciones, esta tendencia es más factible bajo condiciones de travesía, por eso, el rendimiento limitativo de los combustibles de aviación se refiere a estas categorías :

Condiciones de travesía cuando usa una mezcla magra para economía máxima.

Condiciones de decolaje cuando emplea una mezcla rica para desarrollar máxima potencia.

Estas dos condiciones han dado origen a dos escalas para expresar el rendimiento de las gasolinas de aviación en términos de Números de Comportamiento, cuyos métodos son descritos en normas que se usan en máquinas perfectamente estandarizadas :

1. La Escala de Número Octano de Aviación para mezclas magras e indicar el resultado determinado por el Método de Aviación y expresados como Número de Comportamiento para Números de Octano mayores de 100.
2. La Escala de Número de Octano de Sobrecarga para combustibles ricos e indicar los valores determinados por el Método de Investigación expresados como Números de Comportamiento para Números de Octano mayores de 100.

De esta manera, una mezcla rica de promedio de rendimiento de 130 en un motor dado, quiere decir que el combustible es capaz de entregar aproximadamente el 130% de la fuerza de golpeo limitado obtenible con iso-octano bajo condiciones de decolaje, si es que el motor está diseñado para poder usarla; del mismo modo, una mezcla pobre de rendimiento de 115 indica que el combustible es capaz de entregar el 115%

de la fuerza obtenible con iso-octano, cuando los dos están limitados en cuanto a golpeteo bajo condiciones de gira o travesía, si es que el motor está diseñado para tal uso.

Por eso la calidad antidetonante de los combustibles de aviación, tanto para las mezclas magras como para las ricas es igualmente importante, y se acostumbra expresarlas en términos de números dobles, donde, el primero expresa la calidad antidetonante por su mezcla pobre o sea su promedio de Aviación, y el segundo indica la calidad antidetonante por su mezcla rica, esto es por su promedio de sobrecarga. Por ejemplo :

La calidad 91/98, se refiere a números de octano de 91, por el método de Aviación y 98 por el método de Sobrecarga; similarmente las calidades de 100/130, 108/135 y 115/145 indican gasolinas que tienen número de octano de 100 y números de rendimiento de 108 y 115 por el método de Aviación, y números de rendimiento de 130, 135 y 145 por el método de Sobrecarga.

A continuación se muestran las escalas disponibles para la medida del comportamiento antidetonante de las gasolinas bajo diferentes condiciones :

Designación : Usado para indicar detonación a :

Gasolinas de Motor :

Método Motor CFR	Alta velocidad, alta temperatura atmosférica.
Método Invest. CFR	Baja velocidad, baja temperatura atmosférica.
Octano Carretera	Baja velocidad

Gasolinas de Aviación :

Número Octano Aviación : (Número Comportamiento)	Comportamiento de vuelo, con mezclas de combustible-aire pobre.
---	---

Número Octano Sobrecarga : Comportamiento de decolaje,
(Número Comportamiento) con mezcla de combustible -
aire rica.

Mediante estos métodos miles de hidrocarburos han sido evaluados, para determinar el efecto de la estructura molecular con el comportamiento antidetonante, encontrándose que las n-parafinas tienen relativamente bajo número de octano, el cual disminuye a medida que la cadena aumenta linealmente; las parafinas ramificadas tienen mayor comportamiento antidetonante, el cual mejora para un peso molecular dado, a medida que las cadenas laterales o ramificadas se hacen más complejas; la presencia de dobles enlaces en las olefinas aumenta el número de octano, como también hidrocarburos con cadenas laterales olefinicas tienen mayor número de octano que sus similares parafínicos; los aromáticos tienen el mayor número de octano, con las mismas variaciones anotadas anteriormente, tales como, número, longitud y complejidad de las cadenas parafínicas laterales; así se llegó a la conclusión, basándose en estas observaciones, que el comportamiento antidetonante de un hidrocarburo, depende de su relativa facilidad para ser oxidado y de la velocidad de combustión, las cuales están relacionadas con la estructura molecular.

C. SUSTANCIAS ANTIDETONANTES

La adición de pequeñas cantidades de compuestos organo-metálicos proporciona el medio más adecuado para mejorar la calidad antidetonante de las gasolinas y mantener los números de octano de los varios grados de las gasolinas en los niveles deseados. Estas sustancias se conocen como antidetonantes porque menguan la tendencia a golpetear de una gasolina. A causa de dicha adición, las gasolinas elevan su temperatura de inflamación y grado de compresión, contribuyendo de esta manera a un sensible aumento de la potencia del motor y por consiguiente su rendimiento térmico resulta notablemente favorecido.

En la solución del problema de la detonación, muchas sustancias antidetonantes han sido empleadas, entre las cuales pueden mencionarse las siguientes : benceno, tolueno, xileno, alcohol etílico, dibromuro de etileno, motalin (hierro carbonilo), yodo y sus compues-

tos (yoduro de etilo), anilina y sus compuestos (metilodeonilina, xilidina); pero, específicamente el TEL ha resultado ser más eficaz, aunque recientemente otros compuestos de plomo han sido desarrollados como el tetrametilo de plomo TML, el cual ha llegado a usarse para combustibles de alto contenido de aromáticos y para aquellos combustibles que tienen pobre inducción en las características del sistema de distribución. Otro agente más reciente, el derivado metílico del ciclo pentadienil manganeso tricarbonilo se propone como complemento del TEL en gasolinas de alto octanaje.

El yodo y la anilina han suministrado eficiencia reconocida en adiciones del orden de 0.1 a 0.3%.

El benceno y el alcohol, aunque presentan el inconveniente de que necesitan ser añadidos en grandes cantidades (de 30 a 40% para benzol y de 15 a 20% para alcohol), fueron empleados y aún, a veces son utilizados, sobre todo en países que sufren escasez de petróleo; por esto en América no se justifican económicamente y el uso del TEL está generalizado, a pesar de su precio elevado.

El tetraetilo de plomo TEL por su gran poder detonante es el agente más comúnmente empleado y se añade generalmente en forma de fluído, el cual además contiene un tinte de identificación y haluros orgánicos que actúan como agentes depuradores; estos agentes ayudan a volatilizar los productos de combustión del TEL, de modo que pueden removerse durante la carrera de vacío del émbolo. Cuando el TEL es usado, no obstante el aplicarse en muy pequeñas cantidades (desde 1.4 a 1.8 ml. o más por galón de gasolina), algunos compuestos de plomo se depositan en la cámara de combustión y algunos de ellos llegan aún hasta el aceite lubricante; también los compuestos de plomo pueden ser corrosivos bajo ciertas circunstancias, por esto y otras razones, la cantidad de TEL en las gasolinas es limitada por especificaciones.

Las gasolinas e hidrocarburos individuales no solo se caracterizan por sus valores de índice de octano sino también por su aptitud de respuesta a este índice ocasionada por la adición de antidetonantes; la aptitud de los hidrocarburos a la adición de an-

tidetonantes es muy variada y la diferencia real es mucho mayor para mezclas cuya susceptibilidad depende empíricamente de un número de factores como son la fuente, tipo y grado de craqueo, volatilidad y presencia de compuestos sulfurados disueltos. La diferencia real puede ser considerable y los refinadores prestan una seria atención a la obtención de valores de octano lo más altos posibles con la mínima adición de antidetonantes.

D. NUMERO DE CETANO

Para indicar el rendimiento satisfactorio de los ACPM requeridos en los motores diesel, el número de cetano es significativo porque da una indicación de la calidad de encendido del combustible, de modo que la aspereza del funcionamiento del motor puede vencerse usando ACPM de altos valores en el número de cetano.

La escala del número de cetano está basada en el período de retardo de encendido de dos hidrocarburos, el n-cetano y el alfa-metil naftaleno en una escala análoga a la del número octano.

El n-cetano es un hidrocarburo parafínico de fácil ignición el cual se inflama más rápidamente que cualquier combustible empleado en un motor diesel debido a su corto período de retardo de encendido; por eso fue escogido arbitrariamente asignándosele un número de cetano de 100.

El alfa-metil naftaleno es un aromático de muy difícil encendido por tener un período de retardo de encendido prolongado, por lo cual se le asignó un número de cetano de 0, a causa de su más pobre calidad de ignición.

El número de cetano se define como el porcentaje en volumen de n-cetano, expresado en números redondos, en una mezcla con alfa-metil naftaleno, que se iguala a la calidad de encendido de un ACPM al compararlo en un ensayo normalizado; de modo que resulta posible, mezclando en proporción adecuada n-cetano y alfa metil naftaleno, imitar las propiedades del encendido de cualquier ACPM.

El ensayo para determinar el número de cetano se realiza en un motor estandarizado "CFR" Diesel, el cual expresa la medida en base al período de retardo de encendido que se obtiene del combustible bajo prueba cuando se compara con la mezcla de referencia.

Las necesidades del número de cetano varían con el diseño y tamaño del motor, naturaleza de la velocidad, condiciones de arranque y condiciones atmosféricas; así por ejemplo, los motores de alta velocidad como trenes, buses y camiones requieren números de cetano entre 40 y 50, mientras que los motores pesados de baja velocidad necesitan números de cetano entre 25 y 35; por tanto, el índice cetano al ser utilizado para valorar la calidad del ACPM en una máquina, no queda claramente definido, debido a aquellas diferencias entre los diversos tipos de motor y las condiciones de funcionamiento.

Cuando no es posible realizar pruebas sobre máquinas para determinar el número de cetano, ya sea porque no hay disponible un motor de prueba estándar o porque la muestra es demasiado pequeña para una prueba de motor, el índice de cetano de un ACPM puede estimarse a partir de la gravedad API y el punto de ebullición medio mediante la siguiente expresión :

$$\begin{aligned} \text{Número Cetano} = & 97,833 (\text{MBP})^2 + 2,208 (\text{MBP}) + 0,0125 (^\circ\text{API}) \\ & - 423,51 (\text{MBP}) - 4,78 ^\circ\text{API} + 419,59 \quad (3.4) \end{aligned}$$

Donde :

MBP : Punto de ebullición medio observado, o sea la temperatura correspondiente al 50% de recobrado a presión barométrica de 760 mm. de Hg., en $^\circ\text{F}$.

API : Gravedad en grados API.

E. INDICE DIESEL

El índice diesel es otro de los factores más importantes para caracterizar los carburantes ACPM, puesto que su valor numérico aumenta con el número de cetano, y se expresa

en función del punto de anilina y la gravedad API o la gravedad específica a 15.5 °C. por las siguientes expresiones :

$$ID = \frac{\text{Punto de anilina}}{100} \times \text{°API} \quad (3.5)$$

$$ID = \frac{0,547 \text{ Punto de anilina } (^\circ\text{C}) + 45,28}{S} - 2,367 \text{ Punto de anilina } (^\circ\text{C}) - 42,08. \quad (3.6)$$

Donde :

°API ; Gravedad API
S : Gravedad Específica

Con el Índice Diesel y el Punto de ebullición medio puede calcularse el número de cetano :

$$\text{Número Cetano} = \frac{2}{3} ID + 0.068 (\text{MBP}) - 22 \quad (3.7)$$

En general, algunas propiedades de los carburantes ACPM pueden emplearse como guías para dar una valoración aproximada de las características convenientes para el uso de estos combustibles; por consiguiente, en ausencia de ensayos motor, estas propiedades son útiles para indicar de manera aproximada la calidad de encendido de un ACPM; entre tales propiedades están el punto de anilina, la gravedad, la densidad específica, el punto de ebullición medio y la viscosidad, con las cuales se han establecido índices de calidad, como los índices Diesel, Viscosidad-Densidad y Factor U. O. P., los cuales expresan relaciones empíricas entre estas propiedades y, evidentemente el número de cetano, si bien, hay que tener en cuenta que en la zona de altos índices de cetano, estos no son muy dignos de confianza. A continuación se muestra una relación entre valores de número de cetano e índice diesel y el punto de anilina para los índices referidos :

<u>Número Cetano</u>	<u>Índice Diesel</u>	<u>Punto Anilina</u>	<u>Índice Viscosidad - Densidad</u>
30	20	40.5	0.93
70	76	82.0	0.81

El PUNTO DE ANILINA, aunque no es una propiedad de combustión, está íntimamente relacionada con dichas características, ya que el contenido aromático de los combustibles sirve para estimar la calidad de combustión, tanto en las gasolinas como en los ACPM, por ejemplo: en las gasolinas la tendencia a detonación se compara mediante el equivalente de anilina, donde los valores positivos indican que los componentes de la gasolina detonan menos que el combustible de referencia; o en ACPM, altos puntos de anilina indican valores de índices cetano y diesel altos, como puede apreciarse en la Tabla y ecuaciones anteriores; además, el calor neto de combustión para estos combustibles puede calcularse a partir de la medida del punto de anilina y la gravedad API.

3.2.3. PODER DE ILUMINACION POR COMBUSTION

Las propiedades iluminantes son de fundamental importancia para estimar el grado de luminosidad de los combustibles empleados para producir luz, como es el caso del queroseno para lámparas donde este debe quemarse de manera libre y estable, sin disminuir el tamaño de la llama, por largos períodos sin atención; en tales circunstancias la potencia de iluminación expresada por la luminosidad del combustible da una medida de la calidad de los querosenos, especialmente aquellos utilizados como iluminantes, esto es, de todos los aceites de alumbrado.

La luminosidad de un combustible se define como la radiación en el espectro visible, principalmente verde-amarillo, causada por la formación de carbón incandescente en la llama; este carbón incandescente es el que irradia calor a las partes adyacentes, pero puede también depositarse en la cámara de combustión o en el sistema de escape y/o salir del sistema de escape como humo. Por consiguiente, la luminosidad puede también ser usada para predecir la tendencia relativa de los combustibles a formar depósitos de carbón y/o humo, tal como sucede con los combustibles para chorro de aviación donde la formación de humo y depósitos de coque sobre las paletas de la turbina afectan la eficiencia de la combustión.

La medida de la luminosidad de estos combustibles se efectúa por procedimientos normalizados en aparatos especia-

les conocidos como medidores de luminosidad o luminómetros, en los cuales los resultados obtenidos se expresan como número luminométrico.

A. NUMERO LUMINOMETRICO

Para determinar el Número Luminométrico se mide el aumento de temperatura producido por la combustión de la muestra del combustible en la prueba de luminosidad, el cual debe compararse con los incrementos de temperatura de dos combustibles de referencia a JP-1A estandar, con los cuales se ha calibrado el instrumento para un ajuste de luminosidad especificada; la comparación se realiza en una curva estándar en la que aparecen el Número de luminosidad contra los aumentos de temperatura de la lámpara del medidor, y los combustibles en referencia escogidos son el iso-octano grado de referencia y el tetralín grado de laboratorio (tetrahidronaftaleno), de tal manera que los resultados obtenidos de estos combustibles se expresan por la siguiente relación :

$$\text{Número Luminométrico} = \frac{\Delta T_{\text{Comb. Prueb.}} - \Delta T_{\text{Tetralín}}}{\Delta T_{\text{Iso-octano}} - \Delta T_{\text{Tetralín}}} \quad (3.8)$$

Donde:

Todos los ΔT son obtenidos a un nivel de calibración de 45 de luminosidad.

Otra prueba ampliamente conocida para estimar las propiedades luminantes y el grado de quema de los querosenos es la prueba de Lámpara, en la cual la determinación de ciertas características y propiedades de la llama, como son la forma y tamaño, intensidad y color, producción de humo, etc., cuando el queroseno investigado es quemado durante un tiempo determinado y bajo condiciones especificadas por el método, son utilizados para dar una indicación de la eficiencia de iluminación y rendimiento de combustión de este tipo de combustible. Como en realidad, la información suministrada por esta clase de ensayo es esencialmente cualitativa, para la evaluación numérica de resultados no representa mucha utilidad por la ausencia de magnitudes que expresen estos valores; por tanto, el Número de Luminosidad y el Punto de Humo son los índices más indicativos de la calidad de quema de los querosenos.

B. PUNTO DE HUMO

El punto de humo es una medida de la tendencia a producir humo de ciertos combustibles durante su quema; tal ocurre con los querosenos, ACPM y destilados del petróleo, los cuales arden con una llama humeante ocasionada por la presencia de aromáticos.

Se define el Punto de Humo del Instituto del Petróleo, como la máxima altura de la llama, expresada en mm., que puede ser mantenida sin que se produzca humo cuando se determina la medida quemando el combustible en una lámpara estándar bajo condiciones previamente definidas.

Esta medida es generalmente aplicada al queroseno para estimar su calidad de combustión porque la altura de la llama permite apreciar su intensidad de iluminación y posible uso en condiciones libres de humo y depósitos de hollín.

Los querosenos aromáticos suministran una llama corta y por consiguiente tienen puntos de humo bajos, pero los parafínicos proporcionan una llama de 4 a 8 veces mayor y en consecuencia sus puntos de humo son superiores, mientras que los naftenos tienen valores intermedios; de tal manera que el grado de parafinidad de un queroseno puede ser determinado por los altos valores de punto de humo obtenidos en sus límites de ebullición para aquellas fracciones relativamente parafínicas.

El punto de humo calculado puede determinarse mediante el conocimiento de la composición del combustible por la siguiente expresión :

$$\text{Punto de Humo} = 0.48 P + 0.32 N + 0.20 A$$

Donde :

- P : Porcentaje lb/peso de parafínicos
- N : Porcentaje lb/peso de Nafténicos
- A : Porcentaje lb/peso de Aromáticos

3.3. PROPIEDADES GRAVIMETRICAS

GRAVEDAD Y DENSIDAD

La gravedad de un aceite de petróleo es un índice del peso de un volumen medido del producto y la densidad, una relación de la masa de la sustancia por unidad de volumen.

Como la densidad de todas las sustancias líquidas cambia con la temperatura, es preciso fijarla respecto a una temperatura de referencia; para esto se ha introducido la gravedad específica o densidad específica que mide la relación entre la densidad de la sustancia a una temperatura dada a la del agua a la temperatura de referencia. En la industria del petróleo ambas temperaturas son normalizadas a 60/60 °F., aunque en gran parte de la literatura científica se observan medidas de gravedad específica a 68 °F, referida a la del agua a 40 °F., temperatura a la cual 1 cc. de agua pesa 1 gr.; en tal caso la gravedad específica es numéricamente igual a su propia densidad.

Las escalas de uso corriente en aplicaciones de refinería son las de gravedad específica y gravedad API:

La gravedad específica de un aceite de petróleo o de una mezcla de productos del petróleo se expresa por la relación del peso de un volumen dado de material a la temperatura de 60 °F. al peso de un volumen igual de agua destilada a la misma temperatura, en la que ambos pesos han de corregirse para la flotabilidad del aire. Los requisitos de temperatura se indican por la expresión Gravedad específica a 60/60 °F, pero para asfaltos se utiliza la gravedad a 77/77 °F.

La gravedad API, adoptada por la American Petroleum Institute, está basada en una escala arbitraria hidrométrica que se relaciona con la gravedad específica por la siguiente ecuación:

$$^{\circ}\text{API} = \frac{141.5}{S} - 131.5 \quad (3.10)$$

Donde :

S : Gravedad Específica a 60/60 °F.

Esta escala es generalmente usada en la mayoría de las transacciones comerciales y en la práctica de refinería; así que muchas compañías especifican el uso de la gravedad API como medida de la densidad para crudos, productos terminados e intermedios, ya que los contratos de compra de aceite crudo, precios de transporte, cambios en la calidad de destilados, etc. se basan en esta propiedad.

Algunas gravedades de tipos de crudos recibidos en Barranca y de productos se muestran a continuación :

Aceite crudo nafténico	18 - 25
Aceite crudo parafínico	31 - 33
Gasolina motor	58 - 60
Queroseno	39 - 41
Combustóleo	10.5

Los anteriores valores pueden variar apreciablemente en otros lugares.

Para efectos de corrección de temperaturas existen tablas que permiten correlacionar cualquier gravedad API medida a una temperatura dada respecto a la gravedad API a la temperatura de referencia de 60 °F., como también convertir las gravedades API a 60 °F a sus gravedades específicas equivalentes; los cuadros muestran : gravedades específicas, lbs./gal., y gal./lb. a 60 °F para cada décima de grado API desde 0 a 100 °API.

Cuando se calculan mezclas de varios componentes, suponiendo volúmenes aditivos, se obtienen resultados satisfactorios, pero esto no es correcto para muchos productos químicos y menos aún para hidrocarburos livianos tales como propano y butano; si se suponen volúmenes aditivos, las mezclas deben ser calculadas en términos de gravedad específica, pero no directamente en términos de gravedad API.

COEFICIENTE DE EXPANSION VOLUMETRICA

Se define este Coeficiente como la velocidad a la cual el volumen de un compuesto aumenta cuando se incrementa la temperatura. El Coeficiente de expansión volumétrica se relaciona muy bien con la gravedad API a 60 °F., y en la mayoría de los casos con la expansión de los compuestos aromáticos livianos, tales como el benceno y sus derivados; teniendo en cuenta este hecho, la Bureau Standard recomienda utilizar tablas normalizadas para la corrección del volumen a 60 °F., las cuales están basadas en los siguientes coeficientes de expansión, representados por el número de grupo :

<u>Número de Grupo</u>	<u>Límite de Gravedad API</u>	<u>Coeficiente Expansión Volumétrica 60/60 °F</u>
0	0.0 - 14.9	0.00035
1	15.0 - 34.9	0.00040
2	35.0 - 50.9	0.00050
3	51.0 - 63.0	0.00060
4	64.0 - 78.9	0.00070
5	79.0 - 88.9	0.00080
6	89.0 - 93.9	0.00085
7	94.0 - 100.0	0.00090

3.4. PROPIEDADES DE FLUJO Y CONSISTENCIA

3.4.1. VISCOSIDAD

El estado líquido de la mayoría de los productos del petróleo y la necesidad de medir su fluidez hacen de la viscosidad una propiedad de suma importancia.

La viscosidad de un aceite es una medida de su resistencia al movimiento interno y una indicación de su oleosidad en la lubricación de superficies.

El requisito básico para aplicar el término de viscosidad a un líquido, es el de que pueda fluir a través de un capilar con flujo newtoniano; el flujo newtoniano es la propiedad de un lí-

quido por la cual la velocidad de cizalladura es proporcional al esfuerzo cortante o de cizalladura y, la relación entre este esfuerzo a la velocidad de cizalladura es constante, esto es viscosidad. Como hay líquidos que son newtonianos solo a ciertas temperaturas, luego para conocer la naturaleza de esta propiedad es indicado medir la viscosidad del líquido a velocidades variables de cizalladura, o sea emplear varios viscosímetros de diferentes dimensiones; así que para líquidos newtonianos, la viscosidad será igual.

Dependiendo de las unidades para expresar la viscosidad, esta puede ser absoluta o dinámica y cinemática.

1. VISCOSIDAD ABSOLUTA

Para un líquido newtoniano, es la fuerza tangencial por unidad de área en uno de cualquiera de dos planos paralelos separados por una distancia unitaria, cuando un líquido ocupa el espacio comprendido entre los planos y uno de ellos se mueve a velocidad uniforme con respecto al otro. En el sistema cegesimal (C.G.S.) la unidad de medida es el Poise, esto es la fuerza en gramos requerida para desplazar un plano líquido a una velocidad de 1 cm./seg., (grs./cm. segundo), esta unidad es grande para propósitos prácticos, y se expresa más comúnmente en centi-poises (0.01 poise).

2. VISCOSIDAD CINEMATICA

Para un líquido newtoniano, es la relación entre la viscosidad absoluta a la densidad, medidas ambas propiedades a la misma temperatura. La unidad cegesimal de viscosidad cinemática es el Stoke, cuyas unidades son $\text{cm}^2/\text{seg.}$; pero, en la práctica se utiliza el centi-Stoke (0.01 Stoke).

En la práctica la expresión de las viscosidades se hace en términos de centi-stokes (C.S.) y centi-Poises (C.P.), puesto que ambas viscosidades pueden convertirse una a otra conociendo la densidad del líquido expresada en función de la temperatura: por ejemplo, las viscosidades típicas aproximadas de algunos productos que se muestran a continuación:

Gasolina	0.8	C. P.
Agua	1.0	"
Queroseno	2.5	"
ACPM	450.0	"
Lubricante de automóvil	3000.0	"
Lubricantes para motores de pistón Aviación	12500.0	"
Combustóleo Pesado	12500.0	"

En la industria del petróleo es usual determinar la viscosidad cinemática, debido a que la absoluta es difícil de medir, y se mide en instrumentos de tipo capilar por el tiempo necesario para que una muestra fluya a través de una longitud conocida del capilar de un diámetro determinado, y se expresa según el instrumento y método empleado para medirla; ejemplos de estos son la viscosidad Saybolt Universal y Furol.

La VISCOSIDAD SAYBOLT UNIVERSAL(SSU) o, SAYBOLT FUROL (SSF), es el tiempo en segundos requerido para que fluyan 60 ml. de muestra a través de un orificio Universal o Furol, calibrados respectivamente, bajo condiciones específicas. La viscosidad Furol es aproximadamente un décimo de la viscosidad Universal, y es recomendable para aceites con viscosidad SSU superiores a 1.000 segundos, por ser el diámetro del orificio Furol mayor que el del Universal.

Mucho se ha trabajado con el objeto de lograr la interconversión entre las diversas escalas de los viscosímetros; así han surgido tablas, gráficos y ecuaciones empíricas para relacionar las viscosidades; por ejemplo, la siguiente ecuación relaciona la viscosidad cinemática con la viscosidad SSU, medidas a la misma temperatura :

$$V_k = 0.219 (SSU) - \frac{149.7}{(SSU)} \quad (3.11)$$

Donde :

V_k : Viscosidad Cinemática, en CS

Para la fracción queroseno, se acostumbra utilizar la termoviscosidad a 60°F, expresada por las siguientes expresiones :

$$\text{Termoviscosidad Saybolt} = 15 + 148.5 V_k \quad (3.12)$$

$$\text{Termoviscosidad Saybolt} = 46 \text{ SSU} - 1.183 \quad (3.13)$$

Cuando dos compuestos de diferente viscosidad se mezclan, la viscosidad resultante no es una función lineal de las viscosidades originales; con el fin de obtener una propiedad que haga lineal las mezclas con los volúmenes, fue desarrollado, empíricamente, el llamado Índice de Mezclas para Viscosidad "IMV" (Viscosity Blending Value), cuyos valores se representan gráficamente en función de las viscosidades Cinemática y Furol.

VARIABLES QUE AFECTAN LA VISCOSIDAD

Las variables que afectan la viscosidad son la temperatura, la presión y el esfuerzo cortante.

VISCOSIDAD-TEMPERATURA E INDICE DE VISCOSIDAD. - Los aceites lubricantes están expuestos a temperaturas que varían dentro de límites bastante amplios, y por tanto es necesario que estos no sean excesivamente afectados por los cambios de temperatura. El cambio de viscosidad con la temperatura no se ha estudiado sobre una base teórica profunda, sin embargo se sabe que esta variación depende principalmente de la naturaleza y composición del aceite y en parte de la volatilidad. Para estimar el efecto de la temperatura sobre la viscosidad existen relaciones como la de Arrhenius, la cual es útil y da buenos resultados para intervalos pequeños de temperatura :

$$V = A \cdot e^{B/T} \quad (3.14)$$

Donde :-

V : Viscosidad
A y B : Constantes
T : Temperatura absoluta.

Con base en esta ecuación se han desarrollado cartas que relacionan la viscosidad de un aceite con cualquier temperatura. Cada carta está formulada, de tal manera que para dos puntos cualesquiera de viscosidad-temperatura, resulta una línea recta sobre el rango de temperatura aplicable; de tal manera que solo dos medidas de viscosidad son necesarias para efectuar la determinación, a temperaturas suficientemente apartadas; obviamente, las cartas son aplicables a medidas realizadas en el rango de temperaturas, en el cual un aceite dado es un líquido newtoniano; también tienen aplicación en el cálculo de una dosificación, como son las mezclas de líquidos del petróleo, a una temperatura dada, cuando se saben las viscosidades de los líquidos componentes.

La medida de la variación de la viscosidad con la temperatura en los aceites lubricantes mediante el Índice de Viscosidad es una expresión de su calidad; así un aceite de alto índice de viscosidad significa un cambio más pequeño de la viscosidad con la temperatura que un aceite de índice bajo.

El Índice de Viscosidad es un número empírico que indica el efecto del cambio de la temperatura en la viscosidad de un aceite; comprende valores que van desde 100 para un aceite que no aumente su viscosidad a bajas temperaturas ni se vuelve liviano a temperaturas elevadas, hasta "0" para un aceite con propiedades contrarias.

Este índice es de gran importancia para la caracterización de los aceites lubricantes, puesto que están expuestos a temperaturas que varían en amplios límites. Cuando la temperatura es alta y el aceite es demasiado liviano, se pierde la película de lubricación y permite el contacto metal metal con el consecuente deterioro y desgaste del equipo; cuando la temperatura decrece y el lubricante se vuelve muy pesado sobrecarga la máquina y causa dificultades de funcionamiento; generalmente se requieren aceites que no sean afectados por los cambios de temperatura.

Se ha comprobado que los aceites nafténicos tienen índices más bajos que los aceites parafínicos si se comparan a viscosidades y temperaturas iguales.

El Índice de Viscosidad puede calcularse por la expresión:

$$I. V. = \frac{L - U}{L - H} \times 100 = \frac{L - U}{D} \times 100 \quad (3.15)$$

Donde :

- I. V. : Índice de Viscosidad
 - L y H : Viscosidades de los aceites de referencia de índices 0 y 100 respectivamente, ambos con la misma viscosidad a 210 °F.
 - U : Viscosidad a 100 °F. del aceite cuyo índice se busca.
 - D : L - H
- Los valores de L y D se leen directamente de las cartas.

Por ejemplo, un aceite que tiene 415 SSU a 100 °F y 55.0 SSU a 210 °F. su I. V. será :

$$I. V. = \frac{L - V/100}{D} \times 100 = \frac{596 - 415}{256.8} = 71.0$$

Donde los valores de L y D se han leído directamente en la Tabla en la línea que indica la viscosidad a 210 °F. (ASTM D-567 o IP 73).

Para cálculos no muy precisos el índice de viscosidad puede determinarse por gráficas, cuyas ordenadas son las viscosidades a 100 °F y 210 °F y en la abscisa el índice de viscosidad.

VISCOSIDAD-PRESION. - La viscosidad de las fracciones del petróleo aumenta con la aplicación de presión y este aumento puede ser considerable para presiones altas en los límites de 1.000 a 1.500 Psi, donde la viscosidad del líquido puede ser de 2 a 20 veces la viscosidad a la presión atmosférica; el efecto se ha estudiado extensamente como un posible factor en la lubricación, y se ha encontrado que el coeficiente de presión de la viscosidad, se relacio-

na bastante bien con el coeficiente de temperatura, aun cuando se comparen aceites de tipos muy diferentes.

VISCOSIDAD-ESFUERZO CORTANTE. - Altas intensidades de esfuerzo cortante pueden rebajar las viscosidades de los líquidos; aquí están implicados dos fenómenos posibles :

El primero es un fenómeno temporal por el cual la viscosidad decrece a medida que aumenta la intensidad de la fuerza cortante, volviendo en muchos casos a su valor inicial, o cerca de él, cuando cesa dicho efecto conocido en los líquidos no newtonianos.

El otro fenómeno es una disminución de viscosidad permanente; sería un caso semejante a la disminución de consistencia del caucho en el laminado.

3.4.2. CONSISTENCIA

La consistencia está paralelamente relacionada a la viscosidad, puesto que se refiere a las características de flujo de materiales plásticos que no fluyen con facilidad sin la aplicación de presión externa, mientras que la viscosidad es una indicación de la resistencia al flujo de los productos líquidos del petróleo.

Un sólido plástico requiere una presión característica para empezar el flujo, pero un solo valor generalmente es inadecuado debido a que la relación del flujo a la presión no es constante para estos materiales, ya que a presiones más altas la velocidad del flujo aumenta más rápidamente que en proporción directa a la presión; de modo que si dos plásticos tienen la misma consistencia bajo una serie de condiciones de prueba, esto rara vez ocurrirá, bajo otras condiciones; además, la consistencia puede cambiar con el trabajo o envejecimiento. Obviamente, la consistencia en estos materiales es obstaculizada por la naturaleza complicada de la relación entre la fuerza de presión y el coeficiente del flujo resultante; sin embargo, el valor del rendimiento de una grasa lubricante es dado por la mínima presión necesaria para producir flujo:

La consistencia da alguna indicación de la dureza de los productos sólidos y semisólidos, tales como grasas lubricantes, ceras parafínicas y microcristalinas, petrolatos y breas, y aunque no da valores absolutos, es útil para comparar y clasificar estos productos; por tanto, su grado de importancia depende del tipo de producto y la aplicación que ha de dársele.

Estas características de los lubricantes plásticos son expresadas en términos de viscosidad aparente y penetración.

1. VISCOSIDAD APARENTE. - Para una grasa lubricante esta propiedad es la relación del esfuerzo de corte al coeficiente de corte; se calcula en Poises de la ecuación de Poiseuille. El coeficiente de corte es el gradiente de la velocidad a la cual se mueve una serie de capas de grasa paralelamente unas respecto a las otras. El esfuerzo de corte es la fuerza que hace que las capas adyacentes se muevan de esta manera.

2. PENETRACION. - Es la medida de la profundidad a la cual una aguja o un cono se hundirá bajo condiciones definidas de peso, tiempo y temperatura. Como la penetración depende de si la consistencia ha sido o no alterada por manipulación o agitación, para tener en cuenta este hecho esta se refiere como penetración trabajada, penetración no trabajada y penetración de bloque, si es que la muestra se presenta lo suficientemente dura.

3.5. PROPIEDADES DE SOLIFICACION Y RESISTENCIA

3.5.1. PROPIEDADES DE SOLIFICACION

Las propiedades de solidificación son de gran importancia para estimar el comportamiento de los productos líquidos del petróleo a bajas temperaturas, a causa de la influencia que tienen sobre las características de flujo y consistencia; así que cuando los aceites de petróleo son sometidos a temperaturas suficientemente bajas, estos se vuelven más o menos sólidos o plásticos a causa de que los diversos hidrocarburos constituyentes del aceite comienzan a solidificar, y si el enfriamiento continúa, los aceites se ponen más y más viscosos de modo que el flujo se torna más y

más despacioso, hasta que finalmente el aceite cesa de fluir; por otra parte, los productos sólidos o plásticos del petróleo, como las ceras y asfaltos tienden a ser más o menos blandos cuando se aumenta la temperatura de manera que su dureza o consistencia está influenciada enormemente por el comportamiento de este material con la temperatura.

Los fenómenos de solidificación y de fusión son los que relacionan los cambios de fase sólida a líquida, y viceversa, para cualquier material, y expresa la medida como la temperatura a la cual el cambio ocurre :

El cambio de estado físico de un fluido al convertirse a sólido se define mediante el punto de solidificación o temperatura a la cual el fluido pasa a sólido a presión constante, y es la misma que la que requiere el material para fundirse.

La fusión se expresa por el punto de fusión o temperatura a la cual el sólido se convierte a líquido a presión constante.

Durante estos procesos, una cantidad de calor es liberado o absorbido al solidificarse o fundirse la sustancia, respectivamente, y apenas alcanza su punto de solidificación o fusión, todo el calor que se retire o reciba en adelante se emplea para vencer la resistencia al cambio; por tanto, la disminución o elevación de temperatura solo se hace perceptible cuando el fenómeno ha concluído.

Una sustancia pura tiene un determinado punto de fusión o solidificación en el cual la transición del estado líquido a sólido, o viceversa, es claramente definida, pero para mezclas como son los productos del petróleo, por el contrario, ambas fases líquida y sólida pueden existir juntas en amplios límites relativos de temperatura; por tanto, para estos productos no puede hablarse correctamente de una temperatura de cambio definida; sin embargo, estas propiedades son muy importantes en trabajos de investigación sobre petróleo como medio de identificación de compuestos puros o, como una medida de la pureza de la muestra; en

tales circunstancias, las características de solidificación y de fusión de los productos del petróleo dependerán de su grado o clase, así:

Para hidrocarburos puros o esencialmente puros, la temperatura de interés es el punto de congelación, aunque este término se usa tolerantemente para otros productos; por ejemplo, para gasolinas de aviación, combustibles para turbo-jet, y en general para mezclas livianas de este tipo, las medidas están sujetas a medidas del punto de congelación; mientras que para destilados en general, gasóleos, combustóleos y aceites lubricantes, interesa aquella temperatura en la que el aceite durante enfriamiento se pone oscuro debido a la cristalización de la cera y posteriormente deja de fluir, los cuales se conocen como punto de nube y de fluidez respectivamente.

Para sólidos plásticos, tales como las grasas, la temperatura de interés es aquella en la que ocurre fluidez y se conoce como punto de goteo.

Para otro tipo de sólidos que incluyen petrolato y cera parafínica, los puntos de derretimiento y de congelación o solidificación son de interés; mientras que para la cera parafínica son particularmente importantes los puntos de solidificación, o derretimiento o más bien, punto de fusión ASTM de la cera parafínica como es definido, de esta manera, impropiamente en los estándares americanos; estas medidas son de gran aplicación en la manufactura de la cera parafínica para preparar los varios grados dentro de los límites de puntos de fusión relativamente estrechos ya que la cera es principalmente obtenida de hidrocarburos parafínicos.

Para materiales bituminosos el punto de goteo es particularmente importante para indicar la flexibilidad del material con la temperatura y por ende una estimación de su dureza o consistencia.

Para la refinería, la más importante de estas propiedades, es el punto de fluidez, porque muchos de sus productos tienen

especificación máxima para esta medida, y porque los "stock" o los diferentes chorros del proceso con altos puntos de fluidez necesitan manejo especial para evitar taponamiento de las líneas por congelación de la cera en los aceites.

A. PUNTO DE CONGELACION

El punto de congelación de un hidrocarburo puro es la temperatura a la cual el hidrocarburo pasa de un estado líquido a uno sólido; es de gran aplicación en la determinación de la pureza de hidrocarburos terminados del petróleo que serán usados como materia prima de alta pureza en ciertas aplicaciones, como son la elaboración de combustibles de referencia para mezclas de iso-octano y n-heptano usadas para determinar los números de octano de las gasolinas para automotores y de aviación y de las naftas de las cuales son producidas; por tanto, el conocimiento y el control de su pureza es de fundamental importancia.

Para combustibles de aviación, se define el punto de congelación como la temperatura a la cual los cristales de hidrocarburo formados por enfriamiento desaparecen cuando la temperatura del combustible empieza a elevarse. Esta propiedad es útil para determinar el comportamiento de los combustibles para aeronaves a temperaturas suficientemente bajas; así que la solidificación del producto por cristalización de la cera y en consecuencia el bloqueo de los conductos, filtros, etc., puede evitarse, cuando el combustible opera a las bajas temperaturas prevalecientes en las altas altitudes.

B. PUNTOS DE NUBE Y DE FLUIDEZ

El punto de nube, oscuridad o enturbiamiento de un aceite de petróleo es la temperatura a la cual la cera parafínica u otros productos solidificables presentes en el aceite comienzan a cristalizarse o a separarse de la solución cuando se enfría el aceite bajo condiciones prescritas. Para aceites generalmente libres de cera, tales como nafténicos, obviamente no mostrarán puntos de nube apreciables.

El punto de fluidez de un aceite de petróleo es la temperatura más baja en la cual el aceite vertirá y fluirá cuando se enfría sin agitación, bajo condiciones especificadas. En los productos combustibles, estas especificaciones son impuestas para asegurar fluidez del aceite por encima de las temperaturas establecidas. Los puntos de fluidez cuando se aplican a los lubricantes indican la mínima temperatura a la cual la circulación del aceite es segura.

Los aceites altamente parafínicos tienen altos puntos de fluidez, mientras que las fracciones aromáticas, tales como las que se obtienen en el craqueo catalítico son generalmente productos de bajo punto de fluidez.

C. PUNTO DE GOTEO

El punto de goteo en materiales plásticos, como grasas lubricantes, indica la temperatura a la cual una grasa comenzará a fluir y a perder su carácter geloso.

El punto de goteo de una grasa lubricante es la temperatura a la cual la grasa pasa del estado sólido plástico a un estado líquido cuando fluye por un orificio bajo condiciones de la prueba realizada para su determinación. La medida se realiza con fines de especificación, puesto que no da una medida de su comportamiento para uso.

D. PUNTOS DE FUSION DE LAS CERAS O PARAFINAS DEL PETROLEO.

Debido a que las ceras son mezclas de hidrocarburos de diferentes puntos de fusión, estas no funden a una temperatura definida sino sobre un rango de temperaturas, el cual es corto para la cera parafínica y extenso para la cera microcristalina y petrolato; de modo que para expresar las características de solidificación o fusión de estos productos se efectúa la medida de las temperaturas obtenidas por pruebas bajo condiciones esencialmente diferentes, cuyos resultados se conocen como :

Punto de fusión ASTM de cera parafínica.

Punto de derretimiento para cera microcristalina y petro-

lato.

Además un punto de congelación es aplicado al petrolato.

1. PUNTO DE FUSION ASTM DE CERA PARAFINICA. - El término punto de fusión ASTM de la cera parafínica es empleado por vicio o costumbre en los estándares americanos para indicar la temperatura a la cual la parafina se funde; por esto sería más indicado, solo como sugerencia, emplear las denominaciones de puntos de derretimiento o mejor punto de solidificación "setting point", utilizado en otras normas para expresar esta propiedad.

Se define el punto de fusión ASTM o solidificación de la cera parafínica como la temperatura a la cual la cera parafínica, previamente derretida, empieza a solidificarse, la cual muestra primero un cambio a velocidad mínima de temperatura cuando se permite enfriar bajo condiciones establecidas por el procedimiento de medida empleado.

2. PUNTO DE DERRETIMIENTO PARA PETROLATO Y CERA MICROCRISTALINA. - El punto de derretimiento es aquella temperatura a la cual el petrolato o la cera se pone lo suficientemente fluída para gotear del termómetro que se usa para efectuar la determinación, bajo condiciones previamente establecidas por el método de ensayo.

La medida de estas propiedades es requerida en cualquier cera particular con el objeto de clasificarla, puesto que de ello depende el uso al cual se le ha de destinar.

3. PUNTO DE CONGELACION DEL PETROLATO. - El punto de congelación de un petrolato es la temperatura a la cual el petrolato derretido cesa de fluir cuando se deja enfriar bajo condiciones prescritas, según el método de ensayo. Esta medida se aplica al petrolato con propósitos farmacéuticos, aunque también puede aplicarse a la cera parafínica.

E. PUNTO DE ABLANDAMIENTO

El punto de ablandamiento se aplica a materiales bituminosos, como asfaltos, breas o alquitranes para indicar el

comportamiento de estos materiales con la temperatura en orden a estimar ciertas exigencias de uso, a causa de que a medida que aumenta la temperatura, estos productos se vuelven más o menos blandos. Como los materiales bituminosos no cambian de estado sólido a líquido a una temperatura definida sino que se ablandan gradualmente durante el calentamiento, la medida tiene en cuenta estas circunstancias.

El punto de ablandamiento es la temperatura a la cual el material, previamente fundido y luego solidificado para ajustarlo a determinadas condiciones, se ablanda cuando se calienta a una velocidad especificada y otras condiciones prescritas por medio de medida.

3.5.2. PROPIEDADES DE RESISTENCIA

Los materiales bituminosos como el asfalto y las sustancias lubricantes como los aceites y grasas lubricantes en condiciones de servicio o aplicación, requieren propiedades resistentes a fuerzas o agentes externos; así por ejemplo, la fragilidad y ductibilidad influyen en la estimación de las características de resistencia deseables en la pavimentación para los asfaltos, y la capacidad para soportar cargas es importante cuando el aceite o la grasa es utilizada en ejes, piñones o engranajes de transmisión automotrices.

La Ductibilidad es una medida del alargamiento de un asfalto y se define por la distancia a la cual el material se elongará antes de romperse cuando dos extremos de una muestra de este, de forma definida, se estiran a una velocidad y temperatura especificadas.

La Fragilidad es un término relativo y se aplica a los asfaltos para dar una indicación de la capacidad de este para soportar cargas y golpes, como también, su resistencia a la vibración; los fenómenos dependen de la carga, velocidad de la carga, temperatura y otros factores; casi todos los asfaltos son frágiles si la carga es suficientemente rápida.

La Fricción entre dos superficies en rotación, como por ejemplo los ejes de una maquinaria los cuales se apoyan sobre

chumaceras o cojinetes por intermedio de una mangueta fabricada de material babitt, es reducida mediante lubricación adecuada interponiendo entre las piezas que se mueven una película de aceite o grasa; bajo tales circunstancias, los aceites y grasas lubricantes requieren buenas características de extrema presión, "E. P.", propiedades antifricción y capacidad para soportar cargas a las altas temperaturas de operación con el fin de que el rozamiento pueda reducirse en lo posible a un mínimo valor.

Para determinar estas propiedades "The National Lubrication Institute" se ha interesado en el desarrollo de métodos de ensayo en condiciones similares. a los de tales usos mediante pruebas de máquina las cuales dependen del valor y velocidad de la carga, temperatura de operación y tiempo tomado hasta que la falla para un pico de carga ocurra, que junto con otras condiciones como el desgaste de la jaula y balineras, condición de la grasa, etc. examinadas al final del ensayo cuando se efectúa el desmantelamiento de la máquina, proporcionan una medida del rendimiento del aceite o de la grasa.

3.6. PROPIEDADES TERMICAS

3.6.1. CAPACIDAD CALORIFICA Y ENTALPIA

1. CAPACIDAD CALORIFICA. - Es la cantidad de calor requerida para elevar en un grado la temperatura de la unidad de peso de una sustancia, y se expresa en BTU/lb^oF. o en Cal./Gr. ^oC. El agua tiene una capacidad calorífica unitaria a temperatura normal, por eso, la capacidad calorífica de las otras sustancias son referidas a la del agua y se designan como calor específico.

Los calores específicos son importantes cantidades en prácticas de refinación a causa de que son necesarias en todos los cálculos de recalentamiento de los productos del petróleo, por ejemplo en el diseño de hornos, rehervidores, enfriadores, etc.

La capacidad calorífica para productos líquidos y gaseosos es una propiedad que es función cercanamente lineal de la temperatura, pero dependiente de la gravedad específica, como se

indica por la siguiente ecuación, aplicable al petróleo crudo y sus fracciones :

$$C = \frac{1}{S} (0,388 + 0,00045 t) \quad (3.16)$$

Donde :

C : Capacidad Calorífica en BTU/lb. °F
S : Gravedad Específica, a 60 °F
t : Temperatura, en °F

2. ENTALPIA. - Para una sustancia en un estado físico dado, es la energía necesaria para elevar el contenido de energía calórica de la sustancia, desde un estado básico arbitrario, ordinariamente 77 °F, hasta las condiciones actuales.

El concepto de Entalpía es fundamental en los cálculos energéticos y puede calcularse fácilmente a partir de los datos de calor específico por integración gráfica o por la siguiente ecuación empírica, si la ecuación anterior dada para calor específico es lo suficientemente exacta :

$$H = \frac{1}{S} (0,388 t + 0,000255 t^2 - 12,65) \quad (3.17)$$

Donde :

H : Entalpía, BTU/lb.

Además existen diagramas de entalpía para varios hidrocarburos y fracciones del petróleo útiles para cálculos rápidos.

Las correcciones de presión son generalmente pequeñas y pueden calcularse fácilmente del coeficiente de Joule Thomson, como la medida de cambio en la presión cuando la variación en la presión se realiza sin alteración en la energía total del sistema, e integrada con respecto a la presión.

3.6.2. CALOR LATENTE

1. CALOR LATENTE DE FUSION. - Es el calor absorbido cuando una sustancia funde; o desprendido cuando la congelación ocurre. Solo para unos pocos hidrocarburos ha sido determinado, pero pueden utilizarse algunas reglas empíricas para su predicción; por ejemplo, para la serie parafínica normal ascendente los valores empiezan en 27 BTU/lb., para metano, y aumentan rápidamente hasta 72 BTU/lb. para octano, y alcanzan un límite asintótico de 100 BTU/lb. Las i-parafinas siempre tienen valores considerablemente más bajos que los compuestos isómeros normales, como también los nafténicos y aromáticos de igual peso molecular.

2. CALOR LATENTE DE VAPORIZACION. - Se define para un compuesto puro como el calor necesario para vaporizar una masa unitaria de sustancia líquida a su temperatura de ebullición. Es una propiedad de gran importancia en la industria del petróleo, a consecuencia de su relación con el diseño de equipos de destilación.

El calor latente de vaporización disminuye con la temperatura hasta un valor de cero en la temperatura crítica. A temperatura atmosférica los calores latentes de vaporización de los hidrocarburos varían aproximadamente de 75 BTU/lb. a 200 BTU/lb. o más.

Datos para esta propiedad a presiones diferentes de la atmosférica no son completos, de manera que es necesario acudir a métodos especiales; por ejemplo, el dado por la siguiente ecuación :

$$L = \gamma_c \frac{L_B T_c}{T_B} \quad (3.18)$$

Donde :

- L : Calor de vaporización a la temperatura absoluta T. ($^{\circ}$ R)
- L_B : Calor de vaporización a la temperatura de ebullición normal T_B ($^{\circ}$ R).

γ_c : Factor de corrección en función de la temperatura reducida : $T_B T_c$ "
 T_c : Temperatura crítica.

Para el cálculo de los calores de vaporización de los aceites de petróleo la siguiente ecuación es lo suficientemente precisa :

$$L = \frac{1}{S} (110,9 - 0,09t) \quad (3.19)$$

Donde :

L : Calor de vaporización en BTU/lb., a t °F.

S : Gravedad específica 60 °F.

3.6.3. CONDUCTIVIDAD TERMICA

La conductividad térmica es indispensable en los cálculos de transmisión de calor por radiación como destiladores de tubos, hornos, intercambiadores de calor, etc.

El valor de la conductividad térmica K, se expresa por la siguiente ecuación en unidades CGS, válida para aceites hidrocarbonados :

$$K = \frac{0.28}{S} (1 - 0,00054 t) \times 10^{-3} \quad (3.20)$$

Para el caso de parafinas debe utilizarse por encima del punto de fusión.

3.6.4. RELACIONES PRESION-VOLUMEN-TEMPERATURA PARA HIDROCARBUROS GASEOSOS

Los vapores de petróleo no siguen las leyes de los gases, pero generalmente vapores de bajo peso molecular, tales como gasolina natural y vapores de gasolina pueden manejarse como gases perfectos a presiones manométricas de 35 Psi sin intro-

ducir graves errores, mientras que para los vapores más pesados las leyes no son exactas, pero, pueden aproximarse a ellas mediante el empleo del factor de compresibilidad o basarse en ecuaciones de estado tales que describan adecuadamente las relaciones TVP como la ecuación de Benedict-Webb y Robin, la cual representa satisfactoriamente las relaciones termodinámicas de mezclas tanto en fase gaseosa como en líquida.

3.6.5. COMPRESION Y EXPANSION ADIABATICAS

Cuando los gases y vapores se comprimen o expanden en condiciones adiabáticas, el trabajo realizado y la cantidad de calor requerido dependen de la relación del calor específico a presión constante y calor específico a volumen constante, γ (gamma) :

La expansión de un gas puede expresarse siempre por la ecuación general de Poisson :

$$P_1 V_1^n = P_2 V_2^n = \text{Cte.} \quad P_1 V_1^\gamma = P_2 V_2^\gamma \quad (3.21)$$

La variación de temperatura originada por esta expansión o compresión adiabáticas, admitiendo la validez de la ley de los gases perfectos ($T = pV/nR$), se expresa por :

$$\frac{T_2}{T_1} = \frac{P_1}{P_2} \left(\frac{\gamma - 1}{\gamma} \right) \quad (3.22)$$

3.6.6. PROPIEDADES CRITICAS

El punto crítico es el punto máximo sobre la curva de presión de vapor en el cual el vapor y el líquido son indistinguibles; las propiedades de presión, volumen, temperatura, densidad, etc., cuando se refieren al punto crítico, se denominan condiciones críticas. Por encima de la temperatura crítica resulta imposible licuar un gas por más presión que se le aplique.

En la física del petróleo son de considerable interés las condiciones críticas particularmente en el cálculo de operaciones de refinación a altas presiones y temperaturas en la correla-

ción de las variables presión, volumen, temperatura y cálculo de algunas propiedades como viscosidad de vapores en función de variables críticas.

En términos de hidrocarburos específicos la temperatura crítica es baja para compuestos muy livianos y aumenta a medida que el peso molecular se aproxima a hidrocarburos más pesados; el orden de incremento de la temperatura crítica para algunos hidrocarburos es : Parafinas, n-parafinas, olefinas, naftenos y aromáticos.

Las constantes críticas para mezclas son determinadas con dificultad y no tienen significado particular en trabajos de ingeniería.

Generalmente las temperaturas y presiones "Seudo-críticas" han sido relacionadas con la gravedad y el punto de ebullición y son de mayor utilidad para determinar el comportamiento de las mezclas de hidrocarburos. El punto seudo-crítico en la forma desarrollada por W. B. Kay se define como el promedio de la temperatura y la presión críticas molales de los diversos constituyentes de la mezcla.

3.7. INDICES DE CORRELACION

En los trabajos con mezclas complejas, generalmente se combinan dos o más propiedades físicas para determinar el comportamiento promedio de la mezcla. En la mayoría de los casos, no hay técnicas analíticas para determinar la aromaticidad, naftenicidad o parafinicidad, y aunque los avances recientes permiten que tales métodos sean practicados, ellos son aún demorados, difíciles y costosos; por ello, se impone la necesidad de utilizar correlaciones.

Es obvio que las determinaciones de viscosidad, índice de refracción, punto de ebullición, son las más fáciles de efectuar y en la mayoría de los casos, estas determinaciones pueden hacerse con un grado de exactitud relativamente alto; de tal manera que los números de caracterización son determinados casi siempre de las cuatro inspecciones anteriores.

3.7.1. FACTOR DE CARACTERIZACION

Muy útil en la caracterización de los petróleos crudos y de mayor valor aún en la explicación de la parafinidad de las fracciones individuales.

Los valores del factor de caracterización deben estar comprendidos entre 10.5 a 13.0, pues de lo contrario indicarán un aumento de la parafinidad.

El factor de caracterización se relaciona con el número de cetano de los carburantes diesel y sirve para apreciar sus características de combustión en la medida en que aumenta con el número de cetano; igualmente, el factor de caracterización se relaciona con la viscosidad, el punto de anilina, el peso molecular, temperatura crítica, porcentaje de hidrógeno, etc., resultando, por tanto, que la mayoría de los datos de laboratorio pueden usarse para calcularlo :

$$K = \frac{\sqrt[3]{T_B}}{S} \quad (3.23.)$$

Donde :

- K : Factor de caracterización UOP.
- T_B : Punto de ebullición absoluto molal promedio, en grados Rankine ($^{\circ}R$); para ACPM T_B en el 50%.
- S : Gravedad específica a 60 $^{\circ}F$.

3.7.2. CONSTANTE VISCOSIDAD-GRAVEDAD

Esta propiedad se usa extensivamente en la caracterización de la parafinidad de los aceites lubricantes. Ha sido calculada por Houghton y Robb para 17 crudos con valores que varían desde 0.8 para materiales parafínicos, hasta aproximadamente 0.9 para materiales nafténicos. Se expresó inicialmente por la fórmula :

$$C.V.G. = \frac{10 S - 1,0752 \text{ Log } (V - 38)}{10 - \text{Log } (V - 38)} \quad (3.24.)$$

Donde :

V : Viscosidad Saybolt a 100 °F

S : Gravedad específica a 60 °F

Para aceites muy viscosos en los cuales es difícil medir su viscosidad a bajas temperaturas, se ha propuesto la siguiente fórmula, utilizando la viscosidad Saybolt a 210 °F :

$$C.V.G. = S - 0.24 - 0.022 \text{ Log } (V-35.5)/0.755 \quad (3.25)$$

Estas ecuaciones no concuerdan bien para aceites de baja viscosidad.

3.8. PROPIEDADES OPTICAS

3.8.1. COLOR

El color es la propiedad óptica más simple de las fracciones del petróleo.

Generalmente los hidrocarburos puros y livianos son incoloros y cristalinos, pero a medida que aumenta el peso molecular y la exposición a la temperatura, el compuesto empieza a oscurecerse; por tanto, el color se utiliza para estimar la contaminación de un producto.

Cuando es posible, el color de los productos del petróleo se mide en términos de luz transmitida, aunque a veces los aceites crudos y residuales se describen en términos de luz reflejada; sin embargo, no hay método en uso general para medir el color por reflejo de luz ni tampoco tiene otro significado que el de ayuda de identificación. En consecuencia, la medida de esta propiedad se efectúa por comparación del color de la luz transmitida con colores estándares en cronómetros normalizados, mediante cualquiera de los dos siguientes procedimientos.

- a. Midiendo la profundidad de la muestra de prueba requerida que haga juego con un color estándar.

- b. Mediante la selección de una serie de colores estándares se escoge el que se parezca más al color de una profundidad especificada de la muestra.

En el colorímetro Saybolt, una columna de aceite, de altura variable, se compara contra un disco "Standard" y los resultados se reportan en una escala de color arbitraria. El color Saybolt, se define por el número que relaciona la altura de líquido en una columna de vidrio con un disco coloreado o "Standard"; de tal manera que los colores se expresan según el instrumento empleado como son: el Tag-Robinson (Color T-R), el colorímetro Unión (Color U), el Cromómetro ASTM (Color ASTM).

Las unidades numéricas que se usan comercialmente para expresar el color, no son aditivas; así por ejemplo, un color Saybolt de 8 no es dos veces más oscuro que uno de 16, ni tampoco un color ASTM de 4 dos veces más oscuro que uno de 2.

3.8.2. INDICE DE REFRACCION Y DISPERSION REFRACTIVA

A. INDICE DE REFRACCION

Si un haz de luz pasa a través de una sustancia transparente, los rayos de luz se desvían con un ángulo diferente al de su ángulo de incidencia. Este fenómeno se designa como refracción y sirve para expresar en forma cuantitativa las características de desviación de la luz de una sustancia. El índice de refracción se define como la relación de la velocidad de la luz de una longitud de onda especificada, en vacío, a su velocidad en la sustancia bajo examen; o también, como el seno del ángulo de incidencia dividido por el seno del ángulo de refracción, al pasar la luz de un medio a otro.

En vista de que la determinación del índice de refracción es relativamente simple y exacta, esta propiedad ha venido a tener importancia en las correlaciones de refinería.

Todos los refractómetros para líquidos dan un índice de refracción relativo al aire más bien que al vacío, y este es el índice de refracción que generalmente se usa. El índice de refrac-

ción relativo al vacío es igual al índice de refracción relativo al aire multiplicado por el índice refractivo absoluto del aire (aproximadamente 1,00027).

Los índices refractivos de los líquidos varían inversamente con las longitudes de onda de la luz incidente y con la temperatura; por eso los valores reportados en la literatura son generalmente a 68 °F, usando una longitud de onda "D" característica del sodio (5.893).

La variación de los índices de refracción con la estructura molecular, es tal que las parafinas y naftenos indican valores relativamente bajos comparados con los aromáticos. Para operaciones tales como la hidroformación (Reforma catalítica de naftas a altas presiones y temperaturas), en la que considerable aromati-zación de la carga es necesaria, el incremento en el índice de refracción, entre la carga y el producto, puede utilizarse como un control en la medida de conversión.

Diferentes combinaciones de índices de refracción y gravedad han sido sugeridos como una mejora en las características para uso en problemas específicos; algunas de estas combinaciones son :

1. REFRACCION ESPECIFICA

$$r = \frac{n - 1}{n + 2} \cdot \frac{1}{d} \quad (3.26.)$$

La cual es completamente independiente de la temperatura y la presión.

2. INTERCEPCION REFRACTIVA

$$i = n - \frac{d}{2} \quad (3.27.)$$

Ocasionalmente utilizada en análisis de gasolina por tipos estructurales.

Donde :

n : Índice de refracción para la línea "D"
del sodio a 68 °F.

d : Densidad a 68 °F.

B. DISPERSION REFRACTIVA

La dispersión refractiva de una sustancia es la diferencia entre los índices refractivos para la luz de dos longitudes de onda diferentes, medidos ambos índices a la misma temperatura; generalmente para conveniencia en los resultados como números enteros, la diferencia que se obtiene se multiplica por 10.000.

C. DISPERSION ESPECIFICA

Es la dispersión refractiva dividida por la densidad a la misma temperatura :

$$D = \frac{n_f - n_c}{d} \cdot 10.000 \quad (3.28)$$

La cual ha sido utilizada para caracterizar productos de recicló catalítico.

Donde :

n_f y n_c : Son los índices de refracción para las líneas "F" y "C" del hidrógeno a 20 °C.

3.9. ESTABILIDAD A LA OXIDACION

Todos los productos del petróleo se oxidan cuando se ponen en contacto con el aire y esta oxidación se ve frecuentemente favorecida cuando se usan los productos a altas temperaturas; por tanto, es necesario considerar los productos de oxidación donde quiera que se deteriore un producto de petróleo, porque producen residuos indeseables y alteración del material en condiciones de ser-

vicio o almacenamiento, particularmente en aquellos tipos de servicio donde las condiciones de oxidación son bastante severas, por el empleo de los productos a temperaturas elevadas, como sucede con las gasolinas en los motores de combustión interna, combustibles para atomización en las toveras de los quemadores, o los aceites y grasas lubricantes en los engranajes y ejes de las máquinas y motores, etc., donde la habilidad del producto a resistir cambio químico por oxidación resulta de primordial importancia.

La estabilidad a la oxidación de los productos del petróleo, medida por la capacidad del producto para resistir oxidación, difiere para los varios tipos de hidrocarburos; así, los compuestos de cadenas saturadas son más resistentes a la oxidación que los compuestos aromáticos, en tanto que las olefinas se oxidan con relativa facilidad; por eso, el grado de oxidación difiere para cada producto; bajo tales circunstancias, merece considerar la estabilidad a la oxidación de las gasolinas, aceites lubricantes, aceites para turbina, aceites para transformador y de las grasas lubricantes.

3.9.1. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LAS GASOLINAS

La mayoría de las gasolinas, particularmente aquellas fabricadas por el proceso de craqueo, contienen compuestos olefínicos, los cuales son indiferentemente inestables y propensos a reaccionar con el oxígeno para formar productos de oxidación indeseables que son solubles en gasolina; de la cual rara vez constituyen un 0.1% en peso, pero pueden aparecer como residuos pegajosos o duros al evaporarse la gasolina en el motor. Este residuo se llama goma, y puede ser depositado cuando la gasolina se vaporiza en el múltiple de admisión del motor. Para propósitos de especificación y control de calidad de las gasolinas, estos depósitos se refieren diferentemente como gomas existentes o actuales y gomas finales o potenciales.

1. GOMA EXISTENTE. - Es aquella que ya se ha formado en la gasolina, antes de su determinación; por eso, también se conoce como Goma Preformada. Se define como la cantidad de residuo no volátil presente en el combustible al recibirlo para la prueba, esto es, el residuo de la evaporación del combustible

o porción de heptano insoluble del residuo de evaporación de la gasolina.

2. GOMA POTENCIAL O FINAL. - Es aquella que puede formarse con el tiempo, esto es durante almacenamiento, y por tanto sirve para indicar las dificultades que pudieran encontrarse cuando la gasolina no es llevada al mercado durante mucho tiempo. Se define como la cantidad de residuo obtenido mediante la evaporación al final de especificados períodos de envejecimiento u oxidación acelerada.

Los depósitos de goma, también son la causa de válvulas de admisión pegajosas, si están presentes en exceso al tiempo que se use la gasolina en un motor. La goma en la gasolina también puede causar el atascamiento de la tubería del combustible en equipos fuera de servicio que está almacenado por largos períodos.

Una medida del tiempo en el cual una gasolina puede estar almacenada, es expresada por el Período de Inducción, el cual está basado en la velocidad de formación de las gomas durante el almacenamiento, y como se ha relacionado al tiempo necesario para producir 10 grs. de goma en un ensayo de laboratorio de oxidación acelerada, de ahí que se puede preveer el tiempo en el cual una gasolina puede estar almacenada.

El Período de Inducción en horas es, aproximadamente igual a los meses que la gasolina puede estar almacenada bajo condiciones comerciales, y se define como el tiempo transcurrido entre la colocación de una bomba de prueba sellada, la cual contiene la muestra de gasolina bajo presión de oxígeno en un baño de calentamiento a 212 °F, y cuando ocurre el punto de contacto de ruptura (Break-down) al efectuarse la prueba para indicar la estabilidad de oxidación de las gasolinas, de acuerdo al estándar utilizado en la medida.

El Punto de Contacto de Ruptura, "Breakdown", es el punto en la curva de tiempo de presión que es precedido por una caída de presión de exactamente 2 libras por pulgada cuadrada (2 lbs./pulg.²) en 15 minutos y seguida por una caída no

menor de 2 libras por pulgada cuadrada (2lbs./pulg.²), también en 15 minutos.

Para asegurar la estabilidad en almacenamiento de las gasolinas, es práctica común añadir antioxidantes en concentraciones aparentes apenas de unas pequeñas partes por millón de gasolina.

3.9.2. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE ACEITES LUBRICANTES:

La oxidación de los aceites lubricantes conduce al desarrollo de material insoluble, el cual restringe los conductos del aceite perjudicando el flujo e interfiriendo en la operación auxiliar del equipo; además, la oxidación también puede ocasionar en el aceite un aumento en la viscosidad y desarrollo de acidez que trae como consecuencia efectuar limpieza periódica del sistema y reemplazo continuo del aceite. Es por tanto necesario conocer el contenido de insolubles y estabilidad a la oxidación tratándose particularmente de aceites para motor, aceites para turbina y aceites para transformador con el objeto de producir aceites mejorados y resistentes a la oxidación:

1. CONTENIDO DE INSOLUBLES EN ACEITES LUBRICANTES

USADOS.- Los aceites lubricantes usados, tales como los obtenidos del escurrimiento del cárter de los motores de combustión interna contienen productos de oxidación soluble y material contaminante suspendido que circula a través del sistema de lubricación durante su operación y que pueden sacarse del sistema durante o inmediatamente después de funcionamiento del motor; dichos materiales son insolubles en bencol y pentano normal e incluyen resinas y residuos sulfatados.

Las Resinas Insolubles incluyen betunes que son insolubles en n-pentano y solubles en bencol.

Los Residuos Sulfatados son insolubles en bencol e incluyen contaminación inorgánica de fuentes externas como también metales y compuestos metálicos producidos por desgaste y corrosión o por descomposición de aditivos.

Se denominan Insolubles en Pentano Normal, aquel material insoluble que puede separarse de una solución diluída de aceite en n-pentano; estos insolubles abarcan, los insolubles en benzol y también pueden incluir insolubles de material resinoso dicho antes, producidos por la oxidación del aceite y del combustible.

Los Insolubles en Benzol o Extrínsecos, son aquellas porciones de los insolubles de n-pentano que no son solubles en benzol. Además de la contaminación de fuentes externas y del desgaste de metales, los insolubles en benzol pueden incluir materia insoluble introducida de la región de la cámara de combustión del motor por oxidación y descomposición térmica del aceite, aditivos de aceite y del combustible.

El aceite lubricante no incluye depósitos en el sistema, ni tampoco partículas contaminantes grandes que puedan haberse separado del aceite.

2. ACEITES INHIBIDOS EN TURBINAS DE VAPOR. - La velocidad con que un aceite de turbina se oxida en servicio depende de la severidad de las condiciones de operación a los cuales está expuesto, como también de las características del aceite. La oxidación puede al fin proceder a tal grado que el aceite debe reemplazarse por las siguientes razones :

Los productos de oxidación formados pueden hacer difícil la circulación, debido al asentamiento o sedimentación, o por centrifugación el aceite del agua que entra al sistema de lubricación.

El aceite puede tornarse indeseablemente ácido o más viscoso que lo que se requiere para la operación normal de la turbina.

Por supuesto que lo menos frecuente que se necesite reemplazar el aceite, menos tiempo estará la turbina fuera de servicio, ya que la limpieza del sistema de lubricación consume tiempo.

3. ACEITES PARA TRANSFORMADOR. - La estabilidad a la oxidación de los aceites para transformador es importante, a causa de los inconvenientes que ocasionan los productos de oxidación por formación de lodos, resinas o material ácido sobre el embobinado, lo cual puede distorsionar las propiedades eléctricas del aceite.

Aditivos en la forma de inhibidores de oxidación son disponibles y efectivamente combaten el tipo de deterioración descrito antes, en todos los aceites lubricantes.

3.9.3. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LAS GRASAS

El grado de oxidación que una grasa sufrirá, es de particular importancia, cuando esta se aplica como una película delgada para recubrir superficies metálicas expuestas a la acción del oxígeno, a altas temperaturas de operación. Este es el caso cuando se usan en los cojinetes antifricción o piezas de motor para protegerlas contra la corrosión en tránsito, almacenamiento o mientras que esperan instalación, o en las condiciones de servicio a las altas temperaturas de funcionamiento, a causa de que en tales circunstancias, dicha película de grasa anticorrosiva es marcadamente susceptible a la oxidación; además podría producir o desarrollar acidez, y así conducir a la corrosión del metal que fue diseñado especialmente para protegerse de la acción corrosiva.

Para mejorar las características deseables de la resistencia a la oxidación se incorporan antioxidantes, los cuales suplen en alguna extensión estas dificultades.

3.10. CORROSION

Los productos del petróleo en condiciones de servicio no deben ser corrosivos puesto que se ponen en contacto con superficies metálicas. La corrosión es debida a compuestos de azufre presentes en el petróleo crudo; por tal razón, estos son removidos durante la refinación hasta el punto donde es practicable, a menos que no causen tendencias corrosivas en los productos refinados.

El control del contenido de azufre en combustibles para motor, disolventes, aceites para alumbrado y para artefactos de calefacción domésticos e industriales requiere una especial atención; por ejemplo, para combustibles, los productos de la combustión contienen compuestos que se vuelven corrosivos en presencia de la humedad, y los aceites para calefacción producen malos olores y contaminan la atmósfera. La corrosión también ocurre en los aceites y grasas lubricantes porque se oxidan para producir compuestos acídicos con tendencias corrosivas. Por tales motivos, es importante tener un conocimiento del contenido de azufre presente en el crudo y en sus fracciones, y de los compuestos de azufre, especialmente de sulfuros de hidrógeno y mercaptanos, a causa de su mayor efecto corrosivo, naturaleza venenosa para los catalizadores y producción de humos indeseables por su olor desagradable; todo esto hace que el azufre sea uno de los mayores problemas que deben afrontar las refinerías. También, por las mismas circunstancias, cualquier material acídico, especialmente en aquellos productos, en estado no refinado, debe ser controlado.

3.10.1. CONTENIDO DE AZUFRE

El contenido de azufre varía considerablemente en el crudo y en los muchos compuestos manufacturados de este; por tanto, un conocimiento de cantidad de azufre presente en el crudo, antes de cargarlo a las unidades de refinación, y en las fracciones sucesivas de este, es de primordial importancia para el control de los productos terminados que han de consumirse en los motores de combustión interna, lámparas de alumbrado y aparatos de calefacción, puesto que dichos compuestos si están presentes en cualquier compuesto de petróleo, se convierten durante la combustión a dióxido o trióxido de azufre que pueden causar corrosión debido a la formación de ácidos corrosivos. También debe controlarse el contenido de azufre o sus compuestos en productos que causan en la quema humos objetables por sus malos olores.

En productos livianos destinados a la fabricación de productos petroquímicos, los compuestos de azufre causan envenenamiento o deterioramiento de los catalizadores durante los procesos de conversión (polimerización, reformado, craqueo, etc.), de

modo que estos deben ser totalmente removidos. En las gasolinas, estos causan corrosión del silenciador y tubos de escape durante tiempo frío debido a la condensación de la humedad por la consecuente formación de ácido sulfuroso y sulfúrico. En aceites para alumbrado y aplicaciones de calentamiento, la emisión de los gases de combustión puede ser indeseable a causa de la contaminación del aire y por la producción de malos olores; lo mismo acontece cuando se usan estos aceites en hornos y calderas. Por tanto, es necesario conocer los contenidos de azufre en todos los productos del petróleo para lo cual existen ensayos específicos de laboratorio.

3.10.2. CONTENIDO DE SULFUROS CORROSIVOS

Los compuestos de azufre son así mismo corrosivos y propensos a atacar las superficies metálicas con las cuales están en contacto; estos son los sulfuros de hidrógeno y mercaptano, que además de la corrosión, producen humos de olores desagradables, debido al olor acre que dan los mercaptanos; por eso, en las refinerías se presta una especial atención a la presencia de estos sulfuros para los crudos que han de ser cargados a las unidades de refino. También estos compuestos son los que causan directamente el envenenamiento de los catalizadores en los procesos de conversión. Por tanto, la determinación de sulfuros es útil para estimar el grado de tratamiento o refino deseado con el fin de controlar todas estas muestras.

3.10.3. ACIDEZ Y ALCALINIDAD

Los productos del petróleo en estado no refinado a menudo contienen pequeñas cantidades de material ácido; este es normalmente removido durante la refinación y los productos terminados son, por eso, esencialmente neutros. Algunos productos tales como combustibles y materiales bituminosos no necesitan posterior refinamiento, y pueden retener aún ciertos compuestos orgánicos, los cuales se conocen como ácidos nafténicos; su presencia es a veces una ventaja como es el caso del bitumen usado para la manufactura de emulsiones asfálticas.

Las grasas que son fabricadas por incorporación de rellenos, generalmente de jabón, o jabones en aceites lubricantes,

pueden contener pequeñas cantidades de ácido libre, álcali libre, o ambos; la presencia o ausencia de estos, puede afectar profundamente las propiedades y estabilidad de las grasas.

La oxidación de los productos del petróleo produce también material ácido que conduce a la posterior deterioración del producto; por ejemplo, este es el caso de los aceites lubricantes. Esta puede seguirse, midiendo su acidez a intervalos. Cuando esto ha de hacerse, las medidas de acidez o alcalinidad se expresan como números de ácido o de base respectivamente, los cuales se definen a continuación :

1. NUMERO DE ACIDO TOTAL. - Es la cantidad de base expresada en mgs. de hidróxido de potasio (KOH) requerida para neutralizar todos los constituyentes ácidos presentes en 1 gramo de muestra.
2. NUMERO DE ACIDO FUERTE. - Es la cantidad de base expresada en mgs. de hidróxido de potasio (KOH) requerido para neutralizar los constituyentes de ácido fuerte presentes en 1 gramo de muestra.
3. NUMERO DE BASE TOTAL. - Es la cantidad de ácido expresada en términos del número equivalente de mgs. de hidróxido de potasio (KOH) requerido para neutralizar todos los constituyentes básicos presentes en 1 gramo de muestra.
4. NUMERO DE BASE FUERTE. - Es la cantidad de ácido expresada en términos del número equivalente de mgs. de hidróxido de potasio (KOH) requerido para neutralizar los constituyentes de base fuerte presentes en 1 gramo de muestra.

La determinación de la acidez puede, por consiguiente, considerarse como una prueba de control de refinería que tiene en cuenta la medida del cambio del producto con el uso; sin embargo, los ácidos orgánicos débiles no son tan corrosivos; por ejemplo, los ácidos sulfurosos, en la proporción en que ellos están presentes, normalmente tienen poco efecto sobre las superficies metálicas, y el mayor peligro de su presencia es la de ayudar a producir una tendencia mayor a la formación de lodos y/o emulsiones persistentes.

3.11. INFLUENCIA DE LA COMPOSICION SOBRE LAS PROPIEDADES.

Los productos del petróleo para cada servicio específico requieren diferentes propiedades, las cuales caracterizan el producto, y dependen de su composición; por eso, es conveniente distinguir entre el efecto de la composición sobre las propiedades del petróleo existente en estado natural y la de los productos acabados o resultantes de las operaciones de refinación, puesto que estos últimos contienen compuestos que no existían en el crudo original o que si bien están presentes, solo se encuentran en cantidades muy insignificantes.

En el crudo original, por la presencia de compuestos parafínicos o nafténicos puede predecirse la base del crudo, la cual es útil, puesto que a partir de ella el refinador puede determinar el sistema de refinación adecuado, el tipo de productos que pueden obtenerse del crudo y las dificultades probables que en el refino pudieren encontrarse; otros constituyentes presentes en el crudo afortunadamente en cantidades muy pequeñas, son totalmente indeseables porque causan efectos desde todo punto de vista perjudiciales para las operaciones de refino o para los diversos usos de los productos terminados, y se refieren, además, del efecto dañino del azufre por su naturaleza corrosiva, a los contenidos de agua, sedimento y sal; también a la presencia de residuo carbonoso, ceniza y contaminantes metálicos; y, por otra parte, a los contenidos de asfaltos y ceras en cierto tipo de crudos ejercen una gran influencia en la operación de refinación.

En los productos terminados del petróleo es de gran valor cerciorarse del tipo de hidrocarburos presentes en cada producto porque da un índice de su calidad; por ejemplo, especialmente los combustibles deben generalmente tener una buena proporción de hidrocarburos parafínicos y cantidades menores de nafténicos y aromáticos, con los olefínicos ausentes o en muy pequeña proporción, para obtener un carburante de buena calidad. En otros compuestos, por ejemplo, las naftas para disolventes se requiere buena proporción de aromáticos con el fin de suministrar una alta po=

tencia solvente sobre las sustancias a las cuales han de aplicarse, tal como las gomas, lacas, barnices, grasas o ceras y lograr así una excelente acción diluyente o limpiadora. El punto de anilina es uno de los medios más fáciles para estimar la aromaticidad o parafinidad de los productos y/o su poder solvente. En aceites lubricantes, prima el contenido nafténico, y alternativamente, son indispensables las propiedades detergentes si estos se usan en la lubricación de motores. En las grasas lubricantes, es deseable el valor de saponificación para identificar la presencia del material grasoso. En las ceras parafínicas se requiere el contenido de aceite en la cera puesto que la cera parafínica refinada debe estar libre de aceite. Finalmente, en los asfaltos, dependiendo del crudo, el contenido de asfaltenos y los ensayos de solubilidad son de valor para juzgar la calidad del bitumen.

3.11.1. DEPOSITOS Y CONTAMINANTES

Las principales impurezas se refieren además del azufre, a la presencia de agua, sedimento y sal, las cuales deben removerse del crudo para evitar problemas en las operaciones de refinación. Los depósitos y residuos contaminantes, como son el residuo carbonoso, ceniza e impurezas metálicas, han de conocerse para estimar la calidad de los destilados pesados, escoger su tratamiento adecuado y uso.

1. AGUA Y SEDIMENTO.- Prácticamente todo petróleo "in situ" está en contacto con la denominada agua de formación, dispersa en los pozos del yacimiento, la cual se extrae simultáneamente con el petróleo; por eso, es necesario reducir esta cantidad por medio de los diferentes métodos de deshidratación, como son la sedimentación, calentamiento y precipitación eléctrica; no obstante, su presencia puede observarse a causa de la formación de emulsiones debido a que los sistemas de producción que lleva consigo como son las operaciones de agitación, por ejemplo el bombeo. Estas emulsiones se presentan con mayor frecuencia en petróleos de tipo nafténico que en los de base parafínica de baja densidad. El sedimento se encuentra en pequeña cantidad conjuntamente con el agua, pero, la cantidad de esta es variable a causa de las diferentes ope-

raciones a que se ha sometido el aceite antes de procesarlo; no obstante, el contenido de agua presente en el crudo causa comportamiento errático de las unidades de destilación por la formación de vapor al alcanzar las elevadas temperaturas de operación de las plantas; y, el sedimento tiene la tendencia a tapar las líneas de alimentación de combustible, bombas, intercambiadores de calor y equipo accesorio, donde quiera que se use.

2. SAL.- Las sales contenidas en el crudo se componen principalmente de mezclas de cloruros de sodio, calcio, hierro y magnesio. Estas, junto con el agua y sedimento, se encuentran en los yacimientos de petróleo, por eso, es preciso, someter el crudo a un previo proceso de desalinado. No obstante, puede estar presente en el crudo en una extensión mayor o menor debido al contacto con salmuera del campo de petróleo, o a veces del mar, ya en forma de gotas de salmuera o de sales libres, las cuales pueden producir corrosión principalmente por los cloruros de magnesio porque éstos son propensos a hidrolizarse por calentamiento y formar ácido clorhídrico libre. Además, las sales, como el agua y sedimento, pueden causar bloqueos en las unidades de destilación e incrustaciones en el equipo asociado; por tales razones, se dispone de equipos de desalinado tanto en los campos de petróleo como en las refinerías, para reducir los contenidos de sal hasta por lo menos 1 lb./4.000 galones de crudo para evitar cualquiera de estas molestias en las operaciones de refinación.

3. RESIDUO CARBONOSO.- Los productos del petróleo son mezclas de muchos compuestos que difieren marcadamente en sus propiedades físicas y químicas; algunos de ellos pueden ser vaporizados sin dejar un residuo apreciable, mientras otros son no volátiles y dejan un depósito cuando son destilados destructivamente bajo tales condiciones. Este depósito se conoce como residuo carbonoso cuando es determinado de acuerdo a procedimientos prescritos y su estimación es solicitada porque indica la tendencia de un aceite a producir coque y proporciona una idea general en cuanto se refiere al contenido de aceite pesado para la manufactura de aceites lubricantes.

4. CENIZA Y CONTAMINANTES METÁLICOS.- El contenido de ceniza en el petróleo es debido a polvos o sustancias metálicas presentes en la forma de compuestos solubles o disueltos en las pequeñas gotas de agua dispersas en el crudo o, como partículas sólidas de materia inorgánica en suspensión. Estos compuestos se refieren como los contaminantes metálicos asociados en el crudo, o materia inorgánica, e incluyen principalmente los compuestos de Vanadio y Níquel, más contaminación adicional por parte de hierro, sodio y calcio, todos los cuales pueden concentrarse durante las operaciones de refinación en los aceites residuales. No obstante, la contaminación de los aceites residuales puede deberse no solo a estos contaminantes asociados al crudo sino también a las sales e impurezas recogidas durante las operaciones de tratamiento. Además, por supuesto, la contaminación metálica puede ser causada por aquellos aditivos empleados en la mejora de las propiedades específicas del aceite. Este tipo de contaminación no se presentará en los recobrados livianos del petróleo a causa de que siempre tienden a acumularse en el combustible o crudo residual y asfalto.

3.11.2. TIPO DE HIDROCARBUROS

La calidad de los combustibles del petróleo de todas las clases frecuentemente está relacionada con las propiedades de los hidrocarburos de los cuales están compuestos; de ahí, que el conocer los tipos de hidrocarburo es usado con frecuencia en estudios de comportamiento y para la utilización de los crudos disponibles de la mejor manera posible; por consiguiente, tener un conocimiento de la proporción de hidrocarburos parafínicos, olefínicos, nafténicos y aromáticos (PONA) en las naftas, gasolinas para automotor y aviación, turbocombustibles, queroseno, ACPM y aceites lubricantes es deseable para examinar las características deseables para cada una de estas fracciones con el fin de darles el mejor de los usos posibles a disposición.

En general el orden de preferencia para la mayoría de los productos del petróleo es : parafínico, nafténico y aromático respectivamente; las olefinas son generalmente indeseables

a causa de que son las que provocan la formación de gomas. La proporción de olefinas y aromáticos en cualquiera de los productos es útil para identificar y determinar su valor como disolvente, combustible o materia prima para otros procesos, puesto que los destilados de alto contenido aromático podrían usarse bien como disolventes y/o como combustibles; por ejemplo en la gasolina, el conocimiento del contenido de aromáticos, es importante en estudios de investigación para los procesos de elaboración y sus rendimientos; una elevada proporción de saturados y aromáticos da una indicación de la fracción como base para combustibles motoro; para identificar y clasificar este destilado. El benceno y tolueno en destilados del petróleo sirve para establecer su valor como aceite de base para la producción de aromáticos (Benceno, Tolueno y Xilenos).

3.11.3. PUNTO DE ANILINA

El punto de anilina es un índice arbitrario, pero de extraordinario valor en la caracterización de los productos del petróleo; por eso, fue una de las primeras propiedades propuestas para el análisis de grupos de los compuestos del petróleo a causa de que la anilina tiene una acción disolvente selectiva sobre los hidrocarburos; los aromáticos son más solubles en anilina que los nafténicos y parafínicos;

El Punto de anilina se define como la temperatura mínima a la cual ocurre miscibilidad completa de volúmenes de anilina y de la muestra bajo prueba.

Existe también el Punto Mezclado de Anilina, definido por la temperatura mínima para la miscibilidad completa de una mezcla de dos volúmenes de anilina, un volumen de la muestra bajo prueba y un volumen de heptano normal de alta pureza especificada.

El punto de anilina en las fracciones de queroseno, ACPM y destilados, principalmente, es útil para indicar la presencia de hidrocarburos aromáticos que son los que producen en la quema una llama humeante. El punto de anilina merma ligeramente cuando aumenta el peso molecular, y en consecuencia los

porcentajes de constituyentes aromáticos y nafténicos, pero, aumenta con el grado de parafinidad de la muestra, ya que en la medida de este índice, la anilina es miscible por calentamiento, en los hidrocarburos parafínicos; de este modo, los productos de altos puntos de anilina, tendrán bajo contenido de aromáticos y nafténicos, y por eso, altos de parafina. Sobre esta base, resulta posible calcular el calor de combustión aproximado. También la efectividad de los diversos aceites de rocío y la potencia de los disolventes, limpiadores, adelgazadores, etc. depende del contenido de aromáticos en estos productos. Por tales razones se especifica frecuentemente el punto de anilina para caracterizar los disolventes y aceites lubricantes altamente refinados. En estos últimos la presencia de cantidades excesivas de hidrocarburos aromáticos tiende a ocasionar efectos de engrosamiento y deterioro en los cauchos naturales y sintéticos cuando se ponen en servicio; por ejemplo, en partes que pueden rozarse como empaques y sellos de caucho de los equipos.

3.11.4. DETERGENCIA DE LOS ACEITES PARA MOTOR.

Los aceites con propiedades detergentes son necesarios para los motores diesel, aunque los de base nafténica son bastante eficaces y son aconsejables para motores de encendido por chispa para uso pesado; por consiguiente, a los aceites destinados para motor han de adicionársele agentes detergentes, tales como los jabones de calcio del ácido dicloroesteárico o los naftenatos metálicos, los cuales tienden a prevenir en el aceite la sedimentación de los materiales carbonosos o lodosos, que además, limpiarán un motor que esté sucio de esos productos.

Cuando se emplea un aceite detergente, el aceite del cárter aparece inmediatamente oscuro y sucio debido al lodo que se lleva en suspensión, y cuando un aceite de este tipo se usa por primera vez en un motor sucio, desprende tanto material que debe renovarse por lo menos dos veces más de lo acostumbrado a intervalos de 500 a 800 kilómetros para extraer los residuos. Las altas temperaturas tienden a causar una rápida oxidación del aceite sobre la carga del pistón y aro superior con la formación de sustancias asfálticas sólidas cuando se usan aceites de base parafínica, pero solamente lodo cuando se usan aceites de ti-

po nafténico o detergente; por eso, al emplear aceites parafínicos, tienden a formarse depósitos semejantes a un "barniz" sobre las partes inferiores de los pistones, mientras que en motores diesel se forman depósitos de coque alrededor del aro superior. Los aceites detergentes no tienen suficiente eficacia en la separación de los depósitos que se producen en los motores encendidos por chispa, pero en cambio suprimen en gran escala la formación de coque en los motores diesel, al mantener en suspensión las sustancias carbonosas.

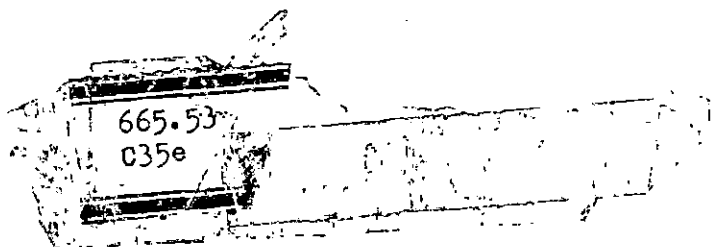
3.11.5. INDICE DE SAPONIFICACION DE LAS GRASAS

Los productos del petróleo, particularmente los aceites lubricantes mezclados, contienen frecuentemente material grasoso, y es el índice de saponificación la medida del porcentaje de grasa del aceite grasoso presente.

El Número de Saponificación es la cantidad de álcali necesaria para saponificar una cantidad definida de muestra, y se expresa como el número de mgs. de hidróxido de potasio (KOH) necesario para saponificar 1 gr. de muestra.

El Número de Saponificación de Acido Fuerte es el número de mgs. de hidróxido de potasio (KOH) consumidos por los constituyentes del ácido fuerte en 1 gr. de muestra.

El Número de Saponificación de Base es el número de mgs. de hidróxido de potasio (KOH) equivalente al exceso de los constituyentes básicos presentes después de saponificar 1 gramo de muestra.



CAPITULO CUARTO

PRUEBAS DE LABORATORIO

Como se mencionó en el capítulo anterior, para que pueda formularse un programa de refinación, procesamiento y diseño, el refinador necesita conocer las propiedades físicas y químicas del petróleo crudo, de los productos parcialmente refinados y de los productos terminados; por esta razón, grán número de ensayos han sido estandarizados para tales propósitos, por entidades tales como : "The American Society for Testing and Materials" (ASTM), por el "The Institute of Petroleum" (IP). Los detalles sobre aparatos y operación de los mismos son suministrados por publicaciones periódicas de estas corporaciones.

Muchas otras pruebas se emplean en laboratorios particulares, pero son métodos para propósitos muy específicos, algunos de los cuales son de carácter confidencial y se mantienen en reserva.

La mayoría de los ensayos y los términos usados son peculiares de la industria del petróleo y se hacen extensivos a más de un producto; se realizan en las varias etapas de fabricación, así como en el almacenamiento y distribución, extendiéndose desde los productos crudos e intermedios hasta los productos terminados.

Han sido adoptados porque pueden ser rápidamente ejecutados y fácilmente repetidos mediante técnicas de laboratorio e interpretados como una función del resultado del producto mientras estén en uso, de tal suerte que prestan un incalculable beneficio en control de calidad; pero, por lo común, no son científicamente e-

xactos, de ahí que los procedimientos para cada prueba deben ser cuidadosamente especificados si se desea obtener resultados seguros.

4.1. ENSAYOS DE VOLATILIDAD

La medida de la volatilidad es de especial importancia para la caracterización general de los combustibles destilados del petróleo como son el gas licuado del petróleo, gasolina natural, naftas, gasolina motor y de aviación, querosenos, ACPM, gasóleos y combustóleos, porque permiten apreciar la tendencia con que estos combustibles se evaporan.

Los métodos específicos para determinar la volatilidad del petróleo y sus productos líquidos se refieren a las características de funcionamiento o requisitos de seguridad; por ejemplo :

Las pruebas de destilación y presión de vapor permiten estimar las características de arranque, distribución a los cilindros y obturación de vapor en una gasolina.

Los puntos de chispa y encendido y la prueba de explosividad sirven para indicar la inflamabilidad en los querosenos, y combustibles residuales respectivamente, aunque también son indicativos de la volatilidad especialmente en fracciones más pesadas. ✓

4.1.1. PRESION DE VAPOR

La determinación de la presión de vapor se lleva a cabo en los gases licuados del petróleo, crudos y productos livianos de este, especialmente la gasolina, como una prueba de volatilidad por los métodos ASTM-D-323 (IP-69 o 171) y ASTM-D-1267 (IP-161). Las pruebas se realizan en un aparato Reid a 100 ° F, el cual tiene una cámara inferior que se llena con la muestra y se conecta a una cámara de aire provista de un manómetro que registra el aumento de presión como presión de vapor Reid (PVR).

El método ASTM-D-323 se utiliza para medir la "PVR" de la gasolina, la cual influye en características tales

CAPITULO CUARTO

PRUEBAS DE LABORATORIO

Como se mencionó en el capítulo anterior, para que pueda formularse un programa de refinación, procesamiento y diseño, el refinador necesita conocer las propiedades físicas y químicas del petróleo crudo, de los productos parcialmente refinados y de los productos terminados; por esta razón, gran número de ensayos han sido estandarizados para tales propósitos, por entidades tales como : "The American Society for Testing and Materials" (ASTM), por el "The Institute of Petroleum" (IP). Los detalles sobre aparatos y operación de los mismos son suministrados por publicaciones periódicas de estas corporaciones.

Muchas otras pruebas se emplean en laboratorios particulares, pero son métodos para propósitos muy específicos, algunos de los cuales son de carácter confidencial y se mantienen en reserva.

La mayoría de los ensayos y los términos usados son peculiares de la industria del petróleo y se hacen extensivos a más de un producto; se realizan en las varias etapas de fabricación, así como en el almacenamiento y distribución, extendiéndose desde los productos crudos e intermedios hasta los productos terminados.

Han sido adoptados porque pueden ser rápidamente ejecutados y fácilmente repetidos mediante técnicas de laboratorio e interpretados como una función del resultado del producto mientras estén en uso, de tal suerte que prestan un incalculable beneficio en control de calidad; pero, por lo común, no son científicamente e-

xactos, de ahí que los procedimientos para cada prueba deben ser cuidadosamente especificados si se desea obtener resultados seguros.

4.1. ENSAYOS DE VOLATILIDAD

La medida de la volatilidad es de especial importancia para la caracterización general de los combustibles destilados del petróleo como son el gas licuado del petróleo, gasolina natural, naftas, gasolina motor y de aviación, querosenos, ACPM, gasóleos y combustóleos, porque permiten apreciar la tendencia con que estos combustibles se evaporan.

Los métodos específicos para determinar la volatilidad del petróleo y sus productos líquidos se refieren a las características de funcionamiento o requisitos de seguridad; por ejemplo :

Las pruebas de destilación y presión de vapor permiten estimar las características de arranque, distribución a los cilindros y obturación de vapor en una gasolina.

Los puntos de chispa y encendido y la prueba de explosividad sirven para indicar la inflamabilidad en los querosenos, y combustibles residuales respectivamente, aunque también son indicativos de la volatilidad especialmente en fracciones más pesadas.

4.1.1. PRESION DE VAPOR

La determinación de la presión de vapor se lleva a cabo en los gases licuados del petróleo, crudos y productos livianos de este, especialmente la gasolina, como una prueba de volatilidad por los métodos ASTM-D-323 (IP-69 o 171) y ASTM-D-1267 (IP-161). Las pruebas se realizan en un aparato Reid a 100° F, el cual tiene una cámara inferior que se llena con la muestra y se conecta a una cámara de aire provista de un manómetro que registra el aumento de presión como presión de vapor Reid (PVR).

El método ASTM-D-323 se utiliza para medir la "PVR" de la gasolina, la cual influye en características tales

como facilidad de arranque y cierre de vapor de los motores; también puede adaptarse para gasolina natural de 26 lbs. por métodos especiales de muestreo.

El método ASTM-D-1267 emplea el mismo procedimiento con ligeras modificaciones en el equipo y es usado para medir la PVR de los gases licuados del petróleo (LPG).

La PVR también es una indicación de la presión que puede desarrollarse durante almacenamiento y seguridad en el transporte de estos productos, por eso es útil en diseños de tanques de almacenamiento, y como norma de seguridad en el vaciado de muestras de laboratorio, ya que la temperatura a la cual deben enfriarse es función de la presión de vapor, como se muestra a continuación:

Presión de Vapor Reid (psi)	Temperatura Máxima de Vaciado recomendada (°F)
45	0
40	7
35	14
30	22
25	31
20	41
15	55
10	71
5	110

4.1.2. PUNTOS DE INFLAMACION Y DE ENCENDIDO

Para la determinación de estas propiedades se realizan comúnmente dos tipos de pruebas según la clase de producto:

- La prueba de copa cerrada para aceites livianos, como el queroseno.
- La prueba copa abierta para productos pesados como asfaltos y aceites lubricantes.

En ambos ensayos, una cantidad de producto es calentada en un crisol cubierto con una copa removible, de manera tal, que el calentamiento se realiza lenta y uniformemente en presencia de una pequeña llama dirigida hacia la muestra bajo ensayo hasta que ocurra una chispa, esto es inflamación, seguida posteriormente por la formación de una llama continua, o sea encendido; se indican por un termómetro como puntos de chispa y encendido, respectivamente.

Los puntos de inflamación o chispa no son usualmente determinados en productos volátiles, como gasolina y solventes livianos, debido a que las temperaturas de inflamación de estos productos están por debajo de la temperatura atmosférica normal, pero en querosenos y combustibles pesados sí son altamente reconocidos por indicar el grado de inflamabilidad, o bien una estimación de su volatilidad, aunque en lubricantes se utilizan más bien como un control de refinería o para propósitos de clasificación.

La medida de estas propiedades se efectúa en aparatos estandarizados como el Tagliabue o "Tag", Abel, Pensky-Martin, y el de Copa Abierta de Cleveland.

Las pruebas en el aparato "Tag" miden el punto de chispa y se realizan por los métodos ASTM-D-56, para Copa Cerrada, y ASTM-D-1310, para Copa Abierta. El primero se utiliza para aceites livianos que inflaman por debajo de 175 °F., a excepción de los productos dosificados como el aceite combustible. El segundo se aplica a los asfaltos líquidos, mezclados con destilados.

Las pruebas en el aparato de Pensky-Martin se efectúan para medir el punto de chispa por el método ASTM-D-93 o IP-34, para Copa Cerrada que se aplican a aceites combustibles, materiales viscosos y sólidos en suspensión, pero no es aplicable a aceites secantes, asfaltos líquidos o ceras líquidas tipo solvente.

Las pruebas en el aparato de Copa Abierta de Cleveland según el método ASTM-D-92, sirven para la determinación de los puntos de inflamación como de encendido y se aplican a todos los productos del petróleo con excepción del combustóleo y aquellos

materiales que tengan un punto de inflamación, en copa abierta, inferior a 175 °F.

4.1.3. EXPLOSIVIDAD

La explosividad es también una indicación de la volatilidad de un producto, principalmente de crudos y combustibles, y está íntimamente relacionada con el punto de inflamación y de encendido.

Para determinar el porcentaje de explosividad aproximado de los vapores originados de un combustible se emplea el método FT-MS-1151-1 que mide el grado de explosión de los vapores producidos bajo condiciones específicas, usando un indicador de gas el cual ha sido calibrado con un hidrocarburo gaseoso de explosividad conocida.

4.1.4. DESTILACION

Los medios para determinar el rango de ebullición se realizan por ensayos de destilación:

Cuando una muestra de hidrocarburos es calentada en un recipiente abierto, los componentes más livianos tienden a salir primero, dejando una mezcla menos volátil en el recipiente, y si el calentamiento se mantiene, la temperatura aumentará gradualmente hasta que todo el producto ha destilado; entonces, se inicia su descomposición térmica, como se aprecia por la aparición de humos y lecturas críticas.

Varios ensayos de destilación son conocidos, pero, los más ampliamente utilizados son las pruebas de destilación Hempell, Engler (ASTM), y el Fraccionamiento "15/5" o destilación de puntos de ebullición verdaderos (TBP). Estos ensayos describen procedimientos de separación estandarizados que se distinguen entre sí, por el empleo de muestras progresivamente más grandes, como también por el propósito por el cual el ensayo se efectúa:

Las pruebas de destilación Hempell y ASTM emplean muestras de 100 a 300 cc. y se utilizan para dar una idea de la na-

turalidad del petróleo o con fines de caracterización de las fracciones basadas en la estimación de la volatilidad de estas mediante dicho ensayo.

La destilación TBP, en cambio, utiliza muestras grandes, de 1 a 5 galones, con el objeto de separar un suficiente número de fracciones para someterlas a subsiguientes análisis. Esta es una destilación precisa donde los puntos de ebullición de las fracciones que se están destilando se van conociendo exactamente a medida que transcurre el fraccionamiento.

A. DESTILACION HEMPELL

La destilación Hempell (IP-24) permite apreciar, como un paso preliminar, a groso modo la naturaleza y volatilidad de un crudo en forma rápida y económica para rangos de ebullición fijos. En prácticas de laboratorio, este conocimiento preliminar prevé una mejor operación del equipo "15/5" en el desarrollo de la destilación TBP, y a la vez permite conocer la base del crudo.

El equipo de ensayo es una modificación del recomendado por "The Bureau of Mines", para análisis de crudos, el cual consiste de una columna de empaque de 300 cc. de capacidad, cuyo relleno puede ser un material de vidrio o una cadena de hierro.

B. DESTILACION ASTM

Las pruebas de destilación ASTM son normalmente realizadas a todos los productos líquidos del petróleo y a ciertos lubricantes y combustibles residuales, ya que estos se venden en base a los porcentajes y temperaturas de destilación ASTM. Como medio de cerciorarse de la volatilidad de los productos del petróleo es útil, puesto que la información preliminar acerca de la etapa inicial de vaporización suministrada por las pruebas de inflamación y de encendido o de presión de vapor no son suficientes o bien no siempre son posibles.

El Comité D-2 de la ASTM ha normalizado 7 procedimientos para la destilación del petróleo y los productos de este, de

los cuales seis se efectúan a presión atmosférica : D-86, D-158, D-216, D-285, D-447 y D-1088, uno a presión reducida : D-1160.

D-86 (IP-123) : Se usa para destilar gasolinas motor y de aviación, turbocombustibles, disolventes, naftas, querosenos, gasóleos, aceites combustibles y productos similares.

D-285 : Se utiliza para destilar petróleo crudo, que suministra el porcentaje y el rango de ebullición de la nafta de cualquier petróleo crudo de clase comercialmente conocida, pero no es específica qué calidad de producto se define como nafta ni tampoco puede esperarse que duplique los resultados de operaciones de refinación comercial.

D-1160 : Se emplea para destilar productos de alto punto de ebullición que se descomponen cuando se destilan a presión atmosférica; se aplica a productos del petróleo que pueden ser parcial o completamente vaporizados a una temperatura de líquido máxima de 750 °F. y presión reducida hasta 1 mm. de Hg. absoluto. En este método las temperaturas medidas deben corregirse respecto a la temperatura atmosférica normal.

C. EVAPORACION ASTM

La escala de evaporación y pérdidas son de importancia para todos los productos del petróleo volátiles, para algunos productos de baja volatilidad que se usan a altas temperaturas y para muchos disolventes o adelgazadores.

Se ha encontrado deseable un método de prueba para determinar la pérdida por evaporación, tal es el método ASTM-D-972, usado para grasas y productos lubricantes. Estos productos cuando se han fabricado para servicio a baja temperatura pueden tener una volatilidad alta a temperaturas superiores.

D. DESTILACION TBP

Este ensayo es de extrema importancia en la evaluación de crudos porque permite identificar las fracciones separadas del petróleo crudo en una forma mucho más exacta que las anteriores determinaciones por ser un fraccionamiento preciso; por tanto

pueden efectuarse cortes de la manera como se deseen por suministrar las temperaturas de ebullición en todo el rango de ebullición en forma exacta.

Este ensayo se realiza en equipos piloto, como el Fraccionador "15/5", los cuales son una réplica de las plantas industriales, y por consiguiente, operan de manera similar; por eso, los resultados obtenidos son también útiles para averiguar datos de refinación de proceso de las plantas. Se distinguen dos condiciones en los procesos de operación de estas plantas :

- a. Operación a presión atmosférica para separar fracciones hasta donde las condiciones lo exijan de modo que no ocurra craqueo, lo cual sucede generalmente cuando la temperatura de fondos alcanza valores de 650 °F.
- b. Operación a presión reducida y alto vacío, para productos pesados que no pueden separarse a presión atmosférica. Cuando se opera a presiones reducidas es necesario corregir las temperaturas obtenidas a temperaturas equivalentes a la atmosférica "AET", la cual es función de la presión de operación.

4.2. ENSAYOS DE COMBUSTION

Los combustibles líquidos del petróleo requieren condiciones muy diversas para las diferentes características de combustión a las cuales ellos deben funcionar.

Las características de combustión de las gasolinas para automotor y de aviación son diferentes de aquellas necesarias en los ACPM para motores Diesel, aunque los tres se consumen en los cilindros de los motores de combustión interna.

Los aceites para iluminación y calefacción deben quemarse en condiciones de llama abierta, de ahí que se requieren buenas características de combustión para este tipo de operación.

Para determinar las características de combustión de los productos líquidos del petróleo se dispone de una variedad de normas como aquellas para determinar la cantidad de calor cuando el combustible es quemado en una bomba, o para expresar el rendimiento de un motor por métodos de laboratorio para determinar cualidades antidetonantes y de ignición de las gasolinas y ACPM, o las que describen los ensayos de combustión en un mechero para realizar las pruebas de lámpara con el fin de estimar la calidad de quema de los aceites iluminantes.

4.2.1. CALOR DE COMBUSTION

Para determinar el calor de combustión de los productos líquidos del petróleo que han de usarse como combustibles, se dispone de la norma ASTM-D-240 (IP-12), la cual suministra información para efectuar determinaciones directas de esta propiedad en las gasolinas y aceites combustibles. En el método, una muestra tarada se quema con oxígeno en una bomba bajo presión, o un recipiente de presión, el cual es sumergido en agua dentro de un calorímetro, y el poder calorífico puede calcularse por el aumento de temperatura del agua, resultante de la quema del combustible.

El valor calorífico de los gases puede ser determinado en un calorímetro especial, o en muchos casos, a falta de equipo de ensayo, puede calcularse por medio de los valores caloríficos conocidos de los constituyentes.

4.2.2. CALIDAD ANTIDETONANTE DE LAS GASOLINAS AUTOMOTOR

Para determinar la calidad de las gasolinas automotor en cuanto a la tendencia a detonar, la escala de referencia del número de octano presta gran utilidad porque permite reproducir combustibles para motor normalizados y de pureza controlada, los cuales son utilizados para medir la calidad antidetonante de una gasolina.

La medida se efectúa en un motor exactamente estandarizado que tiene un solo cilindro y que opera con razones de compresión variables (Motor CFR), donde el comportamiento antideto-

nante de una gasolina bajo condiciones de detonación cuidadosamente definidas, cuando se comparan sus intensidades de golpeteo, con las del combustible normalizado, hasta obtener una igualdad satisfactoria para una razón de compresión crítica. El golpeteo se percibe por un medidor de detonación y el combustible estándar es una mezcla de iso octano y n-heptano.

Las determinaciones del número de octano se acostumbra realizarlas mediante dos series de condiciones que difieren en severidad con el objeto de dar una indicación de la sensibilidad del combustible a los cambios de operación, debido a que usando una máquina de laboratorio no puede expresarse adecuadamente el comportamiento del combustible en carretera; así que los dos métodos que han sido estandarizados y aceptados por la industria para aquellas dos diferentes condiciones son, los conocidos universalmente como Método Motor CFR (F2) y método de Investigación CFR (F1).

El Método Motor (ASTM-D-357; IP-44) fue normalizado primero (1932) y expresa la medida del número de octano para condiciones de altas temperaturas de la mezcla y altas velocidades, por tanto es buen criterio para caracterizar las gasolinas que deben operar a altas velocidades y altas cargas.

El Método de Investigación (ASTM-D-908; IP-126) fue introducido después (1939) con el fin de encontrar mejores condiciones que expresaran el comportamiento real del combustible en carretera; por esto el número de octano, medido por este método se efectúa a bajas temperaturas del combustible y a bajas velocidades. Esta medida es favorable para caracterizar combustibles que operan bajo condiciones suaves.

Obviamente la diferencia entre estos métodos radica en las distintas condiciones de operación utilizadas en las pruebas, puesto que el mismo motor CFR es empleado en ambos métodos como a continuación se muestra:

<u>Característica</u>	<u>Método Motor</u>	<u>Método de Investigación</u>
Velocidad del motor, rpm	900	600
Chispa, grado de anticipación	Varía con la R. C.	13
Temp. entrada del aire, °F	75 - 125	100 - 125
Temperatura mezcla, °F	300	100
Temperatura de la camisa, °F	212	212
Relación de la mezcla	Para máx. detonación	Para máx. detonación
Número octano típico (Barranca)	75.5	84.2

El número de octano para una mezcla dada de iso-octano y n-heptano, es por definición el mismo para ambos métodos; pero, esto rara vez ocurrirá para gasolinas; por tanto, cuando se informa de un promedio para un combustible dado, es necesario indicar el método de prueba empleado.

Estos métodos de laboratorio, aunque presentan dificultades para la evaluación de las características antidetonantes de una gasolina, ocasionadas por el constante progreso de los motores, el desarrollo de combustibles más resistentes a la detonación y las diferencias encontradas entre los resultados obtenidos en las pruebas y el comportamiento real del combustible en las condiciones de funcionamiento real en las carreteras, son los únicos medios disponibles para determinar esta propiedad, ya que no hay métodos más satisfactorios a causa de los inconvenientes aludidos.

4.2.3. CALIDAD ANTIDETONANTE DE LAS GASOLINAS DE AVIACION

La calidad antidetonante de las gasolinas de aviación requerida para una operación satisfactoria de los motores de pistón depende del diseño del motor de la aeronave y de las condiciones de funcionamiento; por tanto, se han desarrollado pruebas cooperativas de investigación conducidas principalmente por los fabricantes de motores de aviación, pilotos de aeronaves, servicios militares y productores de combustibles, llegándose a la adopción de la escala de Números de Comportamiento para expresar esta propiedad.

Las determinaciones de los números de comportamiento han sido establecidos en base a dos series de condiciones bajo las cua-

les operan las máquinas de pistón de aviación; por tanto, existen dos métodos perfectamente normalizados para expresar el carácter antidetonante de estos combustibles : Método de Aviación (F₃) y el Método de Sobrecarga (F₄) .

El Método de Aviación (ASTM-D-614; IP-150) para condiciones de operación en travesía, en la cual se requiere, para máxima economía el empleo de una mezcla de combustible pobre o mezcla magra, a causa de que esta condición exige un funcionamiento a potencia reducida. En el método la medida es basada sobre un aumento de temperatura más bien que sobre el aumento de presión causado por la detonación, y la calidad antidetonante se expresa por el número de comportamiento cuando esta calidad es más alta que la del iso-octano de referencia, e indica la máxima potencia obtenida, libre de detonación; por ejemplo, un número de comportamiento de 130, indica un 30% más de potencia que es producida comparada con la alcanzada por el iso-octano cuando opera bajo las mismas condiciones usando iso-octano puro como combustible; sin embargo, para gasolinas de bajo número de octano, los mismos combustibles de referencia normalizados para gasolinas motor son utilizados en este tipo de ensayo; de modo que la estimación puede efectuarse por cualquiera de los métodos que emplean motores de compresión variable CFR., (ASTM-D-357; IP-44; ASTM-D-614; IP-150).

El Método de Sobrecarga (ASTM-D-909; IP-119) para condiciones de máxima potencia de arranque, despegue y ascenso, en la cual se requiere una mezcla rica o sobrecargada. En el método, la medida es basada en la potencia de salida para una relación de mezcla aire-combustible donde la detonación es inducida por el aumento de sobre-presión que sucede cuando se compara el combustible analizado con el iso-octano más ml. de TEL por galón de iso-octano de referencia en la máquina de Sobrecarga que opera en condiciones de razón de compresión constante; por tanto, el carácter antidetonante se mide por la detonación límite ocurrida a la máxima potencia de salida y los resultados obtenidos se reportan en términos de números de comportamiento.

Para estimar las especificaciones requeridas por el uso en base a los números de comportamiento, los resultados del ensayo son calificados en una curva estándar que expresa la poten-

cia media efectiva indicada contra la relación de aire-combustible, con los números de comportamiento, como parámetros (iso-octano más ml. de TEL/Galón de iso-octano) y que permite clasificar las características antidetonantes para los diferentes tipos de dosificaciones.

Los resultados por los dos métodos tienen igual importancia, ya que expresan conjuntamente las condiciones requeridas para el funcionamiento de las aeronaves; por tanto, en la práctica los números de comportamiento se reportan en términos de números dobles, en el que el primero expresa la calidad antidetonante para mezclas magras, por el Método de Aviación, y el segundo para mezcla rica, por el Método de Sobrecarga; por ejemplo: 115/145. Obviamente, estos ensayos tienen diferente severidad, pero ninguna correlación entre estos resultados ha sido establecida. Naturalmente, el Método de Sobrecarga proporciona mayores números de comportamiento que el Método de Aviación.

Las dosificaciones para las mezclas de sobrecarga permiten mejorarlas más fácilmente, por modificaciones de la mezcla de combustible que las mezclas de carácter pobre; por tanto, para aplicaciones de máxima potencia, los combustibles de mezcla rica tienen más significado en el desarrollo de los motores de aviación en los cuales se obtienen mejores eficiencias con el empleo de razones de compresión moderadas, pero con aumento de presiones reforzadas, especialmente en los aviones militares tipo de combate y similares, mientras que las mezclas magras son de gran importancia en los aviones de tipo comercial.

Aunque en la actualidad no hay manera completamente satisfactoria de traducir las escalas de Aviación y Sobrecarga a términos de un promedio para todas las aeronaves en condiciones de descolaje, ascenso y travesía, investigaciones recientes delatan que el rendimiento de limitación de golpeteo de los combustibles alternativos de aeronaves del tipo de encendido por chispa, será la predicción mediante la apropiada combinación de promedios para mezclas rica y magra, pero no usando solos cada uno de estos promedios.

4.2.4. SUSCEPTIBILIDAD AL TETRAETILO DE PLOMO

Las gasolinas para automotores y de aviación no solo se caracterizan por sus valores de número de octano sino también por su magnitud de la respuesta a este índice a causa de la adición de pequeñas cantidades de TEL en orden a alcanzar los niveles de octano deseados. El efecto de tal adición, se conoce como Susceptibilidad al Plomo o respuesta al plomo, el cual varía de un combustible a otro dependiendo de la composición y contenido de azufre de la gasolina.

Para medir la susceptibilidad al TEL, los resultados de las pruebas por los métodos motor y/o investigación se llevan a una curva estándar de ordenadas logarítmicas en las que aparecen el número de octano contra mililitros de TEL por galón añadidos correspondientes a las relaciones de compresión para intensidad de detonación constantes, y la lectura para cualquiera de estas condiciones cuando la razón de combustible aumenta desde 1.0 a 8.0 mililitros de TEL da la susceptibilidad al tetraetilo de plomo.

Para determinar la cantidad de TEL en las gasolinas de aviación y automotor o destilados volátiles similares y para controlar las dosificaciones para una uniformidad de mezcla y en cumplimiento de las normas de especificación para el contenido de tetraetilo de plomo los métodos ASTM-D-526 y ASTM-D-1269 (IP-96; IP-116) son utilizados :

El método ASTM-D-526 determina la cantidad de TEL por procedimiento gravimétrico.

El método ASTM-D-1269 emplea procedimiento polarográfico para determinar la cantidad de TEL.

Los métodos dan resultados equivalentes dentro de sus límites de exactitud especificados.

4.2.5. DOSIFICACION DE COMBUSTIBLES DE REFERENCIA

Para una operación eficiente y exacta de los laboratorios de motores, la determinación de las calidades antidetonan-

tes de combustibles motor y de aviación, como también para una completa prueba de escala en el camino o en el vuelo, es importante tener dosificaciones confiables de combustibles de referencia primarios iso-octano y n-heptano.

Las dosificaciones estándares de números de octano de 60 están en uso en el presente porque la escala entre los números de octano 60 y 100 (el último es de valor para los mismos iso-octanos) incluye no solo todas las gasolinas automotor corrientes sino también esencialmente todas las gasolinas de base de las cuales son elaboradas.

Para cerciorarse de la composición y minimizar los errores en tales dosificaciones el estándar ASTM-D-1095 es utilizado, el cual realiza las pruebas de composición por medio de espectrofotometría infrarroja; por tanto, es de alta significación porque garantiza la composición de los combustibles de referencia para obtener dosificaciones adecuadamente escogidas de iso-octano y n-heptano. El método está basado en las medidas de absorbancia de la luz infrarroja de longitudes de onda seleccionadas. Este método mide hasta una exactitud de 0.2%, el porcentaje por volumen de cada uno de los componentes iso-octano y n-heptano, en un número de octano de 60 de dosificación de estos.

4.2.6. CALIDAD DE ENCENDIDO DEL "ACPM"

El rendimiento satisfactorio de un ACPM requerido en un motor Diesel depende exclusivamente de su calidad de ignición, pero presenta variaciones y no puede definirse de una manera exacta a causa de las diferencias en el diseño del motor y las condiciones de funcionamiento.

El Número de Cetano indica la calidad de encendido del combustible y también la aspereza de funcionamiento del motor, porque expresa su medida en base al tiempo de retardo de encendido que es el que causa el golpeteo diesel cuando este período es muy prolongado; así que entre más corto sea este tiempo se obtendrán más altos valores de número de cetano para el ACPM y así la aspereza de funcionamiento del motor puede ven-

cerse empleando combustibles de números de cetano lo más altos posibles. También la velocidad de aumento de presión y picos de presión en el cilindro irán a ser más altos cuando se están usando combustibles de bajo número de cetano, lo cual es inmediatamente reflejado por el sonido metálico durante la combustión.

El número de cetano se determina por los métodos ASTM-D-613 y por el IP-41 :

En el método ASTM-D-613, la prueba se realiza sobre un motor de compresión variable estandarizado o Motor CFR Diesel que tiene un solo cilindro y en el cual el combustible bajo prueba se compara con una mezcla de referencia (n-cetano y alfa-metilnaftaleno) en proporciones adecuadas para un tiempo de encendido, obteniéndose igualdad de condiciones con respecto a su calidad de ignición. El resultado se expresa como número de cetano.

En el método IP-41 puede utilizarse cualquier máquina de compresión debido a que no se requiere un motor estandarizado. En la prueba, el tiempo tomado en el arranque para la ignición, después del comienzo de la inyección del combustible, se indica por los grados de rotación del cigueñal y se mide como ángulo de retardo. Este ángulo se compara con el del combustible de referencia hasta que un par es obtenido, del cual la calidad de la muestra puede calcularse.

Otros métodos de máquina han sido desarrollados, como es el caso del ensayo de estrangulación, el cual emplea una máquina de 4 tiempos, en donde el alimento de combustible se realiza a velocidad constante y el aire introducido es restringido gradualmente hasta que una falla en el encendido ocurre. El combustible de referencia es seleccionado al compararse una característica de semejanza con el combustible bajo prueba, la presión de succión crítica es determinada. La calidad de ignición es obtenida, graficando una curva que relaciona la composición de las mezclas a la presión de succión actual.

El método ASTM-D-613, por tratarse de una prueba cuidadosamente estandarizada, es el procedimiento más recomen-

dado para la determinación de números de cetano, puesto que da resultados más exactos, pero con una precisión muy inferior comparada a los de un ensayo de números de octano para gasolina.

El Índice de Cetano calculado y el Índice Diesel pueden ser determinados a partir de datos de laboratorio y son útiles para expresar la calidad de encendido del ACPM cuando no es posible pruebas de máquina para el número cetano.

El índice de cetano calculado se expresa por una relación basada en las medidas de gravedad API y el punto de ebullición promedio.

La gravedad API se determina normalmente por la norma ASTM-D-287 y el punto de ebullición medio es el correspondiente al 50% de recobrado (ASTM-D-86 o TBP).

El índice diesel se determina por el método IP-21, el cual es calculado por una fórmula que envuelve la gravedad API del combustible y el Punto de Anilina que se determina como la más baja temperatura en la que el combustible es completamente miscible en un volumen igual del líquido orgánico, la anilina, como se describe en los métodos de prueba ASTM-D-1012 o IP-2.

4.2.7. CALIDAD DE COMBUSTION DEL QUEROSENO

Las pruebas más importantes para determinar las características de combustión de un queroseno se refieren a su potencia de quemado, su poder de iluminación y una adecuada quemadura sin humo, las cuales pueden ser determinadas por las pruebas de combustión en lámpara, el ensayo de luminosidad y la prueba de punto de humo.

Estas pruebas son de fundamental importancia para determinar el grado de aplicación del queroseno, ya sea como iluminante o aceite para lámparas, aceites de calefacción como los utilizados en estufas de cocina, incubadoras, etc., combustibles para tractores, o turbinas de gas en los motores a chorro en aviación, así por ejemplo :

Las pruebas de combustión de lámpara (ASTM-D-187 o IP-10) son utilizadas para estimar la calidad de quema del queroseno destinado para iluminación, puesto que este producto usado como tal, requiere que queme ardiendo de manera continua durante largos períodos de funcionamiento, sin producir humo.

La prueba de luminosidad (ASTM-D-1740) se usa para indicar la potencia de quemado y de iluminación en los querosenos apropiados para la elaboración de turbocombustibles, mediante el punto luminométrico, en los cuales, la producción de humo es indeseable porque disminuye la eficiencia de combustión.

El ensayo de punto de humo (ASTM-D-1322 o IP-57) permite cerciorarse de la cantidad o tendencia a producir humo para este tipo de combustible.

A. PRUEBAS DE LAMPARA

En los ensayos de combustión en lámpara, los diversos métodos emplean lámparas estándar de pabulo plano y chimeneas grandes para una carga fija de muestra, donde esta es quemada en atmósfera libre de corrientes de aire por un período determinado, durante el cual la velocidad promedio de combustión, cambios de aspecto de la llama como son su progresiva reducción de forma y tamaño, intensidad y color son reportados, junto con el consumo de aceite, reducción total de la llama, cantidad de coque formado y depósitos sobre la chimenea observados al final de la prueba, mientras que una estimación total cualitativa de la apariencia y alguna floración que pueda haberse formado en la chimenea serán también suministrados.

Las pruebas de lámpara son las más típicas y prácticas para determinar la calidad de combustión del queroseno, las cuales están referidas por las siguientes normas: ASTM-D-187 o IP-10 para queroseno de iluminación, ASTM-D-219 para aceites de alumbrado de larga duración y ASTM-D-239 para aceite de foca mineral.

El método ASTM-D-187 o IP-10 es el ensayo que generalmente se conoce como Prueba de Lámpara y se aplica para determinar la calidad de combustión tanto a los querosenos para iluminación como a los aceites de calefacción. En el método se

emplea una lámpara estándar, de pabilo plano y tipo simple donde la muestra es quemada en forma continua por un período de 24 horas, para una carga fija de aceite. La calidad iluminante del queroseno, o su tendencia a formar carbón y/o humo se determina por el examen de los depósitos hollinosos producidos en el pabilo y la película en la chimenea. También proporciona el medio para estimar y comparar el consumo de aceite.

El método ASTM-D-219 o IP-11 se utiliza para evaluar los aceites de alumbrado de larga duración. En el ensayo, el aceite debe quemar satisfactoriamente por un período ininterrumpido de 120 horas, o más para un consumo de aceite de 650 cc. , en una de dos lámparas de señal para ferrocarriles, las cuales tienen mecha plana y chimenea pequeña. La disminución de altura de la llama, junto con la condición general de esta debe registrarse cada 24 horas y al final de la prueba la caída total de la llama, valor de coque y consumo de aceite total son determinados.

El método ASTM-D-239 se usa para determinar la calidad de quema del aceite de foca mineral, en el cual el aceite debe quemarse satisfactoriamente, por lo menos por un período de 20 horas sin interrupción en lámparas similares a aquellas clasificadas como lámparas de coche de ferrocarril, cuyos quemadores tienen dos mechas en una chimenea.

Como la información suministrada por esta prueba es ante todo de carácter cualitativo, las siguientes especificaciones deben ser debidamente referidas :

1. Duración de la prueba
2. Cambios permitidos durante la prueba respecto a la disminución y aspecto de la llama.
3. Descripción del depósito en la chimenea y en general su apariencia.
4. Descripción de la condición aceptable para la mecha.

La forma y el tamaño de la llama son los distintivos más importantes, puesto que un aceite de baja viscosidad aumenta el tamaño de la llama, mientras si este tiene alta vis-

cosidad, la llama llegará hasta extinguirse, disminuyendo por tanto el período de quema; pero, los cambios y configuración de la llama no son absolutos para estimar esta propiedad, puesto que la formación de costras e incrustaciones en el pabilo afectan también la configuración de la llama; así cuando en la mecha se forman costras peludas, el tamaño de la llama es mayor, pero a veces se producen formaciones irregulares, que se conocen como formaciones de hongos, los cuales tienen la tendencia a encerrar la superficie de la mecha originando distorsionamientos o encogimientos de la llama y causando humo. Las condiciones de la chimenea al final de la prueba son importantes; así el aceite bajo prueba no debe humear la chimenea y cuando se producen depósitos hollinosos debe asegurarse de que no sean causados por tiros de aire o técnicas inapropiadas.

Las pruebas de lámpara son pruebas esencialmente de rendimiento y constituyen un método directo para determinar la calidad de los aceites de iluminación y calentamiento; sin embargo, no es posible efectuar pruebas con cualquier clase de equipo comercial, bajo todas las condiciones requeridas de ubicación, tiempo, temperatura, humedad, corrientes de aire y limpieza. Estas dificultades se hallan, por lo menos parcialmente, mediante la selección de equipo de prueba y extendiendo el rango más allá del tiempo promedio de limpieza de la lámpara en servicio usual. Cuando no es posible obtener un equipo para quema, las otras pruebas características realizadas en un queroseno son recomendables para dar una mejor idea de su calidad de combustión.

Debido a que los resultados de la prueba de combustión en lámpara no pueden darse en forma numérica, las pruebas de punto de humo y número luminométrico son más satisfactorias.

B. NUMERO LUMINOMETRICO

El Número de Luminosidad sirve para expresar la calidad de un queroseno, para quemar durante un período prolongado sin que disminuya su poder de iluminación; pero, particularmente es utilizado para la caracterización de los combustibles empleados en los motores de aviones de propulsión a chorro que determina su potencia y poder de iluminación.

La medida se realiza por el método ASTM-D-1740 en un aparato especial, el luminómetro. Todo luminómetro es exac-

tamente calibrado para operar con dos combustibles de referencia o mezclas patrones de iso-octano y tetralín (tetrahidronaftaleno) para leer aproximadamente 50 de luminosidad cuando la llama de iso-octano está ajustada para suministrar un aumento de temperatura de 500 °F.; el tetralín se ajusta hasta obtener trazas de humo que deben ocurrir por encima de 45 de luminosidad, en su punto de humo; de tal manera, que los promedios de lectura establecidos por estos combustibles a un nivel de 45 de luminosidad son usados como base para obtener un número relativo de calibración para la muestra combustible bajo prueba y así los resultados obtenidos se expresan como número luminométrico por la ecuación referida en el capítulo anterior.

Para la eficiencia de los resultados, deben tomarse ciertas precauciones, los cuales se refieren comúnmente a la limpieza del medidor, protección del termopar contra el hollín por acercamiento de la llama, carencia de suministro de combustible, condensación en los filtros, desechos en la mecha, etc.

C. PUNTO DE HUMO

La prueba de punto de humo no solo se determina en los querosenos para medir su tendencia a producir humo sino también porque indica su parafinidad o aromaticidad, ya que los aromáticos presentes en la muestra son los que causan una llama humosa durante la combustión.

Aunque el ensayo de punto de humo fue introducido en los estándares británicos por el Instituto del Petróleo, las normas americanas también lo han incluido para caracterizar los combustibles para turbinas de aviación.

El método IP-57 se emplea para queroseno, y en el ensayo la quema de combustible se realiza en una lámpara estándar aumentando la altura de la llama hasta que se observe humeamiento. El resultado se expresa en mm.

El método ASTM-D-1322 (IP-58) describe un procedimiento para determinar el punto de humo de los combustibles

para turbinas de aviación y de las fracciones dejadas por estos combustibles. En el método, la muestra se quema en una lámpara que tiene una escala graduada y una mecha cilíndrica de algodón. La máxima altura de la llama que puede alcanzarse sin humear es medida hasta 0.5 mm.

4.3. ENSAYOS DE GRAVEDAD

Las determinaciones de gravedad API y específica se llevan a cabo para el control de las operaciones de refinería, detectar cambios en la calidad de recobrados sucesivos del petróleo, proporcionar medios de convertir volúmenes medidos a sus pesos correspondientes, cálculo de velocidades de carga y descarga de tanques, potencia de bombeo. Aunque es una indicación muy insegura de su calidad, es la base para la mayoría de las transacciones comerciales.

La gravedad específica es una de las propiedades quizás más fáciles de determinar experimentalmente, junto con la gravedad API, por medio de hidrómetros graduados en la escala API.

Existen dos normas ASTM para determinar las gravedades por medio de hidrómetros de peso constante que desplazan un volumen variable de aceite.

El estándar ASTM-D-287 se utiliza para determinar la gravedad API de crudos y derivados líquidos del petróleo, cuya presión de vapor Reid máxima sea de 26 lbs./pulgada cuadrada. La medida de gravedad API a la temperatura de observación debe convertirse a 60 °F. utilizando las Tablas de Conversión. El método ASTM-D-1298 (IP-59) mide directamente la gravedad API a 60/60 °F.

Cuando se trata de medir las gravedades de líquidos semiviscosos, como asfaltos y breas, o sólidos, como asfaltos duros, se utilizan los métodos ASTM-D-70 y ASTM-D-71 respectivamente, expresadas a 77/77 °F.

La densidad de hidrocarburos líquidos se determina por el método ASTM-D-941, picnométrico, y la densidad y gravedad para los mismos por el picnómetro de Bingham ASTM-1217.

La gravedad específica de hidrocarburos livianos se determina por el método ASTM-D-1657 (IP-59). Estas medidas son utilizadas en operaciones de sistemas gaseosos, en los que los medidores y quemadores están invariablemente relacionados a la gravedad específica del gas.

4.4. ENSAYOS DE VISCOSIDAD Y CONSISTENCIA

La viscosidad, como medida de las propiedades de flujo de los productos líquidos del petróleo, y la consistencia, como la indicación de la dureza de los productos plásticos de este, son propiedades importantes de determinar como lo demuestra, por ejemplo, la influencia que tiene el flujo de queroseno en una tovera, la atomización, bombeo y transporte de gasóleos y algunos combustóleos, la impregnación de papel por cera parafínica, la circulación de aceites lubricantes en los engranajes de las máquinas, etc. Por tanto, las pruebas que serán efectuadas dependerán del producto y del servicio que desempeñará. Para productos líquidos, como aceites lubricantes y algunos combustibles se mide la viscosidad para todo el rango posible de temperaturas. Para productos sólidos, como grasas y petrolatos, lo que se mide es la consistencia, expresada por la penetración y la viscosidad aparente.

4.4.1. VISCOSIDAD

Debido a que la viscosidad absoluta es difícil de medir, la mayoría de los viscosímetros determinan la viscosidad cinemática, realizada generalmente bajo condiciones de flujo uniformemente continuo, sin turbulencia. Estos viscosímetros son de tipo capilar y expresan la medida en términos del tiempo requerido para que fluya una cantidad fija de muestra a través del capilar. La fuerza que causa el flujo es el propio peso de la muestra por encima del orificio. La temperatura debe ser controlada dentro de límites estrechos; una variación de más o menos 0.02 °F. puede ser admitida.

Los viscosímetros más ampliamente conocidos son el Reedwood en Inglaterra, el Engler en Alemania y el Saybolt en los Estados Unidos; todos reportan la viscosidad en segundos, a excepción del Engler que da una relación del tiempo de flujo del aceite al tiempo de flujo del agua. Cada uno de ellos emplean dos tipos de capilares u orificios de diámetro diferente para ser utilizados según la oleosidad del material, así que, para líquidos muy viscosos se utiliza el orificio de diámetro mayor. Como estos instrumentos tienen muchos inconvenientes científicos, su uso va desapareciendo, si bien las escalas siguen empleándose.

Los métodos conocidos para determinar la viscosidad son el ASTM-D-445 y el ASTM-D-88 ; IP-70 e IP-71.

El método ASTM-D-445 (IP-71) sirve para determinar viscosidades cinemáticas de líquidos a cualquier temperatura, hasta 0.2 centi-stokes; y requiere poco tiempo y una pequeña cantidad de muestra.

Pero en el caso de productos livianos, como gasolina, naftas y queroseno que son productos de muy baja viscosidad, es necesario utilizar viscosímetros especiales, como el capilar de Ostwald modificado (ASTM-D-445; IP-75), ya que su determinación en los viscosímetros Saybolt estaría supeditada al flujo turbulento que se produce en los grandes orificios de estos instrumentos.

El método ASTM-D-88 es usado para medir viscosidades Saybolt de derivados del petróleo a temperaturas comprendidas entre 70 y 210 °F. El orificio Universal se emplea para lubricantes y destilados con tiempos de salida mayores de 32 seg. y menores de 1000 seg. a temperaturas de 70, 100, 130 y 210 °F. El orificio Furol se usa para materiales residuales con tiempos de salida superiores a 25 seg., a las mismas temperaturas anteriores. Las determinaciones normales se efectúan a 100 y 122 °F. para combustibles, y a 100 y 210 °F. para lubricantes, debido a que las viscosidades a estas dos últimas temperaturas son las requeridas para calcular los índices de viscosidad. La viscosidad Saybolt Furol de materiales bituminosos a alta temperatura se trata en el método ASTM-D-102.

En el método IP-70, las viscosidades se expresan en segundos Reedwood.

Las viscosidades Saybolt Universal y Furd, pueden convertirse a viscosidades cinemáticas por las Tablas dadas en el Método ASTM-D-2161; y la conversión de viscosidades cinemáticas a sus equivalentes Saybolt Universal y Furol, se efectúa por los métodos ASTM-D-446 y ASTM-D-666 respectivamente.

En el método ASTM-D-446, una Tabla sirve para convertir viscosidades cinemáticas desde 2 a 70 centi-stokes a sus equivalentes Saybolt Universal en seg. a las temperaturas de 100 y 210° F.; para viscosidades mayores de 70 CS, enumera un multiplicador apropiado. También para convertir una viscosidad cinemática determinada a cualquier otra temperatura, se calcula el valor equivalente Saybolt Universal mediante el uso del equivalente Saybolt a 100° F. y un multiplicador que varía con la temperatura. En el método ASTM-D-666, para la conversión de viscosidades cinemáticas a Saybolt Furol emplea una Tabla análoga que contiene viscosidades cinemáticas desde 48 a 400 CS. a 122° F., y su equivalente Furol a la misma temperatura; para viscosidades mayores de 400 CS., enumera un multiplicador.

4.4.2. CONSISTENCIA

Las características de consistencia de los materiales plásticos se determinan en términos de viscosidad aparente, aplicada a las grasas lubricantes, y de penetración, bien sea la penetración de aguja o de cono, para las grasas lubricantes, petrolato, cera microcristalina y asfaltos.

Para determinar la viscosidad aparente de las grasas lubricantes se emplea el método ASTM-D-1092; su estimación presta gran utilidad, para indicar la manera como esta gobierna el fácil manejo y suministro de la grasa, como también la fuerza de arranque y funcionamiento del mecanismo lubricado.

Generalmente la viscosidad aparente de una serie

de grasas a un coeficiente dado de corte, aumenta a medida que la cantidad de la mezcla de jabón es aumentada. Su importancia radica en la evaluación de las propiedades de una grasa, ya que los grandes cambios que ocurren en esta, producirán variaciones en los coeficientes de temperatura y de corte; así que, como la viscosidad aparente disminuye con el aumento de temperatura o del coeficiente de corte hasta acercarse a un valor límite, para altos coeficientes de corte, este valor es importante porque deberá tener la misma magnitud para la viscosidad del aceite que ha de usarse para mezclarlo con la grasa.

La penetración de aguja se determina por el método ASTM-D-5 (IP-49) para indicar la resistencia a la deformación, esto es la dureza o consistencia en los asfaltos y ceras microcristalinas. En el método, la muestra es preparada por fusión del material, bajo condiciones específicas; se vierte en un recipiente donde se enfría y solidifica y se efectúa la medida de la profundidad de penetración, en décimas de milímetro, de una aguja en un tiempo de 5 segundos a 77 °F. para una carga de 100 gramos. Cuando la medida se efectúa a 100 °F. puede indicarse el factor de susceptibilidad de los asfaltos.

La penetración de cono se determina por los métodos ASTM-D-217 (IP-50 o 167), y ASTM-D-937 para grasas lubricantes y petrolatos, respectivamente y emplean un cono especial de bronce, con su punta de acero desprendible; para medir la profundidad de penetración en 5 segundos a 77 °F, bajo una carga de 150 gramos. Las grasas muy duras tienen números de penetración bajos, mientras que las grasas blandas tienen valores altos. Las grasas tal como deben ser colocadas en uso o servicio van a estar sometidas a continua agitación por las partes que ellas lubrican, de modo que sufrirán un cambio en su consistencia; por esta razón, es usual hacer las determinaciones en el estado como son recibidas o condición no trabajada y/o después de que se han trabajado, para lo cual se disponen en un aparato especialmente diseñado con el fin de suministrar una estimación de su comportamiento en ejes, cojinetes, engranajes o similares para medir su estabilidad mecánica.

En muchos casos donde la consistencia a ciertas temperaturas es importante, la penetración, según el método ASTM-D-937 (IP-179), es una mejor medida de las propiedades deseadas de un petrolato, que un punto de derrite.

Las penetraciones, en particular la penetración trabajada, son útiles para controlar la consistencia de una marca citada de grasa y clasificarla de acuerdo a los diversos tipos de servicios.

Los datos de penetración se han relacionado con las propiedades de flujo, particularmente con la viscosidad absoluta que puede determinarse directamente por una diversidad de métodos, los cuales se aplican solamente para fines de investigación. También se ha prestado atención a la consecución de datos básicos por procedimientos empíricos, como el punto de ablandamiento para la determinación de la consistencia; así el punto de ablandamiento del anillo y de la bola (ASTM-D-36) se ha relacionado con la viscosidad absoluta.

4.5. ENSAYOS DE SOLIDIFICACION Y RESISTENCIA

4.5.1. ENSAYOS DE SOLIDIFICACION

La diversidad de las características de los productos líquidos del petróleo para alcanzar su grado de solidificación a las temperaturas correspondientes ha conducido al desarrollo de numerosos métodos de ensayo, los cuales son naturalmente aplicables solo a determinados tipos específicos de productos, así:

- a. Para hidrocarburos puros, gasolinas de aviación y combustibles para turbojet se efectúan ensayos de puntos de congelación.
- b. Para gasóleos, combustóleos y aceites lubricantes, se caracterizan por los puntos de nube y de fluidez.
- c. Para grasas lubricantes por el punto de goteo.

- d. Para parafinas, mediante los puntos de fusión y de derretimiento.
- e. Para asfaltos por el punto de ablandamiento.

Indudablemente, la relación entre los puntos de nube, fluidez, derretimiento y congelación recíprocamente, varían enormemente de un producto de petróleo a otro, de ahí que su significado para los diferentes tipos de producto también variará; pero en general, los puntos de nube, derretimiento o fusión y congelación son de un valor más limitado y cada uno es de un rango más extenso de aplicación que el punto de fluidez. Además, cada uno de ellos depende de las variaciones bajo las cuales las pruebas se realizan, como son los casos especiales de los puntos de ablandamiento y de goteo, en los cuales la naturaleza de las condiciones de las pruebas hace que sean esencialmente empíricos. Por otra parte, particularmente las velocidades de enfriamiento de los productos, pueden interferir enormemente en los resultados obtenidos.

A. PUNTO DE CONGELACION. - Los puntos de congelación son útiles para investigar la pureza del hidrocarburo que se usa como combustible de referencia y particularmente, la calidad de los combustibles de aviación.

1. PUREZA DE HIDROCARBUROS POR PUNTOS DE CONGELACION. - El conocimiento de la pureza de los hidrocarburos elaborados del petróleo es esencial cuando se usa como materia prima para sustancias químicas, como es el caso del iso-octano y n-heptano para ser utilizados como mezcla de referencia en las medidas del número de octano; de modo que para evaluar hidrocarburos de alta pureza hay dos estándares disponibles, para los cuales las constantes de los puntos de congelación para pureza cero y los crioscópicos son conocidos.

El método ASTM-D-1015 para medir puntos de congelación; y el método ASTM-D-1016 para determinar la pureza de los puntos de congelación.

A partir de la pureza obtenida en el porcentaje molar, puede calcularse el punto de congelación, si las constantes crioscópicas son asequibles y si las impurezas no forman soluciones sólidas. Las constantes crioscópicas para la siguiente serie de hidrocarburos, son dadas en el estándar ASTM-D-1016 : n-butano, i-butano, n-pentano, i-pentano, n-hexano, n-heptano, n-octano, i-octano, metil-ciclo-hexano, i-butenos, 1-3-butadieno, isopreno, benceno, tolueno, etil-benceno, o-xileno, m-xileno, p-xileno y estireno.

2. PUNTO DE CONGELACION PARA COMBUSTIBLES DE AVIACION.- Para evaluar las características de los combustibles de aviación que operan a bajas temperaturas se realizan las pruebas de punto de congelación (ASTM-D-2386, ASTM-D-1477) o prueba fría (IP-16). En los métodos los puntos de congelación se obtienen mediante el enfriamiento de una cantidad de combustible, exento de humedad, bajo condiciones especificadas, hasta que los cristales de hidrocarburo desaparecen por calentamiento suave de la muestra.

El método ASTM-D-2386 se aplica para detectar los sólidos separados de los combustibles utilizados en los motores recíprocos o turbinas de aviación a cualquier temperatura de las encontradas en vuelo o en tierra, especialmente cuando opera a las temperaturas imperantes en las grandes altitudes. En el ensayo una muestra de combustible se enfría en un tubo tipo "Dewar" el cual está provisto de un agitador y un termómetro de escala adecuada (-80 a +20 °C) y se observa la temperatura a la cual aparecen los cristales de hidrocarburo para luego dejar aumentar suavemente la temperatura y registrar aquella a la cual desaparecen los cristales como la medida del punto de congelación.

El método ASTM-D-1477 tiene el mismo propósito y esencialmente el procedimiento es semejante al anterior. Otra prueba aplicada a las gasolinas de aviación está referida en el método ASTM-D-910.

Estos ensayos son de gran aplicación para evitar riesgos de obstrucción en las líneas, filtros y bombas de los motores o de las turbinas de aeronaves, ocasionados por la aparición de cera a temperaturas extremadamente bajas.

B. PUNTOS DE NUBE Y DE FLUIDEZ

Los puntos de nube y de fluidez son útiles para pronosticar la temperatura a la cual la viscosidad observada de un aceite desviará de la viscosidad cinemática (newtoniana), según se estima de la carta viscosidad-temperatura en el alcance bajo de temperatura; por tanto, estas propiedades sirven para indicar las condiciones de los aceites en servicio o almacenamiento, o condiciones de flujo, porque permiten dar una estimación de su habilidad para fluir o ser bombeados a temperaturas normales o bajas.

Estas mediciones son también útiles en la identificación de aceites porque dan un estimativo de la cantidad relativa de parafina en los aceites, sobre todo en aceites lubricantes y combustóleos, aunque no en una forma precisa, puesto que los aceites se solidifican a muy bajas temperaturas.

Las determinaciones de los puntos de nube y de fluidez se realizan por el método ASTM-D-97 o IP-15.

El ensayo para punto de nube debe efectuarse para aquellos aceites que son transparentes en capas de 1/2 pulgadas de espesor, y el ensayo para punto de fluidez puede efectuarse para cualquier aceite o petróleo.

Las determinaciones se realizan calentando la muestra hasta una temperatura especificada, en un recipiente de vidrio de fondo plano provistos de termómetros graduados de -36 a 120°F o -112 a $+70^{\circ}\text{F}$., para bajas temperaturas, y luego dejando enfriar la muestra a temperaturas sucesivamente más bajas en una serie de baños de enfriamiento. Se detecta la temperatura a la cual empieza a cristalizar el material como medida del punto de nube y aquella temperatura para la cual el aceite no fluirá más como punto de fluidez. En las pruebas debe eliminarse cualquier presencia de humedad y en la operación de lectura de las temperaturas debe tenerse cuidado de no emplear más de 3 segundos para cada lectura.

Para la medida del punto de nube, el aceite se calienta a 25°F . por encima del punto de nube aproximado y se deja enfriar hasta que a la temperatura de uno de los baños de enfriamiento

to se observe la presencia de turbidez, la cual se registra como punto de nube.

Para la medida del punto de fluidez, se calienta el aceite a una temperatura de 115 °F. o una temperatura de 15 °F. por encima de su punto de fluidez esperado, si este está sobre 90 °F., y la muestra es luego enfriada hasta que en uno de los baños un punto es alcanzado, en el cual no hay movimiento aparente de la superficie del aceite cuando en la prueba de jarrada, el vaso se mantiene en una posición horizontal; este es el punto de solidificación del aceite o "Setting Point" y el punto de fluidez se toma 5 °F por encima de este valor.

La temperatura a la cual comienza la cristalización de la cera por el enfriamiento de los aceites, o punto de nube, y la temperatura a la cual el aceite cesa de fluir, o punto de fluidez, son de gran importancia para caracterizar el comportamiento a bajas temperaturas de los ACPM, gasóleos, combustóleos y aceites lubricantes porque permite prevenir riesgos de taponamientos en los motores diesel ocasionados por la solidificación de la cera del combustible cuando el motor opera en zonas de temperaturas frías; tratar adecuadamente los gasóleos y combustóleos cuando a muy bajas temperaturas estos aceites, para toda la separación de la cera se vuelven sólidos o semisólidos, causando considerables aumentos de la viscosidad y los cuales hay que proporcionarles calentamiento bajo estas condiciones, si es que los aceites necesitan ser bombeados; o, para prevenir posibles dificultades en la operación de los quemadores de hornos, atomizadores, etc., donde irán a ser pulverizados para conseguir una alta eficiencia térmica. También, porque permite indicar el grado de separación o refino de los aceites lubricantes de los destilados cerosos, cuya presencia causa molestias cuando estos operan en los sistemas de lubricación.

C. PUNTO DE GOTEO

El punto de goteo de las grasas lubricantes se determina por el estándar ASTM-D-566 (IP-31). La grasa se calienta suavemente a una velocidad dada en una pequeña copa que tiene un orificio en el fondo; se reporta como punto de goteo, la temperatu-

ra a la cual una gota de la muestra cae de la copa. El punto de goteo fue considerado en una época como la medida de la temperatura máxima a la cual una grasa podría ser usada; sin embargo, muchas grasas en servicio de flujo de un engranaje, por ejemplo, sirven hasta por debajo de su punto de goteo.

D. PUNTOS DE FUSION DE CERAS

La diferencia de los rangos de fusión de las ceras parafínicas respecto a las ceras microcristalinas y petrolatos ha conducido al desarrollo de diferentes métodos para determinar las características de fusión de las ceras :

1. El método ASTM-D-87 o IP-55 que expresa la medida como punto de fusión ASTM- para las ceras parafínicas.
2. El método ASTM-D-127 o IP-133 mide el punto de derretimiento de las ceras microcristalinas y petrolatos.
3. El método ASTM-D-938 (Termómetro de Rotación) mide el punto de congelación del petróleo farmacéutico. El procedimiento es también aplicable a las ceras parafínicas.

Las pruebas son de gran utilidad en la clasificación de los grados típicos de ceras.

En el método ASTM-D-87 una muestra de cera se calienta por lo menos 15 °F. por encima del punto de fusión aproximado en un baño adecuado, el cual debe tener una temperatura no mayor de 35 °F. por encima del punto de fusión esperado de la cera. Una cantidad limitada de cera fundida se pasa a enfriamiento en un vaso de ensayo introducido en un baño de aire y se mantiene a una temperatura de 60 a 80 °F promedio de un baño de agua. Bajo estas condiciones, se toman lecturas cada 15 segundos; al principio, la temperatura cae continuamente, pero, cuando el punto de congelación se aproxima, la temperatura permanece constante para un corto período y luego continúa disminuyendo. La temperatura registrada en el corto período en que permanece sustancialmente constante, es el punto de fusión de la cera.

En el método ASTM-D-127 (IP-133) se emplea un bulbo termométrico, el cual es previamente recubierto de cera solidificada y la temperatura observada a la cual la primera gota cae del bulbo cuando este es calentado, se expresa como punto de derriete.

En el método empleado para ceras parafínicas, las temperaturas dependen de la reducción temporal en el enfriamiento de la muestra debido al aumento de calor latente durante la solidificación, y el método es inadecuado para cera microcristalina y petrolato, a causa de que la fusión de hidrocarburos individuales sobre un amplio rango de temperaturas y el aumento de calor latente, no es concentrado lo suficientemente como para que afecte la velocidad del enfriamiento.

E. PUNTO DE ABLANDAMIENTO

Los materiales bituminosos tienden a ser más blandos cuando la temperatura aumenta y viceversa. Este comportamiento de la dureza del material con la temperatura se determina por el punto de ablandamiento y es de valor cuando el asfalto, por ejemplo, va a ser utilizado para propósitos de recubrimiento; pero, debido a que este material no cambia a una temperatura definida sino que se ablanda por calentamiento, las determinaciones del punto de ablandamiento son por tanto un método arbitrario que deben llevarse a cabo bajo condiciones rigurosamente especificadas si los resultados van a ser de valor en la significación del comportamiento del material con la temperatura.

La determinación se efectúa mediante el estándar ASTM-D-36 (IP-56). En el método, dos anillos de cobre que descansan en una placa son llenados de bitumen fundido y después de enfriado, el exceso de producto es removido. Una bola de acero es colocada sobre el disco de bitumen en cada anillo y el conjunto calentado a una velocidad específica hasta que la muestra es lo suficientemente blanda para dejar que la bola se envuelva en el material y caiga a una distancia definida. La temperatura a la cual esto sucede se registra como punto de ablandamiento.

4.5.2. ENSAYOS DE RESISTENCIA

Los ensayos de resistencia se aplican particularmente a los asfaltos, aceites y grasas lubricantes.

Para caracterizar la resistencia de los asfaltos, "The Asphalt Institute" recomienda una serie de ensayos, entre los cuales las determinaciones de la ductibilidad y fragilidad o pruebas de golpe son de importancia a causa de su aplicación en la estimación de las cualidades de un asfalto con destino a la pavimentación.

Para aceites y grasas lubricantes, "The National Lubricating Grease Institute" ha desarrollado ensayos de tipo dinámico, esto es bajo condiciones simuladas de trabajo para los cuales estos productos van a ser usados, como es el caso de la lubricación de engranajes y ejes o piñones en los cojinetes antifricción, en donde una evaluación real del aceite es obtenida mediante ensayos de máquina de poca duración o ensayos de choque para una carga incrementada.

A. DUCTIBILIDAD

La ductibilidad se mide de acuerdo al método ASTM-D-113 (IP-32) en la cual un bloque de material bituminoso o asfalto de tamaño estandarizado es estirado a una velocidad y temperatura específica hasta que la ruptura ocurre, y se expresa como la distancia a la cual el material se elongará antes de romperse; a menos que se especifique otra cosa, la prueba debe hacerse a 77 ± 0.9 F. y a una velocidad de $5 \pm 0.5\%$ cm./min.

La ductibilidad también se considera como un indicativo del comportamiento a baja temperatura, para lo cual se realiza la prueba a 39.0 F y a una velocidad de 1 cm./min.

B. ENSAYOS DE MAQUINA Y PRUEBAS DE GOLPE

Para estimar el comportamiento de los aceites lubricantes utilizados en motores, los métodos empleados involu-

cran la operación de una máquina estándar usando un aceite especificado, y al final del período de ensayo, la máquina es desmantelada y sus componentes, engranajes, pistones, cilindros, anillos, etc. son examinados.

Los ensayos motor de poca duración, tales como el de 36 hrs. de Lauson, Underwood y Chevrolet, y el ensayo de factor de trabajo de "The Bureau of Mines" proporcionan una guía favorable para obtener evaluaciones reales de los aceites para motor.

Los ensayos de golpe en una amplia escala son realizados sobre los aceites para engranajes de transmisión automotrices; en los mismos, un automóvil es conducido a gran velocidad, el embrague y la transmisión son desembragados, y luego mientras el vehículo se halla todavía marchando, rápidamente se vuelve a embragar.

El Instituto del Petróleo ha normalizado el método IP-166 para estimar la capacidad para soportar cargas de los lubricantes usados para engranaje.

Las grasas lubricantes son especialmente formuladas para soportar cargas para los cuales los mecanismos son diseñados y la única manera satisfactoria para evaluar la grasa para un uso particular son las pruebas de máquina en condiciones similares al uso para el cual tal material ha sido destinado.

Hay muchos tipos de ensayo de máquina para grasas, pero los resultados rara vez pueden correlacionarse, a causa de variaciones en el metal, carga, velocidades de la carga, tipo de superficie y clases de movimientos. Las pruebas para grasas de engranajes de uso más general son aquellas involucradas por SKF, Ransome, y Marles, Hoffman y por Shell en máquinas de balineras de 4 rodillos. Algunos han sido normalizados con el IP-168. El método emplea una sola fila de cojinetes de bola, los cuales pueden ser operados en varios grados de velocidad, carga, y temperatura. El rendimiento de la grasa es estimado por el pico de presión máximo y temperatura de o-

peración estabilizada; el tiempo tomado para alcanzarla, temperatura atmosférica, grado de goteo, grado de lubricación, condiciones de la grasa al final de la prueba y el desgaste de la jaula y balineras son cuidadosamente examinados.

Sin embargo, los experimentos realizados por las casas constructoras son asequibles y dan mejor criterio para un determinado fin específico; por ejemplo, "The Timken Roller Bearing Company", especializada en fabricación de cojinetes, tiene gran experiencia en la caracterización de las grasas respecto a su capacidad para soportar cargas. Cuando se desea evaluar una grasa para la cual se espera que aguante choques de cargas pesadas y extremas presiones, el ensayo de Timken es frecuentemente empleado; en el ensayo, un bloque metálico es presionado contra un anillo rodante a una velocidad constante, y la presión es aumentada en etapas hasta que la falla ocurre.

4.6. ENSAYOS DE COLOR Y REFRACCION

4.6.1. COLOR

Las medidas del color que se efectúan en los productos del petróleo, surgen de una escala que va desde el incoloro hasta aquellos que parecen opacos cuando se les ve a través de un tubo de vidrio; así, el uso comercial divide los productos en dos clases :

1. Productos blancos, que varían desde incoloros hasta un color paja pálido.
2. Productos que varían desde un color paja pálido hasta colores más oscuros.

Basados en esta clasificación, se han desarrollado estándares arbitrarios para la medida del color de los productos del petróleo mediante la comparación del color del producto bajo ensayo con los colores estándar de colorímetros especiales en pruebas esencialmente sencillas. Los colorímetros más utilizados son: Cromómetro Saybolt para gasolina y que-

roseno; el Colorímetro Unión para aceites lubricantes, aceites para cilindro y vaselinas; y, el Tag-Robinson para lubricantes.

El Cromómetro Saybolt (ASTM-D-156) sirve para determinar el color de los productos blancos como gasolinas motor y de aviación, tubocombustibles (JP-1A, y JP-4), querosenos y aceites blancos. En el método, la columna de vidrio del colorímetro, se llena con una muestra; lentamente se drena y se compara el color con el "Standard"; el número que coincida con el nivel del líquido en la columna, se reporta como el color Saybolt de la muestra. Los límites de la escala son de +30 para líquidos claros, hasta -16 para líquidos opacos.

El Colorímetro Unión (ASTM-D-1500) se utiliza en productos opacos, tales como aceites lubricantes, aceites para cilindro, ACPM, aceites de calefacción y parafinas de petróleo; se usa queroseno como solvente para diluir las muestras oscuras, el cual debe tener un color más claro que +21 Saybolt. Para la determinación en productos que presenten un color menor de 0.5 ASTM, debe utilizarse el método Saybolt ASTM-D-156.

El método Tag-Robinson sirve para la determinación del color en aceites lubricantes y petrolatos. En el método, la muestra se dispone en el tubo externo del colorímetro y la profundidad del aceite entre la parte baja del tubo de inmersión y el fondo del tubo de muestra, se varía subiendo o bajando los tubos de inmersión. Tres vidrios de colores se suministran con el aparato; el vidrio apropiado, claro, mediano u oscuro, se ajusta al tubo de inmersión y cuando los colores de las dos mitades del campo circular coinciden, se lee el color en la escala del aparato.

4.6.2. INDICE DE REFRACCION Y DISPERSION REFRACTIVA

El índice refractivo, la dispersión refractiva y la dispersión específica son útiles cuando se determina la pureza de hidrocarburos esencialmente puros o para analizar mezclas binarias de los mismos; por ejemplo, el ciclohexano, el cual es definido como adecuadamente puro para usarse como un estándar de comparación en el método ASTM-D-1158, cuando su índice refractivo a 20 °C. es de 1,4465.

La relación entre la densidad y el índice de refracción, y entre la densidad y la dispersión es muy importante en análisis de hidrocarburos; por eso, el método ASTM-D-941 fue desarrollado para proporcionar un buen procedimiento con el fin de medir la densidad de muestras pequeñas volátiles. En destilación fraccionada de muestras experimentales, solo pequeñas cantidades de fracciones individuales puede haber disponible. De la misma manera, los índices refractivos se usan en el método ASTM-D-936 para calcular las proporciones relativas de los hidrocarburos saturados y aromáticos en gasolinas libres de olefinas y como una indicación de la pureza de los productos altamente refinados, tales como los combustibles de referencia ASTM para probar el golpeteo de combustibles.

La dispersión específica puede usarse para medir el contenido aromático de mezclas de hidrocarburos, porque los aromáticos tienen dispersiones específicas altas y los saturados tienen dispersiones específicas casi constantes, pero bajas. Puede aplicarse una correlación para la dispersión específica de las olefinas.

El estándar ASTM-D-1218 permite la determinación exacta del índice de refracción y de la dispersión refractiva de hidrocarburos transparentes y de color claro, es decir, de hidrocarburos líquidos que tienen índices refractivos entre 133 y 150 a temperaturas de 68 a 86 °F. Para tales líquidos, las medias de los índices refractivos son exactas hasta 6 unidades en el quinto sitio decimal, y las dispersiones hasta 12 unidades en el sitio decimal; sin embargo, la experiencia y la esmerada atención a detalles son necesarios para tal exactitud. El método no es aplicable dentro de la exactitud estipulada para líquidos que son más oscuros que el color 4 ASTM (ASTM-D-156) para líquidos que tienen punto de burbujeo tan próximo a la temperatura de prueba que no puede obtenerse una marcación antes de que ocurra un sustancial intemperismo, a los líquidos que tienen índices refractivos mayores de 150 o medidas efectuadas a temperaturas mayores del rango de prueba estipulada, mayores de 86 °F o menores de 68 °F.

4.7. ENSAYOS DE ESTABILIDAD A LA OXIDACION

La evaluación de estas características de oxidación de los productos del petróleo es de particular interés para aquellas condiciones en la que la oxidación es bastante severa, a causa del efecto de temperaturas excesivas, como sucede en algunos tipos de servicio; por ejemplo, en las gasolinas para motor de automóvil o avión, aceites lubricantes para motores, aceites para turbina, aceites para transformador y las grasas lubricantes aplicadas a engranajes, donde es indispensable conocer la habilidad del producto para resistir cambios químicos por oxidación.

Para determinar la estabilidad a la oxidación de los productos del petróleo, numerosos métodos han sido desarrollados, pero relativamente pocos se han estandarizado, algunos de los cuales son de tipo acelerado usualmente cuando están recién preparados; no obstante que cada norma es para una clase específica de producto, las medidas de la estabilidad a la oxidación de todos los productos del petróleo siguen más o menos el mismo proceso, por cuanto el material a ser oxidado es expuesto, en exceso de aire, usualmente a altas temperaturas y la cantidad de oxígeno absorbido, o cantidad de productos de oxidación, es determinada.

4.7.1. ESTABILIDAD DE LAS GASOLINAS

Las causas y efectos de las gomas en la gasolina son tan complejos que impiden dar conclusiones completamente satisfactorias a partir de una prueba de laboratorio; sin embargo, los dañinos efectos de la goma se han conservado a un mínimo, muy satisfactorio, usando los métodos prevalecientes en combinación con la experiencia acumulada de los fabricantes y consumidores.

Los combustibles de automotor y de aviación tienen muy poco contenido de goma cuando están recién elaborados; el combustible, en particular el de aviación, puede tenerse en almacenamiento bajo condiciones adversas antes de que se use y a menos que se haya elaborado bien y se haya estabilizado contra oxidación lenta, pueden formarse objetables cantidades de goma

durante su almacenaje. Las especificaciones de la goma para productos militares son, por eso, más estrictas que las que se necesitan para normales propósitos civiles, debido a que prolongados períodos de almacenaje son más probables bajo condiciones adversas, durante operaciones militares que en ordinarias prácticas comerciales.

Para determinar la goma o residuos no volátiles que pueden encontrarse en una gasolina fresca o añeja, el método de evaporación a chorro ASTM-D-381 o el residuo por evaporación IP-131 son empleados para expresar el contenido de goma existente en estos combustibles. El método de goma acelerada ASTM-D-873 (IP-138) es utilizado para determinar el contenido de goma potencial, o formada en almacenamiento. Otro método para determinar el contenido de goma es por el ensayo de disco de cobre (ASTM-D-910) empleado para combustibles de aviación. La estabilidad a la oxidación de las gasolinas, expresada como Período de Inducción en horas, "Breakdown", para determinar el tiempo de almacenamiento, se efectúa por el método ASTM-D-525 (IP-40).

En una prueba de evaporación para descubrir la presencia de gomas o sustancias gomosas no volátiles debe hacerse una distinción entre la goma, residuo o material pegajoso, y los residuos aceitosos que pueden aparecer si la gasolina se ha contaminado de una manera no dañina accidentalmente de menos aceite volátil o, si una pequeña cantidad de aceite lubricante, del cilindro superior, se ha añadido intencionalmente a la gasolina por el fabricante.

En el método ASTM-D-381, una cantidad específica de combustible, 50 ml., se evapora bajo condiciones controladas de temperatura, de 320-330 °F, y un flujo de aire o de vapor a 1000 ml./seg. Los resultados para una gasolina automotor o de avión, o un combustible para turbina de aviación, son pesados y reportados en mgrs./100 ml. de muestra usando una balanza que tenga una sensibilidad de 0.5 mgrs. por división. Una extracción de heptano es necesaria para poder remover los residuos de evaporación en la determinación de la goma a causa de los aceites no volátiles o aditivos mezclados a propósito.

El verdadero significado del método no está completamente establecido; se ha probado que un alto contenido de gomas puede causar depósitos en el sistema de inducción y en las válvulas de entrada, y en la mayoría de los casos puede suponerse que poco contenido de gomas asegura ausencia de dificultades en el sistema de inducción.

El método de goma acelerada, ASTM-D-873 (IP-138), involucra calentamiento de la muestra en una bomba a 212 °F. en presencia de oxígeno bajo presión para un tiempo especificado y al final del período de oxidación la muestra es determinada. El método da una indicación de la estabilidad de la gasolina de aviación para largos períodos bajo condiciones severas, tales como almacenamiento largo en climas tropicales.

En el método de disco ASTM-D-910, se evapora la muestra a sequedad en un disco, calentado por un baño adecuado; la evaporación es asistida por un chorro de aire o de vapor que pasa lentamente por la superficie del líquido y el residuo que queda al final de la prueba es pesado y reportado como contenido de goma en la muestra, en mgrs./100 ml. de muestra. El método se aplica a gasolinas motor y de aviación y combustibles para turbojet; la operación requiere de 2 a 3 horas para la mayoría de las gasolinas para motores comerciales y de 40 a 60 minutos para la mayoría de las gasolinas de aviación.

Los resultados dan alguna indicación de la tendencia del combustible a depositar gomas si es usado inmediatamente, pero no indica la probabilidad de formación de la goma durante almacenamiento.

La estabilidad de oxidación de las gasolinas se determina como el período de inducción en horas (ASTM-D-525 o IP-40) para depositar 10 mgrs. de goma, colocando una cantidad de muestra en una bomba de acero y cargándola con oxígeno a presión de 100-102 lbs./pulg.². La bomba es luego colocada en un baño de agua a 212 °F. y la presión es registrada a intervalos. Por algún tiempo la presión permanecerá constante, ya que la oxidación precedentemente es muy baja, pero después de un intervalo, o período de inducción, sin embargo, la presión comenzará

a caer indicando la velocidad de reacción de oxidación. El tiempo empleado en el ajuste de salida de la oxidación o tiempo de ruptura, "Breakdown", se considera como una medida de la estabilidad de oxidación del combustible, esto es una indicación de la tendencia del combustible a formar goma durante el almacenamiento, equivalente a los meses en que la gasolina podría ser almacenada.

4.7.2. ESTABILIDAD DE LOS ACEITES LUBRICANTES

Entre las numerosas variedades de ensayos de oxidación realizados en los aceites lubricantes, algunos de los cuales no han sido normalizados por las entidades de estandarización, está el que se efectuaba en período de guerra para los aceites de motores de aviación, en el cual se burbujeaba oxígeno a través de la muestra; el criterio para la oxidación del aceite era aumentado por las determinaciones de viscosidad y residuo carbonoso. El método IP-48 está basado en este hecho; así en el método, la muestra de aceite se mantiene a 392 F. y aire es burbujeado a través del aceite por dos períodos de 6 horas, y subsecuentemente, el aceite oxidado es comparado por viscosidad y residuo carbonoso con el aceite original. Esta prueba es útil para clasificar los aceites lubricantes para motores, pero es dudosa porque no muestra alguna correlación real con el comportamiento del aceite en uso.

Para determinar los productos de oxidación insolubles y contaminantes de los aceites lubricantes usados, se utiliza el método ASTM-D-893, los cuales se miden como insolubles en n-pentano y benzol.

Los aceites de turbina deben tener gran resistencia a la oxidación a causa de que se requiere que permanezcan en uso por largos períodos; en consecuencia las pruebas se refieren a la vida del inhibidor de oxidación y a la estabilidad al almacenamiento (ASTM-D-943 o IP-114 o 157).

Para aceites de transformador, el contenido de residuos o material oxidado se determina como goma acumulada por el método ASTM-D-1314, y la estabilidad a la oxidación por el IP-56.



1. ACEITES LUBRICANTES USADOS. - La norma ASTM-D-843 se utiliza para la determinación de los productos de oxidación y materiales contaminantes de los aceites lubricantes usados que son insolubles en n-pentano y en benzol; estos insolubles, como son los aceites de escurrimiento del cárter pueden ser de ayuda para enfocar la atención sobre los factores que afectan el comportamiento del motor, lubricante y combustible; de modo que su examen es de interés en el desarrollo de combustibles y lubricantes mejorados, aunque el problema puede ser bastante complejo porque hay muchas variantes, inclusive no solo de las composiciones del lubricante, combustible y del diseño del motor, sino también de las condiciones de operación.

2. ACEITES INHIBIDOS EN TURBINAS DE VAPOR. - Los aceites de turbina requieren buena resistencia a la oxidación mientras estén en uso por largos períodos y una resistencia relativa del inhibidor antioxidante en el aceite.

Para estirmar las características de oxidación de los inhibidores y anticorrosivos se dispone de una prueba acelerada, en la cual el oxígeno es burbujeado a través del aceite mantenido a 203 °F. en presencia de catalizadores de hierro y cobre; porciones de aceite son retiradas a intervalos y examinadas para acidez. Un período de inducción indefinido es usualmente observado y esto es considerado como una medida de la resistencia del aceite a la oxidación. Esta prueba principalmente muestra la vida del inhibidor de oxidación y puede no indicar la estabilidad de la base del aceite una vez que el inhibidor ha sido exhausto.

El método para determinar la resistencia a la oxidación de los aceites de turbina consiste en mantener el aceite a 230 °F. en presencia de cobre metálico que sirve como catalizador y aire se pasa a través de la muestra por un período de 90 hrs.; después de este período de oxidación el aceite es examinado para presencia de cuerpos acídicos.

3. ACEITES PARA TRANSFORMADOR. - Los métodos desarrollados para examinar la estabilidad de los aceites para transformador se refieren a la determinación del contenido de material depositado como residuo gomoso y resistencia a la o-

oxidación del aceite para establecer condiciones favorables para el uso.

En uno de estos ensayos, aire es soplado a través del aceite mantenido a 302 °F. durante 45 horas en presencia de un catalizador de cobre; luego, el aceite oxidado es examinado para los residuos o lodos formados y para acidez.

Otro método mantiene el aceite a 248 °F. en presencia de un catalizador de cobre y lo oxida por soplado de aire sobre la superficie; las muestras son luego analizadas para residuos después de 72, 168 y 336 hrs.

También hay una prueba de bomba en la que el aceite es oxidado por 24 hrs. a 284 °F. y 250 lbs./pulg.² de oxígeno.

Todas estas pruebas miden la tendencia del aceite a depositar lodo sobre el embobinado a causa del enfriamiento y en caso de producción de material ácido por oxidación puede ocasionar variaciones en las propiedades eléctricas del aceite.

4.7.3. ESTABILIDAD DE LAS GRASAS LUBRICANTES

Para estimar la resistencia a la oxidación de las grasas lubricantes usadas para cubrir partes metálicas como en el caso de engranajes antifricción para protegerlas contra la corrosión o durante el almacenamiento, el estándar ASTM-D-942 o IP-142 puede ser utilizado.

En la prueba se dispone una película de grasa delgada en una serie de bandejas colocadas en una bomba de acero que se llena con oxígeno a presión de 100 lbs./pulg.², y se introduce en un baño a 212 °F. Durante la prueba el requisito general es de que la caída de presión en 100 hrs. no exceda de 5 lbs./pulg.².

La estabilidad de oxidación por este método solo tiene significado cuando la grasa se aplica en condiciones estáticas como es el caso de lubricación de cojinetes o piezas metá-

licas en equipos para prevenir corrosión en tránsito, almacenamiento o mientras que esperan instalación; pero no es aplicado para calcular la estabilidad de las grasas durante almacenaje en recipientes comerciales ni para predecir la estabilidad de las grasas en uso como lubricante. Para tales propósitos "The National Lubricating Grease Institute" se ha interesado en el desarrollo de métodos de ensayo como son los procedimientos de funcionamiento en los cojinetes antifricción a elevadas temperaturas en las cuales resulta satisfactorio averiguar la resistencia a la oxidación de las grasas en las condiciones dinámicas tal como ocurre en servicio en los cojinetes realmente para poder predecir la estabilidad mecánica del material; y estas son pruebas de comportamiento realizadas en condiciones de servicio simuladas.

4.8. ENSAYOS DE CORROSION

El control de la corrosión para los productos del petróleo, ocasionada por el azufre y compuestos de azufre presentes, requiere especial atención debido no solamente a las dificultades que causa durante las etapas de refinación sino también durante su uso y almacenamiento; por consiguiente, es necesario conocer el contenido de azufre antes de cargarlo a las unidades de refinación con el objeto de estimar el grado de tratamiento, "endulzamiento", que ha de dársele para su eliminación.

La mayoría de los productos livianos se usan a bajas temperaturas a las cuales solo ciertos compuestos de azufre, como el ácido sulfhídrico, azufre libre y algunos sulfuros de bajo punto de ebullición tienden a concentrarse durante la destilación en las fracciones más livianas, como las gasolinas, y que en presencia del aire y de la humedad originan un mayor poder corrosivo debido a la formación de dióxidos y trióxidos de azufre que en los compuestos más pesados; esto hace que en los productos de alto punto de ebullición sea más raro el poder corrosivo que en los livianos, excepto ocasionalmente en el queroseno.

Los compuestos de azufre, además de ser corrosivos producen humos indeseables por sus malos olores o, contaminación atmosférica, particularmente en aquellas condiciones

de servicio donde el combustible se quema en equipos que tienen sistema de combustión abierta; por ejemplo, en hornos y calderas. En gasolinas, además de la corrosión, el azufre si está presente aún en pequeñas cantidades es el causante de la disminución del rendimiento del motor por la acción del azufre sobre la susceptibilidad al TEL que hace que las explosiones sean menos eficientes al quemarse el combustible en la cámara de combustión del motor. En el queroseno para alumbrado, si el azufre está presente ocasiona una disminución en su luminosidad por formación de incrustaciones en la mecha; en consecuencia, un severo control sobre todos los productos líquidos del petróleo, en especial tratándose de los productos livianos es requerido.

En los aceites y grasas lubricantes la corrosión es debida a la formación de ácidos producidos durante la oxidación de estos productos; por tanto, es necesario conocer su grado de acidez.

4.8.1. CONTENIDO DE AZUFRE TOTAL

Para estimar el contenido de azufre total en los productos líquidos del petróleo, numerosos métodos son disponibles: el método de lámpara (ASTM-D-90; ASTM-D-1266 o IP-107) que se aplica a productos livianos del petróleo; el método de bomba (ASTM-D-129 o IP-61) usado en productos pesados, no volátiles, y también para estos productos el método de combustión en horno o tubo de cuarzo (ASTM-D-1551 o IP-63).

En el método de lámpara, el producto es completamente quemado en una pequeña lámpara de pabilo, y los gases formados por la combustión son absorbidos por una solución acuosa, la cual es luego analizada para azufre. La diferencia entre los dos métodos citados, radica en que en el método ASTM-D-90, la quema se realiza en una atmósfera de aire purificado, mientras que en el método ASTM-D-1266 se utiliza una atmósfera de dióxido de carbono y oxígeno; pero, en ambos se efectúa un ensayo de quema directa y rotación de la mezcla. La muestra a veces se diluye con un solvente libre de sulfuro con el propósito de asegurar una combustión completa de la muestra sin humear como es

el caso cuando se trata de fracciones pesadas, como los gasóleos que contienen aromáticos; el método es aplicable a gases del petróleo, LPG, y productos livianos.

En el método de bomba, la muestra se quema en ausencia de oxígeno a presión, en una bomba y los productos de la combustión son luego examinados para contenido de azufre. El método se aplica a productos no volátiles que no pueden examinarse por el método de lámpara.

En el método del tubo de cuarzo se vaporiza la muestra por calentamiento en el tubo de cuarzo al pasar el vapor por medio de una corriente de aire purificado a una temperatura de 1740-1830 °F, y los productos de la combustión son analizados para azufre. El método puede aplicarse a aceites pesados a partir del queroseno.

4.8.2. CONTENIDO DE SULFUROS DE HIDROGENO Y MERCAPTANO

El sulfuro de hidrógeno y los mercaptanos son indeseables en los combustibles cuando están presentes en una cantidad mayor que la que puede tolerarse, de por sí muy pequeña.

La prueba "Doctor" (ASTM-D-484; IP-30) es esencialmente una medida cualitativa muy sensible y muy útil para detectar la presencia de ciertos tipos de compuestos de azufre en una muestra. Es aplicable a destilados livianos derivados del petróleo y no más pesados que el queroseno, o para cerciorarse de que dichos productos tienen un olor agradable, distinto del así llamado olor "acre" que dan los mercaptanos. En el método, una porción de la muestra se mezcla con solución "Doctor" (Plumbito de sodio), se agrega un poco de azufre y se agita la mezcla; en ausencia de ciertos tipos de compuestos de azufre, especialmente mercaptanos y sulfuros, no habrá cambio en el color de cualquiera de los componentes de la mezcla; en este caso la muestra se considera como "Dulce" y la prueba se reporta como "Pasa" o, aceptada; si no hay cambio en el color, la muestra se considera como "Acida" y la prueba se reporta como "No Pasa!"

El método ASTM-D-1219 (IP-103 o 104) es usado para la determinación cuantitativa de los sulfuros mercaptanos en combustibles de chorro de aviación para concentraciones en peso desde 0,0003 a 0,01%. Los compuestos orgánicos de azufre como tiofenos o, cantidades de azufre elemental menores de 0,0005% por peso no interfieren. El ácido sulfhídrico puede interferir si no es removido de acuerdo con el procedimiento.

4.8.3. AZUFRE CORROSIVO

Los compuestos corrosivos de azufre son normalmente removidos durante el tratamiento de refinación, pero, pueden aún estar presentes si esta no ha sido llevada a cabo eficientemente.

Las pruebas para azufre corrosivo se realizan en casi todos los productos líquidos del petróleo y son usualmente de tipo cualitativo. Generalmente se llevan a cabo para establecer si los productos están libres de la tendencia a oxidar el cobre; el cobre y los metales amarillos son propensos a esta clase de ataque, por eso, las pruebas se efectúan por inmersión de una cinta de cobre esmerilada en una muestra bajo examen por un tiempo y temperatura que dependen del uso que va a dársele al producto; cualquier mancha o decoloración de la lámina es luego comparada con una serie de cintas estándares.

El ensayo de la lámina de cobre se usa en una gran variedad de productos porque es una prueba sensible para azufre libre y compuestos corrosivos de azufre; además, puede utilizarse en compañía de ensayos para otros materiales como hierro y acero en productos que van a estar en contacto con ellos.

Las normas que se han establecido para saber si un producto de petróleo tiene la tendencia a oxidar el cobre son: ASTM-D-130 o IP-154, empleado para detectar azufre libre y corrosivo en gasolinas automotor y de aviación, turbocombustibles (JP-1A, JP-4), combustibles para tractor, ACPM, y otros productos. El ASTM D-235, es un método modificado del anterior; y el ASTM-D-1261 o IP-112, es utilizado para apreciar el efecto corrosivo de las grasas lubricantes por su tendencia a oxidar el cobre.

4.8.4. PROTECCION CONTRA LA CORROSION

Las medidas de protección contra corrosión, incluye la utilización de los productos del petróleo libres de materias perjudiciales. Las características protectivas son generalmente estimadas por revestimiento de placas metálicas con el material a ser ensayado mediante su exposición en condiciones corrosivas favorables. Estas pruebas no han sido estandarizadas si se tiene en cuenta que su interpretación depende enormemente de la experiencia y juicio del observador; sin embargo, la norma ASTM-D-665 o IP-153 es de gran utilización en aceites de turbinas de vapor para prevenir el herrumbe de las partes ferrosas, asociada por el agua que podría contener el aceite; en la prueba, una lámina de acero se sumerge en una mezcla de aceite con agua destilada a 140 °F., y después de 24 horas, la lámina es examinada para herrumbe.

4.8.5. ACIDEZ Y ALCALINIDAD

Cualquier ácido mineral residual o material cáustico presente en un producto de petróleo adquirido en los procesos de tratamiento ácido o básico en las diversas etapas de la refinación, es indeseable, por las dificultades de corrosión o de otra índole que traen consigo. No sucede así con los ácidos orgánicos, muy poco corrosivos y cuya principal dificultad radica en el incremento de la tendencia a la formación de emulsiones y lodos de los aceites que los contienen.

La determinación de la acidez y de la alcalinidad se impone en la inspección de productos nuevos, o sin usar, y como una norma de control de calidad en refinería o, como una medida del cambio de los productos con el uso.

Para la determinación de estas características, las siguientes normas son utilizadas para gasolina y disolventes de petróleo: ASTM-D-1093 que se refiere a la acidez del residuo de la destilación, y ASTM-D-664 o ASTM-D-974 (IP-1) que corresponden a la medida del valor de neutralización por métodos potenciométrico y colorimétrico respectivamente. Las pruebas se efectúan

disolviendo una muestra en un solvente adecuado y neutralizando la solución con álcali y ácidos estandarizados, según sea el caso.

4.9. ENSAYOS VARIOS PARA CARACTERISTICAS DE NATURALEZA QUIMICA O FISICA

Algunos de estos ensayos se refieren a la determinación de propiedades particulares por medios de carácter químico-cuantitativo, mientras que otros corresponden a fenómenos esencialmente físicos; por ejemplo, entre los primeros están comprendidos las pruebas para estimar los contenidos de sal, ceniza, residuo carbonoso, contaminantes metálicos, análisis de hidrocarburos, el valor de saponificación, etc., mientras que los segundos, involucran los ensayos de agua y sedimento, punto de anilina, dilución del aceite del cárter, emulsificación, formación de espuma, número de precipitación, etc. Por otra parte, entre estos ensayos, unos son generales para el crudo y algunos productos especiales derivados de este, como son, el agua y sedimento, sal residuo carbonoso, ceniza y contaminantes inorgánicos, mientras, otros solo se aplican a un determinado grupo de compuestos, como son por ejemplo, el análisis de tipo de hidrocarburos, valor de saponificación, dilución del aceite del cárter, emulsificación, formación de espuma y el número de precipitación.

4.9.1. DEPOSITOS Y CONTAMINANTES

Estos se refieren a la estimación de impurezas insolubles o en suspensión, entre las cuales las más importantes son, sin contar el azufre el cual ha sido ya adecuadamente tratado, al agua y sedimento, sal, residuo carbonoso, ceniza y contaminantes metálicos.

1. AGUA Y SEDIMENTOS. - Las cantidades apreciables de agua y sedimento, o impurezas insolubles, presentes en la mayoría de los aceites crudos y productos semirefinados de este, como son los aceites combustibles pesados, tienden a ocasionar fallas o molestias en lo que se refiere a su fácil manejo u operación; por ejemplo, el agua, es la causa básica de la corrosión de tanques y equipos de proceso, y si esta emulsionada provoca la extinción de la

llama en los mecanismos de los quemadores, y el sedimento tienden a producir obstrucciones en las líneas de conducción, filtros de los equipos, bombas, etc.; por tanto, se hace necesaria su determinación.

La cantidad de agua y sedimento puede medirse por el uso de las siguientes normas :

- a. El método de centrifugación (ASTM-D-96; IP-75) es el más comúnmente utilizado en aceites crudos para obtener cantidades volumétricas exactas de agua y sedimento.
- b. El método ASTM-D-473 (IP-53) que emplea la extracción del sedimento por filtración con un solvente caliente y la medida se reporta por el peso de sedimento.
- c. El método ASTM-D-95 (IP-74) es utilizado para estimar el contenido de agua mediante destilación.

En el método de centrifugación, una muestra de aceite de 50 ml. se mezcla con 50 ml. de solvente; se agita y se lleva a un baño por unos pocos minutos; se somete a centrifugación y se reporta el porcentaje en volumen de agua y sedimento después de dejarse sedimentar.

En el método de filtración en caliente se coloca la muestra en un recipiente refractario o "gooch" y el aceite combustible o combustóleo se extrae con vapor o tolueno caliente hasta obtener un residuo de peso constante, el cual se expresa en peso por ciento de sedimento.

2. SAL.- La sal como el agua y sedimento se encuentran en los yacimientos petrolíferos y se extrae como salmuera en combinación con el crudo; por eso, ha de someterse a un previo proceso de desalinado antes de cargarlo a las unidades de refinación con el fin de evitar bloqueos, incrustaciones o, corrosión, en las plantas de destilación y equipos accesorios. Las sales se refieren principalmente a los cloruros de sodio, calcio y magnesio, los cuales pueden dar lugar a la formación de materiales altamente corrosivos, tales como el ácido clorhídrico.

Para determinar el contenido de sal en el crudo el método de Aruba o IP-77 es corrientemente empleado; en el método se mezclan 3 volúmenes de benzol con 3 de agua a 2 volúmenes de crudo; se agitan por centrifugación hasta obtener la separación de las fases; después de haberse dejado decantar, el agua se separa por filtración y se titula con nitrato de plata usando cromato de potasio como indicador, y el resultado se reporta en libras de sal por 1000 bls. de crudo. Si se cree conveniente, un análisis de cloruros puede ser realizado.

3. RESIDUO CARBONOSO. - La determinación del residuo carbonoso es útil para suministrar información de la tendencia de un aceite a formar coque, aunque se aplica al crudo y otros productos tiene poco significado, da una idea de su contenido de aceite pesado.

Hay dos maneras para determinar el residuo carbonoso o valor de coque: el método Conradson (ASTM-D-189; IP-13) y el método Ramsbottom (ASTM-D-524; IP-14), utilizados para lubricantes y combustibles, el primero, y para aceites lubricantes el segundo.

En el método Conradson, la muestra se calienta en un "Gooch", bajo condiciones controladas en la que el aire es virtualmente excluido y la cantidad de residuo es pesado y reportado en porcentaje por peso de la muestra.

En el método Ramsbottom se hace uso de un pequeño bulbo de vidrio con una abertura capilar y la muestra es calentada en este bulbo a 1022° F. por inmersión en un baño de metal fundido. Posteriormente el residuo no volátil es pesado y se reporta en porcentaje por peso de la muestra.

Ambos métodos se aplican a derivados relativamente no volátiles que se descomponen parcialmente cuando se destilan a presión atmosférica; los aceites que contienen constituyentes formadores de ceniza, tendrán erróneamente altos residuos de carbono por cualquiera de estos métodos. En combustibles destilados los ensayos del valor de coque son extremadamente pequeños, y por tanto, es costumbre primero destilar estos produc-

tos y realizar el ensayo sobre el 10% del residuo.

El residuo de carbono es valioso al refinador para investigar la adaptabilidad de un residuo de aceite crudo en la manufactura de lubricantes, puesto que permite indicar en cierta forma, el tipo y grado de refinación de los aceites de base residual, tales como aceites de cilindro y aceites brillantes y claros; también el residuo carbonoso se ha utilizado para estimar la cantidad de depósitos carbonosos formados de un aceite de cárter en la cámara de combustión, aunque se ha observado que estos contienen aditivos de alto porcentaje de ceniza.

4. CENIZA Y CONTAMINANTES METALICOS. - La prueba de ceniza es ampliamente usada para propósitos de control de calidad, ya que detectará cualquier contaminación que pueda haber ocurrido durante el procesamiento o manejo; también es un método útil para determinar la cantidad de materia inorgánica en una mezcla asfáltica, tales como polvos u óxidos metálicos (de hierro, níquel y vanadio), los cuales pueden dar lugar a obstrucciones, incrustaciones, o bien corrosión; por ejemplo, esto puede ocurrir por parte del vanadio, cuando se usa el combustible como aceite combustible en hornos refractarios; igualmente el aceite usado para el mismo propósito puede causar incrustaciones en los álabes de las turbinas.

Para determinar el contenido de ceniza en crudos, combustibles, aceites y otros productos del petróleo, el método ASTM-D-482 (IP-4) es utilizado. En el método, una cantidad de muestra es quemada en una placa y el residuo calentado fuertemente a una temperatura suficientemente alta hasta que quede libre de materia carbonosa. Tal procedimiento puede dar bajos resultados si la materia mineral está presente como sales, las cuales son volátiles a altas temperaturas de cenizamiento. En este caso, un método modificado podría emplearse; así, el aceite, como antes, es quemado, y el residuo cuidadosamente calentado hasta que quede completamente libre de carbón; la cápsula es luego enfriada y una pequeña cantidad de ácido sulfúrico es añadida, la cual convierte las sales metálicas a sulfatos que no volatilizarán en el subsiguiente proceso de recalentamiento.

La prueba de ceniza no es adecuada para aceites lubricantes usados en motores que funcionan con combustibles que contienen impurezas de plomo ni tampoco para aceites nuevos y usados con agregados metalo-orgánicos, debido a que porciones significativas del compuesto mineral puede perderse por evaporación; por eso, la ceniza obtenida por este método se indica corrientemente como ceniza seca para distinguirla de la ceniza húmeda y del residuo sulfatado obtenido por otros métodos analíticos, como los correspondientes a los aceites nuevos y usados que pueden contener aditivos o productos de descomposición de estos.

Los contaminantes metálicos asociados en el crudo pueden concentrarse durante las operaciones de refinación en los aceites residuales perjudicando notablemente las propiedades de estos productos y ocasionando problemas cuando se ponen en uso; por consiguiente, los siguientes metales han de ser determinados: Vanadio (ASTM-D-1548), Níquel (SMS-1370), Hierro (SMS-1409A), Sodio (SMS-1650), etc.

4.9.2. ANALISIS DE HIDROCARBUROS

Como la calidad de los productos del petróleo, para todas las clases, está relacionada a las propiedades de los hidrocarburos de los cuales están compuestos, un análisis para los tipos de hidrocarburos se usa con frecuencia para los diversos tipos de comportamiento y para utilizar los crudos de la mejor manera posible.

Las normas más importantes disponibles para este objeto se refieren al análisis de hidrocarburos en fracciones livianas y a la determinación del tipo o grupo de hidrocarburos en los productos líquidos del petróleo.

A. ANALISIS DE HIDROCARBUROS EN FRACCIONES LIVIANAS

La determinación de la composición cuantitativa de los productos del petróleo se efectúa empleando métodos cromatográficos; por ejemplo, el "Fisher Gulf Partitioner" (GLG-GSG) o IP-169, suministra los porcentajes volumétricos de hidrocarburos gaseosos en términos de C_1 , C_2 , C_3 , $i-C_4$, $n-C_4$, $i-C_5$, $n-C_5$ y Hexanos.

El contenido de 1, 3-Butadieno en mezclas de hidrocarburos butanos puede estimarse por el método ASTM-D-1096 (IP-141), el cual es a veces requerido en los "Stock" empleados para la producción de productos petroquímicos.

Los compuestos no saturados para mezclas de hidrocarburos de 4 o menos átomos de carbono puede efectuarse por el método del nitrato de plata (ASTM-D-1268); también, el método es aplicable a mezclas de hidrocarburos C_5 diluídos con nitrógeno, aunque no puede usarse para mezclas que contengan monóxido de carbono ni hidrógeno libre. El contenido de este tipo de hidrocarburos es útil para descubrir el uso económico del gas y para controlar el producto mediante el cual se elabora el gas. El grado de insaturación olefínica, además de tener influencia en la manufactura en la eficiencia de los procesos de fabricación, da una indicación de la reactividad del gas y su adaptabilidad como materia prima; por ejemplo, en numerosos usos del gas licuado del petróleo, el conocimiento de la concentración de olefinas es significativo, ya sea para el control de las propiedades disolventes cuando se usa para desengrasar, desacerar u operaciones de desasfaltado, a atmósferas controladas en líneas de tratamiento de calor e indicar el comportamiento cuando se usa como combustible automotriz.

B. ANALISIS DE GRUPOS DE HIDROCARBUROS EN LOS PRODUCTOS LIQUIDOS DEL PETROLEO

Entre los métodos más importantes para determinar el grupo de hidrocarburos merecen alguna consideración especial los ensayos de Número de Bromo, Tratamiento Acido, Absorción en sílica-gel y Espectrofotometría.

1. NUMERO DE BROMO. - La magnitud del Número de Bromo, que se define como los gramos de bromo consumidos por 100 gramos de muestra bajo condiciones especificadas, es una indicación de los constituyentes reactivos de bromo en una muestra e incluye, el bromo consumido por adición o sustitución en los hidrocarburos y el bromo consumido por las reacciones con compuestos orgánicos de azufre, nitrógeno y oxígeno.

La determinación del Número de Bromo en los destilados del petróleo es útil para conocer el grado de insaturación olefínica. Hay dos normas conocidas para evaluar este valor : ASTM-D-1158 (IP-129), el cual efectúa la medida por medios volumétricos con un indicador de color, y el ASTM-D-1159 (IP-130), que emplea procedimiento electrométrico; se diferencian mutuamente, respecto al disolvente de titulación, procedimiento y temperatura a la cual se efectúa la titulación; sin embargo, ambos pueden aplicarse a destilados que están esencialmente libre de material más liviano que el iso-butano y que tienen el 90% de destilación bajo 620 °F., es decir, los métodos son generalmente aplicables a los materiales que caen dentro de los siguientes límites :

<u>Punto de 90%</u>	<u>Número de Bromo Máximo</u>
Punto bajo 400 °F.	100
Punto de 400 a 620 °F.	40

2. TRATAMIENTO ACIDO Y NUMERO DE BROMO. - El método de ensayo por tratamiento ácido y número de bromo es utilizado para calcular las olefinas y aromáticos en gasolinás, naftas, querosenos y otros destilados del petróleo que están sustancialmente libres de butanos y butenos. Para este propósito, dos estándares son disponibles.

El primero corresponde al método ASTM-D-1019 (IP-145) que determina la suma de olefinas y aromáticos, como el total de no saturados, y es aplicable cuando el punto de 90% de destilación no es mayor de 600 F., según se determina por el procedimiento de destilación ASTM-D-86. Los resultados obtenidos representan todos los materiales absorbibles de ácido en la muestra : además, de hidrocarburos aromáticos y olefínicos, estos materiales comprenden una porción variable de compuestos que contienen azufre, nitrógeno, oxígeno o, combinaciones de los mismos. En los destilados de petróleo, la proporción del material no hidrocarbonado, es generalmente baja, para que puedan tomar parte la absorción de ácidos como una medida del total de los hidrocarburos olefínicos y aromáticos. En ausencia de olefinas, es decir, para un número de bromo mayor de 1, la absorción ácida para tales destilados puede tomarse como una medida de aromáticos.

El segundo estándar, ASTM-D-875, proporciona la base para calcular las olefinas del número de bromo. Los aromáticos se obtienen de la diferencia de la absorción total. El método es aplicable, si el número de bromo es mayor de 20 por el método ASTM-D-1158, y el punto del 90% no es mayor de 392 °F por el procedimiento ASTM-D-86. Los resultados obtenidos son útiles para identificar el producto analizado y establecer su valor como disolvente, combustible o materia prima. Si se observa un destilado con un bajo contenido de olefinas, el contenido de aromáticos y saturados, puede determinarse por el método ASTM-D-936.

3. GRUPOS DE HIDROCARBUROS POR ABSORCIÓN EN GEL-

SILICE. - La separación del grupo de hidrocarburos mediante la absorción usando indicador fluorescente (ASTM-D-1319; IP-156) es un modo conveniente y rápido de cerciorarse de los porcentajes de saturados, olefinas y aromáticos en las gasolinas, combustibles de chorro de aviación y otros productos de petróleo; en general, todas aquellas fracciones desbutanizadas que hierven a temperaturas inferiores a los 600 °F. En el método, los compuestos que contienen sulfuros, nitrógeno u oxígeno, se determinan como aromáticos. Sin embargo, existe un medio más exacto para medir el contenido de aromáticos, aplicado generalmente a las fracciones de destilación directa, o gasolina, libres de olefina y de compuestos no hidrocarbonados u otras mezclas de hidrocarburos desbutanizados que destilan a temperaturas inferiores a los 400 °F. y que tienen menos del 1% de hidrocarburos parafínicos. Este es referido en el estándar ASTM-D-936. En el método las parafinas y naftenos no interfieren, a pesar de su concentración; pero, los compuestos que contienen sulfuro e hidrógeno a menudo interfieren por estar incluidos en los aromáticos. Aunque la exactitud del ensayo es buena, este es un procedimiento relativamente lento. Se han desarrollado también métodos empíricos (J. Garner) para determinar las cantidades de parafinas, olefinas, naftenos y aromáticos (PONA) en una gasolina, basados en el valor del número de yodo, nitración en ácido nítrico fumante y descenso de la temperatura de anilina.

4. AROMATICOS POR ESPECTROFOTOMETRIA ULTRAVIOLETA. - El método de espectrofotometría ultravioleta proporciona un medio para determinar los porcentajes de benceno y tolueno en destilados de petróleo y/o hidrocarburos puros como disolventes de estrecho punto de ebullición; por consiguiente, el método es particularmente útil para establecer el valor de un combustible como aceite de base para la producción de benceno y tolueno y para probar aquellos disolventes en los cuales una pequeña cantidad de aromáticos es indeseable. El método está referido en el estándar ASTM-D-1017 (IP-151 o 152) y se efectúa mediante la medida de la absorbencia de la luz ultravioleta en longitudes de onda seleccionadas; es aplicable a los productos del petróleo que tienen un rango de ebullición entre 100 y 250 F. y que no contienen más del 25% de benceno, además, del tolueno; las parafinas, naftenos o mono-olefinas no interfieren. La interferencia por di olefinas conjugadas y vestigios de compuestos de sulfuros son menguados por el uso del método de línea base o, son sustancialmente eliminados lavando la muestra con una solución alcalina de permanganato de potasio. Los límites de temperatura especificados para la mezcla de ebullición de muestras eliminan los xilenos y estirenos que interferirían en el análisis.

4.9.3. PUNTO DE ANILINA

El método ASTM-D-611 (IP-2) describe la determinación del punto de anilina de productos y combustibles del petróleo, solventes de hidrocarburos y aceites destilados, una vez comprobado que el punto de anilina es menor que el punto de ebullición y mayor que el punto de solidificación de la mezcla anilina-muestra. Este método, también da un procedimiento para determinar el punto mezclado de anilina, una vez comprobado que tienen puntos de anilina menores que la temperatura a la cual cristaliza una mezcla anilina-muestra. En el método, volúmenes especificados de anilina-muestra y/o diluyente, se colocan en un tubo y se mezclan mecánicamente, calentando a una velocidad controlada hasta que se forma una sola fase; por enfriamiento, se logra la temperatura a la cual reaparecen las fases que se expresa como punto de anilina de la muestra bajo examen.

La sencillez de la determinación hace el ensayo atractivo para la estimación del contenido de aromáticos en casos

en que dicho valor sea importante para el comportamiento del producto; por ejemplo, es el caso del poder disolvente de las naftas, características de combustión de la gasolina y ACPM, pues aunque no es una propiedad de combustión, está íntimamente relacionada con dichas características. Para la estimación de la tendencia detonante relativa de una gasolina comparando el equivalente de anilina, los valores positivos indican compuestos que detonan menos que el combustible de referencia (equivalente de anilina cero) y los equivalentes negativos indican materiales que detonan más que aquel.

4.9.4. DETERGENCIA DE LOS ACEITES PARA MOTOR

No se han adoptado ensayos oficiales para estimar las propiedades detergentes o suspensoides, pero, las siguientes pruebas son de uso común :

1. ENSAYO LAUNDEROMETER. - Se ensucian piezas de franela con negro de humo suspendido en nafta para limpiar. Las telas se lavan luego en aceite diluído al 50% en nafta y finalmente se enjuagan varias veces con nafta. Los aceites de base parafínica o mixta limpiarán muy poco la tela, pero los de base nafténica y los que tienen agentes detergentes presentan cierta acción limpiadora.

2. ENSAYO DE SUSPENSION. - La mezcla de negro de humo con aceite en proporción de 0,2% aproximadamente y después de dejar en reposo por 24 horas a una temperatura de 80 a 105 ° C., los aceites no detergentes exhiben distintos grados de sedimentación del negro de humo, mientras que esto no ocurre con los aceites detergentes.

Los aceites detergentes son necesarios para motores diesel, aunque los de base nafténica son bastante eficaces y son aconsejables para motores de encendido por chispa para servicio pesado.

4.9.5. VALOR DE SAPONIFICACION

Cuando se desea saber la cantidad de constituyentes

grasosos en algunos productos del petróleo, particularmente los aceites lubricantes, aunque no sea posible identificarlos completamente, el índice de saponificación es utilizado. Para ello hay disponibles dos métodos, uno volumétrico (ASTM-D-94) y otro potenciométrico (ASTM-D-939). El primer procedimiento se destina para determinar la cantidad de constituyentes cuando estos fácilmente saponifican, puesto que compuestos de azufre halógenos y otros elementos, algunas veces se añaden a los productos y estos también consumen álcali y ácido, indicando los resultados obtenidos del efecto de estos materiales extraños unidos a la materia insaponificable.

4.9.6. ANALISIS DE DESTILADOS PESADOS

Los ensayos se refieren a los aceites y grasas lubricantes, ceras parafínicas y asfaltos, y comprenden: materiales inorgánicos en aceites y grasas lubricantes, análisis de grasa, determinación de residuos de sulfonato de petróleo, residuos no sulfonados en aceites de petróleo, cera parafínica, contenido de aceite en la cera, asfalteno y solubilidad de los materiales bituminosos.

A. MATERIALES INORGANICOS EN ACEITES Y GRASAS LUBRICANTES.

Para determinar los metales y los materiales inorgánicos en aceites y grasas lubricantes, particularmente provenientes de aditivos empleados en la mejora de estos productos, se dispone de cinco normas para el análisis metálico y dos para el análisis de no metales los cuales son aplicados a productos nuevos y usados.

Las normas para análisis metálico son: ASTM-D-874, ASTM-D-810, ASTM-D-811, ASTM-D-1262 y ASTM-D-1026, o bien el IP-122. En los tres primeros métodos, los metales presentes se obtienen en la forma de residuos sulfatados: en el ASTM-D-874, el residuo sulfatado de aceites lubricantes nuevos; en el ASTM-D-810, el residuo sulfatado, plomo, hierro y cobre en aceites; y, el ASTM-D-811 es empleado en el análisis metálico para aceites lubricantes, en especial cuando se re-

quiere averiguar la presencia de Zinc y aditivos como el residuo sulfatado. En las tres pruebas, el material inorgánico es liberado del material orgánico sin pérdida y los elementos metálicos presentes en la muestra se recuperan cuantitativamente en la ceniza sulfatada. En el método ASTM-D-1262, el plomo presente en grasas nuevas y usadas se determina como peróxido. En el método ASTM-D-1026, el sodio en los aceites lubricantes se determina como acetato.

Las normas para análisis de no metales se refieren principalmente al fósforo en aceites lubricantes (ASTM-D-1091 o IP-148 y 149) y al cloro en aceites y grasas lubricantes (ASTM-D-808). El primer método contiene dos procedimientos, uno fotométrico para concentraciones bajas y, otro gravimétrico para altas concentraciones. En el segundo, el cloro se determina gravimétricamente, después de liberarlo de los derivados orgánicos por combustión en una bomba de oxígeno.

Todos estos ensayos en orden a determinar compuestos inorgánicos en aceites y grasas lubricantes, son de considerable utilidad para el fabricante de aceites y grasas que contienen aditivos, y de los cuales cada método apropiado ha de usarse para controlar la concentración de un aditivo específico cuando se fabrica un aceite o grasa determinado.

B. ANALISIS DE GRASA

El análisis de grasa es útil para propósitos de identificación, el control de calidad y como una guía para evaluar la grasa; pero, el comportamiento de una grasa no podría pronosticarse mediante el empleo de este análisis. El método ASTM-D-128 suministra información en cuanto al tipo y calidad de jabón, el tipo y viscosidad del aceite y presencia de rellenos u otro material agregado en una grasa. Como el método es solo aplicado a grasas de tipo convencional, compuestos esencialmente de aceites de petróleo y jabón, los constituyentes a determinar son: el jabón, la materia insaponificable, o aceite de petróleo, agua, alcalinidad libre, ácido graso libre, grasa, glicerina y relleno. El método no es adecuado para aquellas grasas que se hacen con es-

pesadores que no tienen jabón y constituyentes de aceite que no sean de petróleo o jabones de ácido graso de hidróxido.

C. ANALISIS DE SULFONATO DE PETROLEO

De los muchos sulfatos de petróleo posibles, aquellos que en el presente son extensamente usados en el comercio son los de sodio, calcio y bario. Las diversas aplicaciones de estos sulfonatos directamente en proceso o en operaciones de compundaje, requieren un conocimiento exacto de su composición y pureza. El peso molecular promedio o equivalente de los ácidos sulfónicos de petróleo depende del tipo y la escala de ebullición, de los hidrocarburos de los cuales se elabora el sulfato y del método de fabricar el sulfato. El tipo de un sulfato de petróleo, su composición y su peso molecular caracterizan el producto y determinan su uso para el cual estará mejor adoptado.

Para analizar el sulfato de petróleo, dos normas son disponibles, una para sulfato de aceite soluble crudo y refinado (ASTM-D-855) y, otro para sulfato de bario y calcio crudo y refinado (ASTM-D-1216; IP-110 y 111). En cada método, el sulfato de petróleo se analiza por los porcentajes del aceite mineral del sulfato específico, carbonato específico, sales inorgánicas y agua. También se efectúan pruebas para la basicidad o acidez, el promedio de peso molecular y gravedad específica.

Los carboxilatos son una impureza que puede afectar adversamente las propiedades de los sulfonatos. La cantidad de sales inorgánicas y álcali libre en un producto es una medida de su refinamiento y afecta marcadamente su calidad. El contenido de agua es frecuentemente crítico cuando el producto va a usarse para mezclar aceites de especialidad. La concentración de ingrediente aditivo se calcula sustrayendo el contenido de aceite mineral del valor de 100%.

D. RESIDUOS NO SULFONADOS EN ACEITES ESPECIALES

Los residuos no sulfonados son aquella porción de un aceite que permanece inafectado cuando se tratan con ácido sulfúrico bajo condiciones especificadas expresando la medida en porcentaje.

Puesto que la relación entre los residuos no sulfonados y la verdadera composición del aceite no se saben, la utilidad de la medida es la de estimar el grado de refinación del aceite, principalmente cuando es usado para la fabricación de aceites de rocío para plantas. La medida se efectúa de acuerdo al "Standard" ASTM-D-483, la cual permite estimar la resistencia de estos aceites al ácido sulfúrico bajo condiciones controladas, suministrando de esta manera una medida del grado de refinación para los aceites con aplicaciones específicas en la horticultura.

E. CERA PARAFINICA

A causa de que la cera se encuentra en casi todos los productos del petróleo, excepto en las gasolinas y disolventes livianos, es difícil medir con un grado razonable de precisión el contenido exacto de cera en los productos del petróleo; no obstante, se han desarrollado métodos prácticos para su estimación (RAM-268), basados en la cantidad de cera depositada, cuando se mezcla el aceite con una cantidad de solvente específico, tal como el cloruro de metilo a una temperatura prescrita (25 °C). Basta anotar en el método solo una parte de la cera va a ser especificada, puesto que los puntos de fusión más bajos permanecen en solución; sin embargo, la cera determinada en este método da una guía útil para considerar si el crudo es ceroso o no ceroso.

F. CONTENIDO DE ACEITE EN LA CERA

Las ceras de petróleo cuando están recién preparadas contienen una cantidad considerable de aceite. Las subsecuentes operaciones de refinación remueven el aceite hasta un punto que dependen del tipo y grado de procesamiento.

El Método ASTM-D-721 (IP-158) es asequible para determinar la cantidad de aceite residual en la cera. Esto tiene importancia ya que la cera parafínica debe estar libre de aceite porque un exceso de este tiende a exudar y afecta la fuerza del cierre hermético, tal como la resistencia a la tensión y otras propiedades físicas de la cera.

El contenido de cera microcristalina es en general mucho más alto que el de la cera parafínica y puede variar en una escala más bien amplia, hasta aproximadamente el 10%. La cantidad permisible depende del tipo de cera microcristalina y del uso al cual ha de destinársele.

La prueba de contenido de cera, en consecuencia, es útil para el refinero, para controlar los diferentes tipos de separación del aceite de la cera.

G. CONTENIDO DE ASFALTENOS

Para cerciorarse de la cantidad de material asfáltico en un producto, se emplea el método IP-143. En el método la muestra es diluída con solvente parafínico. El asfalteno es insoluble en tal solvente, y por consiguiente, precipita de la solución. Este puede removerse por filtración o centrifugación. En una variación del ensayo, la materia asfáltica es disuelta en un solvente aromático, para separarlo de cualquier material inorgánico y el carbón puede precipitarse con eí. La solución, luego evaporada y el residuo llamado asfalteno es pesado.

Para productos líquidos esto es más o menos una prueba de clasificación. En caso de material bituminoso, sin embargo, el contenido de asfalteno puede influir profundamente en las propiedades de flujo del producto, sobretodo, un alto contenido de asfalteno en el descenso de la susceptibilidad a cambios de temperatura.

H. SOLUBILIDAD DE MATERIALES BITUMINOSOS

La prueba de solubilidad (ASTM-D-4; IP-47) es de valor en la clasificación de materiales bituminosos en razón de que puede averiguarse el tipo de bitumen, ya que la solubilidad al disulfuro de carbono o tetracloruro de carbono, proporciona una medida del contenido de este en la muestra. La prueba es válida para materiales que lo contienen en un 25% por lo menos.

4.9.7. ENSAYOS FISICOS VARIOS

A. DILUCION DEL ACEITE DEL CARTER

En la operación de los motores de combustión interna, algo de combustible puede pasar sin quemarse o consumirse y mezclarse con el aceite lubricante del cigüeñal. La cantidad de esta dilución dependerá de las condiciones mecánicas de la máquina y de ciertas propiedades del combustible, como la volatilidad. Cuando los motores están en una buena condición mecánica y los vehículos se conducen a velocidades moderadas o altas, la cantidad de dilución del combustible será baja. La volatilidad de los combustibles, la ventilación del cárter y la temperatura de la chaqueta característica en los motores modernos, hace posible que este diluyente salga del respiradero en lugar de ingresar al aceite. Pero, la cantidad de dilución incrementa cuando los motores funcionan a velocidades bajas, con frecuentes arranques y paradas, es decir, cuando las relaciones de mezclas del combustible con el aire son ricas y la temperatura del aceite del cárter y del agua de la chaqueta sean menores de lo normal. En tiempo frío, la dilución puede ser excesiva, especialmente si el motor está en pobres condiciones mecánicas. La dilución reduce la viscosidad del aceite y si es excesiva perjudica sus propiedades lubricantes, y en consecuencia, el promedio de desgaste aumenta en los cojinetes, anillos y cilindros, y el consumo de aceite aumenta; los cambios de aceite, entonces, se hacen necesarios con más frecuencia. Para facilitar el arranque en climas fríos ha resultado práctico diluir los aceites del cárter en queroseno u otros productos de viscosidad baja. Este tipo de dilución intencional es controlable dentro del estrecho límite y es probable que no cause dificultades; sin embargo, las calidades de números 5W, -5W-20 y 10W-30 de aceites de cárter, reemplaza el uso de tales diluyentes proporcionando las características de flujo necesarias, viscosidad baja y bajo punto de fluidez.

El contenido de diluyente en el aceite de cigüeñal es usualmente confinado a los motores de gasolina y su determinación se efectúa por el método ASTM-D-322, el cual está basado en la diferencia de volatilidad entre el aceite y el combustible; en

el método, se realiza la destilación del aceite con vapor, luego los residuos y combustibles volátiles son removidos, condensados y medidos.

B. TOLERANCIA DE AGUA EN LOS COMBUSTIBLES DE AVIACION

Las aeronaves en servicio tienen que afrontar temperaturas tan bajas, para lo cual es necesario que el combustible esté libre de agua, a causa de que la condensación y formación de hielo restringen el flujo de combustible al motor.

Para determinar la cantidad de agua que será disuelta o absorbida por el combustible, el método ASTM-D-1094 está disponible. Una alta tolerancia de agua indica la presencia de alcohol o de otros componentes que absorben apreciables cantidades de agua antes de que se vuelvan inmiscibles con los hidrocarburos. Cuando el combustible contiene tales compuestos, las capas acuosas pueden ser más pequeñas al final de la prueba; pero, cuando el combustible consiste enteramente de componentes de hidrocarburos no hay cambio apreciable en el volumen de la capa de agua.

C. EMULSIFICACION

Cuando un aceite de petróleo se mezcla con el agua usualmente se separa al estar quieto; sin embargo, la presencia de ciertos materiales contaminantes merman la velocidad de separación y pueden causar la formación de emulsiones estables. Para algunos propósitos es deseable que el aceite forme una emulsión relativamente estable con el agua (aceites de cilindro para máquinas de vapor que operan con vapor húmedo); pero, para otros, es importante que el aceite se separe rápida y completamente del agua; esto es, por lo general lo que sucede cuando hay una fuga de vapor o agua que entra en el sistema del aceite.

Para probar los aceites en cuanto a su desemulsificación, la norma ASTM-D-157 es disponible; en el método, el vapor es soplado en la muestra bajo condiciones especificadas y el tiempo en segundos anotado para la completa separación del aceite y el vapor condensado; el resultado del ensayo se reporta

como el número de emulsificación del vapor (SE).

La prueba para emulsificación del vapor es importante para los aceites de turbina, porque ellos frecuentemente están en contacto con el agua o el vapor a medida que el aceite fluye a través del sistema de circulación. Si el aceite y el agua forman una emulsión permanente, reducirá la eficiencia de lubricación y contribuirá a la formación de lodos.

D. FORMACION DE ESPUMA

La formación de espuma en los aceites de motores es un fenómeno particularmente asociado con el de los motores alternativos de aviación, y se produce especialmente cuando se mezclan mecánicamente los aceites del cárter con el aire u otro gas. La formación de espuma bajo tales condiciones, es indeseable porque reduce el flujo de lubricante a los cojinetes. En ciertos combustibles de aviación esto llega a ser una seria dificultad; por ello se ejerce un estricto control de la tendencia hacia la formación de espuma de los aceites mediante la adición de pequeñas cantidades de agentes antiespumantes; esta tendencia es diferente para los distintos aceites lubricantes.

Para determinar las características espumantes de los aceites de cárter se dispone del "Standard" ASTM-D-892. En el método una cantidad de muestra es soplada con aire, bajo condiciones estandarizadas y se mide luego, el aumento en el nivel por formación de espuma y la velocidad con que colapsa.

E. RESISTENCIA ELECTRICA

En el aislamiento de equipos eléctricos, los aceites de petróleo juegan un papel importante, especialmente tratándose de los aceites para transformador. En estos aceites las propiedades eléctricas son impartidas por contaminación con agua y polvos adventicios.

La norma ASTM-D-877 es utilizada para estimar la resistencia dieléctrica de los aceites de transformador y aparatos eléctricos similares. La prueba es efectuada en un transformador

elevador al que se le suministra energía de una fuente variable de bajo voltaje; la resistencia del aceite es medida sujetándolo a un voltaje alterno incremental, bajo condiciones especificadas hasta que un voltaje límite es alcanzado.

F. NUMERO DE PRECIPITACION

Los lubricantes fabricados a partir de residuos llevan una gran cantidad de asfalto indeseable. Si el lubricante ha de utilizarse en cierto tipo de lubricación, tal como en cilindros de vapor, para tales fines es indispensable controlar el contenido asfáltico. A causa de que los constituyentes asfálticos son esencialmente insolubles en hidrocarburos parafínicos de bajo punto de ebullición, esta característica ha sido utilizada para evaluar los aceites residuales para servicio lubricante, por medio de un índice conocido como Número de Precipitación. El número de precipitación es el equivalente a los ml. de precipitado formado cuando una mezcla de 10 ml. de aceite lubricante y 90 ml. de nafta de precipitación ASTM son centrifugados bajo condiciones prescritas. El método se refiere en el estándar ASTM-D-91.

El número de precipitación es una base para clasificar los diversos grupos de aceites residuales en cuanto al contenido relativo de constituyentes asfálticos. Los productos refinados tales como los aceites brillantes, no debieran contener constituyentes asfálticos, puesto que durante la refinación del aceite lubricantes se ha eliminado dicho material, mientras que los aceites para cilindros sí llevan asfaltos porque son productos parcialmente refinados.

S E G U N D A P A R T E

- P R A C T I C A -

I. MONTAJE Y OPERACION DE EQUIPO PILOTO "MARK II SARNIA" COMBINADO PARA LA E- VALUACION DE CRUDOS

El ensayo de fraccionamiento para la evaluación de crudos requiere la utilización de equipos piloto especializados; por eso, desde los primeros años de la industria petrolera se ha prestado atención al desarrollo de equipos de máxima eficiencia con suministro de fracciones en cantidades adecuadas para el rango de productos de destilación.

Los primeros equipos utilizados tales como el Norton y Otto, el Lebel-Henninger y las columnas Hempel, presentaron una serie de inconvenientes provocados por su escasa capacidad, restricciones en la abertura de la base que impedían el flujo de vapores y el retorno de líquido, la excesiva retención de líquido en la columna respecto al tamaño de los cortes obtenidos, dificultades en el control de reflujo, etc. Con el advenimiento de los equipos de punto de ebullición verdadero, fue posible eliminar gran parte de estos inconvenientes para obtener una información más real sobre la naturaleza de los crudos. A este grupo pertenecen el equipo Peters y Bakers para la destilación de petróleo crudo, gasolina o aceites pesados; el Podbielniak usado principalmente para gases o mezclas de hidrocarburos de bajo punto de ebullición y el Sarnia Mark II combinado para destilación atmosférica y a vacío.

Las unidades Sarnia Mark II combinadas constituyen el equipo más moderno de destilación analítica precisa por cargas y fueron desarrolladas específicamente para uso de rutina en los laboratorios de refinería como son los ensayos de crudos y residuos craqueados; pero, pueden adaptarse igualmente para separaciones de alta eficiencia, donde compuestos puros han de ser separados cuantitativamente de mezclas como en la preparación de alimentos y aceites esenciales. Actualmente se han desarrollado unidades especiales para destilación continua que constan de una o más torres en serie, como

también unidades modernas del mismo tipo para destilación a alto vacío.

Los equipos Sarnia combinados se componen principalmente de un fraccionador 15/5 y de un destilador para alto vacío, "Hivac Still", que operan de una manera semiautomática, con partes de vidrio en su mayoría y montados sobre una estructura metálica. Las unidades han sido calibradas por los fabricantes con la cooperación de "The Committee of Panel Distillation"; sin embargo, se requieren chequeos preliminares y periódicos para asegurar reproductividad y repetibilidad. Los equipos son fáciles de manipular puesto que una sola persona puede hacerlo para un proceso que dura 20 horas aproximadamente. La limpieza es esencial, principalmente para alcanzar un vacío adecuado durante la destilación. Los servicios requeridos son pocos y disponibles en cualquier refinería.

VENTAJAS DE UN DESTILADOR SARNIA MK II

Las ventajas de un destilador Sarnia MK II se refieren principalmente :

1. MATERIAL DE CONSTRUCCION. - Por estar construído de vidrio es resistente a la corrosión, no requiere mantenimiento, excepto la lubricación de uniones, el costo es inferior al de aparatos metálicos similares, la transparencia del equipo permite seguir visualmente la operación, las chaquetas de vidrio evacuado favorecen la adiabaticidad, se ahorran labores de taller, servicios e instrumentación.
2. VELOCIDAD. - La velocidad de los fraccionadores Sarnia MK II, es 50% mayor a presión atmosférica que los destiladores comunes a baja presión.
3. ESPACIO Y SUPERFICIE QUE OCUPAN. - Para unidades de 20 a 40 litros, se requiere cerca de 20 pies cuadrados de superficie de piso y 10 pies de altura por cada fraccionador; en tanto que los destiladores de alto vacío con capacidad de 12 a 25 litros requieren superficie de piso de 32 pulgadas cuadradas y altura de 8 pies.

4. RAPIDO ENSAMBLAJE Y MANTENIMIENTO. - El simple conjunto de partes capacita a un operador para preparar una nueva destilación en media hora incluyendo un cambio completo del empaque.
5. RAPIDO CALENTAMIENTO Y ENFRIAMIENTO. - Las velocidades de entrada y remoción de calor son extremadamente altas a causa de la gran densidad de calor en los calentadores, grandes serpentines de enfriamiento y la pequeña masa de los alambiques de acero inoxidable. Una carga completa puede ser calentada o enfriada a una velocidad de 400 °F/hr. para todas las versiones de acero. La destilación puede extinguirse en unos 15 segundos, o cambiar a una presión de operación inferior a la actual en 15 o 20 minutos, ahorrando al menos dos horas sobre los viejos diseños.

DESVENTAJAS DE UN DESTILADOR SARNIA MK II

Puesto que el equipo es de vidrio, existe una serie de inconvenientes a saber :

1. Hay limitaciones de temperatura y presión que pueden afectar su uso en operaciones de planta piloto.
2. Es relativamente frágil, pero a pesar de ello, se ha demostrado que es suficientemente fuerte para dejarse manejar con seguridad por personal de laboratorio suficientemente entrenado.
3. Existe el peligro de liberación de grandes volúmenes de vapores de hidrocarburos en caso de ruptura accidental de cualquier aparato de vidrio del sistema; por eso, es necesario tomar medidas efectivas de seguridad.

En los siguientes capítulos se tratarán en forma general los destiladores Sarnia Mark II, pero haciendo hincapié en el equipo objeto del presente estudio; es decir, el fraccionador 15/5 de 50 mm de diámetro y 24 litros de capacidad, y el destilador de alto vacío "Hivac Still", de 25 mm de diámetro del separador de arrastre y 12 litros de capacidad del alambique.

CAPITULO QUINTO

DESCRIPCION DE LA UNIDAD COMBINADA

La casa H. S. Martin se ha ocupado del diseño y construcción de las partes de vidrio de los destiladores Sarnia MK II; mientras, otras entidades suministran los calentadores, accesorios metálicos e instrumentos de control. De esta manera se ha logrado construir los más modernos equipos de destilación cada vez más automatizados para uso de laboratorio. Los equipos se acostumbra especificarlos por el diámetro del fraccionador o del destilador "Hivac" y la capacidad del alambique, considerándose de escala banco aquellos que tienen capacidad menor o igual a 8 litros. Actualmente se construyen equipos con destiladores de 11 a 110 mm. de diámetro interior y capacidades de carga de 100 ml. a 200 litros. Tienen un gran número de accesorios comunes y las partes de vidrio se unen entre sí y con los accesorios de vidrio por uniones muy flexibles de tipo copa-bola, "Socket-Ball", provista de anillos "Viton" fabricados con un polímero de fluorocarburo, que se alojan en las ranuras practicadas en la bola de la unión. El ajuste de las uniones se completa con abrazaderas de sujeción.

El fraccionador y el destilador de alto vacío utilizados en el presente trabajo tienen una capacidad media; no obstante, las partes y accesorios son numerosos de tal manera que una descripción detallada resultaría demasiado extensa; por eso, se describirán las partes más importantes de cada una de las unidades para posteriormente discutir otros tópicos como es el de accesorios, instrumentos de control y los servicios para la unidad total puesto que el funcionamiento del fraccionador y del destilador de alto vacío no es simultáneo. Un diagrama general de la disposición de las partes, accesorios, etc. aparece en la contraportada.

5.1. DESCRIPCION DEL FRACCIONADOR

El fraccionador Sarnia MK II ha sido diseñado para operar a una eficiencia de 15 platos teóricos definida a 760 mm. de Hg, reflujo total y velocidad de vapores "Boil-up" de 50 a 90% del máximo; pero se puede trabajar a cualquier otra eficiencia con ajuste de la altura del empaque. La relación de reflujo se acondiciona a la calidad requerida en los productos siendo la relación 5:1 la más adecuada para el análisis de fracciones del petróleo. Por eso, algunas veces se denomina al fraccionador, equipo 15/5, para indicar que trabaja con una eficiencia de 15 platos teóricos y un reflujo de 5:1.

El fraccionador de 50 mm. está construido con partes totalmente de vidrio a excepción de la marmita que es de acero inoxidable, la cual es capaz de soportar presiones de operación desde 1.000 a 1 mm. de Hg_o con temperaturas equivalentes atmosféricas cercanas a los 1.000 F.

Las partes más importantes son la columna de fraccionamiento, el condensador, el alambique, el enfriador de líquido, el receptor de producto, y los mantos de calefacción. Todas estas partes junto con otros accesorios pueden verse en las Figuras 5.1, 5.2, y 5.4.

5.1.1. COLUMNA DE FRACCIONAMIENTO

La columna de fraccionamiento es la parte fundamental del equipo de destilación primaria. El cuerpo de la columna tiene una altura de 30 pulgadas y está construido con doble pared de vidrio plateada. El espacio comprendido entre las paredes fue evacuado hasta un vacío absoluto de 1mm. de Hg., para proveer la torre con una chaqueta de aislamiento térmico; sin embargo, se necesita de un manto que envuelva la columna para compensar las pérdidas de calor, las cuales son reguladas por la acción del controlador diferencial de temperatura, que posee dos termopares sensores localizados respectivamente en el bolsillo térmico, "Thermopocket", y en el pozo térmico, "Thermowell", de la columna.

La columna es empacada con material de acero inoxidable, tipo "Protruded Cannon", disponible en los tamaños 0,16x 0,16 y 0.24x 0.24 pulgadas. Las propiedades de cada uno de ellos son las siguientes:

<u>Propiedades</u>	<u>Empaque Protruded 0.16x0.16 pulgs.</u>	<u>Empaque Protruded 0.24x0.24 pulgs.</u>
Material	Acero inoxidable :36	Acero inoxidable :36
Forma	Sillas:0,16x0,16"	Sillas:0,24x0,24"
Densidad del em- paque, Lbs./pie ³	27,6	22,2
Porcentaje de es- pacio libre	94,0	96,0
Area, pie ² /pie ³	576	396

En las columnas de 36 mm. de DI. o más pequeñas, se utiliza el empaque pequeño mientras que en las columnas de 50 y 70 mm. o más grandes se requiere empaque de tamaño grande.

Rodeando los extremos del relleno se hallan dos mallas cónicas que le sirven de soporte en la posición normal de la columna o en el caso de que haya que invertirla para el empaquetamiento, o por cualquier otro motivo. Las mallas son mantenidas en su posición por estrías de vidrio integradas con la columna.

En la parte superior del fraccionador inmediatamente encima del empaque, se encuentra el aparato divisor de reflujo, compacto a la columna, y de forma anular doble. El anillo exterior tiene forma acanalada y se adhiere a la pared interior de la columna comunicándose con el anillo central por dos tubos opuestos que desembocan en la línea de extracción de destilado, la cual se desprende en dicho anillo. La válvula de control de reflujo obtura la línea mediante la acción del magneto de 115 V., situado sobre el cuello en la parte inferior del condensador.

5.1.2. ALAMBIQUE

Está construido de acero inoxidable para seguridad y facilidad de manejo. Tiene una capacidad de 24 litros y es de fondo redondo, provisto de un serpentín de enfriamiento rápido por agua o por aire, o de calentamiento inicial con vapor; de un pozo térmico para alojar el termopar que mide la temperatura de la carga, situado 1/4 de pulgada del fondo del alambique; y de una toma de presión para el burbujeo de nitrógeno, y/o carga del alimento.

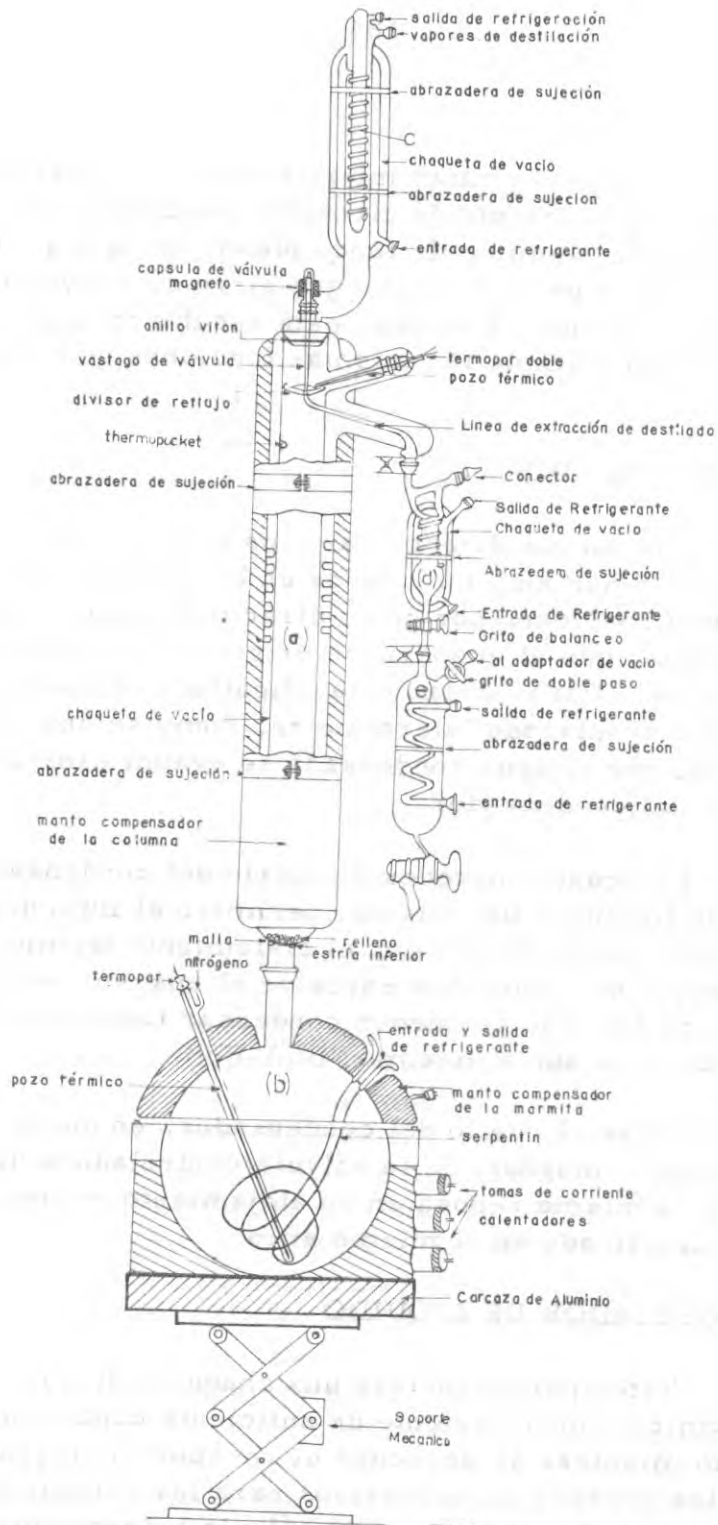


FIG 54 PARTES PRINCIPALES DE UN FRACCIONADOR SARNIA MKII
 50 mm DI 30" Altura
 Alambique de 24 litros de capacidad.

- (a) Columna
- (b) Alambique
- (c) Condensador
- (d) Enfriador de liquido
- (e) Receptor de liquido

Rodeando la mitad inferior de la marmita, se encuentra un manto de calentamiento de circuitos aislados y encerrados dentro de una carcasa de aluminio de fondo plano. Esta a su vez descansa sobre un soporte o gato mecánico que sirve de apoyo al alambique. La mitad superior del alambique está recubierta por un manto compensador, el cual cumple las mismas funciones que el manto de la columna.

5.1.3. CONDENSADOR

Los nuevos diseños para los condensadores de los fraccionadores 15/5 han sido mejorados en lo que se refiere al enfriamiento y perturbaciones por goteo directo del agua condensada, sobre el empaque, que al evaporarse origina la lectura incorrecta de la temperatura. Para obviar esta dificultad, el cuerpo del condensador ha sido desplazado lateralmente, como se aprecia en la Fig. 5-1, de modo que el agua condensada se evapora instantáneamente en el cuello del condensador.

Las cuatro paredes de vidrio del condensador y el arrollamiento de los tubos del mismo, permiten el flujo del refrigerante en dos pasos, que en asocio con el aislamiento térmico suministrado por la chaqueta de vacío, que envuelve el aparato, es posible obtener una eficiencia tal, que se pueden condensar todos los vapores de ebullición producidos aún a máximo "Boil-Up".

Sobre el cuello del condensador, en una pequeña depresión, se aloja el magneto de la válvula controladora de reflujo. La cubierta de la misma reposa en un alojamiento en forma de copa, "Socket", practicado en el mismo sitio.

5.1.4. ENFRIADOR DE LIQUIDO

Este aparato incluye una chaqueta de vacío para aislamiento térmico y un recipiente de suficiente capacidad para recoger el producto mientras se desocupa el receptor principal. También incorpora, los accesorios necesarios para las conexiones de las líneas de balanceo y refrigeración, y la válvula balanceadora o de paso al receptor.

5.1.5. RECEPTOR DE PRODUCTOS

Este aparato está graduado para una capacidad total de 500 ml. Posee un grifo de doble paso que comunica con la atmósfera por su salida posterior y con el adaptador de vacío por el conducto lateral, de tal manera que puede evacuarse el receptor sin descompensar el sistema cuando se opera a presiones subatmosféricas, mediante la manipulación del grifo balanceador del enfriador y de las válvulas del receptor, como puede observarse en la Fig. 5.1.

El aparato dispone de un serpentín por el cual circula el refrigerante, que viene a completar el enfriamiento del líquido recogido.

5.1.6. MANTOS DE CALEFACCION

El manto de compensación para la columna 15/5, suministra una densidad de calor, uniforme a todo lo largo de esta. El aislamiento es aproximadamente de una pulgada de espesor y resiste temperaturas hasta de 800 °F. cuando se aplica un voltaje y una potencia especificadas de 220 V. de c. a. y 5,25 Kw. respectivamente. Se adapta a la columna por medio de una cremallera.

Los mantos compensadores de los alambiques y el calentador del tensímetro tienen características térmicas muy similares. El suministro de calor se efectúa mediante resistencias eléctricas, las cuales no requieren un aislamiento muy rígido. Sin embargo, para las cargas de los alambiques se utilizan mantos de calentamiento "Glascol-Serie S", los cuales son más resistentes y seguros hasta temperaturas próximas a 1.200 °F. Estos mantos tienen rendimientos mayores del 80% y se construyen con tejidos de cuarzo para buen aislamiento como se indica en la Fig. 5.2. Una capa exterior de lana de vidrio contra la carcasa de aluminio, proporciona firmeza y compactibilidad a los arreglos de las capas de cuarzo colocadas en número de 3 o 4 después del alambique, para protegerlo y proporcionarle un calentamiento suave. El elemento de calentamiento está cubierto con una manga o forro de tejido de cuarzo y de vanadio, alrededor de la pared interior en una espiral que va haciéndose sucesivamente más grande.

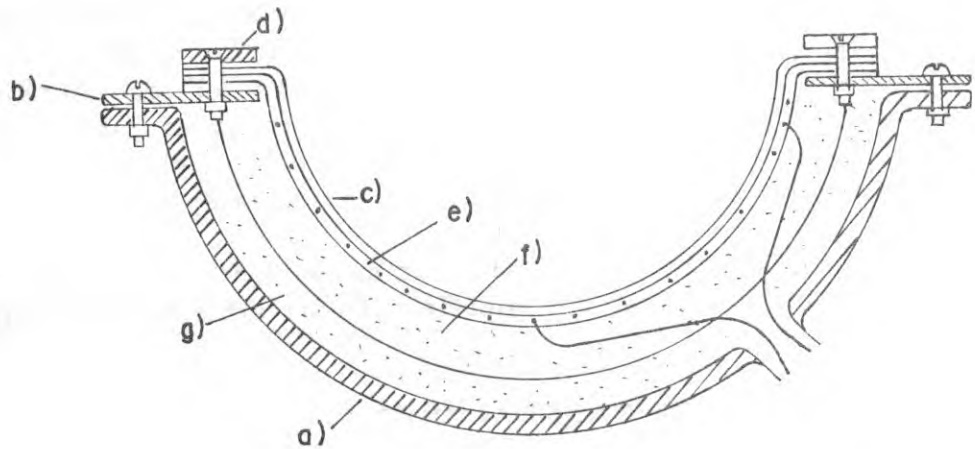


FIG 5-2 CONSTRUCCION DE MANTOS TIPO 'S'

- a) Carcaza de aluminio
- b) Anillo de aluminio
- c) Capas de tejidos de cuarzo
- d) Segundo anillo de aluminio
- e) Elemento de calentamiento
- f) Aislamiento de lana de cuarzo
- g) Capa exterior del aislamiento de lana de vidrio

Todos los mantos de calefacción "Glas-Col Serie S", para alambiques de 12 litros o mayores tienen 2 o más circuitos separados. Uno de ellos cubre el área del fondo del alambique, mientras que los otros cubren sucesivamente el área restante.

Los mantos de calefacción pueden conectarse directamente a la fuente de corriente alterna, pero en las unidades modernas se acoplan a autotransformadores ajustables tipo "Variac" o "Statco", para controlar manualmente el suministro de potencia.

5.2. DESCRIPCION DEL DESTILADOR DE ALTO VACIO MODELO "C"

Los destiladores de alto vacío "Hivac" son equipos versátiles y livianos, de utilización en la destilación de residuos y destilados pesados, en el rango de 10 a 0,01 mm. de Hg. de presión absoluta y temperaturas equivalentes atmosféricas cercanas a los 1.200 °F. La escasa caída de presión en el aparato por la no utilización de relleno favorece estas condiciones.

El modelo "C", de 12 litros de capacidad, con separador de arrastre de 25 mm. de diámetro interior, es completamente de vidrio a excepción de la marmita, la cual es construida de acero inoxidable. Está constituido de tres partes principales: el alambique y separador de arrastre, la sección de condensación y recolección de producto, y la línea de vacío. Cada una de ellas puede verse en la Figura 5.3.

5.2.1. ALAMBIQUE Y SEPARADOR DE ARRASTRE

El alambique tiene una capacidad de 12 litros, y presenta las mismas características de la marmita del fraccionador, pero, con la diferencia de que posee un manto de calentamiento con solo dos circuitos eléctricos que consumen 1,2 y 0,6 Kw respectivamente, cuando se aplica un voltaje especificado de 220 voltios.

Unido al alambique por un acople "Female-male", se sitúa el separador de arrastre. Este tiene una alta eficiencia y baja caída de presión, y está completamente encerrado en una chaqueta

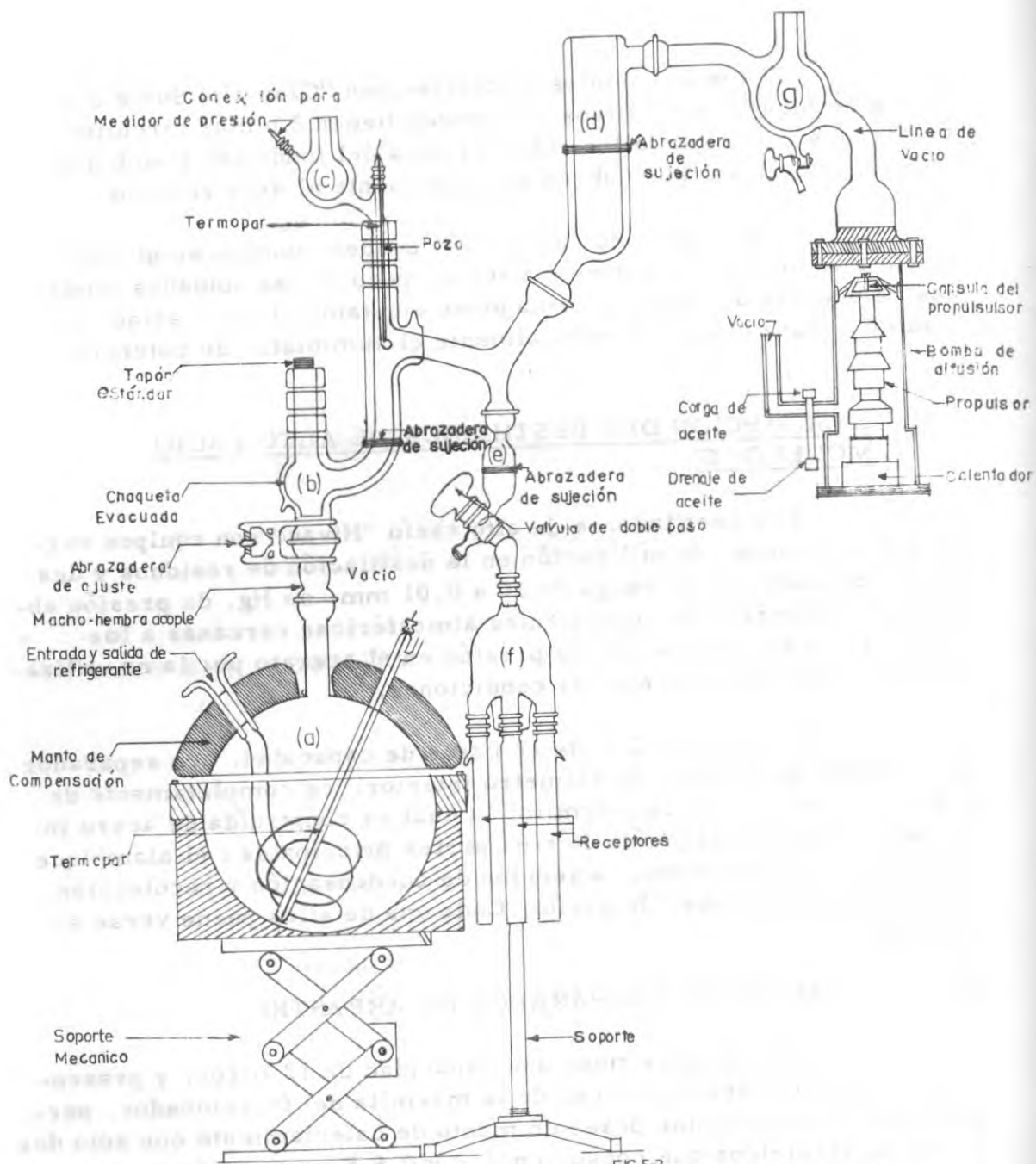


FIG 5-3

PARTES PRINCIPALES DE UN
 DESTILADOR MKII SARNIA HÍVAC
 25 mm (DI) 12 litros de capacidad.

- (a) Marmita
- (b) Separador de arrastre
- (c) Trampa protectora
- (d) Condensador DEWAR
- (e) Adaptador de vacío
- (f) Distribuidor
- (g) Trampa de protección

de vacío evacuada hasta una presión absoluta de 10^{-7} mm. de Hg., de tal manera, que las pérdidas de calor son reducidas a proporciones despreciables sin necesidad de acudir a un manto compensador, como sucede en el fraccionador 15/5. La unión "Female-male", y aún el acople caliente, Separador-Marmita, son fuentes adicionales de escape; por esta razón se prefiere utilizar en los equipos totalmente de vidrio, alambique- separador de arrastre de una sola pieza. La carga se realiza entonces, por el tapón estándar localizado en la cima de la rama inferior del destilador; el acople de un adaptador de carga a este agujero, permite la adición continua de carga, como por ejemplo en el despojamiento de solvente, un gran volumen de este se retira por la cima mientras los fondos se recogen en el alambique.

El separador de arrastre es quizás la parte más importante de un destilador de alto vacío por cuanto es el promotor de la separación. Tiene la peculiaridad de hacer llegar el vapor al punto de medida, en la cima de su rama más larga, en condición saturada sin excesiva condensación por las pocas pérdidas de calor en el cuerpo de este. En esta rama se alojan la trampa de hielo seco, para protección del medidor de vacío "McLeod", y el termopar medidor de temperatura, el cual está construido de hierro-constantan calibre 25-30 y encerrado en un pozo térmico "Thermowell", con su extremo inferior volteado hacia arriba en forma de cayado para evitar que cualquier gota ocasional de condensado caiga sobre el extremo y lo enfríe momentáneamente, y produzca lecturas erróneas.

5.2.2. SECCION DE CONDENSACION Y RECOLECCION DE PRODUCTO

A este grupo pertenecen el condensador primario, la trampa de hielo seco "Dewar", el adaptador de vacío, el distribuidor y los receptores.

El condensador primario de 12 litros de capacidad, emplea agua de refrigeración y se utiliza en las unidades de mayor tamaño. La justificación de su uso es debida a los grandes volúmenes de vapores que pasan a través del separador de arrastre, que no podrían condensarse en la trampa de hielo seco "De-

war", sobretodo cuando no se ha hecho destilación primaria a la carga; sin embargo, con una buena refrigeración de la trampa de hielo seco y un calentamiento moderado de la carga, podría obtenerse también una buena separación.

El adaptador de vacío suministra un depósito intermedio para el destilado mientras se descarga uno de los receptores y se restablece el vacío entre ellos y el distribuidor. Para ello se utiliza la válvula compensadora de doble paso que pone en comunicación la bomba de vacío auxiliar con el distribuidor, o con el cuerpo del adaptador separadamente, permitiendo por tanto, el cambio de cualquiera de los receptores por rotación del distribuidor sobre el soporte de apoyo. De esta manera, puede evitarse la alteración de las condiciones de presión del sistema, lo cual provocaría una suspensión inmediata de la destilación si esto llegara a suceder; por ejemplo, cuando se aumentara la presión. Cada uno de los 6 receptores de la unidad tiene una capacidad de 500 ml. Las bolas de unión de cada uno de ellos son esmeriladas y su acople al distribuidor se realiza sujetándolos con ganchos o resortes que se fijan a las salientes o ganchos disponibles en la parte superior de cada receptor y en los lados del distribuidor.

5.2.3. LINEA DE VACIO

Sirve para unir al "Dewar" con la bomba de difusión. Esta última unión se distingue de las anteriores, porque es de tipo "flange" en la que el anillo y tornillos son de aluminio, y el empaque de sello es de caucho. Los tornillos son diseñados de modo que el punto de ruptura, es inferior al límite de seguridad del vidrio, de tal manera, que se rompen por esfuerzos antes de que el vidrio pueda hacerlo.

La línea de vacío incluye una trampa de hielo seco, para la protección de la bomba de difusión contra la acción de los gases corrosivos que se desprenden en la destilación, como también, ayuda a mantener el vacío debido a que la presión de vapor del aceite de la bomba, depende de la temperatura, la cual siendo más baja que la ambiente, origina también una presión más baja en la región de saturación de la bomba.

5.3. ACCESORIOS DE VIDRIO

Además de las partes principales componentes de los destiladores de la unidad de destilación combinada, otro tipo de accesorios de vidrio fabricados por la misma casa constructora u otras afines, son necesarios para acondicionar la unidad durante toda su operación. Unos sirven para suministrar protección como es burbujeador de nitrógeno; otras para permitir el control de velocidad de destilación y de caída de presión a través de la torre, como el barómetro de control. Entre los accesorios básicos se encuentran, el adaptador de vacío, el barómetro de control, el manómetro de vacío y la trampa de refrigeración, los cuales tienen uso exclusivo para el fraccionador; mientras, el manómetro Mcleod, el tensímetro, y el burbujeador de nitrógeno son utilizados en ambas unidades.

5.3.1. ADAPTADOR DE VACIO

Los fraccionadores de 50 mm. y más grandes poseen un adaptador de vacío con uniones provistas de anillos "Viton". Tienen dos válvulas para drenaje, una de las cuales, la más grande, se utiliza para el balanceo del receptor.

En el cuerpo del adaptador se sitúan dos tomas opuestas que comunican, a la izquierda con el receptor, y a la derecha con la línea de trampa. Las otras tomas comunican con el condensador y con otros accesorios. El lector podrá darse cuenta al observar la Fig. 5.4.e.

5.3.2. BAROMETRO DE CONTROL

El barómetro de control es un tubo en "U", utilizado para indicar la caída de presión a través del relleno de la columna de fraccionamiento, con el fin de controlar la velocidad de los vapores del líquido que se evapora en el alambique. El control se efectúa mediante el envío de una señal capacitiva al controlador, la cual es captada por un "Clip" de cobre colocado externamente en el barómetro sobre la rama que tiene el nivel de mercurio más alto, como puede apreciarse en la Fig. 5.4.g.

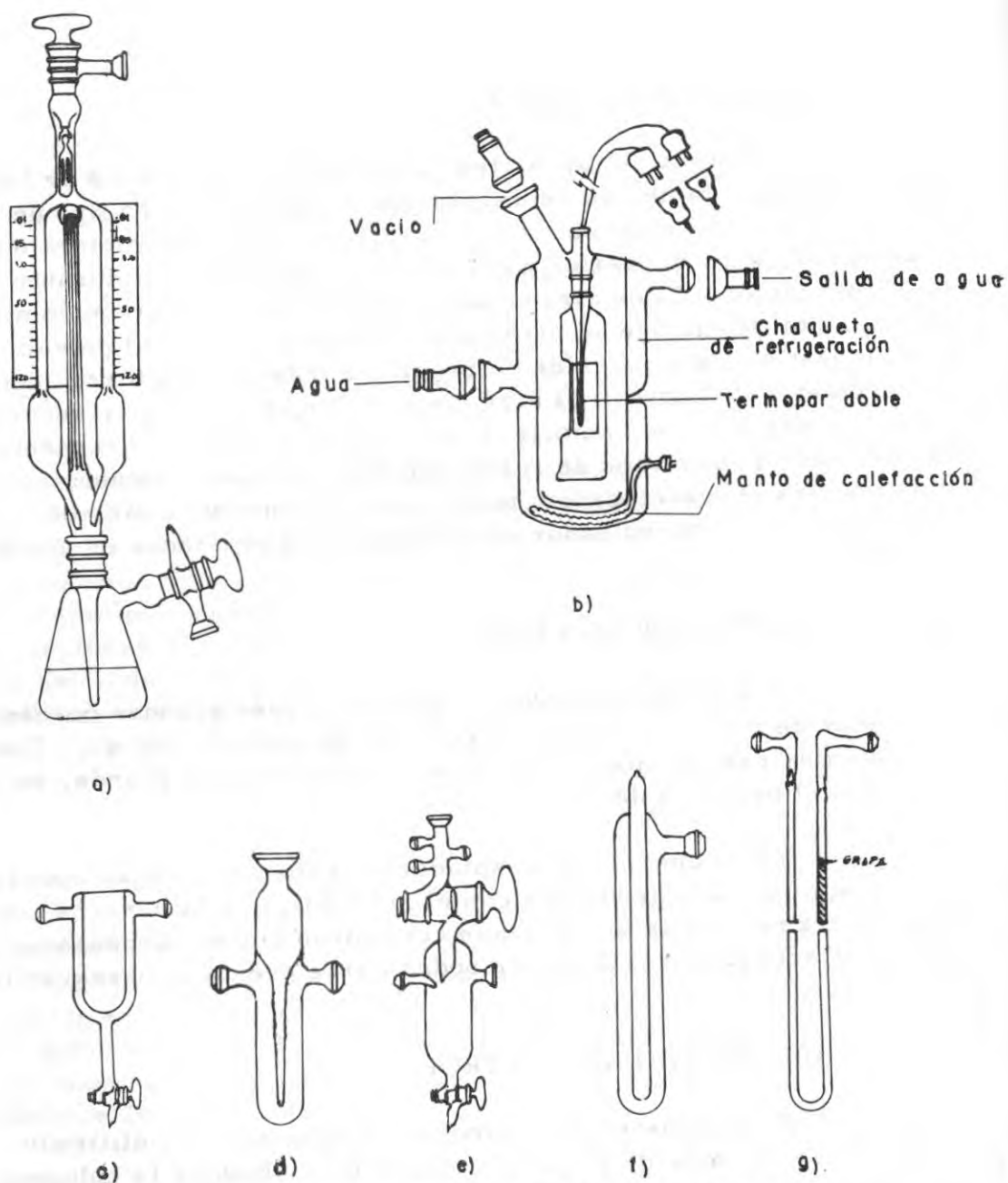


FIG. 5-4 ACCESORIOS DE VIDRIO DE UN FRACCIONADOR 15/5

- a) Manómetro Mcleod
- b) Tensímetro
- c) Trampa de condensación
- d) Burbujeador de nitrógeno
- e) Adaptador de vacío
- f) Manómetro de vacío
- g) Barómetro de control

El barómetro posee uniones de bola y válvulas de cheque en cada rama para prevenir el arrastre de mercurio a otras partes del sistema, en caso de que se llegasen a alcanzar diferencias considerables de presión, o grandes fluctuaciones imprevistas; de esta manera se protege el medidor contra rupturas que podrían producirse por aquellas circunstancias. Una escala graduada colocada en la parte central de la "U", permite efectuar lecturas en pulgadas o en mm. de Hg.

5.3.3. BURBUJEADOR DE NITROGENO

En muchas destilaciones, como la destilación de crudos, se recomienda burbujear sobre la carga una pequeña cantidad de nitrógeno, a fin de prevenir oxidación. El accesorio indicado para efectuar dicho suministro es el burbujeador de nitrógeno, al cual ha de cargarse un aceite de sello. Posee las conexiones necesarias para comunicarse con el alambique del fraccionador, el barómetro de control y la fuente de nitrógeno, como puede observarse en la Fig. 5.4.d.

5.3.4. MANOMETRO DE VACIO

Mediante este aparato puede suministrarse una apreciación visual rápida de la presión de operación cuando se trabaja a presiones subatmosféricas menores de 200 mm. de Hg. absolutos. Igualmente, pueden apreciarse las fluctuaciones del vacío del sistema cuando por cualquier motivo se produce un escape. Consta de dos tubos concéntricos: el exterior o cuerpo del aparato, tiene una conexión de bola para ajuste directo con una "T", la cual comunica con el adaptador de vacío y con la línea de ventilación del enfriador; y, el interior que posee un pequeño agujero practicado en su parte inferior para dar paso al mercurio que indica por su nivel, la medida de la presión (ver Fig. 5.3.f.).

5.3.5. MANOMETRO DE VACIO "MCLEOD"

Este instrumento fue diseñado originalmente para sistemas de destilación de petróleo a vacío, pero, ha encontrado muchas otras aplicaciones, tales como la calibración de instrumentos de laboratorio. Su fácil manejo y la rapidez de la lectura lo hacen adecuado para propósitos de investigación, aunque presenta el inconveniente

niente de indicar lecturas erradas por condensación de agua cuando por cualquier circunstancia no se encuentra completamente seco; por eso, se acostumbra utilizar una trampa de hielo seco como elemento de protección. Tampoco puede dar lecturas continuas, y por tanto, estas no pueden llevarse a un instrumento de registro. El manómetro consta de cuatro tubos capilares, dos de los cuales poseen sendos depósitos de capacidad diferente con el fin de facilitar la compresión de cantidades variables de aire enrarecido, y disponer así, dos escalas de lectura de presión, calibradas para los rangos 0-1, 2 y 0-12 mm. respectivamente (ver Fig. 5.4.a.).

Las dos válvulas de cheque localizadas en el tubo central anterior impiden que el mercurio del medidor se incorpore al sistema de vacío. El tubo posterior es utilizado para proporcionar el reciclo de mercurio hacia el recipiente inferior, el cual posee una válvula que compensa el sistema a la presión ambiente y hace subir el mercurio por la rama anterior con el propósito de efectuar la medición, comunicándose con la bomba auxiliar de vacío que hará regresar el mercurio al recipiente una vez hecha la lectura; también en el caso de que ocurra un ascenso accidental de este, cuando se abre repentinamente la válvula superior del medidor que comunica con el sistema.

Las mediciones por encima de 100 micrones son exactas si el aparato está bien calibrado y libre de vapores de agua. También puede utilizarse como un aparato auxiliar del tensímetro, para presiones en el rango de 200 a 100 micrones, región en la cual aquel no es muy preciso.

5.3.6. TENSÍMETRO MODELO "D"

El tensímetro fue desarrollado por la necesidad de encontrar en los ensayos de laboratorio, un manómetro de vacío digno de confianza para presiones subatmosféricas de fracciones de mm. de Hg. absoluto. Tiene la ventaja de que los vapores de agua presentes en el petróleo no afectan las lecturas. Además, es un instrumento pequeño, sensible y fácil de usar, exige poco mantenimiento, no requiere recalibración y puede adaptarse a cualquier otro uso de control de vacío.

El instrumento se compone de un hervidor de vidrio de 50 mm. de diámetro y 50 mm. de profundidad situado debajo de un condensador integral con chaqueta para agua de las mismas dimensiones (Ver Fig. 5.4.b.). Una capa de virutas de vidrio se funde en el fondo del hervidor para proveer ebullición suave, y aproximadamente 10 ml. de N-tetradecano se colocan en el fondo de este. Un manto de calentamiento de fibra de cuarzo de 65 W. y 100 V. especificados, envuelve el hervidor y le proporciona el calor necesario. Este manto es grueso, lo cual permite su fácil manejo mientras está caliente. Se dispone también de un termopar doble de hierro constantan colocado dentro de un pozo térmico que se inserta en el centro de la parte superior del condensador y su punta se posiciona en el hervidor. Un cono de vidrio, ancho y plano, está suspendido dentro del aparato rodeando el extremo del pozo para dirigir sobre la punta de este último el líquido en ebullición y los vapores, y suministrar así un ambiente propicio para que el sensor de temperatura pueda realizar lecturas precisas.

El tensímetro tiene el gradiente de presión más bajo relacionado con su propósito, pues se cree que está en el orden de micrones de presión absoluta, lo cual es una garantía de la precisión del aparato.

El principio de operación se basa en la medida del punto de ebullición de un compuesto puro, con lo cual se estima la presión del sistema mediante la utilización de la relación presión de vapor - temperatura para la sustancia o compuesto de referencia, el cual debe ser de una pureza satisfactoria y de comportamiento definido a bajas presiones para poderse aceptar su curva vapor-temperatura-presión en la operación del tensímetro, que puede utilizarse entonces, para la medición directa de la presión en el rango de 760 a 0,100 mm. de Hg. cuando se usa N-tetradecano. El termopar doble suministra la señal requerida, la cual puede enviarse al registrador controlador de presión que indica la fem. emitida, o la presión directamente si se le ha dado un ajuste de operación para tal fin. Mediciones por debajo de 100 micrones no son aconsejables a causa de la incertidumbre que se tiene sobre los puntos de ebullición del líquido medidor.

5.4. INSTRUMENTOS ELECTRICOS

La medida y control de las variables primarias de masa, temperatura y presión, requieren la utilización de equipos medidores y controladores que en la mayoría de los casos obedecen a señales eléctricas. Estos equipos realizan sus funciones en concordancia con instrumentos auxiliares que les sirven de sensores de las variables controladas, tales como los termopares que traducen las temperaturas a fuerza electromotriz.

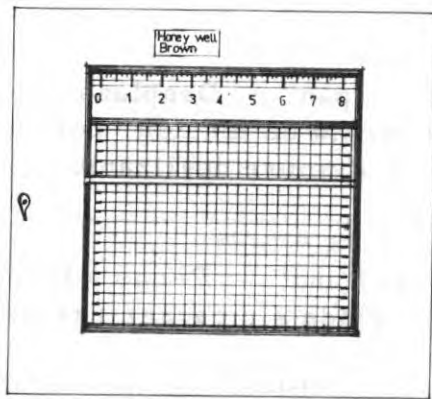
La mayoría de los instrumentos descritos a continuación pueden utilizarse en los fraccionadores y destiladores de alto vacío, los cuales pueden verse en la Fig. 5.5.

5.4.1. REGISTRADOR CONTROLADOR DE PRESION

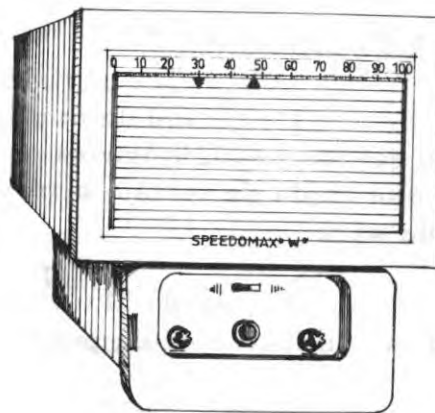
El Registrador "Azar-Speedomax W", es esencialmente un medidor de fuerza electromotriz con los aditamentos necesarios para usarlo en compañía del tensímetro. Suministra la técnica más moderna para control de vacío "On-Off", con una precisión cercana al 2% en el rango completo de 100 micrones a 1.000 mm. de Hg. absolutos y tiene cuatro rangos de ajustes para una carta efectiva de 40 pulgadas de ancho con 100 divisiones para la lectura de la variable medida en porcentaje de expansión o "Span".

Los ajustes de operación, montados sobre el panel del módulo "Azar", pueden verse en la Fig. 5.5.c. Las perillas sobre el lado izquierdo del módulo controlan el grado de expansión; mientras que los otros ajustes controlan la supresión o elevación del cero como han de seleccionarse por las posiciones "Zero +" o "Zero-" de la clavija superior "Toggle-Key" respectivamente. Las clavijas "Cal-Zero", "Pin-Jacks" facilitan la calibración del registrador.

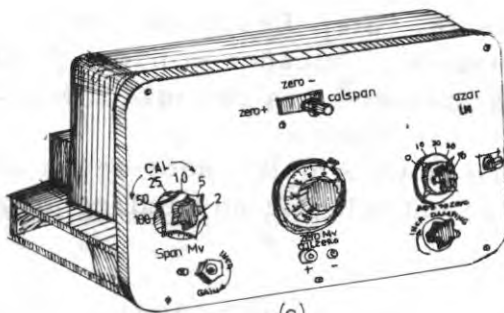
Tres de los cuatro ajustes de operación son calibrados. La perilla roja "Span Mv" acciona el "Attenuator" que controla una expansión atenuante descalibrada. Un ajuste exacto y conveniente de este es ofrecido por la posición "Cal Span" de la "Toggle Key", la cual conecta la salida de la red eléctrica (Zero network; una fuente de señal precisamente calibrada) a la entrada del registrador.



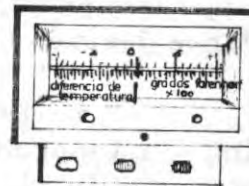
(a)
REGISTRADOR DE TEMPERATURA



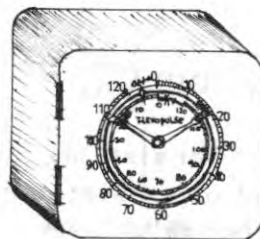
(b)
CONTROLADOR REGISTRADOR DE PRESIÓN



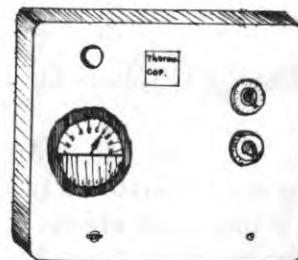
(c)
MÓDULO AZAR



(d)
CONTROLADOR DIFERENCIAL DE TEMPERATURA



(e)
CONTROLADOR DE REFLUJO



(f)
CONTROLADOR DE VELOCIDAD DE VAPORES

FIG5-5 INSTRUMENTOS ELECTRICOS

A. DEFINICIONES

1. Grado de expansión, "Span". - Desplazamiento completo del indicador a través de una escala de medida, correspondiente a una caída de voltaje a través del alambre deslizante de medida "Slide wire".

2. Banda Muerta, "Dead Band". - Rango a través del cual la cantidad medida puede ser variada sin causar respuesta.

3. Precisión. - La máxima diferencia que existirá en la lectura del instrumento y el valor verdadero de la cantidad medida bajo condiciones establecidas de operación. La precisión se expresa en porcentaje de la escala de expansión.

4. Tiempo de Respuesta, "Step-Response-Time". - El tiempo requerido para que el instrumento alcance el nuevo punto de balance después de un cambio instantáneo en la cantidad medida.

5. Desajuste del Cero de un Amplificador de Balance Nulo. - La magnitud de la señal de entrada que no produce ninguna señal amplificada.

6. Supresión del Cero. - Indica que la escala de lectura ha de empezarse en un valor superior a cero.

7. Elevación de Cero. - Indica que la escala de lectura debe comenzarse en un valor inferior a cero.

B. DESCRIPCION DEL CIRCUITO DE MEDIDA

El circuito de medida "Azar" consiste de un potenciómetro o circuito de medida de balance nulo, un sistema de balanceo, y una red eléctrica cero, "Zero network".

1. Circuito de Medida. - El circuito de medida como puede observarse en la Fig. 5.6., es simplemente un potenciómetro con dispositivos para cambiar el flujo de corriente a través del alambre deslizante de medida, variando, por consiguiente, su gama de milivoltaje. Esto es obtenido sin cambiar la corriente total

SUMINISTRO DE POTENCIA
AL POTENCIOMETRO

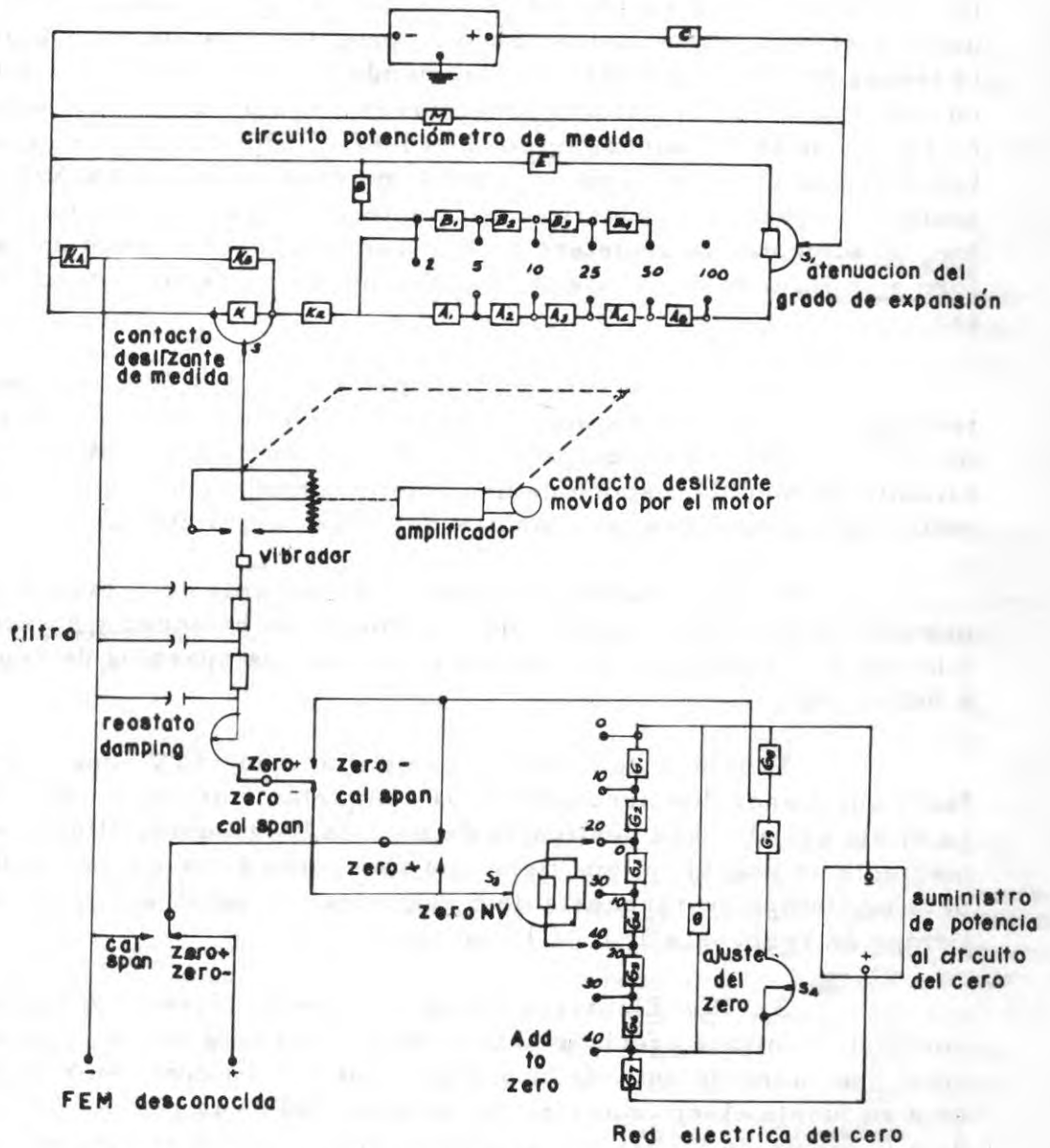


FIG. 5-6 DIAGRAMA SIMPLIFICADO DEL CIRCUITO DE MEDIDA 'AZAR'

tomada de la fuente de suministro. Observando la colocación de los resistores A y B, es evidente que la corriente del alambre deslizante, "Slidewire", se reduce por pasos, al colocar alrededor de este una resistencia en paralelo, "Shunt", progresivamente más baja (a través de la red B); pero, manteniendo la misma corriente total en cada paso, por la adición progresiva de resistencias más altas en serie con la combinación (en la red A). Similarmente, el alambre deslizante del atenuante del grado de expansión, "Span Attenuator", sirve para reducir la corriente que pasa por dicho conductor, al aumentar la resistencia en la rama E, manteniendo en esta forma un flujo de corriente total constante a través del potenciómetro.

La fuerza electromotriz medida es proporcionada por un termopar de hierro constantan localizado en el tensímetro. Para mantener constante la temperatura de referencia del termopar, el circuito de medida dispone de una bobina compensadora que tiene resistencia variable con los cambios de temperatura ambiente.

2. Sistema de Balanceo. - El sistema de balanceo comprende: el detector-amplificador, el motor de balanceo y su acoplamiento, y el sistema de desplazamiento con sus aparatos de registro e indicación.

El motor de balanceo es de tipo inducido y consta de dos fases que tienen dos arrollamientos completamente separados. Opera el eje del alambre deslizante de medida "Measuring Slidewire", mediante un engranaje que tiene una reducción de velocidad de 100:1 para un tiempo de respuesta de 5 segundos, o, de $16 \frac{2}{3}$ para un tiempo de respuesta de un (1) segundo.

3. Red Eléctrica del Cero. - Suministra un voltaje de corriente continua precisamente ajustable, la cual puede conectarse al conductor de entrada al potenciómetro para contribuir u oponerse a su fuente electromotriz. Si la polaridad de la red del cero ayuda a la fuente de fuerza electromotriz (posición del conmutador en Zero), resulta un rango de elevación de cero y la escala de lecturas del instrumento empieza en un valor inferior a cero; pero, si la red del cero se opone a la fuente electromotriz (posición del conmutador en Zero+), resulta un rango de supresión de cero y la escala de lecturas del instrumento empieza en un valor superior a cero.

A causa de la disponibilidad de esta fuente de voltaje exactamente calibrada, ajustable e independiente dentro del registrador, no es necesario utilizar un potenciómetro externo de chequeo para la calibración del circuito de medida cuando se establece un nuevo grado de expansión de medida "Span". Como puede observarse en la Fig. 5.6 para la posición "Cal Span" del "Switch" selector, la salida de la red cero es conectada a través de la entrada al filtro del registrador justamente como podría usarse un potenciómetro portátil u otra fuente externa de calibración de voltaje. En la única ocasión en que se requiere chequeo con un instrumento externo es la verificación periódica de la fuente de voltaje para la red del cero "Zero network" para una precisión de 0.05%. El "Slidewire" del ajuste cero (S_4), establece el cero eléctrico del alambre "Multi-turn-Slidewire".

C. OPERACION

El "Speedomax" mide la magnitud de una fuerza electromotriz desconocida usando el método de balance nulo. La Fig. 5.7 ilustra el plan general del sistema. En este caso, la fuerza electromotriz desconocida se compara con una fuerza electromotriz estándar. Si estas diferencias de potencial no son iguales, un error o desbalance tiene lugar al fluir una intensidad de corriente, la cual como se indica en la Fig. , es detectada por el circuito de entrada al amplificador.

Después de su amplificación, el error señal se aplica al motor reversible de balanceo, el cual acciona el enlace mecánico para ajustar la fem. calibrada. El sistema es sensible a la dirección de l error, de tal manera que el motor siempre ajusta la fem. calibrada en la apropiada dirección para reducir la magnitud del error. El motor continúa accionando hasta que el error es tan pequeño que la señal amplificada no producirá más rotación del motor. La amplificación es suficientemente grande de suerte que esta ocurrirá cuando el error sea esencialmente cero y la fem. calibrada difiera de la fem. que se mide solamente en una cantidad despreciable, existiendo entonces una condición de balance nulo.

Mientras se ajusta la fem. calibrada, el motor conduce también el sistema de desplazamiento. La posición del indica-

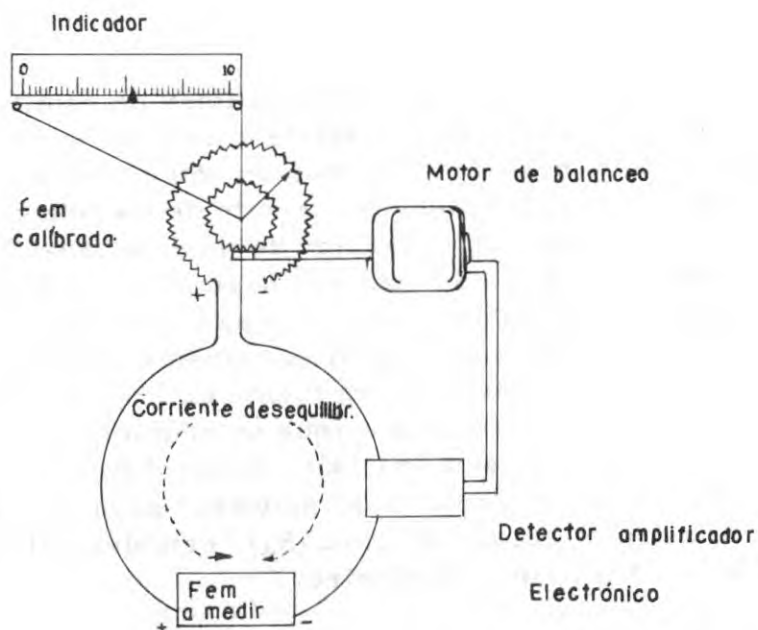


FIG. 5-7 ILUSTRACION ESQUEMATICA DEL METODO DE BALANCE NULO APLICADO A LA MEDIDA DE FEM

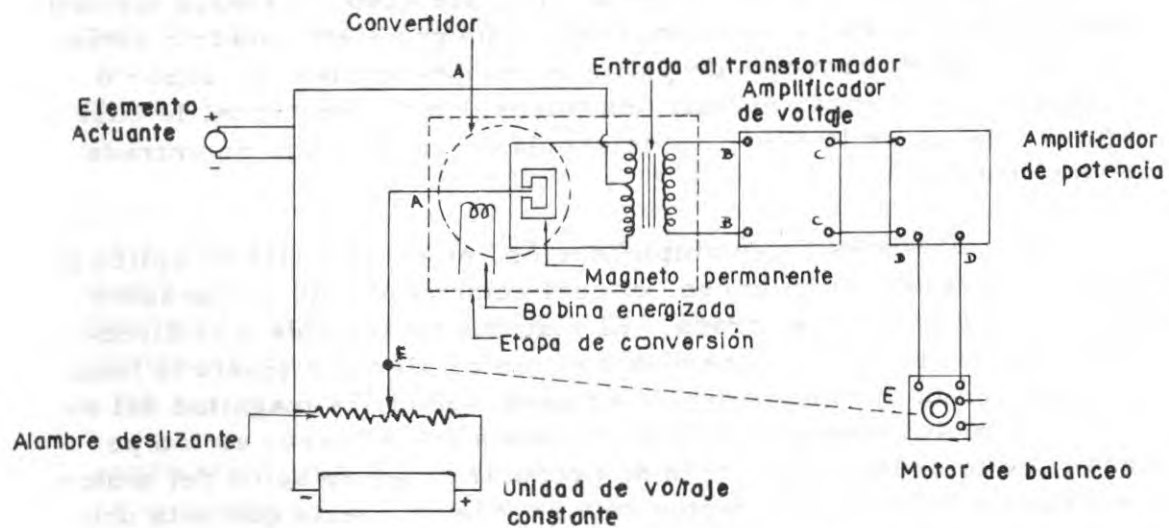


FIG. 5-8 DIAGRAMA ESQUEMATICO DEL POTENCIOMETRO ELECTRONICO DEL MEDIDOR-REGISTRADOR HONEYWELL

dor, por consiguiente, marcará directamente la fem. calibrada y por ende, la fem. que se mide. La escala del indicador puede calibrarse entonces en términos de fem., o en términos de temperatura u otra variable, como presión, produciendo la fem. medida.

D. ACOUPLE DE CONTROL

Para propósitos de control, al instrumento medidor se le adicionan un alambre deslizante de control "Slidewire", colocado sobre el mismo eje del alambre deslizante de medida; un interruptor de tres contactos, alto (H), bajo (L) y común (C), según la posición del indicador en la escala (H,L); y, levas y aparatos de ajuste.

El interruptor se conecta al circuito externo de una válvula solenoide "On-Off" (elemento final de control de presión), que actúa completamente abierta o completamente cerrada, para valores predeterminados de la variable controlada. El indicador del registrador, se desplaza hacia el extremo inferior de la escala a medida que disminuye la presión del sistema. Al cruzar por el punto de ajuste (valor deseado) la válvula solenoide, que estaba inicialmente cerrada, se abre para facilitar el aumento de presión. El indicador se desplaza entonces en sentido contrario hasta un poco después del punto de control.

5.4.2. MEDIDOR REGISTRADOR DE TEMPERATURA

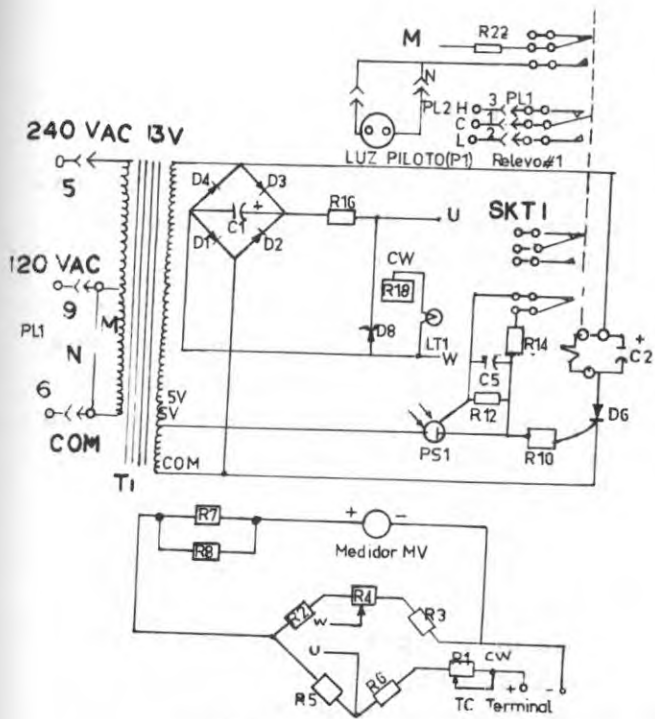
La medida y registro de temperatura en los fraccionadores Sarnia MK II, se efectúa por la utilización de termopares tipo hierro-constantan calibre 26-40, como elementos primarios. El registro se realiza al llevar la señal del termopar a un instrumento indicador, el cual la compara potenciométricamente entre varios valores del instrumento hasta obtener el balance nulo. Existen medidores que pueden registrar hasta 16 termopares simultáneamente, aunque, para el sistema utilizado en la aplicación actual, un aparato de 8 puntos de registro como el presente es suficiente. Estos aparatos poseen impresores para el registro de temperatura y compensadores para la unión de referencia. Las demás partes integrantes del circuito de medida, son muy similares a las descritas para el "Speedomax".

El registrador "Honeywell" de punto múltiple y ciclo fijo, de "The Brown Instrument Corporation", tiene gran aplicación industrial y en laboratorio; sin embargo, se propone para prácticas de planta piloto, el registrador "Speedomax" de punto múltiple que tiene la particularidad de interrumpir automáticamente la destilación cuando la temperatura de los vapores excede cierto límite, usualmente 600°F , poniendo la columna en reflujo total.

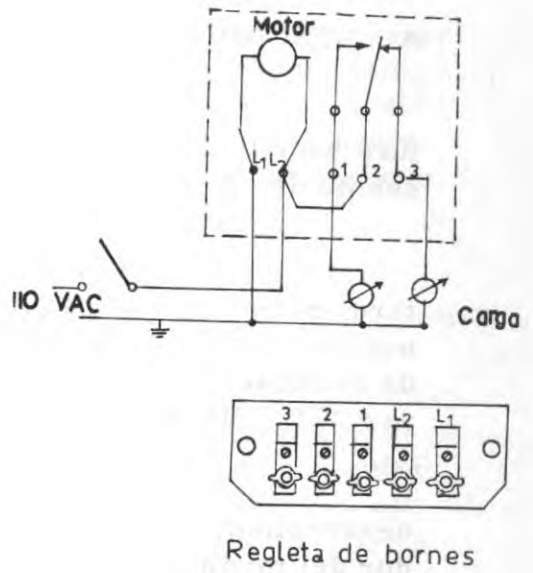
5.4.3. CONTROLADOR DIFERENCIAL DE TEMPERATURA

Una de las funciones básicas del control en cualquier destilación precisa, es la de mantener condiciones adiabáticas en la columna de fraccionamiento. El controlador diferencial "Millitemp 7102" de la casa "Leeds & Northrup" se emplea para tal fin. El instrumento mide las señales de los termopares sensores de la temperatura de vapores y de chaqueta, localizados en la línea de extracción de destilado y en la chaqueta de la columna respectivamente; para establecer posteriormente su diferencia y según que esta sea mayor o menor que un valor previamente establecido, el controlador abre o cierra el circuito de suministro de corriente a los mantos compensadores de la columna y del alambique.

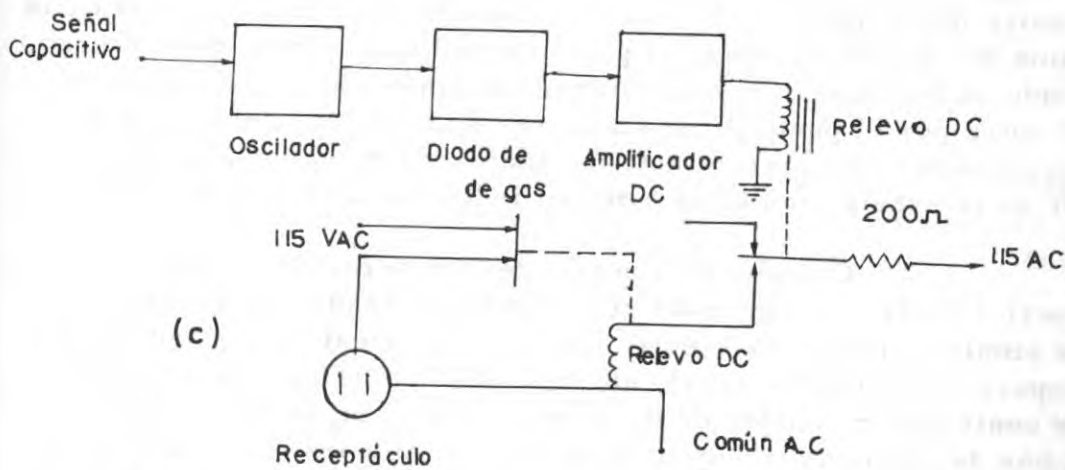
El controlador "Millitemp" posee compensación automática de la unión de referencia de los termopares, y un termopar de protección de ruptura, "TCB", para cuando se abra el circuito del termopar principal, y se desplace el indicador hacia el extremo superior de la escala para poner fuera de servicio el suministro de potencia controlada. El instrumento se representa en la Fig. 5.5.d. y está calibrado para leer diferencias de temperatura de $+100$ a -100°F , cuando se utilizan termopares de hierro-constantan y un solo punto de ajuste sobre la escala inferior, accionado mediante el tornillo de la derecha. La luz piloto (izquierda) permanece encendida cuando el indicador está a la derecha del punto de ajuste indicando que el suministro de potencia controlada se ha suspendido por excesivo calentamiento de los mantos de compensación.



(a) Terminales de conexión



(b)



(c)

Fig 5-9 CIRCUITOS ELECTRONICOS SIMPLIFICADOS

- a) Controlador Diferencial de Temperatura
- b) Cronómetro "flexopulse"
- c) Relevo "Termocap"

A. DESCRIPCION Y OPERACION DEL CIRCUITO

Este instrumento al igual que los medidores de temperatura hace la determinación por comparación, pero, utilizando un puente de "Wheastone", como puede verse en la Fig. 5.9.a.

1. Circuito Indicador de Temperatura. - Consta de dos termopares de medida, un medidor del movimiento, un coeficiente negativo "NTC" de resistor R_8 y su "Shunt" R_7 , y de dos resistores de calibración R_5 y R_6 ; además la resistencia de ajuste del termopar "TC" ADJ Rheostat R_1 ".

La corriente fluye en este circuito a causa del voltaje desarrollado por el termopar y ocasiona una deflexión del indicador del medidor a través de la escala de temperatura. Los resistores de calibración determinan el rango del instrumento y el resistor NTC compensa los cambios de resistencia de la bobina metálica de cobre. Un circuito compensado de resistencias externas, los dos resistores de calibración, y R_2 , R_3 y R_4 , se usan como un termopar "TCB" protector del circuito. Un voltaje estable aplicado entre los puntos U y W, evita el flujo de corriente a través de la bobina del medidor cuando el puente está balanceado. Sin embargo, cuando un termopar se interrumpe, casi la mitad de la corriente que entra por el punto U pasa a través de la bobina del medidor, ocasionando el desplazamiento del indicador hacia la parte superior de la escala, tan lejos como el índice de ajuste lo permita.

2. Circuito de Control de Temperatura. - La parte superior de la Fig. anterior representa el circuito de control, que emplea un sistema electro-óptico, compuesto de un voltaje de lámpara estabilizado (LT_1), un "foto-switch" (PS_1), un rectificador controlador construido de silicón (D_6) y un relevo Número 1. Un haz de rayos de luz procedentes de la lámpara cae sobre el "foto-switch", originando una corriente que pasa por el rectificador. El rectificador suministra corriente suficiente para energizar el relevo y poner en servicio los mantos de compensación.

Una tira pequeña de aluminio, atada al indicador del movimiento del medidor, puede interrumpir el haz de rayos y oscurecer el "foto-switch". Esto ocurre cuando el indicador coinci-

de con el índice del punto de ajuste. El oscurecimiento del "foto-switch" interrumpe el suministro de corriente al rectificador D_6 , desenergizándose el relay y encendiéndose la luz piloto. La interrupción persistirá hasta que la temperatura caiga bajo el punto de ajuste y entonces empezará nuevamente el ciclo, realizándose así el control "On-Off".

5.4.4. CONTROLADOR DE VELOCIDAD DE VAPORES "BOIL-UP"

El "Thermocap" es un instrumento de medida y de control extremadamente sensible a pequeños cambios de capacidad eléctrica. Tales cambios ocurren por el movimiento de cualquier material en la proximidad de un electrodo fijo. El "Thermocap" es usado para medir tales movimientos o para efectuar el control de la potencia eléctrica de ellos sin contacto físico. Son ejemplos, el control de temperatura, nivel y movimientos mecánicos de un medidor, presión de flujo, determinación de humedad, conductividad de soluciones, etc.

El elemento sensor de los cambios de capacidad, es un "Clip", colocado usualmente, en el caso de medida de nivel, sobre el exterior del tubo o recipiente, justamente por encima del punto de operación deseado. Estos "Clips" pueden ser simples, cuando se usan exclusivamente para mercurio y soluciones conductoras acuosas, y compuestos, cuando se utilizan para propósitos específicos, caso en el cual tienen doble conexión, una para tierra y otra para el instrumento. En todos los casos la selección del "Clip" depende de la experiencia.

THERMOCAP DE LABORATORIO

El Thermocap tipo laboratorio, representado en la Fig. 5.5.f., se utiliza en los fraccionadores 15/5, para regular el calentamiento de la carga, y por ende, la velocidad de los vapores "Boil-up", con una sensibilidad de 0,0006 pulgadas como se mide sobre el brazo del barómetro. El "Clip" que rodea la rama del mercurio más larga en el barómetro de control, se coloca por encima del nivel de este. El desplazamiento del mercurio que se e-

fectúa en el barómetro por cambios en la caída de presión a través de la columna, ocasionan variaciones en la capacitancia, y por consiguiente, en la lectura del instrumento.

A. DESCRIPCION

Los ajustes para operación del "Thermocap", pueden observarse en la Fig. 5.5.f. y comprenden :

1. Control Principal del Balance. - Localizado en la parte superior derecha del panel. Se utiliza para ajustes de balance burdo.
2. Control Vernier de Balance. - Localizado debajo del control principal. Se utiliza para ajustes finos, como complemento del balance principal, para el relevo del Thermocap de tal manera que justamente opere cuando el movimiento o variable controlada está en el punto de control.
3. Switch de control de Dirección. - Localizado en el extremo inferior izquierdo inmediatamente debajo del medidor. El "Switch" es de tres posiciones :

En la posición derecha se suministra potencia al elemento final de control cuando la capacidad de entrada está por encima del punto de operación del relevo.

En la posición izquierda se suministra potencia cuando la capacidad de entrada está por debajo del punto de operación.

En la posición central deja el resto del circuito operando normalmente, pero, interrumpe la función del control de potencia. La posición central puede usarse entonces para el balanceo de los ajustes, o para los casos en que no se requiera control de potencia.

4. Switch de Respuesta de Tiempo. - Está localizado en la parte posterior de la caja del instrumento. La posición derecha se utiliza para retraso medio normal; la posición central pa-

ra mínimo retraso; y la posición izquierda para el máximo retraso. Las posiciones pueden ser seleccionadas para mejor operación.

5. Luz piloto. - Está colocada por encima del medidor y se enciende cuando el receptáculo de potencia controlada, situado detrás del aparato, se ha energizado; e indica así un suministro controlado de potencia a la carga.
6. Medidor. - El medidor oscila a través de toda la escala con un pequeño cambio de capacidad en el punto de balance, como se ha seleccionado ajustando los controles de balanceo. Sirve para hacer los ajustes de balanceo, situando el medidor entre 4 y 7 ma. de la escala.

B. OPERACION Y CARACTERISTICAS

La variación de capacitancia entre el nivel del mercurio y el "Clip", es enviada al terminal de entrada del Thermocap, el cual está aislado con porcelana y está situado detrás del instrumento. La señal pasa por una serie de etapas de transformación para finalmente actuar el relevo que abre o cierra el circuito de suministro de potencia a un autotransformador "Statco" que a su vez alimentará al calentador de fondo de la marmita, controlando así la ebullición de la carga, y por consiguiente, la de los vapores desprendidos de ella.

El diagrama simplificado de la fig. 5.9.c. para el control "Thermocap" consta de un oscilador controlado en tiempo por un circuito TRSW, que recibe la señal actuante; un diodo de gas para excitar un amplificador de potencia que ha de producir corriente continua y constante para disparar el relevo de corriente alterna, para suministro de potencia al autotransformador.

El "Thermocap" opera a 110 V. de c.a. de cualquier frecuencia comercial sin alteración. El consumo de potencia del instrumento sin carga externa es alrededor de 35 a 1.200 V. con cargas conectadas al receptáculo de la cubierta trasera del instrumento. Un fusible de 3 A. protege el circuito electrónico. El

circuito de carga tendrá que protegerse a través de fusibles o interruptores, los cuales no deben exceder de 30 A.

5.4.5. CONTROLADOR DE REFLUJO

El cronómetro "Flexopulse" (Fig. 5.5.e.), opera periódicamente una señal o una válvula para propósitos de control "On-Off", donde fácil manejo y flexibilidad de ajuste son requeridos. Estas ventajas se obtienen por un mecanismo único, haciendo innecesario cambiar piñones, reajustar levas, uso de dos cronómetros o circuitos eléctricos complicados.

DESCRIPCION Y OPERACION

El cronómetro "Flexopulse" posee un motor sincrónico regulador de tiempo engranado para mover dos ruedas dentadas en direcciones opuestas. Un indicador oscila continuamente entre los ajustes de dos brazos graduables. Un doble polo actúa el interruptor, cada vez que el indicador pasa por el origen "O". El indicador y el plato de leva asocia un "pwl", el cual engancha una de las ruedas haciéndola girar en su compañía. Cuando el indicador alcanza el ajuste, el "pwl" es desviado para enganchar la otra rueda, invirtiéndose la dirección del indicador.

La Fig. 5.9.b. muestra el circuito eléctrico del cronómetro. El contacto 2-3, permanece cerrado para el intervalo de ajuste del brazo "On", suministrando potencia a la válvula de reflujo de la columna. El contacto 2-1, permanece cerrado para el intervalo de ajuste del brazo "Off". El puente entre los terminales L₂-2, es removible y está localizado debajo de la tira conectora del cronómetro.

5.4.6. OTROS INSTRUMENTOS

Además de los instrumentos más importantes descritos anteriormente, el buen funcionamiento de la unidad combinada, exige otros, tales como el controlador de calentamiento inicial que no fue utilizado, amperímetros y autotransformadores que suministren la regulación del voltaje alimentado a los circuitos superiores

de calentamiento de las marmitas, etc.

A. CONTROLADOR DE CALENTAMIENTO INICIAL

Tiene características muy similares al controlador diferencial de temperatura y se utiliza para mantener la temperatura del líquido en la marmita en un valor inicial preestablecido, antes de comenzar la destilación.

B. AMPERIMETROS

Los tres amperímetros "Simpson" tienen escalas de 10, 10 y 5 amperios, respectivamente e indican el consumo de los calentadores, pues conociendo el voltaje aplicado y la intensidad de la corriente, es posible calcular la potencia total.

C. AUTOTRANSFORMADORES

Se emplean tres autotransformadores ajustables para regular el calentamiento, los cuales son tipo "Statco", modelo 2520, de una sola fase que tienen voltajes de placa especificados para 280 V y máxima potencia de 2,8 KVA a 10 A. cuando se aplican voltajes de entrada de 240 V. y 2,4 KVA. a 10 A. para voltaje de entrada de 120 V.

5.5. SUMINISTRO DE VACIO

El suministro de vacío a los destiladores se efectúa mediante bombas "Welch-Duo-Seal", que tienen una capacidad de operación hasta el orden de 1 mm. de Hg.; por eso, cuando se requieren presiones más bajas solo pueden conseguirse acoplando a las anteriores las bombas de difusión, que trabajan con mercurio o con aceite, las cuales son ampliamente utilizadas en la destilación de crudos a bajas presiones, para ayudar a mantener o aguantar el vacío.

5.5.1. BOMBA MECANICA DE VACIO

Las bombas mecánicas de vacío "Welch-Duo-Seal" son de tipo rotatorio y tienen un sello de aceite. Su gran capacidad las hace idealmente recomendables como bombas de apoyo, "Backing-Pump", para la operación de las bombas de difusión de tamaño mediano.

Esta clase de bombas se aplica también en la fabricación de tubos electrónicos, deshidratación, sublimación, procesos de metales, detección de escapes, sellamiento hermético y otras aplicaciones industriales y de laboratorio que requieran una alta capacidad y presiones bajas.

A. DESCRIPCION

La bomba "Welch-Duo-Seal" como se muestra en la Fig.5.10. consta esencialmente de una carcasa de metal rígido, en la cual se monta un cilindro estacionario o estator, con un agujero cilíndrico, en el cual otro cilindro más pequeño o rotor se monta excéntricamente con referencia a aquel, pero, concéntricamente con respecto a su propia periferia. Este último, gira libremente por medio de un eje adaptado al mecanismo conductor. El punto de contacto del rotor y del estator, es un sello cilíndrico adherido al estator con el mismo radio que el rotor y localizado entre la entrada y la salida de la bomba.

El rotor está provisto de dos aspas de hierro fundido montadas diamétricamente opuestas una a otra, y con un fuerte resorte entre ellas, el cual las presiona contra la pared interior del estator y las hace mover dentro y fuera de las ranuras a medida que el rotor gira, barriendo de esta manera el espacio creciente de aire cada dos veces por revolución. Como el estator es de material más duro que el de las aspas, estas se desgastan, aunque, la película de aceite reduce esta deterioración a un mínimo insignificante.

B. OPERACION

A medida que la paleta deja el sello cuando se mueve

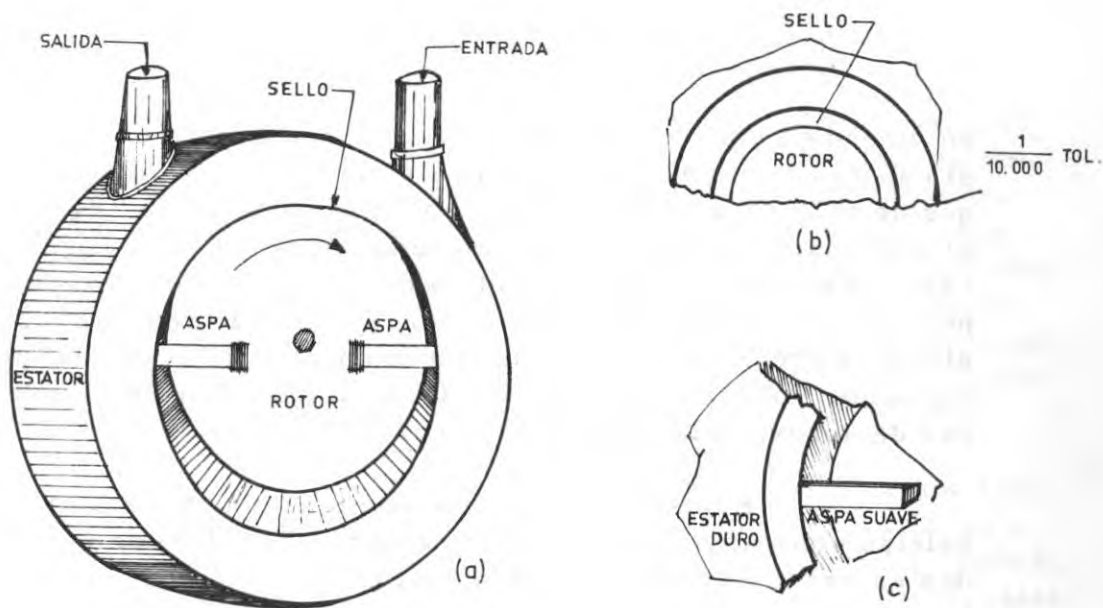


FIG 5-10 BOMBA MECANICA DE VACIO "WELCH DUO SEAL"
 (a) Diagrama del movimiento
 (b) Vista mostrando el sello
 (c) Vista mostrando la construccion de la bomba.

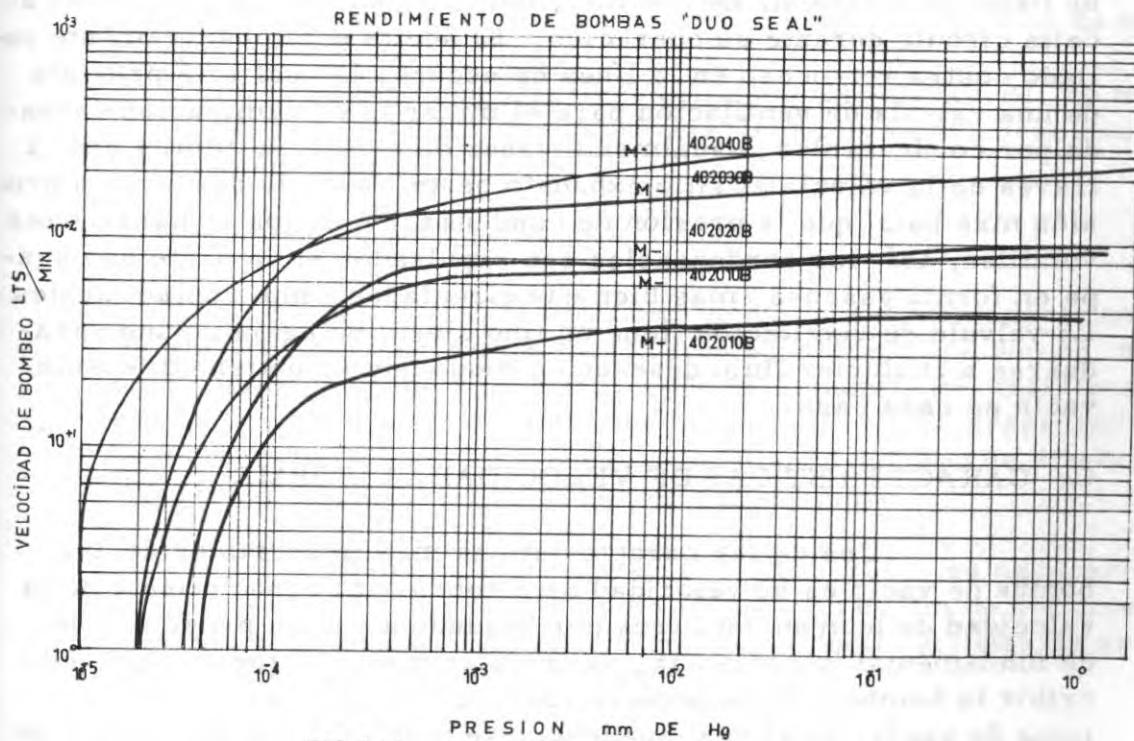


FIG 5-11 RENDIMIENTO DE BOMBAS "WELCH DUO SEAL"

en dirección horaria, se empieza a barrer el aire encerrado en el espacio creciente obligándolo a salir por una válvula de cheque de bola. La patente "Duo-Seal" proporciona un "By-pass" en el sello para llevar el último incremento de gas a la región de escape. Esta operación es repetida dos veces cada revolución, y/o por lo menos 600 veces por minuto, y, en cada repetición, la presión en el recipiente conectado a la entrada es reducida; por consiguiente, un vacío más y más alto se forma hasta alcanzar valores de aproximadamente 0,5 a 1,0 Millitorr.

Evidentemente, esta combinación de estator, rotor y paletas constituye la parte vital de la bomba. Una de estas unidades es usada en bombas de una sola etapa, mientras que en bombas de dos etapas se encuentran conectadas en serie dos sistemas del mismo tipo y sobre el mismo eje para una máxima presión de salida de 0,5 a 0,1 Millitorr.

La carcasa está diseñada con aletas para suministrar enfriamiento con aire alrededor del contorno del estator. La bomba tiene un recipiente de 650 ml., pero, solamente una parte del aceite circula durante su operación. El aceite está positivamente sellado contra retroceso en la línea de escape, la cual está provista de una válvula de ventilación para eliminar la contaminación causada por condensables, usualmente vapor de agua. Se admite aire a través de la válvula al sitio exhausto permitiendo la descarga a presión más baja que la presión de condensación de los contaminantes volátiles; así, los condensables son expulsados en la parte de escape en forma gaseosa, mas bien que circulados como contaminantes. La válvula de ventilación tiene un fino ajuste de aguja y puede graduarse a cualquier flujo deseado de modo que se obtiene diferente vacío en cada caso.

C. CARACTERISTICAS DE VELOCIDAD UNIFORME

Una de las características más importantes de una bomba de vacío es su velocidad de bombeo. El conocimiento de la velocidad de bombeo en litros por segundo a varias presiones es de fundamental importancia, ya que suministra el medio para describir la bomba completamente, de manera independiente del sistema de vacío, en el cual puede usarse y da una idea del tiempo de

evacuación como se discutirá en la sección 6.6. En la Fig. 5.11 se describen las curvas características de velocidad de las bombas Duo-Seal. En estas curvas puede observarse que todas las bombas de este diseño tienen sustancialmente velocidades constantes casi hasta sus últimas presiones, para resultados tomados con bombas de dos etapas bajo condiciones típicas; por ejemplo, un sistema cerrado sin salida de gas o con escape variable; igualmente se evitaron cuellos de botella, y las presiones se midieron con manómetros Mcleod.

La velocidad real de bombeo que pueda dar una bomba es difícil de demostrar sin que se especifique la naturaleza exacta del sistema de vacío. Como se verá en el siguiente capítulo, factores tales como escapes, materiales de construcción del sistema, etc. deben tenerse en cuenta.

El factor de velocidad, definido como la relación de la velocidad en 10^{-3} mm. de Hg. a la existente a la presión atmosférica, es otra característica importante de una bomba rotatoria. El mejor resultado puede obtenerse de una bomba mecánica rotatoria solamente cuando se usa aceite de muy baja presión de vapor.

La bomba mecánica utilizada (M-402030-B), se muestra en la Fig. 5.12.a., y sus características y especificaciones aparecen en el Apéndice C.

5.5.2. BOMBA DE DIFUSION

Una baja presión únicamente puede mantenerse mediante el uso de una bomba de difusión acoplada a una bomba mecánica de vacío "Backing-Pump". De esta manera se mantiene una presión de salida de la bomba de difusión "Fore pressure", hasta de unos 100 a 10 micrones dependiendo del tipo de diseño y cantidad de gas que pasa a través del sistema.

Como se indica en la sección 6.6.4., es necesario seleccionar la bomba mecánica de vacío, con el fin de suministrar una antepresión que cumpla con las especificaciones de presión y velocidad de la bomba de difusión.

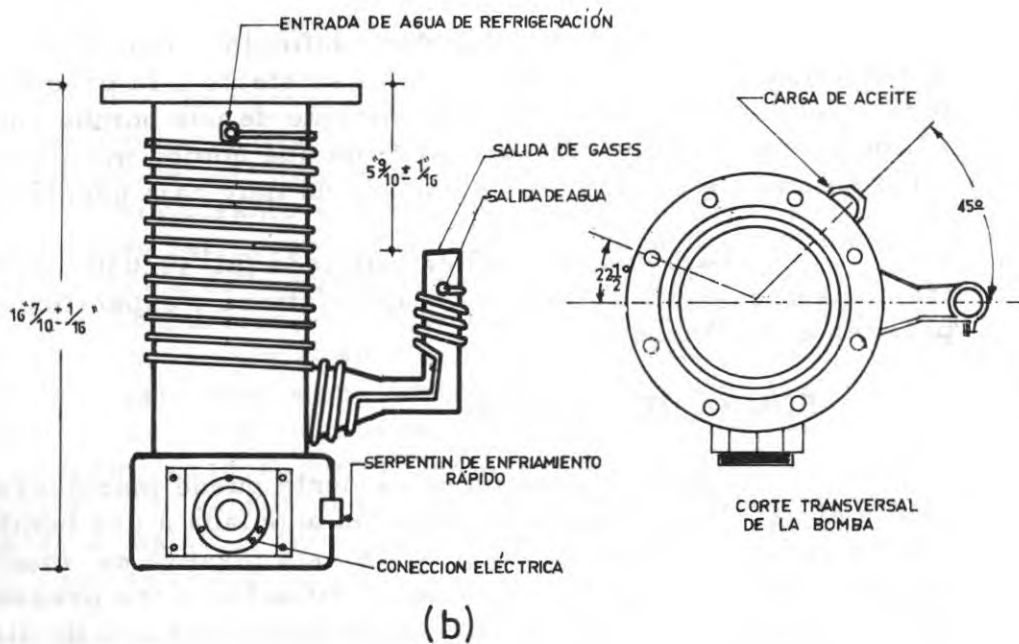
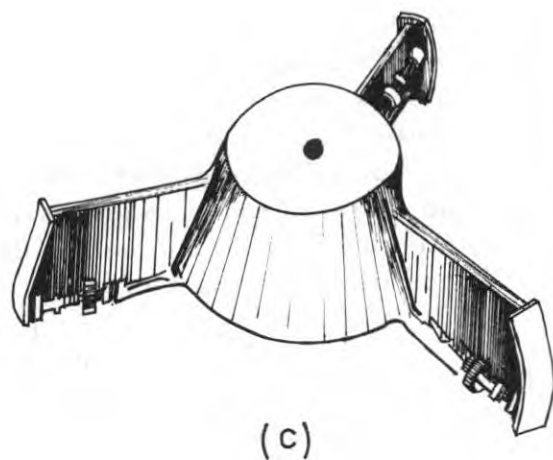
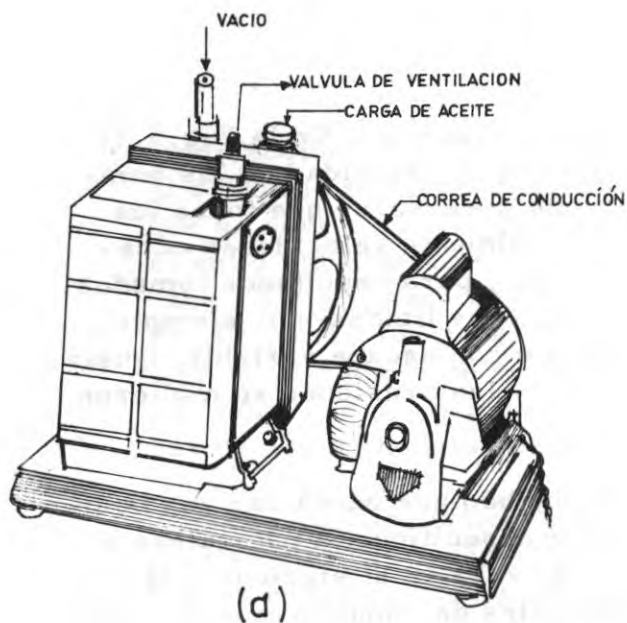


FIG 5-12 BOMBAS DE VACIO

- (a) Bomba mecánica "DUO SEAL" 2 etapas; 10CFM de capacidad.
- (b) Bomba de difusión "NSH₄" 3 etapas; 353 CFM de capacidad.
- (c) Capsula de enfriamiento de la bomba de difusión.

Las aplicaciones de las bombas de difusión son muy variadas; algunas de las cuales son las siguientes :

1. Vacío en fundición de metales con el fin de eliminar la oclusión de gases que ocasionan porosidades.
2. Aislamiento de componentes electrónicos y transformadores "Potting", bajo vacío, asegurando ausencia de gas y un denso aislamiento.
3. Vacío para la deshidratación del plasma de la sangre, alimentos, y drogas a las temperaturas bajas requeridas.
4. Recubrimiento de lentes con fluoruro de magnesio.
5. Metalización de plásticos y metales.
6. Destilación molecular de materiales orgánicos.
7. Evacuación de tubos electrónicos.
8. Producción de vacío ambiental en cámaras metálicas para estudio de vehículos espaciales.

A. DESCRIPCION

La bomba de difusión que aparecen en la fig. 5.3. y 5.12.a. corresponde al modelo NHS₄, "The National Research Corporation" cuyo diseño es similar a las bombas de difusión "Cenco" y a todas aquellas que funcionan con difusión de aceite de baja presión. El modelo es de alta velocidad de bombeo capaz de obtener presiones de operación aún más bajas que las alcanzadas con las bombas de difusión de mercurio. El cuerpo cilíndrico está construido de hierro fundido y envuelto por un serpentín de refrigeración de un cuarto de pulgada de diámetro interior. La bomba descansa sobre un calentador para el aceite de Silicona o aceite orgánico de baja presión de vapor que aumenta o ayuda a sostener el vacío. Un serpentín de enfriamiento rápido localizado en el mismo calentador facilita la condensación rá-

pida de los vapores del aceite de difusión, con el fin de evitar el encendido de este o la descomposición por repentina exposición al aire atmosférico, una vez que ha terminado la operación.

Dentro del cuerpo de la bomba y concéntricamente con este, se halla un propulsor de aluminio de tres etapas "Jet", que dispone de aberturas en cada una de ellas para suministrar los chorros que han de arrastrar las moléculas de aire enrarecido. Sobre la cima de la última etapa se articula una cápsula de enfriamiento (Fig. 5.12.c.) unida al propulsor por un tornillo provisto de anillos de vidrio. Esta cápsula se denomina de enfriamiento porque suministra refrigeración al estar en contacto con la pared del cuerpo de la bomba, por medio de tres tiras metálicas colocadas sobre la misma cápsula en una forma equidistante y ajustables mediante tornillos de graduación.

Sobre la parte superior de la bomba, se ajusta un anillo de acero inoxidable que la cierra herméticamente con un empaque de caucho. Este anillo posee los pernos de sujeción para el segundo anillo de aluminio que adaptará la bomba a la línea de vacío del sistema.

Existe una inevitable difusión de vapor de aceite caliente en la dirección del sistema que se evacúa, "back-streaming" por eso, la mayoría de las bombas de difusión poseen "baffles" u otros dispositivos similares. La bomba indicada en la Fig. 5.12. b., posee este tipo de características para evitar estos inconvenientes, proporcionando un vacío alto, saturado con vapor de aceite. La presión de este a temperatura ambiente estará cercana a 3×10^{-7} mm. de Hg. para el aceite de "Silicona Dc-704", o 5×10^{-10} mm. de Hg. para el "Covalex 10". Esto confirma la importancia del uso de fluidos de baja presión para obtener no solamente el vacío más alto sino también en la construcción de sistemas que tengan la mínima cantidad de vapor de aceite o de fluido.

B. OPERACION

El fluido de la bomba es estable a la temperatura y resistente a la corrosión y cuando se calienta y vaporiza, los vapores forman un chorro de arrastre que choca contra la parte su-

perior del propulsor condensándose en contacto con la cápsula y barriendo en su regreso al calentador, las moléculas de aire procedentes del sistema evacuado. El enfriamiento del líquido que refluye en contacto con la pared de la bomba y la condensación del vapor en la cima se efectúa merced al enfriamiento proporcionado por el agua que circula por el serpentín de enfriamiento. Entre más alto sea este enfriamiento más baja será la presión de saturación del aceite y mejores las condiciones de vacío de la bomba; de tal manera, que el suministro de refrigeración desempeña un papel importante en la difusión, requiriéndose entonces una refrigeración adecuada. La bomba mecánica de vacío debe suministrar un vacío de $6,5 \times 10^{-1}$ Torr, para un sistema de carga y $4,5 \times 10^{-1}$ Torr. a plena carga (según especificaciones para NHS₄), pues de lo contrario la bomba de difusión no contribuye al logro del vacío deseado.

C. CARACTERISTICAS

Las bombas de difusión se caracterizan por suministrar un alto vacío con velocidades extremadamente altas establecidas por el área de entrada en las boquillas. Entre más grandes sean las aperturas del propulsor, más aprisa será el bombeo; pero, la presión última no alcanzará un límite de alto vacío; por tanto, es necesario bajar un poco más la presión previa para que la bomba de difusión empiece a funcionar y se sostenga. En la práctica se utilizan propulsores múltiples, con aberturas más grandes hacia el lado de alto vacío.

El factor de velocidad utilizado en las bombas rotatorias, se emplea también en bombas de difusión, pero definido como la relación de la velocidad en alguna presión, usualmente 10^{-4} mm. de Hg., a la de un agujero de área igual a la de la boquilla de entrada, en un diafragma de espesor cero que tiene una presión de 10^{-4} por un lado y vacío perfecto por el otro. Las bombas de mercurio tienen factores de velocidad desde 0,1 a 0,3 y las bombas de difusión de aceite de 0,5 a 0,6.

En la gráfica 5.13 se muestran las características de velocidad para la bomba NHS₄, tipo 0162-2. Puede observarse que para sistemas promedios una gran parte del tiempo de bombeo es gastado en la región 10^{-1} a 10^{-3} . Esto puede evitarse ya

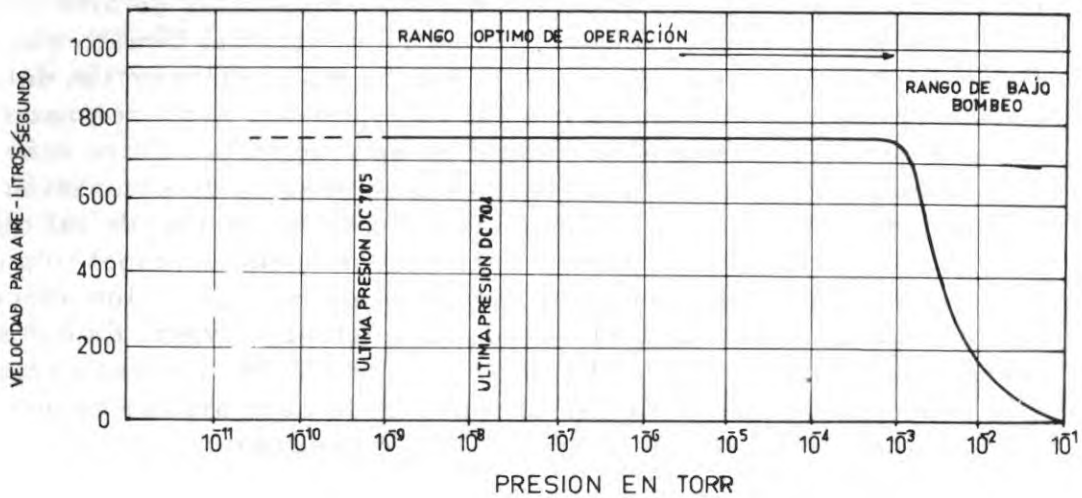
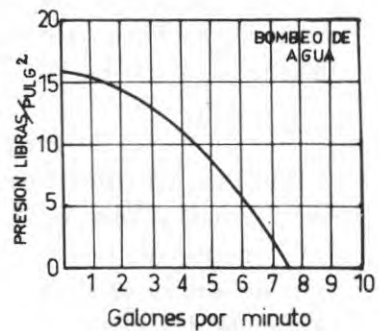


Fig 5-13 RENDIMIENTO DE LA BOMBA DE DIFUSION NHS4



(a) Bomba modelo D-6



(b) Bomba modelo D-11

Fig 5-14 RENDIMIENTO DE BOMBAS CENTRIFUGAS "EASTERN"

sea por el uso de la bomba previa que suministre una antepresión y líneas de antebombeo que tengan mejores características, o por el uso de bombas de difusión de múltiples etapas que operen "takehold", en una presión de 10 mm. de Hg. o más. El primer paso resulta más adecuado en laboratorio por razones de economía y puesto que el tiempo de evacuación no es de mucha importancia. La bomba de difusión más lenta es más veloz que la bomba rotatoria más rápida.

Otro tipo de características para la bomba de difusión utilizada en la presente unidad de destilación aparecen en el apéndice C.

5.6. SUMINISTRO DE REFRIGERACION

5.6.1. BOMBAS CENTRIFUGAS DE CIRCULACION

Las bombas centrífugas "Eastern" de diferentes tamaños, se adaptan muy bien a las aplicaciones de laboratorio y servicios de planta piloto. Su diseño compacto y adecuado funcionamiento, las hace adaptables donde espacio y transporte son factores importantes. Son recomendables para manejar líquidos poco viscosos y corrosivos.

La mayoría de las bombas de este tipo están construídas de aleaciones de metal monel, acero inoxidable, "Hastelloy C", hierro de fundición y bronce. Generalmente poseen ajustes de caja "Stuffing-boxes", o, sello mecánico rotatorio que puede ser usado con cualquier líquido que no ataque el caucho sintético; así, los sellos mecánicos no son recomendables cuando se trabaja con ácidos fuertes, líquidos muy calientes o ciertos solventes orgánicos.

Si la bomba posee ajuste de caja, este puede graduarse por medio de una rueda colocada sobre el mismo eje del ajuste de caja hasta un punto tal, que no se produzca goteo del líquido bombeado ni se force el sello. Una aceitera suministra la lubricación del prensa-estopa, lo cual es necesario para evitar el rompimiento del eje por ajuste muy rígido, y facilitar su apropiada operación.

Los dos modelos de bombas centrífugas "Eastern" utilizados en la unidad de destilación combinada son el D-6 para la refrigeración del tensímetro y el D-11 para la refrigeración del fraccionador y la bomba de difusión. Cada una de ellas tiene las características que a continuación se refieren.

A. MODELO D-6 DE BAJA PRESION

Este modelo suministra presiones y volúmenes moderados de líquido bombeado; por eso, se utiliza en la refrigeración del tensímetro. El motor está totalmente encerrado y ventilado a través de una chaqueta de aire, por lo cual es adecuado para el uso donde polvo, vapores o soluciones derramadas puedan afectar su buen funcionamiento. El motor es de tipo inductivo, 1/30 HP, 110 V., 1 Fase, 60 Ciclos y sin escobillas. Se recomienda para el uso de fluídos no viscosos que no requieren un motor a prueba de explosión.

La bomba se acopla al motor y el impulsor se monta sobre el mismo eje de la caja de ajuste "stuffing-box". Esta bomba tiene una eficiencia máxima de salida de 4 galones por minuto a presión cero y una presión máxima de $4 \frac{1}{2}$ lbs./pulg.² para flujo cero, como se aprecia en la Fig. 5.14.b.

B. MODELO D-11 PARA SERVICIO PESADO

Este modelo está construido con extremo rigor, lo cual lo hace aconsejable bajo severas condiciones de servicio, en operaciones industriales, o de laboratorio y particularmente se utiliza para el suministro de agua de refrigeración al fraccionador y a la bomba de difusión.

El motor, de "The General Electric Motor", posee un inducido para servicio pesado, completamente encerrado y a prueba de explosión, tiene una potencia de 1/8 HP, una sola fase y voltaje de línea de 110 V.

La bomba y el motor están acoplados como se indica en la Fig. 5.15. El impulsor se monta sobre el mismo eje de la caja de ajuste. Toberas de $\frac{1}{4}$ de pulgada de diámetro interior,

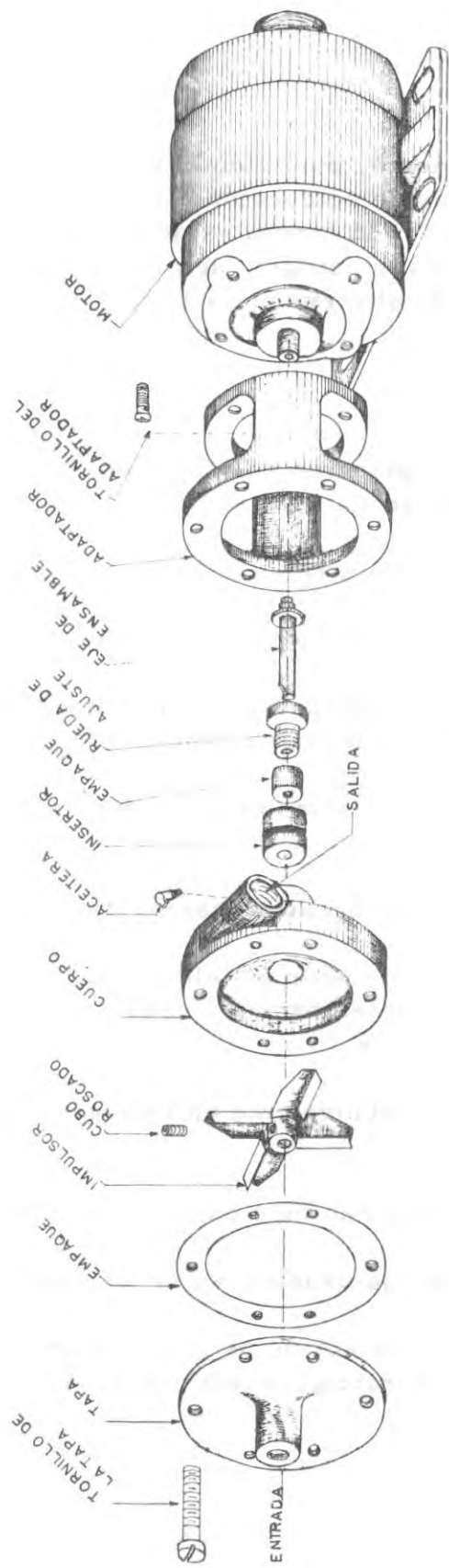


FIG 5-15 BOMBA CENTRIFUGA MODELO D-11

roscadas internamente, permiten el ajuste de los tubos accesorios para las líneas de conducción. La máxima eficiencia de salida suministrada por la bomba es de 7 a 8 galones por minuto a presión cero, y 18 lbs./pulg.² de presión máxima cuando el flujo es nulo, como se observa en la Fig. 5.14.a.

5.7. SERVICIOS

Los siguientes servicios son necesarios en la unidad de destilación combinada :

1. Abastecimiento de aire seco a presión usual.
2. Abastecimiento adecuado de agua fresca.
3. Refrigerante en cantidad y condiciones adecuadas para cuando sea necesario condensar butanos.
4. Vacío burdo para varias necesidades, a unos 10 mm. de Hg. de presión.
5. Suministro de nitrógeno a presión de 1 a 2 psig.
6. Abastecimiento de potencia eléctrica, pues la mayoría del equipo descrito anteriormente requiere voltajes de 110 y 220 V.c.a. a 60 ciclos.
7. Hielo seco o su equivalente en nitrógeno líquido, o refrigeración mecánica.
8. Cuarto de refrigeración o cuarto frío a 32 °F, o menos.
9. Líneas de drenaje usualmente de 15 pulgs.

De estos servicios juegan papel importante el consumo de potencia y la refrigeración con agua.

5.7.1. CONSUMO DE POTENCIA

El consumo de potencia para un fraccionador de 50 mm. con carga entre 12 y 25 litros es de unos 5.5 Kw. para consumo máximo, del cual el 90% se consume a voltajes de 220 V. suministrado a los calentadores del alambique principalmente, en tanto que, las unidades pequeñas consumen la mayor parte de su potencia a 110 V.

Una comparación de la potencia consumida por los diferentes tamaños de fraccionadores Sarnia se indica a continuación :

Potencia requerida para fraccionadores Sarnia (a)

<u>Fraccionador</u> <u>Di (mm)</u>	<u>Carga nominal</u> <u>(litros)</u>	<u>Consumo de potencia</u> <u>máxima (Kw)</u>
11	0,5-1	0,6
18	1,0-2,0	1,0
25	2 - 4	1,5
36	4 - 8	3,0
50	12 - 25	5,5 (b)
70	25 - 50	9,0 (b)
95	50 - 100	14,0 (b)
110	100- 200	16,0 (b)

(a) Incluye calor de entrada al matraz y mantos de las columnas lo mismo que los controles, pero, sin incluir la bomba de vacío.

(b) El 90% de estas cargas son para 220 V., suministrados a los calentadores del alambique.

El consumo de los destiladores de alto vacío será siempre inferior al consumo de los fraccionadores del mismo tamaño.

5.7.2. SERVICIO DE AGUA DE REFRIGERACION

El suministro de agua refrigerante podría ser convenientemente localizado para uso en el condensador, enfriador de líquido y receptor del fraccionador, como también en el condensador primario y bomba de difusión del destilador de alto vacío. El agua debe suministrarse por lo menos a 50 °F., y a una temperatura más baja; pero, si se desea refluir grandes cantidades de butano, puede emplearse un refrigerante de -30 °F.

Los destiladores de acero inoxidable como se anotó antes, tienen serpentines de enfriamiento y en consecuencia debe disponerse de una conexión de agua de enfriamiento rápido, que tenga por lo menos $\frac{1}{2}$ pulgada de diámetro.

Los otros servicios como aire seco y vapor a baja presión, vacío burdo, son servicios accesorios. Un vacío de 20 mm. para la unidad combinada es más que suficiente; también un servicio de aire a 150 psig es satisfactorio. Además, el laboratorio dispone de un cuarto de refrigeración.

CAPITULO SEXTO

DESCRIPCION DEL MONTAJE

La instalación de las unidades Sarnia MK II requiere el cumplimiento de una serie de condiciones respecto a espacio, cuidado, lubricación, nivelación y sujeción. De estos factores dependerá en gran parte el buen funcionamiento de la unidad, y la prevención de riesgos y gastos innecesarios que ocasionaría el reemplazo de las partes.

El montaje se realiza primero por las partes principales y después por los accesorios e instrumentos. Las partes principales se instalan parcialmente a causa de que los destiladores, sobretodo el de alto vacío, necesitan desmantelarse cada vez que ha de efectuarse una nueva destilación, porque es necesario obtener una buena limpieza y buen sello. El equipo accesorio e instrumentos se instalan para servicio permanente y solo se requerirá desmontarlos cuando ocurran daños o fallas.

En general el montaje de la unidad, comprende :

1. Requisitos de espacio.
2. Ensamblaje de la estructura
3. Instalación del destilador "Hivac".
4. Instalación del fraccionador "15/5".
5. Conexión de los accesorios de vidrio.
6. Instalación de aparatos eléctricos y servicios.

6.1. REQUISITOS DE ESPACIO

La disponibilidad y transporte de materias primas son esenciales en la ubicación de una planta industrial, pero en una planta piloto son consideraciones de menor importancia y la disponibilidad del espacio y servicios son los factores predominantes.

Los fraccionadores Sarnia MK II de 20 a 40 litros de capacidad, ocupan un espacio de 20 pies cuadrados de superficie de piso por 10 pies de altura y los destiladores "Hivac" de 12 a 25 litros de capacidad requieren para su montaje 32 pies cuadrados de superficie de piso por 8 o 9 pies de altura. De manera que para las dos unidades resulta un total de 52 pies cuadrados de superficie.

En la Fig. 6.1. se representan una plataforma de 137 x 57 pulgs. y una estructura metálica de 10 pies de altura, que son utilizadas como base, soporte, y medios de sujeción para el montaje de las diversas partes del equipo piloto. Obviamente, como puede observarse, los requisitos de espacio se cumplen, con la ventaja de que se economiza espacio por tratarse de una unidad combinada, en la cual las dos unidades operan con el mismo tablero de control.

Se dispone de una sala de suficiente capacidad para la ubicación de la unidad, como también para el almacenamiento temporal de muestras de crudos y productos destilados, y colocación de estantes apropiados para repuestos de las partes; además, de la libre movilidad del operador. También hay disponibles sumideros y vertederos para lavado, servicios de aire, hielo seco, suministro de potencia, etc.

6.2. ESTRUCTURA

La estructura de forma y dimensiones dadas en la Fig. 6.1., fue ensamblada usando ángulos y platinas de hierro dulce para darle la fuerza y rigidez exigidas para el propósito requerido.

Las uniones se soldaron y atornillaron utilizando pernos de $\frac{1}{4}$ de pulg. de diámetro. La estructura descansa sobre la plataforma que fue recubierta con láminas de acero inoxidable de $\frac{1}{4}$ de pulg. de espesor, de modo que la plataforma resultara también bastante rígida y libre de vibración.

A las platinas horizontales se les hizo una ordenada distribución de agujeros de $\frac{1}{2}$ pulg., con el objeto de fijar las varillas de aluminio en posición vertical, para lograr en esta forma, buena flexibilidad en cuanto se refiere a la disposición de las partes y accesorios. Las varillas de aluminio son de $\frac{1}{2}$ pulg. de diámetro y se colocaron entre sí lo más cercanamente posible, con el fin de disponer, en esta forma, de varias alternativas en la sujeción, repartición uniforme de los pesos, etc. Se dispone de abrazaderas para sujetar las partes del equipo.

La estructura se compone de tres porciones disponibles para alojar de izquierda a derecha el fraccionador, los controles y el destilador de alto vacío. El espacio para este último es el más amplio y se construyó así en virtud del mayor cuidado exigido en su operación.

6.2.1. CONSOLA

Los instrumentos de control son instalados en la consola representada en la Fig. 6.2, cuya estructura ofrece excelente flexibilidad en la colocación de los entrepaños de posiciones variables. Las dimensiones indicadas corresponden a las de los instrumentos, habiéndose dejado un grado de tolerancia de $\frac{1}{8}$ pulg. Una cubierta metálica de acero inoxidable compuesta de dos partes completa el tablero de control.

En la localización de los instrumentos sobre la consola se han tenido en cuenta condiciones de operación, espacio, facilidad y comodidad en la lectura e importancia de la variable medida o controlada.

La distribución en el tablero de control se realizó de la siguiente manera :

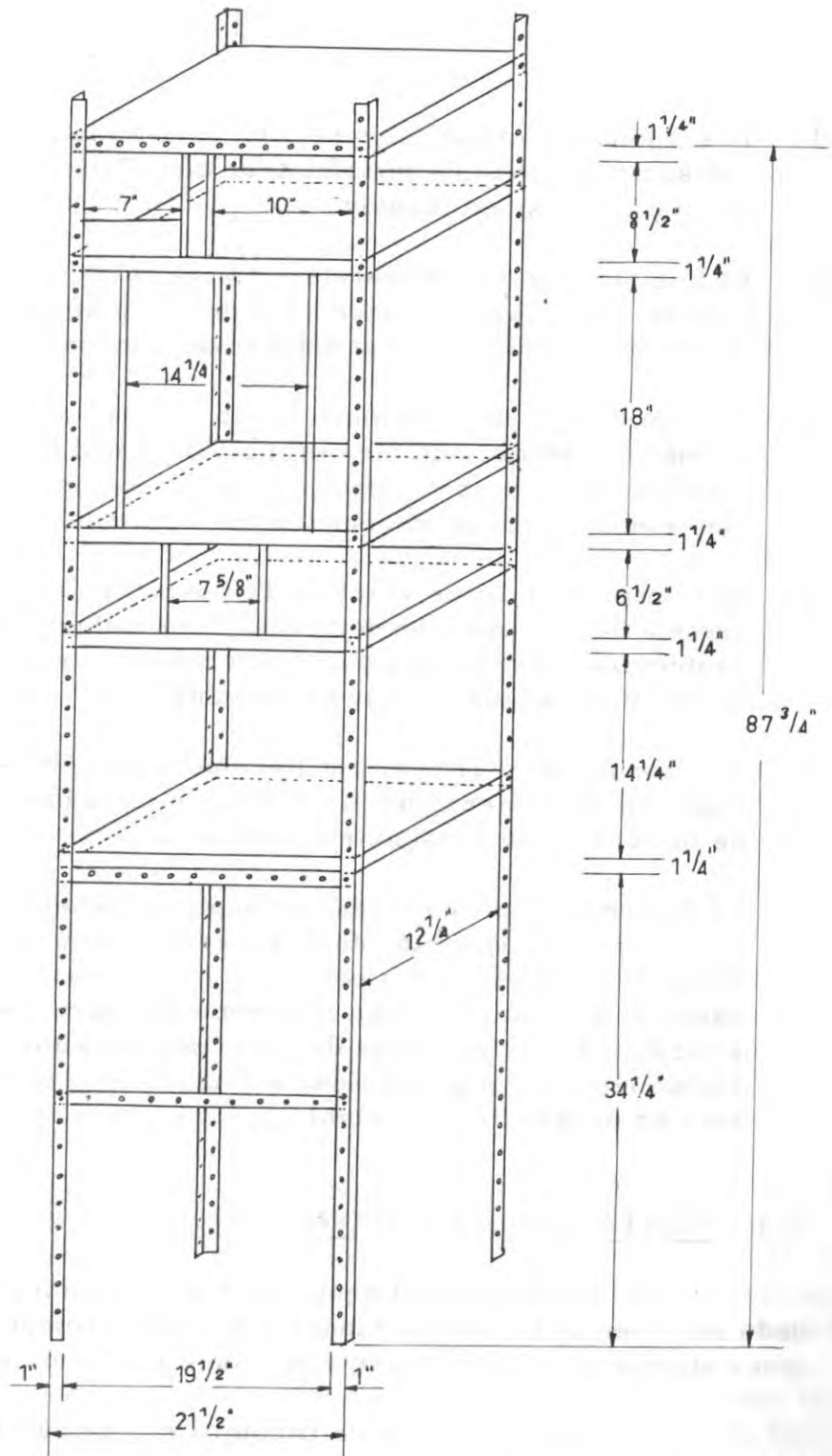


FIG 6-2 DIMENSIONES DE LA CONSOLA

1. Los Autotransformadores se colocaron en la parte inferior con sus respectivos amperímetros con el fin de ahorrar espacio y facilitar su manejo.
2. El Registrador de Temperatura "Honeywell", se localizó en la parte central por la necesidad de efectuar lecturas continuamente y debido al gran número de termopares que recibe.
3. El Controlador de Presión se situó inmediatamente por encima del registrador de temperatura para que el módulo "Azar" quedase al alcance del operario para su manejo y no presentase ninguna dificultad visual en la lectura.
4. El Controlador Diferencial de Temperatura se localizó por encima del controlador de presión, en vista de que no había problemas en su manejo, y el punto de ajuste necesita cambiarse de posición en muy pocos casos.
5. El Cronómetro "Timer" requiere poca atención en su operación, de tal manera que la colocación en la parte superior de la consola no presentaría problemas.
6. El controlador de Velocidad de vapores "Thermocap", se situó en la parte superior de la consola, aunque presenta inconvenientes debido a los ajustes que es necesario efectuar durante la destilación. Los interruptores para cada uno de los instrumentos y las tomas de corriente para los mantos de calentamiento y compensación, válvulas, etc. se situaron también en el tablero de control.

6.3. MONTAJE DEL FRACCIONADOR

El manejo del equipo de vidrio requiere extremo cuidado en especial las proyecciones que deben protegerse contra cualquier choque accidental durante el montaje o limpieza.

Los requisitos de limpieza son de suma importancia toda vez que se trabaja a vacío. Así que las uniones copa-bola "Socket-ball", modificadas por una pequeña ranura practicada en

la bola, deben estar completamente limpias puesto que el anillo "Viton" que se alojará en la ranura, debe proporcionar un sello apropiado para evitar cualquier tendencia de escape. Las partes accesorias que no poseen uniones de este tipo, solo conseguirán un buen sello y protección mediante el uso de grasa especial para vacío que también se recomienda en las uniones modificadas; pero solo una pequeña cantidad aplicada a la copa de la unión. Todos estos tipos de conexión requieren abrazaderas de ajuste.

La sujeción a la estructura de las partes y accesorios de vidrio se efectúa con abrazaderas de diferente tipo que mantienen el ensamble erecto o soportan el peso de algunos aparatos, tales como el receptor y el enfriador de líquido o, la columna cuando la marmita se ha retirado. En estos casos, las abrazaderas deben estar bien distribuidas y suficientemente ajustadas a las varillas más cercanas y partes de vidrio, para evitar tensiones que podrían romper los aparatos y/o escurrimiento.

El ensamblaje de las partes del fraccionador de 50 mm. puede verse en la Fig. 5.1. y en el diagrama de la contraportada.

6.3.1. EMPAQUETAMIENTO DE LA COLUMNA

El paso preliminar que debe realizarse antes del montaje de una columna nueva o usada es su relleno. Se efectúa colocando inicialmente la columna sobre una superficie blanda e introduciendo por el extremo inferior la malla cónica de acero inoxidable seguida de la bola de alambre, y se empujan suavemente con una varilla de madera hasta que la malla toque las estrías situadas por debajo del divisor de reflujo, lo cual puede verse a través de la ventana superior del manto. En seguida, se invierte la columna colocando su extremo inferior sobre una superficie acolchonada, y se vierte lentamente el relleno a través de un embudo acoplado a un tubo de vidrio de unos 25 mm. de diámetro exterior y de 3 a 4 pies de longitud, apoyado sobre la unión bola de la torre. El vástago del embudo debe ser de buena sección para que el relleno no se atasque al bajar, pues se requiere que caiga suave y libremente hasta una distancia de unos

tres o más pies, y se distribuya uniformemente sin que se produzca vibración de la columna mientras se empaca. La adición del relleno se suspende cuando el nivel alcanza un punto tal, que solo deja espacio suficiente para admitir la bola de alambre y la malla cónica. Esta última descansa sobre las estrías inferiores de la columna como puede verse dentro del cuello de la misma.

6.3.2. MONTAJE DE LAS PARTES

En los fraccionadores de 50 mm. o más grandes, el manto de calentamiento descansa directamente sobre el piso, aunque, en algunos casos como el presente, se necesita un gato flexible cuando se requiera reacoplar el alambique que se ha retirado para cargarlo o por cualquier otro motivo.

En el procedimiento de montaje normal, el manto de calentamiento se coloca sobre el gato graduado a la altura deseada, y se inserta en él, el alambique; la copa de unión de este debe lubricarse adecuadamente y disponerse perfectamente vertical. El manto compensador de pérdidas de calor recubre finalmente el alambique, quedando listo para ensamblarlo a la columna.

La torre completamente limpia, empacada y provista de anillos "Viton" en sus uniones de bola, se recubre con el manto compensador de pérdidas de calor y se sitúa sobre el alambique, teniendo cuidado de proteger, con la mano, su unión inferior hasta insertarla en la copa del mismo para evitar cualquier golpe que pueda causar su rotura. Un balanceo suave de la torre sobre la unión fija del alambique, proporciona un mejor empalme. Dos abrazaderas de círculo completo se sujetan al manto, amortiguando su ajuste mediante tiras de asbesto que rodean la columna, manteniendo así la torre en posición vertical. Estas abrazaderas se distribuyen para que soporten igual peso y no vayan a fracturar la chaqueta de vacío; igualmente se ajustan lo suficiente para que no se escurra la columna cuando el condensador está lleno de agua y se haya retirado la marmita. La abrazadera superior se coloca a una distancia de $\frac{1}{2}$ pulgada de la línea de extracción de destilado, pues si se coloca más arriba se corre el riesgo de punzonar la columna.

El condensador debidamente lubricado y con sus uniones anilladas, se acopla a la unión superior principal de la columna en la misma forma descrita para la unión torre-marmita, colocando su salida de vapores hacia el lado derecho. De nuevo se utilizan dos abrazaderas con el único fin de mantener el condensador vertical.

Debajo de la línea de extracción de destilado de la columna, se localizan el enfriador y el receptor de líquido sujetos a la estructura por una abrazadera para cada uno de ellos. La abrazadera del receptor se fija cerca del fondo para reducir el efecto de golpes accidentales, sobre la salida inferior de este cuando se extraen muestras. Estos aparatos se colocan con sus conexiones laterales localizadas hacia el lado derecho de los mismos, según se indica en la Fig. 5.1., para efectuar las uniones con el adaptador de vacío sujetado a la derecha de la columna y cerca al enfriador de líquido.

Una vez efectuado el acople de las partes principales del fraccionador se procede a lubricar todos los grifos o válvulas, teniendo cuidado de asegurarlos a una rama adyacente para evitar rupturas por caídas accidentales.

6.4. MONTAJE DEL DESTILADOR DE ALTO VACIO

En el montaje de los destiladores de alto vacío, los requisitos de limpieza y lubricación son los más importantes puesto que se trabaja a vacío elevado. Un sello adecuado solo se logra cuando las uniones están perfectamente acopladas y libres de escapes.

Al igual que en los fraccionadores, las abrazaderas mantienen el sistema erecto, y no deben soportar peso, a excepción de las abrazaderas del "Dewar" y del adaptador de vacío, ni deben provocar tensiones sobre los aparatos de vidrio. Prácticamente todas las partes necesitan montarse cada vez que se vaya a efectuar una nueva destilación, si se considera que después de cada separación el equipo se desacopla para una limpieza inmediata.

6.4.1. MONTAJE DE LAS PARTES

El montaje de las partes se inicia colocando el alambique y el manto de calentamiento sobre el gato en la misma forma descrita para el fraccionador (Fig. 5.3.) El separador de arrastre se acopla directamente al alambique en la mayoría de los casos, pero, en el destilador de 25 mm. de diámetro de alambique de acero de 12 litros de capacidad, no se puede efectuar esta clase de acople debido a que la bola de unión del separador de arrastre es más grande que el diámetro interior de la copa del alambique. La unión "Female-male" suple esta deficiencia a pesar del aumento en las posibilidades de escape por más que se utilicen todas las condiciones para un buen sello. Todas las conexiones del separador de arrastre deben estar perfectamente limpias antes de anillarse con empaque "Viton" para que sean conectadas a las otras partes. A la bola superior se acopla entonces, la trampa "Dewar" del separador, sujetándola a las varillas de la estructura con su propia abrazadera; esta trampa debe unirse a la línea de vacío por acople tipo "Socket-ball". La conexión lateral inferior del separador comunica con la trampa de vacío sujeta también a la estructura.

El trípode se gradúa a una altura tal que el distribuidor encaje perfectamente en la conexión esmerilada del adaptador. La rotación cuidadosa del distribuidor sobre el asiento del trípode permite el cambio de los receptores. Estos, perfectamente engrasados se insertan en el distribuidor y se sujetan a él por tiras de caucho o resortes.

Realizado el montaje de las partes principales del destilador, previamente lubricados, se insertan el tapón del separador de arrastre, la trampa de protección del Mcleod, y el pozo térmico del termopar. Finalmente se lubrican todos los grifos y válvulas de vidrio y se alojan anillos "Viton" en las conexiones y válvulas que aún no los poseen.

6.5. CONEXION DE ACCESORIOS DE VIDRIO

En la unidad total que se describe, los accesorios de vidrio se localizan así: el adaptador de vacío sujeto a la derecha

de la columna y cerca al enfriador de líquido; el burbujeador, próximo al suministro de nitrógeno y a la marmita del fraccionador, soportado por una abrazadera y parcialmente llenado con un aceite aceptable; el tensímetro, situado en un punto equidistante de los destiladores y cercano a la bomba de circulación D-6 y al controlador de presión, se apoya sobre un soporte de aro provisto de una platina circular, y se carga con 10 ml. de Tetradecano; el manómetro de vacío, localizado al lado izquierdo del adaptador de vacío y sostenido por una abrazadera, se llena parcialmente de mercurio; el manómetro de vacío McLeod, colocado cerca a la trampa de protección, sobre un soporte provisto de una platina circular, se llena también parcialmente de mercurio, aproximadamente 1/4 de la capacidad del "Erlenmeyer" es suficiente; el barómetro de control, próximo al controlador de velocidad de vapores, para una mejor operación de dicho aparato, se provee de mercurio en cantidad adecuada para efectuar las mediciones requeridas, y se sujeta a la estructura; la trampa de hielo seco, unida a la toma derecha del cuerpo del adaptador, se mantiene en su posición por una abrazadera de sujeción.

Los accesorios una vez localizados están listos para su conexión con las partes principales de la unidad combinada y con otros equipos. Las uniones se efectúan con tubos de caucho o neopreno para vacío, de diámetro interior igual al diámetro interior de los conectores de vidrio. Estos conectores son de diferentes tamaño, forma y longitud según el tipo de unión que se quiera hacer; sus diámetros interiores generalmente varían de 9 a 50 mm. para copas y bolas. Se insertan lubricados con cera especial en los extremos de los tubos de caucho y se acopla el conjunto a las partes que se unen, verificándose una unión tipo copa-bola. Una abrazadera de ajuste acorde con el diámetro de la unión se coloca en cada uno de los acoples para mantenerlos fijos.

Las conexiones más gruesas ocasionan tensiones a causa de su peso y deben soportarse separadamente para evitar la ruptura de los aparatos de vidrio que están uniéndose. Otro tanto puede ocurrir con los tubos de conexión muy largos y en tal caso es más conveniente utilizar tubería mixta, ya sea caucho - cobre o caucho-vidrio, sin incluir claro está los conectores localizados en los extremos del ligamiento.

Las siguientes conexiones se han utilizado en el montaje :

1. Línea de ventilación del condensador a la cima del adaptador de vacío.
2. Conexión superior izquierda del adaptador de vacío con el manómetro de vacío y la línea de ventilación del enfriador. La derivación se consigue con un conector de vidrio en "T".
3. Conexión inferior izquierda del adaptador, con la rama derecha del barómetro de control, conocida como línea de presión del condensador.
4. Conexión superior derecha del adaptador de vacío a medidor de vacío. La línea se divide por una "T", en dos ramas que conducen respectivamente al tensímetro y a una segunda "T", que a su vez se bifurca en línea para el Mcleod, y línea para el manómetro Mcleod para las dos unidades. Las válvulas colocadas sobre las líneas permiten seleccionar cualquiera de los cambios.
5. Línea de balanceo del receptor. Comunica el lado izquierdo del cuerpo principal del adaptador de vacío con el receptor.
6. Línea de ventilación y/o suministro de vacío, según que la ocasión lo demande. Esta línea comunica la trampa con la atmósfera por la válvula de aguja superior izquierda localizada en el tablero de control.
7. Línea de refrigeración del fraccionador. Empieza en el receptor de líquido, conduciendo el agua de refrigeración impulsada por la bomba de circulación D-11, hasta la cima del condensador, para finalmente refluir por la línea de drenaje al recipiente de enfriamiento.
8. Línea de refrigeración del tensímetro. Utiliza la bomba de circulación D-6, con retorno del agua caliente al mismo recipiente de refrigeración de la línea anterior.

9. Línea de burbujeo de nitrógeno y toma de presión del alambique, que comunican a través del burbujeador de nitrógeno con la rama izquierda del barómetro de control.
10. Línea de vacío auxiliar. Este vacío lo suministra una bomba auxiliar a través de una trampa; se divide en dos ramas; la primera va al McLeod en su parte inferior, la otra llega al adaptador de vacío del destilador.

6.6. MONTAJE DE APARATOS ELECTRICOS Y SERVICIOS

Los instrumentos previamente calibrados, se instalan en la consola con la distribución citada anteriormente para proceder entonces a realizar las conexiones eléctricas. Los aparatos son alimentados por la red de suministro eléctrico, para lo cual las tomas de corriente se situaron detrás de la estructura. Un "breaker" localizado exteriormente a la sala de ensayo protege los aparatos.

Las tensiones suministradas son de 120 y 230 V, a frecuencia de 60 ciclos. La distribución y nomenclatura de las tomas es la siguiente :

<u>Número de toma</u>	<u>Potencia de suministro (voltios)</u>	<u>Intensidad (Amperios)</u>
A-23	110	10
A-30	110	10
A-10	110	10
A-35	110	10
A-4 - 6	230	20
A-32-34	230	20

La instalación de los servicios de calentamiento y vacío abarca parte del montaje de instrumentos como calentadores, autotransformadores, etc., y sistema de vacío, como la tubería de vacío, y el medio de suministro (bombas), de tal manera que una discusión acerca del diseño del circuito de tubería de

vacío será conveniente para la obtención de baja presión en el sistema que se evacúa.

La refrigeración es prácticamente independiente del montaje de los instrumentos. Una buena refrigeración se consigue con adecuada localización de las bombas de circulación, acopladas a una tubería de suministro también adecuada.

En la Fig. 6.12. se representa el esquema unifilar de las conexiones eléctricas de los aparatos e instrumentos eléctricos utilizados.

6.6.1. CONTROL DE REFLUJO

El montaje del control de reflujo involucra la instalación de la válvula de reflujo, el magneto o solenoide, y el cronómetro "Flexopulse", en sus puntos correspondientes.

La válvula de reflujo se compone principalmente de un vástago de acero inoxidable que termina en una bola de teflón por un extremo y por el otro se enrosca en un cilindro. Un magneto o solenoide acciona la válvula cuando este se energiza en un intervalo de tiempo dado. La válvula es de longitud de vástago ajustable y debe colocarse de tal manera que la bola descansa sobre el divisor de reflujo de la columna obturando completamente la línea de extracción de desfilado, lo cual puede verse por la ventana de la columna 2 o 3 pulgadas por debajo del tope. La cápsula de vidrio que cubre la parte superior de la válvula la aísla del exterior, y se coloca apropiadamente engrasada en la depresión del condensador, de tal manera que el magneto la rodea. El extremo del cilindro de la válvula debe ser visible dentro de la cápsula 1/8 a 1/4 de pulgada debajo de la cara superior del solenoide.

Se conectan los terminales de entrada L_1 y L_2 del cronómetro a una fuente de corriente alterna de 110 V. a través del interruptor S.C.R.R., y el magneto a los terminales L_1 y 3 como se indica en la Fig. 5.9.b. Se procede entonces al chequeo de la válvula de reflujo, el cual debe efectuarse solamente cada vez que se vaya a realizar un montaje. Para ello se ajusta el cronómetro para 3 segundos "On" y 3 segundos "Off". La válvula de-

be levantarse 1/8 de pulgada cuando el magneto es energizado, y en caso contrario su longitud debe ajustarse nuevamente. Una elevación mayor es inadecuada debido a que la corriente de vapor puede hacer caer la bola fuera de su asiento.

6.6.2. REGISTRADOR DE TEMPERATURA

El registrador de temperatura "Brown" se sujeta a la consola por medio de grapas y se le suministra corriente a 110 V.c.a. de la red, operando el correspondiente interruptor en el panel. A este aparato le llegan todos los termopares utilizados en la unidad combinada, los cuales se instalan a los terminales de la caja del instrumento como se indica en la Fig. 6.3,

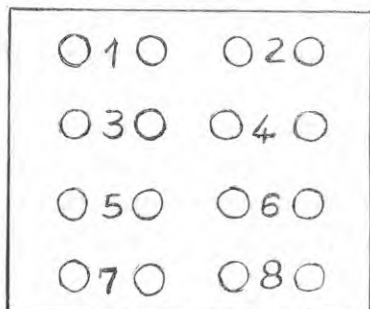


Fig. 6.3. Caja de Conexión de termopares del registrador de temperatura.

teniendo en cuenta la polaridad según las normas estándar IS₄ que establecen el cable de color blanco para el hierro (+) y el cable de color rojo para el constantan (-). Algunos de los termopares son dobles de suerte que un solo par irá al registrador de temperatura, mientras el otro se dirige a un instrumento diferente; tal es el caso del termopar doble de la columna, localizado cerca al divisor de reflujo, en el cual un par va al registrador de temperatura y el otro al controlador diferencial de temperatura.

Cada termopar numerado corresponde a los números que se imprimen sobre la carta del instrumento para el rango de 0-800 °F.

Los siguientes termopares se han instalado en el registrador de temperatura :

Número 1 : Temperatura de los vapores de cima del destilador de alto vacío.

Número 2 : Temperatura de fondo del destilador de alto vacío.

Número 3 : Temperatura de fondo del fraccionador 15/5.

Número 4 : Temperatura de los vapores de cima del fraccionador 15/5.

Número 5 : Temperatura de los vapores del tensímetro.

Número 6 : Temperatura de chaqueta del fraccionador 15/5.

6.6.3. SUMINISTRO DE CALOR

El suministro de calor al fraccionador se realiza como se ha mencionado en el capítulo anterior, por un manto con tres circuitos de calentamiento y dos mantos de compensación; en tanto que en el destilador de alto vacío solo se utilizan un manto con dos circuitos de calentamiento y un manto de compensación. Para controlar la velocidad de transmisión de calor tres autotransformadores ajustables, operados manualmente, suministran la potencia de calentamiento requerida en la unidad combinada; además del manto calentador del tensímetro que se conecta directamente a 110 V. y del calentador de la bomba de difusión conectado también a 110 V.

A. MONTAJE DE LOS AUTOTRANSFORMADORES

El autotransformador ajustable "STATCO" se monta en banco o en tablero para rotación en sentido horario y contrahorario. Tiene un eje ajustable al conmutador y al rotor que para montaje en tablero, como aquí se utilizó, se desplaza hacia adelante pasando por un agujero de $\frac{1}{2}$ pulg. practicado en el tablero de control. Cuatro tornillos de $\frac{3}{8}$ de pulg. de diámetro sujetan el chasis del autotransformador por detrás del panel. Sobre el tablero rodeando el eje se coloca la escala de lectura, "Dial", con valores de voltaje que van desde cero hasta 280 V. cuando el eje gira en el sentido horario. La escala se mantiene en su posición por tres tornillos de $\frac{1}{8}$ de pulg. de diámetro colocados con una separación entre sí de 120 grados sobre una distancia radial de $\frac{13}{16}$ de pulg.

Una vez sujetado el autotransformador al panel de control, se gira su eje en el sentido contrahorario hasta alcan-

zar el tope inferior. En seguida se fija la perilla al eje por medio de sus tornillos prisioneros teniendo cuidado de dejar su indicador señalando el cero de la escala.

De los tres autotransformadores representados en el panel del diagrama de la contraportada, solamente el autotransformador AT-2 en la parte inferior izquierda ha sido conectado directamente a 230 V.c.a. Los otros, AT-1 y AT-3, son alimentados a 110 V.c.a. a través del controlador diferencial de temperatura y del "Thermocap" respectivamente. En todos los casos es necesario un chequeo operacional antes de ponerlos en servicio.

La Tabla 6.1., muestra la manera de conectar los autotransformadores a la fuente de voltaje, y la Fig. 6.4. esquematiza el circuito autotransformador-calentadores, para las marmitas de los destiladores. Las líneas punteadas indican que los circuitos de calentamiento para ambas unidades de destilación no actúan simultáneamente. Los circuitos de calentamiento se han instalado en paralelo con el objeto de utilizar un solo autotransformador, habiéndose realizado los cálculos aproximados para consumo de potencia.

B. INSTALACION DEL CONTROLADOR DIFERENCIAL DE TEMPERATURA

La localización del controlador diferencial de temperatura "Millitemp" en la parte superior de la consola, presenta ventajas como es la facilidad de lectura, y la eliminación de choques y vibraciones que afectan la sensibilidad del aparato. Los requisitos exigidos por el instrumento como temperatura ambiente, de 40 a 120 °F., y termopares de calibre nominal adecuado, se cumplen, puesto que la temperatura ambiente es de unos 80 °F. y los termopares son de hierro constantan calibre 28 a 30 para una resistencia de 452 a 704 ohms./pie.

El controlador diferencial de temperatura constituye junto con el autotransformador AT-1, el amperímetro de 5 A y los mantos de compensación de columna y marmita, el circuito compensador de pérdidas de calor del fraccionador 15/5 (Ver Fig. 6.5.).

T A B L A 6 . 1 .

CARACTERISTICAS DEL AUTOTRANSFORMADOR 2520 BU DE UNA FASE

Voltaje de entrada (voltios)	Frecuencia (Ciclos/ Seg.)	Sentido de rotación de la perilla	Conexiones			Salida		
			Entrada	Puente	Salida	Voltios	Amperios (max.)	KVA (max)
240	50/60	Horario	2-5	-	2-3	0-280	10	2,8
240	50/60	Contra - horario	4-1	-	4-3	0-280	10	2,8
240	50/60	Horario	2-4	-	2-3	0-240	10	2,4
240	50/60	Contra - horario	4-2	-	4-3	0-240	10	2,4
120	50/60	Horario	6	2	3	0-280	10-4,4	1,2
120	50/60	Contra- horario	7	4	3	0-280	10-4,4	1,2

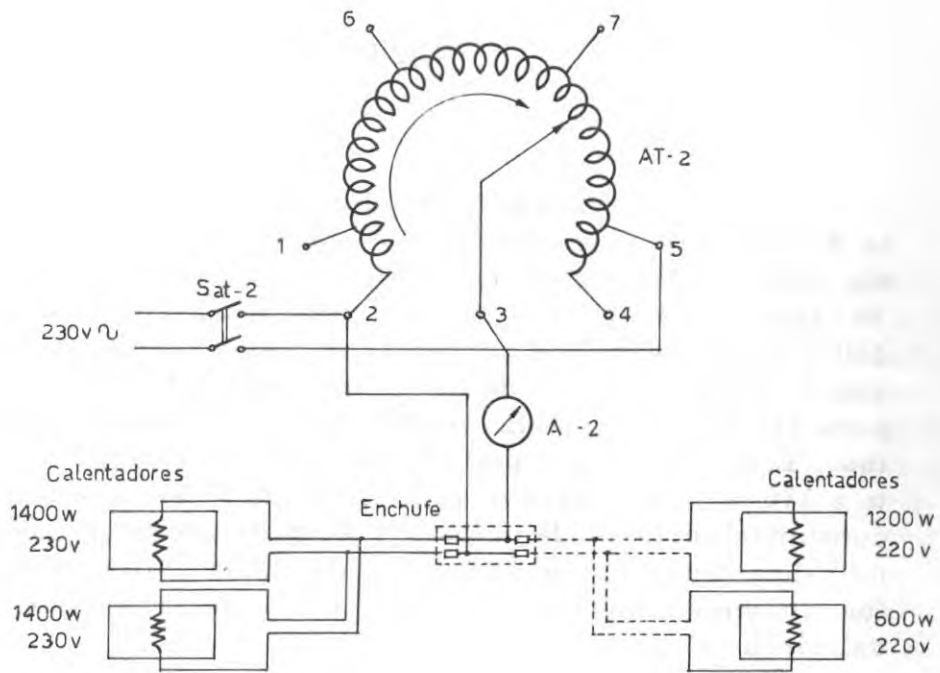


Fig. 6-4 Suministro de potencia a los calentadores de las marmitas.

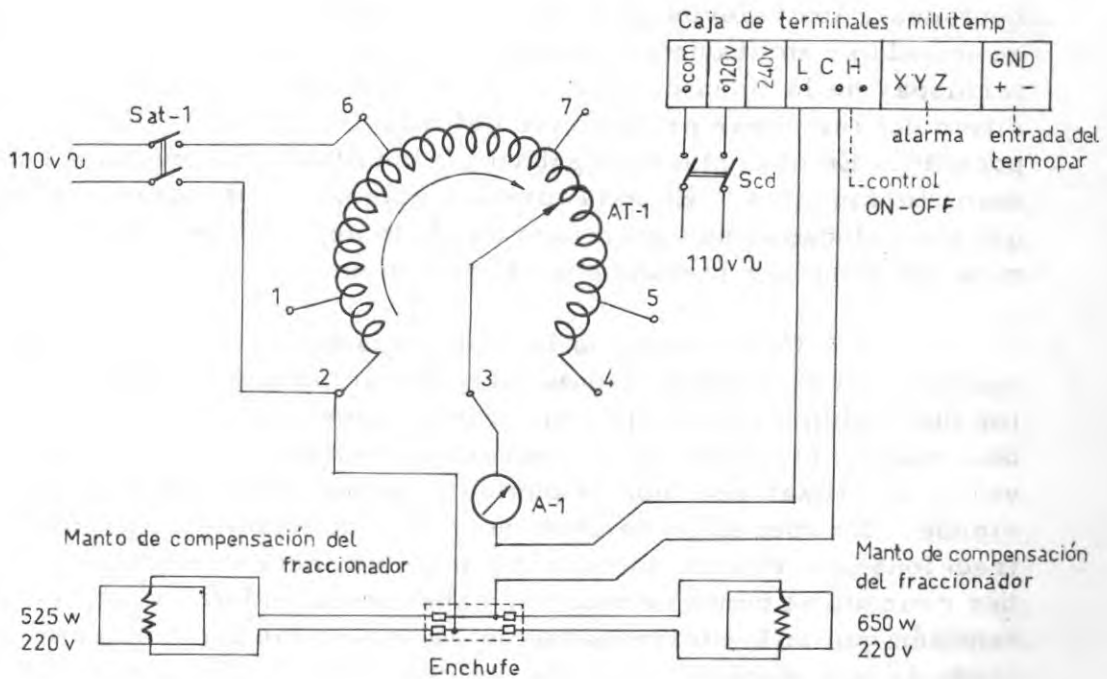


Fig 6-5 Circuito compensador de pérdidas de calor del fraccionador 15/5

El autotransformador AT-1 recibe potencia de la fuente A-10 de 110 V. y alimenta los mantos de compensación a través del relevo del controlador. Este último es suplido por la fuente A-30, también de 110 V.; podría también conectarse a una fuente de 230 V.c.a., pero, los contactos del relevo solo estarían en capacidad de resistir 2,5 A. de intensidad para este voltaje, en tanto que para 110 V. la intensidad puede duplicarse sin afectar los contactos. Esta es la razón por la cual se ha optado por utilizar una fuente a 110 V. c.a., para el suministro de potencia a los mantos, que consumen aproximadamente 5,3 A. para potencia máxima. Como no habrá necesidad de utilizar el calentamiento máximo de los mantos, un amperímetro de 5 A. es suficiente para medir la corriente del circuito.

Para conectar el equipo al elemento final de control, se dispone de los terminales de placa L-C-H para control On-Off, y X-Y-Z para alarmas. Estos terminales están internamente conectados a los relevos de salida. Igualmente, en la misma placa se instalan: en el contacto positivo (+), el elemento negativo del termopar de la línea de extracción de destilado y el elemento positivo del termopar proveniente del bolsillo térmico "Thermo-pocket". En el contacto negativo (-) los elementos restantes de estos termopares. En esta forma los sensores de temperatura quedan colocados en oposición con el fin de suministrar una fem neta que debe ser medida por el instrumento.

Como en todos los circuitos eléctricos un chequeo operacional, es necesario para asegurarse de que todas las partes del sistema van a funcionar correctamente. Es necesario observar la luz piloto para diferentes posiciones del indicador y ver si al cruzar este por el punto de ajuste la luz piloto se enciende. En operación de chequeo y de funcionamiento normal del fraccionador, el indicador se devuelve un instante después de haber cruzado el punto de ajuste y haberse encendido la luz; sucede también que si los termopares se colocan a los terminales de entrada de una manera invertida, el indicador nunca pasará durante la operación por el punto de ajuste por desplazarse más y más hacia la izquierda sin efectuar el control de la operación.

C. INSTALACION DEL RELEVO "THERMOCAP"

El relevo termocap recibe un suministro de potencia de 110 V. de la toma A-10 y suministra la misma potencia al autotransformador AT-3, por la acción del relevo. Este autotransformador provee de corriente al circuito de fondo del fraccionador, el cual suministra la mayor parte de la energía térmica requerida para la evaporación de la carga; por esta razón, en la mayoría de los fraccionadores se controla la ebullición utilizando el circuito de fondo del alambique.

El relevo no se recarga puesto que puede soportar hasta 30 A. y el calentador a potencia máxima solo consume 6 A. En la Fig. 6.6. se muestra el circuito de control de velocidad de vapores. Las líneas punteadas indican un segundo circuito, el cual actúa cuando el circuito principal está abierto. Ello permite utilizar el autotransformador AT-3 para control manual de las pérdidas de calor de la marmita del destilador "Hivac", cerrando el circuito por medio del interruptor "Shivac" de la toma A-4-6 a 230 V.c.a.

El alambre transmisor de la señal capacitiva se une por un extremo con el "Clip" sensor situado sobre la rama derecha del barómetro de control unos milímetros por encima del nivel del mercurio, y por el otro se acopla al terminal de entrada al "Thermocap". El barómetro fue colocado cerca al "Thermocap" con el fin de utilizar la mínima longitud de alambre conductor, para evitar interferencias electromagnéticas que afectan considerablemente la sensibilidad del "Thermocap". Igualmente se ha empleado un conductor flexible y recubierto de algodón para reducir al mínimo dichos inconvenientes.

Un chequeo de la polaridad, ajuste y precisión de las conexiones del circuito del fraccionador y de la unidad de alto vacío es necesario. El chequeo operacional se efectúa durante la corrida de ensayo, sobre todo el funcionamiento de los ajustes del "Thermocap" y colocación del "Clip" sensor en un lugar adecuado.

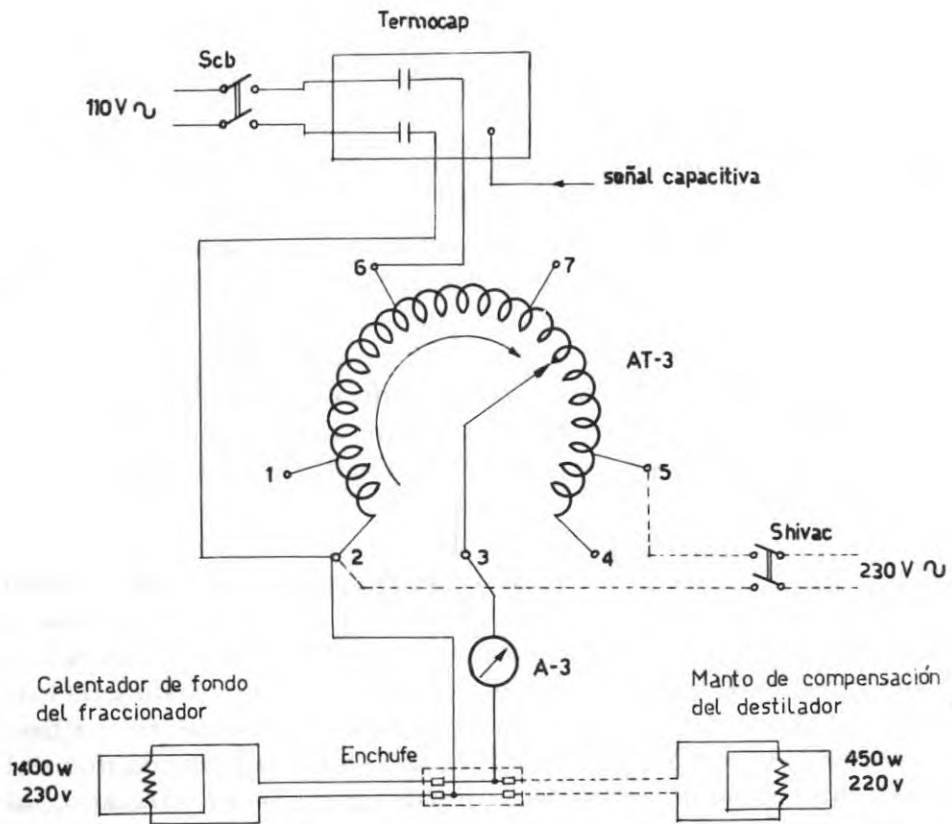


Fig 6-6 Circuito controlador de velocidad de vapores del fraccionador, y circuito compensador de pérdidas de calor en el destilador de alto vacío.

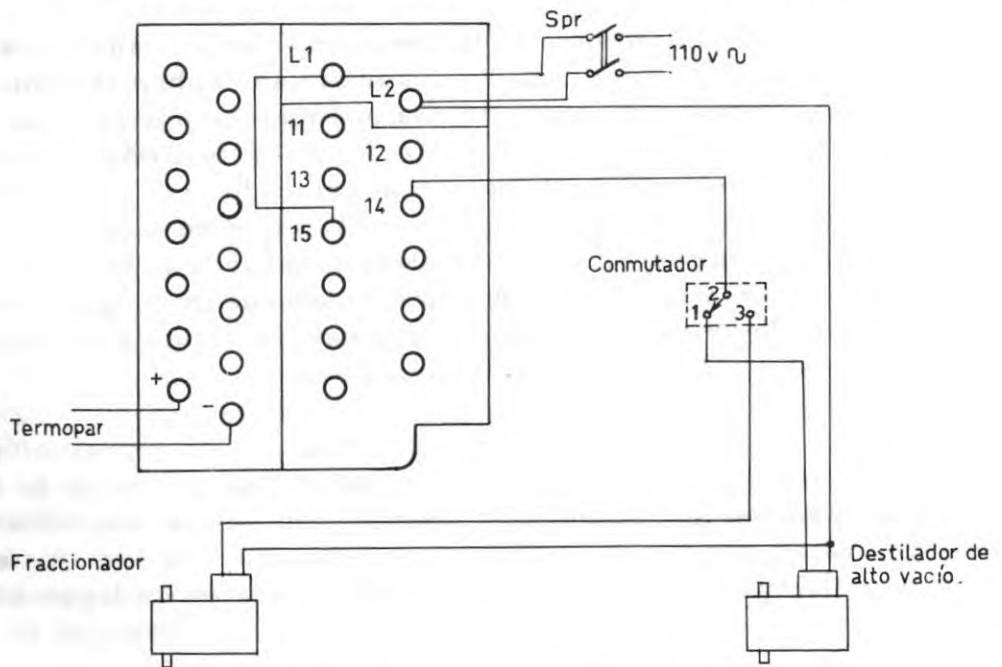


Fig 6-7 Esquema eléctrico para el controlador de presión.

6.6.4. SUMINISTRO DE VACIO

A. PLANTEAMIENTO DEL SISTEMA DE VACIO

Cuando se planifica la instalación de un sistema de vacío, un problema fundamental que debe resolverse es el del equipo de bombeo apropiado para cada fin determinado. Esto es particularmente cierto, si el proceso o aplicación es nuevo y el problema no es simplemente la selección de la bomba o la combinación de bombas apropiadas. Muchos otros factores han sido considerados para asegurar la mayor eficiencia de la operación. Se resumen algunos de estos factores y el proceso general descrito puede usarse en aplicaciones específicas.

El orden en el cual el material es presentado no es necesariamente la secuencia de importancia para un proceso específico de vacío; por ejemplo, si la presión deseada está por encima de 10 militorr, el problema de conexiones es relativamente de poca importancia; de otra manera, si los gases van a ser manejados a presiones inferiores a 10 millitor, las conexiones son de importancia considerable. Si la naturaleza del problema requiere la desviación del uso de conexiones ideales una pequeña bomba puede ser justamente tan adecuada como una de gran capacidad.

Los tópicos a ser discutidos a continuación comprenden: tipos de sistema de vacío, materiales usados, presión deseada, velocidad de bombeo, velocidad contra resistencia de la línea, factor de velocidad y selección de una bomba.

1. TIPOS DE SISTEMA DE VACIO.- Dos tipos de sistema de vacío son ampliamente conocidos. El primero de ellos se denomina "Sistema Estático" caracterizado por una evacuación inicial de desgasificación y desellamiento "Sealing Off". Son ejemplos, los sistemas que contienen bulbos de luz incandescente, tubos de neón, tubos de Rayos X, tubos de radio, etc. Todos presentan el problema de una serie de unidades comparativamente pequeñas, unidas al sistema por medio de un tubo concéntrico, el cual debe ser desellado cuando se alcance la evacuación requerida.

El segundo tipo de sistemas de vacío se denomina "Sistema dinámico" caracterizado por continuo bombeo ante la presencia de escapes intencionales o accidentales pequeños. Este es el caso de la destilación del petróleo a vacío.

2. MATERIALES USADOS.- Recientemente el material usado en los sistemas de vacío era desconocido. El material tradicional para ambos sistemas era el vidrio a veces utilizado con cámaras metálicas, usualmente de bronce, unidas por conexiones de cera, para sistemas dinámicos solamente.

El vidrio es el material más importante principalmente para sistemas estáticos, aunque, en el caso de sistemas dinámicos pequeños, diseñados para vacíos muy rígidos mayores de 10^{-6} mm de Hg., el material de vidrio es muy utilizado a causa de la facilidad de desgasificación. La facilidad de soldadura y manipulación de la tubería de bronce la hace apetecible en las líneas de vacío, pero tiene la desventaja de ser atacada por el mercurio y ser porosa al vapor de agua. El acero puede ser poroso y su óxido absorber mucho gas, pero puede eliminarse esta dificultad cubriendo la superficie con una capa de estaño, por sumersión en un baño fundido. Indudablemente, el rendimiento de las bombas es afectado en gran extensión por el material usado en el sistema.

3. PRESION DESEADA.- No está usualmente bajo control y es establecida por los requerimientos de cada necesidad en particular. A menudo, el vacío especificado es más alto que el necesario, el cual contribuye a causar gastos adicionales y/o complicaciones innecesarias. Este límite superior de presión deberá ser cuidadosamente investigado para cada situación particular, o de lo contrario se incurrirá en gastos inútiles.
4. VELOCIDAD DE BOMBEO.- La siguiente ecuación de Gaede, define la velocidad de bombeo :

$$\frac{dp}{dt} = (-S_1 / V) \times P \quad (6.1)$$

Donde :

P : Presión instantánea en el tiempo t en un volumen cerrado V, que es evacuado por una bomba que

tiene una velocidad S_1 .

S_1 : Volumen de gas que la bomba podría remover del recipiente cerrado en un segundo, medido a la presión P .

La solución de la ecuación es :

$$T = 2,3 \frac{V}{S_1} \text{Log.} \frac{P_1}{P} \quad (6.2)$$

Donde :

T : Tiempo requerido para reducir la presión del volumen V , desde P_1 hasta P , usando una velocidad de bombeo S_1 .

Esta última relación permite la estimación del tiempo mínimo de evacuación de un sistema dado, libre de volátiles, sin tener en cuenta los escapes o la evolución de gases absorbidos en el sistema de vacío. La presión P_1 es, generalmente, la presión atmosférica y la velocidad S_1 , es el promedio de las velocidades a la presión atmosférica y a la presión deseada, respectivamente. Para la estimación de estas velocidades, se acude a los datos del fabricante y a las curvas de Velocidad- Presión de las bombas.

Como ilustración, considérese el sistema de vacío, objeto de la presente discusión, con un volumen aproximado de 35 litros, para el destilador de alto vacío, a la presión deseada de 0,01 mm. de Hg. De la Fig. 5.11. (Bomba M-402030-B), se lee una velocidad de 180 litros /minuto a 0,01 mm. de Hg.; la velocidad a la presión atmosférica es de 283 litros/minuto; entonces :

$$T = \frac{4,6 \times 35}{(283 + 180)} \text{Log.} \frac{760}{0,01} = 1,7 \text{ minutos.}$$

Para un valor más preciso podrían tomarse incrementos sobre la carga, y la sumatoria de los valores de T , da el tiempo de evacuación.

En producción industrial, cuando unidades individuales deben ser reducidas a una presión dada, el tiempo disponible es a menudo establecido por el plan de producción y el sistema debe ser diseñado en lo posible para encontrar este requerimiento. En trabajos científicos, un tiempo razonable es a menudo requerido, siendo la selección del equipo mucho más flexible; sin embargo, la aceleración del tiempo de evacuación alcanza un límite más allá del cual no es recomendable.

5. VELOCIDAD CONTRA RESISTENCIA DE LA LINEA.- En la discusión anterior se supuso que la bomba se conectaba directamente a la cámara de vacío. Esta es una situación ideal puesto que usualmente se requiere una conexión de alguna longitud, esto es, la línea de bombeo entre la bomba y la cámara o sistema de vacío. Bajo tales circunstancias, la velocidad S_1 de la bomba no es el factor controlante.

Para hacer el cálculo de bombeo, particularmente para presiones bajo 10 millitorr, la velocidad de evacuación S más bien que la velocidad S_1 de la bomba, determina el período del ciclo de operación. Obviamente, la diferencia entre S_1 y S es pequeña si la tubería que representa la línea de bombeo es corta y de gran diámetro. Aún longitudes cortas de tubo de pequeño diámetro perjudican la eficiencia, para la evacuación aunque se utilicen bombas de alta velocidad.

Cuando la bomba actúa en el rango de baja presión, el flujo de gas a través de un tubo es sustancialmente de carácter molecular. El gas removido del sistema se reduce principalmente a moléculas, las cuales a causa de su energía cinética de agitación, golpean la entrada de la bomba cuando se abre el cilindro de entrada. El flujo de gas Q "Throughput" a baja presión se relaciona linealmente a la presión P ; este hecho conduce a simple relación matemática siguiente :

$$Q = P S \quad (6.3.)$$

$$\text{Entonces : } C = \frac{Q}{P_1 - P} \quad (6.4.)$$

La variable C o Conductancia es el inverso de la Resistencia al flujo de gas, y es, por consiguiente, función de las dimensiones del tubo que conecta la bomba con la cámara de escape e indica la medida de la apropiada selección de una línea de bombeo.

La Conductancia de varios tamaños de tubería puede determinarse a partir de curvas en las cuales el término $L + (8/3) R$ es graficado contra C, ($\text{cm}^3/\text{seg.}$); donde L y R son la longitud y radio interior de los tubos de conexión. También podría determinarse por la expresión de la resistencia al flujo "W" a través de este tipo de tubería :

$$W = \frac{L + (8/3) R}{R^3} \quad (6.5)$$

Dentro de esta expresión, para el cálculo de resistencia de un sistema de bombeo, debe incluirse la acción resistiva de los accesorios de conexión de los tubos. El efecto de una curva de 90° no es exactamente conocido, pero varios constructores lo hacen equivalente a valores entre 0,5 y 1,0 m. de tubería recta de igual diámetro. Una trampa tiene una resistencia entre 3 y 4 m. de tubería de igual diámetro.

La velocidad de evacuación se relaciona con la de la bomba S_1 y con la Conductancia por la siguiente expresión :

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{C} + \frac{1}{S_1} \quad (6.6.)$$

De donde :

$$S = \frac{C}{C + S_1}$$

El término fraccionario es menor que 1, consecuentemente, la velocidad de evacuación S nunca puede ser mayor que la conductancia C ni tampoco mayor que la velocidad S₁ de la bomba. La expresión supone que la velocidad de evacuación alcanza la velocidad de la bomba solamente cuando C es mucho más grande que S₁. Esto marca el hecho de que una bomba de alta velocidad puede hacerse inefectiva, por el uso de inapropiadas conexiones.

En el caso de varias longitudes de tubo de diferente diámetro, conectadas en serie entre la bomba y la cámara de expulsión, la Conductancia C para esta combinación es :

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{b_1} + \frac{1}{b_2} + \frac{1}{b_3} + \dots \dots + \frac{1}{b_n} \quad (6.7.)$$

Donde :

b₁ , b₂ , ... etc. , son las respectivas conductancias de la tubería y accesorios del sistema.

Para calcular el tiempo de expulsión de un sistema de presión atmosférica a una presión más baja, S calculado de la ecuación 6-6, podría reemplazar a S₁ en la ecuación 6-2.

6. FACTOR DE VELOCIDAD.- El Factor de Velocidad definido en la Sección Quinta del Capítulo anterior, es una medida de la eficiencia de una bomba mecánica a bajas presiones. Entre más se acerque al factor 1, mayor será la eficiencia de la bomba a bajas presiones. Una bomba pequeña puede requerir un tiempo más largo para alcanzar el rango Millitorr., pero, esta puede tener una velocidad más alta en este rango.
7. SELECCION DE UNA BOMBA.- Una bomba es considerada de alto vacío si alcanza una presión de 0,1 micrón o menos. Cuando el término "Propósito General" está relacionado con el alto vacío, este requiere un análisis más cuidadoso; por ejemplo, una bomba para encontrar esta demanda debe ser

más o menos "rígida y estable", bastante rápida, fácil de conectar y mantener, trabajar razonablemente bien bajo todas las circunstancias, y responder muy bien a condiciones ideales, esto es, conexiones cortas, trampa de aire o CO₂, sin cuellos de botella, como un grifo de 2 mm. en una línea de vacío de 10 mm. Además, indudablemente, deben tenerse en cuenta el volumen del sistema que ha de evacuarse, el nivel de presión deseado y la velocidad requerida especialmente cuando tienen algún efecto sobre la economía de proceso.

Los procesos que requieren alto vacío aumentan cada día. En varias aplicaciones, los sistemas de vacío deben manipular gases y vapores, desde aire puro hasta vapores altamente corrosivos. Los últimos causan muchas dificultades porque atacan las bombas e interfieren en el proceso cuando se encuentra presente vapor de agua.

Una consideración generalmente común a varias distribuciones es la velocidad de la bomba de apoyo o "Backing Pump", la cual se relaciona directamente a la velocidad de la bomba de difusión y a la relación de presiones en la entrada y descargue de la bomba de difusión. Esta última se denomina ante presión "Fore-pressure", la cual a su vez va a depender del flujo de gas "Throughput" que se espera manejar.

Una bomba de difusión puede teóricamente actuar sobre la antepresión establecida por el fabricante, y que la bomba previa debe suministrar, pero, debe darse un margen para escapes y desgasificación, lo mismo que minimizar el contraflujo, "Back-Streaming"; por eso, se acostumbra tomar una fracción de la antepresión especificada, generalmente de 1/10 a 1/4 como el valor de una antepresión más real.

El acople de una bomba rotatoria a una de difusión cuyas características de velocidad y presión final son establecidas por el fabricante es de relativa sencillez, si se aplica la relación básica entre flujo, presión y velocidad de bom-

beo, como se ha indicado en la ecuación 6.3., en la cual el flujo de gas, Q, o "Throughput" se expresa en Millitorr-lits/seg. La presión de entrada a la bomba P, en millitorr; y, la velocidad de la bomba S, en lits/seg.

Si en un sistema de vacío se conocen la velocidad de la bomba de difusión, junto con la presión sobre el lado de alto vacío, el flujo Q a través del sistema se determina por la ecuación anterior.

Independientemente de la fuente de flujo Q, su valor una vez conocido permite que los elementos del sistema de bombeo sean proporcionados adecuadamente. Supóngase, por ejemplo, que una bomba de difusión tenga una velocidad de 200 lit./seg., y que la presión en el sistema de vacío que ha de ser evacuado es de 1,0 millitorr; evidentemente, el flujo de gas Q debe ser fijado y ha de ser constante en cualquier punto del circuito evacuado, esto es, 200 Millitorr-lits/seg.

Si se supone que la tolerancia de la antepresión es de 300 Millitorr, según evaluación del fabricante, para un margen de seguridad de 1/10; entonces, la velocidad de la bomba mecánica requerida será :

$$S = \frac{Q}{P} = \frac{200 \text{ millitorr-lit/seg.}}{30 \text{ Millitorr}} = 6,65 \text{ Lit./seg.}$$

Podría entenderse que si el tiempo de bombeo de un sistema de vacío es importante, no es suficiente ajustar únicamente la bomba mecánica a la bomba de difusión.

B. INSTALACION DEL SISTEMA DE VACIO

Establecidas las bases teóricas para el diseño de un sistema de vacío, puede entrarse a considerar el montaje de las bombas de vacío, la línea de bombeo y el control de vacío, utilizados en las unidades de destilación ya aludidas.

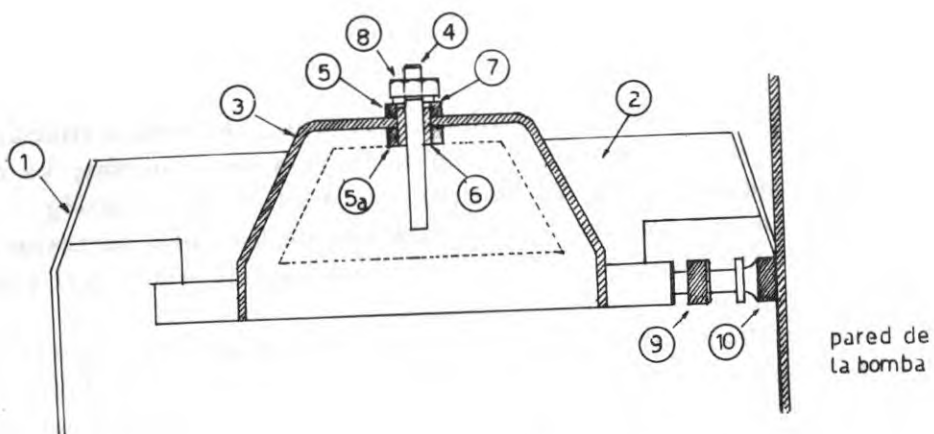
1. INSTALACION DE LAS BOMBAS DE VACIO.- Como se ha mencionado, es conveniente utilizar la menor longitud de tu-

bería en la línea de bombeo, por eso, la bomba mecánica se ha colocado muy cerca a la bomba de difusión, ya que se trabaja a una presión mínima de 1,0 mm. de Hg., de tal manera que la longitud de la línea de bombeo no tiene mucha importancia en lo que se refiere a la eficiencia del sistema.

La bomba de difusión tiene una localización obligatoria exigida por el acople que ha de efectuarse a la línea de vacío del "Hivac". A la bomba, antes de verificar su instalación, debe hacerse un ajuste de sus partes, como la cápsula de enfriamiento sobre el propulsor, y luego realizar su cierre mediante su anillo de acero inoxidable, pero, antes de conectarse debe cargarse con el aceite de vacío correspondiente. La bomba mecánica, también se carga con su aceite respectivo, retirando el tapón situado en la cima del cuerpo de la bomba, y llenando la cámara hasta que el nivel del aceite pueda verse entre los dos límites de la ventana provista para este objeto. El aceite de la bomba de difusión se introduce a través del agujero de carga disponible situado en la base de la bomba, como puede verse en la Fig. 5.12 b.

El acoplamiento de la cápsula de enfriamiento al propulsor de la bomba de difusión se efectúa por una serie de accesorios y tornillos como puede observarse en la Fig. 6.8. Se ajusta el tornillo espárrago central al eje del propulsor y se coloca la cápsula de la bomba de modo que descansa sobre el espaciador inferior. Por medio de clavijas y tuercas que se encuentran en los puntos de contacto de la cápsula con la pared de la bomba, se distribuye la cápsula de tal manera que el espárrago quede localizado en el centro del agujero de esta con el fin de evitar cualquier esfuerzo sobre los accesorios. En seguida, se introduce el cilindro aislante, seguido del espaciador superior, la arandela perforada o güaza y la tuerca de retención, quedando así la bomba lista para conectarse en su lugar de instalación.

Las bombas de difusión y mecánica de vacío descritas en el capítulo anterior son las recomendablemente exigidas para este tipo de propósitos; no obstante, un chequeo indica que la bomba de difusión puede producir un vacío en el sistema



- 1 Suncho de contacto
- 2 Brazo de la cápsula
- 3 Cima de la cápsula
- 4 Espárrago central
- 5 Espaciador de vidrio
- 5-a " " "

- 6 Cilindro aislante
- 7 Arandela abierta
- 8 Tuerca de retención
- 9 Tuerca
- 10 Clavija

Fig 6-8 Partes de una cápsula de enfriamiento

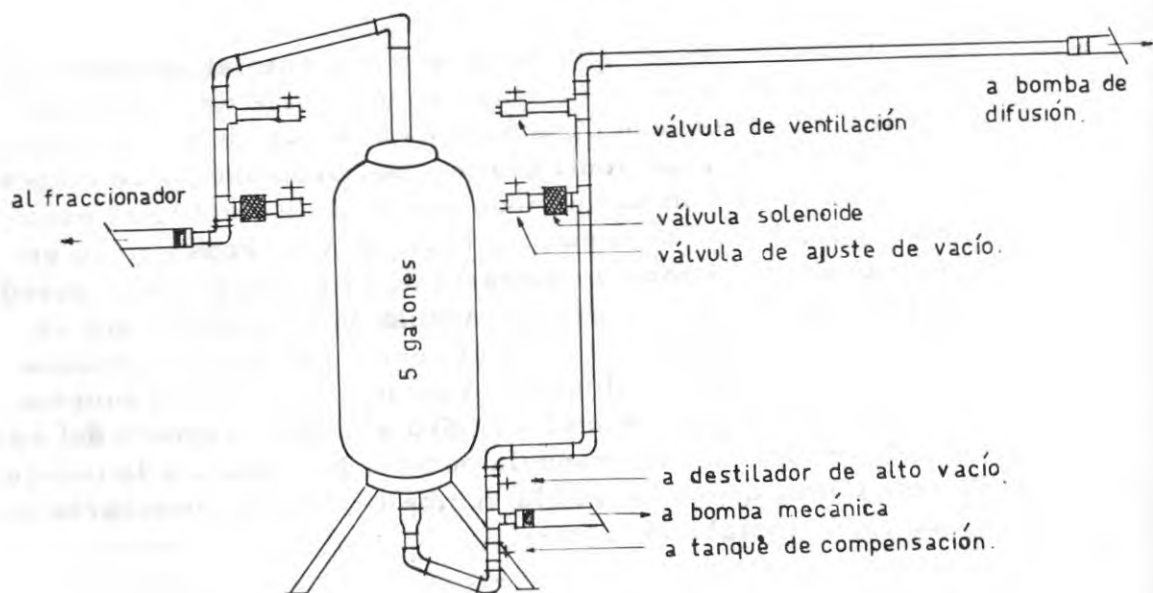


Fig 6-9 Sistema de bombeo para la unidad de destilación combinada.

hasta un valor de 1,33 millitorr., en condiciones óptimas.
(Ver Apéndice C).

$$P = \frac{Q}{S} = \frac{1.000 \text{ millitorr-Lits./seg.}}{750 \text{ lit./seg.}} = 1,33 \text{ Millitorr.}$$

Igualmente se requiere una bomba mecánica de velocidad 4,7 CFM para funcionamiento con carga, sin considerar escapes:

$$S = \frac{Q}{P} = \frac{1,000 \text{ Millitorr-Lit/seg.}}{450 \text{ Millitorr}} = 136 \text{ lit./seg.}$$

$$= 4,7 \text{ CFM.}$$

Se justifica entonces utilizar una bomba mecánica con capacidad de bombeo de 6 CFM, la cual es la recomendable por el fabricante de bombas de difusión. (Ver Apéndice C).

2. INSTALACION DE LA LINEA DE BOMBEO.- La resistencia de la línea de bombeo es de importancia secundaria en el diseño de las conexiones para presiones mayores de 10 micrones. El equipo de control de vacío solo es adecuado hasta 100 micrones, de modo que, aunque se considere un factor de seguridad de 10, se alcanzará una presión última de 10 micrones, sin que sea necesario considerar la resistencia de la línea como un factor básico en el diseño.

En la Fig. 6.9. se muestra el sistema de bombeo utilizado en la unidad. Consta esencialmente de un tanque de compensación para fluctuaciones de presión en el fraccionador, y tiene dos líneas de conexión; seis válvulas de aguja situadas en el tablero de control; dos válvulas solenoides para el control de vacío de cada uno de los destiladores; tubería de acero de 3/8 de pulg. a la entrada y salida del tanque compensador; tubería de 1/4 de pulg. para el resto del sistema con sus respectivos accesorios de conexión (codos, tées, codos reductores, etc.); tuberías de caucho con sus respectivas abrazaderas para acoplar el sistema a las bombas y a los equipos a ser evacuados.

Las dos válvulas de aguja inferiores conectan la bomba mecánica con el tanque compensador y con la bomba de difusión respectivamente. Las válvulas situadas en la porción derecha de la Fig. 6.9. corresponden al destilador de alto vacío; la más alta sirve para restablecer las condiciones atmosféricas, y la inmediatamente inferior se acopla en serie con la válvula solenoide para permitir un ajuste adecuado del punto de operación del controlador de presión. Según el vacío deseado la válvula de aguja se fijará para un mayor o menor paso de aire hacia el sistema cuando se abre la válvula solenoide. Una entrada excesiva de aire ocasiona una descomposición del nivel de vacío existente en el sistema, desplazando el indicador demasiado lejos hacia la derecha del punto de ajuste, especialmente cuando se trabaja a alto vacío, llegándose en algunos casos a detenerse o suspenderse la operación.

El suministro de vacío al fraccionador, se hace a través del tanque compensador, el cual no es conveniente utilizarlo en la unidad "Hivac" a causa de que el tiempo de evacuación se aumenta notablemente. Las válvulas de la porción izquierda de la Fig. pertenecen al fraccionador y desempeñan las mismas funciones que las válvulas del destilador de alto vacío.

3. INSTALACION DEL CONTROLADOR DE PRESION.- El "Speedomax W" una vez calibrado, se instala en el lugar previamente seleccionado, sujetándose mediante tornillos de 3/8 de pulg.

En la parte posterior del instrumento se encuentra la regleta de bornes para la conexión de la fuente a 110 V.c.a. (L₁, L₂), válvulas solenoides y thermopar del Tensímetro. Las conexiones eléctricas se han efectuado según se indica en la Fig. 6.7., utilizando un interruptor de doble paso, el cual siempre está cerrando el circuito de una de las válvulas solenoides. Este interruptor se halla situado sobre la porción media de la cara lateral izquierda de la consola.

Finalmente, con la instalación de la carta sobre los rodillos de sujeción, la pluma y su correspondiente tintero, el instrumento queda listo para operar, después de un chequeo de las

partes instaladas, o mejor de las conexiones realizadas.

6.6.5. SUMINISTRO DE REFRIGERACION

Para proporcionar refrigeración a la unidad se dispone de un circuito principal de refrigeración utilizando agua de enfriamiento, hasta una temperatura aproximada de 50°F . Puede utilizarse hielo como agente refrigerante. El agua que se calienta durante la operación, una vez enfriada se recircula mediante la bomba D-11. Este flujo puede hacerse a través del circuito del fraccionador, o de la bomba de difusión, según que la válvula 1 o 2 esté abierta, como puede observarse en la Fig.6.10. La Bomba D-6 suministra refrigeración al Tensímetro y utiliza el mismo depósito de enfriamiento, pero, con un consumo de refrigerante mucho más bajo. Una línea de drenaje instalada al depósito de enfriamiento, mantiene constante el nivel de líquido en el recipiente.

Cálculos aproximados para la caída de presión a través de cada uno de los sistemas de tubería, muestra que la capacidad de las bombas es suficiente para el presente propósito.

Para propósitos de enfriamiento de los alambiques y del calentador de la bomba de difusión, se dispone del circuito de enfriamiento de la Fig. 6-11, el cual utiliza agua del acueducto como elemento de refrigeración a 80°F . Se dispone de aire a presión para secar los conductos una vez que se ha terminado el proceso de enfriamiento o se va a iniciar el calentamiento de cualquiera de los aparatos antes mencionados. La mayor parte del circuito consta de tubería de acero de $1/4$ de pulg., con terminales de cobre con el fin de hacer las conexiones par a cada uno de los aparatos que requieren el servicio de enfriamiento.

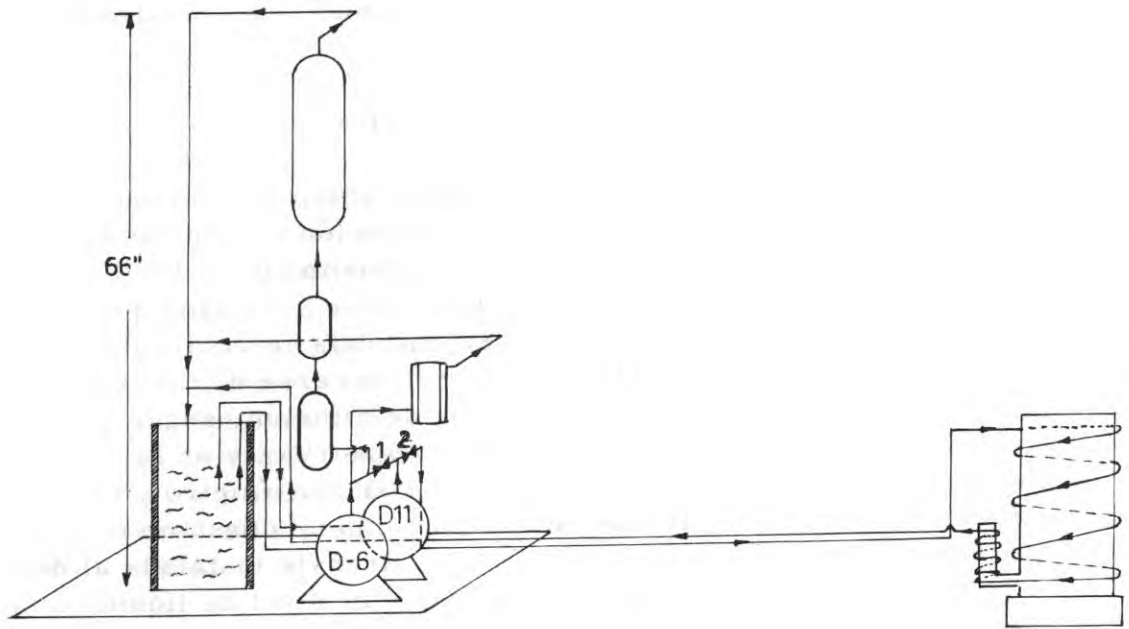


Fig 6-10 Circuito principal de refrigeración.

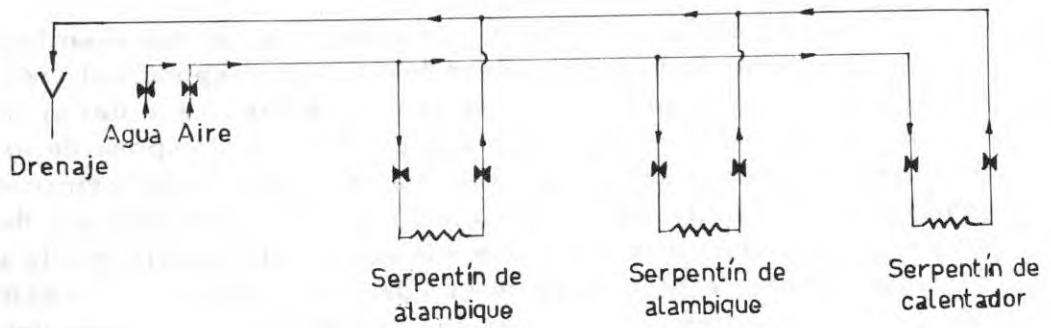
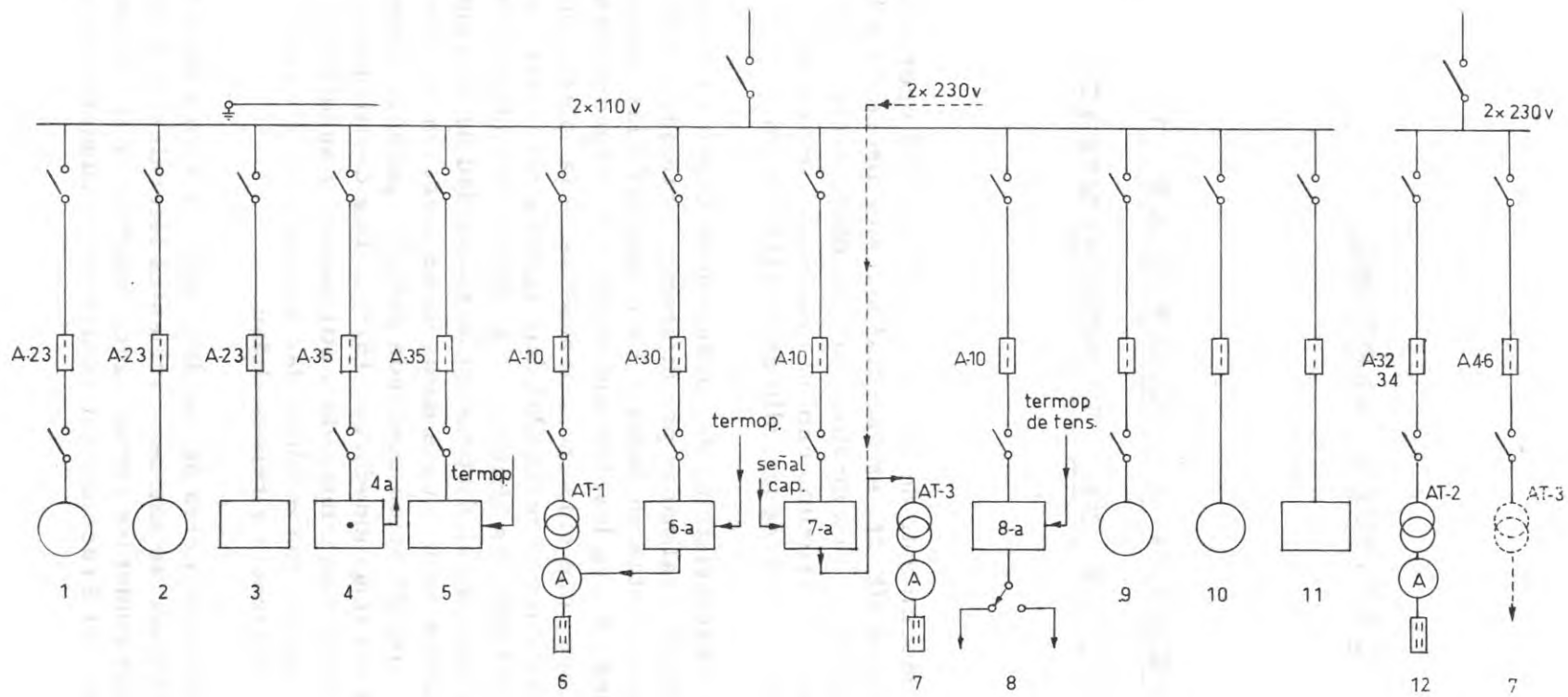


Fig 6-11 Circuito de enfriamiento.



- | | | |
|--------------------------------|---|---|
| 1 Motor bomba D-11 | 5 Registrador de temperatura | 8 Solenoide, fraccionador 15/5 |
| 2 Motor bomba D-6 | 6 Mantos compensadores del fracc15/5. | 8-a Solenoide, destilador de alto vacío |
| 3 Manto del tensímetro | 6-a Controlador diferencial de temperatura. | 9 Motor de bomba mec. de vacío. |
| 4 Controlador de reflujo | 7 Calentadores. | 10 Motor de bomba auxiliar de vacío. |
| 4-a Magneto de la columna 15/5 | 7-a Controlador "boil-up" | 11 Calentador de bomba de difusión |
| | | 12 Calentadores |

FIG 6-12 DIAGRAMA UNIFILAR DE DISTRIBUCION ELECTRICA

CAPITULO SEPTIMO

PRINCIPIOS DE OPERACION Y DESCRIPCION DE FUNCIONAMIENTO

Un conocimiento de las características de operación de los aparatos Sarnia MK 11, es esencial antes de proceder a la descripción general de su funcionamiento. También sirve como punto de partida para el próximo capítulo en cuanto se refiere a los principios básicos en el desarrollo de la calibración.

Las características de operación se basan en la experiencia o en ensayos realizados por diferentes entidades, con miras a estandarizar estas unidades. La mayoría de las investigaciones realizadas sobre los diferentes equipos, especialmente de los fraccionadores, han sido encaminadas hacia la obtención de una mayor eficiencia y/o receptibilidad; igualmente, correlaciones entre los destiladores "Hivac" y "Engler" han sido desarrolladas. En consecuencia, se dispone en la actualidad de métodos precisos de estandarización, cuyos datos de calibración han permitido suministrar información adecuada para la operación exacta, en especial de los fraccionadores "15/5". Los destiladores "Hivac" recientemente han empezado a utilizarse, y aunque las características de operación establecidas son pocas, estas permiten predecir su eficiencia y repetibilidad.

El funcionamiento de los destiladores Sarnia es sencillo. En el sistema no se extraen corrientes laterales de productos ni se utilizan controles complicados que dificulten su operación y/o manejo. El Fraccionador realiza un verdadero proce-

so de rectificación por cargas. La operación es cuidadosamente gobernada por un sistema de control semiautomático que asegura óptimas condiciones de operación. El destilador "Hivac" ejecuta una destilación simple con eficiencias muy variables y buena re - petibilidad.

Las unidades Sarnia MK 11 no requieren un mantenimiento costoso y el tiempo de operación es inferior al de otras unidades de tipo semejante. Los instrumentos eléctricos requieren poca atención; por ejemplo, solo un cambio de tubos electrónicos cada dos años para servicio permanente. El aceite de las bombas solo se cambia periódicamente, según el tiempo de servicio de las unidades y clase de material utilizado en el proceso de destilación.

7.1. CARACTERISTICAS OPERACIONALES DE UN FRACCIONADOR "15/5"

En las prácticas de operación con equipos de planta piloto tipo de laboratorio, las torres de relleno presentan toda una serie de ventajas en relación con otras columnas como la "Oldershaw", la cual está provista de platos de burbujeo de vidrio, y tiene un alto valor de "Boil-up" que excede al de algunas columnas de relleno que funcionan con empaque "Protruded", cuando operan a presión atmosférica; sin embargo, mientras que es más baja su retención de líquido o "Hold-up", las características de caída de presión son muy altas, hasta el punto de que operando a presiones por debajo de 250 mm. de Hg., es insatisfactoria una columna Oldershaw, siendo, entonces, recomendable para uso a presión atmosférica. Otro problema que puede presentarse en las columnas de platos, es la presencia de agua en la carga, la cual debe evitarse a toda costa.

Como las columnas empacadas tipo Sarnia son de diámetro moderado, no presentan dificultades respecto a su distribución de líquido; la extracción de destilado se hace para intervalos de temperaturas de los vapores de cima, de tal manera que no se necesita el retiro de gases o líquidos por puntos intermedios de la columna.

En general para lograr buenas características operacionales de un Fraccionador Sarnia es necesario obtener una alta eficiencia y excelente repetibilidad, que dependen principalmente de los siguientes factores : tipo de empaque, velocidad de los vapores provenientes de la ebullición o "Boil-up", magnitud de la carga alimentada y retención de líquido en la columna; obviamente además, de las variables primarias : presión, temperatura, masa y densidad.

La repetibilidad se refiere a la exactitud y concordancia de los resultados cuando se utiliza el equipo en el mismo laboratorio, manejado por el mismo operario.

7.1.1. TIPO DE RELLENO Y ALTURA EQUIVALENTE A UN PLATO TEORICO

Los diversos tipos de relleno utilizados en los destiladores Sarnia, suelen presentar características diferentes de eficiencia, que dependen principalmente de su habilidad para crear turbulencia y buena superficie interfacial entre el líquido y el vapor, evitando en lo posible que se pierda una distribución uniforme del líquido en toda la sección de la columna.

Los empaques comúnmente conocidos (anillos "Rasching", "Lessing", sillas "Berl", etc.) no son usualmente utilizados en estos fraccionadores. Las columnas han sido estandarizadas empleando las dos clases de empaque de acero inoxidable tipo "Protruded", de acuerdo al diámetro y altura de la columna. Estos empaques ofrecen ventajas por el ahorro de tiempo a causa de que se logran altas velocidades y buenas características de autohumedecimiento, como puede observarse a continuación al comparar las capacidades de tales empaques, recomendados para torres de una pulgada de diámetro interior :

<u>Tipo</u>	<u>Máxima Velocidad ml./hr.cm²</u>
Oldershaw	850
Cannon Protruded	825
Podbielniak Octapak	685
Hélices de Fenske, 1/8 de pulg.	575

<u>Tipo</u>	<u>Máxima Velocidad</u>
Podbielniak Helipak	500
Podbielniak Heligrid	500
Stedman, 30 gag.-cono	355
Sillas Berl, 3/8 de pulg.	340
Anillos Rasching, 1/4 de pulg.	245

El tipo "Oldershaw" se ha ido delegando debido a que presenta un alto valor de "Hold-up"; se ha encontrado que este valor en los fraccionadores Sarnia es solo de 2/3 bajo condiciones sin preinundamiento respecto al "Hold-up" total después de preinundado. La alta retención de la condición preinundada es difícil de mantener, puesto que el líquido extra, fácilmente gotea y el empaque vuelve a su condición de desinundamiento; por esta razón, se ha decidido usar siempre el empaque completamente humedecido sin preinundamiento.

La altura equivalente a un plato teórico, HETP, es una medida para estimar la eficiencia de una columna de relleno. Esta eficiencia incluye, el alambique de destilación y la columna de fraccionamiento, y podría ser equivalente a 15 platos teóricos cuando se opera a reflujo total, para un "Boil up" del 50 al 90% del máximo. A presiones subatmosféricas, un chequeo de la eficiencia no se ha establecido completamente; sin embargo, se ha encontrado que la eficiencia de los empaques "Cannon" es insensible a la presión.

La determinación de la altura equivalente a un plato teórico y los métodos de estandarización establecidos para los dos tipos de empaque, "Cannon Protruded", pueden verse en el siguiente capítulo.

7.1.2. RAZON DE REFLUJO Y ADIABATICIDAD

Los fraccionadores Sarnia operan a una razón de reflujo de 5:1, lo cual representa la condición para la cual 5 volúmenes de condensado son retornados a la columna como reflujo por cada volumen removido como producto. Esto corresponde a un producto de extracción o "Take-Off" de 1/6 del "Boil-up" total.

La razón de reflujo tiene una marcada influencia sobre la eficiencia del fraccionador, por eso, se han hecho pruebas para controlar esta relación mediante la estandarización de los aparatos de medida, como es el conjunto válvula de reflujo "Timer" y de los instrumentos de control que aseguran la adiabaticidad del proceso, tal como se describe en el siguiente capítulo.

A pesar de que el divisor de reflujo opera sobre un ciclo fijo, no puede suponerse que la razón de reflujo actual sea la misma del ciclo. Esto podría ser cierto si no hubiese pérdidas de calor por debajo del divisor de reflujo, las cuales tienden a producir mayores relaciones de reflujo actual; por ejemplo, de 7,5:1, cuando se opera con una razón de reflujo nominal de 5:1; lo cual, indudablemente, coloca la torre fuera de las especificaciones prescritas. En antiguos diseños las relaciones de reflujo actual, pueden llegar hasta valores comprendidos entre 20:1 y 50:1; y en algunos casos las pérdidas de calor serán lo suficientemente grandes como para suspender la destilación aún a temperaturas equivalentes atmosféricas de 800 °F.

En el fraccionamiento atmosférico se presentan altos valores de "Boil-up" y las pérdidas de calor no tienen un efecto significativo sobre la razón de reflujo actual; sin embargo, en la destilación al vacío, especialmente cuando se trabaja a presiones de 10 mm. de Hg., y aún más bajas, donde el valor del "Boil-up" es mucho menor, las pérdidas pueden evitar que un gran porcentaje de vapores alcance el divisor de líquido afectando notablemente el reflujo real, y por consiguiente, la eficiencia de la destilación.

Las pérdidas de calor y su efecto final sobre la eficiencia de los fraccionadores ha conducido a diseños con el mínimo de pérdidas y al empleo de accesorios e instrumentos de control para compensar y controlar dichas pérdidas, tales como los mantos de compensación y el controlador diferencial de temperatura, los cuales han sido descritos en los capítulos precedentes.

Para la solución del problema de pérdidas de calor, pareció obvio, dividirlo en dos partes: en la primera se indicó la necesidad de aumentar la resistencia térmica del sistema, y



en la segunda, el control de pérdidas por radiación mediante la disminución del gradiente de temperatura.

En la primera parte del problema, se sugirieron metales poco conductores o vidrio; este último resultó ser más recomendable a causa de su bajo precio y porque con él pueden fabricarse formas variadas y complicadas que ayudan a la eficiencia y control del equipo; sin embargo, su resistencia mecánica limita el tamaño del diseño. Las columnas de vidrio son construídas fácilmente con fuelles de expansión en forma de fundas, evacuadas, y cubiertas con pintura plateada; pero, debido a que el vidrio tiene alguna conductancia térmica, deben diseñarse sin extremos o puntos muertos.

Para reducir los gradientes extremos de temperatura a través de la chaqueta de vacío y controlar las pérdidas por radiación, se han utilizado, el recubrimiento plateado y el manto de compensación. Este manto rodea la chaqueta y transmite calor para elevar la temperatura de toda la superficie de la torre hasta la temperatura de vapor en la parte interior de la columna, lográndose así, una destilación adiabática y evitando como consecuencia el reflujo extra. Por otra parte, la elevación excesiva de la temperatura mediante el manto compensador, puede ocasionar reevaporación de alguna cantidad de reflujo reduciéndose de esta manera la relación de reflujo actual. Estas condiciones pueden ocurrir principalmente en torres construídas de metal. Tales columnas son más difíciles de controlar en relación a las de vidrio, al menos rigurosamente. Las ganancias o pérdidas de calor pueden chequearse por el método descrito en la sección tercera del siguiente capítulo.

7.1.3. VELOCIDAD DE LOS VAPORES - RETENCION DE LIQUIDO - MAGNITUD DE LA CARGA

La velocidad de los vapores en un Fraccionador "15/5", se refiere a la velocidad volumétrica superficial de estos, a través de la columna, o "Boil-up", y a la velocidad de extracción del líquido destilado o "Take off". La primera de ellas es la más importante, pues de su control, dependerá que las operaciones de destilación se realicen en un tiempo mínimo



sin que ocurra inundación, y/o se afecte la eficiencia y la precisión en la operación. El "Boil up" máximo permisible es la velocidad del vapor, a la cual empieza a formarse una película de líquido sobre las capas superiores del empaque, y es también aquella velocidad a la cual la caída de presión en la columna empieza a aumentar tan rápidamente que pronto irá a afectar la facilidad de operación, especialmente en la destilación a vacío.

Generalmente las columnas pueden operarse con un porcentaje de velocidad de vapores que varía entre el 50% y el 90% del máximo permisible. Esta velocidad es comúnmente calculada a partir del destilado recogido, el cual es más fácilmente medible, y expresado como velocidad de "Take-off".

El valor de "Hold up" es otra característica importante en la operación de los Fraccionadores "15/5" y se define como el volumen de líquido presente en una unidad de volumen de la columna. Su importancia radica en que está estrechamente relacionado con otras condiciones de operación como son el área bañada, caída de presión, inundación, tiempo de estabilización, tiempo de drenaje, peso de la columna, etc.; puesto que afectan en general la eficiencia de todas las unidades que trabajan en operación tipo intermitente.

La retención del líquido puede ocurrir tanto en la sección de empaque, como también en el condensador y en el divisor de reflujo; de modo que estos valores irán incluidos en el "Hold-up" total del fraccionador. La porción atribuible al empaque puede suponerse constante para un "Boil-up" dado, pero la debida al divisor de reflujo y al condensador variarán de acuerdo al diseño considerado; sin embargo, la fracción de "Hold-up" total atribuible a estas partes parece que permanece constante, y por tanto ha sido aceptado sin calificación.

La magnitud de la carga alimentada a la columna dada, tiene también un efecto marcado sobre la eficiencia de operación y puede en algunos casos conducir a errores en la calidad de las fracciones, aunque, verdaderamente, los rendimientos no sean usualmente afectados; así, las cargas grandes elevan la eficiencia mientras que las pequeñas la bajan.

Un rango definido de carga es especificado para cada tamaño de equipo disponible, dependiendo del "Hold-up" bajo las diferentes condiciones de operación, como podrá comprobar el lector en el capítulo siguiente.

7.1.4. VARIABLES PRIMARIAS

Es difícil de realizar en laboratorio una verdadera destilación de multicomponentes con bastante precisión, ya que se presentan multitud de efectos secundarios y aún desconocidos, casi imposibles de controlar. La única forma de aproximarse a un fraccionamiento preciso de multicomponentes, mediante el logro de una buena repetibilidad y buena reproductibilidad, cuando se aceptan arbitrariamente como precisos los resultados medios. El problema queda por consiguiente reducido a estas dos variables, que dependen del equipo y la técnica empleada en las destilaciones e incluyen el rango total de temperatura, presión y pendientes de las curvas de destilación, como también, del entrenamiento y experiencia del operador u operadores encargados.

Los destiladores Sarnia pueden dar buenos valores de repetibilidad y reproductibilidad si las variables primarias de temperatura, presión, masa y densidad han sido precisamente determinadas; por eso, la medida de estas variables ha sido estandarizada como se indica en el siguiente capítulo.

La masa puede determinarse para ambas unidades con una precisión absoluta de 1 o 2 partes en 10.000 mediante la utilización de balanzas seguras y de gran precisión, preferiblemente las de tipo automático y simple expansión resultan bastante satisfactorias. La densidad se determina según los procedimientos hidrométricos asequibles en los estándares conocidos. Para la medida de la temperatura, es el termopar el mejor sensor en todas las operaciones de rutina, puesto que urge la necesidad de obtener respuestas rápidas que puedan llevarse a un aparato registrador; por tanto, estos exigen una cuidadosa calibración. Otros sensores podrían utilizarse, pero, son inconvenientes; por ejemplo, los termómetros de mercurio no son recomendables para estos propósitos a causa de que presentan ambigüedades e incertidumbres en la corrección de la temperatura indi-

cada y no pueden utilizarse para propósitos de registro automático. Para detectar la presión y sus variaciones durante los procesos de destilación, en las respectivas unidades, se emplean instrumentos medidores previamente calibrados que registran y controlan simultáneamente esta variable; la descripción de uno de ellos fue realizada en el capítulo quinto. La caída de presión a través del empaque de la columna es de primordial importancia en las operaciones de destilación, sobre todo en vacío, por presentarse el efecto del aumento de rango de temperatura del fluido dentro de la columna, disminuyéndose entonces, el gradiente térmico para efectuar el proceso de evaporación y condensación.

Poco se sabe del efecto de la presión reducida sobre las variables tales como eficiencia, caída de presión y máxima velocidad permisible en los fraccionadores Sarnia; no obstante, estudios realizados indican que la eficiencia en los empaques "Cannon" aumenta a medida que se reduce la presión de operación, al compararse las eficiencias para valores de "Boil-up" constantes, aunque, el efecto no es muy grande por encima de 10 mm. de Hg.; igualmente, la volatilidad relativa resulta también afectada.

7.2. FUNCIONAMIENTO DE LA UNIDAD DE DESTILACION COMBINADA

En los capítulos precedentes se ha hecho una descripción de las características, localización, y montaje de cada una de las partes que integran la unidad de destilación combinada, como también se ha hecho referencia al sistema de control semiautomático; luego, es conveniente describir el sistema de operación del equipo independientemente para cada unidad de destilación.

7.2.1. OPERACION DEL FRACCIONADOR "15/5"

El Fraccionador "15/5" está diseñado para operar a presión atmosférica y a vacío hasta 1 mm. de Hg. La experiencia recomienda trabajar a 100, 10 y 1 mm. de Hg., respec-

tivamente, sin pasar directamente de la presión atmosférica al vacío de 1 mm. de Hg., pues esto ocasionaría variaciones considerables en la eficiencia, inundamiento de la columna por excesiva velocidad del vapor, y en general una mala separación de la compleja mezcla de hidrocarburos; por consiguiente, el límite inferior de presión ha de lograrse por descensos escalonados en la presión de operación.

A. OPERACION ATMOSFERICA

El alambique se carga gravimétricamente, o por el sistema de vacío, introduciendo el alimento por su cuello o por su conexión lateral, y se acopla a la torre accionando el gato o soporte mecánico. El manto que envuelve su mitad inferior, suministra el calor necesario para la ebullición de la carga por regulación manual del voltaje de salida de los autotransformadores AT-2 y AT-3. La resistencia eléctrica del fondo de la marmita proporciona la mayor densidad de calor a la carga y ha de controlarse su calentamiento manual y automáticamente para mantener durante toda la operación de destilación, un "Boil-up" igual al máximo permisible. El control manual se realiza como se ha dicho manipulando el autotransformador AT-3, mientras que el control automático se efectúa por intermedio del relevo "Thermocap", el cual capta las variaciones de capacitancia ocasionadas por el incremento en la caída de presión en la columna, medidas en el barómetro de control, y controla, por un sistema "On-Off", el suministro de potencia al autotransformador AT-3.

A medida que el líquido se va evaporando y su nivel en la marmita va disminuyendo, se alcanzan temperaturas sucesivamente más altas, las cuales son indeseables sobre las paredes interiores del alambique puesto que pueden ocasionar la descomposición del material que se destila, especialmente cuando este llega a ser sensible al calor; por tanto, es necesario ir disminuyendo el calentamiento proporcionado por las resistencias laterales del manto de calentamiento para evitar el recalentamiento de los vapores liberados de la carga que hierve en el alambique. Estos vapores ascienden a través del empaque y se licúan cuando llegan al condensador; las primeras fracciones son productos gaseosos, los cuales si se desea, pueden devol-

verse a la columna para mejorar su rectificación, efectuándose la destilación a reflujo total; por ejemplo, es posible refluir el "Boil-up" total de pentanos si el condensador trabaja con un refrigerante que dé una temperatura promedia de solo unos 35°F ., mientras que grandes cantidades de butanos pueden refluirse, cuando se crea necesario, utilizando un refrigerante que suministre una temperatura de -50°F .

Los gases y vapores livianos que no pudieron licuarse en el condensador para retorno a la columna, pasan a través de este para seguir a la línea de ventilación. Si su recuperación ha de efectuarse, se coloca previamente una trampa de hielo seco a continuación del adaptador de vacío. La baja temperatura de la trampa (-110°F) permite atrapar la mayoría de los hidrocarburos gaseosos presentes en la carga.

Las fracciones de producto líquido son luego obtenidas operando el fraccionador a una razón de reflujo de 5:1. Los vapores de estas fracciones una vez licuados en el condensador, descienden por las paredes del mismo para acumularse en el anillo exterior del divisor de reflujo, compacto a la columna. En este punto es donde el condensado se retira como producto destilado o se retorna a la columna como reflujo, por acción de la válvula divisora, la que permanece abierta en el período durante el cual el magneto está energizado, dando paso al producto destilado que circula entonces, por la línea de "Take-off" o permanece cerrada en el intervalo de tiempo para el cual el magneto no actúa, suspendiendo el paso del destilado, para que el líquido caiga sobre el empaque mientras se repite el ciclo. Obviamente, el tiempo durante el cual la válvula debe permanecer abierta o cerrada, dependerá de la relación de reflujo deseada; por ejemplo, para la razón de reflujo de 5:1, las manecillas del "Timer" deben ajustarse de modo que la duración para la apertura y cierre de la válvula estén en relación directa a los volúmenes de producto recobrado y de reflujo, respectivamente, como son los ciclos 25:5, 30:6, etc. El producto recobrado que se retira por la línea de "Take-off" está aún caliente, y por tanto recibe un enfriamiento adicional al pasar por el enfriador y receptor de líquido. El agente refrigerante es simplemente agua, la cual se impulsa por la acción de la bomba D-11, como se muestra en el circuito de la Fig. 6.10.

Cuando el fraccionador opera a presión atmosférica, no se exige verdaderamente un riguroso control de adiabaticidad debido a que la alta velocidad de los vapores, hace que las pérdidas de calor sean pequeñas; sin embargo, es necesario compensarlas para que no afecten la razón de reflujo actual. La compensación se realiza mediante el manto compensador, que envuelve la columna, y su control es regulado en base a la diferencia de temperaturas detectadas en la chaqueta y pozo térmico de la columna por los termopares del "Thermowell" y del "Thermopocket" respectivamente. El controlador diferencial de temperatura registra la variación de F_{em} de los termopares y de acuerdo a este valor, actúa abriendo o cerrando el circuito entre el autotransformador AT-1 y el manto compensador de la columna.

En operación a vacío una seria atención para controlar la adiabaticidad del proceso es indispensable, puesto que se producen mayores pérdidas de calor debido a que la velocidad de los vapores es más baja.

Todas las temperaturas se registran directamente en la carta del registrador como puede observarse en la sección sexta del capítulo anterior.

B. OPERACION A VACIO

Una vez que se ha extraído por destilación atmosférica y sin craqueo, el máximo de fracciones posibles, es necesario, si se requiere continuar la destilación a presión reducida. Para este propósito debe enfriarse el líquido que queda en la marmita, introduciendo agua de refrigeración por los serpentines localizados en su interior, como se indica en el circuito de refrigeración representado en la Fig. 6.11.

La bomba mecánica suministra el vacío necesario para cada nivel de presión de operación deseado, para lo cual se une la salida de succión de la bomba al adaptador de vacío.

Indudablemente es el control del sistema de vacío, la variable más importante en esta parte de la operación. Para cumplir con este objetivo, el termopar del tensímetro capta la tempera-

tura actual del sistema y trasmite su señal de milivoltaje al controlador de presión. Este compara la señal con la correspondiente a la presión deseada, lo cual es posible a causa de que el controlador ha sido exactamente calibrado de acuerdo a la presión de vapor del n-tetradecano que hierve continuamente en el tensímetro, pudiéndose de este modo medir y controlar cualquier nivel de presión previamente fijado. Al ajustar la presión deseada en el controlador, debe tenerse cuidado de dejar la válvula de ventilación correspondiente cercanamente cerrada, con el fin de dar paso solo a un pequeño flujo de aire ambiente hacia el sistema, durante el control u operación de la válvula solenoide en serie con la válvula anterior. El controlador actúa de acuerdo a la Fem., o mejor a la diferencia en los valores de la Fem comparados, mencionados anteriormente, así: cuando el vacío es mayor que el deseado, este envía una señal de voltaje a la válvula solenoide, la cual se energiza, para dar paso a una pequeña corriente de aire hacia el sistema, aumentando de esta manera la presión, esto es, disminuyendo el nivel de vacío correspondiente, hasta alcanzar nuevamente el nivel fijado, momento en el cual la válvula se cierra y permanece en esta forma hasta que empieza de nuevo el ciclo, obteniéndose, en consecuencia, el control automático del nivel de presión en el sistema. También, obviamente, el controlador mide las variaciones o fluctuaciones de presión, las cuales son continuamente registradas sobre la carta del instrumento.

El control de las demás variables, como son la velocidad de calentamiento, adiabaticidad del proceso y "Boil-up", se consigue en la misma forma descrita para el proceso atmosférico, asegurándose en esta forma, óptimas condiciones de operación del fraccionador.

7.2.2. OPERACION DEL DESTILADOR DE ALTO VACIO "HIVAC"

El destilador de alto vacío se carga en forma idéntica al fraccionador, utilizando como carga los fondos de este.

Los vapores que se desprenden en el alambique en orden a su volatilidad decreciente, pasan a través del separador de arrastre donde tiene lugar un pequeño reflujo. La cantidad total de vapores se condensa en el condensador primario que utiliza agua co-

mo refrigerante, y en la trampa Dewar refrigerada por una mezcla de hielo seco y acetona, o, cualquier otro refrigerante adecuado. El producto total condensado corre a la "Y" del separador de arrastre para ser recogido después de pasar por el adaptador de vacío, en uno de los receptores como puede observarse en la Fig. 5.3. Ninguna interrupción en la operación ocurre cuando se efectúan los cortes a menos que el equipo sea detenido a voluntad.

El vacío se suministra al sistema por intermedio de la bomba mecánica, colocada en serie con la bomba de difusión, y se controla en la misma forma que se hace con el fraccionador, pero, utilizando la válvula solenoide correspondiente. Un control de adiabaticidad no es necesario puesto que el separador de arrastre es corto y bien aislado y no se trabaja con reflujo controlado. El manto compensador de la marmita, que se opera manualmente, evita la concentración de vapores en la cima de esta.

7.3. MANTENIMIENTO DE LA UNIDAD COMBINADA

Las partes de vidrio de un destilador Sarnia, obviamente requieren un manejo cuidadoso, sobretodo, respecto a golpes de las partes salientes y/o uniones. Los esfuerzos que puedan romperlas deben estar ausentes. Se requiere una estricta limpieza cada vez que se vaya a acoplar cualquiera de las partes de vidrio, especialmente las uniones y los grifos de salida y de paso. Las ranuras de estos deben limpiarse con mezcla crómica, alcohol o acetona para que pueda alojarse adecuadamente, por su parte plana, el anillo "Viton"; por supuesto, los anillos raídos y algo deteriorados deben reemplazarse. Estos anillos han resultado bastante efectivos, puesto que la vida del anillo hasta los 900 °F es indefinida, y en 600 °F o más no se deteriora antes de 20 a 50 horas.

La limpieza inmediata después de la operación de cada unidad es indispensable, especialmente en los destiladores "Hivac", pues como de ordinario se opera con productos pesados a altas temperaturas, se adhieren a las distintas partes de vidrio y si no se retiran forman costras difíciles de quitar y pueden llegar a sellar las uniones.

Cuando se destilan cargas tales como crudos u otros materiales que hierven por encima de 300 °F, especialmente las cargas craqueadas pesadas, se forma un depósito gradual sobre las paredes internas de vidrio de la columna del fraccionador. Este depósito reduce la eficiencia y la capacidad de transporte de la columna y debe removerse antes de que sea evidente el empeoramiento, lo cual ocurre cuando el empaque se vuelve pardo-oscuro y existe una marcada disminución en la velocidad de los vapores. El procedimiento recomendado, es el de remover el empaque y limpiar el interior de la torre con lana de acero, para empacarla luego con relleno limpio. Si las paredes interiores de la columna continuasen sucias, se llena con ácido crómico caliente cerrando su extremo inferior con un tapón de caucho, y se enjuaga y seca para su empaquetamiento. Los depósitos persistentes de carbón se retiran por estregamiento con un estropajo corriente.

El empaque usado se puede recoger y enjuagar con ácido crómico caliente; teniendo en cuenta ciertas precauciones como el prolongado tratamiento en caliente; se lava y enjuaga con agua y luego con acetona o alcohol, y una vez secado se almacena para reuso.

Se recomienda tener repuestos de la mayoría de las partes de vidrio, principalmente de aquellas que tienen chaquetas de vacío y sellos múltiples que no pueden repararse localmente; por ejemplo, la columna, el condensador y el enfriador de líquido del Fraccionador "1 5/5"; el separador de arrastre, trampas de hielo seco, condensador primario, y línea de vacío del destilador "Hivac".

CAPITULO OCTAVO

ACONDICIONAMIENTO DE LA UNIDAD

La calibración de las unidades Sarnia MK 11, responde a métodos estandarizados desarrollados por entidades tales como The Analytical Technical Committee, Esso Analytical Standardization, Research Department of Imperial Oil Enterprises Ltd. Sarnia, The National Bureau of Standards, etc. Mediante estos ensayos ha sido posible el desarrollo de equipos de alta precisión, versatilidad y de mayor rapidez comparados con los viejos diseños de modelos similares. Desafortunadamente para el destilador de alto vacío son pocos los ensayos que se han efectuado con fines de estandarización, aunque, ya se han iniciado algunos estudios de investigación. Por eso, la mayor parte de los tópicos discutidos se refieren al fraccionador "15/5".

De los métodos de estandarización algunos de ellos son demasiado tediosos y no se dispone de los elementos necesarios para realizarlos en forma adecuada en el Laboratorio; de suerte que solo podrán realizarse algunos de ellos, describiendo para los demás, los métodos utilizados por el fabricante y/o los disponibles en la literatura referente.

Cada uno de los instrumentos que acompañan a las unidades ha recibido una calibración de acuerdo al constructor y a las condiciones de operación requeridas para el buen funcionamiento de la unidad; así también se han efectuado corridas de ensayo obteniéndose resultados satisfactorios, concluyentes y útiles para los trabajos de rutina, y/o los inconvenientes que pudieren encontrarse en este tipo de operación.

De acuerdo a las recomendaciones dadas en el presente capítulo, es posible obtener en el fraccionador para un nivel de confianza del 95%, un límite de error del 1,2% en el porcentaje de volumen líquido destilado (% VL) operando a presión atmosférica, y de 1,7% para operación al vacío; no obstante, estos valores son los disponibles por las investigaciones realizadas únicamente por tres miembros de "The Distillation Panel".

8.1. CARACTERISTICAS OPERACIONALES

8.1.1. EFICIENCIA

La medida de la eficiencia de un fraccionador Sarnia puede efectuarse a presión atmosférica usando una mezcla de porciones iguales de n-heptano y metil-ciclohexano, ambos de una pureza del 99% y en una cantidad igual a 45 veces la retención total de líquido en la columna o "Hold-up".

Los índices de refracción a 20 °C de los componentes de la mezcla de ensayo antes de mezclarlos deben ser los siguientes :

n-heptano	1,3877 a 1,3878
Metil-ciclohexano	1,4230 a 1,4631

Estos no deben contener más del 0,01% de tolueno como es indicado en la medida espectrométrica ultravioleta (UV) a 268 milimicrones.

La determinación de la eficiencia se efectúa mediante la utilización de la ecuación de Fenske, cuando se opera a reflujo total:

$$\frac{Y_a}{Y_b} = n+1 \frac{X_a}{X_b} \quad (8.1.)$$

o reagrupando :

$$N = \frac{\text{Log.} \frac{Y_a}{Y_b} - \text{Log.} \frac{X_a}{X_b}}{\text{Log.} \infty} \quad (8.2)$$

Donde :

- Y_a : Fracción molar (% molar) del componente más volátil en la fase vapor .
- Y_b : Fracción molar (% molar) del componente menos volátil en la fase vapor .
- X_a : Fracción molar (% molar) del componente más volátil en la fase líquida .
- X_b : Fracción molar (% molar) del componente menos volátil en la fase líquida .
- : Volatilidad relativa ($\alpha = 1,070$)
- N : Número de platos teóricos .

Por este método es posible calcular el número de platos teóricos una vez que el sistema haya alcanzado su régimen de estabilización, analizando únicamente los vapores de la cima de la columna y el líquido que hierve en el fondo. Los cálculos se simplifican mediante el uso de la gráfica de la Fig. 8.1. que es una reproducción del procedimiento 18032 de "The Esso Analytical Standardization Committee" (EASC). En esta Fig., el número correspondiente a la composición de los vapores de cima se resta del correspondiente a la composición del líquido que hierve en el alambique, y la diferencia es una medida de la eficiencia de la unidad, incluyendo el alambique. Es necesario insistir en el cuidado y diligencia que debe tenerse para lograr el éxito de la evaluación de la eficiencia.

A continuación se indicará el procedimiento de medida que ha de seguirse; aunque, hay que anotar que cuando las dimensiones de la columna y tipo de empaque son conocidos, la eficiencia puede predecirse con buena precisión sin necesidad de realizar el chequeo respectivo. Este es el caso del fraccionador utilizado en el presente trabajo.

A. PROCEDIMIENTO

En primer lugar, la unidad ha de lavarse con ácido crómico caliente o Magnus Nro. 92 PR y solución jabonosa a 200 °F. con el fin de eliminar cualquier material hidrocarbónico. Las partes una vez lavadas y enjuagadas por separado, se secan y ensamblan una por una a la unidad total.

Luego, podría hacerse un lavado total, empleando una pequeña carga de n-heptano puro, operando la unidad durante 10 minutos a reflujo total y 5 minutos a reflujo 5:1. Al final de la operación ha de evacuarse todo el material y secarse la unidad introduciendo una corriente de aire puro.

Los hidrocarburos componentes de la mezcla han de chequearse nuevamente en el refractómetro y espectrómetro ultravioleta, antes de mezclarlos para asegurarse de que el índice de refracción y el contenido de tolueno estén dentro de los límites previamente especificados; de modo que en caso de que estos no tengan la pureza establecida, esta ha de alcanzarse usando el método de absorción en silica-gel, o cualquier otro procedimiento similar disponible.

Los hidrocarburos, una vez que se está seguro de que están perfectamente normalizados, pueden mezclarse volumétricamente en proporciones iguales, y cargarse al destilador en una cantidad por volumen equivalente a 45 veces el "Hold-up" normal de la columna. Se aplica calor a la torre operando a reflujo total hasta el momento en el cual la caída de presión en la columna alcance un valor tal que se opera aproximadamente a un "Boil-up" igual al 75% del máximo, con el objeto de humedecer completamente el empaque, pues, para la operación estándar no es necesario preinundar la columna a causa de la inestabilidad de esta condición, como se indicó en la sección 7.1.1. Después de unos 30 minutos de funcionamiento, pueden retirarse las muestras para el análisis correspondiente. Una porción de líquido de la cima de la columna es obtenida por la línea de "Take-off" abriendo momentáneamente la válvula; y, alternativamente, una muestra de vapor puede tomarse en el pozo termopar "Thermowell", usando simplemente una pipeta. De manera similar, en el fondo de la torre, una cantidad igual de vapor puede removerse por la conexión para medida de presión del alambique, la cual se licúa llevándola a un condensador instalado para este objeto y recibéndola en una ampolleta previamente disponible; y, alternativamente, una porción de líquido puede retirarse del alambique. Ambas muestras deben mantenerse en recipientes suficientemente herméticos; por ejemplo, ampolletas provistas de tapón plástico. Luego se les determina el índice de refracción habiéndose previamente identificado con etiquetas correspondientes.

El muestreo ha de repetirse cada 15 minutos hasta que los sucesivos índices de refracción indiquen la condición estable de la operación.

El número de platos teóricos correspondiente a cada muestra es leído sobre la línea de eficiencia de la Fig. 8.1. Estos valores son tabulados junto con la diferencia de platos entre la cima y fondo de la columna, los cuales deben caer dentro del intervalo 13 a 15 platos teóricos. Es necesario insistir en que si en el ensayo la muestra tomada de la marmita se retira como líquido, en la diferencia anterior está incluido un plato teórico correspondiente a la marmita; pero, en caso contrario, si la muestra ha sido removida como vapor, a dicha diferencia ha de adicionársele un plato para incluir la marmita.

Después de terminada la prueba, es menester cerciorarse de su validez, midiendo la concentración de tolueno de una muestra del residuo que queda en el fondo del alambique, la cual ha de ser menor del 0,01%.

B. EFICIENCIA ESTANDAR

La eficiencia de un Fraccionador "15/5" es difícil de determinar con un grado de precisión aceptable; por eso, se han comparado los ensayos de diversas compañías con el fin de corroborar los valores disponibles en la literatura en el consecuente proceso de estandarización de este tipo de columna.

La división de investigación de "The Esso Research and Engineering Company" ha evaluado la eficiencia de varias torres que han sido diseñadas para trabajar con 15 platos teóricos aproximadamente cuando operan a reflujo total, empleando los dos tipos de empaque "Cannon", así: 0,16 x 0,16 pulgs. para columnas de 36 mm. de DI o menores; y, 0,24 x 0,24 pulgs. para torres de 50 y 70 mm. de DI.

La evaluación se hizo por el método de Fenske, utilizando la mezcla sintética antes especificada, y los resultados se indican en la Tabla 8.1. Además, en esta Tabla se han incluido también, los valores de la caída de presión en el empaque.

CURVA ESTANDAR DEL NUMERO DE PLATOS TEORICOS

Número de platos teóricos vs. índice de refracción y composición (% de moles)

Sistema n-heptano y metil-ciclo-hexano

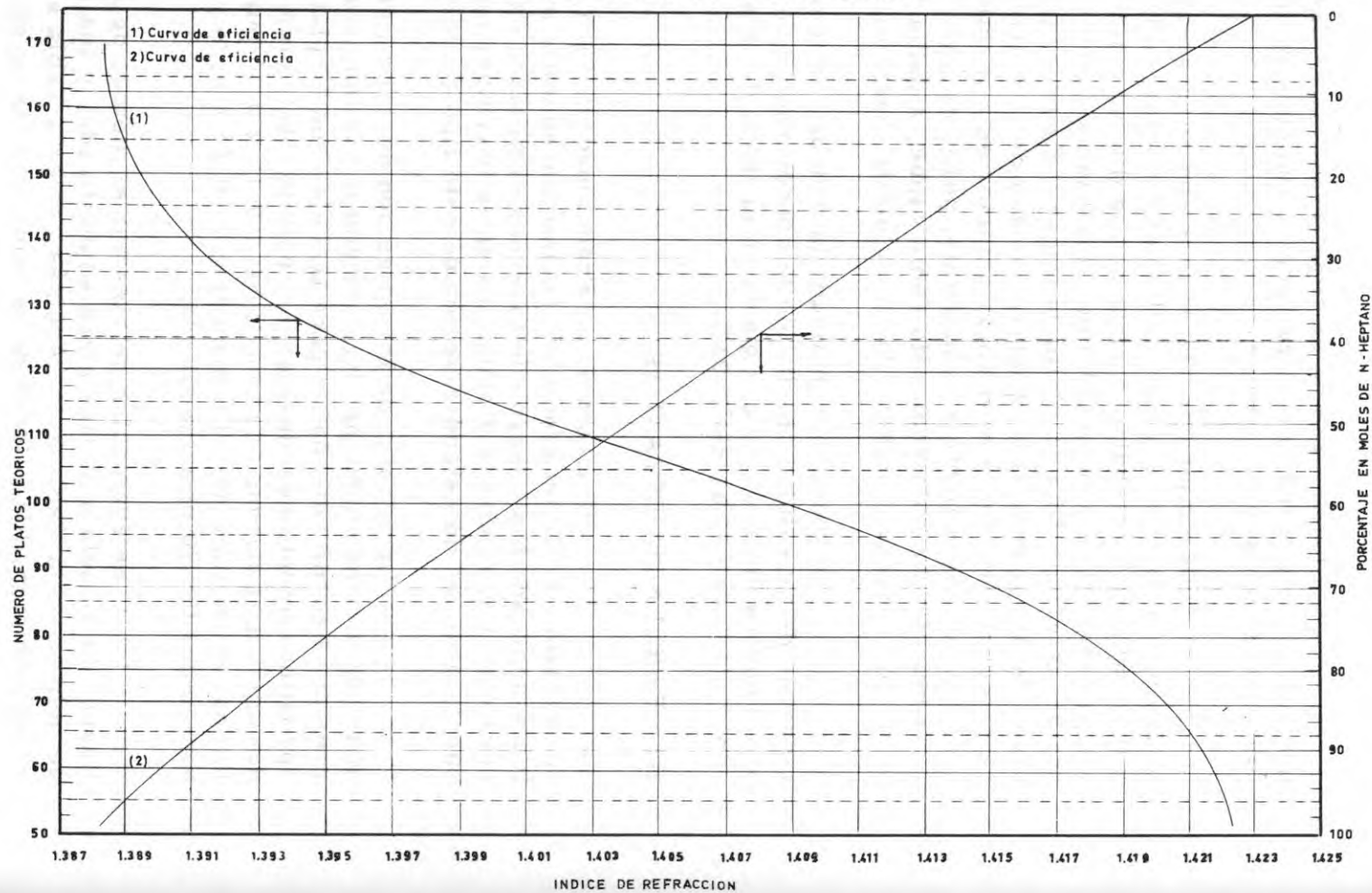


FIG 8-1

T A B L A 8. 1.

EVALUACION DE FRACCIONADORES SARNIA MK-II UTILIZANDO EMPAQUE METALICO "CANNON PROTRUDED"

Tiempo Después de. Preinundación <u>Horas</u>	Caída de Presión <u>m.m. de Hg.</u>	<u>Indice de Refracción</u>		Diferencia en <u>Platos</u>	<u>HETP Pulgadas</u>
		<u>Alambique</u>	<u>Cima Torre</u>		
Columna : 25 m.m. DI x 24 pulg. : Empaque "Cannon" : 0.16 x 0.16 pulg. Alambique : carga de un litro de mezcla 50% n-heptano y 50% M-C-hexano.					
<u>Primer Ensayo :</u>					
0.50	5.5	1,4088	1,3991	16.5	1.45
0.75	5.5	1,4088	1,3992	16.5	1.45
0.90	7.0	-	1,3991	16.5	1.45
<u>Segundo Ensayo:</u>					
0.5	8	1,4002	1,3925	18.0	1.33
0.8	3	1,4000	1,3929	16.0	1.50
Columna : 50 m.m. DI x 36 pul. Empaque "Cannon" : 0.24 x 0.24 pulg. Alambique : carga de 5 galones de mezcla; 50% n-heptano y 50% M-C-hexano.					
0.5	-	1,4032	1,3953	16.0	2.4
1.0	8	1,4032 (a)	1,3954	16.0	2.4
Columna : 70 m.m. DI x 44 pulg. Empaque "Cannon" : 0.24 x 0.24 pulg. Alambique : carga de 8.5 galones de mezcla 50% n-heptano y 50% M-C-hexano.					
0.5	12	1,4048 (a)	1,3945	20.5	2.1
1.0	14	1,4048 (a)	1,3948	19.0	2.3
2.0	14	1.4041 (a)	1,3942	20.0	2.2

(a) La muestra se tomó en forma de vapor y se le ha sumado un plato para tener en cuenta la marmita.

Los resultados muestran un mínimo HETP de 1,33 pulgs./plato para empaques de 0,16 x 0,16 pulgs. y de 2,1 para empaques de 0,24 x 0,24 pulgs., los cuales concuerdan aproximadamente con los valores encontrados en la literatura, de 1,4 y 2,1 pulgs./plato, respectivamente para cada uno de estos empaques.

Los datos disponibles en la literatura y los obtenidos por los miembros de "The Distillation Panel" se han utilizado para el trazado de relaciones tales como HETP contra el valor de "Boil-up", según se indica en las Figs. 8.2 y 8.3 para los dos tipos de empaque. La escala de presión que aparece en el eje de las abscisas ha sido obtenida a partir de la Fig. 8.6. Las líneas verticales han sido trazadas en 650 cc./hr.cm.² y 800 cc./hr.cm.², con el fin de estandarizar los dos tipos de empaque para valores de HETP de 1,4 y 2,1 respectivamente, en aproximadamente el 75% del "Boil-up" máximo permisible sin inundación. Aunque se tiene incertidumbre de los datos de la columna de 153 mm. de diámetro, las curvas han sido incluídas para indicar el efecto del diámetro sobre la altura equivalente a un plato teórico. Algunos valores se han despreciado con el único objeto de estandarizar la unidad porque no concuerdan con el grueso de la literatura y parecen discutibles.

El fraccionador utilizado de 50 mm. operará con un número actual aproximado de 21 platos teóricos en el 75% del máximo "Boil-up" permisible, para su empaque de 0,16 pulgs. La altura del empaque puede ajustarse en aproximadamente 20 pulgs. si se desea obtener la eficiencia estándar de 15 platos teóricos.

8.1.2. RAZON DE REFLUJO

La válvula divisora de líquido puede tener ciertos errores debido a su propio diseño u operación, pues pueden presentarse en la práctica ciertos acortamientos. También el instrumento empleado en su control puede tener sus propios errores; por consiguiente, es necesario chequear la operación promedio del sistema total de control de reflujo.

CURVA ESTANDAR DE EFICIENCIA (H.E.T.P.) DEL EMPAQUE METALICO CANON "0.16 x 0.16"

H.E.T.P. vs. velocidad de vapores (Boil-up)
y
caída de presión

MEZCLA DE ENSAYO : NH₃-MCH A PRESION ATMOSFERICA Y SIN INUNDAMIENTO PREVIO

- △ IR-1M-54 - No publicado
- I.E.C. 41.1953. (1949)
- Bol. 12, Sci. Devel. Co. & Chem. Eng. Prog. 47.344 (1951)

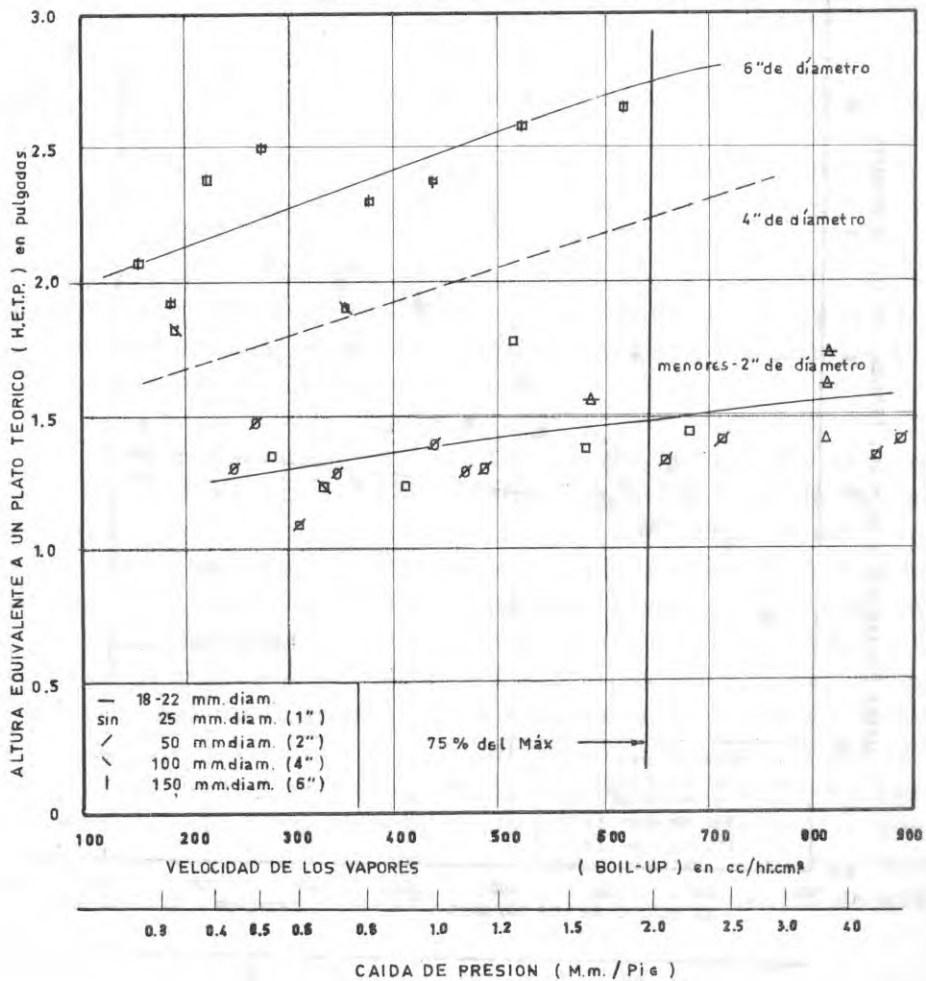


FIG 8-2

CURVA ESTANDAR DE EFICIENCIA (H.E.T.P.) DEL EMPAQUE METALACO CANNON "0,24 x 0,24"

H.E.T.P. vs. velocidad de los vapores
y
caída de presión (Boil-up)

MEZCLA DE ENSAYO: NH:MCH A PRESION ATMOSFERICA Y SIN PREVIO INUNDAMIENTO

- △ I.O.L. Data.
- I.E.C., 41,1953, (1949)
- Bol.12, Sci. Devel. Co. & Chem. Eng Prog., 47, 344 (1951)

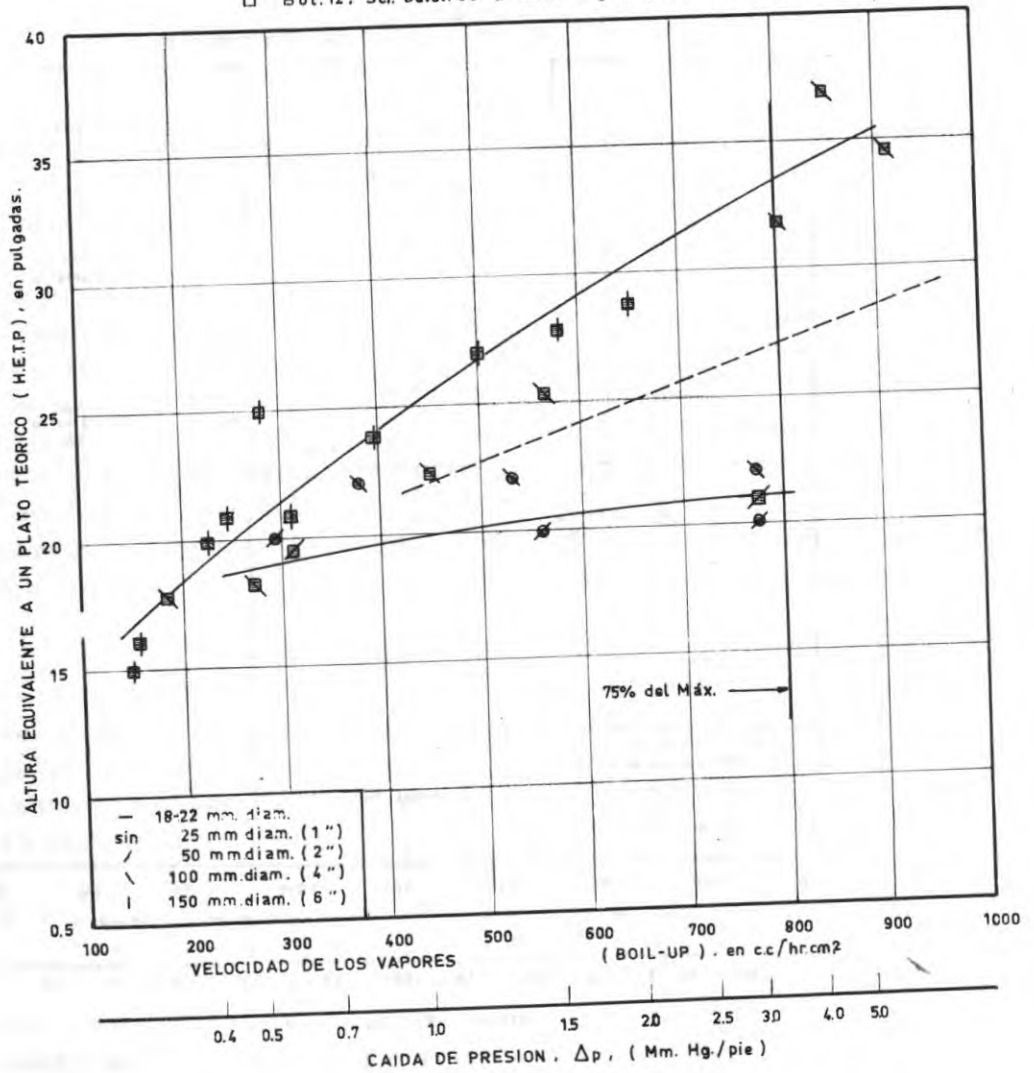


FIG 8-3

Para chequear conjuntamente la operación de la válvula y del "Timer", ha de medirse su funcionamiento bajo condiciones controladas. El ensayo se realiza sobre cada unidad, antes de aceptarla como un destilador estándar.

A. PROCEDIMIENTO

Con la unidad colocada verticalmente en forma normal y completamente vacía, es decir sin empaque, conéctese una bomba y un medidor de flujo a la línea de ventilación en la cima del condensador. Si no se dispone de una bomba y un medidor de flujo, puede usarse un sistema de gravedad. Siempre debe mantenerse la velocidad de flujo lo más cercanamente constante como sea posible durante el período de prueba. Se fija la válvula para operar a reflujo 5:1, ajustando el ciclo total del "Timer" dentro del rango 12 a 30 seg. inclusive. El mínimo tiempo se escogió para evitar errores involucrados cuando se ajusta el "Timer" para pequeños intervalos de tiempo; y el límite máximo, para evitar el desajuste de las condiciones de la torre, para largos intervalos de extracción de destilado.

Colóquese un recipiente debajo de la línea de extracción de productos de cima, "Take-off", y otro debajo de la columna en el lugar del alambique de destilación. Para la medición, se introduce en el condensador varsol o agua a una velocidad aproximada al máximo "Boil-up" de la columna. Después de 1 minuto, ambos recipientes han de cambiarse por otros tarados, los cuales recogerán el producto de cima y de reflujo, para un período de 5 minutos. Al final de la prueba, los recipientes tarados y conteniendo los productos se pesan nuevamente. La relación de reflujo para la cima de la columna puede calcularse a partir de los valores obtenidos, tal como puede apreciarse en los ensayos que aparecen en la Tabla 8.2. El procedimiento debe repetirse hasta que 3 o más lecturas concuerden entre sí para un límite de error de $\pm 5\%$.

El flujo de líquido luego puede reducirse hasta aproximadamente la mitad del "Boil-up" máximo. El ensayo ha de repetirse igualmente hasta que 3 lecturas coincidan, aproximadamente. La experiencia indica que la operación de la válvula puede cam-

biar a diferentes velocidades, por lo cual se hace necesario un chequeo de su operación a distintas condiciones de velocidad.

La prueba puede repetirse a velocidades de flujo de $1/4$ y $1/8$ del "Boil-up" máximo a presión atmosférica con el fin de simular la operación a vacío.

Las anteriores medidas, es conveniente repetir las a una razón de reflujo de 2:1.

Por último, un gráfico en papel Log-Log del reflujo nominal contra el reflujo actual a altas y bajas velocidades, puede usarse para ajustar el "Timer" y obtener así su funcionamiento estándar.

B. REFLUJO ESTANDAR

La válvula divisora de reflujo debe ajustarse para una relación de reflujo real de 5:1, con una tolerancia de $\pm 5\%$. Generalmente se fija para una operación de 25 seg. cerrada, tiempo en el cual no hay paso de destilado por la línea de extracción, y 5 seg. abierta, tiempo durante el cual se verifica el paso de destilado a través de la línea de extracción, para dar así la relación de reflujo nominal de 5:1.

La calibración de la razón de reflujo para el fraccionador de 50 mm. de DI., se realizó empleando agua como líquido de operación, para lo cual ha de bombearse al condensador a una velocidad inicial de 240 cc./min., que corresponde al 90% del valor del máximo "Boil-up", y es equivalente a 800 cc./hr.cm.² para este tipo de columna cuando se utiliza empaque "Cannon" de 0,16 x 0,16 pulg. Posteriormente, ha de reducirse la velocidad hasta los valores anteriormente descritos por el método. La velocidad del líquido bombeado ha de mantenerse constante y medirse para los intervalos de tiempo de las determinaciones para estandarización.

En la Tabla 8.2 y Fig. 8.4 se muestran los resultados obtenidos. Puede verse en la gráfica, que se requiere un reflujo nominal de 5,4:1 para obtener un reflujo real de 5:1, lo

T A B L A 8. 2.

RAZON DE FLUJO

<u>Ensayo Número</u>	<u>Ajuste del "Timer"</u>		<u>Destilado Grs.</u>	<u>Reflujo Grs.</u>	<u>Razón de Reflujo</u>	<u>c. c. Total</u>	<u>Tiempo min.</u>	<u>cc/min. Total</u>
	<u>Cerrado</u>	<u>Abierto</u>						
1	20	4	196,2	871,0	4,34	1033	5	206,6
2	20	4	195,0	886,0	4,54	1098	5	219,6
3	20	4	211,5	885,0	4,19	1114	5	222,8
4	20	4	150,7	739,4	4,78	903	5	180,6
5	20	4	161,8	747,2	4,63	924	5	184,8
6	20	4	155,8	695,3	4,42	862	5	172,4
1	25	5	154,6	684,6	4,42	852	5	170,4
2	25	5	145,1	688,0	4,73	832	5	166,4
3	25	5	152,1	665,0	4,36	834	6	139,0
4	25	5	88,7	371,0	4,20	475	5	95,0
5	25	5	65,3	282,2	4,31	358	4	89,5
1	24	4	80,8	463,0	5,73	563	5	112,6
2	24	4	135,6	788,0	5,81	938	5	187,6
3	24	4	139,0	774,5	5,58	926	5	185,2
4	24	4	91,7	494,2	5,40	599	5	119,8
1	18	6	93,5	264,4	2,79	370	5	74,0
2	18	6	248,5	686,8	2,76	950	4	237,5
3	18	6	168,8	516,4	3,05	703	3	234,3
4	18	6	167,4	503,6	3,02	690	3	230,0
5	18	6	229,8	645,6	2,82	893	4	223,3

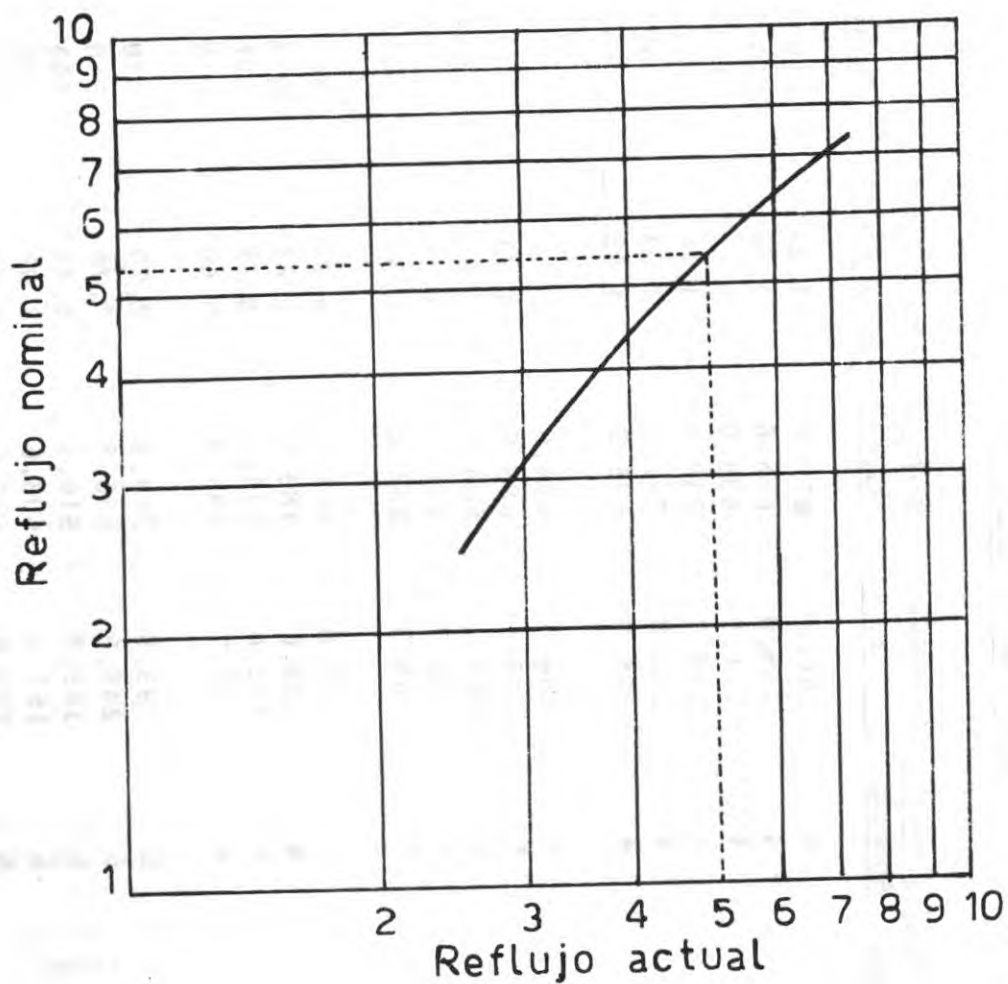


FIG 8-4 CALIBRACION DE LA RAZON DE REFLUJO

cual está fuera de especificación. En consecuencia debe ajustarse el "Timer" para valores diferentes de 25 seg. "Off" y 5 seg. "On", que estén dentro del rango de 12 a 30 segs. para el ajuste del ciclo total. Para el reflujo real dentro del límite de tolerancia requerido sería aconsejable ajustar el "Time r" en 22 seg. "Off" y 4 seg. "On".

8.1.3. ADIABATICIDAD

Las pérdidas de calor afectan la razón de reflujo y por lo tanto es necesario asegurarse, mediante un chequeo de la adiabaticidad; para que el reflujo exactamente calibrado no sea afectado por condensación de líquido que ocurrirá por debajo del divisor de reflujo.

Para medir las pérdidas de calor se usan compuestos puros de alto punto de ebullición, los cuales desarrollan en la chaqueta un gradiente elevado de temperatura y al mismo tiempo aseguran la medida precisa de las pérdidas de calor, operando en condiciones de extracción total. Todos los vapores que alcanzan la cima de la columna han de retirarse y cualquier condensado que se forme dentro de ella se remueve del fondo por medio de una trampa, adaptada al cuello del alambique, la cual evita que caiga cualquier gota de condensado sobre la carga.

Los compuestos puros ofrecen la ventaja de poseer un punto de ebullición constante y calor latente de vaporización definido. Algunos como los siguientes no son muy costosos y se consiguen fácilmente en el mercado :

<u>Compuesto</u>	<u>Punto Ebullición Aproximado °F.</u>	<u>Calor latente cal./gr.</u>
n-Heptano	210	76,1
Anilina	365	103,0
Tetra hidronaftaleno	405	80,0
Bifenil	490	102,0

Para columnas metálicas no existe un método preciso de medida de las pérdidas de calor, pero la alta conductivi-

dad del acero indica que son de 20 a 30 veces mayores que las pérdidas en las columnas de vidrio, por lo cual el costo de compensación del calor resulta considerable.

A. PROCEDIMIENTO

La columna se coloca verticalmente, y se dispone con un medidor especial de velocidad en el fondo y un adaptador para recolección de vapores en la cima. Debe evitarse cualquier pérdida de las fracciones por evaporación, para lo cual son necesarios aparatos de enfriamiento para los vapores de cima y los fondos condensados, los cuales permiten un ensayo seguro.

Debe utilizarse una carga tan grande como sea posible para lograr una alta velocidad de extracción de vapores, y eliminar los materiales que provoquen la formación de espuma.

Para permitir un tiempo largo de observación, es aconsejable realizar un ensayo corto, sin mediciones, calentando de esta manera las partes a la temperatura de operación, para luego abastecer la carga al alambique. Un recipiente sin tarar es colocado debajo del punto de recuperación en la cima de la columna y otro debajo del punto más bajo de la misma. Un recipiente tarado se coloca al lado de cada uno de ellos. Se aplica el calor necesario para que los productos de cima alcancen una velocidad elevada y estable en el rango 75-90% del máximo "Boil-up". Cuando esta es alcanzada, han de colocarse los recipientes tarados debajo de los puntos de recolección simultáneamente, anotando el tiempo con aproximación al segundo. Después de un intervalo adecuado de unos 5 minutos, los recipientes han de reemplazarse por otros previamente tarados y se toma el período de duración de la prueba. El procedimiento se continúa hasta que se note un descenso apreciable en la velocidad de vapores en la cima, lo cual indica que el alambique está casi vacío. Por último, se determinan todos los pesos y se registran en el intervalo de tiempo correspondiente. Por lo menos deben hacerse dos corridas en blanco que concuerden entre sí en un 10% o menos, para descontar las pérdidas de calor ocurridas por debajo del fondo de la torre. Estas corridas se efectúan de la misma manera que la descrita anteriormente, pero, eliminando la columna y colocando el adaptador de cima directamente sobre el medidor de velocidad.

Un mínimo de tres pruebas deben hacerse, poniendo atención a los detalles e igualdad de condiciones en los ensayos en blanco, con el propósito de realizar una medición precisa.

Los pesos de líquido recobrado en los dos puntos de extracción se convierten a grs./min. y se tabulan cronológicamente. De los fondos se sustraen los blancos recuperados, para dar los recobrados netos de fondo debidos a la presencia de la torre. Se promedian todas las observaciones de las pérdidas netas para un ensayo único. La pérdida media obtenida en grs./min. se convierte a calorías por minuto, multiplicando por el calor latente de vaporización del compuesto de ensayo utilizado, tal como se muestra en la Tabla 8.3. Todo el procedimiento ha de repetirse utilizando compuestos que cubran el rango de ebullición deseado. La Tabla 8.4. resume los resultados obtenidos usando compuestos puros de tres rangos diferentes de ebullición para los tres diseños de columnas allí indicados.

Para estimar los coeficientes de transferencia de calor de las chaquetas de vidrio evacuadas y plateadas, las entidades estandarizadoras han medido las pérdidas de calor de una columna de 4 pies en el punto de ebullición de la Anilina (365°F). De este valor sustraen las pérdidas de calor de la columna idéntica de 2 pies de longitud, dejando una pérdida neta de 82 cal./min. , atribúible a los 2 pies de chaqueta, la cual tiene un área cilíndrica de 1.300 cm.^2 . Suponiendo un gradiente de temperatura de $365-75^{\circ}\text{F}$, el coeficiente de transferencia de calor es $0.0195 \text{ BTU}/(\text{hr. ft.}^2 \text{ }^{\circ}\text{F})$ para las paredes de la chaqueta, excluyendo los efectos de extremos.

B. ADIABATICIDAD ESTANDAR

Una columna estándar debe aislarse de tal manera que bajo las condiciones de fraccionamiento, no más del 5% del calor suministrado en la marmita, sea ganado o perdido entre el fondo de la columna y el aparato divisor de reflujo.

Los fraccionadores Sarnia MK II, y los fraccionadores Oldershaw cumplen con estos requisitos.

T A B L A 8. 3.

PERDIDAS DE CALOR DE TORRES A 405 °F

Líquido : Tetralín P. E. 405 °F. Calor latente 80 cal/grm.
 Intervalo entre lecturas sucesivas : 5 minutos
 Alambique de 3 litros con manto "Glas - col" estándar a
 95 Vol. (Aproximadamente 410W).

<u>Lectura</u>	<u>Producto de Fondo</u> <u>Grs./min.</u>	<u>Producto de Cima</u> <u>Grs./min.</u>	<u>"Boil-up"</u> <u>(Velocidad total vapores)</u> <u>grs./min.</u>
Ensayos en Blanco:			
1	6,5	54,8	
2	5,5	51,2	
3	4,9	54,0	
4	4,7	47,4	
5	4,5	41,7	
Media	5,2	49,0	49,8+5,3 = 55,1 grs/min. o 3,4 lb./hr. aprox.
Repetición:			
1	6,4	54,8	
2	5,6	51,2	
3	4,9	49,2	
4	4,6	47,3	
Media	5,4	50,6	
Promedio de ambos ensayos			
	5,3	49,8	
Fracccionador MK II de 15 platos, con manto pero sin suministrar calentamiento:			
1	8,8	46,6	
2	9,0	44,6	
3	7,2	48,0	47,7+8,0 = 55,7 gr/min.
4	7,1	51,4	o 3,5 lb/hr. aprox.
Media	8,0	47,7	

T A B L A 8.3. (Continuación)

Lectura	Producto de Fondo Grs./min.	Producto de Cima (Velocidad total vapores) Grs./min.	"Boil-Up" Grs./min.
---------	--------------------------------	---	------------------------

Velocidad total de calentamiento o "Boil-up" de calentamiento :

$$55,7 \times 80 = 4.456 \text{ cal./min.}$$

Pérdida neta = $(8.0 - 5.3) 80$: 216 cal./min.

o 4.9% de la velocidad total de calentamiento

Fraccionador MK II de 15 platos, sin manto

1	9,5	44,0	
2	8,6	48,0	
3	8,2	48,8	46,4 + 8,2 = 54,6 gr/min.
4	7,8	47,6	o 3,4 lb/hr. aprox.
5	7,1	43,8	
Media	8,2	46,4	

Velocidad total de calentamiento, "Boil-up" de calentamiento :

$$54,6 \times 80 = 4.368 \text{ cal./min.}$$

Pérdida neta = $(8.2 - 5.3) 80$: 232 cal/min.

o 5,3% de la velocidad total de calentamiento

Columna de 15 platos, 2 pies con cabezal separado (diseño Shell).

1	14,7	23,4	
2	15,0	24,6	
3	14,0	23,2	
4	14,1	23,9	
5	13,4	20,8	22 + 13,9 = 35,9 cal/min.
6	12,4	16,8	o 2,2 lb/hr.
Media	13,9	22,0	

Velocidad total de calentamiento o "Boil-up" de calentamiento :

$$35,9 \times 80 = 2.872 \text{ cal./min.}$$

Pérdida neta : $(13.9 - 5.3) 80 = 688 \text{ cal./min.}$ o

24% de la velocidad total de calentamiento

T A B L A 8. 4.

PERDIDAS DE CALOR EN COLUMNA DE 15 PLATOS, SIN MANTO;
 25 mm. DI x 20 pulgs. de altura de relleno; chaqueta plateada;
 cal./min : para "Boil-up" de 3,5 a 4 lit./hr.

<u>Tipo de columna</u>	<u>N-Heptano, 210°F</u>	<u>Anilina, 365°F</u>	<u>Tetralin, 405°F</u>
Fraccionador Sarnia MK II (descubierto)	70	165	240 (212 ^a)
Fraccionador Sarnia MK II (con manto suministrando calentamiento)	-	-	80 (-40 ^b)
Oldershaw	121	485 ^c	680 ^b

(a) Con manto pero, sin suministrar calentamiento.

(b) El signo menos indica sobre-compensación.

(c) Alrededor de 2,5 lits/hr. para máxima velocidad sin inundación.

8.1.4. VELOCIDAD

Los Fraccionadores Sarnia fueron diseñados específicamente para empaque metálico "Protruded", y su velocidad ha sido medida a varias presiones de operación estándar en la región de condensación de la columna. La Fig. 8.5. muestra los datos extraídos de ensayos de rutina operando a razón de reflujo de 5:1, en base al crudo "Redwater", y "stocks" similares. El crudo "Redwater" es de base mezclada y puede representar un promedio aproximado de las velocidades que se obtienen en los ensayos de rutina. Puede verse en la Fig. que la velocidad de vapores que puede obtenerse en una columna dada, es mayor para los "Stocks" parafínicos que para los aromáticos que se ensayan en el mismo fraccionador.

Cada diseño de columna utiliza empaque "Cannon" de 0.16 pulgs. o 0,24 pulgs. (0,16 pulgs. para columna de DI menor a 36 mm.) estandarizados para manejar respectivamente sin inundación a presión atmosférica 867 y 1.067 cc./hr. cm.² de n-heptano y metil-ciclohexano usados como mezcla de prueba (Figs. 8.2. y 8.3). En trabajos de rutina esta velocidad usualmente será del 50% al 90% de estos valores, y no debe ser superior al 90% por razones de la inestabilidad ocasionada por la inminente inundación que puede ocurrir.

Un "Stock" con características comprendidas entre parafínico y aromático, podrá ser destilado en una columna de 50 mm. a reflujo de 5:1 y a presión atmosférica, con una velocidad de extracción máxima permisible de 2.535 cc./hr. (Fig. 8.5) la cual corresponde a un "Boil-up" de 15.210 cc./hr., esto es, 840 cc./hr. cm.². Este valor es aproximadamente el 79% de la máxima capacidad de diseño para el empaque de 0,24 pulgs.

Teniendo en cuenta que en el montaje se empleó empaque de 0,16 pulgs., puede suponerse el 79% de la máxima capacidad del empaque para calcular las velocidades máximas permisibles de "Take-off" y "Boil-up" de la columna respectivamente, así:

VELOCIDADES PROMEDIAS DE CORTES DE DESTILADOS A R:R 5:1
 PARA EL FRACCIONADOR SARNIA MKII CON EMPAQUE METALICO CANON
 (Basado en un 70-90% del máx.)

LA BANDA SUPERIOR PARA CARGAS DE RANGO AMPLIO Y TIPO PARAFINICO
 LA BANDA INFERIOR PARA CARGAS DE RANGO ESTRECHO Y TIPO AROMATICO

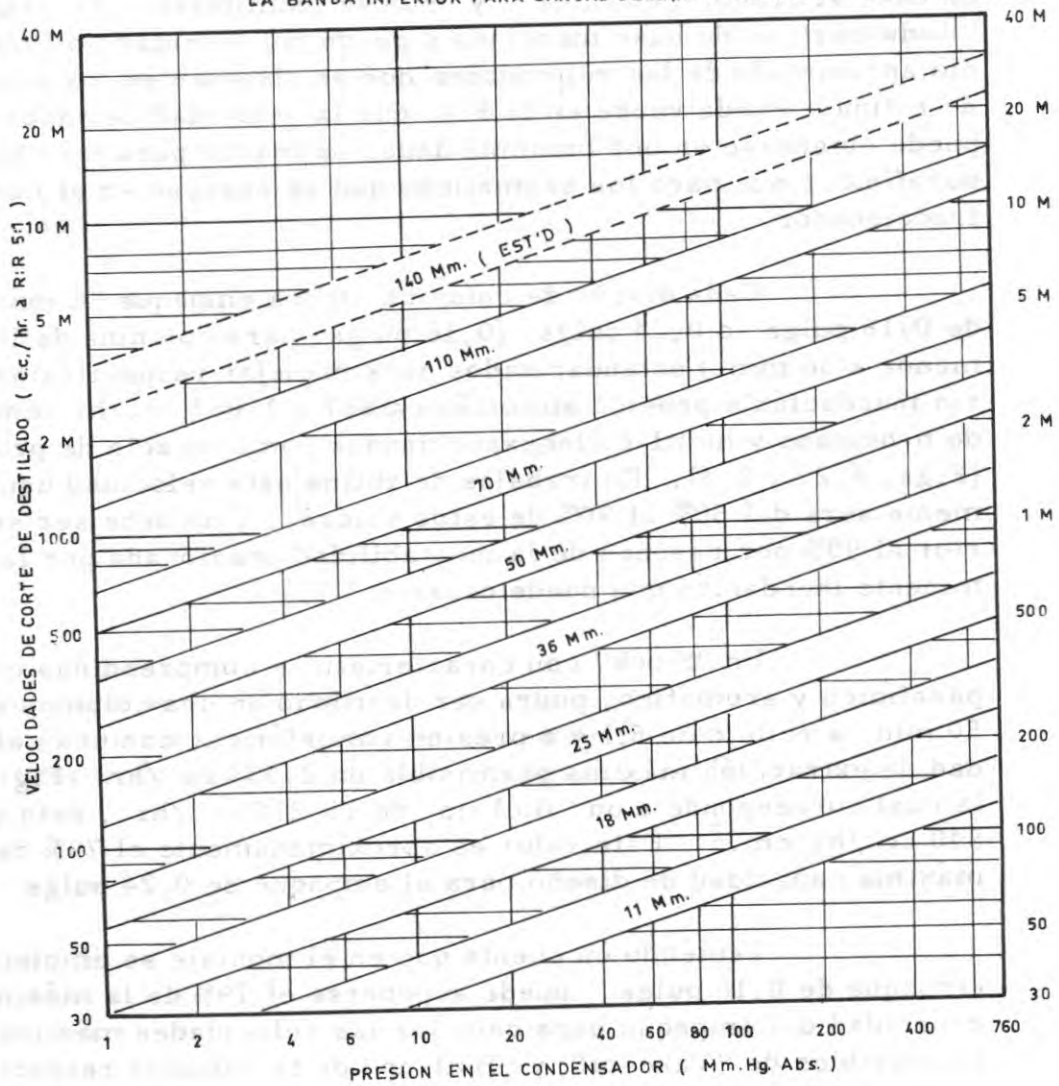


FIG 8-5

VELOCIDAD DE LOS VAPORES VS.

(BOIL-UP)

CAIDA DE PRESION PARA EL EMPAQUE METALICO

MEZCLA DE ENSAYO: NH₃:MCH A PRESION ATMOSFERICA Y SIN INUNDAMIENTO

- △ IR-IM-54.
- I.E.C., 41, 1953, (1949)
- Bol., 12, Sci., Devel. Co & Chem. Eng. Prog., 47, 344, (1951)
- ▽ PTS. Baton Rouge.

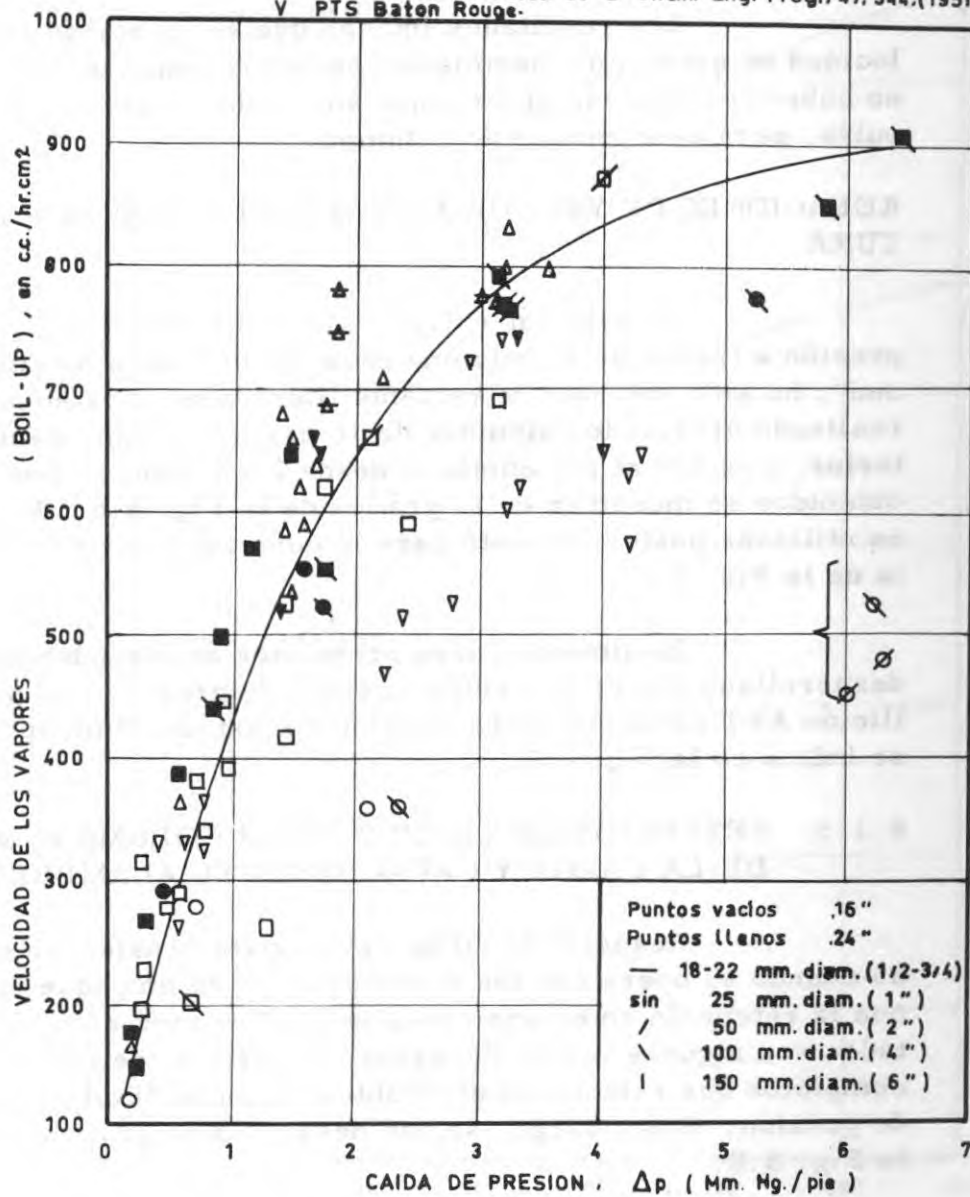


FIG 8-6

Velocidad "Boil-up" máxima permisible : $867 \times 0,79 = 685 \text{ cc./hr. cm}^2$ o 12.399 cc./hr.

Velocidad "Take-Off" máxima permisible : $12.399/6 = 2.066 \text{ cc./hr.}$

Los resultados indican que se ha bajado la máxima velocidad de extracción permisible en aproximadamente un 19% por no haberse empleado el empaque adecuado, es decir el de 0.24 pulgs. para este tamaño de columna.

RELACIONES DE VELOCIDAD, CAIDA DE PRESION Y TEMPERATURA

La relación entre el valor del "Boil-up" y la caída de presión a través de la columna para los dos tipos de empaque "Canon", ha sido obtenida de reciente literatura. Los ensayos se han realizado utilizando columnas de 16 hasta 153 mm. de diámetro interior, y la altura del empaque desde 2 a 9.8 pies. Los resultados obtenidos se muestran en la gráfica de la Fig. 8.6. Esta gráfica es utilizada posteriormente para la construcción de la doble escala de la Fig. 8.2.

Igualmente, para propósitos de estandarización se han desarrollado relaciones entre la caída de presión y el punto de ebullición AET requerido para mantener máximo "Boil-up", tal como se indica en la Fig. 8.7.

8.1.5. RETENCION DE LIQUIDO EN LA COLUMNA, MAGNITUD DE LA CARGA Y CAPACIDAD DEL ALAMBIQUE

Respecto al "Hold-up", existe considerable desacuerdo cuando se opera con los distintos tipos de empaque, pues parece que la retención no es una variable fácil de medir y así, los resultados son algunas veces dispersos; y también, debido a reportes incompletos que relacionen el "Hold-up" con el "Boil-up" y la caída de presión. Sin embargo, se han desarrollado gráficos como el de la Fig. 8.8.

CAIDA DE PRESION VS. PUNTOS DE EBULLICION

Requerida para mantener máxima "Boil up"

CONDICIONES APROXIMADAS OBSERVADAS USANDO
FRACCIONADORES SARNIA MK II EN VARIOS STOCK
(Tentativo)

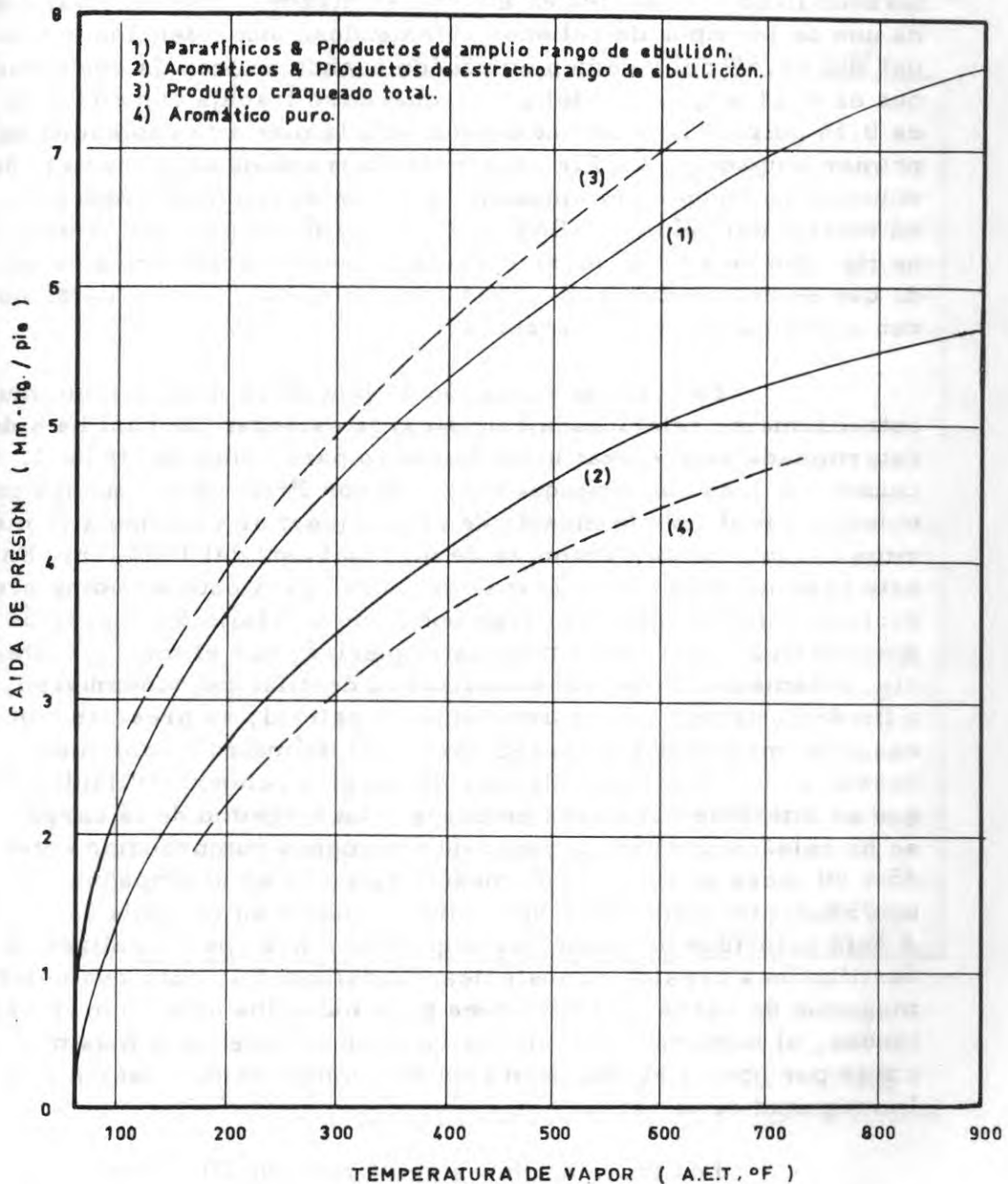


FIG 8-7

La retención estándar se define por el valor correspondiente al 75% del máximo "Boil-up". En la Fig. 8.8. se han trazado líneas verticales en el 75% del máximo "Boil-up" para cada uno de los tipos de relleno, obteniéndose una retención estándar del 18,5% del volumen empacado cuando se trabaja con empaque de 0,24 pulgs., y, del 17,5% cuando se trabaja con empaque de 0,16 pulgs. La diferencia se debe a la más alta capacidad del primer empaque. La Fig. fue obtenida trazando el porcentaje de volumen retenido en el empaque, en base al volumen empacado, en función del valor de "Boil-up". La caída de presión en mm. de Hg./pie de altura, ha sido escogida como parámetro a causa de que es una medida conveniente del "Boil-up". Estos datos pueden encontrarse en la literatura.

También la retención de líquido es una variable muy estrechamente relacionada con la carga estándar, la cual ha sido determinada seleccionando un diámetro para columna, la cual, cuando se llena con empaque tipo "Cannon Protruded", tendrá un máximo "Boil-up" de mezcla de prueba igual en volumen a la máxima carga. Se dice entonces de un "Boil-up" del 100%/hr. En este caso no se requerirán más de 6 hrs. para obtener como producto de cima la máxima carga operando a reflujo 5:1 y presión atmosférica. Una carga mínima requerirá, por el mismo criterio, solamente 3 hrs. para realizar la destilación; sin embargo, a fin de controlar la uniformidad de la calidad, se prescribe un rango de magnitudes de carga para cada diámetro de columna, basado en una relación uniforme de carga a retención "Hold-up" que es diferente para cada empaque. La magnitud de la carga se ha seleccionado en un rango de volúmenes comprendido entre 45 y 90 veces el volumen de mezcla retenida en el empaque, en un 75% del máximo "Boil-up" como se indica en la Tabla 8.5. A esta velocidad de vapor, se requieren 8 hrs. para realizar la destilación a presión atmosférica y a reflujo 5:1, para cualquier magnitud de carga máxima, pues para todos los destiladores estándar, el máximo "Boil-up" es igual en volumen a la máxima carga por hora y es independiente del tiempo de destilación y de la magnitud de la carga.

Los fraccionadores de 95 mm. de DI. o mayores son algunas veces más lentos a causa de la pérdida de HETP

RETENCION DE LIQUIDO PARA EMPAQUE DE ACERO INOXIDABLE CANON

Curva de retención de liquido (Hold-up) vs. caída de presión (Δp)

MEZCLA DE ENSAYO: NH-MCH A PRESION ATMOSFERICA Y SIN PREVIO INUNDAMIENTO

- Δ IR-IM-54
- \circ IEC, 41, 1953. (1941)
- \square Bol. 12, Penn. State & Chem. Eng. Prog. 47, 344 (1951)

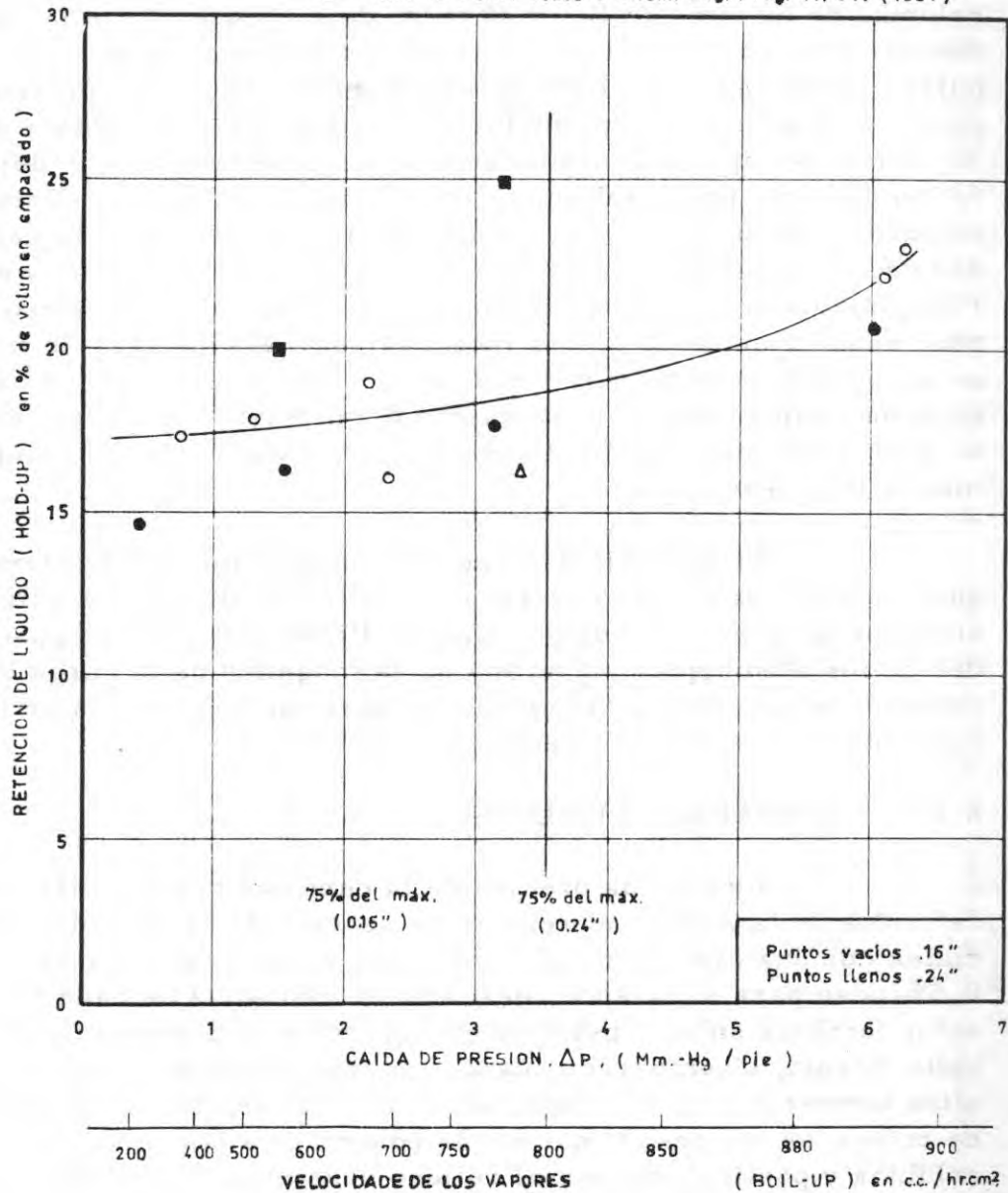


FIG 8-8

para estos diámetros, lo cual demanda una carga más grande de acuerdo a la relación estándar entre el "Hold-up" y la carga.

En las Tablas 8.5. y 8.6. puede observarse que la columna de 50 mm. de DI. y 30 pulg. de empaque, tiene las dimensiones adecuadas para utilizarla con relleno "Cannon" de 0,24 pulgs., acoplada a un alambique de magnitud de carga máxima superior a la actual, por ejemplo, de 24 litros para alambique de 36 litros de capacidad según las normas establecidas, de dejar 1/3 de la capacidad total del alambique libre de líquido. Esta capacidad se adopta como una guía para la uniformidad en la capacidad de los alambiques con el fin de controlar la formación y el rompimiento de la espuma formada, sin desperdicio de espacio para vapor y evitando costos innecesarios. Mayor espacio libre es aceptable, pero resulta sin ninguna ventaja, excepto en casos extremos tales como el tratamiento de material espumoso, donde es permisible dejar 2/3 del espacio libre para ayudar al rompimiento de la espuma.

En la Tabla 8.6. se indican los tamaños de alambiques recomendados para un rango de fraccionadores que utilizan empaque de acero inoxidable "Cannon Protruded". Las capacidades de los alambiques variarán con la magnitud de la carga de acuerdo a la naturaleza del empaque, pero las diferencias en las capacidades son relativamente sin importancia.

8.1.6. VARIABLES PRIMARIAS

La medida precisa de la densidad por los métodos definidos de la ASTM, el reporte de pesos y de balance de materiales con una precisión del 0,02% para el peso de la carga y de 0,5%/peso para el balance, descarta la influencia de cada uno de estos factores en la repetibilidad y reproductibilidad de un destilador Sarnia; sin embargo, cuando los fraccionadores trabajan a altas temperaturas AET bajo vacío, al final del ensayo el líquido de reflujo es tan pesado que puede adherirse a las paredes de la columna y particularmente al relleno ocasionando pérdidas por humectación, las cuales afectan el balance de peso y deben determinarse para conseguir un balance de materiales dentro de los lí-

T A B L A 8. 5.

CARGA ESTANDAR PARA DESTILADORES DE 15 PLATOS CON EMPAQUE "PROTRUDED"

Dimensiones de la Columna				Rentención en el 75% max. ml.	Magnitud de la carga (b)	
Diámetro mm.	Tamaño del relleno pulgs.	Altura pulgs.	Volumen ml.		Mínima lits.	Máxima lits.
11	0,16	20	49	8,5	0,4	0,8
18	0,16	20	128	22,2	1,0	2,0
25	0,16	20	250	43,6	2,0	4,0
36	0,16	20	520	90,6	4,0	8,0
50 (c)	0,16	20	995	174	8,0	16,0
50 (a)	0,24	30	1490	276	12,0	24,0
70 (c)	0,16	20	1950	342	15,0	30,0
70 (a)	0,24	35	3420	630	28,0	56,0
95 (c)	0,16	20	3600	632	30,0	60,0
95 (a)	0,24	46	8250	1520	70,0	140,0

(a) Para empaque 0,24 pulgs. y altura de la columna ajustada para el efecto del diámetro sobre HET (Ver Fig. 8.3)

(b) En números redondos.

(c) Datos para empaque 0,16 pulgs. en este diámetro son tentativos.

T A B L A 8. 6.

CAPACIDADES DE ALAMBIQUES PARA VARIAS COLUMNAS EMPACADAS CON
RELLENO DE ACERO INOXIDABLE, " PROTRUDED"

<u>Diámetro mm.</u>	<u>Tamaño del empaquete pulgs.</u>	<u>Altura pulgs.</u>	<u>Magnitud de la máxima carga^(a) lits.</u>	<u>Capacidad del alambique recomendado lits.</u>
11	0,16	20	0,8	1,5
18	0,16	20	2,0	3,0
25	0,16	20	4,0	6,0
36	0,16	20	8,0	12,0
50	0,16	20	16	24
50	0,24	30	24	36
70	0,16	-	30	-
70	0,24	35	56	75
95	0,16	-	50	-
95	0,24	46	140	200

(a) Según experiencia en trabajos de destilación de crudos, puede aumentarse la magnitud de la máxima carga adicionando pequeñas cantidades de Cl_2Ca .

mites prescritos, especialmente en los fraccionadores de 50 mm. o más grandes, donde las pérdidas son grandes, pues normalmente no se remueven para pesarlos y el líquido se adhiere a sus paredes internas. Esta determinación puede hacerse utilizando las curvas de la Fig. 8.9., en las cuales se muestran los resultados de humectación para una variedad de "Stocks".

Eliminada la posibilidad de errores por parte de la masa y de la densidad, la repetibilidad dependerá de ciertos factores secundarios incontrolables, en especial de la calibración que se dé a los medidores de temperatura y de presión, de la extensión hasta la cual se dejen calibrar, del grado de concordancia de la calibración, y de si registran las medidas continuamente. Teniendo en mente estos factores ha ido reemplazándose el termómetro de mercurio por el sensor termopar y el manómetro "McLeod" por el tensímetro de vapor, a pesar de que el "McLeod" continúa utilizándose como calibrador estándar de vacío para otros aparatos.

A. TEMPERATURA

Los termopares se calibran fácilmente y retienen su calibración, pero, deben estandarizarse periódicamente o siempre que se utilicen por primera vez, empleando baños de metales puros, o mezclas eutécticas, que tengan puntos de congelación en los siguientes niveles de temperatura: 293 °F para mezcla eutéctica, 449 °F para Sn, 520 °F para Bi, 621 °F para Pb. También en adición a los anteriores, el punto de congelación del agua puede usarse como estándar primario en la determinación de la curva de corrección de temperatura, la cual se traza a medida que el metal del baño se enfría y alcanza un tramo plano en cada caso, esto es, cuando la temperatura permanece constante por unos pocos minutos. Esto ocurrirá exactamente a la temperatura de congelación del baño considerado, para el cual su valor se conoce. La señal del aparato sensor se anota y se corrige si es necesario hacer la lectura precisa. La corrección es siempre el número de grados que tienen que ser añadidos o restados de la temperatura indicada para conseguir el valor correcto; así, si un termopar indica 450 °F, en el punto de congelación del estaño, la corrección será de menos 1 grado.

HUMECTACION PERMISIBLE PARA LOS FRACCIONADORES SARNIA MKII

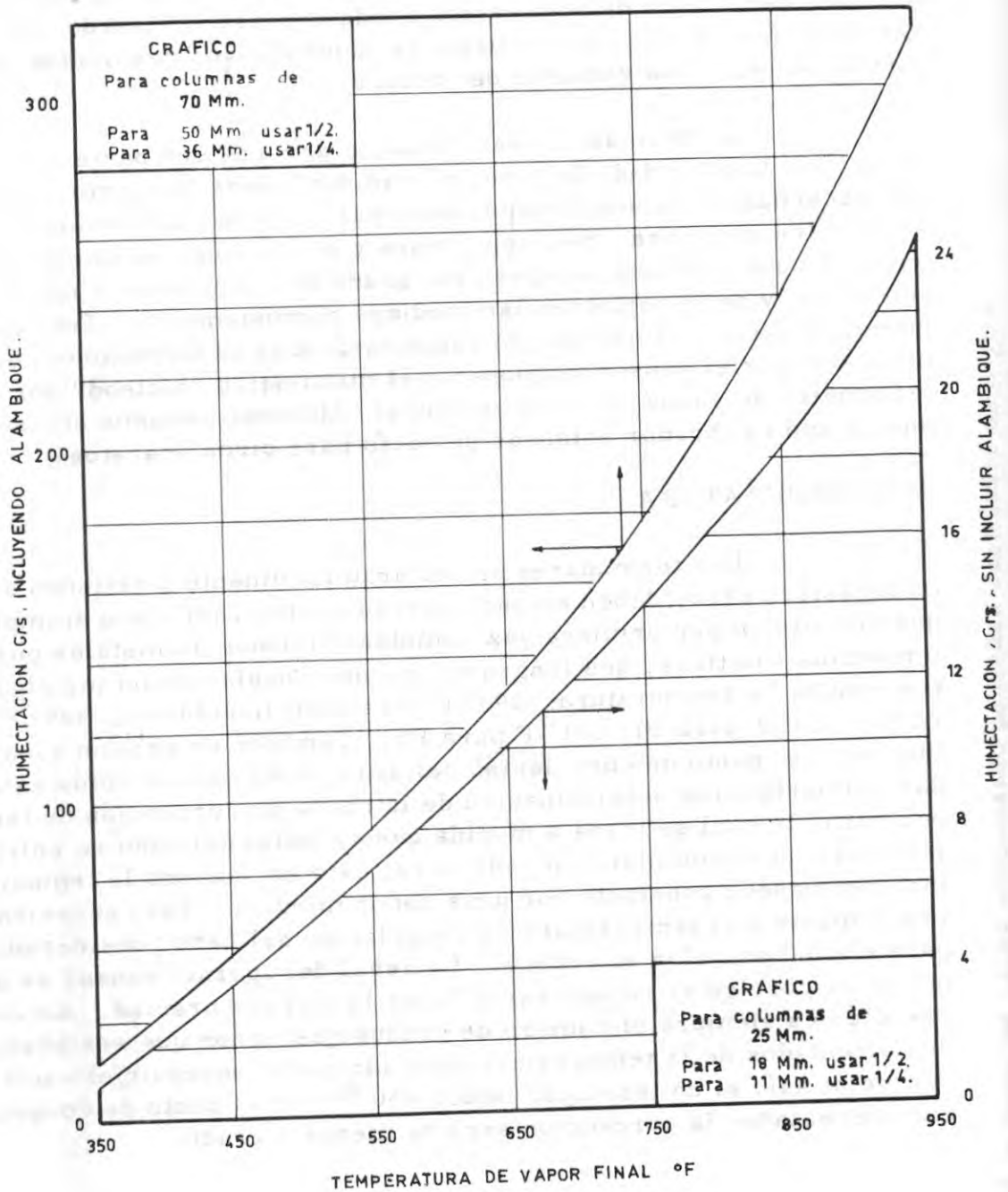


FIG 8-9

Una gráfica podría prepararse trazando la corrección que debe añadirse o restarse de cualquier temperatura observada.

"The National Bureau of Standar", indica que los termopares metálicos especialmente seleccionados tienen una precisión de $\pm 3^{\circ}\text{C}$. hasta temperaturas de 400°C , y $3/4\%$ a temperaturas más altas.

B. PRESION

La calibración del "McLeod" y del tensímetro de vapor es más difícil y consume más tiempo que la calibración de los sensores de temperatura, pero es necesario efectuarla pues las diferencias en rendimientos ocasionadas por errores en la precisión pueden ser muy grandes, aunque se cree que los errores se originan más bien por su manejo y no por los mismos instrumentos.

1. McLeod.- El manómetro "McLeod" es el estándar primario de presión aceptado puesto que puede calibrarse de sus propias dimensiones. Su precisión depende de la cuidadosa calibración que se le haya dado inicialmente, la cual no está sujeta a cambios. Sin embargo, se ha encontrado que la precisión de un manómetro "McLeod" es insatisfactoria cerca al límite inferior de la escala; por consiguiente, el instrumento no debe usarse para presiones inferiores al 10% de su calibración máxima. Esto indica que debe utilizarse un manómetro de rango apropiado para el tipo de trabajo que ha de realizarse.

El "McLeod" es un instrumento de compresión, y por lo tanto el vapor de agua y otros vapores condensables que frecuentemente existen en los crudos no deben estar presentes durante la medida; para ello es necesario eliminarlos, venteando previamente el sistema con aire seco o con nitrógeno, teniendo cuidado de utilizar trampas químicas o de congelación para conservar la calibración del aparato. Si se utiliza un instrumento de doble rango y las dos escalas concuerdan durante la medición, es una buena indicación de que el sistema está li-

bre de condensables puesto que la relación de compresión para cada rango es diferente.

2. Tensímetro.- La calibración de un tensímetro se basa en el establecimiento de una curva estándar de Vapor-Presión para el líquido a ser usado, en la forma que se describe a continuación por los ensayos realizados por "The Imperial Oil Ltd. Research Laboratories". En el procedimiento se comparan tres modelos de tensímetros, cargados con n-tetradecano, con cuatro manómetros "McLeod" estándar de dos rangos diferentes, para asegurarse de que no hay condensables. Cada "McLeod" utiliza su trampa de protección, la cual es mantenida a la temperatura del hielo seco. Para medir presiones mayores de 100 mm. de Hg. que están por encima del rango usual del "McLeod" se utiliza un manómetro de vacío, limpio y preparado cuidadosamente.

El termopar usado para indicar la temperatura de ebullición se calibra en baños estándares de temperatura en el punto de fusión del hielo, en el punto de ebullición del agua, y en el punto de fusión del estaño, para determinar así, las correcciones. Se usa para leer las señales del termopar, un potenciómetro de precisión, tal como el "Leeds & Northrup", Tipo K.

En la Tabla 8.7 se registran las observaciones primarias y en la Tabla 8.8a los datos de calibración del termopar, para el tramo plano solamente, realizados por la entidad antes mencionada. Todos estos valores se resumen en la Tabla 8.8b. El trazado de la Fig. 8.10 se efectuó con datos obtenidos mientras se estudiaba el diseño del modelo final D, a presiones por debajo de 1 mm. de Hg. abs., donde aún pequeñas caídas de presión interna son detectadas. La curva es casi una línea recta, demostrando la linealidad del instrumento a las presiones más bajas.

La precisión de un tensímetro es casi constante sobre todo el rango de presión, y no es tan buena como en un manómetro "McLeod" ideal, pero, es mucho mejor que la precisión normalmente obtenida con aparatos eléctricos y mecánicos y con

CALIBRACION DEL TENSIMETRO USANDO N - TETRADECANO

Manómetros McLeod			Tensímetros de vapor		
Rango 0 - 4 mm.		Rango 0 - 15 mm.	Temperatura Indicada	Tensímetro	
1	2	3	por el Termopar (a)	Número	
		4	mv	°F	
0,85	0,84	0,81	3,211	170,2	A
0,85	0,82	0,82	3,211	170,2	A
3,55	3,55	3,38	4,300	213,0	A
3,55	3,50	3,37	4,300	213,0	A
-	-	9,8	5,300	250,8	A
-	-	9,9	5,300	250,8	A
-	-	9,8	5,300	250,8	C
-	-	14,9	5,732	267	A
-	-	14,9	5,734	267	A
-	-	14,9	5,712	266	B
-	-	-	5,716	266	B
-	-	14,9	5,738	267	C
-	-	14,9	5,710	266	B
Manómetro de Vacío					
100 mm.			8,150	353	A
100 mm.			8,138	352,5	A
100 mm.			8,208	355	C
100 mm.			8,052	350	B
100 mm.			8,140	353	A
100 mm.			8,150	351	B
100 mm.			8,115	352	B
100 mm.			8,204	354,5	C

(a) Hierro - Constantan 32 ° F.

T A B L A 8. 8. a.

CALIBRACION DEL TERMOPAR USADO EN LOS TENSIMETROS

<u>Temperatura estándar</u>	<u>Temperatura indicada por el termopar</u>		<u>Corrección ° F</u>
	<u>mv</u>	<u>F</u>	
Hielo - agua 32 °F	0.000	32	0
Punto ebullición del agua 212 °F	4,280	212	0
Punto de congelación del esta- ño 449 °F	11,087	450,5	-1,5

T A B L A 8. 8. b.

RESUMEN DE LA CALIBRACION DEL TENSIMETRO USANDO N - TETRADECANO

<u>Presión mm. Hg.</u>	<u>Temperatura °F</u>
0,83	170
3,45	213
9,85	250,5
14,95	267,0
100,00	352,5

CALIBRACION DEL TENSIMETRO DE VAPOR MODELO D POR LA
 Curva de tensión de vapor vs. temperatura de vapor para el
 N-Tetradecano

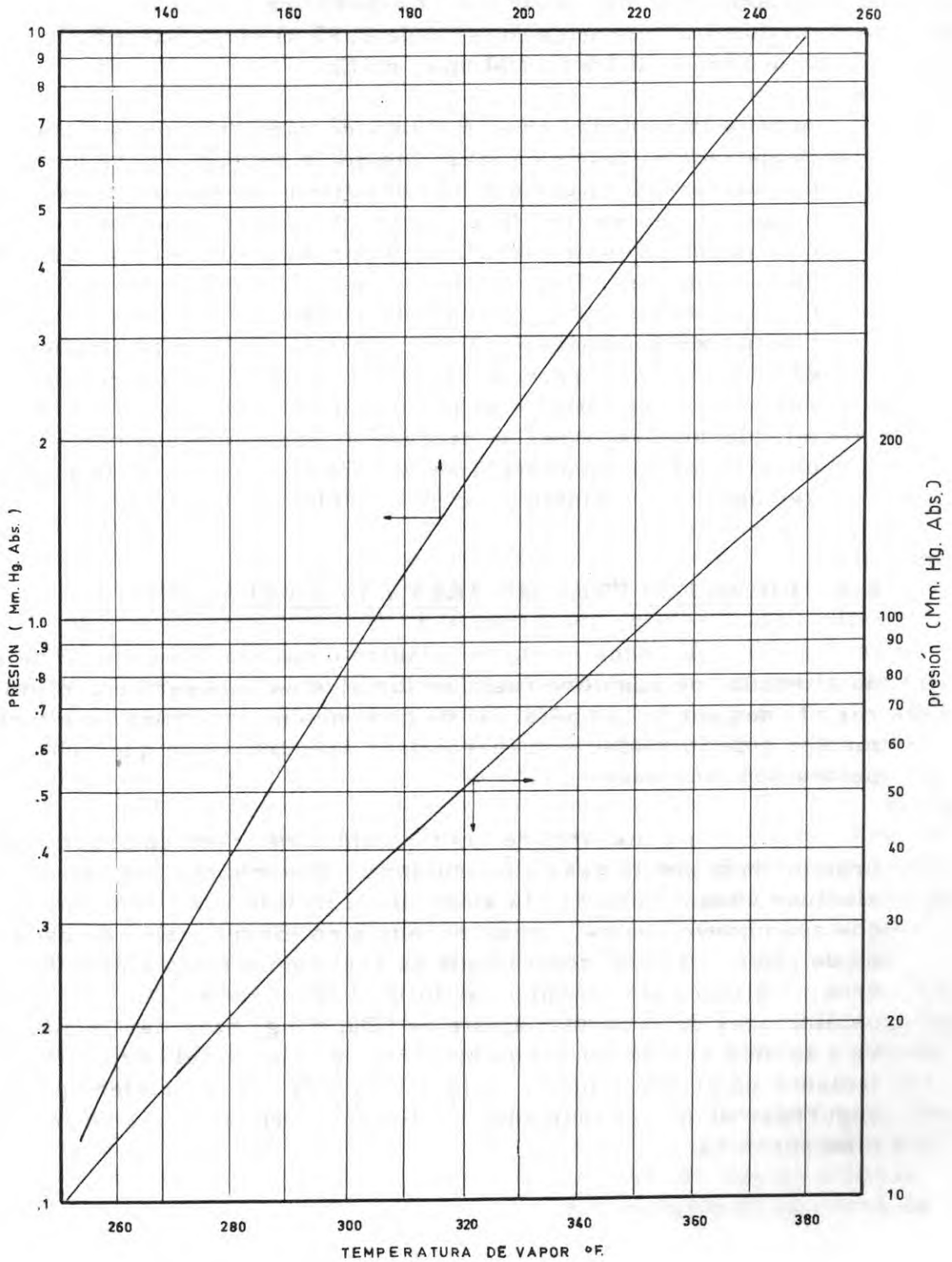


FIG 8-10

manómetros "McLeod" en usos de rutina. Generalmente suministra un error de presión de 2,5% al nivel útil más bajo, y se reduce al 1% en 100 mm. de Hg.

Aunque la humedad en el sistema de vapor no afecta durante la operación, deben evitarse las gotas de agua en las paredes del condensador, que durante el período de desuso del aparato pueden recogerse con el n-tetradecano, ocasionando ebullición errática en la operación, y perjudicando así, la exactitud de la medición. Por otra parte, la contaminación accidental del n-tetradecano con otros hidrocarburos, hace que la ebullición parezca jabonosa. Ambas condiciones son fácilmente reconocidas con un poco de experiencia. Para la corrección se descarga el aparato, y se enjuaga después con un poco de n-tetradecano; entonces se procede a cargarlo nuevamente con unos 10 ml. de material fresco. Esta operación debe repetirse cuando se cumplan unas 50 a 100 horas de servicio.

8.2. CHEQUEOS PRELIMINARES Y DE OPERACION

En cada nueva instalación o cuando la existente ha sido alterada, se requiere realizar los ajustes necesarios preliminares al chequeo de la operación de cada uno de los aparatos e instrumentos y de la unidad en general para asegurarse de que todas las partes son funcionales.

La mayoría de los instrumentos traen su propia calibración dada por la casa constructora. Sin embargo, es necesario efectuar chequeos de ajuste antes de su instalación y los reajustes que sean convenientes, según se indica en los manuales de cada uno de ellos. Así, el controlador de presión necesita ajuste de Ganancia óptima para máxima estabilidad del instrumento sin causar oscilaciones de la pluma; ajuste de "Damping" para dar la más suave y la más rápida acción de balanceo; y, ajuste del cero. El controlador de adiabaticidad requiere ajuste del "Zero Meter" para asegurarse de que el indicador se mueve sobre la escala en la dirección correcta.

Los chequeos y ajustes de operación que de ordinario se efectúan con el equipo considerado o toda la unidad en operación, tienen por objeto el predecir un funcionamiento correcto del equipo y el de familiarizarse con su uso. Los resultados obtenidos sirven para el establecimiento de condiciones de operación estándar. Los chequeos incluyen principalmente el chequeo y ajuste operacional de los instrumentos y el chequeo del sistema de vacío.

8.2.1. CHEQUEOS Y AJUSTES OPERACIONALES

Para realizar el chequeo y el ajuste operacional de la unidad total de destilación se han empleado cargas de crudos "Peñas Blancas" y "HCT", obteniéndose los resultados de operación y evaluación mostrados en las Tablas de los capítulos 9 y 11, para cada uno de ellos respectivamente. Las destilaciones se efectuaron a presión atmosférica y a 10 mm. de Hg. en el Fraccionador "15/5". Los fondos de esta destilación se utilizaron como carga al destilador "Hivac". El procedimiento utilizado es el mismo que el descrito en el Capítulo 9, que fue establecido por "The Subcommittee of Distillation Panel" para crudos que se destilan en fraccionadores Sarnia. Para la operación del destilador "Hivac" no existe actualmente un método normalizado; sin embargo, en el capítulo siguiente, se ha descrito un método para operación de este equipo, y en su chequeo y operación con los crudos mencionados se obtuvo una velocidad de extracción de destilado que varió en el rango de 200 a 1000 cc./hr. y un vacío máximo de 0,3 mm. de Hg. aunque, momentáneamente se obtuvo una presión de 0,1 mm. de Hg. en la destilación del crudo "HCT", leída con el manómetro Mcleod y con el controlador de presión. Este último se ajustó para operación desde 100 hasta 0,100 mm. Hg., mediante la aplicación del procedimiento descrito en el siguiente capítulo. El mismo procedimiento de ajuste se realizó para la operación del Fraccionador "15/5" operando a vacío de 10 mm. de Hg. La selección de los valores del "Span" y del Cero correspondientes a estos ajustes se realiza mediante las relaciones entre la temperatura y la fem., desarrollada por el calentamiento de la soldadura de un termopar, las cuales se han tabulado por "The National Bureau Standar" para una temperatura de referencia de 32 °F. Aparecen allí las temperaturas para las diferentes combinaciones de metales que se utilizan en los termopares, de tal manera que con la ayuda de la curva de

calibración del tensímetro de la Fig. 8.10 pueden obtenerse las temperaturas y milivoltajes correspondientes a la presión de operación del sistema, como se indica a continuación para los valores más utilizados con termopares de hierro-constantan :

<u>Presiones de Operación</u> mm. Hg.	<u>Temperatura</u> ° F	<u>Voltaje</u> mv.
100	353,5	9,59
10	251,0	6,45
5	225,5	5,67
1	175,5	4,17
0,2	133,0	2,90
0,1	115,0 *	2,38

* Por extrapolación.

Conocida la magnitud de la fem. a medir, se selecciona un rango apropiado de mv. del Transductor, con el límite inferior correspondiente al Ajuste del cero, y el límite superior igual a la suma algebraica del "Span" y el Ajuste del cero. Este rango debe proporcionar lecturas directas de la variable medida, esto es la presión, en las unidades correspondientes sobre la escala de lecturas que se ha graduado inicialmente para leer porcentajes de "Span", pero utilizando las siguientes ecuaciones para calcularse en ajuste de "Span" y de "Zero" que dé lecturas directas en mm. de Hg. :

$$\text{Ajuste de Span} = \frac{b - a}{B - A} \times 100 \text{ divisiones} \quad (8.3)$$

$$\text{Ajuste de Cero} = a - \frac{b - a}{B - A} \times A \quad (8.4)$$

Donde :

- a y b : Rango de milivoltaje del Transductor
- A y B : Rango de divisiones deseadas en la escala del registrador.

Para el rango de presiones de 100 a 1 mm. de Hg. el Transductor producirá una gama de milivoltaje de 9,59 a 4,17 mV. Por aplicación de las ecuaciones 8.3 y 8.4 se obtiene para la operación del Fraccionador "15/5" :

$$\text{Ajuste de Span} = \frac{9,59 - 4,17}{99} \times 100 = 5,47 \text{ mV.}$$

$$\text{Ajuste de Cero} = 4,17 - \frac{5,42 \times 1}{99} = 4,12 \text{ mV.}$$

Por el mismo procedimiento se han seleccionado los valores de 2 mV. para "Span" y 2,17 mV. para Ajuste de Cero, en la operación del destilador de alto vacío. Para este ajuste los valores leídos sobre la escala deben dividirse entre 100 para dar lecturas correctas en el rango de 1 a 0,1 mm. de Hg., valores para los cuales, se hizo la selección del "Span" y del "Cero".

Para los dos rangos de presión de operación seleccionados, es posible ajustar el instrumento para un punto de control igual a un valor intermedio comprendido entre 100 y 1 mm. de Hg. o entre 1 y 0,1 mm. de Hg. Se ha conseguido el mínimo de oscilaciones del indicador alrededor del punto de ajuste, regulando la abertura de la válvula de aguja en serie con la solenoide perteneciente al destilador que se opera.

Chequeos operacionales se realizaron sobre la operación del "Thermocap" y el Controlador de adiabaticidad. El primero de ellos, recibió chequeo de cambio de capacidad en el elemento sensor y chequeo de control de nivel del líquido para cerciorarse de que responde perfectamente a cualquier cambio de capacidad por acercamiento o alejamiento del nivel de líquido (variable controlada) al "Clip" fijado inicialmente 2 o 3 mm. por encima del nivel de mercurio en la rama izquierda del Barómetro de Control de Velocidad de Vapor. La aguja indicadora se fijó entre 5 y 7 mA; por medio de los ajustes fino y grueso del instrumento (Ver Fig. 5.5.f.). Se observó también que la luz piloto se apagaba al pasar la aguja indicadora por el punto de ajuste suspendiéndose entonces el suministro de potencia a la carga. Se logró controlar hasta una caída de presión promedia de 18 mm. de Hg. cuando se operaba a

10 mm. de Hg., reajustando el instrumento mediante el retroceso de la aguja indicadora 2 divisiones por cada 1 mm. de Hg. de caída de presión en el Fraccionador, sin que el controlador dejara de funcionar adecuadamente. Para la caída de presión máxima alcanzada (18 mm. de Hg.) la velocidad de extracción estuvo muy cerca al valor promedio, variable de 2.220 a 2.850 cc./hr. según Fig. 8.5., equivalente a aproximadamente 800 cc./20 min. (5% de la carga máxima).

El Controlador de Temperatura se operó para un ajuste del índice en + 10 °F, para el cual se mantuvieron "Deltas" de temperatura de -5 °F a + 15 °F, proporcionando por consiguiente, un control adecuado de la adiabaticidad. Con anterioridad se realizó un chequeo operacional para cerciorarse de que únicamente después de pasar la aguja indicadora por el punto de ajuste, se suspendía el calentamiento, apagándose por consiguiente, la luz piloto como una indicación de ello.

Para simular la ruptura del termopar, se movió el índice hasta el extremo superior de la escala, abriendo después el circuito del termopar con los mantos de compensación en servicio. El indicador se movió hasta alcanzar el índice, abriéndose automáticamente el circuito correspondiente. Las condiciones iniciales se restablecen entonces, conectando el termopar a su terminal adecuado y reajustando el índice en su punto de control apropiado.

De los datos de suministro de potencia a los calentadores, obtenidos en las corridas de ensayo, puede establecerse que el voltaje e intensidad aplicada a los calentadores del fraccionador y del destilador de alto vacío, varían de 140 a 190 V. (3,0 a 3,2 A) para el autotransformador AT-1; 120 a 200 V. (2 a 3,6 A) para el autotransformador AT-2; y 120 a 220 V. (3 a 4,6 A) para el autotransformador AT-3. Estos valores no corresponden a una cifra real, puesto que un chequeo efectuado para estos instrumentos, utilizando un amperímetro y voltímetro patrones, mostraron valores inferiores con diferencias mayores a medida que se aumentaba el voltaje nominal a causa de que los voltajes aplicados son inferiores a los especificados para el instrumento.

Otros chequeos efectuados demostraron que los sistemas de refrigeración producían el enfriamiento requerido en la unidad, pero, se tuvo el cuidado en la regulación de la velocidad de enfriamiento de los serpentines de los alambiques, abriendo ligeramente la válvula de comando a fin de evitar la vibración de los aparatos por la alta velocidad del fluido. Igual cuidado se puso en la válvula de comando en el secado con aire a 150 lbs. de presión.

Las bombas D-11 y D-6 suministraron líquido de refrigeración a suficiente velocidad y a temperatura promedio de 45 °F. Las trampas de hielo seco refrigeradas con mezcla de hielo seco y alcohol, suministraron enfriamiento hasta una temperatura media de -50 °F.

8.2.2. CHEQUEO DEL SISTEMA DE VACÍO

Es obvio que las precauciones que se tomen en la instalación de un sistema de vacío están en relación directa al vacío requerido, pero no obstante el mayor cuidado en el ensamble, pequeños ofinos escapes están presentes e influyen notoriamente en el vacío requerido y en el tiempo de evacuación.

Para el chequeo general del sistema de vacío se conecta directamente la bomba mecánica a la línea de entrada de un manómetro "McLeod", haciendo la conexión con el mínimo de uniones. Después de unos pocos minutos de evacuación, si la bomba es satisfactoria, el manómetro indicará una presión igual o inferior a 0,1 mm. de Hg. Si esto no ocurre y las conexiones se consideran adecuadas, debe cambiarse el aceite a la bomba y chequear la nuevamente. La bomba aceptada se instala en el sistema y deberá bajar la presión hasta 0,1 mm. de Hg., pues de lo contrario existen escapes que deben eliminarse, por medio de una buena limpieza y engrase de las uniones y grifos sin usar exceso o deficiencia de lubricante de sello, el cual debe quedar bien distribuido para que no forme burbujas.

Un sistema libre de escapes deberá mantener por lo menos una presión de 0,2 mm. de Hg. durante 5 minutos. Solo así puede asegurarse una condición de antepresión máxima para el

aprovechamiento adecuado de la bomba de difusión que se ha colocado en serie para vacío en el límite Millitorr (0,001 mm.).

La bomba mecánica (M-40-2030-B) suministra un vacío máximo de 0,03 mm. de Hg. cuando se conecta directamente al manómetro "McLeod"; pero, solo fue posible mantener la presión del sistema de destilación a alto vacío en un valor promedio de 0,45 mm. Hg., con la bomba de difusión funcionando para una antepresión de 0,4 mm. de Hg. La operación de destilación se inició aproximadamente a unos 0,1 mm. de Hg.; pero a medida que se incrementó la temperatura de los vapores, la presión también aumentó a valores cercanos a 0,9 mm. de Hg. Ello se debió a la falta de Condensador Primario, a los escapes en la unión "Female-male", y a la falta de un enfriamiento inferior a -50°C alcanzado con CO_2 -Acetona. También se recomienda utilizar aire líquido, el cual puede enfriar hasta el rango de -183 a -190°C .

Los chequeos operacionales para el Fraccionador "15/5" mostraron un vacío máximo de 3 mm. de Hg., satisfactorio si se considera que los fraccionadores se acostumbra trabajarlos en los niveles inferiores máximos de 10 a 1 mm. de Hg., y, cuando se utiliza para continuar la destilación, un destilador de alto vacío, se puede pasar directamente de destilación "15/5" a 10 mm. a destilación a alto vacío.

CAPITULO NOVENO

TECNICA DE OPERACION

Las diferencias en los procedimientos usados por los varios laboratorios en los ensayos de crudos o productos de craqueo catalítico, ha conducido a ambigüedades y diferencias en los resultados con la consecuente pérdida de tiempo. Un proceso para describir las técnicas de operación es necesario con el objeto de eliminar cualquier inconveniente.

"The Cracking Technical Committee" inicialmente describió un método aplicable a la destilación de productos de craqueo en los fraccionadores intermitentes "15/5". Posteriormente "The Distillation Panel" elaboró el método detallado de operación de estos fraccionadores para la destilación de crudos y sus productos, el cual ha sido utilizado para describir el funcionamiento del fraccionador Sarnia MK II de 50 mm. DI y 30 pulgs. de altura, con métodos adicionales para operación de algunos de los instrumentos.

Para el destilador de alto vacío "Hivac" Modelo C, la misma entidad está preparando la edición de un procedimiento de operación estándar; sin embargo, como se indicará posteriormente en este mismo capítulo se dispone del procedimiento que ha de utilizarse en el Laboratorio de la Refinería para operar la unidad de alto vacío "Hivac" de 25 mm. de DI, 12 litros de capacidad. Este equipo requiere como el fraccionador, un manejo adecuado por parte de un operador experto para obtener las ventajas de velocidad y repetibilidad.

La siguiente nomenclatura es utilizada en este capítulo con el fin de facilitar el manejo de cada uno de los instrumentos de medida y control de operación, la cual está referida en el diagrama que aparece en la contraportada :

PR : Controlador-Registrador de Presión
TR : Registrador de Temperatura
TC : Controlador Diferencial de Temperatura
CRR: Controlador de la Razón de Reflujo
CB : Controlador de Velocidad de Ebullición
AT-1, AT-2, AT-3 : Autotransformadores
A-1, A-2, A-3 : Amperímetros

Para los interruptores de cada uno de estos aparatos se les ha antepuesto una "S" a la notación anterior. Los termopares se han numerado como aparece en la sección sexta del capítulo Sexto.

9.1. PROCEDIMIENTO DE OPERACION ESTANDAR PARA EL FRACCIONADOR "15/5".

Para seguir un proceso uniforme, es necesario poner en consideración las aplicaciones que han de dársele al Fraccionador. Así, por ejemplo, cuando se aplica a la Evaluación de Crudos, o a otros procesos de Refinería, se utilizan procedimientos típicos especificados por algunos laboratorios y son disponibles como una guía.

La destilación "15/5" se realiza a presión atmosférica y a vacío a una razón de reflujo de 5:1. A presión atmosférica se retiran butanos, productos gaseosos livianos, e hidrocarburos líquidos (naftas) hasta una temperatura de vapor de 430 °F. aproximadamente, limitada por la temperatura de ebullición de la carga que no debe exceder de 600 °F. por más de 30 min. para evitar el craqueo. El Fraccionamiento de materiales que hierven a temperaturas de vapor superiores a los 430 °F, se realiza a presión reducida, en los niveles de presión estándar establecidos por los siguientes rangos de ebullición de la carga que tampoco debe exceder de 600 °F.:

Atmosférica : C4 hasta aproximadamente 500 °F AET.
100 mm. de Hg. : 400 hasta aproximadamente 650 °F AET.
10 mm. de Hg. : 550 hasta aproximadamente 800 °F AET.
1 mm. de Hg. : 700 hasta aproximadamente 950 °F AET.

Para operación a presiones intermedias no es aceptable la reducción gradual de la presión existente durante la destilación. Esta debe mantenerse constante durante la operación; de manera que para reducirla, es necesario dejar enfriar el equipo. Cuando se opera a presiones de 10 mm. de Hg. o mayores, la presión debe mantenerse dentro del límite de $\pm 1\%$, pero, cuando se trabaja a 1 mm. de Hg. el nivel es de $\pm 5\%$.

Los casos específicos dictaminarán la selección del nivel de presión, hasta el límite de 950 °F. AET. para la mayoría de los "Stocks" en el fraccionador actualmente disponible. La extensión a temperaturas equivalentes más altas no parece práctico con columnas empacadas, de modo que la unidad de alto vacío es necesaria para continuar la destilación hasta temperaturas equivalentes de 1.100 a 1.200 °F. Así, todas las fracciones que hierven entre butanos y cortes lubricantes livianos puede manejarse exitosamente en los fraccionadores "15/5", mientras que el destilador "Hivac" provee de fracciones pesadas.

El destilador preparado es cargado por peso. La separación de butano y pentano puede efectuarse de dos maneras, cualquiera de las cuales retiene por lo menos el 90% de los butanos y pentanos en sus respectivas fracciones. El cálculo de los resultados se especifica por el procedimiento seguido en el capítulo décimo.

La precisión del procedimiento no puede medirse a causa de las mezclas complicadas que están en consideración, y la estandarización es la alternativa, la cual requiere la apropiada calibración de los instrumentos de medida y de control.

Con una adecuada atención a detalles, la reproducibilidad por este método para muestras de productos líquidos totales (PLT) en 5 laboratorios, "The Imperial Oil Limited" suministró los siguientes límites :

0,5 VL % en el punto de corte de 430 °F.
0,9 VL % en el punto de corte de 650 °F.

Para el nivel 2 Sigma en el 95% de confianza.

Son necesarios posteriores programas de chequeo para fijar estos valores sobre bases más amplias.

En los trabajos de rutina de laboratorio, el tiempo es tan valioso que estudios del procedimiento han conducido a fijarlo en un valor regular de 8 hrs. para operación a presión atmosférica. La alta velocidad de operación ha hecho posible con adecuado equipo, controladores, accesorios, etc., y entrenamiento suficiente, establecer las siguientes limitaciones:

	Mínima Carga hrs.	Máxima Carga hrs.
Nafta hasta 95% de producto de cima	5	8
PLT a 650 °F. AET.	6	8
Alquilato detergente (100 mm. de operación)	12-14	-
"Cat.Feed" o gasóleo a 800 °F. AET.	18-24	-
Aceite crudo a 650 °F. AET.	-	8
Aceite crudo a 650 - 850 °F. AET.	-	12

Estos datos incluyen carga y cálculo para solamente la operación en un destilador.

En la destilación del crudo "HCT" de 27.0 API, realizada en el presente trabajo se gastaron aproximadamente 12 horas para máxima carga distribuidas así: preparación de la unidad 1 hora, calentamiento a presión atmosférica y a 10 mm. de Hg. 3 horas, destilación a presión atmosférica y a 10 mm. de Hg. 8 horas; que no concuerda con los tiempos estipulados por el método, lo cual es atribuible a la falta de experiencia en la manipulación del equipo y porque se trabajó con un valor en la velocidad de vapor (Boil-up), inferior al 75% del máximo permisible sin inundación.

9.1.1. MUESTREO

A. PRODUCTO LIQUIDO TOTAL

Este método de muestreo podría usarse para destilados estabilizados que tengan presiones de vapor menores de 15 lbs. para operación, deben usarse muestras frescas (tiempo inferior a 24 hrs.), para evitar la formación de gomas por materiales craqueados que pasan posteriormente a peróxidos explosivos; si se necesita almacenarlas es necesario inhibirlas con nitrógeno.

El muestreo puede realizarse de dos maneras :

1. USANDO REACTOR PARA MUESTRAS DE VAPOR.- Si la unidad de Refinería está equipada con un reactor para muestras de vapor, una porción del producto líquido enfriado podría tomarse continuamente por lo menos durante 8 hrs. y recogerse en un recipiente cerrado y sin presión, e inhibido con nitrógeno. Deben evitarse las muestras sucias. La muestra debe mantenerse fría por encima de su punto de fluidez, si va a usarse pronto; pero, si ha de almacenarse, debe guardarse sellada a una temperatura uniforme de 40^oF., para evitar cualquier exhalación y pérdida consecuente de los productos extremos livianos.
2. MEZCLAS DE LABORATORIO.- Si no se dispone de un reactor para muestreo, las muestras para cada chorro, exceptuando los gases, deben obtenerse de la unidad de Refinería y mezclarse en las proporciones de producción para efectuar la carga. Deben evitarse muestras sucias. Las muestras continuas podrían mezclarse, para cada corriente por un período de por lo menos 8 horas. Es necesario refrigerar las naftas livianas e inhibir todos los destilados. El porcentaje de volumen de cada corriente, producida por la unidad de Refinería, debe obtenerse para un período adecuado, usualmente de 8 horas o más.

La mezcla se hace directamente en el alambique del destilador como se describe en este Capítulo.

B. LIQUIDOS A PRESION

La técnica de presión se usa para destilados a presión y cargas similares, las cuales tienen una presión de vapor Reid, superior a 15 psi. Esto requiere recipientes de acero inoxidable con válvulas y accesorios inoxidables. Las puntas de inmersión son importantes y deben incorporarse para reducir la posibilidad de llenar completamente el recipiente. Se requiere también en ciertos tamaños, válvulas de seguridad o aparatos similares, de acuerdo a las normas de seguridad respecto a las técnicas de operación para manejo de recipientes a presión.

C. CRUDOS DE PETROLEO

Para contabilizar la variedad de situaciones normalmente encontradas, son necesarios procedimientos especiales. En la Refinería, las muestras de crudo se toman de las plantas de tratamiento inicial, de manera que este ya ha sido desalinado y deshidratado.

D. MUESTRAS MISCELANEAS

Bajo este título se agrupan las muestras que tienen una presión de vapor despreciable, algunas de las cuales son sólidas; por ejemplo, las corrientes independientes de Refinería como crudo reducido y ceras parafínicas. También se incluyen materiales especiales, tales como mezclas de alcoholes, ésteres, cetonas, etc.

Las precauciones corrientes para evitar pérdidas de vapor o asegurar homogeneidad son observadas a medida que el caso lo demande; por ejemplo, las muestras pesadas deben licuarse para su manejo. La estratificación particularmente de cera, agua, y sedimento, es frecuentemente la responsable de la falta de homogeneidad. Las muestras podrían calentarse para disolver la cera o a menudo los líquidos viscosos. No debe usarse calor local intenso en los recipientes metálicos porque puede causar craqueo en la película superficial y ocasionar incendio; mejor caliéntese la muestra en una cámara de vapor.

E. GENERAL

El sedimento y el agua deben separarse por decantación hasta donde sea posible, (excepto cuando están finamente suspendidos en una emulsión) pues estos pueden considerarse como parte de la carga. El agua en cantidades mayores que trazas puede removerse por destilación como se indicará posteriormente.

9.1.2. PREPARACION DE APARATOS

En la Fig. 5.1. y en el diagrama de la contraportada se muestra la colocación de las partes del Fraccionador. El destilador ha de limpiarse adecuadamente usando alcohol isopropílico, etílico, o acetona, y lubricarse todos los grifos y uniones fundamentales con un lubricante de alta temperatura tal como el compuesto "Dow-Corning-#11". Debe disponerse de una trampa, o su equivalente, previamente tarada y refrigerada con hielo seco con acetona o alcohol etílico, aunque el uso del alcohol isopropílico en vez de estos compuestos disminuiría el espumamiento del hielo seco. Se llena de nitrógeno la columna y las líneas de cima, desconectando el alambique y soplando nitrógeno por el fondo de la columna a través de un tapón apropiado, ventilando todas las aberturas convenientes incluyendo el receptor y la salida de la trampa. Se deja circular una corriente suave de nitrógeno por toda la columna mientras se está cargando el alambique; pero puede usarse dióxido de carbón o gas natural cuando no se disponga de nitrógeno.

Se debe disponer de recipientes de muestreo, pesados a la proximidad del gramo, incluyendo los tapones o corchos y las etiquetas atadas a ellos. En los recipientes escogidos para las fracciones de nafta y gasóleos, se coloca una apropiada cantidad de inhibidores de oxidación para evitar la formación de peróxidos. En cada etiqueta debe escribirse la fecha, el número de ensayo, los límites de temperatura de las fracciones, y las iniciales del operador. Los recipientes escogidos para naftas han de guardarse en el refrigerador.

Si se requiere análisis de gases, se necesita una medición precisa del gas desprendido; para ello se conecta a la línea de ventilación de la trampa de hielo seco, un balón plástico, evacuado. Conviene asegurarse de que parte del serpentín del condensador de la trampa, esté completamente sumergido en la mezcla refrigerante, tal como se indica en la recolección de gas. El balón debe ser de un tamaño adecuado para recibir el producto gaseoso total. Un tanque PVT es necesario para medidas precisas de volumen; pero, requiere un adecuado medio de muestreo. Usualmente una pipeta húmeda es utilizada para análisis en el espectrómetro de masas (GLPC) y en el análisis "Pod" que requieren muestras de 100 ml. y de 2 a 5 lits., respectivamente.

El registrador de temperatura ha de chequearse para estandarización, si no es equipado automáticamente. Se requiere que la calibración del Termopar medidor de la temperatura de vapor y el instrumento Registrador de Temperatura sea chequeada en el punto de fusión del estaño puro (449°F.) por lo menos semanalmente. También se recomienda chequear frecuentemente el instrumento de medida para cerciorarse del estado de la batería, del sistema de compensación y de la celda estándar de referencia.

9.1.3. CARGA DEL APARATO

Las cargas que han de procesarse en los destiladores Sarnia MK II se agrupan en dos clases en cuanto se refieren al método de carga y arranque de los equipos, aunque después de la remoción de gases el proceso sea el mismo. Las clases son:

- a. Cargas de amplio rango de ebullición.
- b. Cargas de estrecho rango de ebullición.

Pertenecen al primer grupo los Crudos y Productos líquidos, que tienen un rango de ebullición mayor de 500°F. y presiones de vapor inferiores a 14 psig, los cuales son difíciles de manejar por la presencia de gas, principalmente los destilados a presión. Usualmente comprenden el rango C_1 a $1.000^{\circ}\text{F. AET.}$

El segundo grupo incluye el material "Feedstock" el cual abarca alimentos de craqueo, alimentos de reforma y ma-

teriales similares, que tienen un rango de ebullición ASTM menor de 500 °F. El nivel absoluto de temperatura no es considerado, pero, se supone que no contienen butanos y más livianos. El material puede variar desde nafta hasta "Stock" para aceite lubricante.

Cuando se dispone de productos líquidos y "Feed-stock" muestreados en un reactor pueden cargarse al alambique de destilación por dos métodos diferentes: Uno gravimétrico y el otro de Vacío. Los crudos procesados en la Refinería, son líquidos y tienen presiones de vapor bajas, de tal manera, que están dentro de la clasificación de productos líquidos totales y pueden cargarse por cualquiera de los métodos. En el caso de muestras tomadas por mezclado en laboratorio, o de destilados a presión, deben seguirse procedimientos especiales como se describirá posteriormente.

Es necesario el bloqueo de nitrógeno, para todas las cargas que contengan material craqueado, para prevenir la formación de gomas y posterior peroxidación. En los productos naturales es también requerido para evitar la oxidación por parte de los sulfuros de nitrógeno y mercaptanos presentes en la carga.

Cuando se habla de nitrógeno de bloqueo, se hace referencia al gas libre de oxígeno, sustituible únicamente por el gas natural libre de oxígeno o por cualquier otro gas inerte.

A. MUESTRAS TOMADAS CON UN REACTOR

1. METODO GRAVIMETRICO.- Este método es usualmente utilizado cuando los alambiques de los destiladores son suficientemente pequeños de modo que puedan manejarse por el operador y cuando el análisis de gas no es de importancia primordial.

En primer lugar resulta conveniente para evitar contaminación de la carga por parte del equipo, soplar con nitrógeno la columna, condensador, receptor y trampa, para lo cual es necesario remover el alambique y cerrar cuidadosamente todas las salidas. Si la muestra es obtenida directamente de un reactor para muestras de vapor, la gravedad se determina a 60 °F. y se cal-

cula el peso de la carga requerida, que para el fraccionador de 50 mm. puede variar de 12 a 16 litros. Luego se pesa, esta cantidad con una tolerancia de 0,02% y se carga cuidadosamente el volumen deseado. Una vez que el alambique ha sido cargado se conecta al destilador, renovando antes el bloqueo con nitrógeno.

Se aplica calentamiento suave teniendo la válvula de reflujo cerrada y la trampa de hielo seco conectada al destilador, usando además una válvula de aguja entre la trampa y el colector de gas para mantener una presión positiva en el sistema y liberar el gas desprendido hacia el colector. El calentamiento se continúa hasta que sea evidente un reflujo activo sin inundamiento del empaque. Después de 5 minutos de condiciones estables, se toma la lectura de temperatura inicial de vapor. En este momento, se comienza la destilación a reflujo 5:1 y se continúa como se describe en la Sección 9.1.5.

2. METODO DE VACIO.- Esta alternativa de carga puede usarse cuando las muestras del reactor se dejan manipular a temperatura ambiente, o cuando su PVR es menor de 5 psi. Es útil para muchos crudos, productos líquidos y algunas naftas. También se emplea, particularmente para cargas grandes, demasiado pesadas, para las cuales se requiere mínima exposición al aire.

El destilador se evacúa hasta una presión de 1 mm. de Hg., medida por un manómetro atmosférico o con el barómetro, y se aísla la bomba. El vaso de muestra que contiene la carga se coloca cerca al destilador y se pesa con una balanza situada también cerca. Se conecta una manguera flexible provista de un grifo en la línea de carga del alambique y se descarga el otro extremo en el recipiente de muestra. La válvula de carga debe dejarse abierta hasta que la pérdida de peso en el recipiente de muestra indique que el volumen deseado ha sido transferido. Luego la válvula de carga ha de cerrarse y la manguera conectarse vaciando el contenido de esta en el recipiente de muestreo. El peso de la carga es determinado por la diferencia entre los pesos del recipiente de la muestra, antes y después de llenar el destilador.

Si el barómetro de control indica que el sistema no ha alcanzado aún la presión atmosférica, puede añadirse gas inerte y/o calor para elevar la presión del sistema. En este punto se abre la válvula de aguja que conecta la trampa de hielo seco con el colector de gas utilizada para mantener una pequeña presión superior a la atmosférica en el destilador y se continúa el calentamiento hasta que se obtenga reflujo activo. Después de 5 minutos de reflujo total en condiciones estables, se registra la temperatura inicial de los vapores. Se comienza la destilación a reflujo 5:1, y se continúa como se indica en la Sección 9.1.5.

B. MUESTRAS MEZCLADAS EN LABORATORIO

Si la carga ha de ser una mezcla de muestras procedentes de varias corrientes de refinería, puede procederse como sigue :

Se calientan las muestras más pesadas justamente hasta que se licúen y se enfrían las naftas por debajo de 40 °F. Se determina la gravedad específica de cada una a 60 °F y se calcula el peso correspondiente.

Empezando con el componente más pesado, pésese su masa calculada en el alambique correspondiente y añádanse y pésense las demás muestras calculadas hasta que inclusive la nafta liviana haya sido adicionada. Esta última debe verterse cuidadosamente, con un mínimo de agitación y en presencia de un gas inerte.

Conéctese el alambique y los mantos al destilador. Regístrense en la hoja de reporte los datos de mezcla y peso neto de carga, gravedad específica y volumen calculado de cada componente a 60 °F.; además la gravedad específica de la carga mezclada.

C. MUESTRAS A PRESION

Se emplea para destilados a presión con alta concentración de C₄ y livianos. Es un método difícil y complicado; por eso raramente se utiliza.

9.1.4. COLECCION DE GAS

Los hidrocarburos y vapores que pasan a través de la trampa, a presión atmosférica, y que se recogen como productos, forman la fracción gaseosa de la carga. Esta fracción exige cada vez que se vaya a realizar su análisis, que la trampa sea eficiente.

No se ha podido establecer actualmente la temperatura de corte para C₄-C₅; pero, debe ponerse cuidadosa atención a su determinación. En un destilador de 15 platos es difícil obtener una separación satisfactoria de estos compuestos cuando se encuentran en concentraciones menores del 5% y si se requieren datos precisos es recomendable realizar el análisis de gas en todas las fracciones que lo contienen, por ejemplo, del gas, del líquido en la trampa y de las fracciones destiladas más livianas. Los rendimientos pueden calcularse luego con gran precisión.

Cuando solo se requiere el valor del volumen, la cantidad del líquido recogido en la trampa se pesa, y se calcula el volumen mediante el conocimiento de la densidad del líquido. El contenido gaseoso es considerado como el volumen de gas que pasa por la trampa. Esta fracción puede tomarse del destilador mediante una fina válvula cónica de aguja y situada en un recipiente de acero inoxidable de tamaño apropiado completamente evacuado y exactamente calibrado.

Midiendo el aumento de presión en el recipiente y corrigiendo la temperatura puede calcularse el volumen de la muestra, por simple aplicación de las leyes de los gases, a 760 mm. de Hg. y 60 °F.

Se recomienda no usar tubos plásticos o balones de colección, cuando es alto el porcentaje de C₅ y materiales más pesados, particularmente benceno y tolueno, a causa de su acción disolvente; sin embargo, estas pueden utilizarse para gases, esencialmente C₄ y más livianos, por un período hasta de una hora.

9.1.5. DESTILACION

A. REMOCION DE GASES

En la destilación de hidrocarburos, el butano y más livianos que corresponden a la fracción gaseosa salen en el primer corte, casi siempre con algún contenido de C_5 ; pero, la mayoría de los productos más livianos que el C_4 pasan por la trampa de hielo seco dejando en ella una mezcla de C_4-C_5 . Esta mezcla puede separarse por dos métodos diferentes conocidos como método rápido y método directo.

1. METODO RAPIDO.- En este procedimiento el equipo se acopla para operación normal, revisando cuidadosamente todas las conexiones y asegurándose de que el destilador esté unido a la línea de venteo a través de la trampa de hielo seco, para lo cual se abre la válvula superior izquierda del tablero de control. Se recomienda utilizar la trampa de hielo seco que tiene el serpentín interior, la cual ha sido específicamente aplicada al Fraccionador "15/5", y no fue utilizada debido a que no se efectúa en el Laboratorio este tipo de separación; sin embargo, puede acoplarse cuando se desee si se dispone de los medios para realizar este ensayo.

El Controlador Diferencial de Temperatura "TCP", se pone en servicio accionando el interruptor "SCD". Se aplica voltaje al autotransformador AT-1, para mantener la temperatura de vapor igual a la temperatura de chaqueta, lo cual puede chequearse periódicamente comparando las temperaturas detectadas por los termopares Número 4 y Número 6. El control automático de la adiabaticidad se logra ajustando el índice del aparato en el cero de la escala. La aguja indicadora debe quedar a la izquierda del índice, posición para la cual la luz piloto debe permanecer encendida.

En ausencia del controlador diferencial de temperatura puede lograrse un control manual de adiabaticidad aplicando un voltaje correspondiente a cada temperatura de vapor de acuerdo a la relación indicada en la Fig. 9.1.

CURVA ESTANDARD DE CALEFACCION :

Ajuste de voltaje aproximado para mantos de calefacción de las columnas MKII., operadas bajo control manual.

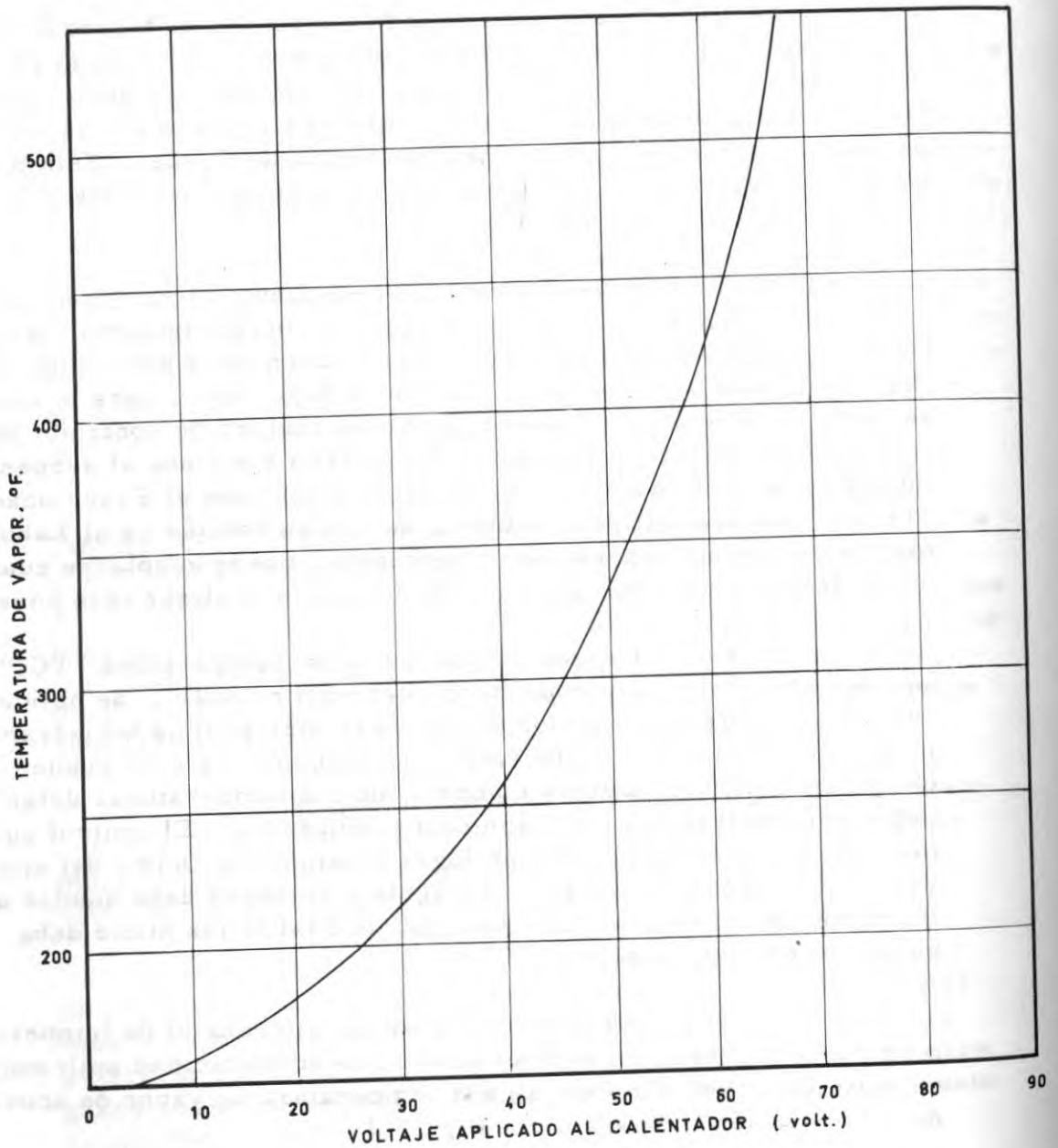


FIG 9-1

Se aplica 110 V. al autotransformador AT-2, por medio de su interruptor "SAT-2" y se recojen todos los vapores en la trampa fría. La temperatura del refrigerante en el condensador no debe ser mayor de 70° F.

Tan pronto como se observe reflujo en el condensador, se comienza la destilación en la forma como se describe en la Sección B. Cuando se obtenga una temperatura de vapor de 150 °F, debe desconectarse la trampa de hielo seco, y luego removerse y limpiarse dejando el destilador venteado a la atmósfera. La trampa y su contenido se pesa y se registra la medida como un peso burdo. La trampa se une directamente al Despojador-Destilador accesorio como se indica en la Fig. 9.2., utilizándola en este caso como alambique. El despojador está equipado con una trampa de hielo seco, para el caso en que haya de retenerse la fracción C₄ y requiere agua de condensación a una temperatura de 30 a 35 °F, para obtener una buena eficiencia. Se aplica calentamiento al frasco de la trampa a una potencia de 30 a 50 W, para un Despojador-Destilador de 11 mm. y de 60 a 100 W, para el Despojador-Destilador de 18 mm. Se deja refluir libremente y luego se chequea la temperatura de vapor hasta que alcance 65 °F., momento en el cual se suspende la destilación.

Los fondos del despojador se enfrían a 40 °F o menos, removiendo el manto y colocando debajo del alambique, un cubo con mezcla de agua-hielo. Se pesa el residuo y se vierte el contenido del alambique en el recipiente para el primer corte de nafta. La fracción de la trampa obtenida en la operación de despojo puede descartarse dejándola a la interperie en un lugar seguro en vez de derramarla o vaciarla en el sumidero o en un barril de desecho. La diferencia entre los pesos brutos, inicial y final, se considera como C₄ y más livianos, y debe registrarse en la hoja de informe con proximidad al gramo. Puede suponerse para el gas una gravedad específica de 0,600 para calcular su volumen.

2. METODO DIRECTO.- El método no requiere un Destilador= Despojador accesorio, pero, consume más tiempo, usualmente de 30 a 60 segs. adicionales dependiendo de la cantidad de gas. Los serpentines de enfriamiento del Condensador, Enfriador y Receptor de Líquido deben usar refrigerante adecuado, al menos a

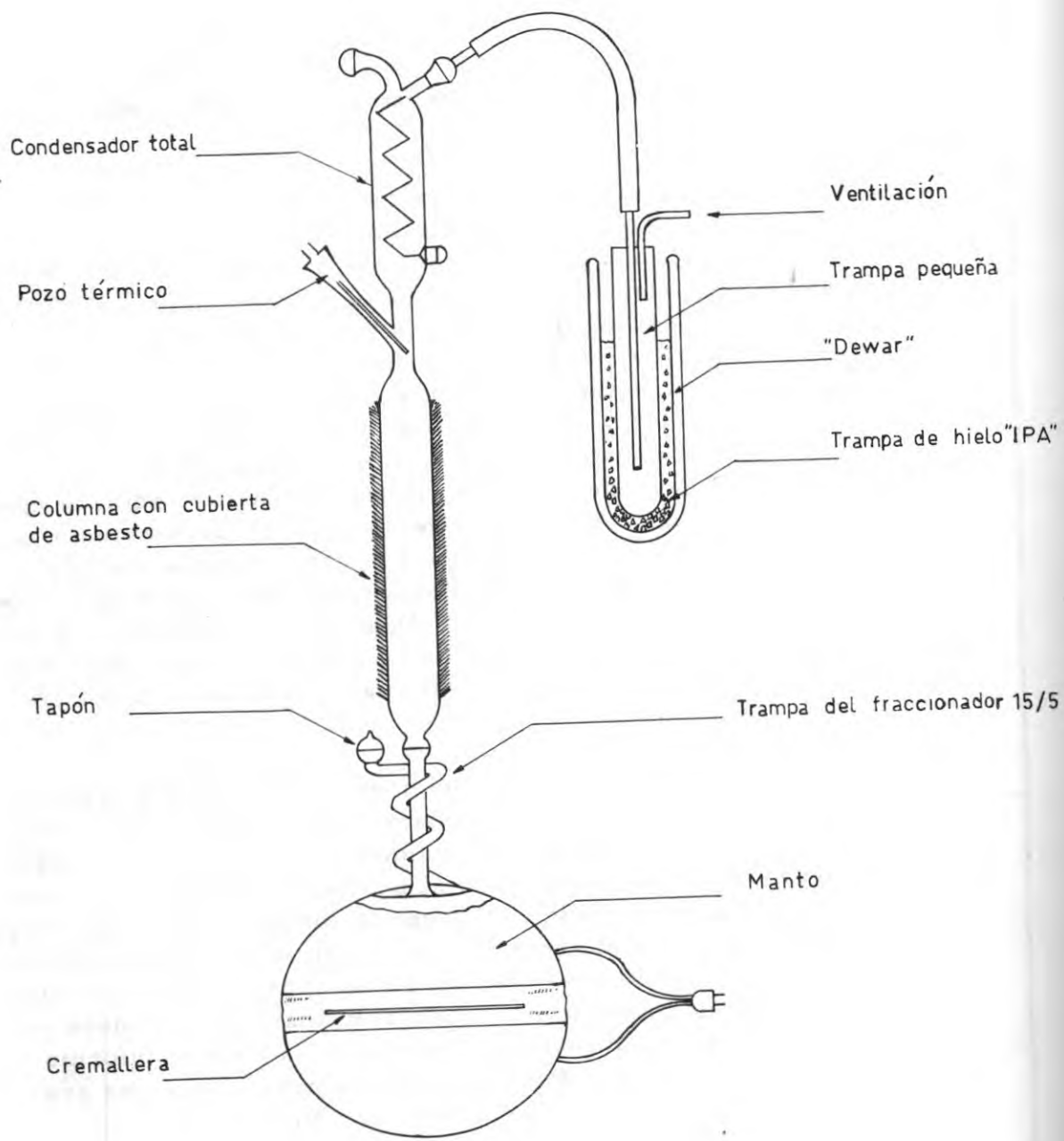


FIG. 9-2 DIAGRAMA DESTILADOR - DESPOJADOR

una temperatura cercana a 0 °F.

El calentamiento se obtiene aplicando aproximadamente 50 V. a los calentadores de la mitad inferior del alambique por medio del Autotransformador AT-2, de modo que la temperatura de la carga aumente muy lentamente hasta que empiece la evolución del gas. Si hay apreciable cantidad de C₃ y más livianos, se ajusta la entrada de calor para mantener un flujo estable de gas, pero sin que la presión de vapor de agua dentro del destilador sea superior a $\frac{1}{2}$ pulg. Puede utilizarse en este caso un manómetro de agua conectado a una "T" situada entre la cima del condensador y la trampa.

Una vez que empiece el reflujo de butano, la temperatura de vapor caerá rápidamente hasta un valor comprendido entre 10 y 30 °F. El destilador se deja a reflujo total por 15 min. y se empieza la recuperación de butano líquido a una razón de reflujo de 15:1. Debe observarse cuidadosamente la temperatura del vapor para que cuando alcance un valor de 65 °F. se ponga nuevamente el proceso a reflujo total durante 15 min. Al final de este período, se continúa la extracción a reflujo 15:1, y se hace nuevamente un corte en 65 °F. El líquido recuperado por encima de esta temperatura se considera como nafta y ha de retirarse a reflujo de 5:1.

B. DESTILACION DE FRACCIONES LIQUIDAS

1. ATMOSFERICA.- Se comienza la destilación a una razón de reflujo de 5:1, ajustando el "Timer" 5 segs. "ON" y 25 segs. "OFF"; sin embargo, como puede observarse en la Fig. 8.4, se necesita un reflujo nominal de 5,4:1 para obtener un reflujo actual de 5:1, lo cual se consigue graduando las agujas o manecillas del instrumento para 4 segs. "ON" y 22 segs. "OFF". Cuando se efectúa la destilación y aparecen gotas de agua en la cima de la columna, ocasionarán errores en la temperatura del vapor; por eso, cuando se observen trazas de agua, esta puede removerse operando a reflujo de 1:1 hasta que deje de aparecer. Si en la destilación el agua ha sido removida a una temperatura inferior a 100 °F. antes del siguiente punto de corte, simplemente se pesa

y se descarta. La destilación luego se continúa a reflujo 5:1. Si se han sobrepasado los puntos de corte o si el primer corte se realiza a una temperatura inferior a 100°F. después de la última traza de agua, debe suprimirse el calentamiento y enfriarse el residuo a una temperatura menor de 200°F. El agua ha de decantarse, pesarse y finalmente descartarse. Una vez que la fracción destilada esté completamente libre de agua, se regresa al fraccionador, conectando el fondo del receptor a la línea de carga del alambique y abriendo el grifo correspondiente. Se debe tener cuidado con los destilados volátiles que pueden hervir vigorosamente; en este caso, ha de enfriarse posteriormente el residuo.

Después de efectuar el reflujo anterior, se empieza nuevamente la destilación en la forma como se describe en la sección B. En este momento debe ponerse en servicio el Controlador de Velocidad de Vapores en la forma como se describe posteriormente.

En cada punto correspondiente a un múltiplo de 5 a 10 % VL se cierra el grifo de balanceo (Fig. 5.1), y se anota el tiempo con aproximación al minuto como también el número de la fracción. El líquido del receptor se recoge en el recipiente previamente preparado para la fracción nafta y las válvulas del fondo del receptor y de balanceo se regresan a su posición anterior. Se reporta la información pedida en el registro de destilación como se indica en la Tabla 9.1 para la destilación del crudo "HCT", 27.0 °API.

La presión atmosférica debe registrarse al principio y al final del ensayo, pues si difiere en más de 1% (8 mm.) de la presión atmosférica estándar (760 mm.) deben hacerse correcciones a la temperatura de vapor. Conviene trazar la curva de destilación durante la operación para juzgar sobre la estabilidad de las condiciones.

En cada punto de corte escogido ha de hacerse una observación, como se ha descrito antes. Cada destilado se drena en el recipiente apropiado, se completan los datos de las etiquetas; y finalmente se llevan al sitio de pesaje. Si ocurre un punto de

corte bastante cercano a un punto de observación regular, la última puede omitirse.

Cuando se ha obtenido la temperatura de vapor permisible a la presión atmosférica, el Controlador de Reflujo ha de retirarse de servicio como también todo el sistema de calefacción. Seguidamente se aplica agua o aire seco al serpentín de enfriamiento del alambique, abriendo lentamente la válvula de comando para evitar cualquier esfuerzo en la unión Alambique-Columna.

Los recipientes que contienen las fracciones de nafta son pesados para registrar su peso neto junto con las gravedades en la hoja de informe de destilación, como puede verse en la Tabla 11.4. para la destilación del crudo "HCT" 27,0 °API.

2. VACIO

a. Arranque Caliente.- Usualmente ocurre cuando la operación de vacío sigue inmediatamente al fraccionamiento atmosférico. El proceso requiere 30 minutos.

Durante el tiempo de enfriamiento, la válvula de ventilación, o aquella válvula colocada en la parte izquierda más alta del tablero de control se cierra. De las dos válvulas inferiores del mismo tablero, la más baja debe permanecer abierta para dar paso al vacío a través del tanque de compensación, después del calentamiento previo de la bomba mecánica.

Cuando la temperatura del residuo en el alambique ha descendido a un nivel comprendido entre 400 y 425° F.*, se suspende el enfriamiento del alambique teniendo especial precaución al secar el serpentín internamente, mediante flujo de aire seco. Los mantos se colocan nuevamente en un sitio y se aplica calor con un voltaje inferior en 5 V. al que fue usado en la fase final de la operación atmosférica. Debe obtenerse una presión de 100 mm.

* Esta temperatura se aplica específicamente a los productos líquidos promedios. Para otras cargas variará.

de Hg., medida con el manómetro "Mcleod", o el "Speedomax", como se indicará posteriormente. Debe tenerse cuidado de aproximarse muy lentamente al nivel de presión inferior deseado, sobretodo, para presiones menores de 150 mm. para evitar la inundación repentina de la columna y del condensador, ya que en este caso la carga hierve más fácilmente de lo que se espera. La presión en la cima debe mantenerse en el rango de 99 a 101 mm. de Hg.

b. Arranque en Frío.- Este procedimiento se aplica cuando las cargas son materiales de alto punto de ebullición que no contienen nafta. También se utiliza en trabajos que se han interrumpido por tiempos suficientemente largos para permitir el enfriamiento de la columna.

Se deja bajar la presión en el destilador hasta 100 mm. Hg. abs. ** y se pone en funcionamiento el Controlador Diferencial de Temperatura, ajustándolo en aproximadamente $+80^{\circ}\text{F}$ con el fin de ayudar el calentamiento de las partes de vidrio y obtener así un rápido equilibrio térmico. Cuando se utilice control manual puede aplicarse 110 V.

Se suministra la óptima cantidad de calor a la mitad inferior de la marmita, aplicando voltaje pleno a los calentadores por medio de los Autotransformadores AT-2 y AT-3, hasta que empiece la ebullición de la carga. Los arranques en frío usualmente necesitan de 1,0 a 1,5 horas, dependiendo del punto inicial de ebullición. Debe tenerse cuidado al calentar cargas sólidas, tales como ceras, ya que el fondo del alambique podría desubicarse por la vibración ocasionada por la expansión del líquido atrapado. Para evitar este inconveniente se precalienta la carga por un solo lado para suministrar una salida a la cera fundida.

** Si la temperatura inicial de vapor deseada "IVT", es superior a 650°F . AET., debe reducirse la presión a 10 mm. abs; y si es superior a 750°F . debe reducirse hasta 1 mm. de Hg.

Tan pronto como se observa un reflujo activo en la torre a la caída de presión normal, se ajusta el Burbujeador de Nitrógeno para que dé un flujo de 2 a 3 burbujas por segundo. La extracción se comienza a una razón de reflujo de 5:1, y en este punto el Controlador de Adiabaticidad ha de reajustarse para un punto de control de cero sobre la escala. Si se usa control manual de la adiabaticidad el calentamiento del manto de columna se reduce por medio del Autotransformador AT-1, hasta que las condiciones adiabáticas sean las requeridas. Si se espera un corte dentro del siguiente 10% destilado, ha de dejarse estabilizar la temperatura del vapor y continuarse la operación a reflujo total por 10 minutos. Luego puede empezarse la extracción. Se ajusta la velocidad del vapor por aumento del calentamiento del fondo de la marmita, aplicando al Autotransformador AT-2 una tensión tal que la caída de presión en la columna aumente muy lentamente. El Controlador de Ebullición se pone entonces en servicio, seleccionando el rango adecuado.

En cada múltiplo de 5 o 10 % destilado, han de registrarse el tiempo y el número de fracción, e inmediatamente después debe cerrarse la válvula de balanceo.

Debido a que la unidad está operando a vacío, el receptor debe aislarse del sistema y ponerse a la presión ambiente para la consiguiente remoción del producto. Esto se realiza girando 90° el grifo de doble paso indicado en la Fig. 5.1., de tal manera, que el aparato se comunique únicamente por la parte posterior con la atmósfera. El líquido del receptor se retira completamente recogéndolo en el recipiente previamente provisto para esta muestra.

El receptor debe evacuarse, antes de conectarlo al sistema hasta el mínimo nivel de presión del sistema en un tiempo, también mínimo y de la siguiente manera : se cierra la válvula superior del Adaptador de Vacío y el Grifo de doble paso del receptor se coloca en su posición original. Cuando la presión en el receptor sea de 100 mm. aproximadamente se vuelve a abrir la válvula del Adaptador de Vacío. El Grifo de Balanceo puede abrirse ahora, para continuar la recolección de producto en el receptor principal.

Tan pronto como la muestra ha sido retirada, se reporta la información pedida en el registro de destilación, tal como se indica en la Tabla 9.1., para la destilación del crudo "HCT", 27.0 °API, haciendo las correcciones a la temperatura del vapor, si la presión al principio y al final del ensayo difiere en 1% o más (1 mm.). La carta para convertir la temperatura del vapor corregida a temperatura atmosférica equivalente, puede encontrarse en la Fig. G-13 del Manual de Destilación Técnica de la ATC.

El receptor no debe descargarse hasta que no esté completamente lleno, excepto en los puntos de corte requeridos. Esto es ventajoso porque se aumenta la vida útil del lubricante de sello de las válvulas, y se ayuda a evitar los escapes.

La destilación se continúa manteniendo altas velocidades de extracción mediante el apropiado incremento de la caída de presión correspondiente al punto de ebullición atmosférico, siguiendo la relación que aparece en la Fig. 8.7, para lo cual se adiciona el voltaje necesario por medio de los autotransformadores, para suplir el incremento de la demanda de calor cada vez que se requiera.

Cuando la temperatura de ebullición de la carga alcanza un valor de 600 °F., debe suspenderse la acción del controlador de reflujo y discontinuarse todo calentamiento. Inmediatamente se suministra agua de refrigeración al serpentín del alambique y se retiran los mantos de compensación.

Si se ha conseguido el máximo punto de corte, puede procederse a suspender la destilación como se describe al final de esta sección.

Si se requieren cortes adicionales, debe enfriarse el contenido residual del alambique hasta una temperatura comprendida entre 400 y 500 °F. La experiencia indicará la cantidad de refrigerante requerida para evitar el enfriamiento excesivo, para que no se consuma mucho tiempo en el recalentamiento posterior.

Una vez enfriado el residuo se debe restablecer la presión atmosférica usando gas inerte. No debe olvidarse la lubricación de todos los grifos sin usar excesiva cantidad de grasa.

La presión se reduce hasta alcanzar $10 \text{ mm.} \pm 0.1$ mm., poniendo atención a su medida que se efectúa con el manómetro "McLeod", o con el Registrador-Controlador de Presión.

Cuando el arranque se realiza para un sistema caliente, se aplica calor mediante las resistencias del manto inferior del alambique, que reciben en este caso un voltaje de unos 5 V. menos del correspondiente utilizado en la última fase de la destilación a 100 mm. de Hg.; pero, cuando se arranca en frío debe aplicarse voltaje total hasta que empiece el reflujo, y luego un voltaje igual al previamente requerido, aunque disminuido en 5 V. como para el arranque caliente. (Véase procedimiento de arranque en frío). En cualquiera de los casos, el calor de la chaqueta se reduce hasta un valor de equilibrio apenas aparezca reflujo en el condensador. El Controlador de "Boil-up" no debe ajustarse en este momento, pues se requiere aproximadamente una caída de 12 a 14 mm. de Hg. que corresponde de 6 a 7 mm./pie de empaque, para cargas promedias según se indica en la Fig. 8.7.

Se continúa la extracción de destilado a razón de reflujo 5:1 tan pronto como se haya logrado estabilizar el reflujo; pero, si se espera un corte dentro del siguiente 10% recobrado, debe colocarse el destilador a reflujo total hasta que la temperatura del vapor caiga a un valor mínimo estable. A partir de este momento, se continúa a reflujo total por 10 minutos, después de los cuales, se empieza la extracción de destilado. Se ajusta el controlador de ebullición y se recogen los cortes en la forma descrita para operación a vacío.

Cuando la temperatura de la carga residual en el alambique, alcanza un valor de 600°F. , es muy posible el craqueo; pero, si solo falta por remover un pequeño porcentaje, la destilación puede continuarse sin interrupción hasta el límite máximo de 625°F. , excepto, en los casos en que se conozca la estabilidad de la carga al calor. Si se ha conseguido en esta

forma el último corte, se suspende la destilación apagando todos los calentadores y se admite agua al serpentín de enfriamiento del alambique. El manto compensador del alambique puede retirarse cuidadosamente para ayudar al enfriamiento.

Si es necesario continuar la destilación, se consigue la presión atmosférica en el sistema soplando gas inerte. Luego se engrasan todos los grifos y uniones, a excepción de la unión de la cima y fondo de la columna que no necesitan nuevo engrase y pueden sellarse con mayores ventajas aplicando cemento "Khotinsky".

Cuando la temperatura del líquido ha descendido hasta un valor comprendido en el rango de 500 a 550 °F., se disminuye cuidadosamente la presión hasta 1 mm. de Hg. y se mantiene estable dentro de una variación de ± 0.01 mm. Se comienza la destilación como se describió antes, poniendo particular atención a la uniformidad de la presión y estabilidad de temperatura durante el ensayo.

Inmediatamente se alcance una temperatura de 660 °F. o ligeramente superior en casos especiales, la destilación se suspende definitivamente, interrumpiendo todo calentamiento, pero teniendo cuidado de no admitir aire.

Se determina el peso y la gravedad de cada una de las fracciones de gasóleos y los resultados se registran en el informe de destilación tal como se muestra en la Tabla 11.4. para la destilación del crudo "HCT", 27.0 °API.

Cuando el residuo del alambique se ha enfriado hasta una temperatura de 350 °F., se ventila el destilador con gas inerte. El alambique se desconecta y se pesa para calcular el peso neto de la carga. La gravedad específica se determina y los resultados se llevan a la hoja de informe. El residuo debe recogerse en un recipiente apropiado para posteriormente cargarlo al alambique del destilador de alto vacío "Hivac", si es que la destilación ha de continuarse.

La tolerancia para el líquido remanente en la torre, conocida más bien como humectación, puede tenerse en cuenta y llevarse a la hoja de informe como una fracción de peso, determinada utilizando la Fig. 8.9. La gravedad de esta fracción puede suponerse en base a una inspección sobre las últimas fracciones; sin embargo, el método más preciso sería efectuar el proceso por medio del cual se ha construido la Fig., esto es, efectuando una corrida de lavado, cargando el destilador con una pequeña cantidad de solvente volátil apropiado, y luego despojando el solvente en una pequeña unidad de Laboratorio; así, podría obtenerse la humectación completamente, y reportarse separadamente.

C. OPERACION DE INSTRUMENTOS Y EQUIPO ACCESORIO

1. CONTROLADOR DE VELOCIDAD DE VAPOR "BOIL-UP".-

La operación del control de velocidad del vapor se realiza en primer lugar ajustando manualmente el voltaje aplicado a los calentadores del manto, por medio de los autotransformadores correspondientes con el objeto de producir el máximo "Boil-up" de vapor en el nivel de la presión de operación. Los reajustes del aparato de control luego se van realizando a medida que aumenta la caída de presión en la columna por aumento en la temperatura del vapor. La caída inicial de presión es de 2 a 3 mm. de Hg. y llega a aumentar hasta 13 mm. para el corte de 430 °F. AET.

La Fig. 8.7. puede utilizarse para calcular la caída de presión correspondiente a un máximo "Boil-up", en diferentes niveles de temperatura AET. El nitrógeno debe suministrarse al Burbujeador a una velocidad de 2 a 3 burbujas/seg. para este tipo de fraccionadores con el fin de eliminar lecturas imprecisas en el Barómetro de Control. Tales imprecisiones pueden resultar por condensación en la línea que une el alambique con el barómetro.

Cuando se destila a presión atmosférica, la velocidad de extracción de destilado, "Take-off", debe mantenerse en el rango de 2.220 - 2.850 cc./hr., como puede verse en la Fig. 8.5., liberando aproximadamente 800 ml. cada 20 minutos (5% de la carga máxima) para este tipo de fraccionador. Esta velo-

cidad se logra de la siguiente manera : El "Thermocap" se pone en servicio mediante el interruptor "SCB" y luego el "Switch", localizado en la parte izquierda del mismo, se coloca en su posición central. El "Clip" del barómetro de control se coloca 2 o 3 mm. por encima del nivel de mercurio sobre la rama más alta. El voltaje aplicado a la resistencia inferior del manto de calentamiento se regula a través del Autotransformador AT-3, y se controla por el "Thermocap" con su "switch" en la posición izquierda. El calentamiento ha de incrementarse paulatinamente hasta que la caída de presión aumente lentamente.

Cuando se logran las condiciones de velocidad deseadas, es cuando el instrumento Controlador de "Boil-up" se pone en servicio mediante el acondicionamiento de los ajustes correspondientes, de tal manera que el relevo del aparato quede a punto de abrirse y la luz piloto esté encendida. Esto ocurrirá aproximadamente en 5 mA. sobre el dial del aparato. Cuando durante el calentamiento la presión, y por ende la caída de presión en la columna, sufren un leve aumento a causa de las mayores temperaturas que se producen por la ebullición del líquido en el alambique, el nivel del mercurio en la rama del Barómetro sube y alcanza el "Clip", sensibilizándolo; este transmite su señal capacitiva que impresionará el relevo del "Thermocap", suspendiéndose por lo tanto, el suministro de energía al Autotransformador AT-3 que es el que alimenta el circuito inferior del manto de calentamiento del alambique como puede observarse en la Fig. 6.6. Cuando acontece un leve descenso en el nivel de mercurio, el "Clip" se desensibiliza, y el relevo del "Thermocap" cierra el circuito de calentamiento del fondo del alambique. El ciclo se repite de la misma manera, controlándose en esta forma el calentamiento de la carga del alambique, y no debe exceder en más de 1 mm. de caída de presión.

Para mantener el control de la velocidad del vapor a medida que aumenta la caída de presión con la temperatura, se ajusta el instrumento continuamente en lugar de estar cambiando la posición del "Clip" sensor. El ajuste se efectúa retrocediendo la aguja indicadora dos divisiones por cada aumento en 1 mm. de la caída de presión.

La destilación continúa sin interrupción por cualquiera de los métodos de arranque, efectuando ocasionales ajustes del Controlador, y aplicando voltajes extras al circuito de fondo de la marmita, por aumento en las pérdidas de calor que pueden ocurrir, especialmente alrededor del cuello del alambique. Para destiladores operados con control manual de velocidad, solo pueden obtenerse altas velocidades de extracción si se vigila constantemente la caída de presión.

El ajuste del "Thermocap" se realiza en idéntica forma para las presiones de operación de 100, 10 y 7 mm. de Hg., una vez que se ha conseguido en cada uno de estos niveles la máxima velocidad de "Take-off", permisible. Estas velocidades para un fraccionador de 50 mm. son respectivamente: 1150 - 1450 cc./hr., 530 - 700 cc./hr., y 225 - 342 cc./hr. Es posible obtener cortes de destilado en volúmenes de 800 cc. en un tiempo de 40, 90 y 135 minutos a estas mismas presiones y para el mismo fraccionador como puede observarse en la gráfica 8.7. Las caídas de presión en el empaque deben variar-se en los rangos aproximados de 15 a 17 mm. de Hg. para 100 mm. de Hg.; 17 - 18, para 10 mm. de Hg.; y, de 18 - 20, para 1 mm. de Hg.

2. CONTROLADOR-REGISTRADOR DE PRESION.- En la sección 8.2.1. se han seleccionado los ajustes de "Span" y de "Zero", para la lectura directa de la presión de operación del Fraccionador "15/5" en el intervalo de 100 a 1 mm. de Hg., y de 1 a 0,1 mm. de Hg. para el destilador de alto vacío; aunque los valores que se lean en el segundo intervalo deben dividirse entre cien para obtener el valor real.

Los siguientes procedimientos permiten ajustar el aparato para un grado de expansión "Span" de 5,47 mV. y un valor del "Zero" de 4,12 mV., obtenidos para el primer intervalo. Igualmente, se indica la forma de ajuste cuando se ha de trabajar con el destilador de alto vacío para ajustes de "Span" y del "Zero" iguales a 2 y 2,17 mV., respectivamente, en el segundo intervalo.

Puede notarse que cada revolución completa del cuadrante "Zero-MV" en la Fig. 5.5.c., representa 1 mV.; y que cada división sobre la porción calibrada del Dial representa 0,01 mV.

a. Ajuste del Grado de Expansión, "Span".- El Switch "ADD to ZERO", se gira hasta un valor justamente inferior al "Span" requerido : 0 mV. para "Span" de 5,47 mV. La clavija del cuadrante "ZERO-MV.", se libera y, se ajusta el cuadrante en el valor del "Span" requerido : 5,47 mV. La clavija debe sujetarse después del ajuste del cuadrante.

Posteriormente, la porción exterior de la doble perilla del "Span MV", se gira al valor superior más cercano del "Span" requerido : 10 mV. para el "Span" 5,47 mV. La clavija "Zero" se sostiene en la posición "Cal Span", y comenzando a partir del límite contrahorario, se gira la perilla roja del "Span MV" en sentido horario para reducir el "Span" hasta que el indicador del registrador marque 100 sobre la escala. Esto completa el ajuste del "Span" para una destilación a cualquier presión comprendida en el rango de 1 a 100 mm. Hg.

Cuando se vaya a trabajar con el destilador de alto vacío, el ajuste del "Span" se realiza girando la perilla roja del "Knob Span MV" hasta su límite contrahorario y ajustando la perilla exterior en el valor del "Span" requerido, que para este caso es de 2 mV.

b. Ajuste del Cero.- A consecuencia de que el ajuste requerido para la elevación o supresión del "Cero" encierra únicamente el ajuste de dos perillas calibradas, la posición de la clavija "Zero" no tiene ningún significado, excepto que el elemento primario no es conectado al circuito medidor registrador cuando la clavija "Zero" está en la posición "Cal Span".

Para hacer el ajuste del "Cero" puede procederse como sigue : Se determina a partir del rango deseado, la supresión o elevación del Cero. Este es siempre el valor numérico correspondiente al extremo inferior del rango, o sea de la parte izquierda; por ejemplo, para la destilación a 10 mm. de Hg., se ha seleccionado el rango de 4,12 a 9,59 mV., lo cual requiere

re una supresión del Cero igual a 4,12 mV.

El Switch "ADD to ZERO" se gira hasta un valor justamente por debajo del valor de la elevación o supresión requerida: 0 mV para la elevación de 4,12 mV. La clavija del cuadrante "Zero MV" se libera y se ajusta este cuadrante para el balanceo de la elevación o supresión del "Cero" requerido: 4,12 mV.

Si el rango deseado tiene una elevación del Cero, la clavija "Zero" se coloca en la posición "Zero-" (Cero-menos); pero si el rango deseado tiene supresión del cero, la clavija se coloca en la posición "Zero +" (cero más).

Con este ajuste el Controlador de Presión queda listo para operación a cualquier valor de presión comprendido en el rango de 1 a 100 mm. Hg., con solo ajustar el punto de control en el valor deseado.

La refrigeración del tensímetro se pone luego en funcionamiento mediante la Bomba D-6, empleando el circuito correspondiente indicado en la Fig. 6.10. Al colocar la bomba en operación debe cebarse; para esto, resulta cómodo conectar su salida a la línea de vacío auxiliar, localizada cerca al Fraccionador. El calentamiento del Tensímetro se suministra a través de un manto calentador. Cuando la presión indicada por el Registrador sea inferior a 100 mm. de Hg., el punto de control debe ajustarse en 10 mm. de Hg.

Debe lograrse mantener una pequeña variación de la presión; por ejemplo, en el rango de 9,9 - 10,1 mm. de Hg. por manipulación de la válvula de aguja colocada en serie con la solenoide. La válvula de ventilación correspondiente debe permanecer cerrada (Ver Fig.6.9.) . Debe tenerse cuidado de colocar la clavija del interruptor (situado en la parte lateral izquierda de la consola cerca al tensímetro) en la posición adecuada con el fin de poner en servicio la válvula solenoide. Esto puede comprobarse al escucharse un "clic" producido cuando el indicador pasa por el punto de ajuste, durante su desplazamiento hacia el extremo izquierdo de la escala.

Para destilación a alto vacío, se utiliza el mismo procedimiento de ajuste para el Controlador, en un valor de "Zero" igual a 2,17 mV y un "Span" de DMV. El punto de control se ajusta en la división 20 sobre la escala, que es equivalente a 0,200 mm. de Hg., y debe mantenerse para una variación de 19 a 21 divisiones, mediante una adecuada regulación de la válvula de aguja de la parte inferior derecha del tablero; la válvula de ventilación para este destilador, localizada inmediatamente por encima de la anterior, debe permanecer cerrada (Ver Fig. 6.9). Para este caso debe cambiarse de posición la clavija del interruptor antes aludido, para que la válvula solenoide del destilador "Hivac" quede en servicio.

3. CONTROLADOR DIFERENCIAL DE TEMPERATURA.- El control automático de la adiabaticidad se logra ajustando el índice del aparato en el Cero de la escala como puede observarse en la Fig. 5.5.d. Este índice da el valor deseado y la exactitud de la diferencia que se requiere controlar. La aguja indicadora debe quedar a la izquierda del índice, permaneciendo encendida la luz piloto. Al alcanzar la aguja indicadora la posición del índice de ajuste o valor deseado, la luz piloto debe apagarse.

4. MANOMETRO "MCLEOD".- Aunque la presión se mide automáticamente con el "Speedomax" se ha incluido el manómetro "Mcleod" para lecturas manuales por debajo de 12 mm. de Hg. en el Fraccionador "15/5" y en el Destilador de Alto Vacío, por acondicionamiento de este a cada uno de ellos por medio de las válvulas correspondientes. El procedimiento de operación es el siguiente: Con la válvula superior cerrada, se evacúa el aparato mediante la Bomba Auxiliar de Vacío a través de la válvula del recipiente de mercurio, la cual ha de abrirse lentamente para evitar cualquier fluctuación o salto brusco de este. Una vez que se ha evacuado el aparato, la válvula superior se abre lentamente porque si el sistema principal no ha sido evacuado suficientemente, se volverán a producir las citadas fluctuaciones y la válvula debe cerrarse. Para efectuar la medición una vez que se ha estabilizado el aparato se va cerrando lentamente la válvula del recipiente de mercurio, de modo que la bomba auxiliar puede quedar fuera de servicio. Luego se va introduciendo aire atmosférico al aparato a través de la conexión lateral

de la válvula. El mercurio subirá por la rama anterior hasta la bola superior del aparato, y se refluirá por el tubo posterior, cuando se suministre nuevamente vacío mediante la bomba auxiliar una vez que se ha hecho la lectura. Esta debe efectuarse en las ramas laterales una vez que el mercurio ha dejado de ascender en el tubo anterior, y lo haya llenado completamente hasta la entrada a la bola superior, la cual debe estar completamente vacía para realizar la medición. Después de efectuar la lectura, el mercurio puede hacerse descender a su depósito inferior. La manipulación de las válvulas debe hacerse cuidadosamente, especialmente cuando se hacen las mediciones, y/o cuando se desea quitar el vacío al sistema. En este último caso antes de admitir aire a la columna o al "Hivac", debe aislarse el aparato por sus dos válvulas. La bomba auxiliar se apaga y se admite lentamente aire al sistema, para conseguir la presión atmosférica y evitar saltos bruscos del mercurio.

D. LIMPIEZA

Puede aprovecharse esta operación para determinar el Grado de la Humectación de manera exacta cuando se desea limpiar el destilador, como sigue :

1. ENJUAGADO RAPIDO.- Se utiliza cuando se han hecho una serie de corridas similares. El tiempo requerido es de 15 minutos y la operación se realiza conectando al fondo de la columna, una línea de vacío (provista de un frasco con trampa de succión), por medio de un tapón de neopreno con un solo obturador. Se aplica succión a través del brazo lateral y se cierra la salida superior del condensador, pero dejando todos los grifos o válvulas de paso abiertas. Se debe colocar debajo del receptor y en contacto con el extremo inferior de este, un recipiente que contenga un solvente clorado, preferiblemente Tricloroetileno. El aceite es transportado a través del receptor y línea de extracción hasta llegar a la línea de succión de la trampa después de lavar la columna. Se continúa la limpieza enjuagando con acetona o alcohol, y finalmente la columna se seca soplando con aire por un tiempo adecuado, pero sin interrumpir la succión. El líquido de lavado se retiene en el frasco de succión para determinar la humectación.

2. CORRIDA DE LAVADO.- Este procedimiento se utiliza cuando es necesario una limpieza muy rigurosa, la cual puede efectuarse en una hora o menos. Además puede realizarse al mismo tiempo una calibración exacta de la temperatura de vapor.

El destilador se carga con la mitad de su carga mínima recomendable con un solvente apropiado. Puede usarse Tricloroetileno, aunque es más adecuado el tolueno grado de nitración, porque se puede realizar al mismo tiempo el chequeo del registrador de temperatura y del termopar.

Se aplica calentamiento total a la resistencia inferior del manto de calentamiento del alambique, y se pone el destilador a reflujo total durante 15 minutos. Posteriormente se recoge en los receptores un volumen de 10 a 20% de destilado. Si se usa tolueno, la temperatura en el registrador podría indicar 231,5^o F. a 760 mm. de Hg., pues de otra manera, es recomendable una corrección de esta temperatura por calibración como se indica en la Sección 8.1.6.

El calentamiento del destilador se suspende y se enfría rápidamente; se deja drenar la columna durante 15 minutos y se descargan los fondos y el destilado. Estos deben retenerse para determinación de la Humectación. Se sopla finalmente la columna con una corriente de aire seco.

3. DETERMINACION DE LA HUMECTACION.- Se carga el lavado recogido de la unidad a un apropiado alambique de destilación, previamente pesado, y se remueve el solvente por destilación hasta que solamente quede en el alambique un residuo pesado, que se enfría y se vuelve a pesar para determinar la humectación. La gravedad específica podría determinarse con un picnómetro.

Finalmente, el alambique del Fraccionador "15/5", se podría enjuagar manualmente con varsol y alcohol, y secarse el interior de este colgándolo invertido y soplándolo con una corriente de aire que pase más allá de su cuello.

9.2. PROCEDIMIENTO DE OPERACION DE LA UNIDAD "HIVAC"

El destilador de alto vacío se utiliza para la destilación de "Stocks" pesados, por encima del límite máximo de fraccionamiento "15/5". Puesto que el equipo no posee empaque y la caída de presión es poca, esta puede reducirse en la superficie de ebullición del líquido hasta valores inferiores a 0.100 mm. de Hg., a pesar de la limitación impuesta por las bajas velocidades de gas en la parte superior del aparato.

En general la destilación puede efectuarse en el rango de presiones de 10 a 0,05 mm., pero se acostumbra operar en un solo valor de este intervalo; así, el Laboratorio de la Refinería utiliza el máximo vacío que es posible conseguir en el Destilador "Hivac" para la extracción de los gasóleos o destilados pesados que aún quedan en el crudo reducido, obteniéndose temperaturas próximas a 1.200 °F. AET. Podrían conseguirse temperaturas más altas si se dispusiera de equipos para destilación molecular a presiones cercanas a 0.001 mm. de Hg.

El tiempo empleado en la destilación a alto vacío es bajo, usualmente es de 2 a 4 horas; sin embargo, para la destilación del crudo reducido proveniente de la destilación primaria del crudo "HCT" 27,0 °API, efectuada en la unidad de fraccionamiento de 50 mm., se han empleado aproximadamente 12 horas distribuidas así: preparación del destilador de 25 mm. $\frac{1}{2}$ hora, calentamiento inicial $1\frac{1}{2}$ horas, destilación 5 horas, limpieza final 2 horas.

9.2.1. PREPARACION DE APARATOS

En la Fig. 5.3. se muestra la colocación diagramática de las partes de Destilador de Vacío de 25 mm. de DI y 12 litros de capacidad. Para proceder a preparar la unidad para la operación, todos los grifos y uniones de vidrio deben limpiarse con acetona o alcohol y lubricarse con un compuesto para vacío resistente a altas temperaturas

Los receptores del Aparato se limpian y se les colocan etiquetas, se lubrican, se les adicionan agentes inhibidores de la oxidación; y se les pesa con aproximación al gramo. Se escribe en cada etiqueta, el número del ensayo, los límites de temperatura de las fracciones, y las iniciales del operador. Se instalan uniéndolos al Distribuidor por medio de las salientes de vidrio de cada uno de ellos.

El alambique se carga con el crudo reducido empleando el método gravimétrico, descrito para el Fraccionador "15/5" y con una tolerancia en peso de 0,02% y un volumen de 4-8 litros. Se reajusta a la unidad por medio del soporte flexible, y se procede entonces, a ajustar todas las uniones de vidrio utilizando las abrazaderas de ajuste correspondientes.

9.2.2. ARRANQUE DE LA UNIDAD

Se seca completamente el serpentín de enfriamiento del alambique, admitiendo aire a través del circuito de refrigeración de la Fig. 6.11. Se cierra la válvula de ventilación situada en la parte superior derecha del tablero de control, como puede verse en la contraportada, y la válvula que da paso al tanque compensador. Se pone a funcionar la Bomba Mecánica de Vacío, con su válvula de venteo cerrada, pero cerciorándose antes de que el nivel del aceite está entre los dos límites indicados sobre la ventana de la Bomba. Después de unos pocos minutos de calentamiento, se da paso al vacío a través de la válvula inferior del Tablero. Cuando el vacío medido por el "McLeod" o por el Registrador de Presión, ajustado como se indica en la Sección 9.1.6., alcanza un valor de 0,450 mm. de Hg. se debe suministrar refrigeración al cuerpo de la Bomba de Difusión a una velocidad de 0,25 GPM, y a una temperatura de 60 a 80 °F., utilizando la Bomba Centrífuga D-11, cebada si es necesario. Se seca con aire el serpentín de enfriamiento rápido de la Bomba de Difusión, y se conectan sus calentadores a la toma de corriente de 110 V. no sin antes cerciorarse de que hay fluido en la bomba, evitando en esta forma la destrucción de los calentadores y de la bomba misma.

Cuando la presión del sistema se estabiliza en 0,200 mm. de Hg., valor para el cual se ajustó el Controlador de Presión, se refrigeran las trampas con mezcla de hielo seco-acetona y se aplica calentamiento total al alambique por medio del Autotransformador AT-2. Con el interruptor "SCB" apagado, y el "SHIVAC" en servicio, se pone a funcionar el manto de compensación con el Autotransformador AT-3 ajustado a un valor del voltaje inferior al aplicado a los calentadores de fondo.

Inmediatamente empiece la ebullición, se disminuye el voltaje aplicado por el Autotransformador AT-2, y se controla manualmente el flujo de vapores, de tal manera que no se inunde el Despojador y vaya a recogerse líquido de fondo en los receptores. El destilado se recoge en los receptores, dirigiendo el extremo inferior del Adaptador en el receptor que corresponda, y empezando por el número 1. Cuando se hayan recogido unos 500 ml., se anota el tiempo, el número de la fracción, y toda la información pedida en el registro de destilación, como se indica en la Tabla 9.2. para la destilación del crudo "HCT", 27,0 API, teniendo en cuenta que la temperatura de fondo se mide con el termopar número 2 y la temperatura de cima con el termopar número 1. El Distribuidor se gira y se dirige el extremo del Adaptador del Vacío, hacia el interior del receptor número 2. De nuevo se recogen 500 ml. y se anota la misma información pedida para la fracción número 1. Se continúa en la misma forma con los demás receptores, excepto cuando el punto de corte deseado no permita recoger los 500 ml. de destilado, pero de todas maneras se anota el tiempo y el número de la fracción.

Antes de poner en servicio el último receptor, se retiran los demás, pero teniendo en cuenta que la unidad está bajo vacío y que deben aislarse para poderlos retirar. Para ello se gira la Válvula de Doble Paso del Adaptador de vacío indicada en la Fig. 5.3. hasta una posición tal, que el distribuidor y los receptores queden aislados del sistema principal, y el aire atmosférico pueda pasar libremente por la conexión lateral de la válvula. Los receptores cargados se retiran y se reemplazan en el mínimo tiempo, por otros vacíos, limpios, engrasados y previamente pesados.

El Distribuidor y los Receptores deben reevacuarse conectando la Bomba Auxiliar de Vacío, a la conexión lateral de la válvula del Adaptador de Vacío. Cuando se considere que la presión en el distribuidor y los receptores ha descendido suficientemente, se vuelve la válvula a su posición inicial y se continúa la recolección de producto utilizando el receptor correspondiente.

9.2.3. PROCEDIMIENTO DE PARADA

Cuando la temperatura de ebullición de la carga sea de 600°F , la Bomba Mecánica y todos los calentadores deben apagarse. Se suministra refrigeración a los serpentines de enfriamiento de la Bomba de Difusión y del Alambique, según el circuito de la Fig. 6.11. y se continúa la refrigeración del cuerpo de la bomba hasta que se pueda tocar con la mano la porción inferior del cuerpo.

Una vez que la temperatura del alambique alcanza unos 200°F , se ventila el destilador a través de la válvula de venteo, pero teniendo el cuidado de aislar previamente el manómetro "McLeod". Este último se ventila abriendo lentamente cualquiera de sus válvulas.

Se debe tener el cuidado de no someter a aireación la Bomba de Difusión mientras esté caliente el Calderín, pues la mayoría de los fluídos de las bombas de difusión son sensibles al calor y se descomponen bajo estas condiciones.

Todas las fracciones obtenidas y los fondos se pesan y se les determina sus gravedades. Los resultados se registran en el reporte de destilación, como se indica en la Tabla 11.4. para el crudo "HCT", $27,0^{\circ}\text{API}$.

9.2.4. LIMPIEZA

Una vez fríos los aparatos y accesorios de vidrio, se procede a desacoplarlos calentando las uniones, con una lámpara si es necesario. El alambique, los aparatos de vidrio y todos los accesorios, se lavan con varsol o con gasolina natural,

después de retirar con cuidado los anillos "Viton". Es necesario eliminar con mezcla sulfocrómica, las manchas y/o las costuras, de tal manera que siempre se conserve el equipo como nuevo. Finalmente, las partes se secan con aire seco y se almacenan.

9.3. REGISTRO E INFORME DE DESTILACION

Todo operador debe realizar durante y después de la destilación, una serie de lecturas y de cálculos que se exigen en el registro de operación y en el informe de destilación, como una indicación de la marcha de la operación a los diferentes niveles de trabajo y como una manera de difundir información.

9.3.1. REGISTRO DE DESTILACION

El registro de destilación debe contener toda la información inicial correspondiente a identificación de la carga, número del ensayo y fecha. Debe realizarse para completar el registro una serie de lecturas de variables para 5 o 10% de destilado y/o para cada corte de la siguiente manera, a menos que se disponga otra cosa :

1. Número de la fracción	-----
2. Tiempo	Horas y minutos
3. Volumen observado	ml.
4. Volumen total observado	ml.
5. Porcentaje de volumen observado	% VL.
6. Temperatura de vapor observada	° F
7. Corrección de temperatura	° F
8. Temperatura de vapor corregida	° F
9. Presión absoluta observada	mm. de Hg.
10. Corrección de presión	mm. de Hg.
11. Presión absoluta corregida	mm. de Hg.
12. Caída de presión en el empaque	mm. de Hg.
13. Temperatura atmosférica equivalente (AET)	°F
14. Razón de Reflujo	-

15. Temperatura del alambique (observada)... °F.
16. Temperatura de la chaqueta..... °F.
17. Temperatura del tensímetro °F.

Las correcciones de temperatura deben hacerse cuando la presión al final del ensayo difiere en más de 1% de la presión inicial, para operación en los niveles : 760, 100 y 10 mm. de Hg. En el nivel de 1 mm. de Hg. la corrección se requiere para una variación del 5%.

En las Tablas 9.1. y 9.2., se muestran los resultados obtenidos en la destilación del crudo "HCT", 27.0°API utilizando el Fraccionador "15/5" y el Destilador "Hivac", respectivamente. El Fraccionador se trabajó a 754 y 10 mm. de Hg.; en tanto que el "Hivac" se operó a presiones de 0,800 y 0,200 mm. de Hg. empleando dos cargas de crudo reducido de 6.281,70 y 4.120 grs. respectivamente, pues no fue posible obtener en la primera carga un vacío promedio superior a 0,800 mm. de Hg. y hubo necesidad de utilizar una segunda operación.

Se recomienda no empezar la destilación hasta no alcanzar el valor máximo de vacío que permita la extracción de destilados hasta el límite de temperatura de vapor "AET" de 1.100 °F. o un poco menos.

9.3.2. INFORME DE FRACCIONAMIENTO

Para una información general de los rendimientos y propiedades de un crudo, se requiere la curva de destilación TBP y el cálculo de los balances obtenidos en la destilación de Laboratorio (Ver Sección 10.6). Podría trazarse una curva de volumen observado contra temperatura AET para todas las fracciones extraídas del crudo, pero los porcentajes volumétricos observados no tienen en cuenta la contracción del volumen cuando se realizan mezclas; por eso, no puede trazarse la curva TBP con los volúmenes observados por el operador. La alternativa es la de suministrar un registro de destilación, complementado con la curva de destilación, trazada a partir de porcentajes volumétricos calculados en la forma como se indica posteriormente.

REGISTRO DE DESTILACION "15/5"

Carga: Crudo "HCT" 27.0 °API

Ensayo: Número Uno.

Fecha: Marzo 27/69

Número de Fracción	Razón de Reflujo	Tiempo Hrs. Mns.		Volumen Observado ml.	Volumen Total Observado ml.	Porcentaje de volumen Observado ml.	Temperatura de vapor Observada °F	Corrección ^(c) de Temperatura °F	Temperatura de vapor corregida °F	Temperatura ^(d) AET °F	Temperatura de alambique °F	Temperatura de columna °F	Temperatura de termómetro °F	Presión Absoluta Observada mm. Hg.	Corrección de Presión mm. Hg.	Presión Absoluta Corregida mm. Hg.	Caída de Presión mm. Hg.
-	-	13	17	-	-	-	-	-	-	-	-	90	-	754	-	-	-
-	15:1	13	50	-	-	-	90	-	-	90	-	90	-	754	-	-	-
-	15:1	14	24	8	8	0.05	95	-	95	235	125	180	175	754	-	-	-
1	15:1	14	30	-	-	-	125	-	125	250	260	180	175	754	-	-	-
-	1:1(a)	14	42	-	-	-	160	-	160	260	270	175	175	754	-	-	-
-	1:1	14	55	-	-	-	175	-	175	275	275	175	175	754	-	-	-
-	1:1	14	58	-	-	-	175	-	175	280	275	170	175	754	-	-	-
-	5:1	15	06	15 (b)	23	0.14	175	-	175	385	175	170	175	754	-	-	2.0
-	5:1	15	17	-	-	-	175	-	175	410	165	175	175	754	-	-	2.0
2	5:1	16	20	250	273	1.71	145	-	145	430	160	160	160	754	-	-	2.0
-	5:1	16	37	-	-	-	170	-	170	500	298	298	298	754	-	-	7.0
3	5:1	17	35	1000	1273	7.96	295	-	295	570	380	380	380	754	-	-	12.0
4	5:1	18	15	1000	2273	14.21	370	-	370	600	420	420	420	754	-	-	13.0
5	5:1	18	32	610	2883	18.02	445	-	445	-	-	-	-	754	-	-	14.0
-	-	9	40	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	10	58	-	-	-	150	-	150	-	-	-	-	-	-	-	-
-	5:1	11	20	-	-	-	155	-	155	335	160	240	240	9 (7,7)	-	-	11.0
-	5:1	11	35	100	2983	-	185	-	185	360	160	243	243	8,8 (8,3)	-	-	11.0
-	5:1	11	45	100	3083	-	200	-	200	365	190	240	240	11,5 (7,7)	-	-	12.0
-	5:1	11	58	100	3183	-	205	-	205	380	200	240	240	9,4 (7,7)	-	-	12,5
-	5:1	12	05	100	3283	-	208	-	208	390	215	240	240	- (7,7)	-	-	12,5
-	5:1	12	10	100	3383	-	220	-	220	400	215	240	240	11,5 (7,7)	-	-	13,0
-	5:1	12	25	100	3483	-	225	-	225	397	230	240	240	9,4 (7,7)	-	-	13,5
-	5:1	12	37	100	3583	-	225	-	225	405	240	240	240	9,1 (7,7)	-	-	13,5
-	5:1	12	48	100	3683	-	230	-	230	407	240	245	245	9,2 (8,5)	-	-	14,0
-	5:1	13	00	100	3783	-	235	-	235	412	244	244	244	9,5 (8,4)	-	-	14,4
6	5:1	13	07	100	3883	24,27	242	-	242	417	250	240	240	9,3 (7,7)	-	-	14,8
-	5:1	13	25	200	4083	-	255	-	255	422	255	242	242	- (7,8)	-	-	15,3
-	5:1	13	35	100	4183	-	260	-	260	430	258	240	240	10,5 (7,7)	-	-	16,0
-	5:1	13	45	100	4283	-	260	-	260	435	260	245	245	10,0 (8,5)	-	-	16,5
-	5:1	13	58	110	4383	27,39	270	-	270	440	265	245	245	10,0 (8,3)	-	-	16,8
-	5:1	14	30	-	-	-	285	-	285	500	445	280	245	10,0 (8,3)	-	-	17,0
-	5:1	14	40	-	-	-	290	-	290	460	290	246	246	- (8,7)	-	-	17,2
8	5:1	15	00	1020	5403	33,37	350	-	350	470	305	250	250	- (10,0)	-	-	17,3
9	5:1	15	20	1000	6403	40,02	370	-	370	495	345	245	245	- (8,5)	-	-	20,0
-	5:1	15	26	-	-	-	-	-	-	635	550	370	245	- (8,5)	-	-	-
10	5:1	15	44	1000	7403	46,27	395	-	395	-	-	-	-	-	-	-	24,0
11	5:1	15	55	520	7923	49,52	415	-	415	665	560	395	245	9,5 (8,5)	-	-	24,0
12	5:1	16	00	365	8288	51,80	425	-	425	684	590	415	245	10,4 (8,5)	-	-	24,0
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	705	600	410	245	9,4 (8,5)	-	-	24,0

Notas : (a) Se cambia el reflujo por la aparición de agua en el líquido condensado

(b) Volumen de agua retirada.

(c) La corrección de presión y de temperatura, solo se realiza en trabajos de gran precisión, en los que se tiene en cuenta las variaciones de presión de operación, cuando estas exceden a un límite fijado de ± 1%

(d) Para la conversión han de utilizarse las Tablas de conversión de la "Esso Laboratory Process"

(e) Los valores en paréntesis corresponden a las lecturas leídas de la Fig. 8.10.

TABLA 9.2.

REGISTRO DE DESTILACION "HIVAC"

Carga : Crudo Reducido "HCT" fondo "15/5"

Ensayo : Número Uno.

Fecha : Marzo 28/69

Número de Fracción	Tiempo Hrs. Mins.	Volumen Observado ml.	Volumen Total Observado ml.	Porcentaje de Volumen Observado	Temperatura de vapor Observada °F	Corrección de Temperatura °F	Temperatura de vapor Corregida °F	Temperatura AET °F	Temperatura de alambique °F	Temperatura de tensímetro °F	Presión Absoluta Observada mm.Hg.	Corrección de presión mm.Hg.	Presión Absoluta Corregida mm.Hg.
	17 20	-	-	-	90	-	-	-	90	-	0.780	-	-
	17 50	-	-	-	90	-	-	-	138	-	0.650	-	-
	18 21	-	-	-	94	-	-	-	270	-	0.800	-	-
	18 45	-	-	-	94	-	-	-	360	-	0.750	-	-
	19 12	-	-	-	390	-	-	-	460	-	0.320	-	-
	19 17	-	-	-	405	-	-	-	465	-	0.750	-	-
	19 25	200	200	-	-	-	-	-	-	-	0.750	-	-
	19 27	25	225	-	410	-	-	-	468	-	0.750	-	-
	19 34	80	305	-	420	-	-	-	970	-	0.720	-	-
	19 48	105	410	-	420	-	-	-	975	-	0.700	-	-
	19 54	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1	20 04	90	500	7,70	425	-	-	830	485	-	0.600	-	-
	20 17	105	605	-	432	-	-	-	490	-	0.520	-	-
	20 30	100	705	-	438	-	-	-	495	-	0.500	-	-
	20 42	105	810	-	440	-	-	-	500	-	0.850	-	-
	20 54	90	900	-	445	-	-	-	505	-	0.870	-	-
2	21 09	100	1000	15,41	450	-	-	850	515	-	0.850	-	-
	21 23	100	1100	-	455	-	-	-	518	-	0.810	-	-
	21 40	100	1200	-	458	-	-	-	522	-	0.830	-	-
	22 00	100	1300	-	460	-	-	-	530	-	0.870	-	-
	22 21	105	1405	-	472	-	-	-	540	-	0.830	-	-
3	22 35	100	1505	23,19	480	-	-	874	545	-	0.840	-	-
	22 50	120	1625	-	482	-	-	-	550	-	0.850	-	-
	29 02	80	1705	-	490	-	-	-	557	-	0.870	-	-
	23 10	115	1820	-	500	-	-	-	565	-	0.880	-	-
	23 15	90	1910	-	507	-	-	-	570	-	0.850	-	-
4	23 20	95	2005	30,89	510	-	-	925	575	-	0.800	-	-
	23 26	100	2105	-	520	-	-	-	577	-	0.850	-	-
	23 45	115	2220	-	527	-	-	-	587	-	0.870	-	-
5	23 50	130	2350	36,21	535	-	-	1000	600	-	0.900	-	-
	7 00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	9 50	-	-	-	235	-	-	-	575	-	0.058	-	-
	10 30	100	100	-	507	-	-	-	597	-	0.120	-	-
	10 45	50	150	-	512	-	-	-	602	-	0.150	-	-
	10 65	50	200	-	520	-	-	-	605	-	0.190	-	-
6	10 66	5	205	4,53	527	-	-	1015	610	-	0.225	-	-
	11 20	110	315	-	540	-	-	-	620	-	0.280	-	-
	11 30	40	355	-	542	-	-	-	625	-	0.250	-	-
7	11 40	50	405	8,94	542	-	-	1015	630	-	0.260	-	-

(a) Porcentajes calculados en base a los volúmenes cargados en cada caso al destilador : 6490 cc. para la primera carga y 9527 cc. para la segunda

(b) Valores obtenidos de las Tablas de la "Esso Laboratory Process".

Un informe de destilación debe incluir la siguiente información, como puede verse para el crudo "HCT" en la Tabla 11.2. :

- | | |
|----------------------------------|---|
| 1. Encabezamiento | Laboratorio y localización |
| 2. Identificación | Un nombre por carga |
| 3. Fecha de carga | Día, mes, año |
| 4. Descripción del destilador... | Tipo de destilador, diámetro y eficiencia |
| 5. Operador | Iniciales o nombre |
| 6. Peso de la carga | Gramos |
| 7. Densidad de la carga | ^o API |
| 8. Propósito del ensayo..... | Incluyendo el nombre del proyecto e información previa de operación. |
| 9. Instrucciones de operación .. | Indicando los puntos de corte, presión de operación, velocidades, etc., especialmente detalles que no sean de rutina. |
| 10. Rendimientos | Una lista de todas las fracciones (incluyendo gas y residuo) por la temperatura de vapor y para cada fracción indicar :
a) Peso en grs.
b) Gravedad API a 60 ^o F
c) Gravedad específica a 60 ^o F
d) Volumen calculado a 60 ^o F en ml.
e) Porcentaje volumétrico en base libre de pérdidas.
f) Porcentaje volumétrico acumulativo.
g) Peso total recobrado, en grs.
h) Pérdidas de peso en grs. y su porcentaje por peso. |

II - EVALUACION EXPERIMENTAL DE CRUDOS

Como se ha dicho en la introducción de este informe, no hay dos crudos que sean idénticos y por tanto cada petróleo tiene que evaluarse por sus propiedades características antes de ser tratado en refinería, como también con el fin de estudiar y proyectar el funcionamiento de las plantas; por otra parte, se requiere que los productos salgan al mercado con las especificaciones requeridas.

La evaluación experimental de un crudo consiste propiamente en una destilación fraccionada del aceite crudo, seguida por pruebas de propiedades físicas, tales como gravedad, viscosidad, punto de fluidez, etc. sobre los productos destilados. Todo crudo se fracciona en varios niveles de compuestos diferentes, pero ha sido imposible encontrar análisis exactos de crudos en términos de los compuestos realmente presentes, pues los análisis químicos dan la composición en términos del porcentaje de los elementos: carbón, hidrógeno, nitrógeno, oxígeno y azufre, o de los compuestos parafínicos, nafténicos y aromáticos presentes en el crudo, pero poco dicen acerca de las características físicas y de la cantidad de los productos.

El primer método de separación de productos en refinería es el fraccionamiento; y por el análisis de las fracciones se predicen los rendimientos y las propiedades físicas de los productos refinados que han sido estudiadas en una evaluación.

Es admisible que los métodos de evaluación sean aproximados, debido a las muchas combinaciones de rendimientos y a la rápida variación en la demanda del mercado; así, los métodos más precisos podrían conducir a resultados dudosos, de suerte que estos métodos deben usarse con precaución.

El análisis de resultados en una evaluación empieza tan pronto como los primeros datos se toman de la planta réplica. Su significado e interpretación requieren buenos conocimientos; y corresponde al investigador valorar los datos y al ingeniero de diseño darles la utilización. Los datos que no son de aplicación inmediata deben ser cuidadosamente registrados para una posible utilización posterior.

El refinador necesita información del siguiente tipo:

1. Base y propiedades generales del crudo y, presencia de impurezas, tales como azufre, sal y emulsiones.
2. Datos de diseño y de operación; para ello se requieren curvas de temperatura y gravedad contra porcentaje de cada fracción destilada.
3. Curvas de propiedades de las fracciones contra porcentaje destilado (Curvas de porcentaje medio), o de las propiedades promedio de una serie de fracciones contra los porcentajes residuales (Curvas de rendimiento); por medio de las cuales, los rendimientos de las fracciones pueden apreciarse.
4. Productos terminados. Una vez establecidas las propiedades generales y los rendimientos por medio de destilaciones y curvas de propiedades, lo mismo que la economía de los varios cortes del crudo, el refinador puede darse cuenta de qué producto o productos son más prometedores, y en consecuencia realizar pruebas de calidad, como contenido de azufre, susceptibilidad al plomo tetraetilo, punto de fluidez, etc.

METODO A SEGUIR EN UNA EVALUACION DE CRUDOS

Para llevar un orden adecuado en la evaluación completa de un crudo, de acuerdo a lo anteriormente referido, pueden seguirse los siguientes pasos :

1. Ensayos preliminares efectuados al crudo para determinar sus propiedades generales y cantidad de impurezas presentes.

2. Ensayo de fraccionamiento total tendiente a determinar los rendimientos y suministrar las fracciones necesarias para la evaluación.
3. Ensayos efectuados a cada fracción del crudo con el objeto de averiguar sus propiedades características.
4. Clasificación del crudo respecto a su base.
5. Construcción y análisis de curvas para propósitos de diseño y refinación, tales como :
 - A. Curvas de destilación y de gravedad en función del porcentaje destilado, a saber :
 - a) Curva "TBP" o Curva de puntos de Ebullición Verdaderos.
 - b) Curva "EFV" o Curva de Vaporización Instantánea (Flash).
 - c) Curva de Gravedad API o Densidad contra porcentaje Destilado.
 - B. Curvas de Porcentaje Medio, esto es, de propiedades de cada fracción contra porcentaje destilado. En particular las siguientes :
 - a) Viscosidad contra porcentaje destilado principalmente en la fracción lubricante.
 - b) Números de Octano contra porcentaje destilado de las fracciones de gasolina.
 - c) Otras propiedades, como puntos de anilina de las fracciones de disolvente, queroseno y ACPM; penetración de asfaltos, etc.
 - C. Curvas de Rendimiento Residual y de Propiedades de cada fracción contra porcentaje de residuo, tales co-

mo las siguientes :

- a) Viscosidad contra porcentaje residual o rendimiento residual para fracciones pesadas, principalmente lubricantes.
 - b) Fluidez, carbón, inflamación, gravedad, azufre contra porcentaje residual.
 - c) Otras propiedades no consideradas y que justifiquen su representación gráfica.
6. Interpretación de los resultados realizados en la evaluación para dar la correspondiente recomendación del crudo analizado.

CAPITULO DECIMO

EVALUACION DE CRUDOS

10.1. ENSAYOS PRELIMINARES REALIZADOS AL PETRO- LEO CRUDO

Los ensayos preliminares que se realizan al petróleo crudo, se conocen como Inspección General del Crudo y constituyen el primer paso en una evaluación experimental de crudos porque suministran una imagen aproximada de su naturaleza, calidad y propiedades principales.

Estos ensayos preliminares son necesarios para asegurarse acerca de las cantidades aproximadas de productos que pueden ser obtenidos a partir de un crudo dado en base a que proporcionan una idea rápida y generalizada, tanto del tipo de crudo y propiedades físicas, y, suministran información sobre la cantidad de impurezas presentes; pero, cuando una cantidad de avalúos de productos es necesaria para estimar el grado de refinación requerido o para suministrar datos para diseño de las plantas, son insuficientes, a causa de que no indican los rendimientos exactos de las fracciones, y en tales circunstancias, es necesario emprender un ensayo de fraccionamiento total, el cual proporciona una separación similar a la que ocurre en las plantas, obteniéndose las fracciones a temperaturas exactamente definidas.

Una Inspección General del Crudo, definida por los ensayos preliminares ordinarios, se refiere a la determinación

de propiedades generales del crudo, como son los ensayos de destilación en orden a determinar el rango de ebullición, viscosidad y punto de fluidez para determinar su flujo; gravedad, con el objeto de determinar su peso; la estimación del contenido de impurezas y contaminantes, como el azufre, agua, sedimento y sal; la determinación de otras características ordinarias como las relativas a constituyentes, depósitos o residuos, como son los contenidos de asfalteno, cera, residuo carbonoso y ceniza; y propiedades de control y seguridad, a saber, presión de vapor y punto de inflamación.

En la Tabla 10.1. se muestran las Inspecciones Generales para algunos crudos procesados en la Refinería de Barranca. (Ver también la Inspección General efectuada al crudo "HCT", 27.00 °API correspondiente a la evaluación realizada en la Tabla 11.1).

Algunos de los ensayos realizados al crudo, como los que se refieren a la calidad, tipo de crudo o cantidad de impurezas presentes, revisten mayor importancia, ya que por ejemplo, a partir del rango de destilación puede determinarse la cantidad de fracciones que podrían producirse a partir del crudo para cerciorarse de su rendimiento aproximado y de las características de volatilidad; pero, el contenido de azufre es de mayor importancia y al que mayor cuidado ponen las refinerías para estudiar los métodos de tratamiento o técnicas de refinación apropiadas; mientras que otras propiedades, como la viscosidad y gravedad son útiles para propósitos de manejo, o porque intervienen en las operaciones de transacción comercial.

1. DESTILACION.- La destilación Hempell y destilación Engler o ASTM (IP-24, ASTM-D-285 y ASTM-D-158) suministran una visión de la cantidad de fracciones livianas presentes en el crudo, pero no proporcionan información adecuada de los rendimientos exactos, ni siquiera aproximados; sin embargo, los resultados de estas destilaciones dan una idea general del rango de ebullición del crudo y el examen del destilado total y del residuo usando ensayos como los de gravedad específica, contenido de azufre y viscosidad que proporcionan una indicación aproximada de la calidad de los productos que serán obtenidos; obviamente,

T A B L A 1 0 . 1

INSPECCIONES GENERALES DE ALGUNOS CRUDOS ANALIZADOS EN EL LABORATORIO DE LA REFINERÍA

Crudo	Peñas * Blancas (1960)	Zona "HCT" (1961)	Zona "B" (1961)	Zona "C" (1961)	Provincia * (1962)	Gira No. 1753 (1964/1965)	Gira Norte No. 1775 (1964/1965)	Lisama (1966)	Crudo "A" (1966)	Crudo "B" (1966)	Cocorná (1969)
Gravedad, API, a 60 °F	29.9	30.9	23.9	24.0	36.2	22.4	23.0	32.5	24.3	24.1	12.2
Gravedad Específica, a 60 °F	0.8770	0.8713	0.9106	0.9100	-	0.9194	0.9159	0.8628	0.9082	0.9094	0.9846
Viscosidad, S.S.U. a 100 °F	128	62.8	190.3	207.5	46.56	95.6	75.5	61.5	298.1	373.8	-
a 130 °F	100	48.7	104.4	107.0	42.70	-	-	-	-	-	-
a 140 °F	-	-	-	-	-	42.2	26.7	47.5	131.0	166.0	490
a 210 °F	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Destilación Hempell	-	Tabla 10.1a	Tabla 10.1a	Tabla 10.1a	-	Tabla 10.1a	Tabla 10.1a	Tabla 10.1a	Tabla 10.1a	Tabla 10.1a	-
Destilación ASTM	Tabla 10.1b	-	-	-	Tabla 10.1b	-	-	-	1.6	-	-
Presión de Vapor Reid PSIG	30	+5	-40	-40	+60	-50	-40	+10	+5	+51	+55
Punto de Fluidez, °F	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Punto de Inflamación, °F	Menor 66 (Abel)	-	-	-	-	0.59	0.97	0.37	1.44	1.713	1.35
Azufre total, %/peso	0.65	1.80	0.93	1.12	-	-	-	-	Menor de 2 ppm	-	-
Sulfuro de Hidrógeno, %/peso	Menor de 0.0002	-	-	-	Trazas	-	-	-	7.70	7.03	8.34
Carbón Conradson, %/peso	6.5	3.37	5.0	5.37	2.09	6.03	6.34	2.6	46.0	41.0	16.5
Sal, lbs/1000 bls.	6.0	9.0	3.0	6.0	1.2	3.0	2.0	2.0	0.055	-	-
Ceniza, %/peso	Menor de 0.01	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Nitrógeno, %/peso	1.28	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Contaminantes Metálicos :											
Vanadio p. p. m.	34	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sodio p. p. m.	6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Níquel p. p. m.	19	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Hierro p. p. m.	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Cera Parafínica, %/peso	3.8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Punto de fusión de la cera, °F	57 (°C)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Sedimento y agua, %/Vol.	Menor de 0,05	0.20	0.05	Trazas	0.1	0.20	0.15	0.05	0.25	0.30	7.0

* Los análisis de los crudos Peñas Blancas y de Provincia fueron tomados de informes realizados por laboratorios particulares.

el pequeño fraccionamiento producido en estas destilaciones no es útil ni para investigar los rendimientos ni para estimaciones de la calidad (Ver Tabla 10.1.a. y 10.1.b.).

También la definición del tipo de crudo puede efectuarse mediante determinaciones, en rangos definidos obtenidos en una destilación Hempell y las correspondientes medidas de gravedad bajo condiciones especiales, según el método de "The Bureau of Mines".

2. VISCOSIDAD.- El conocimiento de la viscosidad es esencial para suministrar información en relación a las condiciones de flujo para efectos de bombearlo a través de tuberías, como en los oleoductos, chorros de carga a las plantas de destilación, etc. o también para cálculos de tubería y diseños de equipo y en donde quiera que se necesite la variación de la resistencia al flujo con la temperatura, en valores absolutos o cinemáticos. (ASTM-D-445; IP-70 en CS; y ASTM-D-88 en SSU o SSF; IP-71 en Seg. Redwood).

3. PUNTO DE FLUIDEZ.- Las variaciones de la viscosidad con la temperatura son de interés para aquellos casos de baja temperatura debido a que el flujo se torna lento por la precipitación de la cera, de modo que para estimar el comportamiento del crudo a estas temperaturas se mide el punto de fluidez (ASTM-D-97, IP-15). Para crudos no cerosos, el punto de fluidez es una indicación de la viscosidad y facilidad de bombeo, pero para crudos cerosos tiene poco valor a causa de que la cristalización de la cera depende de la historia térmica del aceite, y por consiguiente, su bombeabilidad viene a ser un asunto de experiencia práctica. No obstante, como la cera comúnmente ocasiona dificultades de flujo, sobre todo en los productos pesados, para cerciorarse de este hecho, la clasificación del tipo de crudo por "The Bureau of Mines" permite predecir si un petróleo dado es o no ceroso.

4. GRAVEDAD.- La medida de gravedad (ASTM-D-287; IP-59) proporciona un medio para estimar, de manera aproximada, el tipo de crudo a partir de valores API altos o bajos; suministra el medio para convertir volúmenes medidos a los pesos correspondientes, lo cual es importante porque todas las transacciones

se realizan en base al peso del crudo; y, además, es de mayor interés en cuanto sirve para detectar los cambios en la calidad de recobrados del petróleo.

En la clasificación del tipo de crudo basado en una inspección superficial como es la gravedad API, teniendo en cuenta el tipo de materiales que están bajo consideración, solo se obtiene una indicación superficial de su carácter general; así por ejemplo, para crudos de una misma área, un petróleo de 35° API se considera como más valioso que uno de 30° API, a causa de que contendrá fracciones más livianas y constituyentes asfálticos pesados en menor proporción, lo que es equivalente a considerarlo en muchos casos como menos recomendable para obtener productos refinados pesados; pero, junto con el rango de destilación suministra un medio para estimar la base del crudo correlacionando las medidas mediante el factor de caracterización.

En la conversión de los volúmenes a los pesos correspondientes, la determinación de esta propiedad es de gran importancia, puesto que resultaría materialmente imposible pesar las enormes cantidades que se manipulan en las refinerías; además, los valores de los pesos calculados juegan un importante papel en todas las transacciones comerciales a causa de que la venta de crudos se efectúa en base al peso; por tanto, la gravedad viene a ser uno de los principales factores que gobiernan la estructura de precios de los aceites crudos.

5. DEPOSITOS Y CONTAMINANTES. - Las impurezas o contaminantes presentes en el crudo en forma natural, mezclada o combinada, como sustancias perjudiciales, deben ser removidas del petróleo antes de su refinación, en cuanto sea posible. Se refieren a los contenidos de azufre, agua, sedimento y sal; los contenidos de asfalteno y cera, ceniza y residuo carbonoso se requieren para estimaciones sobre la calidad de los productos terminados y para examinar su conveniencia para la producción de determinados tipos específicos de productos derivados del petróleo o determinar el método que para tal efecto debe emplearse, como es el caso de la producción de parafinas y aceites lubricantes.

De las impurezas presentes en el crudo, es el azufre el mayor problema que debe solucionarse en las refinerías,

T A B L A 1 0 . 1 a

DESTILACIONES HEMPELL PARA LOS CRUDOS INDICADOS EN LA TABLA 10.1

Crudo Zona HCT 30.9 °API (1961)		Crudo Zona " B " 23.9 °API (1961)		Crudo Zona " C " 24.0 °API (1961)		Crudo Cira No.1753 22.4 °API (1965)		Crudo Cira Norte No. 1775 23.0 °API (1965)		Crudo Lisama 32.5 °API (1966)		Crudo " A " 24.3 °API (1966)		Crudo " B " 24.1 °API (1966)	
Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.	Temp. °F	% Vol. Evap.
102(PIE)	-	160(PIE)	-	110 (PIE)	-	134 (PIE)	-	134(PIE)	-	100 (PIE)	-	98 (PIE)	-	98 (PIE)	-
158	-	158	-	158	-	158	0.3	158	0.3	158	3.3	158	-	158	2.0
212	3.0	212	1.5	212	2.5	212	1.5	212	1.5	212	6.0	212	-	212	3.0
221	4.0	221	2.5	221	3.5	257	2.7	257	3.0	221	7.0	221	-	221	3.7
257	8.5	257	9.5	257	5.5	302	4.3	302	5.0	257	9.3	257	-	257	5.0
356	18.6	356	12.5	356	12.5	356	7.0	356	7.3	356	18.0	356	-	356	10.0
392	21.6	392	14.5	392	14.5	374	7.8	374	8.3	400	21.3	400	-	400	12.0
400	23.0	400	15.5	400	15.5	392	9.0	392	9.8	437	23.3	437	-	437	14.0
437	27.0	437	17.5	437	17.5	400	9.5	400	10.3	500	29.0	500	-	500	18.7
460	30.0	460	19.5	460	20.0	437	12.3	437	12.3	560	39.7	560	-	560	25.7
500	34.5	500	24.0	500	25.0	460	14.0	460	14.0	600	46.0	600	-	600	30.0
560	43.3	560	32.5	560	32.5	500	19.3	500	18.0	630 (PFE) (Craqueo)	-	610	-	610	32.0
600(PFE) (Craqueo)	48.0	600(PFE) (Craqueo)	37.5	600(PFE) (Craqueo)	51.5	536(PFE) (Craqueo)	-	560	25.6			650(PFE)	=	640(PFE) (Craqueo)	
								572(PFE)(Craqueo)							

por las innumerables molestias que ocasiona.

a. **CONTENIDO DE AZUFRE.**- La estimación del contenido de azufre (ASTM-D-129, ASTM-D-1551; IP-61 o 63) permite juzgar de antemano el grado de refinación total necesario con el objeto de evitar la tendencia corrosiva de los combustibles en las máquinas de combustión interna, y de los aceites que se usan como lubricantes sobre los elementos de las máquinas; para prevenir el envenenamiento de los catalizadores en las unidades de refinación, o la contaminación atmosférica cuando se quema un producto combustible en sistemas de calefacción, como hornos y calderas; y evitar las molestias que ocasiona sobre la mecha de las lámparas que usan queroseno. Los contenidos de sulfuros de hidrógeno y mercaptanos son de mayor importancia en cuanto a su mayor poder corrosivo, naturaleza venenosa y olor desagradable que dan los mercaptanos. Por tales circunstancias, es a veces necesario reducir los contenidos de estos compuestos, antes de cargar el crudo a las unidades de refinación.

La cantidad de azufre presente en un crudo aparentemente se relaciona con la cantidad de asfalto en solución, pues los petróleos más asfálticos presentan el más alto contenido de azufre; un contenido de azufre de 0.3% podría considerarse bajo para un crudo de base nafténica, pero, en general, el contenido de azufre de los crudos está en el rango del 1 al 3%/peso.

b. **CONTENIDO DE AGUA Y SEDIMENTO.**- Aunque los contenidos de agua y sedimento en el crudo han sido reducidos en una extensión considerable en los procesos de deshidratación mediante sedimentación, calentamiento, o precipitación eléctrica, para el agua, y por simple sedimentación, para la materia insoluble o sedimento, su presencia ha de ser determinada a causa de que el agua, por ejemplo, ocasiona molestias en el funcionamiento de las unidades de destilación debidas a su conversión repentina en vapor cuando alcanza temperaturas superiores a los 212 °F., y si está emulsionada, puede persistir en los productos y causar problemas como son la extinción de la llama en los quemadores; por otra parte, las cantidades excesivas de sedimento son las que obstruyen las tuberías de alimentación, calentadores, intercambiadores de

T A B L A 1 0 . 1 b

DESTILACIONES ASTM DE LOS CRUDOS PEÑAS BLANCAS Y PROVINCIA
INDICADOS EN LA TABLA 10.1

<u>Crudo Peñas Blancas (Método ASTM D-158)</u>		<u>Crudo Provincia</u>	
<u>% Volumen Recobrado</u>	<u>Temperatura del Vapor (°F)</u>	<u>% Volumen Recobrado</u>	<u>Temperatura Vapor (°F)</u>
0 % de recobrado (P.I.E.)	104	0% de recobrado (P.I.E.)	68
10% de recobrado	284	10% de recobrado	202
20% de recobrado	417	50% de recobrado	580
30% de recobrado	523	Temperatura máxima, PFE : mayor de 760	
40% de recobrado	586	Recobrado total, %/Vol	63.0
Temperatura Máxima, PFE	597	Residuo, %/Vol.	36.7
Recobrado total, %/Vol.	45%	Pérdidas, %/Vol.	0.3
Residuo y pérdidas, %/Vol.	55%		

calor, vaporizadores y equipo asociado; por tanto, es necesario determinar la presencia de estos compuestos en el crudo, los cuales se estiman conjuntamente como agua y sedimento (ASTM-D-96; IP-75), de manera que si el contenido de agua es conocido (ASTM-D-95; IP-74), el sedimento puede ser calculado.

El agua y sedimento tiene también importancia en las transacciones y contratos de transporte así, una cantidad máxima permisible debe especificarse para embarque de crudos.

c. CONTENIDO DE SAL.- El petróleo extraído generalmente contiene cantidades apreciables de sal hasta un máximo de 0,1%/peso, aproximadamente $0,85 \text{ Kg./m}^3$, y se compone principalmente de mezclas de cloruros de sodio, calcio, magnesio y hierro, las cuales pueden estar en forma de salmuera concentrada o cristales de sal libre; esta sal es perjudicial, puesto que causa corrosión particularmente en los equipos de acero y otras molestias en las operaciones de refinación. La corrosión es debida principalmente a los cloruros de magnesio que se hidrolizan cuando se calientan para dar cloruro de hidrógeno libre que al disolverse en el agua, si está presente en el crudo, puede causar una rápida corrosión; esto ocurre generalmente en la región de los condensadores donde el vapor se convierte en agua. A pesar de que el crudo es adecuadamente desalinado, es necesario, por tanto, determinar el contenido de sal en el crudo (Aruba o IP-77) para prevenir corrosiones del metal en las plantas. Las otras molestias se refieren a que la sal seca también puede depositarse sobre las superficies de los tubos de los evaporadores para formar incrustaciones; por tanto el contenido de sal ha de reducirse hasta una extensión aproximada de unos $0,014$ a $0,028 \text{ Kg./m}^3$.

d. CONTENIDO DE ASFALTENO.- El conocimiento del contenido asfáltico del crudo (IP-143) es importante, puesto que de ello va a depender el tipo de proceso que ha de emplearse en el refino; por ejemplo, si un crudo fuese de base asfáltica, habría que someterlo primero a una destilación atmosférica con el fin de eliminar la gasolina y el queroseno, que no podrían condensarse en la subsiguiente operación de refino de destilación

instantánea a vacío requerida para extraer el alquitrán; igualmente, a partir de la estimación del contenido de asfalteno puede juzgarse sobre la bondad de los productos probables en relación con los destilados residuales con el fin de obtener un material bituminoso de alta calidad.

e. CONTENIDO DE CERA.- A causa de que las ceras del crudo están presentes en casi todos los productos del petróleo, con excepción de las gasolinas y disolventes más livianos, es imposible, por tanto, definir las ceras del crudo con un grado razonable de precisión; sin embargo, su estimación efectuada por métodos empíricos (RAM-268), es de valor para juzgar la calidad del crudo respecto a su condición de ceroso o no ceroso; por ejemplo, los crudos asfálticos contienen pequeñas cantidades de cera, pero, tratándose de crudos no asfálticos, estos pueden contener cantidades hasta el orden del 10%, en cuyo caso es necesario examinar su conveniencia para la producción de cera parafínica refinada. Para tal fin, el punto de fusión de la cera (ASTM-D-938; D-87) es útil en orden a efectuar su tratamiento, o extracción. Por otra parte, la cera puede ocasionar molestias, especialmente con destilados medios en condiciones de servicio a bajas temperaturas, debido a la deposición de la cera porque obstruye el flujo de combustible.

f. CONTENIDO DE RESIDUO CARBONOSO.- La prueba de residuo carbonoso (ASTM-D-189; IP-13 o 14), aunque es de poca significación cuando se aplica al crudo u a otros productos es útil, porque puede dar una idea del contenido de aceite pesado, a causa de que existe una relación entre la volatilidad y el residuo de carbono; por ejemplo, entre más volátil sea el aceite, más bajo será su contenido de residuo carbonoso en igualdad de condiciones; así que los aceites de tipo nafténico tienen residuo carbonoso más bajo que los aceites parafínicos de viscosidad equivalente y alto índice de viscosidad; no obstante, el ensayo se efectúa con el objeto único de suministrar información sobre el valor de coque presente en el crudo.

g. CONTENIDO DE CENIZA Y CONTAMINANTES METALICOS.- El contenido de ceniza en un petróleo crudo es normalmente del orden de 0,01 a 0,05% y aunque su presencia en el crudo no

reviste mayor gravedad, algo de esta ceniza, en forma de compuestos solubles puede transportarse posteriormente como partículas sólidas de materia orgánica en suspensión en los destilados pesados que contaminarán los aceites del petróleo, y por tanto, su determinación es solicitada (ASTM-D-482; IP-4); esto conduce a la estimación de contaminantes asociados en el crudo o materias inorgánicas en solución que incluyen principalmente el vanadio y el níquel, con contaminación adicional por parte de sodio, calcio y hierro, los cuales afectarán la calidad de los productos residuales o asfálticos, porque tienden a acumularse durante la refinación de estos productos; cuando se requiere una estimación específica de estas impurezas metálicas los métodos especiales para vanadio (ASTM-D-1546), níquel (SMS-1650), hierro (SMS-1370), etc. son utilizados.

6. PRESION DE VAPOR Y PUNTO DE INFLAMACION.- El ensayo de presión de vapor (ASTM-D-323; IP-69 o 171), aunque no es una prueba específica para el crudo es necesaria, cuando se refiere a requisitos de seguridad, para evitar riesgos de incendio a causa de que suministra una indicación de la volatilidad de los compuestos livianos presentes en el crudo; para este mismo fin, la medida del punto de inflamación (ASTM-D-93; IP-34, 35 o 36) y de la explosividad (FSTM-1151-1) son deseables.

10.2. ENSAYO DE FRACCIONAMIENTO TOTAL

Las pruebas descritas anteriormente son simples y fáciles de ejecutar sobre una base de rutina, pero no pueden aplicarse para caracterizar totalmente los crudos que han sido recientemente descubiertos y/o que son nuevos para las refinerías, o bien crudos que aun cuando han ido consumiéndose en base a evaluaciones realizadas con algunos años de anterioridad, y sin que se hayan reevaluado, se consideran son viejos para las refinerías, teniendo en cuenta el cambio del crudo con el tiempo; indudablemente, es necesario realizar sobre ellos un nuevo análisis total de sus propiedades para obtener una información mucho más completa para el buen funcionamiento de las plantas y pronosticar en base a los rendimientos obtenidos, la producción de los diferentes derivados del crudo, según lo exija la demanda.

Después de inspeccionar el crudo mediante los ensayos preliminares, la primera operación consiste en fraccionar el crudo en porciones adecuadas por fraccionamiento en un destilador de columna, tipo de laboratorio, como el "Fraccionador 15/5", y empleando cargas que aseguren un buen suministro de fracciones en cantidades suficientemente requeridas para los análisis subsiguientes; para tal efecto, estas cargas pueden ser del orden de 1 a 5 galones. En este procedimiento, inicialmente la operación se realiza a presión atmosférica; posteriormente se continúa la destilación a presión reducida para evitar la descomposición del producto a causa del posible peligro de craqueo cuando se alcanzan las altas temperaturas de ebullición; en esta segunda destilación se utiliza un destilador de alto vacío, como el tipo "Hivac" de laboratorio usando como carga los fondos del alambique del "Fraccionador".

La temperatura a la cual se retira cada fracción, es registrada, teniendo en cuenta que aquellas correspondientes a la operación a vacío deben convertirse a las temperaturas equivalentes a la atmosférica (AET) como puede apreciarse en las Tablas y Gráficas referentes (Ver Vapor Pressure Conversion Tables for Petroleum Hydrocarbon : EED; Tablas : 10.3 y 11.2; y Fig. 11.2).

Los resultados luego son trasladados a una gráfica para dar una curva de las temperaturas de ebullición de los vapores de cima en los cortes correspondientes contra los volúmenes de líquido destilado, obteniéndose la Curva de Puntos de Ebullición Verdaderos o "TBP", como puede apreciarse en el gráfico de la Fig. 11.2; de esta curva pueden estimarse los rendimientos de la fracciones para cualquier intervalo de ebullición requerido.

Las fracciones obtenidas, bien pueden mezclarse, de acuerdo a las necesidades en cuanto se refiere a la consecución de datos y cantidades producidas para confrontarlas y compararlas por medio de los subsecuentes análisis de las fracciones para cada tipo específico de producto.

En la Tabla 10.2 se muestran algunas de las pro-

T A B L A 10.2

ENSAYOS TÍPICOS EN UNA EVALUACION DE LAS FRACCIONES DE LA DESTILACION PRIMARIA
DEL CRUDO Y CODIGOS CORRESPONDIENTES

Propiedades	Nafta para		A.C.P.M.	Gasóleo	Residuo
	Gasolina Motor	Queroseno	(Gasol. Liviano)	(Gasol. Pesado)	(Crudo Reduc.)
	No. de Ensayo de Laboratorio ASTM - IP				
Intervalo de temperaturas de vapor, °F, °C,	86-392 30-200	302-536 150-280	482 - 707 250-375	662 - 707 350 - 375	698 + Fdos. 370 + Fdos.
Rendimiento en peso, %/peso					
Rendimiento volumétrico, %/Vol.	-	-	-	-	-
Gravedad API, a 60°F	D-287-IP 59	D-287, IP 59	D-287, IP 59	D-287, IP 59	D-287, IP 59
Gravedad Especifica, a 60°F	Tablas ASTM/IP	Tablas ASTM/IP	Tablas ASTM/IP	Tablas ASTM/IP	Tablas ASTM/IP
Destilación ASTM, Temp. °F vs. % recuperado	D-86; IP 123	D-86, IP 123	D-86, IP 123 (D-158)	D-86, IP 123 (D-158)	D-86, IP 123 (D-158)
Presión de Vapor Reid, psig	D-323, IP 69	-	-	-	-
Contenido de Azufre, %/peso	D-1266, IP107	D-1266, IP 107	D-1266, IP 107 (61 o 63)	D-1266, IP 107 (61 o 63)	D-1551, IP61 o 63
Contenido de Sulfuro de hidrógeno y Mercaptano	D-1219, IP 104	D-1219, IP 104	-	-	-
Número de octano	D-908/357; IP126/44	-	-	-	-
Punto de anilina, °F	-	D-611; IP 2	D-611, IP 2	D-611, IP 2	-
Indice diesel	-	-	Calc., IP 21	Calc., IP 21	-
Punto de humo, mm	-	D-1322, IP 57	-	-	-
Punto de Fluidez, °F	-	-	D-97, IP 15	D-97, IP 15	D-97, IP 15
Color Saybolt y ASTM	D-156(S); IP 17	D-156(S), IP 17	D-155, IP 17	D-155, IP 17	-
Viscosidad SSU a 100, 130, 210 °F	-	-	D-88, IP 70	D-88, IP 70	D-88, IP 70
CS a 100; 130; 210 °F	-	-	D-445, IP 71	D-445, IP 71	D-189, IP 13
Contenido de Asfalto	-	-	-	-	IP-143

propiedades típicas y los códigos correspondientes a los métodos de ensayo para cada fracción de acuerdo a las normas de las entidades estandarizadoras ASTM e IP. En este cuadro solo se hace referencia a la destilación primaria para aquellos casos en los que los rendimientos de las fracciones de parafina y aceites lubricantes no son requeridos; pero si estos son necesarios, deben evaluarse los fondos de la destilación primaria, destilando el residuo del fraccionador en la unidad de alto vacío. Estos al ser tratados por desparafinación proporcionan los aceites lubricantes a los cuales se les realizan todos los análisis correspondientes. Algunos de los ensayos para medir las propiedades y los códigos respectivos pueden apreciarse en la Tabla 11.5. que corresponde a la evaluación del crudo "HCT", 27°API. Naturalmente, el residuo de la destilación a alto vacío, también debe analizarse, debido a su empleo en la producción de toda una serie de alquitranes utilizados en el ajuste para contribuir a la calidad de algunas fracciones pesadas y al empleo como asfalto para diferentes aplicaciones.

En la Tabla 10.3. se muestran los resultados de ensayos de fraccionamiento para algunos crudos, realizados en el laboratorio de la Refinería de Barranca, mediante la destilación en el Fraccionador "15/5" y unidad de alto vacío, "Hivac"; aparecen allí, para cada fracción, los rendimientos como porcentaje de volumen destilado, en los cortes para las temperaturas de cima y las gravedades respectivas. (Ver también la Tabla 11.2 y Fig. 11.2 correspondiente a la evaluación del crudo "HCT", 27°API).

10.3 . ENSAYOS REALIZADOS A LAS FRACCIONES

A cada producto del petróleo se le efectúan los ensayos específicos para propósitos de control de calidad, pero, cuando se trata de evaluar el crudo, donde se dispone de un suficiente número de fracciones, es factible realizar ensayos sobre fracciones en cortes aplicados, aún para aquellas porciones que no están dentro del rango de productos específicos de refinería, y esto debe hacerse, puesto que el objetivo es buscar la mayor información para analizar el crudo en la forma más completa posible, expresando la variación de sus propiedades en cada

T A B L A 1 0 . 3

FRACCIONAMIENTO "15/5" Y DESTILACION A ALTO VACIO - "HIVAC" - DE ALGUNOS CRUDOS ANALIZADOS EN EL LABORATORIO
DE LA REFINERIA

Crudo	Rango de temperatura °F		Rango de temperatura °F		Rango de temperatura °F		Rango de temperatura °F		Rango de temperatura °F		Rango de temperatura °F		Rango de Temperatura °F	
	% Vol. liq. (Acumulado)	Grav. API (Grav. Esp)	% Vol. liq. (Acumul.)	Grav. API (Grav. Esp)	% Vol. liq. (Acumulad.)	Grav. API (Grav. Esp.)	% Vol. liq. (Acumulad.)	Grav. API (Grav. Esp.)	% Vol. liq. (Acumulad.)	Grav. API (Grav. Esp)	% Vol. liq. (Acumulad.)	Grav. API (Grav. Esp)	% Vol. liq. (Acumula.)	Grav. API (Grav. Esp)
Crudo Zona HCT (1961)	0 - 21.9 (21.9)	380 54.9 (0.759)	380 - 14.3 (36.2)	510 40.2 (0.8241)	510 - 15.4 (51.6)	650 33.1 (0.8597)	650 - 9.6 (61.2)	746 28.2 (0.8860)	746 + 38.8 -	Fondos 16.7 (0.9548)	746 - 21.8 (83.0)	1055 23.1 (0.9153)	1055 + 17.0 (100.0)	Fondos 11.5 (0.9895)
Crudo Zona "B" (1961)	0 - 13.8 (13.8)	380 50.9 (0.7758)	380 - 14.1 (27.9)	502 34.8 (0.8509)	502 - 13.3 (41.2)	656 28.3 (0.8865)	656 - 7.9 (49.1)	704 23.8 (0.9111)	704 + 50.9 -	Fondos 15.6 (0.9619)	704 - 20.8 (69.9)	930 20.7 (0.9297)	930 + 30.5 (100.0)	Fondos 12.7 (0.9813)
Crudo Zona "C" (1961)	0 - 13.4 (13.4)	380 52.2 (0.7703)	380 - 11.9 (25.3)	510 35.8 (0.8458)	510 - 16.8 (42.1)	650 28.6 (0.8838)	650 - 6.4 (48.5)	728 23.4 (0.9135)	728 + 51.5 -	Fondos 14.3 (0.9705)	728 - 22.1 (70.6)	1020 20.1 (0.9334)	1020 + 29.8 (100.0)	Fondos 11.1 (0.9923)
Crudo Cira No. 1753 (1964 / 65)	0 - 9.3 (9.3)	380 48.2 (0.7874)	380 - 11.0 (20.3)	510 35.2 (0.8488)	510 - 17.1 (37.4)	650 28.3 (0.8855)	650 - 7.8 (45.2)	680 24.3 (0.9082)	680 + 54.8 -	Fondos 14.4 (0.9698)	810 - 31.5 (76.7)	1000 19.2 (0.9390)	1000 + 23.3 (100.0)	Fondos 7.4 (1.0187)
Crudo Cira Norte No.1775 (1964 / 65)	0 - 11.8 (11.8)	380 49.0 (0.7839)	380 - 8.6 (20.4)	510 37.4 (0.8378)	510 - 16.6 (37.0)	650 30.5 (0.8735)	650 - 6.7 (43.7)	728 25.7 (0.9001)	728 + 56.3 -	Fondos 15.6 (0.9619)	910 - 24.6 (80.1)	1080 21.2 (0.9267)	1080 + 31.7 (100.0)	Fondos 9.6 1.0028
Crudo Lisama (1966)	0 - 19.6 (19.6)	380 59.2 (0.7419)	380 - 9.3 (28.9)	510 40.8 (0.8214)	510 - 18.3 (47.2)	650 35.1 (0.8495)	650 - 9.9 (57.11)	730 30.8 (0.8716)	730 + 42.9 -	Fondos 20.5 (0.9318)	840 - 23.0 (80.1)	1030 26.3 (0.8968)	1030 + 19.9 (100.0)	Fondos 14.2 (0.9712)
Crudo "A" (1966)	0 - 14.1 (14.1)	380 58.4 (0.7451)	380 - 7.8 (21.9)	510 39.5 (0.8275)	510 - 14.6 (36.5)	650 33.0 (0.8602)	650 - 7.6 (44.1)	716 28.8 (0.8827)	716 + 55.9 (100.0)	Fondos 13.2 (0.9779)	=	=	=	=
Crudo "B" (1966)	0 - 12.1 (12.1)	380 59.1 (0.7424)	380 - 7.5 (19.6)	510 39.1 (0.8294)	510 - 13.4 (33.0)	650 34.0 (0.8550)	650 - 7.5 (40.5)	730 29.7 (0.87)	730 + 59.5 (100.0)	Fondos 14.4 (0.9698)	-	-	-	-
Crudo Cocorná (1969)	0 - 0.8 (0.8)	380 - -	380 - 4.9 (5.7)	510 31.1 -	510 - 14.3 (20.0)	650 22.7 -	650 - 5.2 (25.2)	690 17.4 -	690 + 74.8 (140.0)	Fondos 8.3 -	750 27.1 (52.3)	1000 13.5 -	1000 + 47.7 (100.0)	Fondos 5.1 -

intervalo por representaciones gráficas que permite apreciar todos los cambios para cada una de sus características.

10.3.1. PRODUCTOS GASEOSOS

Los gases del petróleo comparados con las demás fracciones del crudo, tienen una composición, simple, de modo que si esta es conocida, sus propiedades químicas y físicas pueden calcularse mediante las fórmulas empíricas desarrolladas para esta clase de hidrocarburos, y la información puede ampliarse efectuando unos pocos ensayos como son los especialmente relacionados a contaminantes indeseables.

Para determinar la composición de los gases del petróleo los métodos analíticos son disponibles; después de efectuarse la separación de los componentes de hidrocarburos del gas mediante un proceso de destilación a baja temperatura, la composición del gas puede estimarse por análisis cromatográfico, usando por ejemplo, el "Fisher Gulf Partitioner" (GLC-GSC; SMS-399.2 o IP-169) que determina cuantitativamente los hidrocarburos constituyentes en términos de C₁, C₂, C₃, i-C₄, n-C₄, i-C₅, n-C₅ y hexanos. Determinando los hidrocarburos livianos no saturados por el método de nitrato de mercurio de plata (ASTM-D-1268) para compuestos de 4 o 5 átomos de carbono y menores, es posible distinguir los constituyentes saturados de los insaturados. Si el gas va a ser usado como carga para las unidades de producción de productos petroquímicos, es necesario un análisis total, o la determinación de hidrocarburos específicos, tal como el análisis del 1-3 butadieno en mezclas de hidrocarburos (ASTM-D-1096; IP-141), es necesaria. Las Tablas 10.4 y 11.3.a., suministran los resultados obtenidos del análisis de hidrocarburos livianos para los crudos "Peñas Blancas y "HCT" respectivamente. Para los gases propano y butano que son ampliamente conocidos un análisis total no es necesario, y solo son suficientes unos pocos ensayos simples, tales como gravedad específica, presión de vapor, vaporización y contaminantes o corrosión. Para gases combustibles, pruebas especiales son suministradas por "The National Gasoline Association of America".

T A B L A 1 0 . 4

ANÁLISIS DE HIDROCARBUROS LIVIANOS DEL CRUDO
PEÑAS BLANCAS 29.9 °API

Destilación a Baja Temperatura

C 1	0.01	
C 2	0.01	
C 3	<u>0.17</u>	
Total	0.19	0.2
iC 4	0.18	
nC 4	<u>0.48</u>	
Total C ₄	0.66	0.7

Análisis de Componentes (Método SMS 399.2)

Metano %/peso	0.01
Etano %/peso	0.01
Propano %/peso	0.17
Iso-butano	0.18
n-butano	0.48
iso-butano	0.51
n-pentano	0.65
Hexanos y más pesados	97.99

Total de hidrocarburos livianos = 0.9

(C₄ y más livianos)

En general, las pruebas más simples realizadas sobre los gases del petróleo se refieren a las determinaciones de gravedad específica para hidrocarburos livianos (ASTM-D-1657; IP-59), presión de vapor para gases licuados del petróleo. "LPG", (ASTM-D-1267; IP-161), evaporación y contenido de impurezas relacionadas a la corrosión, depósitos o contaminantes.

La gravedad específica es útil porque está relacionada a la operación de sistemas gaseosos, medidores y quemadores; en los métodos se indican tres procedimientos para gases y uno para gas licuado de petróleo.

La presión de vapor de los gases licuados del petróleo es de importancia considerable desde el punto de vista de operaciones de seguridad a causa de que esta propiedad sirve para determinar las tensiones que se producen en los recipientes de almacenamiento y/o equipos asociados. En los métodos disponibles se enumeran un proceso A para la medida a 100^oF. y otro proceso B para altas temperaturas, hasta de 140^oF.

Un ensayo de evaporación es útil para aquellas ocasiones en que es necesario permitir la evaporación natural del gas, y donde es necesario asegurar su composición, de modo que la remoción de hidrocarburos preferentemente más volátiles no dejen una presión de vapor indeseable, y, puesto que resulta impracticable especificar la composición del LPG, el ensayo de evaporación junto con la determinación de la presión de vapor resulta suficiente para garantizar la aceptación del material fijando su composición dentro de los límites especificados; el ensayo también indica, la extensión a la cual el propano comercial contiene butano y materiales de alto punto de ebullición, o cantidad de pentano y compuestos pesados presentes en el butano comercial y mezclas de propano-butano.

A veces es deseable determinar el poder calorífico del gas, y su medida directa puede efectuarse empleando cualquiera de los tipos de calorímetro de gas o calculándolo a partir de los valores de los calores específicos de los constituyentes.

Las sustancias que causan tendencias corrosivas, especialmente los sulfuros de hidrógeno y carbonilo deben eliminarse de los gases del petróleo puesto que son los que ocasionan la deterioración del catalizador, y a veces, se combinan con las olefinas para formar depósitos aceitosos que producen efecto perjudicial en las instalaciones de gas combustible. Estos compuestos no se forman si los gases de petróleo han sido adecuadamente refinados. Por otra parte, el agua presente en los gases, en estado líquido, puede ser la responsable de la corrosión, y su presencia puede detectarse hasta concentraciones no mayores del 0,005%/peso, usando bromuro de cobalto; además, el agua puede dar lugar a la formación de hidratos, de modo que si en las condiciones de servicio requeridas, es favorable la producción de tales hidratos, es usual, por tanto, secar primero el gas. La ausencia del sulfuro de hidrógeno, el cual debe ser completamente removido, puede comprobarse por su reacción negativa hacia el papel de acetato que detectará este compuesto hasta concentraciones del orden de 0,005%/peso. La determinación cuantitativa de los demás agentes corrosivos, contenidos de azufre, y sulfuros de hidrógeno y mercaptano, es también generalmente requerida.

10.3.2. NAFTAS

Los requisitos primarios exigidos a las naftas están encaminados a su comportamiento en las máquinas de combustión interna, para lo cual es necesario conocer todas las propiedades relacionadas a este comportamiento, en las diversas variedades de naftas producidas en los procesos de refinación (Las obtenidas por ruptura catalítica, reforma, polimerización, etc. como se muestran en la Fig. 1.1), con el fin de realizar una evaluación de sus características determinantes para hacer, mediante su adecuada selección el ajuste de las mezclas de gasolinas que han de colocarse en el mercado para especificaciones definidas, que garantizan un buen funcionamiento de los motores de los automóviles y aeronaves. Entre algunas de estas exigencias, es deseable, por ejemplo, que las naftas sean de una volatilidad tal que puedan encenderse espontáneamente al formar la mezcla explosiva con el aire para obtener una fácil puesta en marcha, y que se quemen inmediata-

mente en forma total y eficiente para conseguir una alta potencia y marcha rápida representadas por un mayor rendimiento en los motores; pero, por otra parte, la volatilidad no debe ser tal que al hervir en el sistema de combustión ocasione obstrucciones o taponamientos por vapor "Vapor Lock". Además, los combustibles deben estar libres de depósitos y contaminantes; luego, las gomas y azufre deben estar ausentes para evitar cualquier tendencia corrosiva; igualmente, estos han de ser químicamente estables a causa de que han de mantenerse en almacenamiento por períodos relativamente largos.

Por tanto, las pruebas que han de realizarse sobre las naftas se refieren a la volatilidad, combustión, estabilidad a la oxidación, corrosión y contaminantes, color y composición.

La volatilidad es estimada por el rango de ebullición en el ensayo de destilación, y su presión de vapor.

La combustión se determina mediante las medidas del número de octano, susceptibilidad al plomo y calor de combustión.

La estabilidad a la oxidación es expresada determinando el contenido de gomas y su velocidad de formación o período de inducción.

La corrosión y contaminantes se determina midiendo los contenidos de impurezas de azufre y sulfuros, y estimando su potencia corrosiva.

El color se determina por medio de colorímetros, y sirve para estimar el grado de refinado y contaminantes en forma rápida.

La composición es útil porque la proporción de constituyentes en la mezcla tienen un marcado efecto sobre las propiedades enunciadas, en especial sobre el número de octano, y porque algunos de sus componentes tienen efecto solvente sobre algunas partes del motor, como es el caso del poder disolvente de fracciones aromáticas de nafta sobre accesorios de caucho. Por

consiguiente, un análisis de tipo de hidrocarburos, parafínicos, olefínicos, nafténicos y aromáticos (PONA) es necesario.

Otras propiedades como la densidad, y viscosidad son determinadas a causa de su importancia en los cálculos de refinería.

En consecuencia, las propiedades de funcionamiento de los diferentes tipos de naftas constituyen las propiedades más importantes y las más sujetas a estudio.

Entre estas características, la volatilidad, y la combustión necesitan ajustarse a las condiciones a las cuales la máquina ha de utilizarse; por ejemplo, en regiones donde imperan las grandes altitudes, los cambios y gradientes escalonados que ocurren en la temperatura y presión atmosférica podrían suscitar algunos problemas que no se presentarían en las regiones cercanas al nivel del mar. Así: la altura afecta el número de octano.

El color, densidad, punto inicial de ebullición y punto final, compuestos de azufre no corrosivos tienen poca importancia para la marcha normal del motor, mientras que el agua, sedimentos, gomas y compuestos de azufre corrosivos provocan en seguida dificultades en el sistema de alimentación del motor.

Algunas propiedades de fracciones de nafta para algunos crudos analizados en el Laboratorio de la Refinería se muestran en la Tabla 10.5 (Ver también la Tabla 11.3., correspondiente a la evaluación del crudo "HCT", 27.0 °API).

T A B L A 1 0 . 5

PROPIEDADES DE FRACCIONES DE NAFTA PARA ALGUNOS CRUDOS ANALIZADOS EN EL LABORATORIO
DE LA REFINERIA INDICADOS EN LA TABLA 10.1

<u>C r u d o</u>	Zona HCT 30.9°API	Zona "B" 23.9°API	Zona "C" 24.0°API	Cira No. 1753 22.4°API	Cira Norte No. 1775 23.0°API	Lisama 32.5°API	Crudo "A" 24.3°API	Crudo "B" 24.1°API
Intervalo de Temper., °F	0-380	0-380	0-380	0-380	0-380	0-380	0-380	0-380
Vol. líquido destilado, %/Vl.	21.9	13.8	13.4	9.3	11.8	19.6	14.1	12.1
Gravedad API, a 60 °F	54.9	50.9	52.2	48.2	49.0	59.2	58.4	59.1
Gravedad Específica a 60 °F	=	-	-	-	-	-	-	-
Color Saybolt	+ 26	+ 22	+ 17	+ 22	+ 21	+ 30	+ 30	+ 30
Azufre, %/peso	-	-	-	0.04	-	0.017	0.045	0.051
Sulf. Hidrog. y Mercap(E. Doctor)	-	-	-	-	-	-	-	-
Corrosión, (Lámina de cobre)	-	-	-	-	-	-	-	-
Destilación ASTM, °F								
P. I. E.	160	176	170	166	168	126	107	116
5% recobrado	202	221	212	212	210	133	146	154
10% recobrado	214	233	227	228	225	179	166	172
20% recobrado	236	248	242	250	242	206	196	202
30% recobrado	248	262	257	269	260	228	219	224
40% recobrado	258	272	271	288	278	246	238	243
50% recobrado	268	288	285	306	298	254	255	261
60% recobrado	290	302	302	324	318	252	271	280
70% recobrado	306	316	316	340	333	278	295	298
80% recobrado	322	328	333	362	356	293	314	318
90% recobrado	340	346	352	388	380	333	338	346
P. F. E.	375	381	396	424	420	374	379	384
Total recobrado, %/Vol.	99%	99%	99%	98%	98%	98%	98%	98%
Presión de vapor, PSIG	1.3	0.2	1.3	1.4	0.8	3.5	4.9	5.5
Número Octano (F-1) Claro	54.6	64.1	63.0	69.6	66.9	60.4	60.0	59.8
Número Octano (F-1)+3ml TEL	72.0	79.5	77.8	85.0	82.0	80.0	78.0	76.8
Susceptibilidad al TEL	-	-	-	-	-	-	-	-
Gomas, mg/100 ml.	-	-	-	-	-	-	-	-
Estabilidad a Oxid.:								
Breakdown, min.	-	-	-	-	-	-	-	-
Tipos de hidrocarburos:								
Parafinas - saturados	-	-	-	-	-	-	92.7	94.1
Olefinas	-	-	-	-	-	-	0.5	0.7
Naftalenos	-	-	-	-	-	-	-	-
Aromáticos	-	-	-	-	-	-	6.8	5.2

A. GASOLINAS PARA AUTOMOTOR

Las características requeridas de las actuales gasolinas para uso en automotores, por ser esta una mezcla de productos refinados ("Cracking" catalítico, "Reforming", etc., junto con el producto obtenido de la destilación directa, Nafta Virgen), a la cual se le ha añadido pequeñas cantidades de aditivos que inhiben la detonación o la formación de gomas, se refieren al poder anti-detonante, facilidad para la puesta en marcha, aceleración y recalentamiento del motor y obstrucción por vapor, dilución del aceite del cárter, y exentas de agua, gomas y contaminantes de azufre corrosivo, las cuales por influir directamente en el funcionamiento de esta clase de motores, deben cumplir especificaciones exactamente definidas.

Por consiguiente, las propiedades que han de determinarse sobre este tipo de combustibles, comprenden la volatilidad, combustión, estabilidad a la oxidación, corrosión y contaminantes, color y composición.

1. VOLATILIDAD.- La volatilidad de una gasolina automotor afecta el funcionamiento de la máquina de numerosas maneras, tales como facilidad de arranque, velocidad de calentamiento en el cilindro del motor, obturación por vapor, formación de hielo en el carburador y dilución del aceite del cárter. Por consiguiente, el combustible debe ser suficientemente volátil para proporcionar facilidad de arranque y asegurar buena distribución del vapor en los cilindros, pero, no tan excesiva porque provoca tapón de vapor que frenará el flujo de combustible al carburador. Para obviar estos inconvenientes se aprovisionan gasolinas de más alta calidad en invierno que en verano.

El ensayo de destilación (ASTM-D-86; IP-123) permite cerciorarse de la volatilidad del combustible para estimar las proporciones de gasolinas que son vaporizadas a temperaturas sucesivamente más altas, y son los límites de ebullición del combustible los que dan indicación del fácil arranque, velocidad de aceleración, pérdida por dilución del aceite del cárter y tendencia hacia la obstrucción por formación de burbujas de vapor.

El punto final de destilación se ha utilizado extensamente en las especificaciones de la gasolina para relacionar las características de volatilidad en la curva ASTM con el objeto de proporcionar combustibles bien compensados.

La temperatura máxima a la cual hierve el 10% se toma como punto de referencia para evaluar el fácil arranque y recalentamiento del motor, y de ordinario se fija en el intervalo 131-140 °F., aunque, el porcentaje destilado a 158 °F. también tiene un efecto significativo sobre las cualidades de arranque y recalentamiento del motor.

El rango entre el 40-50% que podría hervir bajo 212 °F., se utiliza para asegurar buena distribución a los cilindros, y suave operación del motor.

Aquella parte del combustible que destila en la zona media de la curva de destilación, por ejemplo, entre el 20 y el 80% podría influir en la capacidad de potencia respecto a la aceleración y flexibilidad.

La tendencia a la dilución se estima en el punto del 90% que no podría exceder de 350 °F., pues si se tomara superior a este valor, resultaría una combustión incompleta, ensuciamiento de las bujías y detención del aceite lubricante en el cigüeñal; por las mismas razones, el punto final de ebullición debe estar usualmente por debajo de 400 °F.

La tendencia del combustible a causar tapón de vapor puede estimarse combinando los resultados de los ensayos de destilación y de presión de vapor Reid (ASTM-D-323; IP-69 o 171), más precisamente la relación : pendiente ASTM-Tensión de Vapor. El tapón de vapor se refiere a un exceso de volátiles que obstruyen el flujo de gasolina, por eso, las especificaciones de PVR. se establecen en base a esta propiedad. La presión de vapor rige también las pérdidas de almacenamiento y manipulación, especialmente en grandes altitudes.

En la Tabla 10.6. se muestran los rangos de destilación para varios grados de gasolina especificados por el Gobierno de los Estados Unidos.

La relación pendiente ASTM-Tensión de vapor se ha empleado extensamente como un factor de caracterización en la predicción de los cambios de la tensión de vapor con la temperatura, relaciones de equilibrio líquido-vapor, pérdida por evaporación en el almacenamiento, tapón por vapor y comportamiento en el arranque a bajas temperaturas. (Además, esta relación es también útil para caracterizar la volatilidad de los combustibles para aviación, respecto a su comportamiento en vuelos a gran altura).

La tensión de vapor puede calcularse conociendo la pendiente ASTM en el 10% destilado, por la siguiente expresión :

$$\begin{aligned} \text{Tensión de vapor Reid} &= R + \text{Pendiente ASTM} \\ \text{(10\% destilado)} & \hspace{15em} (10.1) \end{aligned}$$

Donde :

R : Factor que depende de la temperatura ambiente y de la altitud.

En lugares donde existen cambios apreciables de la temperatura por las estaciones, las especificaciones de PVR son modificadas para cada uno de estos cambios; por ejemplo, las especificaciones permiten hasta 13.0 PVR en invierno, mientras que en verano, el máximo probablemente sea de 9.0 PVR; debido a las variaciones de temperatura relativamente pequeñas en Colombia es usado únicamente un grado de volatilidad para especificaciones PVR.

Dentro de los límites expuestos de las especificaciones, es económico mezclar gasolinas para un máximo de tapón de vapor, a causa de que tales mezclas permiten mayor utilidad del producto butano; de lo contrario tendría que usarse en servicios de menor aprovechamiento económico, ya que los bu-

T A B L A 1 0 . 6

ANALISIS POR DESTILACION DE ALGUNOS COMBUSTIBLES MOTOR USADOS EN LAS
CIUDADES DE LOS ESTADOS UNIDOS

<u>Ciudad</u>	<u>Gravedad °API</u>	<u>Gravedad Específica</u>	<u>P. I. E.</u>	<u>Porcentajes Ebullición, °F</u>				<u>P. F. E.</u>	<u>Punto de Ebullición °F</u>	<u>Porcentaje de Recuperado</u>
				<u>10%</u>	<u>20%</u>	<u>50%</u>	<u>90%</u>			
Boston	57.7	0.748	98	147	181	262	365	398	257	97.1
New York	58.2	0.746	100	148	183	264	364	400	259	97.5
Pittsburgh	*57.4	0.749	95	150	187	270	373	406	263	96.9
Chicago	59.2	0.742	98	146	182	268	378	412	263	96.9
St. Louis	59.2	0.742	102	150	183	267	379	413	264	97.5

tanos tienen el más alto octanaje de los componentes de la gasolina como también tiene el máximo PVR, y por tanto, el tapón de vapor o PVR de la gasolina, es un factor limitante para inyectar butanos.

2. COMBUSTION.- El uso general de motores de alta compresión hace necesario considerar la mayor o menor facilidad con que una gasolina puede producir el golpeteo de encendido o detonación mediante la determinación del número de octano (F-1: ASTM-D-908, IP-126; F-2: ASTM-D-357, IP-44). No obstante, las características antidetonantes exigidas a este tipo de combustibles varían continuamente con el mejoramiento de los motores, luego, no solamente deben mejorarse las gasolinas sino también los antidetonantes.

Las variaciones del número de octano para algunos combustibles para cada razón de compresión, se muestran a continuación :

<u>Combustible</u>	<u>Número de Octano</u>		<u>Razón de Compresión</u>
	<u>Normal</u>	<u>En Colombia</u>	
n-heptano	0	0	3,5
i-octano	100	100	7,0
Gasolina mala	30-40	50-60	4,5 - 4,75
Gasolina corriente	50-60	60-70	5,0 - 5,70
Gasolina de automóvil buena	72-78	84-96	5,7 - 7,0
Gasolina de aviación	87	-	6,0 - 7,0
Gasolina de aviación (motor potente)	100	100-130	7,0 - 8,0
Gasolina de aviación militar	100-125	-	8,0 - 10,0

Las gasolinas deben tener un alto valor antidetonante con el fin de obtener una mayor ganancia al reducirse el consumo de combustible, esto es al aumentar el rendimiento térmico del ciclo en el motor, pero, esta especificación es limitada por la cantidad de componentes, aromáticos, ya que estos tienen valores de combustión relativamente más bajos que las olefinas y parafinas.

Las propiedades antidetonantes de todos los hidrocarburos componentes de la gasolina son bien distintas; algunos de estos, como el benceno y los de las gasolinas de craqueo son útiles para disminuir el golpeteo; sin embargo, siempre es necesario añadir pequeñas porciones de tetraetilo de plomo "TEL" para aumentar los valores del número de octano hasta un nivel deseado.

La buena respuesta de las gasolinas de destilación directa a la adición de TEL es útil en la preparación de combustibles de alto valor antidetonante, aunque la misma gasolina de destilación directa o nafta virgen puede ser de bajo octanaje, la pequeña adición, en el orden de 1,4 a 1,0 ml. por galón de gasolina, es necesaria para elevarla a una especificación determinada en la preparación de gasolinas de varios grados, y a menudo la convierte en un "Stock" más adecuado para gasolina premio que una gasolina de craqueo, menos susceptible por la presencia de hidrocarburos olefínicos.

El calor de combustión (ASTM-D-240, ASTM-D-287; IP-12) solo es útil para los fabricantes y diseñadores de motores. Aproximadamente 1 kg. de combustible produce 40.000 BTU en la cámara de combustión del motor. A continuación se muestra una comparación entre la potencia calorífica de la gasolina con otros combustibles :

Carbón sólido	32.300 BTU/Kg.
Nafta Virgen	42.000 "
Gasolina	42.000 "
Heptano	42.400 "
Gasóleo	42.000 "

3. ESTABILIDAD A LA OXIDACION.- Las gomas se forman en las gasolinas por la presencia de compuestos inestables, principalmente por el contenido de hidrocarburos olefínicos. Estas gomas pueden ocasionar molestias debido a que se depositan en los múltiples de distribución de la cámara de admisión y émbolo de la válvula que pronto conducirán a una falla en el sistema de combustión del motor.

Las gasolinas frescas normalmente no contienen gomas, pero por el almacenamiento prolongado podrían producirse, y por tanto es necesario añadir una cantidad de inhibidor de gomas.

Las gomas actuales, o que ya se han formado en la gasolina (Gomas preformadas) pueden tolerarse en pequeñas cantidades, hasta 6-10 mg./1000ml., determinadas por el ensayo para goma existente (ASTM-D-381; IP-131).

Las gomas potenciales o finales, que pueden formarse con el tiempo son de poco valor, excepto para indicar las dificultades que pueden presentarse, si por cualquier razón, la gasolina no es llevada al mercado durante muchos meses, y deben estar por debajo de unos 30 mg./1000 ml. cuando se miden como gomas formadas durante el ensayo de oxidación acelerada (ASTM-D-873; IP-138), para dar una indicación de una gasolina estable.

La velocidad de formación de las gomas durante el almacenamiento, que ha sido relacionada al tiempo necesario para producir 10 mg. de goma en un ensayo de oxidación acelerada pudiéndose prever de esta manera el tiempo en el cual la gasolina puede estar en almacenamiento, es medida por el período de inducción en horas, "Breakdown" (ASTM-D-525; IP-40); el cual es aproximadamente igual a los meses que la gasolina puede estar en almacenamiento bajo condiciones comerciales.

4. CORROSION Y CONTAMINANTES.- Aunque la gasolina para automotor puede considerarse como no corrosiva, es necesario asegurarse de que no contenga contaminantes corrosivos, en especial el azufre; un elevado contenido de este da lugar a corrosiones en el silenciador y tubo de escape del motor durante tiempo frío debido a que la condensación de la humedad origina la formación de los ácidos sulfuroso y sulfúrico.

La refinación reduce normalmente el contenido de azufre total en la proximidad de 0,25%/peso, y esta cantidad y aún valores mayores pueden admitirse a causa de que no han originado molestias, puesto que gasolinas aún con cantidades de 0,4%/peso se venden. Además, ahora se está haciendo obligatorio, el

uso de un aparato que asegura completa limpieza de compuestos dañinos, generalmente derivados del azufre, en los vapores de escape de los automóviles. Su determinación se efectúa por el método de lámpara (ASTM-D-1266, ASTM-D-90; IP-107).

Los monosulfuros, disulfuros y mercaptanos son extremadamente perjudiciales por su corrosión, olor y porque afectan grandemente la susceptibilidad de la gasolina al plomo tetraetilo; su presencia es fácilmente detectada por el ensayo "Doctor" (ASTM-D-484; IP-30) y su estimación cuantitativa se realiza por el ensayo electrométrico (ASTM-D-1219; IP-103 y 104).

El ensayo para potencia corrosiva es efectuado por la acción del combustible hacia la lámina de cobre (ASTM-D-130; IP-154).

5. COLOR.- El color Saybolt de una gasolina (ASTM-D-156) dice poco acerca de su calidad y solo tiene importancia cuando se trata de distinguir los distintos tipos de gasolina, motor y aviación; no obstante, da una indicación respecto a las operaciones de refinación y la tendencia a producir gomas.

Los compuestos antidetonantes más apreciados son parcialmente eliminados por el tratamiento y por tanto las especificaciones para el color se han tornado menos importantes.

La mayoría de los refinadores recurren al uso de colorantes solubles para enmascarar el color del producto natural empleando colorantes que varían entre el amarillo y el púrpura oscuro; este enmascaramiento se hace con el objeto de identificar una gasolina y garantizar las cualidades especificadas, preservar las propiedades antidetonantes que podrían perderse parcialmente por el tratamiento químico y en parte reducir, por tanto, el costo de refinación.

6. COMPOSICION.- La composición tiene gran influencia sobre las características de detonación de una gasolina, así por ejemplo, las parafinas de cadena recta tienen valores de número de octano bajos mientras estos valores para los hidrocarburos a-

romáticos son mayores; y, los hidrocarburos de cadena ramificada, iso-parafinas y olefinas, tienen valores intermedios, dependiendo de su estructura y puntos de ebullición.

Como las gasolinas de los motores actuales son mezclas de hidrocarburos refinados derivados del petróleo crudo (Véase Fig. 1.1), sus composiciones son principalmente de interés en el funcionamiento de la máquina por su efecto disolvente sobre las uniones y empaques de caucho, diafragmas, etc. por tanto, es ventajoso conocer el contenido de aromáticos y estimar los compuestos nafténicos y olefínicos presentes.

La determinación del punto de anilina (ASTM-D-611; IP-2) da una indicación del poder disolvente de las naftas y características antidetonantes del combustible porque permite estimar el contenido de aromáticos y la tendencia relativa a la detonación a partir del equivalente de anilina.

Las olefinas y aromáticos pueden predecirse mediante el ensayo de tratamiento ácido y número de bromo (ASTM-D-1019; IP-145) y la cantidad relativa de este tipo de hidrocarburos, o total de no saturados, puede estimarse midiendo las olefinas por el ensayo de número de bromo (ASTM-D-875; IP-128), calculando los aromáticos, por diferencia. Una indicación del grado de insaturación olefínica puede efectuarse mediante la determinación del número de bromo (ASTM-D-1158, ASTM-D-1159; IP-129 o 130).

En general la determinación del tipo de hidrocarburos "PONA", es deseable y para tal fin los siguientes métodos son disponibles :

ASTM-D-1319, que sirve para analizar los tipos de hidrocarburos líquidos por medio de absorción permitiendo conocer las proporciones de parafinas, olefinas, naftenos y aromáticos en las gasolinas, y, el método ASTM-D-936 es utilizado para estimar el contenido de aromáticos en gasolinas libres de olefinas también por absorción; el método IP-156, emplea un procedimiento cromatográfico para estimar los hidrocarburos parafínicos, olefínicos, nafténicos y aromáticos; también está disponible para este propósito el método SMS-1323.

La proporción de benceno presente en la gasolina, podría estimarse a partir de la determinación del punto de congelación, o prueba fría (ASTM-D-2386, ASTM-D-1477; IP-16), ya que este compuesto tiene un punto de congelación de $5,5^{\circ}\text{C}.$, y su medida es de utilidad porque en períodos muy fríos puede cristalizarse de la gasolina, y si su cantidad es considerable, la cristalización podría conducir al atascamiento de las líneas y filtros del sistema de combustión; además, existen métodos espectrográficos para medir más detalladamente el contenido de aromáticos en una gasolina, como son los métodos espectrofotométricos para determinar benceno y tolueno (ASTM-D-1017; IP-151 o IP-152).

B. GASOLINAS PARA MOTORES DE AVIACION

La calidad requerida para los combustibles de los motores alternativos de aviación de encendido por chispa es similar a la exigida por los combustibles para los motores de automóvil, aunque más estricta con respecto a la volatilidad, valor antidetonante, estabilidad al almacenamiento y composición química; por ejemplo, debe ser más volátil pero de menor presión de vapor con el fin de asegurar su comportamiento en vuelos a gran altura, y de números de octano más altos que los correspondientes a las gasolinas motor. No obstante, las pruebas de volatilidad, goma existente (ASTM-D-381; IP131) y potencial (ASTM-D-873; IP-138), azufre y contenido de aromáticos, como la interpretación de los resultados son los mismos que para las gasolinas automotor.

1. VOLATILIDAD.- La volatilidad de las gasolinas de aviación normalmente es mayor que la de la gasolina para automotor y se estima por el ensayo de destilación (ASTM-D-86; IP-123); pero, la presión de vapor (ASTM-D-323; IP-69, 171) debe mantenerse a un nivel más bajo para evitar pérdidas de combustible debido a la evaporación o ebullición en vuelos a grandes altitudes con la consiguiente interrupción del combustible suplido del tanque al motor por tapón de vapor.

2. COMBUSTION.- La calidad antidetonante de las gasolinas de aviación es mayor que las destinadas para automóviles a



causa de exigir un mayor comportamiento antidetonante, por tanto, los números de octano son mayores, y su determinación se efectúa para las dos condiciones de funcionamiento de las naves :

Máxima economía para travesía por su mezcla pobre (F-3 : ASTM-D-614; IP-150), y

Máxima potencia de arranque por su mezcla rica o sobrecargada (ASTM-D-909; IP-119).

Por tener igual significado para la operación del motor, es conveniente reportar conjuntamente estos valores en términos de números dobles para valores de octano mayores de 100, esto es, como números de comportamiento.

El poder calorífico del combustible (ASTM-D-240; IP-12) es mantenido a un mínimo, pero el resultado solo es de significado cuando se comparan combustibles de aproximadamente el mismo valor antidetonante.

3. ESTABILIDAD A LA OXIDACION.- Si un combustible de aviación se tiene en almacenamiento bajo condiciones adversas antes de que se use, y a menos que se haya elaborado bien y estabilizado contra la oxidación lenta, pueden formarse cantidades objetables de gomas en su almacenamiento. Las especificaciones de gomas para fines militares son por eso más estrictas que las que se necesitan para propósitos civiles normales debido a que prolongados períodos de almacenamiento son más probables bajo condiciones adversas durante operaciones militares que en ordinarias prácticas comerciales. La estabilidad se mide por el período de inducción (ASTM-D-525; IP-40) y el contenido de gomas por la prueba de disco de cobre (ASTM-D-910).

4. CORROSION Y CONTAMINANTES.- La sola presencia del cualquier elemento extraño no hidrocarbonado irá a colorear de inmediato el combustible (inhibidor de la detonación y de gomas). La corrosión por azufre tiene los mismos efectos que para gasolina motor y debe ser determinada (ASTM-D-1266; IP-107). Igualmente, los contenidos de sulfuros pueden predecirse por la

prueba "Doctor" (ASTM-D-484; IP-30) y su contenido medirse por el método electrométrico (ASTM-D-1219; IP-103 y 104); también el ensayo de corrosión por la franja de cobre (ASTM-D-130; IP-154) es deseable.

El contenido de agua es importante, puesto que el agua disuelta se separará del combustible a medida que es enfriada en su trayectoria durante los vuelos, por el descenso de la temperatura, y debe separarse inmediatamente sin que forme una emulsión o un precipitado que podría obstruir el sistema de combustión; por eso, es necesario estimar la tolerancia del agua del combustible de aviación (ASTM-D-1094; FSTM-3251.7).

El punto de congelación de las gasolinas de aviación (ASTM-D-910, ASTM-D-2386 y ASTM-D-1477; IP-16), se especifica normalmente para un máximo de -60°C ., para evitar la congelación del combustible a grandes alturas, la cual podría acarrear fallas peligrosísimas por obstrucción del sistema de combustión.

El punto de congelación, el contenido de agua que conducirá a la formación de espuma y/o helación, y los lodos, obstruyen la alimentación del sistema combustible y tienen especial significación en estos combustibles.

5. COMPOSICION.- Las gasolinas para aviación deben contener una alta proporción de iso-parafinas y cantidades menores de naftenos y aromáticos; las olefinas que son propensas para la formación de gomas deben estar ausentes. Los aromáticos por su efecto solvente sobre sellos y empaques de tanques, diafragmas han de limitarse a un máximo del 20%. El punto de anilina se determina por el método ASTM-D-611 o IP-12; el contenido de olefinas y aromáticos por el ASTM-D-1019, ASTM-D-875 o IP-145 y 128; y, el tipo de hidrocarburos por ASTM-D-1319 o IP-156.

C. NAFTAS PARA DISOLVENTES.- Los solventes son productos refinados de gran pureza y baja toxicidad que requieren para su buena calidad características específicas, así por ejem-

pló, las naftas para disolventes deben ser incoloras, tener un bajo punto de ebullición para su rápida evaporación, olor agradable de manera que el olor a petróleo no se transmita a los productos manufacturados y estar perfectamente fraccionadas para eliminar en lo posible riesgos de incendio; contener una buena proporción de hidrocarburos aromáticos para la dilución de lacas y resinas sintéticas, y una pequeña proporción de hidrocarburos no saturados para aumentar su estabilidad; además, deben estar libres de acidez, no ser corrosivas y exentas de gomas o materiales en suspensión. La satisfacción de todas estas exigencias involucra la estimación de las siguientes propiedades: volatilidad, contaminantes y poder disolvente.

1. VOLATILIDAD.- La volatilidad de un solvente está estrechamente relacionada a su tiempo de evaporación cuando está en uso, así que por la temperatura de evaporación y/o tiempo de secado se determina el tipo de solvente para cualquier propósito requerido.

Como para cualquier producto liviano, el ensayo de destilación (ASTM-D-86; IP-123) es el medio normal para estimar la volatilidad, aunque, para muchos casos, es también necesario estimar el tiempo de secado o evaporación (ASTM-D-972); además, existen destilaciones especiales para tipos específicos de solventes como son las efectuadas sobre disolvente y lacas (ASTM-D-1078) o para disolventes aromáticos (ASTM-D-850).

Muchos solventes son altamente volátiles, lo cual es importante para condiciones de servicio y almacenamiento desde el punto de vista de seguridad y pérdidas del producto, determinar el punto de inflamación (ASTM-D-56; IP-33) y la presión de vapor (ASTM-D-323; IP-69, 171). El punto de inflamación ha de especificarse a un valor límite, por ejemplo ha de estar por debajo de 73 °F. cuando se determina en el aparato de Abel o, según lo estipulado por legislaciones para productos inflamables; el rango puede extenderse de 0 a 120 °F. (IP-170), y para fracciones de rango de ebullición mayores puede emplearse el aparato de Pensky Martens (ASTM-D-93; IP-34).

2. CONTAMINANTES.- Aunque los solventes del petróleo son inofensivos e inertes para la mayoría de los propósitos, es esen-

cial que estén libres de contaminantes. A causa de que los solventes refinados son incoloros, el medio más sencillo para examinar su contaminación es por el ensayo de destilación. También el color (ASTM-D-156; IP-17) ha proporcionado un medio rápido para detectar la contaminación.

Los solventes deben ser neutros, por tanto el número de neutralización (ASTM-D-974, ASTM-D-664; IP-1) es deseable, y de modo que su acidez o alcalinidad sea despreciable.

Para que los solventes estén libres de gomas y no sean corrosivos, las olefinas y compuestos reactivos de azufre, sulfuros de hidrógeno y mercaptano (ASTM-D-484 o IP-30; y ASTM-D-1219 o IP-103, 104) deben estar totalmente ausentes. El contenido de azufre total (ASTM-D-1266 o IP-107) normalmente debe ser pequeño, y esto es particularmente necesario en solventes usados en la industria de pinturas, donde se requieren muy bajos contenidos de azufre a causa de la posibilidad de que este reaccione con los pigmentos causando cambios en el color de los productos. La prueba de cinta de cobre (ASTM-D-130; IP-154) es uno de los mejores medios para el control de la corrosión.

3. PODER DISOLVENTE.- El poder disolvente de las naftas está íntimamente relacionado a su composición a causa de que los solventes de petróleo son mezclas de n-parafinas, i-parafinas, ciclo-parafinas y aromáticos; luego, el poder disolvente dependerá considerablemente de las proporciones relativas de estos tipos de hidrocarburos.

Por tanto, el análisis de tipos de hidrocarburos da una indicación de la potencia del solvente y los métodos utilizados son los mismos que los empleados para las gasolinas: Análisis de tipos de hidrocarburos (ASTM-D-1319; IP-156); olefinas y aromáticos por tratamiento ácido y número de bromo (ASTM-D-1019; IP-145), etc. Sin embargo, existen ensayos especiales para determinar la potencia del solvente, como son las determinaciones del punto de anilina (ASTM-D-611; IP-2), índice Kauri-butanol (ASTM-D-1133) y relaciones de nitrocelulosa en acetato de etilo. Bajos valores del punto de anilina son deseables para lograr altos contenidos de aromáticos. También puede examinarse la

densidad, ya que, las naftas de baja densidad alteran el porcentaje de hidrocarburos aromáticos.

Además, es necesario cerciorarse de la eficiencia del solvente hacia materiales tales como gomas, resinas, lacas y ésteres de celulosa, las cuales se realizan mediante estimaciones prácticas basadas en las condiciones de uso actual, como son la dilución de lacas y resinas, pero, estos ensayos son solo de significado para la industria concerniente. Sin embargo, algunos de los métodos se basan por ejemplo en la saturación del solvente a una determinada temperatura, con materiales específicos, como es el caso de los concentrados para insecticidas, y la posterior medida de la muestra que ha sido disuelta, después de haberse separado por filtración o evaporación; o también, la determinación de la cantidad de solvente añadido a una resina antes que la solución se enturbie, con el objeto de estimar su solubilidad.

10.3.3. QUEROSENO

El ensayo más importante para un queroseno es su comportamiento en la prueba de combustión o de lámpara; los demás ensayos, volatilidad, gravedad, punto de inflamación, viscosidad, punto de fluidez, contenido de azufre, color y contaminantes prestan utilidad en algunos casos, cuando no se dispone de una prueba de combustión, pues dan una idea razonable de la calidad de un aceite de iluminación para un propósito particular. Por tanto, las pruebas realizadas sobre el queroseno comprenden volatilidad, combustión, fluidez y solidificación, corrosión y contaminantes, estabilidad al color y composición.

En la Tabla 10.7. se muestran los valores de las propiedades de fracciones de queroseno para algunos crudos evaluados en el laboratorio de la Refinería. (Ver también la Tabla 11.3 correspondiente a la Evaluación del Crudo "HCT", 27.0 °API.).

1. VOLATILIDAD.- Para producir un aceite de alumbrado de buena calidad, generalmente se requiere una pequeña cantidad de material liviano (Nafta); por eso, los límites de ebullición entre el queroseno y la nafta se superponen debido a la cantidad de gasolina pesada presente en el queroseno; esta superposición debe tenerse en cuenta cuando la gasolina y el queroseno son evaluados a partir de una destilación de un petróleo crudo. Cuando la nafta está bien fraccionada, el punto de inflamación y el punto inicial de ebullición del queroseno serán muy altos, luego, el queroseno no quemará en forma apropiada.

La volatilidad se estima como en el caso de productos livianos del petróleo por la prueba de destilación (ASTM-D-86; IP-123) que también controla el punto de inflamación, ya que el punto inicial de ebullición y la temperatura a la cual el 10% es evaporado son los factores que afectan el punto de inflamación, y el punto medio de ebullición, que se refleja en la viscosidad del aceite, como sucede en los quemadores de pabilo. Los puntos inicial y final de ebullición en la destilación ASTM son del orden de 374 °F. y 500 °F., respectivamente.

El punto de inflamación generalmente tiene valores Tag. que oscilan entre 122 y 176 °F. (ASTM-D-56); y para requisitos de seguridad no debe estar por debajo de 73 °F., cuando se determina en el aparato de Abel (IP-33), aunque los grados del mercado rara vez están por debajo de 100 °F.

Un alto punto de inflamación y un alto punto final de ebullición pueden indicar contaminación con aceites pesados, pero estos pueden detectarse por el residuo dejado en la prueba de evaporación (ASTM-D-972; IP-131).

El aceite de foca mineral 150 ° se especifica para un punto de inflamación en el vaso abierto de Cleveland no menor de 120 °F.

2. CALIDAD DE COMBUSTION.- El valor del queroseno depende directamente de su comportamiento en la prueba de combustión en lámpara (ASTM-D-187; IP-10); por tanto resultados no satisfactorios de este ensayo, determinados por la producción de hu-

mo, formación de una nube blanca en la chimenea, inchamiento de la mecha, dan una indicación de la calidad de quema; así por ejemplo, la producción de humo se debe en gran parte a los hidrocarburos aromáticos, la nube blanca es probablemente producida por los disulfuros, y el hinchamiento de la mecha se considera que la causan los disulfuros y los hidrocarburos aromáticos.

El método permite una estimación de la tendencia del aceite hacia la formación de carbón mediante la producción de residuo carbonoso o depósitos de hollín sobre el pabilo y/o de la película de la chimenea, y también proporciona un medio para medir y comparar el consumo de aceite.

Las cantidades completamente significantes de contaminantes, como destilados de alto punto de ebullición y residuos son también examinados por causar una considerable formación de carbón sobre el pabilo, y en casos extremos, el coque puede llegar a ser tan excesivo que extingue la llama; el mismo efecto va a ser observado, pero en menor extensión, cuando el queroseno no ha sido adecuadamente refinado; el carbón depositado en la chimenea puede ser duro, frágil o blando, y su cantidad y apariencia varían de acuerdo a la naturaleza y propiedades del aceite; el carbón puede ser de forma irregular y en consecuencia desprenderse como depósito.

Los querosenos parafínicos quemarán bien en quemadores de lámpara de pabilo, y producen una llama amarilla; los tipos nafténicos y aromáticos queman bajo inadecuadas condiciones de tiro, y tienden a dar una llama rojiza, pero, mejorando el tiraje, facilita la producción de una luz excelente para estos tipos, aunque tienden a reducir la iluminación dada por los aceites parafínicos; en quemadores y hornos alimentados por mecha y que queman con una llama azul, el tipo de queroseno es de importancia.

Para la evaluación de aceites de alumbrado de larga duración y aceites de foca mineral se emplean las pruebas de combustión ASTM-D-219 o IP-11, y ASTM-D-239 respectivamente, donde los aceites se consumen bajo condiciones específicas

por períodos de 120 y 20 horas en su orden para cada prueba, en las cuales la disminución de altura de la llama, depósitos en la mecha, películas en la chimenea son igualmente importantes, y el consumo de aceite y coque formado al final de la prueba son determinados.

Cuando no es posible obtener los resultados de un equipo para quema, una idea razonable puede ser suministrada considerando la gravedad, punto de inflamación, viscosidad, punto de fluidez, contenido de sulfuro, color, rango de ebullición y punto de nube.

Como las pruebas de quema son esencialmente cualitativas, resultados cuantitativos pueden ser obtenidos por las determinaciones del punto de humo y número luminométrico aplicados especialmente para caracterizar los combustibles de chorro de aviación.

El número luminométrico (ASTM -D-1740) sirve para indicar la potencia de quemado o poder de iluminación del queroseno, y es una prueba definitiva en los aceites destinados a operar en las turbinas de motores a chorro de aviación, "Turbo-jet", donde las medidas se efectúan para un nivel de calibración de 40 de luminosidad, a causa de que el aparato utilizado para la medición, o luminómetro, es ajustado por el fabricante para estas condiciones cuando se usan iso-octano y tetralin como combustibles de referencia.

El punto de humo (ASTM-D-1322; IP-57) se determina en un queroseno para indicar su tendencia a humear, y su medida es de valor para indicar la calidad del carburante, puesto que indica la altura máxima que puede alcanzar la llama sin que desprenda humo indicando la parafinidad del aceite para valores altos de la medida, o su aromaticidad, para bajos valores. Estos valores pueden llegar hasta 21 o 24, y con tratamiento ácido hasta valores de punto de humo 30.

El número de octano solo se requeriría determinar en el queroseno si este fuera destilado como aceite para tractor o tractorina, "Tractor Oil", el cual debería ser lo suficientemente alto.

En general puede decirse que un queroseno al quemar en una lámpara estándar, los siguientes fenómenos son requeridos para clasificarlo como aceptable :

Una alta proporción de quema para suministrar una temperatura de llama elevada.

Una cantidad limitada de hidrocarburos gaseosos craqueados, o de coque.

Parte del coque puede consumirse por la reacción gas-agua para proporcionar gas combustible.

Algo de coque es calentado hasta incandescencia para suministrar la luz deseada.

El coque restante es finalmente quemado a dióxido de carbono.

3. FLUIDEZ Y SOLIDIFICACION.- La viscosidad es particularmente importante en el caso de quemadores y hornos alimentados con pabilo a causa de que afecta la facilidad con que el queroseno asciende por la mecha, y comúnmente se mide como Termoviscosidad Saybolt (LIC-30.01), la cual da una buena indicación del comportamiento del aceite en las lámparas; ordinariamente, se encuentran variaciones entre 325 y 450; sin embargo, un aceite puede tener una viscosidad apropiada, pero no una combustión satisfactoria.

Las determinaciones del punto de fluidez (ASTM-D-97) son útiles para dar una indicación del comportamiento del aceite a bajas temperaturas por la posible cristalización de las ceras contenidas en él, y esto es importante para los combustibles destinados para aviones de chorro (JP-1A, JP-4); y para dar una indicación de las condiciones de flujo o variación de la viscosidad a bajas temperaturas. También el punto de congelación (ASTM-D-2386, ASTM-D-1477; IP-16) sirve para apreciar la calidad de los turbocombustibles en este aspecto.

4. GRAVEDAD.- Los querosenos deben tener un peso específico de 0,788 a 0,835 como han de determinarse por el método ASTM-D-287 (Tablas de conversión ASTM o IP, o el "Manual Tag").

5. CORROSION Y CONTAMINANTES.- El contenido de azufre (ASTM-D-1266; IP-107) debe mantenerse lo más bajo posible por el efecto corrosivo de los productos de combustión, y de modo que los humos producidos en los equipos no tengan un olor desagradable ni formen depósitos en las chimeneas de las lámparas de vidrio. Por las mismas razones, los sulfuros de hidrógeno y mercaptanos (ASTM-D-484; IP-30) deben estar totalmente ausentes; en los quemadores tipo a presión, el sulfuro de hidrógeno produce corrosión, a causa de que las altas temperaturas de los hornos acentúan el ataque metálico. El aceite potencialmente corrosivo puede ser detectado por el ensayo de lámina de cobre (ASTM-D-130; IP-154).

Cantidades significativas de contaminantes, como destilados de alta ebullición y residuos pueden causar una considerable concentración de carbón sobre la mecha, y en casos extremos, el coque puede llegar a extinguir la llama; lo mismo puede observarse en la prueba de lámpara (ASTM-D-187; IP-10) cuando el queroseno ha sido mal refinado. El ensayo de color es un medio rápido de detectar contaminación.

6. ESTABILIDAD AL COLOR.- Ciertos querosenos comerciales son coloreados por un colorante que no debe afectar la calidad de combustión del aceite; sin embargo, antes de colorearlo, el queroseno refinado es incoloro, y por consiguiente determinando el color (ASTM-D-156; IP-17), pueden estimarse los contaminantes indeseables o un mal refinamiento.

7. COMPOSICION.- Los hidrocarburos típicos del queroseno son indispensables para fijar los grados típicos de aplicación; así, los querosenos que contienen aromáticos no podrían usarse en lámparas porque causarían humo y, además, tienen poca iluminosidad, pero los aceites para tractor son preferencialmente de tipo aromático, esto es de bajos valores de punto de anilina (ASTM-D-611; IP-2). Por estas razones, siempre que sea posible un análisis de

tipos de hidrocarburos, PONA, es deseable, dependiendo del alcance del método (SMS-1323).

A. ACEITES COMBUSTIBLES PARA TRACTOR

Las propiedades de estos carburantes son difíciles de conseguir debido a las limitaciones impuestas a los combustibles para motor y a la necesidad de abaratarlos, y, a la variedad de máquinas que hacen más que imposible las especificaciones precisas; sin embargo, algunos carburantes de este tipo se encuentran en el mercado con las siguientes propiedades :

Punto de inflamación mínimo	Inferior a 115 °F.
Temperatura mínima en el 10%	176 a 433 °F.
Temperatura mínima en el 95%	491 a 554 °F.
Temperatura final máxima	482 a 600 °F.
Azufre máximo, %/peso	0,1 a 0,5 %

En general las exigencias para estos aceites son las mismas que para cualquier combustible utilizado en máquinas de combustión interna, por tanto la volatilidad, combustión y la corrosión y contaminantes deberá ser determinados, junto con una estimación del contenido de aromáticos.

El aceite de vaporización tiene una volatilidad mucho más baja que la de la gasolina para automotor, pero suficiente para facilitar la operación, hasta que sea completamente vaporizado en el precalentador del motor que es mantenido por gases de escape cerca a 392 °F. El requisito esencial de la volatilidad controlada por el ensayo de destilación (ASTM-D-86; IP-123) son los porcentajes a las temperaturas de ebullición entre 320 y 392 °F. El residuo dejado por los ensayos de vaporización (ASTM-D-972; IP-132), debe ser despreciable para evitar obstrucciones en el precalentador.

Debido a que el aceite de vaporización es frecuentemente almacenado en lugares distantes y aislados, el punto de inflamación (ASTM-D-56; Tag; IP-33 : Abel) es usualmente limitado a un mínimo valor de 90 °F. Abel (IP-33 o 176); de manera que este tipo de combustible no representa mucho peligro

de encendido.

Un alto contenido de aromáticos es necesario para combatir el efecto de la volatilidad sobre el número de octano (ASTM-D-357, ASTM-D-908; IP-44); y, estos aromáticos son los ordinariamente obtenidos del queroseno con solventes para la producción de aceites de alumbrado.

Paralelamente a otros combustibles, su calidad es controlada también por las determinaciones del contenido de azufre (ASTM-D-1266; IP-107) y la prueba de corrosión en lámina de cobre (ASTM-D-130; IP-154).

B. ACEITES COMBUSTIBLES PARA TURBINAS DE MOTORES DE AVIACION.

Las especificaciones de los turbocombustibles son numerosas y conciernen principalmente a las condiciones de vuelo de las naves; por ejemplo, para grandes alturas se requiere un buen comportamiento del combustible a baja temperatura para lograr su fácil bombeo a las temperaturas y presiones que existen en tales situaciones, y un cuidadoso control de la volatilidad para evitar pérdidas por evaporación del combustible. Las pruebas que han de efectuarse a estos combustibles, por consiguiente, incluyen la medida de las propiedades que afectan en particular el funcionamiento de las turbinas bajo tales circunstancias y comprenden: volatilidad, combustión, comportamiento a bajas temperaturas, estabilidad (térmica y química), corrosión, contaminantes y composición.

1. VOLATILIDAD.- La volatilidad del combustible se mide por el ensayo de destilación (ASTM-D-86; IP-123) y es la propiedad particularmente útil para las condiciones de funcionamiento de las turbinas en vuelos a gran altura; los combustibles volátiles presentan facilidad de arranque, mejor rendimiento en la combustión y menores depósitos en el motor, pero tienden a producir obstrucción y pérdidas por evaporación; por tanto, para evitar las pérdidas por la ebullición del combustible en tanques que no están a presión, se requiere una baja presión de vapor. Indudablemente, las gasolinas de amplio rango, usadas pa-

ra aumentar la demanda de los "JP" son peores que el queroseno en este aspecto; por tanto, se requiere un control de la presión de vapor "PVR" (ASTM-D-323; IP-69, 171), por parte de la gasolina y, del punto de inflamación (ASTM-D-56; IP-33) por parte del queroseno. El punto de ebullición no debe ser superior a los 400 °F., y la presión del vapor solo debe ascender hasta 0.5 Kg./cm². absolutos.

2. COMBUSTION.- Los combustibles para turbinas de gas al quemar no deben dar lugar a la formación de humo y depósitos de carbón sobre las paletas de la turbina, pues a menos que la combustión sea limpia, la eficiencia de la máquina será afectada. Para controlar este hecho, las determinaciones del número luminométrico (ASTM-D-1740) y punto de humo (ASTM-D-1322; IP-58) son necesarios a causa de que suministran una rápida y precisa estimación de la potencia de quemado y tendencia a formar humo y/o depósitos de carbón; no obstante, para gasolinas de amplio rango, una buena estimación entre los depósitos de la cámara de combustión y resultados de laboratorio puede obtenerse si el punto de humo es considerado junto con la volatilidad mediante correlación del punto de humo y el índice de volatilidad del combustible; se define este como el punto de humo más el 0,42% de destilado que hierve a temperaturas inferiores a los 400 °F.

3. COMPORTAMIENTO A BAJAS TEMPERATURAS.- La bombeabilidad se mide por la viscosidad (ASTM-D-88, ASTM-D-445; IP-70, 71), pero debido a las bajas temperaturas, la separación de la cera conduce a la obstrucción de líneas, filtros, etc. por eso, es necesario especificar bajos puntos de congelación (ASTM-D-2386; IP-16) del orden de unos -60 °C como máximo, o de los puntos de nube y de fluidez (ASTM-D-97; IP-15); también el combustible debe estar exento de agua para evitar la formación de hielo y para tal fin el ensayo de tolerancia de agua (ASTM-D-1094) es requerido.

4. ESTABILIDAD.- Este requisito significa que el combustible no ha de depositar gomas o barnices que puedan obstruir las toveras de los quemadores, y para controlar este hecho el ensayo de estabilidad térmica (ASTM-D-1660) es efectuado. Las de-

terminaciones de las gomas existentes y potenciales (ASTM-D-381 y ASTM-D-873; IP-131 y 138) suministran una indicación de la posibilidad de la formación de barnices con el consiguiente bloqueo del sistema combustible y la producción de gomas en períodos de almacenamiento prolongados. Normalmente, a las turbosinas le son añadidos inhibidores de gomas, con el fin de prevenir la formación de gomas, particularmente bajo condiciones de altas temperaturas donde las gomas pueden llegar a ser críticas.

5. CORROSION Y CONTAMINANTES. - La presencia de compuestos corrosivos es normalmente estimada por la prueba de corrosión al cobre (ASTM-D-130; IP-154) y los mercaptanos son limitados a un valor muy bajo para evitar el efecto deteriorante sobre la placa de cadmio y materiales sellantes del tanque; el ensayo para contaminantes mercaptanos en los turbocombustibles (ASTM-D-1219; IP-104) permite apreciar concentraciones hasta de 0,0003 a 0,01%. Además del color (ASTM-D-156), la contaminación puede estimarse por el ensayo del índice de separación de agua (FTMS-3256) porque da una indicación de la limpieza del combustible respecto a que debe estar libre de materiales surfactantes.
6. COMPOSICION.- Como en otros productos del petróleo, la composición de las turbosinas varía de acuerdo al tipo de crudo, por tanto, para apreciar la calidad de este carburante es importante conocer la proporción de hidrocarburos componentes. El orden de preferencia de estos hidrocarburos es : parafínico, olefínico y aromático, en consecuencia, los combustibles de "Cracking" (Catalítico o Térmico) son inferiores. Un análisis de tipos de hidrocarburo, por los métodos empleados para gasolina, es deseable, por consiguiente, los ensayos de absorción en sílice-gel (ASTM-D-1319; IP-156), aromáticos y olefinas por tratamiento ácido y número de bromo (ASTM-D-875, ASTM-D-1158; IP-145 y 129) son empleados; además, es conveniente la determinación del punto de anilina (ASTM-D-611; IP-2).

10.3.4. A.C.P.M.

Las pruebas requeridas en los aceites combustibles para motores Diesel se refieren principalmente a sus características de funcionamiento y propiedades que de alguna manera van a influir en la economía y marcha de este tipo de motores; sin embargo, las especificaciones se están haciendo en forma lenta debido principalmente a las grandes diferencias que existen entre estos motores, y al empleo de destilados para craqueo catalítico, poco satisfactorios, a los cuales debe dárseles alguna salida.

Por tanto las propiedades que han de determinarse en un ACPM, por afectar considerablemente el funcionamiento de la máquina y que se relacionan estrechamente entre sí, comprenden la volatilidad, combustión, estabilidad al almacenamiento, corrosión y contaminantes, gravedad, fluidez y composición.

La volatilidad es estimada por el rango de ebullición y punto de inflamación.

La combustión se refiere a la calidad de ignición determinada por el número de cetano en un ensayo motor, y por el índice diesel.

La estabilidad en almacenamiento se mide por el contenido de gomas; un ACPM no debe dar lugar a la formación de gomas u otros productos de degradación mientras esté en almacenamiento.

La corrosión y contaminantes, como impurezas presentes, son las medidas de los contenidos de azufre, sedimento y depósitos carbonosos, las cuales podrían producir corrosión sobre los metales con los cuales el aceite se pone en contacto y obstruir los filtros por los cuales el combustible debe filtrar con facilidad.

La fluidez se examina por la viscosidad y punto de fluidez necesarios para controlar el flujo en los conductos, o la pulverización del combustible en la cámara de combustión.

La composición es analizada si se desea obtener un óptimo ACPM para que se encienda y queme en la mejor forma posible en una máquina diesel.

Algunas propiedades de fracciones de ACPM para algunos crudos analizados en el laboratorio de la Refinería se indican en la Tabla 10.8. (Ver también la Tabla 11.3 correspondiente a la Evaluación del crudo "HCT", 27,0 °API.)

1. VOLATILIDAD. - La volatilidad directamente no tiene efecto general sobre el funcionamiento del motor, pero debido a que la gravedad específica, el número de cetano y en alguna extensión el humo y limpieza de la máquina son dependientes de la volatilidad, esta propiedad estimada por el rango de destilación (ASTM-D-86; IP-123) sirve para cerciorarse de las condiciones que pueden ser adversas para la buena marcha del motor como son la formación de humo y/o la concentración de depósitos carbonosos en el inyector de combustible y cámara de combustión. Por regla general, y entre más volátil sea un ACPM, menos humo se producirá en la máquina cuando esta opera a una alta potencia de salida; sin embargo, el diseño del motor tiene más efecto sobre la formación de humo que las variaciones en la volatilidad, de modo que su importancia se acentúa a causa de que la máquina en servicio y operación normal, de todas maneras necesitará emitir humo blanco. Los compuestos de alto punto de ebullición tienen más tendencia a formar depósitos en la cámara de combustión y eyector de combustible que las fracciones más livianas, por eso, en el ensayo de destilación la temperatura a la cual el 90% del combustible es evaporado proporciona una medida de esta tendencia; un exceso de compuestos de alto punto de ebullición presentes en la cámara de combustión puede detectarse por determinaciones del residuo carbonoso (ASTM-D-189; IP-13), no obstante, los resultados obtenidos son difíciles de correlacionar, con los depósitos que ocurren realmente en las cámaras de combustión de las máquinas diesel.

El punto de inflamación (ASTM-D-56; Tag o Abel, IP-33 o ASTM-D-93, IP-34; Pensky Martens) concierne principalmente en el aspecto de seguridad y manejo del combustible debido a la contaminación de materiales altamente volátiles,

T A B L A 1 0 . 8

PROPIEDADES DE FRACCIONES DE A. C. P. M. PARA ALGUNOS CRUDOS ANALIZADOS EN EL LABORATORIO DE LA
REFINERIA INDICADOS EN LA TABLA 10.1

<u>C r u d o</u>	Zona "HCT" 30.9 °API	Zona "B" 23.9 °API	Zona "C" 24.0 °API	Cira No. 1753 22.4 °API	Cira Norte No. 1775 23.0 °API	Lisama 32.5 °API	Crudo "A" 24.3 °API	Crudo "B" 24.1 °API	Crudo Cocorná 12.2 °API
Intervalo de temperatura, °F	510-650	502-656	510-650	510-650	510-650	510-650	510-650	510-650	510-650
Volumen líquido destilado, %/Vol.	15.4	13.3	16.8	17.1	16.6	18.3	14.6	13.4	14.3
Gravedad, API a 60 °F	33.1	28.3	28.6	28.3	30.5	35.1	33.0	34.0	22.7
Gravedad Específica a 60 °F	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Color Tag Robinson	17 3/4 T. R.	17 1/4 T. R.	18 1/4 T. R.	17 1/2 T. R.	19 1/2 T. R.	24 T. R.	22 T. R.	24 T. R.	0.5 ASTM
Destilación, ASTM, °F	524	532	542	518	518	484	500	506	-
P. I. E.	542	554	558	556	536	510	518	520	-
5% de recobrado a	546	558	564	566	544	516	526	531	-
10% recobrado a	552	564	570	574	552	524	538	540	-
20% recobrado a	556	568	574	580	558	531	546	548	-
30% recobrado a	562	574	580	588	566	538	555	556	-
40% recobrado a	568	580	586	596	574	546	564	565	-
50% recobrado a	574	586	593	605	582	556	570	574	-
60% recobrado a	584	596	600	615	592	566	587	583	-
70% recobrado a	584	596	600	615	592	566	587	583	-
80% recobrado a	594	608	614	628	603	578	598	594	-
90% recobrado a	608	624	630	646	618	594	616	609	-
P. F. E.	634	648	652	670	650	622	640	630	-
Total recobrado, %/Vol.	99	98	98	98	98	98	98	98	-
Punto de Inflamación, °F	-	280 PM	-	290 PM	270 PM	225	260	253	0.794
Azufre, %/peso	-	-	-	0.81	0.40	0.261	0.834	0.921	60.1
Viscosidad, SSU a 100 °F	-	-	-	52.5	45.8	39.6	41.9	41.3	Menor de -40
Punto de fluidez, °F	-	-	-	- 60	- 60	- 40	0	+ 7	121
Punto de anilina, mm.	168.0	148	154	162	164.2	160.5	155.5	156.5	34.3
Número Cetano	55.0	42.9	43.6	43.8	47.5	52.5	50	51.2	27.5
Índice Diesel	-	-	-	45.8	50.2	56.3	51.3	53.2	-

que podrían originar inflamaciones inesperadas del carburante; por eso, ha de fijársele un mínimo valor de inflamación, por ejemplo de 100 °F. determinado por Pensky Martens.

2. COMBUSTION.- Una buena característica de combustión medida por el número de cetano (ASTM-D-613; IP-41) o por índice diesel (IP-21) tiene importancia en la fácil puesta en marcha del motor, arranque a bajas temperaturas y funcionamiento suave; mientras que un combustible de baja calidad de ignición origina mal encendido, formación de películas sobre los pistones, impurezas o depósitos y en general un funcionamiento irregular. La economía del combustible es apenas superior para aquellos que tienen un número de cetano medio o bajo, pero, tiene mayor importancia la carga impuesta al motor; así que, las necesidades de número de cetano varían no solo con el diseño de la cámara y velocidad del motor sino también con las variaciones en la carga; por ejemplo, las diesel estacionarias operan satisfactoriamente con ACPM de números de cetano más bajos que los utilizados en motores de alta o baja velocidad, los cuales tienen valores de cetano entre 40-50 y 25-35 respectivamente, aunque si bien las diesel para marina operan también con bajos valores, son sin embargo de menor calidad.

A continuación se muestran algunos valores de número de cetano más recomendables para cada tipo general de motor :

<u>Número de Cetano</u>	<u>Recomendación</u>
25-35	Motores lentos
35-45	Motores de marcha rápida media.
45-50	Motores más rápidos
Mayores de 50	Motores muy rápidos

En la actualidad los carburantes diesel pueden caer en la zona de números de cetano de 25 a 65, o 75; los de la zona superior son productos especiales, y los valores comprendidos entre 42 y 56 se consideran como carburantes de alta calidad.

Los carburantes de baja calidad de ignición pueden mejorarse por la adición de nitratos o nitritos orgánicos.

Cuando no es posible realizar una prueba de máquina para determinar el número de cetano, la calidad de encendido puede determinarse por el índice de cetano calculado (ASTM-D-975), a partir de las determinaciones de la gravedad API (ASTM-D-287) y por el punto de ebullición medio (ASTM-D-86 o TBP-"15/5"). Igualmente, por tal razón, el índice diesel (IP-21) puede calcularse, midiendo la gravedad API (ASTM-D-287) y el punto de anilina (ASTM-D-611; IP-2). Estas determinaciones son de valor en algunas ocasiones, puesto que evitará siempre que se estime conveniente, efectuar ensayos de máquina.

3. GRAVEDAD.- La gravedad específica no solo es afectada por el rango de destilación sino también por la composición y fuente del combustible, y está estrechamente relacionada al poder calorífico del aceite, por cuanto entre más alta sea la gravedad más alto será el consumo volumétrico del combustible proporcionado para una combustión satisfactoria.

4. FLUIDEZ Y ATOMIZACION.- La facilidad de puesta en marcha del motor depende también de la viscosidad y el punto de fluidez.

La importancia de la viscosidad radica particularmente en su efecto sobre los sistemas del inyector y de la bomba, refiriéndose principalmente, al modelo de pulverizador del inyector y al desgaste de la bomba. Aunque, la mayoría de los sistemas de inyector son diseñados para trabajar en un amplio rango de viscosidades, de manera que si esta es demasiado elevada y si además el combustible tiene un alto intervalo de ebullición, este tenderá a dispersarse en gotas tan grandes que darán lugar a desprendimiento de humo, formación de depósitos de carbón, y a una combustión incompleta; pero, cuando la viscosidad es demasiado baja, además de causar excesivo desgaste de la bomba, puede originar un rendimiento ligeramente inferior a causa de fugas, y pobre lubricación de los eyectores que consecuentemente conducirán a una disminución del poder calorífico del combustible. Los combustibles que presentan una vis-

cosidad mayor de 550 SSU (ASTM-D-88) a la temperatura de arranque, no pueden emplearse en algunas bombas para el encendido del combustible.

El punto de fluidez es una característica importante, principalmente cuando debe estimarse el comportamiento del aceite a bajas temperaturas, por la deposición de la cera que causaría bloqueo en el sistema de combustión, disminuyendo el trabajo del motor y llegando, aún hasta parar la marcha de la máquina. Para evitar estos inconvenientes, las medidas del punto de fluidez (ASTM-D-97; IP-15) son indispensables. La obstrucción de los filtros tiende a producirse en el punto de nube o turbidez, que está generalmente a unos 6°C . por encima del punto de fluidez, aunque normalmente en el punto de nube el combustible pasará a través del filtro, excepto para filtros muy finos, mientras que a temperaturas por debajo del punto de fluidez, el sistema de alimentación del combustible podría fallar.

5. ESTABILIDAD A LA OXIDACION.- El combustible es afectado por la formación de sedimentos y gomas formadas de aquellos aceites que contienen compuestos inestables, especialmente tratándose de aceites diesel producidos en los procesos de craqueo.

Cuando la inestabilidad es sospechada, es usual realizar pruebas para estabilidad a la oxidación, como son los aplicados a aceites de turbina (ASTM-D-943; IP-114 o 157), calentando el ACPM por un tiempo fijo (90 hrs.) y a una temperatura determinada (203 o 230°F) y a veces en presencia de un metal catalítico (Hierro o Cobre metálico), y seguidamente midiendo la cantidad de sedimento formado.

6. CORROSION Y CONTAMINANTES.- El contenido de azufre, como ha de determinarse por el método de lámpara (ASTM-D-1266; IP-61), es mayor que en las gasolinas y en los querosenos, y depende de la fuente o tipo de crudo y grado de refinación. Aunque los ACPM obtenidos de crudos de alto contenido de azufre son desulfurados en una extensión considerable, el azufre indudablemente aumenta y se deposita en la cámara de combustión del motor. Se considera que cantidades excesivamente grandes

de azufre, ocasionan desgastes por corrosión en el motor, silenciador y tubos de escape en una extensión más o menos considerable; un aumento de azufre de 0,2 a 1,0% se traduce en un ensuciamiento apreciable del motor y un mayor desgaste de los cilindros. La prueba de corrosión al cobre (ASTM-D-130; IP-154) es utilizada para detectar potencialidades corrosivas de azufre en el combustible e indicar la necesidad de un posible refinado posterior.

La acidez (ASTM-D-128; IP-1) y neutralización (ASTM-D-974, ASTM-D-664) también sirve a veces para juzgar en parte la importancia en el comportamiento durante el almacenaje, debido a que los productos de combustión pueden ser llevados hacia el combustible, contribuyendo así a su inestabilidad, y formación de depósitos en la cámara de combustión y sobre los mecanismos del inyector y quemador.

El residuo carbonoso es controlado por la prueba de coquización (ASTM-D-189; IP-13), y cuando tal prueba se realiza, podría dar una indicación del coque dejado por el carburante en la cámara de combustión del motor después de la quema.

La limpieza de la máquina es otro de los factores que influyen para la buena marcha de la misma; se considera que hasta la pequeña cantidad de impurezas transportadas por el aire pueden contaminar el combustible, porque el pistón de la bomba de inyección se rectifica con una tolerancia de 0,00025 mm., y para tales condiciones el carburante debe filtrar con gran facilidad.

Los ACPM no tienen ceniza, pero en ocasiones, algo puede estar presente debido a la neutralización del ácido, por polvos arrastrados por el viento o pórfidos metálicos volátiles. Estos factores son considerados cuando los destilados son destinados para carga de craqueo catalítico. La ceniza aunque tiene poco efecto sobre la cámara de combustión, podría causar desgaste sobre la bomba y eyectores, de modo que cuando sea sospechosa debe determinarse (ASTM-D-482; IP-4), para reducir su contaminación, centrifugando el aceite.

7. COMPOSICION.- La composición de un carburante indicará qué tipo de fenómenos pueden ocurrir en la combustión. En general, las máquinas diesel operan mejor con ACPM parafínico que con la mayoría de tipos aromáticos o nafténicos, a causa de que el tiempo de retardo de encendido, o período entre la inyección de la carga de combustible y el comienzo de la combustión en el cilindro, es más corto para parafinas que para aromáticos, y un tiempo más corto se ve beneficiado con resultados en una operación más suave y marcha más rápida de la máquina, por lograr en consecuencia números de cetano superiores.

Una de las principales ventajas de un motor diesel es su consumo más económico de combustible, logrado con algún costo más bajo, comparado con los motores de gasolina; pero, indudablemente es inadmisibles introducir costos de procesamiento para obtener por conversión combustibles aromáticos y nafténicos, de manera que para obtener ACPM óptimos, solo se consigue por la alteración de variables que no involucran ninguna clase de transformación química.

Los ACPM no pueden analizarse detalladamente debido a su complejidad, pero una información de la naturaleza puede obtenerse a partir de ensayos sobre tipos de hidrocarburos en fracciones del petróleo líquido (ASTM-D-1019; IP-156).

10.3.5. GASOLEOS

La serie de características requeridas para estos destilados más pesados producidos por la destilación primaria del petróleo crudo, se refieren principalmente a su utilización como materia prima para propósitos de su conversión a productos más livianos con el objeto particular de cubrir la exigente demanda de gasolina, mediante su ruptura catalítica o por hidrógeno; efectivamente, casi todas las refinerías aumentan su conversión a productos livianos y valiosos por medio de las Unidades "Cracking" e "Hidrocracking", cuyas cargas son gasóleos, a los cuales han de controlarse especialmente el grado de contaminantes metálicos (Níquel, Vanadio, Hierro, . . .), azufre, carbón y nitrógeno. Por otra parte, otro tipo de característi-

case se imponen cuando los gasóleos son directamente destinados para uso doméstico y calefacción industrial, como son los puntos de inflamación, potencia calorífica y viscosidad.

Por consiguiente, las principales propiedades que han de determinarse a los gasóleos, comprenden :

Contaminantes y corrosión : impurezas metálicas, especialmente de hierro, níquel y vanadio; contenido de ceniza; contenido de nitrógeno; contenido de cera parafínica y punto de fusión de la cera; contenido de residuo de carbonoso y de azufre.

Combustión : poder calorífico e índice diesel.

Volatilidad : punto de inflamación

Viscosidad y Color : Viscosidad SSU a 100 °F, y color ASTM

A continuación se muestran algunos de los valores para las propiedades típicas de los gasóleos :

Densidad relativa	0,80-0,85
Viscosidad SSU a 100 °F.	35-40
Destilación, °F.	
10% recobrado, °F	380-450
90% recobrado, °F	550-649
Temperatura final, °F	624-700

En la Tabla 10.9. se muestran los valores de unas cuantas propiedades de fracciones de gasóleos para algunos crudos analizados en el Laboratorio de la Refinería. (Ver también la Tabla 11.3 correspondiente a la Evaluación del Crudo "HCT" 27.0 °API).

1. CONTAMINANTES Y CORROSION.- La estimación del grado de contaminación metálica, en especial del vanadio (ASTM-D-1548), níquel (SMS-1370) y hierro (SMS-1409A), y del nitrógeno (Kjeldahl : SMS-1365) son útiles para prevenir el mal funcionamiento de las unidades de conversión, "Cracking" e "Hidrocrack-

ing", debido a las molestias que pueda causar sobre los catalizadores y en general sobre la operación normal de estas unidades de proceso; además, tratándose de estas particularidades es necesario asegurarse de cualquier otra impureza sospechosa en el gasóleo; por tanto, los contenidos de ceniza (ASTM-D-482; IP-4), residuo carbonoso (ASTM-D-189; IP-13) y azufre (ASTM-D-1266, ASTM-D-1551; IP-61) son analizados.

La presencia de residuo carbonoso se determina sobre el residuo de la destilación ASTM en el 10% (ASTM-D-189; IP-13), y además, de ocasionar molestias en las unidades de craqueo, también indica en parte la tendencia a producir coque en los quemadores; sin embargo, tiene la misma significación que la temperatura de destilación del 90%, y se obtiene una buena correlación considerando únicamente la relación carbono-hidrógeno, índice diesel y punto de anilina.

El azufre (ASTM-D-1266; IP-61) también debe ser especificado cuando se destina a incubadoras, tratamientos por calor y hornos para vidrio y cerámica.

El contenido de cera parafínica aunque en destilados de gasóleo liviano solo tiene importancia cuando se trabaja a bajas temperaturas con el objeto de operar a aquella temperatura a la cual no cause molestias por precipitación de la cera de la solución, en destilados de gasóleo pesado el contenido de cera tiene puntos de fusión más altos y el destilado podría ser un sólido a temperatura atmosférica, especialmente tratándose de crudos cerosos; por eso, es necesario a veces, estimar el contenido de cera parafínica (RAM-288) y el punto de fusión de la cera (ASTM-D-87, ASTM-D-938; IP-55 o 133), principalmente en crudos no asfálticos, teniendo en cuenta por demás su posible utilización como fuente de destilados cerosos para la producción de parafinas, cuando el rendimiento de cera es prometedor.

2. COMBUSTION.- El poder calorífico podría ser determinado en caso de utilizarse el gasóleo para propósitos de calefacción industrial, pero, con las medidas del índice diesel (IP-21) y el punto de anilina (ASTM-D-611; IP-2) comparando estas variables con las correlaciones del Factor de Caracterización UOP y

la Constante Viscosidad-Densidad puede juzgarse a partir de ellas, sobre la calidad de encendido del gasóleo; además, mediante un análisis de tales comparaciones podría pronosticarse su posible utilización para aumentar el rendimiento de un ACPM, en caso de críticas demandas de este combustible.

3. VOLATILIDAD.- El punto de inflamación (ASTM-D-93; IP-34) especialmente en combustibles de uso doméstico, está limitado por razones de seguridad, pero, se impone un límite más elevado para asegurar el fácil encendido en los quemadores de tipo vaporizador.

4. VISCOSIDAD Y COLOR.- La viscosidad (ASTM-D-88) naturalmente está comprendida dentro de ciertos límites; pero, en general, todos los quemadores del tipo atomizador tienen un rendimiento máximo para una viscosidad intermedia.

El color y el olor no son de vital importancia, pero, ordinariamente el color puede mejorarse junto con la estabilidad por tratamiento con metanocáustico, seguido por tratamiento con ácido sulfúrico diluido al 25%.

10.3.6. ENSAYOS REALIZADOS AL CRUDO REDUCIDO

El Crudo Reducido o residuo del fraccionamiento atmosférico tiene características muy similares a las del crudo inicial, a pesar de que ha sido despojado de los componentes livianos, de modo que podría considerarse como un crudo esencialmente pesado, puesto que, además de utilizarse como carga a la unidad de vacío industrial, o a la unidad de alto vacío de laboratorio "Hivac", de ordinario se utiliza como carga para craqueo, para combustóleos y gasóleos, o para destilados lubricantes y parafínicos, según el caso.

Los Crudos Reducidos reciben un control muy semejante al crudo original, por eso a las pruebas anteriormente enunciadas para el crudo se efectúan también para el Crudo Reducido, adicionándole otros ensayos para cambios de características tales como explosividad, punto de inflamación, potencia calorífica bruta y sedimento por filtración en caliente.

Los valores de algunas propiedades de fracciones de Crudo Reducido para algunos crudos analizados en el laboratorio de la Refinería de Barranca se muestran en la Tabla 10.10. (Ver también la Tabla 11.4, correspondiente a la evaluación del Crudo "HCT", 27.0°API).

La explosividad (FSTM-1151.1) mide la concentración de productos volátiles que hubieran podido quedarse en el Crudo Reducido y que podrían ocasionar explosiones durante su manejo, de modo que esta propiedad, junto con el punto de inflamación (ASTM-D-56) se efectúan únicamente como una norma de seguridad.

La prueba de filtración en caliente por vapor (ASTM-D-473) se utiliza para darse cuenta del contenido exacto de sedimento, el cual causaría taponamiento durante el uso directo del residuo, o en las operaciones subsecuentes de refinación.

La potencia calorífica (ASTM-D-240; IP-12) únicamente podría medirse en caso de que el residuo vaya a emplearse en combustóleos para calefacción.

COMBUSTOLEOS

Los ensayos aplicados a los combustóleos se refieren a la determinación de las siguientes propiedades : atomización y fluidez, combustión, volatilidad, corrosión y contaminantes, y estabilidad.

La atomización y fluidez pueden estimarse por determinaciones de la viscosidad y el punto de fluidez.

La combustión se mide por la potencia calorífica.

La volatilidad, por las medidas del punto de inflamación y la explosividad.

La corrosión y contaminantes, se refieren a las impurezas presentes en el aceite, tales como los contenidos de azufre, agua y/o sedimento, depósitos de residuo de carbón, ce-

niza y/o contaminantes metálicos.

La estabilidad se relaciona con los depósitos formados en almacenamiento y calefacción.

1. FLUIDEZ Y ATOMIZACION .- La viscosidad es la propiedad fundamental en la atomización del combustible, y por consiguiente, es la propiedad que más se utiliza para poder apreciar la aplicación del combustóleo para un propósito particular (ASTM-D-88, ASTM-D-445; IP-70 o 71). A causa de que la mayoría de los combustóleos contienen cera, la determinación debe hacerse a temperaturas suficientemente altas, por ejemplo de 122 y 210°F. generalmente, para así mantener la cera en suspensión, pues de lo contrario los resultados serían erróneos.

Frecuentemente, se desea conocer la temperatura a la cual un combustóleo dejará de ser bombeable, por la presencia de cristales de cera formados a consecuencia de las bajas temperaturas de operación, por tanto, el punto de fluidez será requerido (ASTM-D-97; IP-15). Los resultados dependen en una extensión considerable de la historia térmica del aceite, y del tamaño y distribución de los cristales de cera; algunas veces sucede que el aceite fluye inmediatamente a temperaturas por debajo de su punto de fluidez, de tal manera que no podría considerarse el punto de fluidez como un criterio totalmente satisfactorio de bombeabilidad; por consiguiente, un ensayo de bombeabilidad debería comprender determinaciones de la viscosidad después de un tratamiento de calor prescrito del aceite, usando un viscosímetro cilíndrico coaxial.

2. COMBUSTION.- El tipo de combustóleos está determinado en forma muy marcada por el poder calorífico (ASTM-D-240; IP-12). Los rangos normales están entre 18.550 y 18.100 BTU/lb., pero, para la mayoría de los propósitos prácticos una exactitud suficiente puede deducirse aritméticamente conociendo la gravedad específica y el contenido de azufre en el aceite.

3. VOLATILIDAD.- Debido a su rango de ebullición y constitución, el combustóleo no presenta riesgos de incendio, sin embargo, como a veces es almacenado en espacios confinados, tales

como los tanques de aprovisionamiento de los quemadores de combustible para barcos, o propósitos similares, su punto de inflamación Pensky Martens (ASTM-D-93; IP-34) debe especificarse para un valor límite, por ejemplo de 302 °F.

La explosividad, también se determina, como requisito de seguridad a causa de la posible contaminación del combustóleo con materiales volátiles que hubieran podido quedarse en los fondos con el crudo residual.

4. CORROSION Y CONTAMINANTES.- El azufre en un combustóleo como en otros productos del petróleo es completamente indeseable por los problemas que presenta con respecto a la contaminación del aire y su efecto corrosivo sobre hornos y calderas. El azufre en el combustóleo se encuentra en proporción elevada y generalmente, dependiendo del tipo de crudo, entre más pesado sea el combustible, mayor será el contenido de azufre. Para propósitos metalúrgicos, como la manufactura de ciertos tipos de acero, el contenido de azufre en el combustóleo deberá reducirse a un valor lo más bajo posible, lo cual es muy costoso, por eso se impone la necesidad de efectuar mezclas con aceites adecuadamente seleccionados para obtener un combustóleo de un bajo contenido de azufre. Las determinaciones de los contenidos de azufre en los combustóleos, para tal objeto, pueden hacerse por los métodos de Bomba o Combustión en Horno, tubo de cuarzo (ASTM-D-4266, ASTM-D-1551; IP-61 o 63).

El agua y/o sedimento (ASTM-D-96; IP-75) en un combustóleo pueden considerarse como materiales adquiridos durante el almacenamiento, transporte y distribución. El agua (ASTM-D-95; IP-74) puede estar en forma libre o emulsionada, según el tipo de combustóleo; en el primer caso puede removerse con la sola sedimentación; pero, en el segundo, es necesario romper la emulsión por tratamientos especiales. El sedimento (ASTM-D-473; IP-53) si está presente en el combustóleo puede causar obstrucciones en las líneas, filtros y bombas. La mayoría de las especificaciones requieren contenidos de agua por debajo del 1,0%.

El residuo carbonoso (ASTM-D-189; IP-13), como contaminante formado por la descomposición de compuestos complejos de destilados pesados, se determina destilando primero el producto, y realizando el ensayo sobre el 10% del residuo.

La ceniza (ASTM-D-482; IP-4) y/o contaminantes metálicos, en especial el hierro, níquel y vanadio (EASC-1186.0318), están presentes en todos los combustóleos como materiales inorgánicos que no se extraen durante el proceso de refinación, y aunque la ceniza es casi insignificante comparada con el coque, contiene una amplia variedad de contaminantes metálicos, entre los cuales los más persistentes son el hierro, níquel, vanadio, silicio, sodio, aluminio y calcio; algunos de estos provienen del petróleo crudo, mientras otros son adquiridos durante las etapas de refino, almacenamiento y distribución.

El vanadio (ASTM-D-1548) que está presente en todos los crudos, puede en parte estar en forma de compuestos orgánicos conocidos como pórfidos, y que son destilables a temperaturas efectivamente altas, y por consiguiente son los responsables por la presencia de trazas de vanadio en los destilados pesados. El vanadio ocasiona incrustaciones y corrosiones en las paletas de las turbinas, y manchas en los vidrios.

Los compuestos silíceos de la ceniza pueden causar erosión en el quemador y/o sus toveras; y, las sales de sodio y aluminio pueden acarrear la descomposición del material refractario de los hornos. Por consiguiente, es la ceniza uno de los principales factores para estimar la calidad de un combustóleo, y su contenido rara vez podría ser mayor del 0,1%/peso del aceite.

10.3.7. DESTILADOS LUBRICANTES Y PARAFINICOS

Las características para estos destilados han de considerarse separadamente según se trate de un aceite o grasa lubricante o un derivado parafínico, si es que los destilados presentan ventajas para obtener cada uno de estos productos. En la producción de lubricantes de alta calidad, los aceites de base son seleccionados en consideración del tipo de crudo y grado de refinamiento necesario. Igualmente para las parafinas, el tipo de crudo y

tratamiento adecuado son consideraciones de importancia.

En la Tabla 10.11 se muestran las propiedades de algunos destilados para lubricantes obtenidos de los crudos referidos en la Tabla 10.1., y que han sido analizados en el Laboratorio de la Refinería.

A. ACEITES LUBRICANTES

Las características exigidas a los aceites lubricantes dependen del uso al cual el aceite ha de destinarse; así, por ejemplo: Cuando son utilizados como aceites para motores y máquinas, la viscosidad y el índice de viscosidad son importantes con el fin de estimar su uso adecuado, de acuerdo al tipo de máquina y medio lubricante a la temperatura a la cual ha de ser aplicado; para aceites compuestos, o sea aquellos que llevan agregados de sustancias grasas (sebo, grasa de cerdo, etc.) y que se usan en máquinas de vapor, compresores de aire y templado de herramientas, los ensayos de emulsión, neutralización y porcentaje de aceite son utilizados; para aceites de turbina a causa de su empleo a altas velocidades, el número de emulsión por vapor, demulsificación y estabilidad a sedimentos son datos de importancia; para aceites resistentes al frío, como los usados en equipos de refrigeración, el punto de fluidez, la viscosidad y a veces el índice de viscosidad son de interés; en aceites lubricantes de extrema presión que requieren aditivos para su empleo en engranajes para trabajos pesados o como aceites para herramientas cortantes, la corrosión es de suma importancia; mientras que en los aceites para transformador, un conocimiento de la resistencia dieléctrica es necesario debido a que han de soportar grandes voltajes.

De tal manera que propiedades particulares son requeridas para cada uno de los múltiples tipos de aceites, los cuales deben precisamente su nombre a su uso. Aunque generalmente los aceites lubricantes son referidos como aceites para piñón, entre los cuales los más utilizados son aquellos que tienen su principal aplicación en las máquinas de combustión interna, turbinas de vapor y particularmente para todo tipo de engraje; otros aceites son empleados en aislamientos hidráulicos o

T A B L A 1 0 . 1 1

PROPIEDADES DE FRACCIONES DE DESTILADOS PARA LUBRICANTES SIN TRATAR, ANALIZADAS EN EL LABORATORIO DE LA
REFINERIA, INDICADOS EN LA TABLA 10.1

	Rango de Temperatura °F	Volumen Recobrado %/Vol.	Gravedad API 60°F	Punto de Inflamación Tag C.C.C.	Viscosidad SSU		Punto Fluidex °F	Índice de Viscosidad	Carbón Conradson %/peso	Número de Neutralización mg KOH/gr.	Azufre %/peso	Punto de Anilina	
					100°F	210°F							
Crudo Zona "HCT" 30.9°API Notas: 1. Las fracciones lubricantes comprenden gasóleo. 2. No se determinaron viscosidades por lo parafínico del producto.	650 - 674	3.2	28.5	340	-	-	+50	-	0	1.67	-	171	
	674 - 698	3.2	28.5	365	-	-	+60	-	0.010	1.46	-	178	
	698 - 746	3.2	27.7	385	-	-	+70	-	0.017	1.32	-	186	
	746 - 830	3.0	25.2	415	-	-	+80	-	0.020	0.86	-	188	
	830 - 855	3.1	24.9	435	-	-	+80	-	0.045	0.66	-	192	
	855 - 883	3.0	24.1	450	-	-	+80	-	0.074	0.57	-	196	
	883 - 910	3.0	23.6	470	-	-	+86	-	0.230	0.57	-	198	
	910 - 940	3.1	22.5	490	-	-	+92	-	0.380	0.57	-	200	
	940 - 985	3.1	21.8	520	-	-	+94	-	0.600	0.75	-	202	
	985 - 1055	3.5	21.4	550	-	-	+100	-	1.470	0.92	-	206	
Crudo Zona "B" 23.9°API Nota: 1. Las fracciones lubricantes involucran gasóleo.	656 - 675	4.7	24.3	350	-	-	Menor -40	-	0.0017	6.0	-	155	
	675 - 704	3.2	24.2	385	-	-	-35	-	0.0065	5.25	-	162	
	704 - 765	4.2	21.8	405	324	47.8	-30	17.4	0.0350	3.07	-	168	
	765 - 775	4.1	21.5	420	566	55.5	-20	17.9	0.0530	2.58	-	173	
	775 - 820	4.2	20.7	450	977	67.0	-10	15.9	0.0930	5.53	-	178.5	
	820 - 900	4.2	19.9	480	1741	84.2	-5	9.0	0.7800	2.58	-	186	
	900 - 930	4.1	19.7	510	3161	117.0	0	23.5	1.0300	2.12	-	196	
Crudo Zona "C" 24.0°API Nota: 1. Las fracciones lubricantes involucran gasóleo.	650 - 704	3.3	23.6	440	-	-	-20	-	0.004	3.96	-	161.3	
	704 - 728	3.1	23.3	450	181.8	42.7	-20	31.5	0.006	3.85	-	163.2	
	728 - 875	3.7	20.9	450	735.6	60.8	-10	20.3	0.066	2.12	-	167.5	
	875 - 900	3.8	20.8	470	862.1	64.3	0	19.2	0.092	1.95	-	172.3	
	900 - 915	3.8	20.3	480	1212.4	71.5	+5	17.8	0.220	1.84	-	175.2	
	915 - 950	3.8	20.1	490	1833.9	88.0	+10	16.9	0.350	1.90	-	179.0	
	950 - 985	3.8	19.6	500	3171.0	115.8	+15	19.6	0.350	1.83	-	185.1	
	985 - 1020	3.2	19.1	525	5262.0	154.5	+20	26.7	1.510	2.07	-	190.0	
	Crudo Cira No. 1753 22.4°API	680 - 810	2.9	20.6	-	667.9	58.6	-32	18.3	0.054	-	-	-
		810 - 825	2.9	20.4	-	926.9	65.6	-20	15.4	0.091	-	-	-
825 - 845		2.8	20.2	-	1115.1	71.3	-8	20.1	0.165	-	-	-	
845 - 870		2.8	20.0	-	1400.9	78.0	+6	17.0	0.236	-	-	-	
870 - 885		2.9	19.9	-	1784.4	87.7	+8	20.3	0.415	-	-	-	
885 - 900		2.9	19.5	-	2367.6	100.2	+14	20.4	0.682	-	-	-	
900 - 920		2.8	19.0	-	3271.1	121.0	+28	27.9	1.371	-	-	-	
920 - 945		2.9	18.6	-	5132.9	153.9	+36	37.1	1.587	-	-	-	
945 - 965		2.9	18.2	-	7407.6	191.7	+40	33.1	3.573	-	-	-	
965 - 985		2.8	17.0	-	11644.0	251.4	+44	39.2	4.414	-	-	-	
985 - 1000	2.9	15.9	-	-	277.0	+50	-	4.925	-	-	-		
Crudo Cira Norte No. 1775 23.0°API	728 - 910	3.4	22.8	-	343.8	42.8	+38	41.2	0.044	-	-	-	
	910 - 920	3.3	22.2	-	471.8	54.4	+42	41.8	0.054	-	-	-	
	920 - 940	3.4	22.0	-	606.7	58.6	+50	37.1	0.086	-	-	-	
	940 - 955	3.4	21.7	-	749.5	63.0	+55	35.1	0.120	-	-	-	
	955 - 980	3.3	21.3	-	984.8	70.5	+68	37.1	0.375	-	-	-	
	980 - 1010	3.3	21.0	-	-	81.2	+74	-	0.562	-	-	-	
	1010 - 1030	3.3	20.5	-	-	99.3	+76	-	0.938	-	-	-	
1030 - 1080	3.3	17.9	-	-	118.8	+60	-	1.425	-	-	-		
Crudo Lisama 32.5°API	730 - 840	5.0	27.7	-	-	44.0	+84	-	-	-	-	-	
	840 - 870	5.0	26.8	-	-	48.4	+91	-	-	-	-	-	
	870 - 910	5.1	26.3	-	-	56.9	+101	-	-	-	-	-	
	910 - 980	5.1	25.3	-	-	73.7	+110	-	-	-	-	-	
	980 - 1030	2.8	24.8	-	-	102.8	+118	-	-	-	-	-	
Crudo Cocorná 12.2°API	750 - 855	5.5	15.0	-	1357.0	65.1	+20	-81.0	0.015	-	1.42	-	
	855 - 885	5.5	14.4	-	3158.0	81.4	+30	-168	0.086	-	1.40	-	
	885 - 925	5.5	13.6	-	10055.0	112.7	+30	-347	0.131	-	1.47	-	
	925 - 960	5.5	12.6	-	23618.0	194.4	+50	-	0.186	-	1.53	-	
	960 - 1000	5.1	12.0	-	76148.0	359.0	+65	-	1.32	-	1.53	-	

eléctrico, caso en el cual la lubricación no es el requisito primordial; o para otros propósitos especialmente en trabajos metálicos, como templado de herramientas y corte de metales.

Indudablemente, para muchas de las aplicaciones, los aceites no serían capaces de mantener los esfuerzos y temperaturas de trabajo impuestas bajo ellas por las modernas máquinas actuales de alta velocidad, sin la aplicación de aditivos, los cuales han de agregarse para la mejora de los mismos, con el fin de acentuar las características deseables como son una alta viscosidad, bajo punto de fluidez, propiedades de extrema presión y antifricción, detergencia y resistencia a la corrosión.

En consecuencia, las características requeridas para los aceites lubricantes han de considerarse junto con los aditivos añadidos en la mejora de los mismos. Estos se refieren principalmente a la viscosidad e índice de viscosidad, puntos de nube y de fluidez, punto de inflamación, gravedad específica, estabilidad a la oxidación, corrosión y acidez, resistencia o rendimiento, aditivos y otras propiedades como son número de emulsificación, desemulsificación, espuma, valor de saponificación, número de precipitación y resistencia eléctrica.

1. VISCOSIDAD E INDICE DE VISCOSIDAD.- La viscosidad expresada en unidades absolutas (ASTM-D-445 o IP-7 en CS) o cinemáticas (ASTM-D-88, en SSU o SSF; IP-70, en Seg. Redwood) es el factor básico que determina la selección de un aceite para un propósito específico, pues a causa de que la viscosidad del aceite aumenta con el peso molecular esta medida es la esencialmente requerida para la clasificación de los aceites lubricantes.

La viscosidad de un aceite a las altas temperaturas de trabajo de la máquina debe ser tal que pueda mantenerse constantemente una película de lubricante entre las superficies que han de lubricarse, pero que la película no llegue a ser de un alto valor porque pueden ocurrir pérdidas de potencia. También es deseable que los aceites no disminuyan marcadamente su viscosidad por aumento de la temperatura, para lo cual el cálculo del índice de viscosidad (ASTM-D-567) es indispensable, el cual puede determinarse midiendo las viscosidades a las temperaturas de 100 y 210 °F.

En los aceites para máquinas y motores, la viscosidad y el índice de viscosidad son los datos de más importancia. Los aceites de alto índice de viscosidad son adecuados para motores de aviación y automóviles que funcionan en climas templados y árticos, y para maquinarias e instrumentos que han de soportar una amplia variación en la temperatura; los aceites de índice medio son apropiados para la casi totalidad de la maquinaria industrial, inclusive para los motores fijos de encendido por chispa y automotores en climas templados y cálidos; mientras que los aceites de bajo índice de viscosidad son los más adecuados para la mayor parte de la lubricación industrial, y para los motores diesel. En consecuencia, para cumplir con estos requisitos debe disponerse de una escala total de viscosidades que varíen entre 60 SSU a 100°F. y 250 SSU a 210 °F., de manera que puedan emplearse desde los ejes más ligeros, o de juego nulo, hasta en las más pesadas maquinarias que funcionan a altas temperaturas.

En la práctica moderna, a los aceites lubricantes se les incorporan aditivos conocidos como mejoradores de viscosidad, especialmente para aquellos que se emplean como aceites para motor con el objeto de lograr altos índices de viscosidad con los cuales se proporciona a la máquina un fácil arranque en climas fríos y adecuada lubricación bajo condiciones de alta temperatura. En los motores diesel y de chispa, se considera que se logra una fácil puesta en marcha, si la viscosidad no excede a 40.000 SSU. a la temperatura de arranque, y por supuesto el punto de fluidez debe ser bajo. Puede decirse que el conjunto de valores de viscosidad, índice de viscosidad y punto de fluidez, rigen la fácil puesta en marcha del motor, mientras que el punto de inflamación del aceite no tiene relación alguna con el funcionamiento del motor y solo indica el origen del aceite, esto es, si es una mezcla de aceites de bajo y alto punto de inflamación.

2. PUNTOS DE NUBE Y DE FLUIDEZ. - El grado al cual la cera ha de separarse del destilado parafínico, o aceite lubricante residual durante la refinación del "Stock" para lubricantes determinará sus características a bajas temperaturas. Evidentemente si la cera no se retira en una extensión satisfactoria, cristalizará a bajas temperaturas y hará que el aceite se vuelva turbio

y posteriormente flocule. Las determinaciones de los puntos de nube y de fluidez (ASTM-D-97; IP-15) son utilizadas para estimar estas características y son consideraciones de importancia desde el punto de vista de manejo y transferencia. Para minimizar estas dificultades, se dispone de aditivos, los cuales tienen la propiedad de inhibir la cristalización de la cera y lograr disminuciones apropiadas del punto de fluidez.

3. PUNTO DE INFLAMACION.- El punto de inflamación (ASTM-D-93; IP-34 o 35) proporciona una indicación de la volatilidad y puede ser usado para clasificar los diferentes grados de aceites, particularmente para aquellos utilizados en cilindros de vapor en los cuales altos valores de la volatilidad son perjudiciales.
4. GRAVEDAD ESPECIFICA.- La gravedad específica se determina normalmente por el uso del hidrómetro (ASTM-D-287; IP-160) y es usualmente empleada en el control, identificación y propósitos de transacción comercial.
5. ESTABILIDAD A LA OXIDACION.- La oxidación conduce al desarrollo de lodos insolubles, los cuales restringen el flujo de aceite perjudicando la lubricación, libre circulación del aceite e interfiriendo en la operación del equipo auxiliar, tales como comandos y relays. La oxidación también puede causar un aumento en la viscosidad del aceite y conducir al desarrollo de acidez, la cual cuando llega a ser excesiva hace necesariamente obligatorio una limpieza continua del sistema y reemplazo del aceite. En consecuencia, es necesario cerciorarse acerca de los productos de oxidación y su estabilidad en diversos períodos de servicio, tanto en los aceites nuevos como en los ya utilizados con el fin de conseguir mejoras en los mismos, mediante ensayos especiales, por ejemplo en los aceites lubricantes usados, los productos de oxidación insolubles y contaminantes se miden como insolubles en n-pentano y benzol (ASTM-D-893); para aceites de turbina, la resistencia a la oxidación y estabilidad al almacenamiento se mide por los métodos ASTM-D-943, o IP-114 o 157, respectivamente; y, para aceites de transformador estas características pueden determinarse por el método ASTM-D-1314 o IP-56. Los aditivos empleados en la forma de inhibidores de oxidación combaten el tipo de deterioración descrito.

6. CORROSION Y ACIDEZ.- La oxidación de los aceites conduce a la formación de ácidos y por último a la corrosión del metal de los equipos, maquinarias o motores. La tendencia corrosiva es fácilmente estimada, por la prueba de corrosión al cobre (ASTM-D-130; ASTM-D-235; IP-154) y la prevención del herrumbe, por el método ASTM-D-665 o IP-153, la cual es especialmente de utilidad en el caso de aceites para turbinas de vapor.

En aceites para motores y máquinas, el efecto corrosivo del azufre sobre los motores es bajo, de modo que el desgaste de los motores se atribuye más bien al tipo de hidrocarburo presente en el aceite.

La acidez o alcalinidad es normalmente estimada por los números de ácido o de base (ASTM-D-1093, ASTM-D-664; IP-1), la cual es importante en la inspección de aceites nuevos y usados a causa de que pueden contener constituyentes ácidos o básicos que les proporcionan estas características; entre los primeros se incluyen, ácidos orgánicos e inorgánicos, ésteres, compuestos fenólicos, resinas, sales de metales pesados y aditivos de carácter ácido, como inhibidores y detergentes; mientras que en los segundos están comprendidos, las bases orgánicas e inorgánicas, compuestos de amino, sales básicas, jabones y aditivos de carácter básico (inhibidores y detergentes).

7. RESISTENCIA O RENDIMIENTO.- Como los ensayos de laboratorio esencialmente utilizados en la caracterización de los aceites lubricantes se realizan con el fin de cumplir las especificaciones requeridas, una estimación práctica basada en el comportamiento del aceite en condiciones de servicio actual es necesaria. En tales circunstancias, los ensayos de resistencia son disponibles para cubrir esta dificultad y completar de esta manera los métodos usados; se refieren especialmente a los aceites empleados para engranajes o mecanismos similares, máquinas y motores, para los cuales el ensayo se efectúa en condiciones similares de trabajo real. En consecuencia, en relación con los aceites empleados para engranajes debe determinarse cuando se estime necesario su capacidad para soportar carga incrementada (IP-166). Para los aceites para motor, ensayos motor de tipo dinámico de poca duración en condiciones semejantes de trabajo, como los de Lauson, Underwood, Chevrolet y el en-

sayo del Factor de trabajo de "The Bureau of Mines" pueden ser empleados, si se desea. También el Instituto del Petróleo dispone de normas para obtener este tipo de evaluaciones reales de los aceites lubricantes, las cuales involucran la operación estándar de la máquina en un ensayo de banco usando el combustible bajo prueba especificado, el cual ha de examinarse al final de la prueba una vez que la máquina se ha desmantelado para un examen detallado de sus partes; estos ensayos se refieren a la limpieza y desgaste de la máquina: para máquinas de combustión de encendido por compresión, Caterpillar 1-A (IP-124), Caterpillar 1-D (IP-173); y para Gardner IL-2 (IP-174). Para limpieza únicamente, para máquinas de encendido por compresión: Petter A V1 (IP-175); y para oxidación del aceite y corrosión del engranaje en máquinas de ignición por chispa: Petter W1 (IP-176).

8. ADITIVOS.- Los agentes aditivos son ampliamente utilizados para la mejora de las propiedades de los aceites lubricantes. En la práctica moderna, estos aditivos se conocen como mejoradores del índice de viscosidad, rebajadores del punto de fluidez, inhibidores de oxidación, y agentes detergentes y antiespumantes.

El índice de viscosidad puede mejorarse agregando polímeros de buteno. Los mejoradores del índice de viscosidad son utilizados con el fin de alcanzar altos índices de viscosidad para obtener el fácil arranque de las máquinas a baja temperatura y buena lubricación para caso de altas temperaturas.

Para la reducción del punto de fluidez se usan parafinas cloradas. Los rebajadores del punto de fluidez inhiben la formación de cera, lográndose disminuir el punto de fluidez y pudiéndose de esta manera operar a bajas temperaturas sin la cristalización de la cera.

Un gran número de inhibidores de oxidación son ampliamente utilizados para disminuir la oxidación, formación de lodo y corrosión. Entre los agentes recomendados más conocidos pueden mencionarse los sulfatos de petróleo y calcio, sales de calcio y bario de los ácidos esteáricos o grasos, triderivados

alifáticos o aromáticos del fósforo y zinc, etc.

Los agentes detergentes, tales como los jabones de calcio del ácido dicloroesteárico o los naftenatos metálicos tienden a prevenir en el aceite la sedimentación de los materiales carbonosos o lodosos, y además, limpiaran el motor que esté sucio de dichos productos. Los agentes detergentes son necesarios para los motores diesel, aunque los de base nafténica son bastante eficaces y aconsejables para motores de encendido por chispa para servicio pesado.

Los agentes antiespumantes son considerados como compuestos de silicona y de alta efectividad cuando se emplean en cantidades mínimas.

Cuando estos aditivos son enteramente de carácter orgánico su identificación y estimación es difícil si no imposible, aunque bien podrían emplearse los procesos físicos de la espectroscopia, si se justificase tal aplicación. Mientras que si los aditivos son de naturaleza metálica u organo-metálica, estos pueden usualmente estimarse en función de sus constituyentes metálicos mediante procedimientos normalizados, por ejemplo, los métodos ASTM-D-874, ASTM-D-810, ASTM-D-811, en los cuales los metales presentes se obtienen en la forma de residuo sulfatado, y se aplican, el primero para aceites nuevos; el segundo para residuos sulfatados de plomo, hierro y cobre en el aceite; y el último es especial para zinc y aditivos como residuos sulfatados. El método ASTM-D-1026 sirve para el sodio; y los métodos ASTM-D-1091 o IP-148 y 149 se emplean para fósforo; mientras que el método ASTM-D-808 se utiliza para cloro. Los métodos IP-110 se usa para bario, IP-111 para calcio; mientras que el IP-122 se emplea para constituyentes orgánicos, por emisión espectroscópica. La detergencia se estima por los ensayos de Launderometer y de Suspensión.

9. CARACTERISTICAS VARIAS. - El número de emulsificación de vapor (ASTM-D-157) y el ensayo de desmulsibilidad del Gobierno Federal USA (Método 310-13) son utilizados en la caracterización de los aceites grasos, en especial los empleados

en turbinas de vapor. En los aceites para motores la formación de espuma es indeseable, ya que reduce el flujo de lubricante a los cojinetes (ASTM-D-892). El porcentaje de material graso en el aceite lubricante puede estimarse por la determinación del valor de saponificación (ASTM-D-94 , ASTM-D-939). Para ciertos tipos de lubricante, es necesario cerciorarse del contenido asfáltico, especialmente es el caso para los aceites de cilindro de vapor, para lo cual una estimación del número de precipitación es conveniente (ASTM-D-91). En el aislamiento de equipos eléctricos, los aceites para transformador requieren una alta resistencia, la cual puede estimarse mediante el uso del método ASTM-D-877.

B. GRASAS LUBRICANTES

Las características más importantes de una grasa se refieren a la consistencia, punto de goteo, estabilidad, corrosión, separación del aceite, resistencia al agua, resistencia o rendimiento y composición y aditivos.

1. CONSISTENCIA.- El ensayo de penetración de cono es el método normalmente aceptado para la clasificación de las grasas (ASTM-D-217; IP-50 y 167). Como la penetración no trabajada da una medida de la consistencia en estado no perturbado, mientras que la penetración trabajada proporciona una guía cuando se considera su comportamiento en un mecanismo de engranaje o similar, la diferencia entre estos dos valores es considerada como una medida de la estabilidad mecánica de la grasa.

La viscosidad aparente (ASTM-D-1092) es importante en la evaluación de las propiedades de las grasas y es de valor cuando se examina la viscosidad del aceite que ha de emplearse para mezclarse con una grasa dada.

2. PUNTO DE GOTEO.- El punto de goteo (ASTM-D-566; IP-31), no es una medida de la temperatura máxima a la cual la grasa satisfactoriamente opera, ya que esto depende de la estabilidad mecánica; sin embargo, sirve para estimar el cambio de consistencia con la temperatura, y es más bien determinado en cumplimiento de un requisito de especificación.

3. ESTABILIDAD.- La estabilidad de una grasa ha de ser considerada bajo tres aspectos diferentes, los cuales se refieren a la oxidación, al calor y a los efectos mecánicos.

El grado de oxidación que una grasa sufrirá, es de particular importancia al aplicarse el material como una película anticorrosiva sobre superficies metálicas. En tales condiciones, la grasa es susceptible a la oxidación, lo cual puede conducir al desarrollo de acidez y posteriormente a la corrosión del metal, en vez de protegerlo. El ensayo de oxidación (ASTM-D-942; IP-142) es utilizado para predecir la fácil oxidación de la grasa, aunque no suministra ninguna información en cuanto se refiere a su comportamiento en engranajes en condiciones reales de servicio, es también útil para estimar su almacenamiento bajo condiciones estáticas de servicio durante largos períodos de almacenaje. Con la incorporación de agentes antioxidantes se superan las dificultades dichas antes. Para averiguar la estabilidad de las grasas hacia la oxidación bajo condiciones dinámicas, tal como existen en servicio en los cojinetes en la actualidad, "The National Lubricating Institute" suministra ensayos de oxidación acelerada bajo condiciones simuladas de trabajo.

La estabilidad al calor tiene relación con la habilidad de una grasa a recuperar su consistencia original antes de que sea calentada por encima de su punto de goteo, y es importante en grasas hechas con jabones de calcio. Esta tendencia a perder su estabilidad por evaporación de agua y en alguna extensión por la separación en jabón duro libre de aceite, perjudica notablemente el rendimiento de la grasa.

La estabilidad se mide por la habilidad para retener su consistencia, después de uso prolongado en un sistema de engranaje rotatorio. Algunas grasas pueden ablandarse por goteo en el sistema de engranaje y perder su calidad sellante causando fallas en el sistema de engranaje, mientras que otras pueden endurecerse en los canales originando una operación en seco. La excesiva inestabilidad puede detectarse por una gran diferencia entre los resultados de los ensayos de cono trabajados y no trabajados (60.000-100.000 choques).

4. CORROSION.- Las grasas no solo no deben ser corrosivas hacia los metales con los cuales han de ponerse en contacto, sino que aquellas grasas que han de usarse en condiciones húmedas deben también ser capaces de proteger el metal contra la corrosión. Para estas condiciones el efecto corrosivo de las grasas puede estimarse por su tendencia a oxidar el cobre (ASTM-D-1261; IP-112). La habilidad de una grasa para prevenir el herrumbe puede estimarse de dos maneras, una en la cual el material recubierto con grasa se rocea con salmuera en una atmósfera húmeda, y otra en la cual un engranaje antifricción es empleado bajo condiciones de uso actual. El agua puede tener efectos que son mecánicos y que dependen del tipo de grasa y también del fácil acceso del agua por el engranaje, los cuales a su vez son función del diseño de la caja, sellos, etc.

5. SEPARACION DEL ACEITE.- La separación del aceite durante el almacenamiento afectará las propiedades de una grasa y la separación en condiciones de servicio perjudicará en una extensión considerable su comportamiento. Es necesario estimar la separación del aceite (IP-121) porque si este tiende a exudar de la grasa afectará notablemente sus propiedades físicas.

6. RESISTENCIA AL AGUA.- La resistencia al agua (ASTM-D-1264) es de considerable interés para evaluar el efecto del agua en las propiedades de la grasa, para aquellos tipos de servicio donde la grasa ha de aplicarse en condiciones mojadas, y el agua puede entrar en el mecanismo lubricado y mezclarse con la grasa; de modo que los resultados son de utilidad para pronosticar el probable comportamiento de una grasa en un cojinete expuesto a la acción de la socavación por el agua.

7. RESISTENCIA O RENDIMIENTO.- Las grasas lubricantes han de formularse para soportar cargas para las cuales los mecanismos han sido diseñados, y para este propósito el único medio satisfactorio para evaluar la grasa son los ensayos de máquina en condiciones semejantes a su uso actual. Para este fin "The National Lubricating Institute" dispone de los métodos de Norman-Hoffman de oxidación (IP-168) y de las características de funcionamiento en los cojinetes antifricción a temperatu-

ras elevadas. Para grasas a las cuales se espera han de aguantar choques de cargas pesadas y extremas presiones, el ensayo de "Timken" es frecuentemente utilizado.

8. COMPOSICION Y ADITIVOS.- Las características de las grasas, como para los aceites lubricantes, han de ser considerados junto con los aditivos y espesadores utilizados. Algunos de los ensayos para constituyentes metálicos en los aceites lubricantes son también los mismos que para las grasas, por ejemplo, los métodos ASTM-D-1091 o IP-148 y 149, se emplean para fósforo, el ASTM-D-808 para cloro; mientras el método ASTM-D-1262 sirve para estimar la presencia del plomo en grasas nuevas y usadas. El ensayo para análisis de grasa (ASTM-D-128) suministra información acerca del tipo y calidad de jabón (espesador), tipo y viscosidad del aceite (materia insaponificable o aceite de petróleo) y la presencia de relleno en la grasa (alimentación).

C. PARAFINAS

La propiedad más importante de las parafins es la temperatura a la cual funde, junto con el contenido de aceite en la cera, ya que mediante ellas puede estimarse la calidad y grado de refinación de la cera; el color y sabor no son objetables, pero si la refinación no ha sido completa pueden ocasionar molestias, o tienen la tendencia a amarillarse por la acción de la luz, mientras que la dureza o consistencia y la viscosidad son de relativa importancia; por otra parte estas propiedades son útiles para el uso que se da a la cera.

1. PUNTO DE FUSION.- El punto de fusión ASTM para las ceras parafínicas se mide por el método ASTM-D-87 o IP-55; para ceras microcristalinas y petrolatos, el método ASTM-D-127 o IP-133, expresa el resultado como punto de derretimiento. La diferencia de métodos para expresar esta propiedad es debida a que las ceras parafínicas presentan un rango de fusión más corto comparado con el de las ceras microcristalinas y petrolatos. El procedimiento ASTM-D-938 empleado para petrolato farmacéutico, expresa esta propiedad como punto de congelación.

El punto de fusión de las ceras parafínicas está comprendido entre 108 y 158 °F., y los grados más comunes solo varían entre 118 y 122 °F. Del petrolato común se producen parafinas microcristalinas que funden aproximadamente a 176 °F., mientras que las de alto punto de fusión pueden llegar hasta 194 °F.

2. **CONTENIDO DE ACEITE.**- No hay una marcación definida entre el aceite y la cera, y los datos de contenido de aceite dependen de las condiciones especificadas por el método de ensayo, como son temperatura de precipitación, tipo y cantidad de solvente usado, etc. (ASTM-D-721; IP-158); sin embargo, el método es de gran utilidad para estimar el grado de refinación dado a la cera. El solvente empleado generalmente es el metil-etil-cetona, el cual tiene una solubilidad mucho más alta para el aceite que para la cera a la temperatura de precipitación adoptada.

3. **COLOR.**- Los requisitos de color de la cera dependen del uso al cual han de destinarse; por ejemplo, cuando la cera va a ser usada en la envoltura de alimentos o propósitos farmacéuticos, la ausencia de color es de suma importancia.

El color puede determinarse sobre la cera o petrolato en estado líquido, pero cuando estos productos son sólidos o semisólidos, únicamente se describe el color como blanco, ámbar, amarillo, pardo, etc.

4. **VISCOSIDAD.**- La viscosidad es indudablemente importante en los procesos de recubrimiento, o sea cuando ella ha de emplearse para impregnar papel o cartones para envolver alimentos, debido a que tales recubrimientos deben ser de espesor adecuado, pues cualquier exceso puede causar fallas del recubrimiento o pérdidas del producto parafínico. La viscosidad para la cera parafínica fundida no difiere ampliamente, pero para ceras microcristalinas tienen un amplio rango de viscosidades, y son apreciablemente más viscosas.

5. **DUREZA.**- La dureza en la cera es una propiedad importante para estimar su consistencia, como una medida de la resis-

tencia a la deformación. Para cera microcristalina se estima esta propiedad por el ensayo de penetración de aguja (ASTM-D-5; IP-49), mientras que para petrolato se emplea el método de penetración de cono (ASTM-D-937; IP-179) como una estimación de esta propiedad. Estos son datos de considerable interés cuando la consistencia de la cera es importante a ciertas temperaturas; así por ejemplo, una penetración de cono puede dar una mejor idea de las propiedades requeridas de un petrolato que un punto de derrite.

10.3.8. ASFALTOS

Las pruebas que se realizan sobre los asfaltos son medidas con el objeto de estimar la aplicación conveniente; así, la dureza o consistencia, esto es la penetración, el punto de ablandamiento, la ductibilidad y la viscosidad aparente sirven para estimar la temperatura, o resistencia requerida para un fin específico.

En la Tabla 10.12 se muestran los valores de algunas propiedades de los residuos de alto vacío para algunos crudos evaluados en el laboratorio de la Refinería (Ver también la Tabla 11.5 correspondiente a la Evaluación del Crudo "HCT").

1. DUREZA.- La prueba de penetración de aguja (ASTM-D-5; IP-49) mide la susceptibilidad del asfalto a la temperatura, puesto que estos son más blandos a medida que la temperatura aumenta o viceversa; así por ejemplo, se presentan variaciones de penetración desde 0 para asfaltos blandos hasta 500 para asfaltos duros.

La ductibilidad (ASTM-D-113; IP-32) es también un estimativo del comportamiento del asfalto a bajas temperaturas para indicar su resistencia al alargamiento y vibración, aunque las pruebas de choque, capacidad para soportar cargas, son utilizadas para estimar esta última condición.

Los resultados de estos ensayos son consideraciones importantes cuando el asfalto va a ser utilizado en pavimentación.

T A B L A 1 0 . 1 2

PROPIEDADES DE RESIDUOS DE LA DESTILACION A ALTO VACIO (ASFALTOS) PARA ALGUNOS CRUDOS
ANALIZADOS EN EL LABORATORIO DE LA REFINERIA, INDICADOS EN LA TABLA 10.1

<u>C r u d o</u>	Zona "HCT" <u>30.9°API</u>	Zona "B" <u>23.9°API</u>	Zona "C" <u>24.0°API</u>	Cira No. 1753 <u>22.4°API</u>	Cira Norte No. 1775 <u>23.0°API</u>	Lisama <u>32.5°API</u>	Cocorná <u>12.2°API</u>
Temperatura límite, °F	1055+Fdos.	930+Fdos.	1020+Fdos.	1000+Fdos.	1080+Fdos.	1030+Fdos.	1000+Fdos.
Volumen líquido recobrado, %/Vol.	17	30.5	29.8	23.3	32.7	19.9	47.7
Gravedad API, a 60 °F	11.5	12.7	11.1	7.4	9.6	14.3	5.1
Gravedad Específica a 60 °F	-	-	-	-	-	-	-
Punto de Inflamación, C.O.C., °F	660	-	-	665	630	660	-
Viscosidad S.S.U. a 210 °F	1325 SSF	-	-	-	1092.6 SSF	257.5	-
Azufre, %/peso	1.41	-	-	1.51	1.78	1.0	1.76
Penetración a 77° F	-	-	-	-	-	-	-
Punto de ablandamiento, °F	-	-	-	216	-	102	-
Ductibilidad a 77 °F	-	-	-	-	-	-	-
Contenido de asfalteno, %/peso	-	-	-	-	-	-	-
Solubilidad al disulfuro de carbono (o tetracloruro de carbono)	-	-	-	-	-	-	-

El punto de ablandamiento (ASTM-D-36; IP-56) sirve para apreciar el comportamiento del asfalto a altas temperaturas e indicar su flexibilidad en aplicaciones de revestimiento; y, el punto de ruptura Fraass (IP-80) sirve para evitar riesgos de quebramiento del asfalto a bajas temperaturas.

2. VOLATILIDAD.- La volatilidad es un indicativo de seguridad al calentar los asfaltos para prevenir riesgos de incendio. La medida de la volatilidad y del rendimiento del asfalto son importantes porque afectan las características de flujo, de modo que un alto contenido de este es deseable.

Para controlar la extensión a la cual, el material puede con seguridad ser calentado antes de aplicarlo, los ensayos de punto de chispa y encendido (ASTM-D-93; ASTM-D-92; IP-34, 35, 36 y 113) pueden ser considerados.

En caso de asfaltos líquidos y de emulsiones, "Cut Back", la cantidad de livianos y de solventes puede medirse por la prueba de destilación (ASTM-D-402).

3. COMPOSICION.- La determinación de la cantidad de asfaltenos (IP-143) es importante en cuanto se desea un alto contenido de estos, ya que asfaltos con cantidades insuficientes de asfaltenos causarían un producto aceitoso de mala calidad y rendimiento.

La prueba de solubilidad al disulfuro de carbono y tetracloruro de carbono (ASTM-D-4; IP-47) y la determinación del contenido de ceniza (ASTM-D-482; IP-4) son importantes, ya que indican los materiales inertes, contenido de asfaltenos en la mezcla, dificultades de elaboración, que son de valor en la clasificación de un tipo de asfalto.

Las determinaciones para asfaltos diluïdos para reparaciones, "Cut-Back" y emulsionados, o los aceites para carretera son especificadas y recomendadas por "The Asphalt Institute" (ASTM-D-597; ASTM-D-631; ASTM-D-397; ASTM-D-398; ASTM-D-399 y ASTM-D-401).

Los aceites para carretera más fluídos son designados por el número 0, y los más densos por el número 5. Los grados de curado rápido, "RC", contienen un asfalto diluído con queroseno o un material destilado semejante, mientras que los grados de curado lento "SC", constan de asfalto y destilados pesados.

Las emulsiones requieren ensayos especiales para control de almacenamiento y aplicación como lo indica "The Asphalt Institute", en cuanto se refiere a la coagulación a baja temperatura, coagulación en almacenamiento, estabilidad en largos períodos de almacenaje y residuo sobre tamizado.(IP-109, 81, 82 y 91).

10.4. CLASIFICACION DEL CRUDO RESPECTO A SU BASE

En la práctica americana, los petróleos naturales se han clasificado como crudos de base parafínica, crudos de base nafténica o asfáltica, teniendo en cuenta su mayor contenido de parafinas o asfaltos, y en crudos de base intermedia o mezclada para casos en que contengan a la vez parafinas y asfaltos; además, ha surgido una cuarta clase conocida como crudos de base híbrida que incluyen los aceites nafténicos que contienen una pequeña cantidad de cera.

El sistema se basa en la naturaleza del residuo ceroso, nafténicos o mezclado dejado por la destilación no destructiva. Para conocer el tipo de crudo, se determina el porcentaje de la fracción de gasolina, o nafta, recogido por destilación en el intervalo 410 a 428 °F. junto con la gravedad específica correspondiente, y los resultados se llevan a una gráfica que contiene las zonas parafínica, nafténica e intermedia. Este método aunque solo indica de manera general la clase de crudo, sirve para estimar el grado de refinación requerido y las probables dificultades que pudieran encontrarse a través del refino; sin embargo, a veces presenta ambigüedad.

Una clasificación más satisfactoria de los crudos ha sido la desarrollada por "The Bureau of Mines" basada en la esti-

mación de las propiedades características que pueden tener dos fracciones claves de crudo, ya que este exhibe una serie de propiedades para sus componentes livianos y otra serie para las fracciones lubricantes pesadas. Los tipos clasificados, mediante las características de las dos fracciones, se muestran en la Tabla 10.13., que como puede observarse, la primera clase comprende los crudos de base parafínica, esto es que contienen cera y principalmente hidrocarburos parafínicos en todas sus fracciones; de modo que las naftas que se obtienen de esta destilación podrían ser parafínicas con propiedades detonantes, mientras que la clase séptima comprenden crudos de base nafténica que contienen principalmente naftenos, esto es, compuestos cíclicos saturados con cadenas laterales nafténicas o parafínicas; evidentemente, los tipos intermedios en la Tabla, corresponden a crudos de características comprendidas entre las anteriores; pero, las dos últimas clases no han sido suficientemente estudiadas.

En el método, el crudo se somete a una destilación analítica estandarizada "Hempell", primero a presión atmosférica y luego a vacío, y las dos fracciones claves se recogen para efectuar la clasificación en intervalos de ebullición de 45 °F., obteniéndose la primera entre 482 y 527 °F., y la segunda entre 527 y 672 °F. a 40 mm. de presión, esto es lo correspondiente a 733 y 779 °F. de temperatura equivalente a la atmosférica aproximadamente, y la gravedad específica correspondiente.

Si la fracción clave número 1 es de gravedad 40 °API o más liviana, las porciones de los puntos de ebullición más bajos se consideran como parafínicos; si es de 33 °API o más pesada, las fracciones son nafténicas; y, si está entre 33 y 40 °API, son intermedias.

Igualmente, si la gravedad de la fracción clave Número 2, es de 30 °API o más liviana, las fracciones de más alto punto de ebullición del crudo son parafínicas; si es de 20 °API o más pesadas, son nafténicas; y, si está entre 20 y 30 °API serán intermedias.

T A B L A 1 0 . 1 3

CLASIFICACION DE LOS PETROLEOS CRUDOS RESPECTO A SU BASE SEGUN LA "BUREAU OF MINES"

<u>B a s e</u>	<u>Fracción Clave Número Uno</u>	<u>Fracción Clave Número Dos</u>	<u>Factor de Caracterización U. O. P.</u>	
			<u>Fracción Clave Número Uno</u>	<u>Fracción Clave Número Dos</u>
Parafina	40 o más ligera	30 o más ligera	12.2 o más	12.2 o más
Parafina-Intermedia	40 o más ligera	20 a 30	12.2 o más	11.4 a 12.0
Intermedia-Parafínica	33 a 40	30 o más ligera	12.2 o más	11.4 o menos
Intermedia	33 a 40	20 a 30	11.5 a 12.0	12.2 o más
Intermedia-Parafínica	33 a 40	20 o más pesada	11.4 a 12.1	11.4 a 12.1
Nafteno-Intermedia	33 o más pesada	20 a 30	11.4 a 12.1	11.4 o menos
Nafténica	33 o más pesada	20 o más pesada	11.5 o menos	11.4 a 12.1
Parafina-nafténica	40 o más ligera	20 o más pesada	11.5 o menos	12.2 o más
Nafteno-Parafínica	33 o más pesada	30 o más ligera	11.4 o menos	11.4 o menos

"The Bureau of Mines" permite una posterior clasificación basada en las fracciones claves, pero haciendo una distinción entre crudos poseedores o exentos de cera, esto con el fin de señalar la creencia errónea de que solamente los crudos parafínicos contienen cera, siendo así que los crudos nafténicos también la poseen; entonces, para estimar este hecho, a la fracción clave Número 2, se le determina el punto de nube, y si resulta superior a 5 °F., a la clasificación anterior se le añade el calificativo "Conteniendo cera"; y, si su punto de fluidez está por debajo de 5 °F., se le considera "Libre de cera"; así, un crudo parafínico intermedio, libre de cera, significa que el crudo tiene características parafínicas en la porción de gasolina y características intermedias en la porción de lubricantes, con un contenido muy bajo de cera.

En el capítulo siguiente se indica la base del crudo "HCT", 27 °API, estimado de acuerdo a este procedimiento.

Se han desarrollado otros sistemas basados en la composición química de los hidrocarburos constituyentes, pero una clasificación sobre tales bases, a pesar de ser más racional, se ve restringida no solo por la falta de información sino también por el hecho de que tales análisis, en la forma que han sido hechos, se aplican principalmente a los constituyentes de bajo punto de ebullición, los cuales pueden estudiarse más fácilmente, mientras que de los constituyentes menos volátiles de cualquier petróleo poco es lo que se sabe, y el trabajo invertido para asegurar la información, hace de esta, una clasificación que sobre tales bases es completamente impráctica.

La clasificación del crudo respecto a su base es de primordial importancia para seleccionar el método de refinación que ha de utilizarse para la manufactura de las diferentes clases de productos que han de obtenerse de acuerdo al tipo de crudo; así, que según esto, los crudos de base parafínica son más fácilmente tratados, siguiendo en su orden los de base intermedia y nafténica respectivamente; esto, se aplica también a los destilados livianos como la gasolina y aceites lubricantes.

A pesar de que los petróleos de base parafínica son particularmente apropiados para la manufactura de aceites lubricantes, la gasolina que se obtiene de ellos detona mucho; además, los crudos de base parafínica y mixta contienen cera parafínica perjudicial, y por tanto, por el hecho de que los crudos de base nafténica no contengan parafina, simplifica la producción de lubricantes, aunque hay que tener en cuenta que cuando los aceites lubricantes, se producen de petróleos de base mixta, casi siempre es necesario efectuar tratamiento con ácido o con solvente, y en consecuencia su elaboración resulta costosa.

La destilación al vacío o la precipitación del asfalto por propano líquido, se adopta particularmente para tratamiento de petróleos de base mixta y nafténica porque la mayor parte del asfalto o material alquitranoso puede separarse como residuo y los aceites lubricantes obtenidos pueden tratarse en la forma más económica que los materiales que contienen asfalto.

Los petróleos de base nafténica, evidentemente proporcionan buen asfalto, y por lo general en cantidades suficientemente grandes, como para justificar su producción; y, la gasolina que se obtiene de ellos es casi siempre antidetonante y a menudo puede venderse directamente como un combustible para motores de alta calidad; además, pueden venderse grandes cantidades de combustible o crudo residual y gasóleo provenientes de crudos nafténicos o mixtos, aunque la mayor parte del residuo de la destilación directa de la gasolina y queroseno, frecuentemente se somete a craqueo para aumentar el rendimiento total de gasolina.

Por otra parte, hay que tener en cuenta que muchos aceites de base nafténica contienen más azufre que los de base intermedia y parafínica, los cuales pueden tener a veces muy escasa cantidad.

10.5. CONSTRUCCION Y ANALISIS DE CURVAS

Los ensayos ordinarios de destilación ASTM y Hempell proporcionan un conocimiento muy superficial de los rendimientos y composición de los crudos por tratarse de destilaciones

imprecisas que distan mucho de la operación comercial, mientras que un estudio analítico del petróleo crudo, requiere la determinación relativamente exacta de sus rendimientos e hidrocarburos componentes por métodos de laboratorio muy similares a aquellos que ocurren en las plantas de destilación industrial. Para tal efecto, se utiliza el método de destilación de puntos de ebullición verdaderos -"TBP"- , el cual se efectúa en equipos especiales de laboratorio, de tipo estandarizado, como el Fraccionador "15/5" y "Hivac" que realizan un fraccionamiento preciso obteniéndose la separación de fracciones de estrecho límite de ebullición. Las fracciones producidas para cortes estrechos de destilados seleccionados son posteriormente analizados por las diversas pruebas de laboratorio correspondientes a las características de cada fracción en particular. Por tanto, resulta posible conocer, aun cuando sea de manera aproximada, la composición de las mezclas de hidrocarburos mediante la correlación gráfica de los valores de la destilación y propiedades físicas obtenidas de cada fracción, y es aquí, donde los ensayos especiales de destilación y ordinarios de las propiedades se complementan mutuamente prestando la máxima utilidad a los procesos de destilación.

10.5.1. CURVAS DE DESTILACION

A. CURVA DE PUNTOS DE EBULLICION VERDADEROS "TBP".

Se llama Curva de Destilación "TBP" la obtenida usando un aparato de destilación de puntos de ebullición verdaderos, al unir los puntos correspondientes a la temperatura de ebullición de la fracción en función del respectivo porcentaje destilado recogido. Teóricamente, debería representar toda una serie de puntos de ebullición verdaderos correspondientes a los de cada sustancia pura que destila en ese momento representando una gráfica de forma escalonada, pero por razones del abundantemente número de isómeros y del método de operación del equipo, hay una marcada tendencia de la curva a convertirse en un trazado continuo a medida que progresa la destilación.

Hay dos métodos comunes para conducir la destilación :

En el primero, el destilado se recoge a una velocidad de flujo constante, y la curva obtenida es continua con ligeras irregularidades.

El segundo se aproxima a una curva teórica por representar tramos definidos para cada componente; la destilación en este caso es mejor, por estar gobernada por el material que hierve a cada temperatura, pero es de menor aplicación para propósitos de diseño.

Una curva de Puntos de Ebullición Verdaderos suministra información de los componentes presentes a una temperatura dada y de las concentraciones relativas de los constituyentes de una mezcla de carga, por tanto, los rendimientos de cada fracción destilada son conocidos; además, sirve de punto de partida para la determinación de la Curva de Vaporización Instantánea. Una curva de Destilación "TBP" es también necesaria en los cálculos de fraccionamiento porque estos se basan principalmente en las moles y presiones de vapor correspondientes de los distintos productos que se han obtenido en la separación.

El equipo de destilación combinada, Fraccionador "15/5" y "Hivac" descrito en este trabajo, realiza una destilación de puntos de ebullición verdaderos, y su curva se muestra en la Fig. 11.2. Otros equipos que bien podrían utilizarse para el mismo propósito, algunos ya casi en desuso, son el Petters", para destilación de petróleo crudo, gasolina y aceites pesados, y el "Podbielniak", usado principalmente para gases o mezclas de hidrocarburos de bajo punto de ebullición.

B. CURVA DE VAPORIZACION INSTANTANEA, "FLASH" o "EFV".

En la vaporización instantánea, el vapor está en íntimo contacto con el líquido, de tal manera que el vapor formado y el líquido residual están en equilibrio.

Para determinar una Curva de Vaporización Instantánea, se realizan una serie de experiencias a diferentes tempe-

raturas, correspondiendo cada operación a un punto sobre la curva; el trazado es similar al de la Curva "TBP" y se representa graficando la temperatura con relación al porcentaje destilado. (Ver las Figs. 11.3.a., 11.3.b., y Tablas 11.9., 11.10., y 11.11.)

Las moléculas que normalmente se vaporizarían a una temperatura baja no podrían separarse por sí solas del líquido porque entregarían mucho de su contenido de energía a las moléculas de alto punto de ebullición; sin embargo, después de haberse vaporizado un porcentaje considerable de líquido, el bombardeo de las numerosas moléculas de vapor a gran velocidad favorece la vaporización de una parte del material de alto punto de ebullición, y la Curva de Vaporización Instantánea corta la de Vaporización Diferencial. Para porcentajes, más allá de dicha intersección, la Vaporización Instantánea es muy ventajosa porque permite destilar una cantidad relativamente grande sin necesidad de calentar hasta una temperatura elevada, y además, se evita la descomposición térmica.

El conocimiento de las condiciones de equilibrio de la fase vapor-líquido es esencial para la mayoría de los diseños de equipo de proceso usados en la refinación del petróleo; pero, la aplicación de las leyes de equilibrio para materiales complejos, como son las fracciones del petróleo, es complicada, y, los análisis de aceites pesados no pueden obtenerse con facilidad, y si se dispone de tales análisis, no siempre se poseen los datos de presión de vapor o de equilibrio exacto de los componentes. La determinación de las relaciones de equilibrio podría hacerse obteniendo la Curva de Equilibrio de Vaporización Instantánea, "EFV", para las fracciones en cuestión a las presiones correspondientes deseadas, pero, por razones de tiempo y dinero, es más aconsejable predecir los datos "EFV" de las destilaciones ASTM o "TBP" más simples, y por tanto, una correlación entre estas separaciones es necesaria.

C. CORRELACIONES ASTM, EFV y TBP.

Existen muchas correlaciones para las tres destilaciones a presión atmosférica, sin embargo, ninguno de estos

métodos es suficientemente completo para permitir hacer los cálculos de equilibrio de fases en todo el rango de presión-temperatura en una destilación de petróleo.

Todas las correlaciones se basan en la intersección de la Curva "EFV" con la ASTM o la "TBP" y las pendientes correspondientes, o en la utilización de la temperatura o punto en el 50% destilado y pendientes o coeficientes angulares para diferentes intervalos sobre la Curva ASTM o "TBP", según sea el caso.

El segundo tipo de correlación es el más utilizado, y se ha escogido el punto del 50% destilado como más aconsejable, después de ensayar otros, inclusive el del 30%, y la intersección con la Curva "EFV". A este tipo de correlación pertenecen el método de Harvey y el de Edmister-Pollock.

1. METODO DE HARVEY.- El método de correlación "EFV" "ASTM" o "TBP" desarrollado por Harvey supone, basándose en la vaporización instantánea de más de 70 crudos, que la Curva "EFV" es una línea recta, y utiliza la temperatura en el 50% destilado y las pendientes de las destilaciones "ASTM" o "TBP" en el intervalo 10-70% destilado

En el método se escoge un intervalo de porcentaje de destilado sobre la Curva ASTM o TBP y las temperaturas de ebullición correspondientes al 10 y 70% destilado del rango seleccionado son leídas; se calcula, entonces, el coeficiente angular ASTM o TBP para el intervalo 10-70% destilado, definido como el aumento de temperatura para un incremento de 0,1% en el porcentaje destilado y que se obtiene, por tanto, dividiendo la diferencia de temperatura anterior correspondiente al 10 y 70% destilado, entre 60. El coeficiente angular "EFV" se obtiene en la Fig.10.1., lo mismo que las diferencias de temperatura en el 50% destilado entre las temperaturas ASTM o TBP y la temperatura "EFV". Conociendo la temperatura en el 50% destilado del intervalo para las destilaciones ASTM o TBP, es posible calcular por la diferencia anterior, la temperatura "EFV" correspondiente al 50% destilado, y así calcular con la ayuda del coeficiente angular "EFV" los puntos extremos del intervalo, restando o suman=

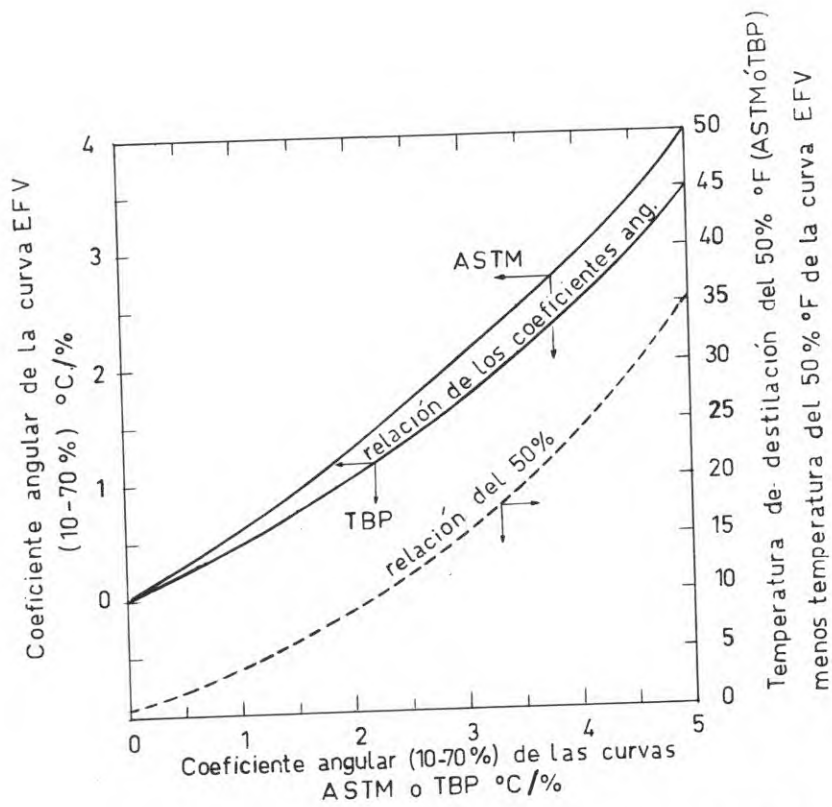


FIG 10-1 CORRELACION DE LAS CURVAS EFV Y ASTM ó TBP

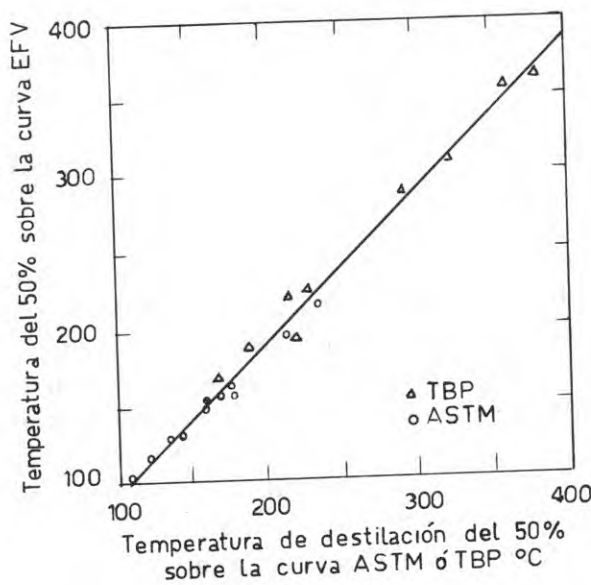


FIG 10-2 CORRELACION DEL 50% DE LAS CURVAS EFV Y ASTM ó TBP PARA MATERIALES DE COEFICIENTE ANGULAR 1,1-2,2 °C/% (2-4 °F/%)

do el producto del coeficiente angular por la temperatura "EFV" en los puntos 0 y 100%, de la temperatura "EFV" en el 50% destilado. Igual cosa puede hacerse para otros rangos escogidos con el fin de obtener un adecuado número de puntos para el trazado de la curva "EFV".

Una ilustración del método puede verse en el capítulo siguiente, donde se muestran los cálculos efectuados para hallar los puntos de la Curva "EFV" a partir de datos de destilación "TBP" para el Crudo "HCT", 27 API. (Ver Tabla 11.11 y Fig. 11.3.b.).

La exactitud de la correlación del coeficiente por este método es satisfactoria: $\pm 0,26$ unidades angulares ($0,148$ °C./%) para datos ASTM; y, $\pm 0,53$ unidades de coeficiente angular ($0,285$ °C./%) para datos "TBP"; sin embargo, la correlación del punto en el 50% destilado, es generalmente apropiada para materiales de coeficiente angular pequeño, y en el caso de materiales de coeficiente angular de $2,0 - 4,0$ °F/% ($1,1 - 2,2$ °C/%), la Fig. 10.2. es más apropiada.

Un examen de las curvas experimentales "EFV" indica que ellas no son verdaderamente rectas, aunque la curvatura entre el 10 y el 90% es leve. Esta consideración fue tomada en cuenta en el método representado por Edmister y Pollock.

2. METODO DE EDMISTER Y POLLOCK.- En este método, igualmente, se utiliza la correlación del punto en el 50% para las destilaciones "EFV" - ASTM o "EFV" - "TBP" y la pendiente ASTM o "TBP" en el intervalo de 10 a 30% como claves.

El procedimiento consiste en hallar las pendientes "ASTM" o "TBP" para los intervalos 0-10, 10-30, 30-50, 50-70, 70-90 y 90-100% de destilados para cada una de las fracciones consideradas. Tomando el punto del 50% de la fracción sobre la curva ASTM o "TBP" y la pendiente 10-30%, puede leerse en las gráficas de las Figs. 10.3 o 10.4, según sea el caso, la diferencia entre las temperaturas "EFV" y ASTM o "TBP" en el 50% destilado, pudiéndose calcular, entonces, el punto "EFV" en el 50% destilado. Con las pendientes ASTM o "TBP" calcu-

CURVAS DE CORRELACIONES "A.S.T.M." "T.B.P." Y "E.F.V."

Equilibrio de vaporización flash 50%PT. vs. A.S.T.M. 50% PT. vs. T.B.P. 50% PT.

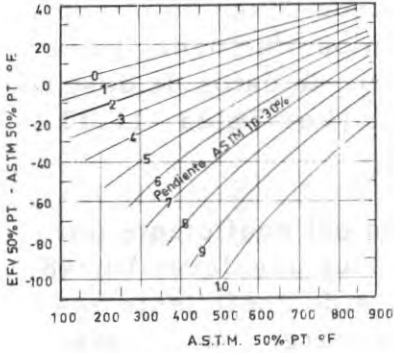


FIG 10-3

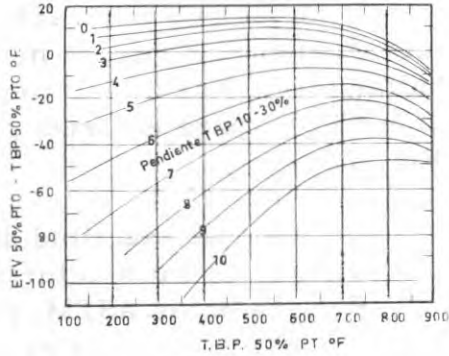


FIG 10-4

Pendientes para equilibrio de vaporización instantánea o "flash" vs. pendientes de verdaderos puntos de ebullición (T.B.P) vs. pendientes A.S.T.M.

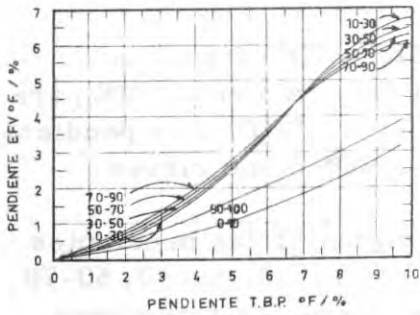


FIG 10-5

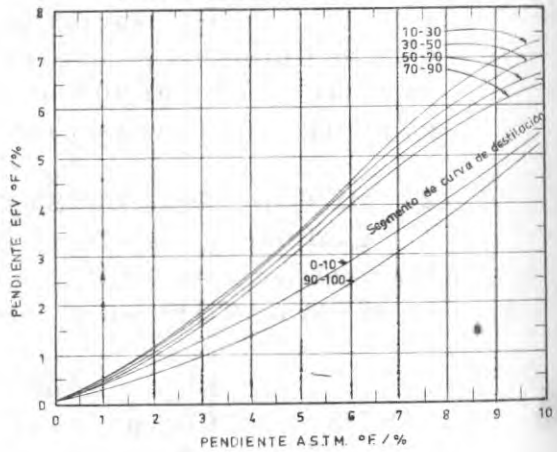


FIG 10-6

ladas en el paso inicial del procedimiento y las Figs. 10.5 y 10.6, se calculan las correspondientes pendientes "EFV" para cada uno de los rangos en que se ha dividido la fracción inicial, y así es posible hallar las diferencias de temperaturas "EFV", que se suman o se restan al punto del 50%, según que el intervalo esté por encima o por debajo de dicho punto.

La pendiente 10-30% fue seleccionada en vista de que tiene en cuenta el efecto de los componentes más livianos y es más práctica a causa de que los puntos en el intervalo 10-30% están siempre disponibles, aún para las fracciones más pesadas para las cuales las pendientes 10-70% y 10-90% no podrían obtenerse sin extrapolación.

Con el método Pollock es posible correlacionar las Curvas ASTM y "TBP", obteniéndose de esta el máximo uso de los datos disponibles, y el procedimiento a seguir es muy similar al anteriormente descrito. Desafortunadamente, se poseen pocos datos para la correlación "TBP"- "EFV", y es usada con menos frecuencia que las otras correlaciones.

En la Fig. 11.3.a., se muestra la Curva "EFV" para el crudo "HCT", 27°API, obtenida a partir de los datos de destilación ASTM por este procedimiento, y cuyos cálculos se ilustran en la Tabla 11.10 (Ver también Tabla 11.9. que ilustra los cálculos para el primer rango considerado).

Las desviaciones promedio de las correlaciones para predecir el punto del 50% sobre las curvas de las Figs. 10.3. y 10.4. son alrededor de 7°F. para la correlación ASTM-"EFV" y de 13°F. para la correlación "TBP"- "EFV"; las desviaciones promedias para el punto predicho del 30% son aproximadamente las mismas que para el punto del 50%, mientras que la desviación promedio para los puntos predichos del 70% son alrededor de 1° mayor.

10.5.2. CURVAS DE PROPIEDADES

Las propiedades físicas de un aceite varían gradualmente a través del rango de compuestos que lo constituyen y es la

destilación un medio de disponer estos compuestos en orden de sus puntos de ebullición.

Las propiedades comunes de las fracciones del petróleo pueden agruparse de la siguiente manera :

1. Viscosidad de las fracciones medias y pesadas.
2. Número de octano de la fracción de gasolina.
3. Punto de anilina de solventes, queroseno o fracciones de ACPM.
4. Penetración de residuos asfálticos y grasas.
5. Ablandamiento de los asfaltos.
6. Azufre para fracciones livianas, medias y pesadas.
7. Residuo carbonoso para fracciones medias y pesadas.
8. Gravedad para todo el rango de productos, ... etc.

El trazado de curvas de propiedades para fines de refinación y/o diseño, requiere una agrupación más precisa de las propiedades. Así es necesario distinguir entre propiedades aditivas y no aditivas; las primeras se trazan como curvas de porcentaje medio, y las segundas como curvas de rendimiento. Es posible trazar propiedades no aditivas en forma de curvas de porcentaje medio, por ejemplo, en los puntos medios de fracciones de estrecho límite de ebullición, pero el usuario de dichas curvas no va a obtener propiedades promedio para las fracciones comerciales de amplio rango de ebullición.

Son propiedades :

<u>Aditivas</u>	<u>No Aditivas</u>
Gravedad Específica	Viscosidad
Punto de Anilina	Gravedad API
Porcentaje de Azufre	Color
Relación Hidrógeno-Carbono	Punto de inflamación

Los puntos de ebullición tomados de una destilación de puntos de ebullición verdaderos y presiones de vapor cuando están basados en las propiedades molales son aditivos, de acuerdo a la ley de Raoult.

A. CURVAS DE PORCENTAJE MEDIO.

Las propiedades como gravedad específica y viscosidad son diferentes para cada gota o fracción del material que destila, y la velocidad a la cual estas propiedades cambian gota a gota pueden trazarse como curvas de porcentaje medio, mediante las cuales el refinador puede determinar las propiedades medias de amplias fracciones comerciales. En realidad, la gravedad específica o la viscosidad de una fracción es un promedio de las propiedades de las muchas gotas que la constituyen; si cada gota es igualmente diferente de la última gota y de la siguiente, entonces, la gota que destila exactamente en la mitad de la fracción tiene la misma propiedad promedio de todas las gotas de la fracción. Esta sería la condición para que una curva de porcentaje medio sea una línea recta. Aunque las curvas de porcentaje medio no son nunca, exactamente, líneas rectas, lo son sustancialmente en un corto rango de porcentaje, y en tal caso, la propiedad promedio es igual a la propiedad en el punto medio de la fracción. La media aritmética de las propiedades de estas pequeñas fracciones es la propiedad de la fracción total. Puede considerarse como un rango corto el comprendido entre las temperaturas 50-100 °F. y de 5-10% de volumen líquido destilado.

Si la curva de propiedad es aproximadamente una línea recta entre los límites de las fracciones, la propiedad promedio de la fracción es igual al valor de la propiedad en el punto del porcentaje medio de la fracción y el método de integración media no necesita usarse, a excepción de secciones abruptas de la curva. La integración media gráfica consiste en igualar las áreas situadas arriba y abajo de las secciones de la curva mediante segmentos horizontales correspondientes a las propiedades medias de las fracciones componentes de la fracción total o comercial. El valor medio de esta última se obtiene sumando los valores de cada uno de los segmentos dividido por el número total de fracciones. Este método de integración solo se aplica a propiedades aditivas.

Aunque la viscosidad no sea una propiedad aditiva, en especial para mezclas de aceites de bases diferentes, por una afortunada coincidencia, la viscosidad de una fracción amplia de un crudo, es casi exactamente igual a la viscosidad del punto medio de la fracción.

Las curvas de porcentaje medio son algunas veces denominadas diferenciales, curvas de caudal o curvas instantáneas; se acostumbra trazarlas colocando la propiedad de cada fracción en el punto de porcentaje medio o temperatura de ebullición verdadera "TBP" Media de la fracción. Si las fracciones son tan grandes que la curva final muestra una curvatura aguda, las propiedades se trazan no en el punto medio, pero sí como líneas horizontales en los límites de porcentaje de las fracciones, y la curva se obtiene por igualación de las áreas superior e inferior de cada intervalo.

Las propiedades de los destilados se dan en función de la temperatura en el punto de ebullición y no en función de los rendimientos por el hecho de que el punto de ebullición es una propiedad determinada generalmente sobre una fracción destilada particular, mientras que el rendimiento del crudo de una fracción destilada no puede conocerse ni siempre puede determinarse precisamente porque los rendimientos comerciales para los mismos puntos de ebullición son a menudo diferentes de los rendimientos que se obtienen en laboratorio; además, los destilados pueden ser de intervalos de ebullición reducidos o amplios, de tal manera que la forma más corriente de presentar muchas propiedades de destilados es una función de la temperatura instantánea o del punto medio de ebullición verdadero; sin embargo, este método de presentación no es siempre exacto, y requiere que el usuario promedie los valores sobre un rango finito de ebullición.

B. CURVAS DE RENDIMIENTO

Si una propiedad no es aditiva, las propiedades de las fracciones dentro de varios rangos de ebullición pueden determinarse experimentalmente, mezclando fracciones, y trazando el valor como una función del rendimiento o cantidad del

material mezclado. La curva de rendimiento de viscosidad es un trazado de la viscosidad del fondo o producto residual contra el porcentaje de residuo; describe, por lo tanto, productos residuales que terminan en 100% destilado, y suele llamarse "Curva de Rendimiento Residual". Obviamente, una curva de rendimiento puede usarse para mezclas que empiezan o acaban en cualquier porcentaje destilado deseado, y entonces, llámense "Curvas de Rendimiento Intermedio."

Los datos para la construcción de las curvas de rendimiento pueden obtenerse haciendo un gran número de corridas para un porcentaje diferente de producto residual; pero, resulta demasiado costoso, y es más conveniente mezclar fracciones apropiadas para obtener varios rendimientos de productos. Con el fin de obtener suficiente aceite para las varias mezclas, se usan partes alícuotas de las fracciones más bien que toda la fracción.

La representación de las propiedades del residuo está en contraste con la de las propiedades del destilado, pues los residuos están sujetos a una sola variable, la temperatura del punto de corte, y por consiguiente, los datos sobre el residuo se representan convencional y exatadamente como una función del rendimiento de residuo del crudo.

En el capítulo siguiente, se muestran las curvas de propiedades correspondientes a la evaluación del crudo "HCT" 27°API. (Ver Figs. 11.6., 11.7., 11.8., 11.9., 11.10., 11.11. y 11.12).

10.6. INFORME DE UNA EVALUACION

Los resultados de los ensayos ordinarios de Inspección General y fraccionamiento del crudo, y los Ensayos Particulares de cada una de las fracciones deben presentarse en una forma adecuada para su fácil observación, utilización en el trazado de las curvas, apreciación de rendimientos y su composición en cuanto se refiere a la proporción de hidrocarburos presentes, mediante la correlación de las diferentes propiedades con el ob-

jeto de pronunciar las conclusiones definitivas de la calidad del crudo y fracciones, como consecuencia de la citada evaluación.

10.6.1. INFORME DE LA INSPECCION GENERAL DEL CRUDO

En la Inspección General del Crudo debe suministrarse información correspondiente al resultado de las pruebas y métodos de análisis efectuados, tal como se muestra en la Tabla 11.1 para la evaluación del crudo "HCT", 27°API; además, agregando la fecha, procedencia, estado y condición del crudo tal como fue recibido.

10.6.2. INFORME DE LOS DATOS DE FRACCIONAMIENTO

Una vez realizado el registro de datos de la destilación, puede procederse a llenar una hoja correspondiente al informe de destilación, efectuando para ello el respectivo cálculo de corrida. Para la presentación de este tipo de informe, pueden verse en el capítulo siguiente para el Crudo "HCT", 27°API, la Tabla 11.2.; y el método de cálculo de corridas que se explica a continuación. Para la ilustración de los cálculos puede verse la efectuada sobre el mismo crudo.

A. CALCULO DE CORRIDAS

Los pesos de las fracciones en la hoja del informe se suman y se colocan frente a "RECOBRADO"; igualmente se indican las pérdidas en la fila correspondiente. Las pérdidas o ganancias tienen un límite de 0,5% por encima o por debajo de la cual sería necesario repetir la destilación o aceptarla con reserva si no se descubren errores en los cálculos.

Si el balance de materiales es aceptable, puede hacerse la conversión de las fracciones a porcentaje en peso sobre la base de salida del recuperado real, ignorando las pérdidas; enseguida, se calcula el volumen de cada fracción usando el peso respectivo y la gravedad específica; los valores obtenidos se colocan en la columna correspondiente de volúmenes. Se totalizan los volúmenes y se integra la suma en el fondo de la columna, resul-

tando un volumen mayor que el calculado en base al peso total de las fracciones recuperadas a causa de que es determinado para cada fracción individual y no tiene en cuenta la contracción de volumen que ocurre en el mezclado. La suma de los volúmenes usualmente excede al volumen figurado del peso de la carga y densidad por 0,3% del VL. en el caso de productos craqueados, pero solamente el 0.1% para cortes naturales.

Por último se lleva cada elemento a la columna de volúmenes y se integra en la columna de porcentaje de volúmenes, el total 100%. La columna acumulativa se completa por adición del porcentaje de volumen de cada fracción a la suma de los porcentajes de todas las fracciones anteriores, empezando con el C₄ y más livianos.

B. ANALISIS DE FRACCIONES

Los productos del petróleo se agrupan de acuerdo a su límite de ebullición en naftas, querosenos, ACPM, gasóleos, combustóleos, crudo reducido, lubricantes y residuos asfálticos; sin embargo, pueden obtenerse diferentes series de productos de diversos intervalos de ebullición que abarcan parte o todo el rango de los destilados principales; así por ejemplo, en las turbosinas, tractorinas, aceite combustible diesel o los aceites lubricantes no existen prácticamente límites definidos de temperatura, pues en la mayoría de los casos, estos intervalos están acondicionados a las necesidades de cada refinería y al crudo disponible para la refinación. Además, los intervalos de temperatura utilizados en el laboratorio son diferentes de los rangos industriales, y las fracciones requeridas en una evaluación no permiten sujetarse a límites definidos, pero como suministran las curvas de propiedades, facilitan la obtención del rendimiento de una fracción comercial amplia en el momento y condición que se desee. No obstante, los siguientes intervalos pueden servir de guías para propósitos de pruebas específicas de las fracciones, porque si bien la gran mayoría de los ensayos pueden aplicarse a todo el intervalo del crudo, algunas veces no tendría justificación:

Gasolina	100-400 °F.
Queroseno	375-500 °F.
Turbosina	450-550 °F.
ACPM	400-700 °F.
Gasóleo	400-800 °F.
Combustóleo	600+Fdos. °F.
Lubricante	700-1000 °F.
Residuos Asfálticos	1000+Fdos. °F.

Para presentar en forma tabulada los resultados de las pruebas en el análisis de las fracciones puede utilizarse como modelo el mostrado en el cuadro de la Tabla 11.6. del siguiente capítulo. Las propiedades allí indicadas se determinan por los métodos de ensayo "Estándar" realizados en el laboratorio, o empleando gráficas o ecuaciones correspondientes; por ejemplo, la potencia calorífica, número de cetano, factor de caracterización, constante viscosidad-densidad, se calculan a partir de las ecuaciones 3.3., 3.7., 3.23., y 3.24., respectivamente. El índice de viscosidad puede determinarse conociendo las viscosidades a 100 y 210 °F. del material analizado de acuerdo al método ASTM-D-567. La base del crudo se determina de la forma más práctica y común como la empleada en la clasificación del crudo "HCT", 27°API, respecto a su base mediante el método de las fracciones claves.

C. CURVAS DE PROPIEDADES

Las curvas de propiedades para su aplicación en la evaluación de crudos pueden distribuirse en la forma siguiente :

Curvas de destilación y gravedad :

1. Destilación de puntos de ebullición verdaderos - "TBP"
(Fig. 11.2.)
Temperatura contra porcentaje destilado.
2. Curva de gravedad API y Específica media (Fig. 11.2.)
Gravedad API y Específica contra porcentaje destilado.

3. Destilación "Hempell". (Fig. 11.2.)
Temperatura de ebullición contra porcentaje destilado.
4. Curva de destilación "ASTM" (Fig. 11.3.a., 11.3.b., y 11.4).
Temperatura de ebullición contra porcentaje de destilado.
5. Curva de vaporización instantánea o "Flash" - "EFV"
(Figs. 11.3.a. y 11.3.b.)
Temperatura de vaporización contra porcentaje destilado.
6. Relación entre porcentajes de destilado "TBP" y "ASTM"
a la misma temperatura (Fig. 11.5.).

Curvas de propiedades medias :

1. Curvas de viscosidad media a 100, 130, 210 y 300 °F.
(Figs. 11.6. y 11.7.).
Viscosidad en CS. contra temperatura "TBP" en el porcentaje medio del corte, °F., y Viscosidad, S.S.U. contra porcentaje medio de destilado.
2. Números de octano para las fracciones de nafta (Figs. 11.8 y 11.9.)
Números de octano y gravedad API contra temperatura de ebullición ASTM en el 50% destilado.
Números de octano para fracciones de gasolina desbutanizada, gravedad API y presión de vapor Reid contra porcentajes destilados.
3. Propiedades físicas de destilado (Fig. 11.10.)
Punto de humo, índice diesel, número de cetano, punto de anilina, factor de caracterización, contenido de azufre contra las temperaturas "TBP" en el porcentaje medio del corte.
Además, la pendiente de la curva de rendimiento-temperatura contra la temperatura "TBP" en el porcentaje medio del corte.

Curvas de Rendimiento :

1. Curva de rendimiento de viscosidad :
Viscosidad, S.S.U. a 100, 130, 210 y 300 °F. contra rendimiento de residuo.
2. Propiedades de destilados pesados y residuos (Fig.s. 11.11. y 11.12.).
Puntos de fluidez, puntos de inflamación, gravedades, contenidos de azufre y de carbón contra rendimiento del residuo.

10.7. INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS

La calidad de un producto está acondicionada al cumplimiento de las especificaciones y características exigidas en el mercado. Cuando su calidad se indica como buena o excelente, significa no solamente que es de buena calidad sino que está presente en cantidades normales, y que puede obtenerse un producto vendible sin excesivo tratamiento. Las especificaciones de los materiales, unidas a un conocimiento profundo sobre la materia asegura una acertada interpretación de los resultados de una evaluación.

Un combustible motor con el fin de dar apropiado rendimiento en una máquina de combustión interna, tal como el motor de automóvil, debe tener sus componentes apropiadamente distribuidos; así, debe haber suficiente proporción de hidrocarburos volátiles de bajo punto de ebullición presentes para suministrar una mezcla rica de vapor-aire para un fácil arranque. El punto inicial de ebullición y la temperatura alcanzada cuando el primer 10% es recobrado son criterios a este respecto. Un punto final de ebullición muy por encima de 437 °F. y una cantidad en exceso recogida sobre 375 °F. son indicaciones de un combustible motor pobre que contiene una proporción demasiado grande de hidrocarburos que difícilmente vaporizarían, los cuales no explotan regularmente en los cilindros de la máquina y en consecuencia suministran baja potencia. La cantidad de goma tolerada en una gasolina varía con los motores en los que ha de em-

plearse, y las especificaciones de 5,0 mgrs./100 ml. de gomas reales es razonable para motores modernos.

Para los combustibles diesel o ACPM son deseables bajas temperaturas de ignición espontánea y no son adecuados los compuestos de bajo punto de ebullición. En general los motores diesel, particularmente los de tipo pequeño de gran velocidad, no funcionan satisfactoriamente con un aceite cualquiera.

Los querosenos deben tener baja viscosidad, más alto punto de inflamación que la gasolina, estar altamente refinados por ser una fracción liviana y presumir buena estabilidad y color; libres de sustancias olorosas e hidrocarburos que queman con una llama humeante, razonablemente bajos en contenidos de azufre y poseer propiedades que los capaciten para elevarse libremente en la mecha de la lámpara, como viscosidad y gravedad específica apropiadas; por ejemplo, son típicas viscosidades de 2,0 Centi-poises y gravedad específica de 0,80; permanece claro bajo 0 °F. y líquido a -20 °F.

En los carburantes para turbinas de gas y motores de reacción se requiere que ardan fácilmente bajo todas las condiciones de temperatura y presión barométrica; deben quemar de manera constante sin apagarse ni disminuir la llama y quemar limpiamente con el mínimo depósito de carbón. Los aromáticos presentes tienden a dejar depósitos de carbón en las aberturas del revestimiento de la cámara de combustión, en las bujías y en la tovera del carburante, por eso, se admite un contenido aromático hasta del 25%. El humo resulta ser el que da la mayor correlación con el depósito real de carbón.

Para los combustóleos los requisitos satisfactorios son pocos y sencillos; el más importante es el poder quemarse con un razonable grado de integridad, generalmente se supone, pero se tiene en cuenta en las especificaciones mediante la declaración de que el agua y la materia sólida incombustible no debe sobrepasar de una cantidad dada. Muchas agencias especifican que el valor máximo no exceda de trazas de 0,1% para los aceites menos viscosos, y no más del 1,0-2,0% para los aceites más vis-

cosos. Para los últimos, el sedimento puede limitarse a un 0,25% con una deducción por agua y sedimento en exceso del 1,0%; además, es necesario que los aceites sean de un punto de inflamación compatible con la seguridad, por ejemplo, de unos 65°C.

CAPITULO UNDECIMO

EVALUACION PARCIAL DEL CRUDO TIPICO "HCT"

El crudo "HCT", 27°API, es de tipo nafténico intermedio. Una muestra de este se recibió en el Laboratorio de la Refinería de Barranca, el 25 de marzo de 1969, de procedencia "Concesión de Mares" y fue sometido a destilación primaria en el equipo de destilación combinada-Fraccionador "15/5" de 50 mm., y la unidad de alto vacío, "Hivac" de 25 mm.

El propósito de la Evaluación fue el de establecer un método normalizado para las futuras evaluaciones que han de efectuarse en el Laboratorio de la Refinería.

De acuerdo al orden sugerido en el capítulo anterior, los resultados de la Evaluación del Crudo "HCT" se enumeran a continuación en formatos patrones que se han elaborado para las respectivas necesidades de la Refinería.

11.1. ENSAYOS PRELIMINARES REALIZADOS AL PETROLEO CRUDO :

- INSPECCION DEL CRUDO -

Los ensayos realizados al crudo aparecen en la Tabla 11.1; se muestran también otras pruebas que deben realizarse en una evaluación total con el objeto de cubrir mayor información en relación a los nuevos productos que la Refinería espera producir.

T A B L A 11.1

INSPECCION GENERAL Y ANALISIS DEL CRUDO

Identificación	Crudo "HCT"
Procedencia	Concesión De Mares
Fecha tomada	Marzo 25 de 1969
Fecha recibida	Marzo 25 de 1969
Fecha de análisis	Marzo 26 de 1969
Propósito	Evaluación del crudo

<u>Propiedad</u>	<u>Método de Laboratorio</u>	<u>Resultado</u>
Gravedad API a 60 °F	ASTM-D-287/55	27.0
Gravedad Específica a 60 °F	Tablas ASTM; IP	0.8927
Viscosidad S. S. U. a 100 °F	ASTM-D-88/56	115.8
S. S. F. a 122 °F	ASTM-D-88/56	-
S. S. U. a 140 °F	ASTM-D-88/56	73.0
S. S. U. a 210 °F	ASTM-D-88/56	-
Punto de Fluidez, °F	ASTM-D-97/63	Menor de -40
Destilación Hempell :		
Temperatura, °F	Porcentaje Evaporado	
P. I. E. 126	0	
158	1.0	
212	2.8	
240	4.7	
251	6.0	
356	14.2	
392	17.7	
400	18.8	
431	21.8	
460	24.3	
500	29.0	
560	39.0	
600	49.0 (craqueo)	
Presión de Vapor Reid psig	ASTM-D-323/58	1.3
Punto de Inflamación, °F	ASTM-D-92	-
Explosividad	F. T. M. S. -1151.1	-
Contenido de azufre, %/peso	ASTM-D-1551	0.74
(Combustión en horno)		
Contenido de sulfuro de hidrógeno, %/peso	-	-

T A B L A 11.1 (Continuación)

<u>Propiedad</u>	<u>Método de Laboratorio</u>	<u>Resultado</u>
Contenido de agua y sedimento, %/volumen	ASTM-D-96/63	0.30
Contenido de agua por destilación	(ASTM-D-95/58)	0.00259
Contenido de sal lbs/1000 bls.	Aruba (IP 77)	11.0
Contenido de carbón Conradson %/peso	ASTM-D-189	4.33
Contenido de ceniza %/peso	ASTM-D-482/59	0.011
Contenido de contaminantes metálicos:		
Sodio P.P.M.	(SMS-1650/58)	-
Níquel P.P.M.	(SMS-1370/57)	-
Vanadio P.P.M.	(ASTM-D-1548/58)	-
Hierro P.P.M.	(SMS-1409A/56)	-
Contenido de nitrógeno, %/peso	Kjeldahl-SMS-1365/55	-
Factor de caracterización		-
Base del crudo (por inspección de Gravedad)		Intermedia

Si se comparan los resultados de estos ensayos con otros realizados anteriormente, para el mismo crudo, puede notarse que se presentan algunas variaciones en sus propiedades características, a causa de que el crudo evidentemente cambia con el tiempo durante su producción por agotamiento o envejecimiento de la reserva del pozo. (Ver las Tablas de los Capítulos 10 y 11 correspondientes al crudo "HCT").

11.2. ENSAYO DE FRACCIONAMIENTO

Con el objeto de suministrar suficientes datos, se obtuvo un total de 19 fracciones, 12 por fraccionamiento "15/5" y 7 por destilación a alto vacío "Hivac".

En la Tabla 11.2. se muestran los resultados del ensayo para estas fracciones: temperaturas de corte en °F., presiones de operación practicadas para las respectivas fracciones en mm. de Hg., rendimientos en peso de recobrado y rendimientos volumétricos calculados, gravedades API, y pesos específicos calculados. Las temperaturas de los vapores de cima son las temperaturas atmosféricas equivalentes "AET", corregidas para la operación a presión reducida mediante las temperaturas del vapor en los cortes correspondientes a cada fracción y la presión de vacío practicada. Las gravedades API para cada fracción, fueron medidas por el método hidrométrico y convertidas a las respectivas gravedades específicas por el uso de las Tablas ASTM, IP o del "Manual Tag".

Como puede observarse en la Tabla, de las 12 fracciones retiradas del Fraccionador, 5 se obtuvieron a la presión atmosférica actual (754 mm. de Hg.) y las 7 siguientes a una presión reducida de 10mm. de Hg.; de las 5 primeras fracciones, la Fracción 1 corresponde a Productos Gaseosos, y las restantes a Nafta y parte de Queroseno; las siguientes 7 fracciones incluyen el resto del Queroseno y el ACPM y Gasóleo, cuyos límites de ebullición se superponen. Los fondos del Fraccionador denominados producto residual o crudo reducido, se cargaron al "Hivac" para producir las siguientes 7 fracciones correspondien-

T A B L A 11.2

INFORME DE FRACCIONAMIENTO DEL CRUDO

Laboratorio : Refinería de Barrancabermeja

Identificación :

Descripción : Crudo "HCT"
 Fecha de carga : Marzo 29/69
 Destilador : "15/5" & "Hivac"
 Operadores : Gaspar Castro, Jaime Córdoba
 Propósito : Evaluación del Crudo "HCT"

Datos de Carga

Determinaciones de Gravedad API 27.0
 Determinaciones de Gravedad Específica 0.8927
 Peso de la carga, gramos 14.330.grs.
 Menos contenido de agua, grs. 40
 Carga neta, grs. 14.290.grs.
 Volumen a 60 °F, (ml) 16.053

Instrucciones de Operación y Notas

- Indicar puntos de corte procurando obtener el mayor número de fracciones en cantidad suficiente para análisis.
- Presiones de operación : atmosférica 10 mm Hg (15/5); y, al máximo vacío estable que se logre siempre que sea inferior a 500 micrones (Hivac)
- Indicar las caídas de presión

R e n d i m i e n t o s

Fracción No.	Producto	Temperatura de Vapores F	Presión de Operación (mm) Hg	Peso Destilado Gramos	%/Peso Sin pérdidas Gramos	Peso Acumulado Sin pérdidas Gramos	% Peso Acumulado Sin pérdidas	Volumen Calculado (m.l.)	% Volumen Destilado Sin pérdidas (% V.L.)	Volumen Acumulado	% Volumen Acumulado	% Volumen Medio (Acumulado)	Gravedad A.P.I.	Gravedad Específica
1	P. Gases	95	Atmosfér.	5.0	0.03	5.0	0.03	7.9	0.05	7.9	0.05	-	-	0.635
2	Nafta	145	Actual	182.0	1.27	187.0	1.30	261.4	1.63	269.3	1.68	0.87	66.3	0.71 ⁴
3	Nafta	295	754	749.2	5.23	936.2	6.53	996.4	6.21	1.265.7	7.89	4.79	56.7	0.7519
4	Nafta	370		791.3	5.52	1.727.5	12.05	998.7	6.23	2.264.4	14.12	11.00	47.1	0.7923
5	Queroseno	445	10	488.0	3.41	2.215.5	15.46	607.3	3.79	2.871.7	17.91	16.00	44.6	0.8035
6	Queroseno	482	1	825.3	5.76	3.040.8	21.22	986.3	6.15	3.858.0	24.06	20.96	37.6	0.8368
7	Queroseno	500	1	427.2	2.98	3.468.0	24.20	502.1	3.13	4.360.1	27.19	25.60	34.8	0.8509
8	A. C. P. M.	610	1	867.0	6.05	4.335.0	30.25	1008.5	6.29	5.368.6	33.48	30.30	33.1	0.8597
9	A. C. P. M.	635	1	855.0	5.97	5.190.0	36.22	979.5	6.11	6.348.1	39.59	36.49	30.6	0.8729
10	Gasóleo	665	1	867.3	6.05	6.057.3	42.27	980.7	6.12	7.328.8	45.71	42.60	28.5	0.8844
11	Gasóleo	684	1	451.8	3.15	6.509.1	45.42	506.1	3.16	7.834.9	48.87	47.23	27.0	0.8927
12	Gasóleo	705	1	319.5	2.23	6.828.6	47.65	354.7	2.21	8.189.6	51.08	49.91	25.6	0.9007
	Crudo reducido	705+fontes	1	7.454.2	(52.35)	-	-	7.843.7	48.92	-	-	-	15.8	0.9620
13	Destilados	830	Alto Vacío	530.9	3.70	7.359.5	51.35	581.6	3.63	8.771.2	54.71	52.82	23.5	0.9129
14	Para	850	0.640	532.3	3.71	7.891.8	55.06	582.7	3.63	9.353.4	58.34	56.45	23.4	0.9135
15	Lubricantes	874		541.9	3.78	8.433.7	58.84	592.8	3.70	9.946.7	62.04	60.11	23.3	0.9141
16	Lubricantes	925		536.5	3.74	8.970.2	62.58	584.3	3.64	10.531.0	65.68	63.77	22.6	0.9182
17	Lubricantes	946		370.7	2.57	9.340.9	65.15	402.1	2.51	10.933.1	68.19	66.84	22.0	0.9218
18	Lubricantes	1000		235.1	1.64	9.576.0	66.79	253.0	1.58	11.186.1	69.77	68.88	20.8	0.9291
19	Lubricantes	1015		259.3	1.81	9.835.3	68.60	278.9	1.74	11.465.0	71.51	70.53	20.7	0.9297
	Residuo (Asfalto)	1015+F (630°F,	540	4.447.5	31.04	14.282.8	99.64	4.485.2	27.97	15.950.2	99.48	85.38	11.2	0.9916
	Humectación			75.0	0.52	14.357.8	100.16	83.3	0.52	16.033.3	100.0			
	Recobrado					14.357.8	100.16	16.033.3		16.033.3				
	Ganancia (grs.)			27.8	0.19									

Nota:

Esta ganancia que resulta en el balance se debe a los inconvenientes que se presentan en las pesadas por no disponerse de una Balanza de capacidad apropiada de modo que las continuas pesadas por partes requerían ajustar o corregir continuamente el peso medido en cada una de ellas.

tes a los destilados para lubricantes que se obtuvieron a una presión de operación de 0.640 mm. de Hg., aproximadamente, la cual es un valor promedio a causa de que resulta difícil controlar el vacío durante la operación, pues durante la destilación a vacío siempre ocurrirá una desestabilización en la presión, especialmente cuando se retiran las fracciones que van reuniéndose en el receptor; así, para el valor aludido se presentaron fluctuaciones entre 260 y 900 micrones.

La determinación de los rendimientos se efectuó mediante balance de materiales en base a las medidas de los pesos de cada fracción de acuerdo al método de cálculo de corrida explicado en el capítulo anterior para un límite de error admisible de $\pm 0.5\%$.

El balance de materiales fue realizado en base húmeda considerando que el contenido de agua que acompañaba a las 3 primeras fracciones resultó bastante pequeño, aproximadamente 40 ml., esto es un 0.0025% de la carga total del crudo; además, se tuvo en cuenta la cantidad de producto retenido por el empaque, paredes de la columna y alambique del destilador que se refiere como la humectación permisible, cuyo valor se obtuvo de la gráfica de la Fig. 8.9.; este valor dio 75 grs.

Puede verse en la Tabla que el balance produce un error tolerable del 0.19%, el cual es justamente admisible y permitió traducir los pesos medidos a sus volúmenes correspondientes para cada fracción por el uso de la gravedad específica y calcular en base a estos valores los porcentajes de rendimiento, sin contabilizar pérdidas.

A continuación se indica el cálculo de los rendimientos considerando la Fracción 2, la cual se retiró a 145°F. para la temperatura de cima, un peso de recobrado medido de 182 grs. y una gravedad API de 66,3 correspondiente a una gravedad específica de 0,7154 :

$$\text{Porcentaje en peso, sin pérdidas : } \frac{182}{14.320} \times 100 = 1,27$$

Peso de recobrado acumulado, en grs. : $5,0 + 182,0 = 187,0$

Porcentaje en peso de recobrado acumulado: $\frac{187}{14.320} \times 100 = 1,30$

Volumen de recobrado calculado, en ml. : $\frac{187,0}{0,7154} = 261,4$

Porcentaje de volumen recobrado, % VL : $\frac{261,4}{16.053} \times 100 = 1,63$

Volumen recobrado acumulado, en ml. : $7,9 + 261,4 = 269,3$

Porcentaje de volumen de recobrado acumulado : $\frac{269,3}{16.053} \times 100 = 1,68$

11.3. ANALISIS DE FRACCIONES

Las fracciones obtenidas del ensayo de destilación fueron sometidas a los análisis correspondientes, y los resultados se muestran en las siguientes Tablas 11.3., 11.3.a., 11.4., 11.5., y 11.6.; los valores de las propiedades allí indicadas se midieron por los métodos estándares o se calcularon por las ecuaciones que se citan al margen del resultado de cada ensayo.

En la Tabla 11.3. se dan los resultados para las fracciones livianas, y el análisis de hidrocarburos gaseosos se reporta en la Tabla auxiliar 11.3.a. que expresa la composición de sus elementos constituyentes determinados según análisis por cromatográfico realizado en el "Fisher Gulf Partitioner". La Tabla 11.4., se refiere al análisis del crudo reducido; y finalmente la Tabla 11.5. al análisis de las fracciones pesadas, o sea de destilados para lubricantes. Además, todas las propiedades medidas y calculadas requeridas para el crudo y sus productos, se muestran en la Tabla general 11.6. para estudiar y analizar en conjunto todos los resultados de la evaluación del crudo.

T A B L A 11.3 a

ANALISIS DE HIDROCARBUROS LIVIANOS

Crudo "HCT" 27.0 °API

Método Cromatográfico

Rango de Temperatura de Vapor

P.I. 95 °F

	Total en <u>Fracción No. 1</u>	Total en <u>Crudo</u>
Metano	0.2	0.0001
Etano	0.0	0.0000
Propano	0.2	0.0001
i-butano	2.3	0.0012
n-butano	11.3	0.0057
i-pentano	22.8	0.0114
n-pentano	25.7	0.0128
Hexano	37.5	0.0187
	<hr/>	<hr/>
	100.0	0.0500

T A B L A 11.4

ANALISIS DEL CRUDO REDUCIDO

Crudo "HCT" 27.0 °API

<u>Propiedad</u>	<u>Método</u>	<u>Resultado</u>
Temperatura límite, °F	Destilación "15/5"	705+Fondos
Porcentaje volumen recobrado, %/VL.	Destilación "15/5"	48.92
Gravedad API a 60 °F	D-287/55	15.8
Gravedad Específica a 60 °F	(Tablas)	0.9620
Punto de Inflamación, °F	D-56/64	500
Azufre, %/peso	D-1551	1,21
Carbón Conradson, %/peso	D-189	8.12
Agua y Sedimento, %/volumen	D-96/63	Trazas
Contenido de Nitrógeno, %/peso	(Kjeldah):SMS-1365/55	-
Sedimento por filtración en caliente, %/peso	D-473	0.02
Viscosidad S. S. F. a 122 °F	D-88	794
S. S. U. a 140 °F	D-88	361
Punto de Fluidez, °F	D-97	95
Explosividad, % L. E. L.	FSTM-1151.1	0
Potencia calorífica bruta, BTU/lb. (calculado)	-	18.603.82
Ceniza, %/peso	D-482	-
Contaminantes metálicos :		
Níquel P. P. M.	SMS-1370/57	-
Vanadio P. P. M.	D-1548/58	-
Hierro P. P. M.	SMS-1409A/56	-
Contenido de cera parafínica, %/peso	RAM -268	-
Punto de fusión de la cera, °F	D-87; D-938	-

El valor del porcentaje medio volumétrico se calculó por el promedio aritmético de cada fracción y el de la temperatura media de ebullición, "TBP" Media se obtuvo gráficamente, una vez construída la curva de puntos de ebullición verdaderos "Curva "TBP".

Los análisis para los tipos de hidrocarburos líquidos se efectuaron a las fracciones de nafta y queroseno por el método de absorción de aromáticos y olefinas en sílica-gel. La prueba fue positiva solo para las dos primeras fracciones de nafta.

Para el cálculo del factor de caracterización hubo necesidad de convertir las temperaturas de ebullición volumétricas ASTM medidas, a las temperaturas de ebullición medias molales correspondientes. La conversión se efectuó corrigiendo las temperaturas de ebullición volumétricas ASTM mediante la utilización de la Fig. 11.1. en la que aparecen las diferencias entre las temperaturas medias volumétricas ASTM "VABP", y las temperaturas medias molales, contra las respectivas pendientes "Engler". Las temperaturas de ebullición medias volumétricas ASTM "VABP" se obtuvieron de los valores de las temperaturas de ebullición correspondientes a los puntos 10, 30, 50, 70 y 90% de la destilación ASTM, tal como aparece en la Tabla 11.6., y las pendientes "Engler" se calcularon dividiendo las diferencias de temperaturas de los puntos del 90 y 10% de recobrados entre 80 para todas las fracciones de destilado líquido livianos. - Esta diferencia llega a ser cero para un compuesto puro; por tanto, la pendiente ASTM 10-90% es igual a cero. Con este valor de la pendiente, se halla la corrección que debe efectuarse para obtener las temperaturas de ebullición medias molales. Por ejemplo, considerando la Fracción 2, de rango de temperatura nominal 95-145 °F., el cálculo del factor de caracterización se efectúa de la manera siguiente:

Temperatura de ebullición media volumétrica ASTM - "VABP":

CORRECCION PARA EL PUNTO DE EBULLICION MOLAL PROMEDIO

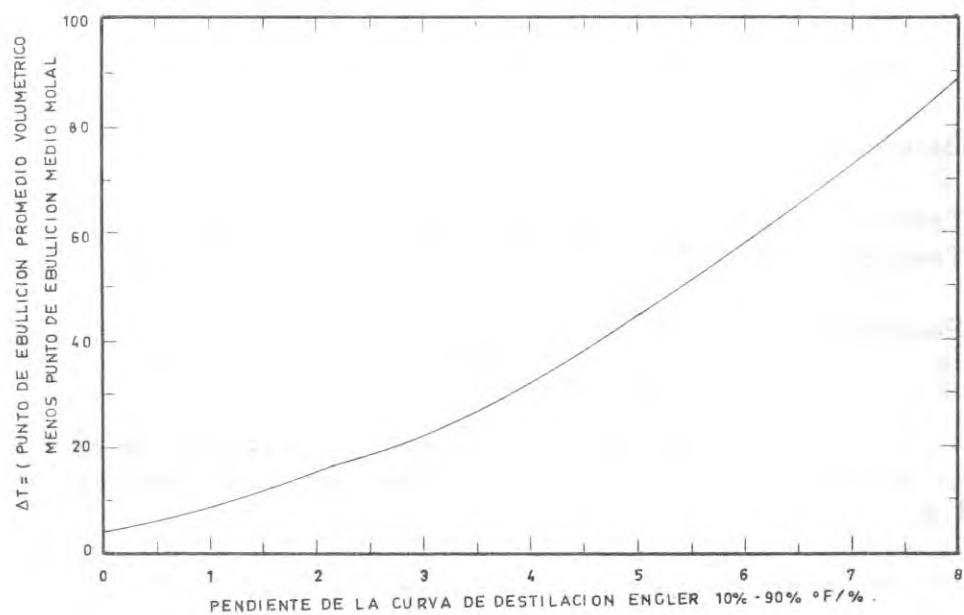


FIG 11-1

Porcentaje de Recobrado <u>%/Vol.</u>	Temperatura de Ebullición <u>°F</u>
10	138
30	156
50	170
70	190
90	<u>226</u>
Total	880
Temperatura Promedia :	176

Pendiente "Engler" o ASTM 10-90 :

Temperatura para el 90% de recobrado : 226
 Temperatura para el 10% de recobrado : 138

$$\text{Pendiente ASTM 10-90\%} = \frac{88}{80} = 1.10$$

Con este valor, se obtiene en la gráfica de la Fig. 11.1. una diferencia, para la corrección que ha de efectuarse, de 8.8.

Por tanto :

La temperatura de ebullición media molal en °F = 176 - 8,8 = 167

El factor de caracterización, de acuerdo a la ecuación 3.23., será :

$$\text{Factor de caracterización} = \sqrt[3]{\frac{167 + 460}{0,7154}} = 11,96$$

Los valores obtenidos de este factor se muestran en la Tabla 11.7. que incluye desde la Fracción 2 hasta la Fracción 12, esto es la correspondiente a la última fracción de destilados líquidos livianos a la temperatura de vapor nominal de 705 °F.

T A B L A 11.7

CALCULO DEL FACTOR DE CARACTERIZACION

Crudo "HCT" 27.0 °API

Intervalo de Ebullición (TBP) °F	Temperatura de Ebullición Media Volumétrica (ASTM) °F	Pendiente Engler 10-90 % °F/%	Corrección de Temperatura °F	Temperatura de Ebullición Media Molal °F	Temperatura de Ebullición Media Molal Absoluta °R	$\sqrt[3]{TB}$	Gravedad Específica a 60 °F	Factor de Caracterización U. O. P.
95 - 145	176	1.1	8.8	167	627	8.59	0.7154	11.96
145 - 295	246	0.8	7.4	239	699	8.875	0.7519	11.80
295 - 370	335	0.5	6.0	329	789	9.240	0.7923	11.66
370 - 445	395	0.4	5.4	390	850	9.414	0.8035	11.60
445 - 482	446	0.3	5.0	441	901	9.659	0.8368	11.54
482 - 500	493	0.2	4.5	489	949	9.857	0.8509	11.58
500 - 610	543	0.4	5.4	538	998	9.994	0.8597	11.62
610 - 635	604	0.8	7.0	597	1057	10.19	0.8729	11.67
635 - 665	646	1.0	8.0	638	1098	10.32	0.8844	11.67
665 - 684	679	0.9	7.8	671	1131	10.42	0.8927	11.67
684 - 705	748	1.3	10.0	738	1198	10.62	0.9007	11.79

Para las fracciones siguientes, el factor de caracterización hubo de calcularse utilizando las temperaturas medias de puntos de ebullición verdaderos "TBP" debido a la ausencia de datos ASTM; los resultados se muestran en la Tabla 11.6.

GRADO DE CONFIABILIDAD DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EN LOS ANALISIS DE LABORATORIO.

Para estimar el grado de exactitud y confianza en los resultados de las pruebas de laboratorio, puede realizarse un balance de propiedades características, tales como la gravedad específica, el porcentaje de azufre y los residuos de carbón analizados. En la Tabla 11.8. se muestran los resultados obtenidos para estos 3 factores, los cuales son de especial importancia e interés para las refinerías en lo que atañe a su control y especificación de los productos terminados, particularmente tratándose del azufre.

El balance de azufre es obtenido sumando las cantidades parciales para todas las fracciones obtenidas, al multiplicar los porcentajes en peso de recobrado por los porcentajes respectivos de azufre y comparando el resultado con el valor del contenido de azufre medido en el crudo en base a 100 grs. de carga:

$$\begin{aligned} \text{Balance de Azufre} &= \frac{75,28 \text{ (Calculado)}}{74,00 \text{ (Medido)}} = 1,01 \\ &(\text{Base a } 100 \text{ grs. de crudo}) \end{aligned}$$

Igualmente, para el carbón y la gravedad específica, al totalizar las cantidades obtenidas al multiplicar los porcentajes de peso de recobrado por los porcentajes de peso de carbón, y por las gravedades específicas parciales y comparando los totales con el contenido de carbón y con la gravedad específica del crudo respectivamente, en base a 100 grs. de este, se obtuvieron los siguientes resultados:

$$\begin{aligned} \text{Balance de Residuo de Carbón} &= \frac{433 \text{ (Calculado)}}{433 \text{ (Medido)}} = 1,00 \\ &(\text{Base } 100 \text{ grs. de crudo}) \end{aligned}$$

$$\text{Balance de Gravedad Específica} = \frac{0,8935 \text{ (Calculada)}}{0,8927 \text{ (Medida)}} = 1,00$$

(Base a 100 grs.de crudo)

11.4. BASE DEL CRUDO

11.4.1. METODO DE "THE BUREAU OF MINES" :

Para la clasificación del crudo por el método de las fracciones claves de "The Bureau of Mines", los valores siguientes se obtuvieron de la Fig. 11.2. :

<u>Fracción Clave</u>	<u>Intervalo de Ebullición °F</u>	<u>Intervalo de Gravedad API</u>	<u>Gravedad API Promedia</u>
Fracción liviana	482 - 527	32 - 34	33
Fracción pesada	733 - 779	19,8- 21,0	20,4

Por consiguiente, de acuerdo a la Tabla 10.13, el crudo es de base nafténico-intermedia.

11.4.2. METODO DEL FACTOR DE CARACTERIZACION

Con el empleo del factor de caracterización se confirma la base intermedia del crudo. En la Fig. 11.10., se observa que el factor de caracterización para la fracción liviana de punto de ebullición verdadero medio "TBP" - 546,5 °F., es de 11,7; y, el factor de caracterización para la fracción pesada de punto de ebullición verdadero promedio, "TBP" Promedio 1004,5 °F., es de 12,2 que están dentro del rango de la base intermedia.

11.4.3. METODO DE LA GRAVEDAD ESPECIFICA

El medio de clasificación de crudos utilizando la gravedad específica de una fracción de gasolina indica que se trata de un crudo de base nafténica; así, de la Fig. 13 (Nelson) construída para más de 130 crudos en el intervalo de 410-422 °F., se observa para un crudo de 27,0 °API (0,8927), con un incremento de destilado del 1% que se encuentra en la zona de la gráfica correspondiente a los crudos nafténicos.

En consecuencia, puesto que el método de "The Bureau of Mines", que es el más aceptable, y los otros procedimientos corroboran el resultado obtenido, puede decirse que se trata de un crudo de base nafténico-intermedia.

11.5. CONSTRUCCION Y ANALISIS DE CURVAS

11.5.1. CURVAS DE DESTILACION Y GRAVEDAD

Las curvas "TBP" y "Hempell" que se muestran en la Fig. 11.2., fueron trazadas de los correspondientes datos de destilación que aparecen en las Tablas 11.1. y 11.2. La Curva de Gravedad se trazó marcando la gravedad API para el porcentaje medio de cada fracción, cuyos valores se tomaron de la Tabla 11.6.

Las Curvas de Destilación ASTM y de Vaporización Instantánea - "EFV" - se muestran en la Fig. 11.3.a.; la primera se construyó con las coordenadas temperatura media volumétrica ASTM-"VABP" - contra el porcentaje medio de volumen destilado en el ensayo de destilación "TBP", cuyos valores se tomaron de la Tabla 11.6.; y, la segunda, con los datos obtenidos de las destilaciones ASTM usando el método de Pollock, aplicado a cada una de las 11 fracciones de destilado líquido liviano producidas del aceite crudo. Alternativamente, la Curva "EFV" se ha trazado en compañía de la curva "TBP" por el método de Harvey, y aparece en la Fig. 11.3.b., la cual se ha construido a partir de datos de destilación "TBP".

ILUSTRACION DE LOS METODOS UTILIZADOS PARA CONSTRUIR LA CURVA "EFV"

1. METODO POLLOCK.- Para una ilustración de este método considérese, por ejemplo, la fracción de intervalo de ebullición entre 95 y 145 °F., de la cual se han de obtener los valores correspondientes a una evaporación instantánea a partir de los datos de destilación ASTM.

Los resultados de la destilación ASTM y las transformaciones respectivas para obtener el equivalente "EFV" se

CRUDO "HGT" 27.0 °API

Curvas de destilación de puntos de ebullición verdaderos
"T.B.P."

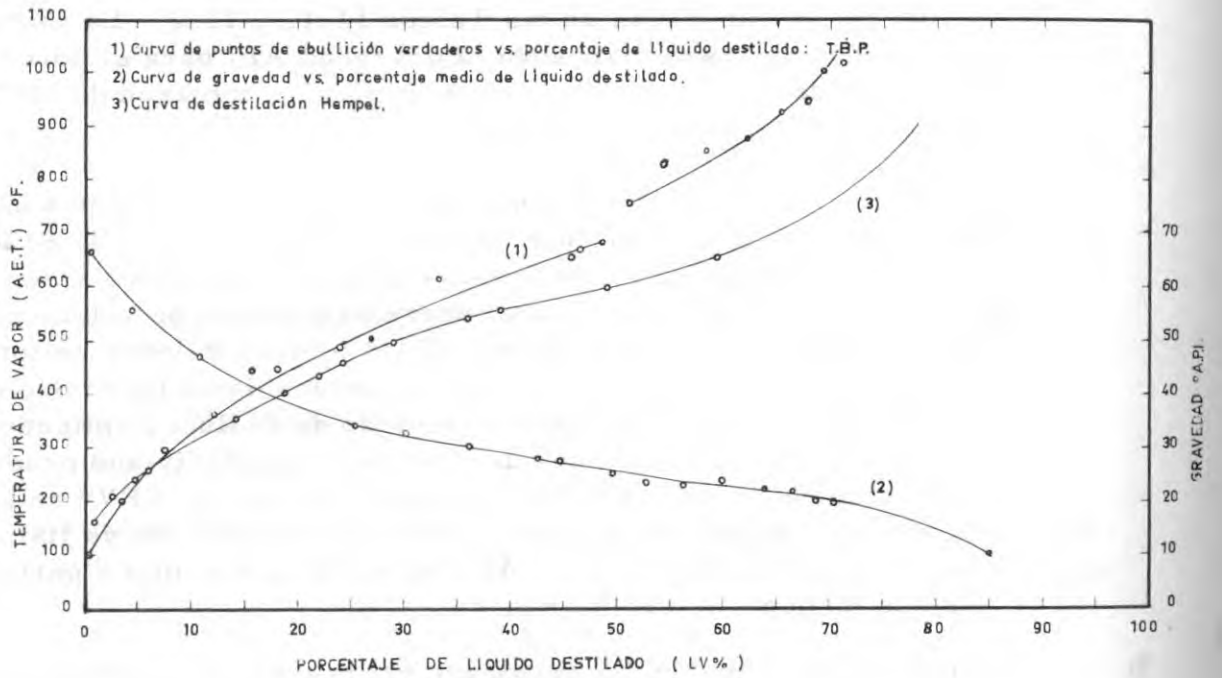


FIG 11-2

CRUDO "H.C.T"

27.0 °A.P.I.

Curvas de destilación "A.S.T.M." y "E.F.V." :

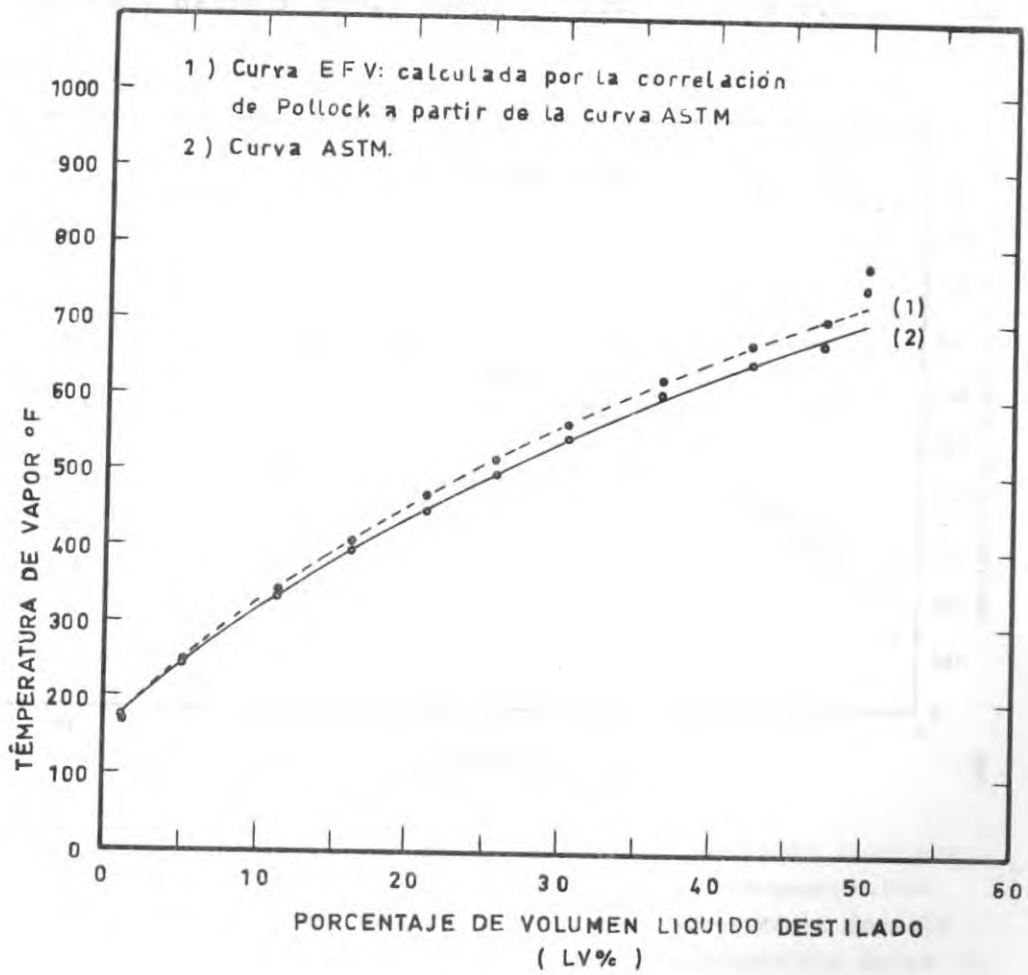


FIG 11-3a

CRUDO H.C.T.

27.0 °A.P.I.

Curva de vaporización instantánea o flash "E.F.V."

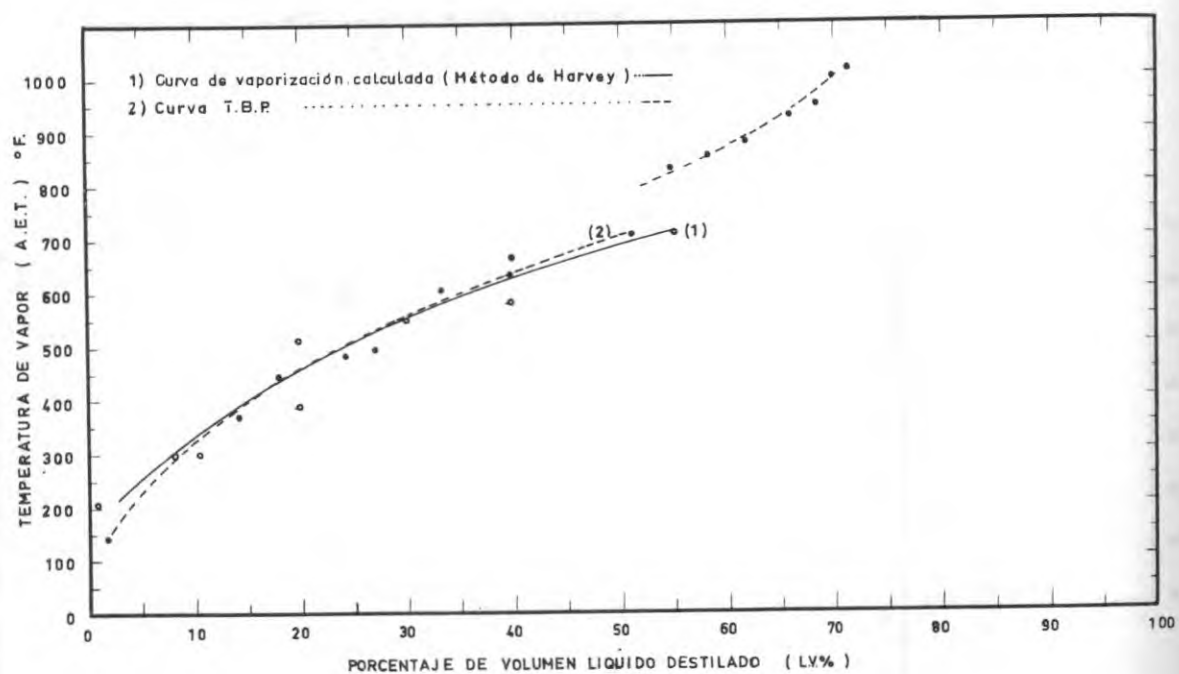


FIG 11-3 b

han ordenado en la Tabla 11.9.

Los valores de las temperaturas parciales "EFV" que allí aparecen para este intervalo fueron calculadas de la siguiente manera :

Con los valores de la temperatura ASTM correspondiente al 50% destilado del intervalo (170°F) y la pendiente ASTM para el rango 10-30% ($0,9^{\circ}\text{F}/\%$) como coordenadas, se obtuvo de la Fig. 10.3. el valor de $170 - 2 = 168^{\circ}\text{F}$ correspondiente a la temperatura "EFV" en el 50% destilado. Las pendientes "EFV" para los respectivos intervalos de destilado que aparecen en la primera columna de la Tabla y correspondientes a las pendientes equivalentes ASTM se calcularon mediante la gráfica que aparece en la Fig. 10.6.; así : para el rango 0-10% da $1,4^{\circ}\text{F}/\%$; para el 10-30% da $0,5, \dots$ etc. Con estos valores se obtienen las diferencias de temperaturas, al multiplicar la magnitud del intervalo de porcentajes destilados por los valores de las pendientes correspondientes a cada intervalo. Las temperaturas "EFV" son determinadas restando o sumando estas diferencias a la temperatura "EFV" en el 50%, calculado inicialmente, 168°F ., según estén los puntos por encima o por debajo de este valor, así :

$$\begin{aligned} \text{Para el punto } 0\% : 168 - (6+10+14) &= 138^{\circ}\text{F}. \\ 10\% : 168 - (6 + 10) &= 152^{\circ}\text{F}. \\ 30\% : 168 - (6) &= 162^{\circ}\text{F}. \\ 70\% : 168 + (10) &= 178^{\circ}\text{F}. \\ 90\% : 168 + (10 + 18) &= 196^{\circ}\text{F}. \\ 100\% : 168 + (10+18+29) &= 225^{\circ}\text{F}. \end{aligned}$$

Con el fin de simplificar el trazado de la curva "EFV" se han promediado los valores de las temperaturas "EFV" en cada una de las fracciones obtenidas en la destilación primaria del crudo y representado gráficamente estos valores contra el porcentaje medio de destilado de cada fracción; así, para la fracción considerada en la ilustración, la temperatura media de Evaporación Instantánea - "EFV" Media - corresponde a 174°F . y el porcentaje medio de destilado, obtenido de la destilación "TBP" es de 0,87 tomado de la Tabla 11.6.

T A B L A 11.9

CALCULO DE TEMPERATURAS "EFV" A PARTIR DE DATOS DE DESTILACION ASTM POR EL METODO "POLLOCK" PARA EL INTERVALO DE TEMPERATURAS 95-145 °F.

Crudo "HCT" 27.0 °API						
Destilación ASTM				Vaporización Instantánea - "EFV"		
% Volumen Recobrado	Temperatura de recobrado ASTM °F	Diferencia de Temperatura °F	Pendiente ASTM °F/%	Pendiente EFV °F/%	Diferencia de Temperatura °F	Temperatura de recobrado EFV - °F
0	105					138
		33	3.3	1.4	1.4	
10	138					152
		18	0.9	0.5	10	
30	156					162
		14	0.7	0.3	6	
50	170					168
		20	1.0	0.5	10	
70	190					178
		36	1.8	0.9	18	
90	226					196
		68	6.8	2.9	29	
100	294					225
						174 °F
				Temperatura Promedia		

Los datos obtenidos para las demás fracciones, con los cuales se ha construido la gráfica de la Fig. 11.3.a. se indican en la Tabla 11.10.

2. METODO DE HARVEY.- En el método de Harvey para traducir los valores de los datos de la destilación "TBP" a equivalentes a la Evaporación Instantánea "EFV", se han escogido arbitrariamente las siguientes fracciones de la destilación "TBP" y las temperaturas correspondientes para el intervalo 10-70% de destilado para cada una de ellas; 1-10%, 10-20%, 20-30%, 30-40%, 40-50%, 50-60%, y 60-70%. Los resultados de las operaciones se muestran en la Tabla 11.11.

Para ilustrar el procedimiento, considérese, por ejemplo, las dos primeras fracciones, cuyos intervalos son de 1-10%, y 10-20% :

Intervalo 1-10% :

- Coeficiente Angular "TBP" 70-10% :

Temperatura en el 70% "TBP" (7,3% de crudo) = 270°F. (132°C)

Temperatura en el 10% "TBP" (1,9% de crudo) = 146°F. (63°C)

Diferencia de Temperatura : $\frac{124}{\text{F.}} \frac{69}{\text{C.}}$

Coeficiente Angular "TBP" 70-10% $\frac{69}{60} = 1,15 \text{ } ^\circ\text{C}/\%$

- Coeficiente Angular "EFV" 70-10 % = 0,5 °C/%

(Según gráfica de la Fig. 10.1., obtenido a partir del Coeficiente angular "TBP" 70-10%, o sea de 1,15 °C/%).

- Temperatura en el 50% destilado sobre la Curva de Vaporización Instantánea :

Como el coeficiente Angular "TBP" 70-10% es mayor de 1,1, en la Fig. 10.2. se obtiene este valor mediante la temperatura de ebullición medida en el 50% sobre la Curva "TBP".

T A B L A 11.10

CALCULO DE LA CURVA DE VAPORIZACION INSTANTANEA
"EFV" POR EL METODO POLLOCK, A PARTIR DE DATOS
DE DESTILACION ASTM

Crudo "HCT" 27.0 °API

<u>Rango de Destilación °F</u>	<u>Porcentaje Medio Volumétrico TBP</u>	<u>Temperatura Vaporización Instantánea EFV (°F)</u>
95 - 145	0.87	174
145 - 295	4.79	245
295 - 370	11.00	342
370 - 445	16.00	408
445 - 482	20.96	462
482 - 500	25.60	513
500 - 610	30.30	562
610 - 635	36.49	624
635 - 665	42.60	667
665 - 684	47.23	703
684 - 705	49.91	773

T A B L A 11.11

CALCULO DE LA CURVA DE VAPORIZACION INSTANTANEA "EFV", POR EL METODO HARVEY A PARTIR DE DATOS DE DESTILACION "TBP"

Crudo "HCT" 27.0 °API

Intervalo Escogido	1-10 %	10-20 %	20-30 %	30 - 40 %	40 - 50 %	50 - 60 %	60 - 70 %	
Coefficiente Angular TBP 70-10%								
Punto del 70% °F	270	420	520	600	670	810	950	
°C	132	216	271	316	355	436	510	
Punto del 10% °F	146	340	460	560	630	760	930	
°C	63	172	238	294	333	405	500	
Dif. de Temperatura °F								
°C	69	44	33	22	22	31	10	
Coefficiente Angular TBP 70 - 10%, °F/%	-	-	-	-	-	-	-	
°C/%	1.15	0.732	0.55	0.367	0.367	0.518	0.166	
Coefficiente Angular EFV, °F/%	-	-	-	-	-	-	-	
°C/%	0.05	0.33	0.24	0.15	0.15	0.200	0.04	
Temperatura en el 50% TBP, °F/%	240	395	500	590	660	790	920	
°C/%	115	202	260	311	349	422	494	
Temperatura en el 50% EFV, °F	230	392	498	585	655	785	918	
°C	110	200	258	309	347	419	493	
Temperatura en los extremos del intervalo :								
Punto del 0% °F	184	360	475	572	640	767	913	
°C	85	183	246	301	339	409	491	
Punto del 100% °F	275	420	518	600	670	805	922	
°C	135	217	270	317	355	429	495	
Temperatura Promedia (para rangos repetidos)	<u>184</u>	<u>317</u>	<u>477</u>	<u>545</u>	<u>620</u>	<u>718</u>	<u>859</u>	<u>922</u>

Temperatura en el 50% destilado sobre la Curva "TBP"
(5,5% de Crudo) = 240 °F. (115 °C).

Temperatura en el 50% destilado sobre la curva "EFV"
= 230 °F. (110 °C), obtenida de la Fig. 10.2.

-Temperaturas en los extremos del intervalo :

Para el punto en el 0% (1,0% de crudo) = $110 - 50 \times 0,5 = 85$ °C (184 °F)

Para el punto en el 100% (10,0% de crudo) = $110 + 50 \times 0,5 = 135$ °C (275 °F).

Intervalo 10-20% :

-Coeficiente Angular "TBP" 70-10% :

Temperatura en el 70% "TBP" (17% del crudo) = 420 °F (216 °C)

Temperatura en el 10% "TBP" (1% de crudo) = 340 °F (172 °C)

Diferencia de temperatura : 80 °F 44 °C.

Coeficiente Angular "TBP" 70-10% = $\frac{44}{80} = 0,732$ °C/%

-Coeficiente Angular "EFV" 70-10% = 0,33 °C/%

(Según gráfico de la Fig. 10.1., obtenido a partir del valor del Coeficiente Angular "TBP" 70-10% de 0,732 °C/%).

-Temperatura en el 50% sobre la Curva de Vaporización Instantánea :

Como el coeficiente es pequeño, menor de 1,0, se obtiene del gráfico de la Fig. 10.1. como la diferencia entre la temperatura en el 50% destilado "TBP" y la temperatura en el 50% destilado "EFV", la cual da un valor de 2 aproximadamente.

Temperatura en el 50% sobre la Curva "TBP" (15% de crudo) = 395°F (202°C).

Temperatura en el 50% sobre la Curva "EFV" = $202 - 2 = 200^{\circ}\text{C}$ (392°F)

- Temperatura para los extremos del intervalo :

Para el punto en el 0% (10% de crudo) = $200 - 50 \times 0,33 = 183^{\circ}\text{C}$ (360°F).

Para el punto en el 100% (20% de crudo) = $200 + 50 \times 0,33 = 217^{\circ}\text{C}$ (420°F).

Todos los puntos calculados en el 0% y 100% correspondientes a los extremos de cada intervalo considerado y las temperaturas "EFV" resultantes dan un par de valores para los puntos obtenidos entre el 10 y el 70 %, de modo que en el trazado de la Curva de Vaporización Instantánea, se pueden tomar promedios para estos valores como se indica en la Tabla.

Puede observarse que la curva obtenida por este método es más próxima a la Curva "TBP" y más plana que la obtenida por el método Pollock; sin embargo, ninguna notoria ventaja de un método sobre el otro es apreciable si no se tiene en cuenta la rapidez de las determinaciones cuando se aplica el método Pollock.

Finalmente, para mostrar una comparación gráfica entre las curvas ASTM y "TBP" se han trazado en la Fig. 11.4. las temperaturas contra los porcentajes destilados a partir de datos tomados de la Tabla 11.6. Además, esta curva sirve para obtener los valores que relacionan los porcentajes destilados ASTM y "TBP" a la misma temperatura, los cuales se muestran en la Tabla 11.12., y cuya representación gráfica se indica en la Fig. 11.5.

En la representación de las curvas de destilación puede anotarse lo siguiente :

CRUDO H.C.T. 27.0 °A.P.I.
Curvas de destilación "T.B.P." y "A.S.T.M."

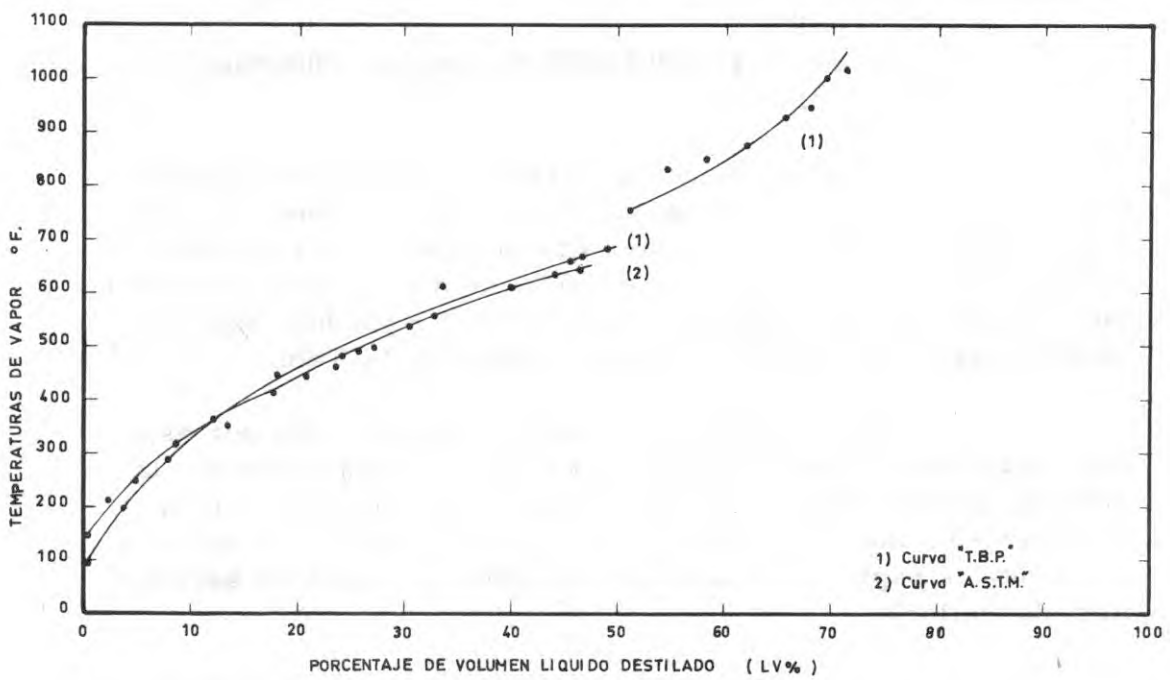


FIG 11-4

T A B L A 11.12

COMPARACION DE RENDIMIENTOS "TBP" Y "ASTM" A
LA MISMA TEMPERATURA

Crudo "HCT" 27.0°API

<u>Temperatura</u> <u>°F</u>	<u>%</u> <u>Destilado</u> <u>ASTM</u> <u>% VL</u>	<u>%</u> <u>Destilado</u> <u>TBP</u> <u>% VL</u>
200	2.4	3.6
300	7.7	8.5
400	16.0	15.0
500	26.0	24.5
600	38.5	36.5
650	46.5	44.0

CRUDO H.C.T. 27.0 °A.P.I.

Curva de relación entre porcentajes de destilados a la misma temperatura para destilaciones "T.B.P." y "ASTM."

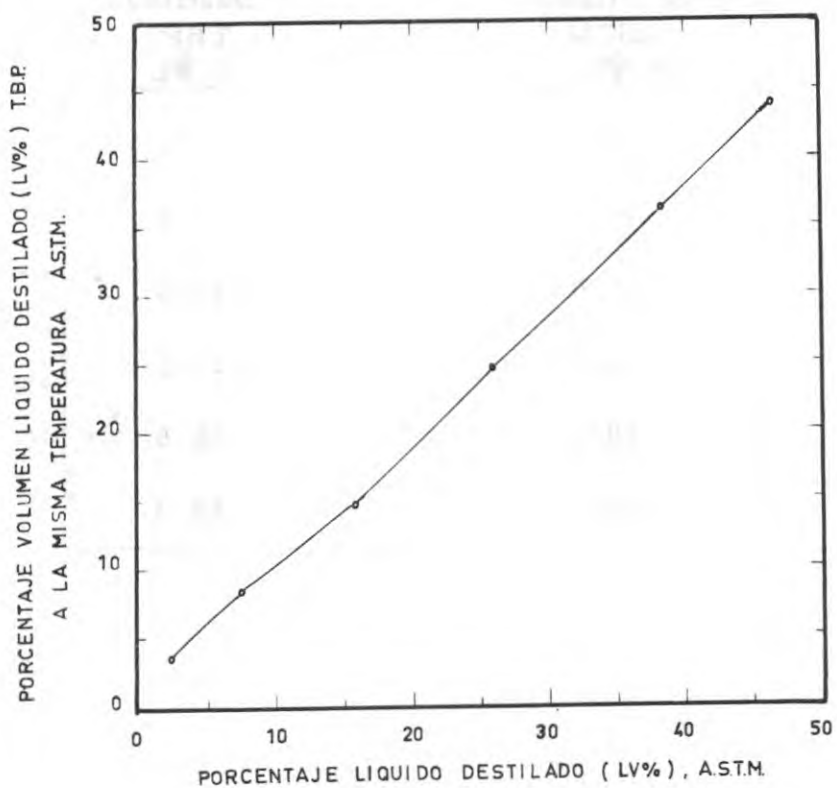


FIG 11-5

1. En la Fig. 11.2., donde aparecen las temperaturas de vapor contra los porcentajes de volumen destilado, para las curvas TBP y Hempell, se observa una gran separación entre estas especialmente en la zona de destilados pesados; en cambio, para las curvas TBP, ASTM y EFV, como puede verse en las Figs. 11.4., 11.3.a., y 11.3.b., se aproximan bastante bien, presentando solo pequeñas diferencias. En el primer caso, por haberse construído estas curvas directamente, a partir de datos de ensayo, es de suponerse que el ensayo Hempell es el que ofrece dudas sobre su bondad, siendo necesario investigar su repetibilidad; mientras que las segundas curvas citadas no presentan estas incertidumbres por haberse graficado mediante los métodos estándares de cálculo. Además, ha de citarse que todas estas curvas, de acuerdo a la experiencia, presentan entre sí puntos de corte, correspondientes en la zona de destilados livianos.

2. Puede notarse también que todas las curvas TBP presentan una discontinuidad en la zona en la que la destilación se cambia del Fraccionador a la unidad de Alto Vacío. Esta interrupción es indudablemente debida al diferente grado de separación que se obtiene usando cada uno de estos equipos; por eso, todas las curvas obtenidas en el Laboratorio de la Refinería se presentan de esta manera diferenciándose perfectamente entre sí, y evitándose la realización de innecesarios ajustes, mientras que otras refinerías informan los resultados de destilación TBP en una curva continua cuando extrapolan los datos de la destilación que suministra el Fraccionador "15/5". Es posible también que la discontinuidad se deba a una descalibración del instrumento medidor de presiones que da lecturas más altas de las reales, haciendo que se obtengan valores AET inferiores a los actuales.

11.5.2. CURVAS DE PROPIEDADES

A. CURVAS DE PROPIEDADES MEDIAS

Las viscosidades se representan en dos tipos de curvas. En la Fig. 11.6. se muestra la Viscosidad Cinemática

CRUDO H.C.T.

27.0 °A.P.I.

Curvas de viscosidad cinemática media vs. temperatura de corte media "T.B.P."

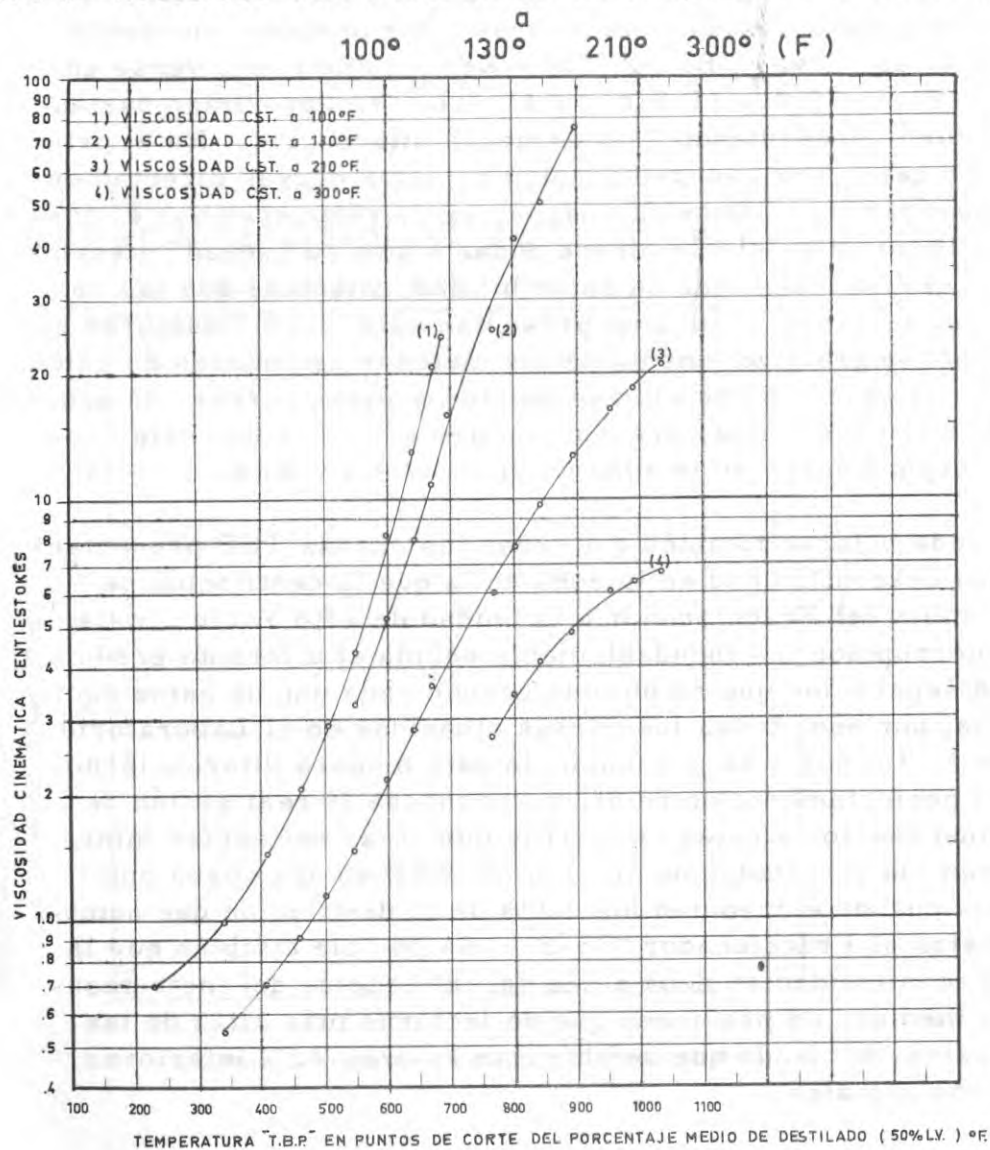


FIG 11-6

en Centi-Stokes contra la temperatura media volumétrica para valores constantes de temperatura de 100, 130, 210 y 300 °F. Para estas mismas mismas temperaturas, en la Fig. 11.7. se han graficado las viscosidades en unidades SSU contra el porcentaje medio volumétrico.

Para las fracciones de gasolina (Nafta Virgen), las características antidetonantes medidas por el número de octano y de gravedad se representan gráficamente en la Fig. 11.8., contra la temperatura de destilación TBP en el 50% destilado, para el intervalo 145-445 °F.; los datos se han tomado de la Tabla general 11.6.

Las propiedades de la gasolina desbutanizada, para el mismo intervalo de temperatura anterior (145-445 °F), para el caso presente corresponde a los mismos valores considerados anteriormente en la Fig. 11.8; sin embargo, para caracterizar esta fracción se han representado gráficamente las curvas que aparecen en la Fig. 11.9. en las que se han trazado la gravedad API, el número de octano claro y octano + 3 ml. de TEL, la presión de vapor y temperaturas de ebullición ASTM contra los porcentajes medios de líquido destilado. En la Fig. las curvas intermedias correspondientes a los porcentajes de destilación ASTM para los puntos P.I., 10, 50, 90% y P.F., se construyeron con los datos que aparecen en la Tabla 11.13. manteniendo constante para cada fracción el porcentaje recobrado "TBP" obtenido al sustraer de los porcentajes acumulados LV% de la Tabla 11.2., el porcentaje de hidrocarburos livianos. Las demás propiedades se tomaron de la Tabla 11.6.

Las propiedades físicas de los destilados, a saber : punto de humo, número de cetano, índice diesel, punto de anilina, porcentaje de azufre y factor de caracterización se describen gráficamente en la Fig. 11.10. en función de la temperatura media "TBP"; además, se muestra la curva de los coeficientes angulares ($LV\%/^{\circ}F$. "TBP"), la cual se ha trazado utilizando los datos de la Tabla 11.14., calculados en base a los puntos de ebullición verdaderos "TBP".

CRUDO "H.C.T."

27.0 °A.P.I.

Curvas de viscosidad media S.S.U. vs. porcentaje medio de destilado

100° 130° 210° 300° (F)

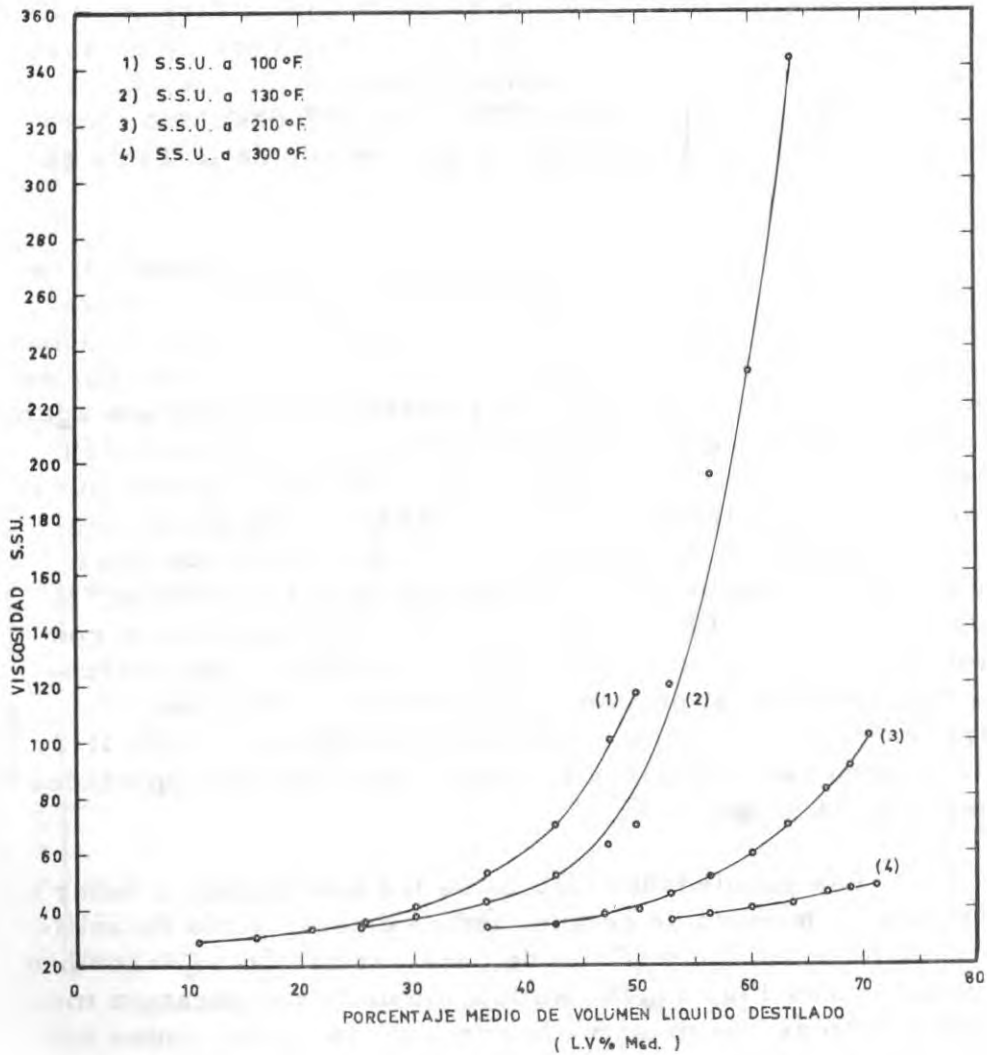


FIG 11-7

CRUDO "H.C.T." 27.0° A.P.I.

Curva de números de octano en cortes T.B.P. vs. temperatura A.S.T.M.
50%

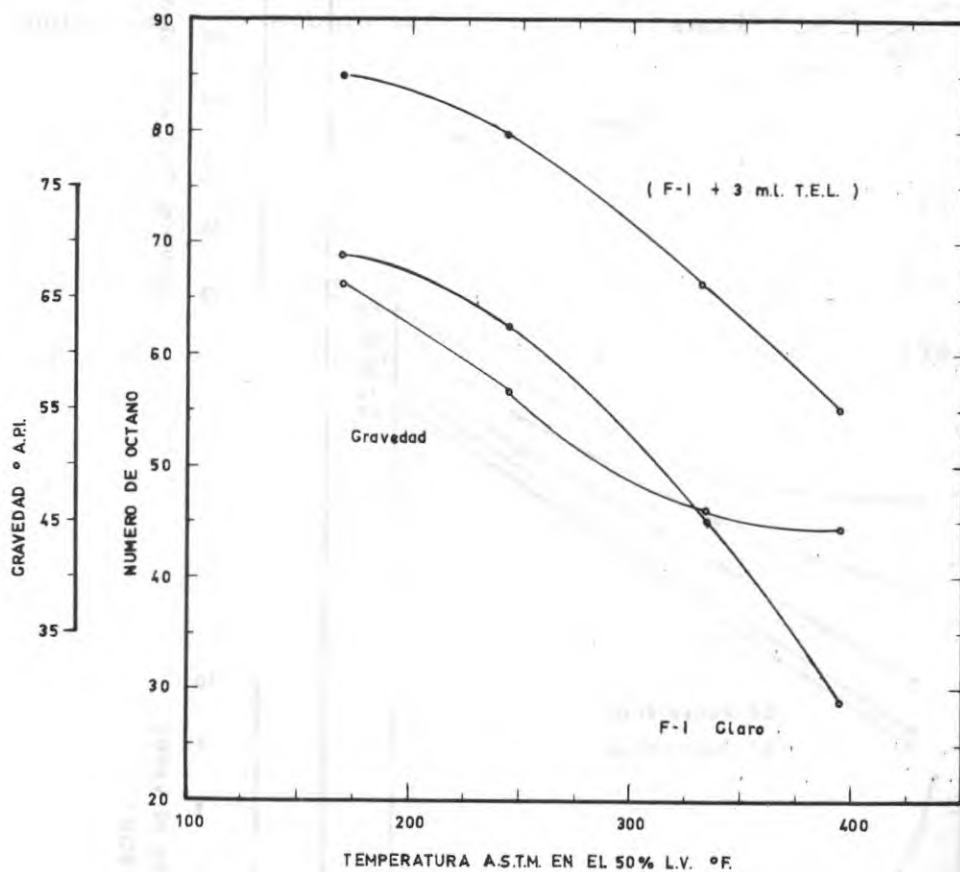


FIG 11-8

CRUDO H.C.T.

27.0 °A.P.I.

Curvas de propiedades físicas de la gasolina desbutanizada (breakdown)

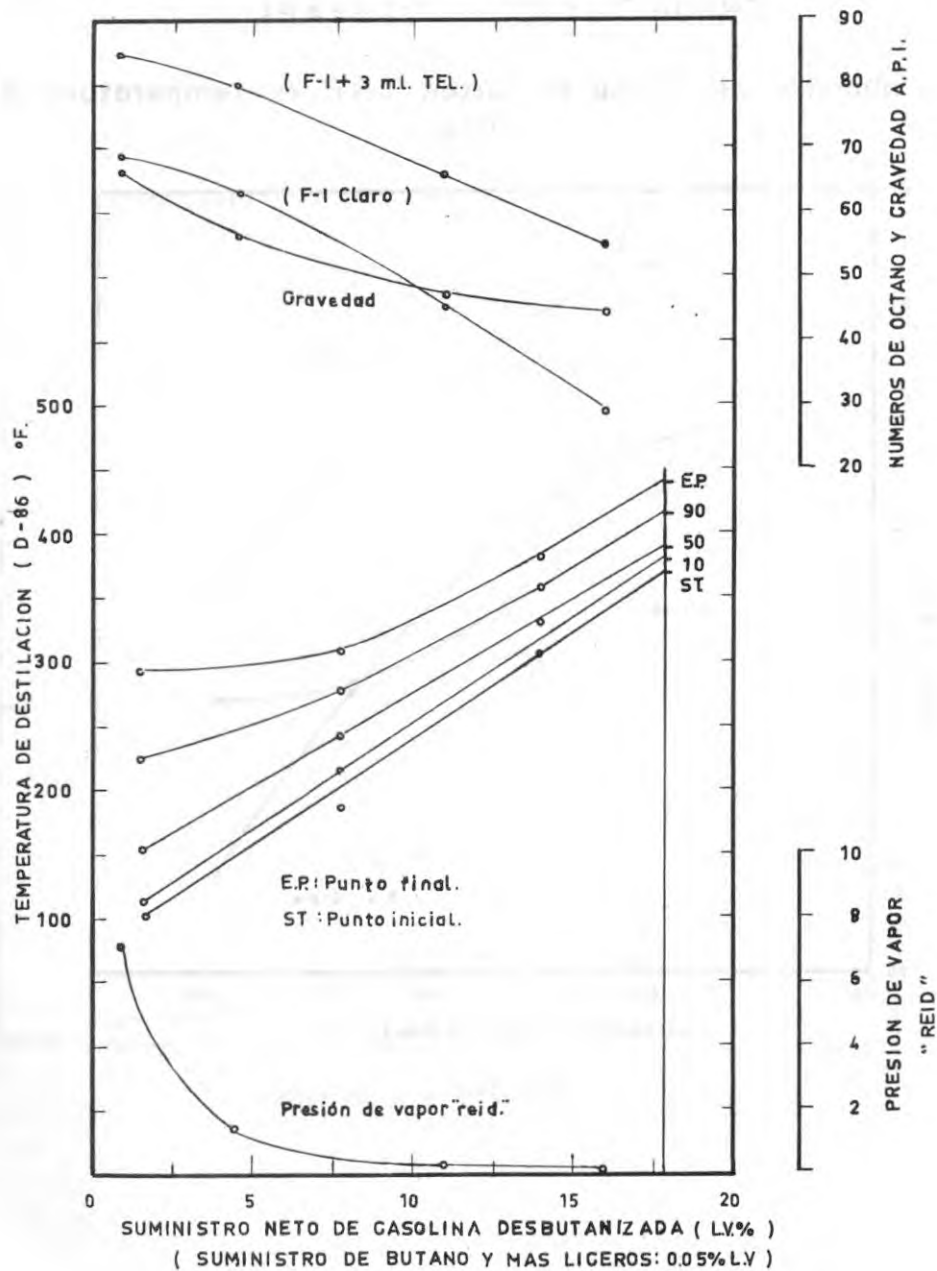


FIG 11-9

T A B L A 11.13

PROPIEDADES DE LA GASOLINA DESBUTANIZADA

Crudo "HCT" 27.0 °API

Intervalo de Ebullición °F	% Destilado Acumulado % VL	Temperatura ASTM - °F				
		P. I.	10%	50%	90%	P. F.
95 - 145	1.63	105	138	170	226	294
145 - 295	7.84	190	217	244	278	310
295 - 370	14.07	308	318	332	357	382
370 - 445	17.86	370	380	394	414	440

CRUDO "H.C.T" 27.0 °A.P.I.

Curvas de propiedades físicas de destilados

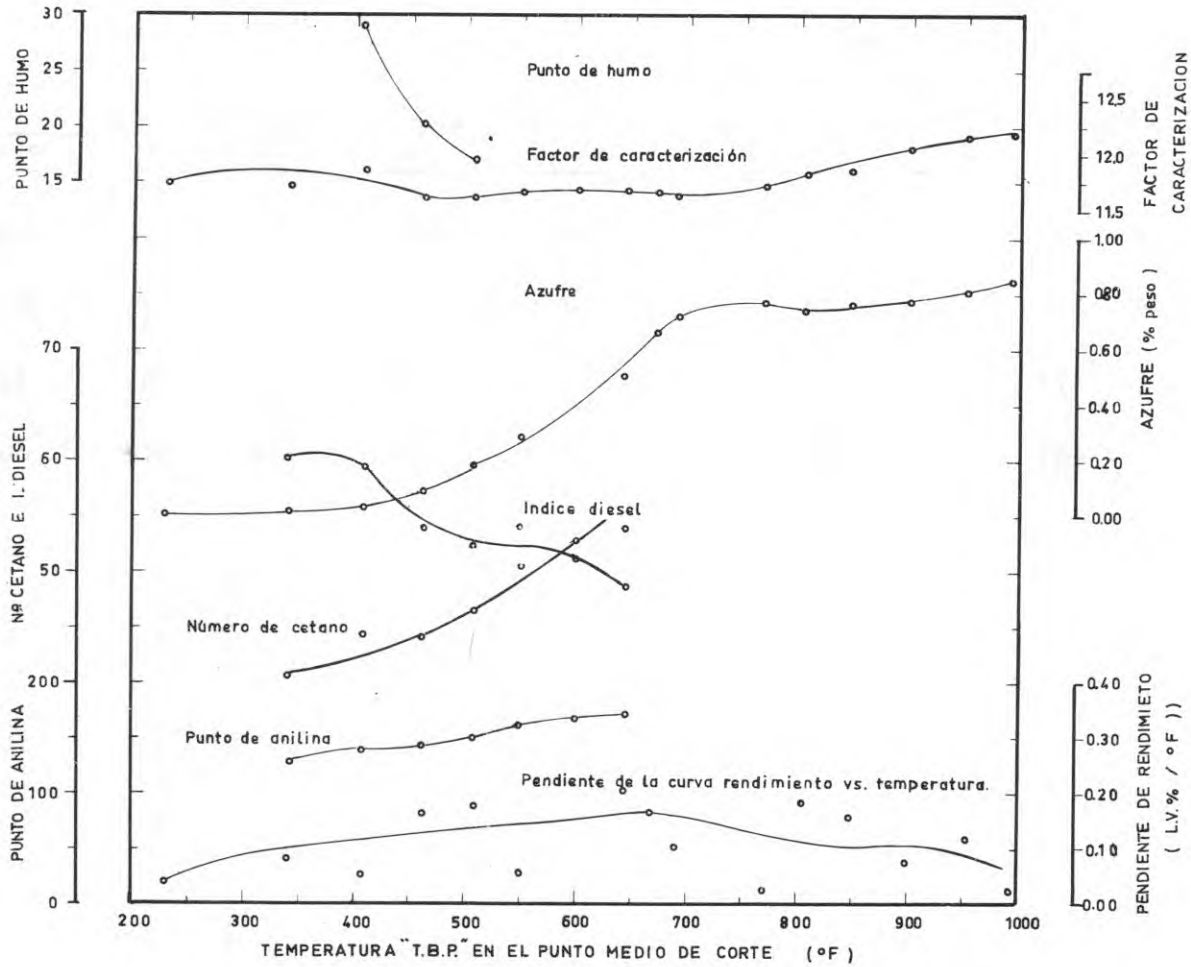


FIG 11-10

T A B L A 11.14

COEFICIENTES ANGULARES

Crudo "HCT" 27.0 ° API

Intervalo de Ebullición °F	Temperatura Media TBP °F	% Destilado % V. L.	Diferencia de Temperatura °F	Coeficiente Angular % V. L. / °F
95 - 145	118	1.63	50	0.033
145 - 295	230	6.21	150	0.041
295 - 370	340	6.23	75	0.083
370 - 445	408	3.79	75	0.051
445 - 482	462	6.15	37	0.166
482 - 500	508	3.13	18	0.174
500 - 610	550	6.29	110	0.057
610 - 635	600	6.11	25	0.244
635 - 665	644	6.12	30	0.204
665 - 684	672	3.16	19	0.167
684 - 705	690	2.21	21	0.105
705 - 830	770	3.63	125	0.029
830 - 850	805	3.63	20	0.182
850 - 874	847	3.70	24	0.154
874 - 925	900	3.64	51	0.071
925 - 946	952	2.51	21	0.120
946 - 1000	994	1.58	54	0.029

B. CURVAS DE RENDIMIENTO

A este grupo de curvas corresponden los rendimientos de viscosidad que como se ha dicho previamente se obtienen al mezclar parte del residuo con porciones de destilado hallando las propiedades resultantes. Estas viscosidades se trazan entonces, en función del rendimiento del residuo. Igualmente otras propiedades como los puntos de fluidez e inflamación deben trazarse de esta manera.

Como no se poseen datos para estas propiedades en función del residuo, pero si se tienen los porcentajes de destilados de aceite que aunque no son muy representativos para indicar estas propiedades, pueden prestar gran utilidad en ausencia de datos de rendimiento. Por esto, en las gráficas de la Fig. 11.11 se han trazado el punto de inflamación y el punto de fluidez en función del porcentaje medio (LV%) cuyos valores numéricos están indicados en la Tabla 11.5. También se ha representado en esta Fig. la curva de porcentaje de carbón. En la Fig. 11.12. se muestra gráficamente la viscosidad e índice de viscosidad de la fracción lubricante en función del punto de fluidez.

11.5.3. INTERPRETACION DE LOS RESULTADOS

El Crudo "HCT" es de tipo nafténico-intermedio y presenta un alto contenido de carbón y bajos porcentajes de azufre y ceniza.

Los porcentajes de recobrado de nafta, queroseno, aceite diesel y gasóleos son normales. La fracción de nafta virgen es de baja calidad, con números de octano aceptables para gasolina de destilación directa y buena respuesta al TEL. La temperatura de congelación para la especificación requerida es alta, de manera tal que no puede utilizarse en combustibles de aviación.

La fracción de queroseno tiene puntos de humo lumimétricos bajos, viscosidad adecuada para uso en lámparas y los puntos de inflamación y congelación son altos; por eso, puede utilizarse en la calefacción e iluminación doméstica; pero, no sirve para preparar turbosinas.

CRUDO "H.C.T."

27.0 °A.P.I

Propiedades físicas de los destilados pesados :

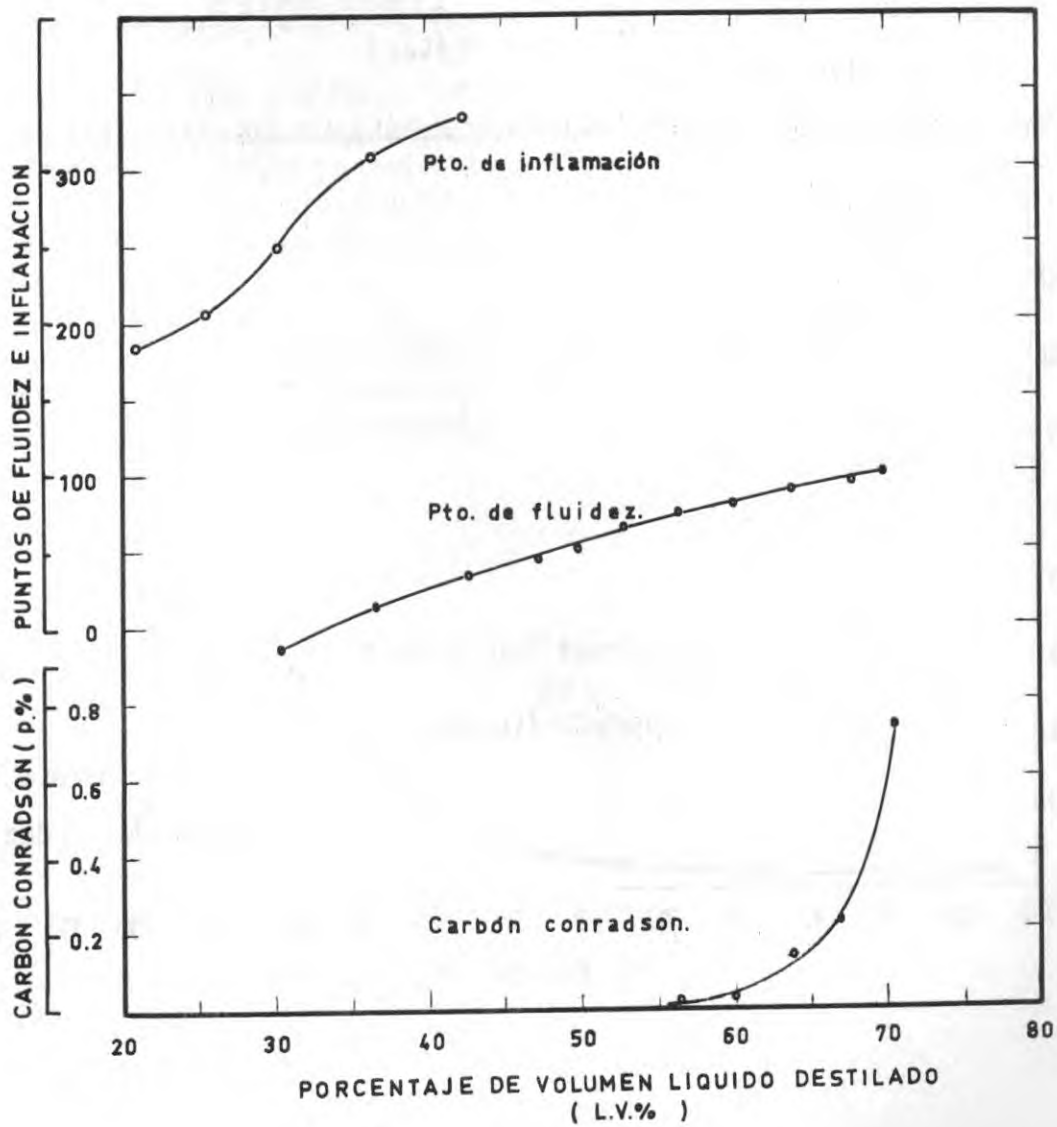


FIG 11-11

CRUDO "HCT"

27.0 °A.P.I.

VISCOSIDAD SSU vs PUNTO DE FLUIDEZ
DE
DESTILADOS LUBRICANTES
(sin tratar)

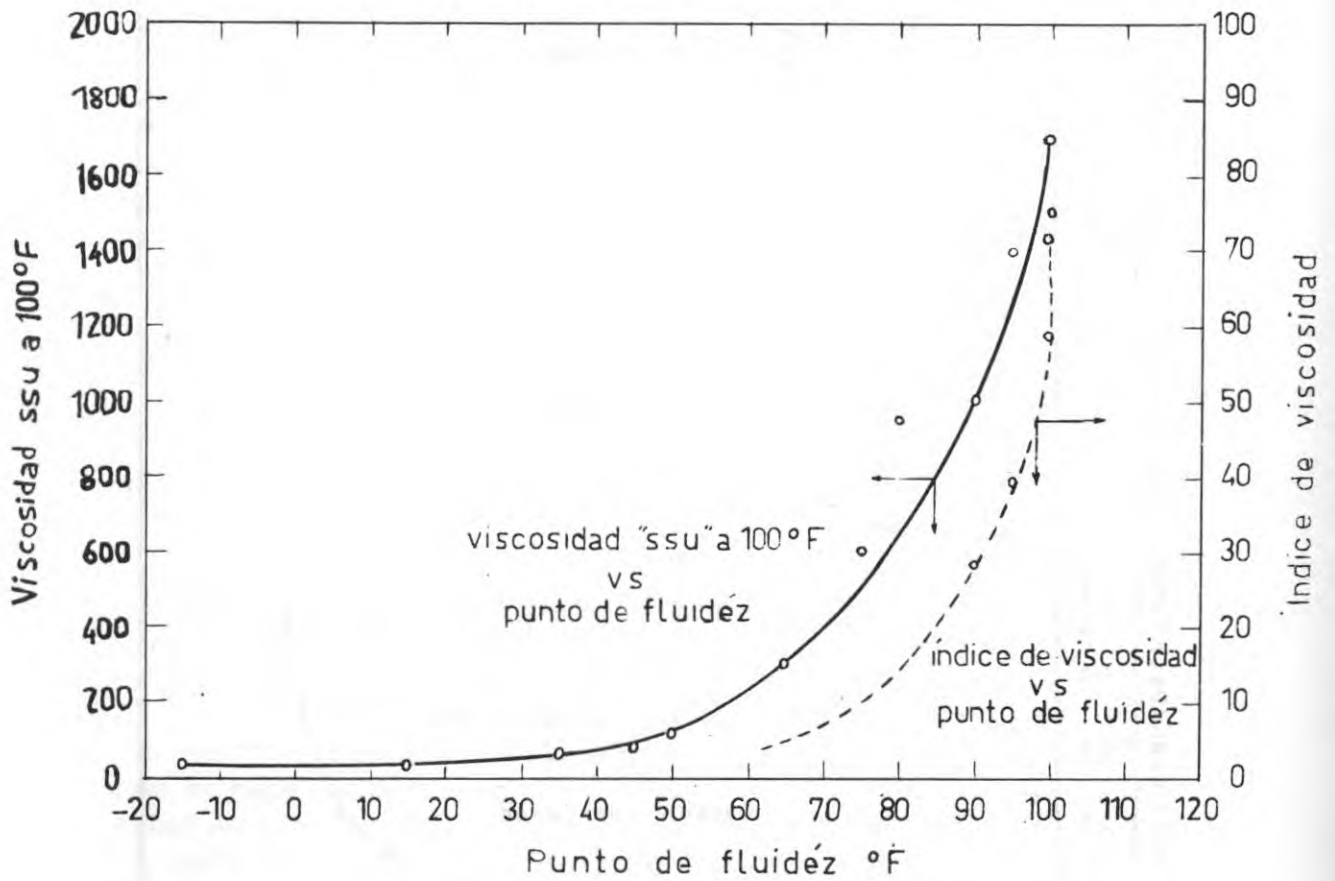


FIG 11-12

Los combustibles diesel y de estufa tienen puntos de inflamación dentro de límites seguros. La calidad de ignición es buena, con números de cetano alrededor de 50, e índice diesel cercano a 60. Un diesel de 600 °F. MBP tendría 0,4%/peso de azufre; este contenido es bastante alto porque la especificación actual para exportar es máximo 0,5% y para el año entrante se prevén valores limitantes aún menores.

El carácter "HCT" del crudo, se manifiesta en las fracciones de destilados para lubricantes, los cuales presentan un aumento considerable en los puntos de fluidez a todo lo largo de la destilación. Los lubricantes obtenidos de este tipo de crudo son de calidad intermedia, con bajos índices de viscosidad.

En los residuos, la consistencia blanda indica que puede extraerse más fracciones lubricantes, utilizando un nivel de vacío más elevado.

A P P E N D I C E S

Faint, illegible text listing various items and their corresponding page numbers, likely a table of contents for the appendices.

APENDICE

LISTA DE METODOS DE ENSAYO ASTM

I. VOLATILIDAD

A. PRESION DE VAPOR REID :

Para gases licuados del petróleo (LPG) D-1267
Para productos líquidos del petróleo D-323

B. PUNTOS DE ENCENDIDO E INFLAMACION:

Para todos los productos líquidos, excepto aceites combustibles Fuel Oil D-92

Punto de inflamación Tag Copa Cerrada, para productos líquidos menos aceites combustibles D-56

Punto de inflamación para materiales volátiles inflamables con asfaltos mezclados con destilados o asfaltos líquidos D-1310

Punto de inflamación Pensky-Martens Copa Cerrada para aceites combustibles y materiales viscosos D-93

C. DESTILACION :

Destilación a presión atmosférica :

Destilación del petróleo crudo D-285

Destilación de productos líquidos del petróleo
Gasolinas, Querosenos, Turbocombustibles,
Disolventes, Gasóleos, Combustóleos y similares D-86

Destilación de asfaltos líquidos	D-402
Destilación del Butadieno grado de polimerización	D-1088
Destilación de disolventes y lacas	D-1078
Destilación de disolventes aromáticos	D-850

Destilación a presión reducida :

Para productos de alto punto de ebullición, y sin descomposición térmica	D-1160
--	--------

D. PERDIDAS POR EVAPORACION :

Para grasas y productos lubricantes	D-972
-------------------------------------	-------

2. COMBUSTION

A. CALOR DE COMBUSTION :

Calor de combustión Neto y Bruto	D-240
Calor de combustión calculado	D-287

B. CALIDAD ANTIDETONANTE DE LAS GASOLINAS PARA MOTOR :

Número de octano, Método de Investigación: F ₁	D-908
Número de Octano, Método Motor : F ₂	D-357

C. CALIDAD ANTIDETONANTE DE LAS GASOLINAS DE AVIACION :

Número de comportamiento, Método de Aviación : F ₃	D-614
Número de comportamiento, Método de Sobrecarga : F ₄	D-909

D. TETRAETILO DE PLOMO EN LA GASOLINA :

Determinación gravimétrica del TEL en la gasolina	D-526
Determinación polarográfica del TEL en la gasolina	D-1269

E. COMPOSICION DE COMBUSTIBLES DE REFERENCIA :

Análisis de mezclas de referencia para estectrofotometría IR D-1095

F. CALIDAD DE ENCENDIDO DEL ACPM :

Número de Cetano D-613

Indice de cetano calculado D-975

Temperatura autógena de ignición D-286

G. CALIDAD DE COMBUSTION DEL QUEROSENO:

Prueba de lámpara para queroseno de iluminación D-187

Prueba de lámpara para aceites de alumbrado de larga duración D-219

Prueba de lámpara para aceites de foca mineral D-239

Número luminométrico, para turbocombustibles D-1740

Estabilidad térmica de las turbosinas D-1660

Punto de humo, para queroseno y turbocombustibles D-1322

3. GRAVEDAD Y DENSIDAD

Gravedad API y gravedad específica para productos líquidos del petróleo, Método Hidrométrico D-287, y D-1298

Gravedad específica de hidrocarburos livianos D-1657

Gravedad de asfaltos livianos y muy viscosos D-70 y

D-71

Densidad de hidrocarburos líquidos, Método Picnométrico D-941

Densidad y gravedad específica, Método Picnométrico de Bingham D-1217

4. VISCOSIDAD Y CONSISTENCIA

A. VISCOSIDAD

Viscosidad cinemática en centi-stokes, para productos líquidos livianos con flujo newtoniano D-445

Viscosidad Saybolt Universal y Furol, para
productos líquidos con flujo newtoniano D-88

CONVERSION DE VISCOSIDADES :

Viscosidad Cinemática a viscosidad Saybolt
Universal D-446
Viscosidad Cinemática a viscosidad Saybolt Furol D-666
Viscosidades Saybolt Universal y Furol a Cine-
mática D-2161

RELACION DE LA VISCOSIDAD CON LA TEM-
PERATURA :

Carta estándar de Viscosidad-Temperatura D-341
Indice de viscosidad calculado D-567

B. CONSISTENCIA :

Viscosidad aparente para grasas lubricantes D-1092
Penetración de aguja, para asfaltos y ceras mi-
crocrystalinas D-5
Penetración de cono, para grasas lubricantes D-217
Penetración de cono para petrolatos D-937

5. SOLIDIFICACION Y RESISTENCIA

A. SOLIDIFICACION :

Punto de congelación, para pureza de hidrocar-
buros en mezclas de referencia D-1015
D-1016
Punto de congelación para combustibles de avia-
ción D-2386, y
D-1477
Punto de nube y de fluidez D-97
Punto de goteo de grasas D-566
Punto de fusión de ceras :
Punto de fusión de ceras parafínicas D-87
Punto de derretimiento de ceras microcris-
talinas y petrolato D-127

Punto de congelación para petrolato farmacéutico	D-938
Punto de ablandamiento para material bituminoso	D-36

B. RESISTENCIA :

Ductibilidad de asfaltos	D-113
Capacidad para soportar cargas	-

6. COLOR Y REFRACCION

A. COLOR :

Color Saybolt de los productos refinados del petróleo	D-156
Color ASTM para aceites lubricantes y petrolatos	D-155
Color ASTM para aceites lubricantes y de calefacción ACPM y parafinas de petróleo, aceites para cilindro	D-1500
Color Tag-Robinson para aceites lubricantes y petrolatos	-
Color para gasolina militar U.S.	D-976

B. REFRACCION :

Indice refracción y dispersión refractiva para hidrocarburos líquidos	D-1218
---	--------

7. ESTABILIDAD A LA OXIDACION

A. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LAS GASOLINAS :

Goma existente por prueba de evaporación a chorro	D-381
Goma potencial por prueba de oxidación acelerada	D-873
Goma por prueba de disco de cobre para gasolinas de aviación y turbocombustibles	D-910
Prueba para período de inducción, "Break-down"	D-525

B. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LOS ACEITES LUBRICANTES :

Insolubles en aceites lubricantes usados :	
Insolubles en n-pentano y benzol	D-893
Aceites inhibidos en turbinas de vapor :	
Características de oxidación de los aceites inhibidos en turbinas de vapor	D-943
Aceites para transformador :	
Acumulación de gomas	D-1314

C. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LAS GRASAS LUBRICANTES :

Estabilidad a la oxidación de las grasas lubricantes por el método de bomba de oxígeno	D-942
--	-------

8. CORROSION

A. AZUFRE TOTAL :

Método de lámpara	D-90, y D-1266
Método de Bomba	D-129, y D-1551

B. SULFURO DE HIDROGENO Y MERCAPTANO :

Ensayo "Doctor"	D-484
Sulfuro mercaptano, para turbojet	D-1219

C. AZUFRE CORROSIVO :

Ensayo de lámina de cobre, para azufre libre y corrosivo	D-130
Ensayo de lámina de cobre modificado	D-235
Efecto de las gomas sobre el cobre	D-1261

D. PREVENCIÓN CONTRA CORROSIÓN :

Características de prevención de los aceites para turbinas de vapor D-665

E. ACIDEZ Y VALOR DE NEUTRALIZACIÓN :

Acidez del residuo de la destilación D-1093

Valor de neutralización por titulación potenciométrica D-664

Valor de neutralización por titulación colorimétrica D-974

9. ENSAYOS VARIOS PARA CARACTERÍSTICAS DE NATURALEZA QUÍMICA Y FÍSICA

A. DEPOSITOS Y CONTAMINANTES :

Agua y sedimento por centrifugación para crudos D-96

Sedimento por extracción en caliente, para combustibles y crudos reducidos D-473

Agua por destilación D-95

Sal Aruba

Residuo carbonoso :

Método Conradson D-189

Método Ramsbottom D-524

Ceniza, para aceites de petróleo D-482

Contaminantes metálicos :

Vanadio D-1548

Níquel SMS-1370

Hierro SMS-1409A

Sodio SMS-1650

B. ANÁLISIS DE TIPOS DE HIDROCARBUROS

Análisis de hidrocarburos en fracciones livianas :

Hidrógeno por combustión en lámpara D-1018

Análisis de butadieno

Contenido de 1-3 butadieno en mezclas de hidrocarburos :	
Pureza de butadieno	D-1096
Rango de ebullición del butadieno grado de polimerización	D-1088
Contenido de 1,3,3 butadieno grado de polimerización	D-973
Separación del residuo de butadieno	D-1023
Butadieno dímero en butadieno grado de polimerización	D-1024
Residuo no volátil del butadieno grado de polimerización	D-1025
Inhibidores e impurezas :	
Acetileno en butadieno grado de polimerización	D-1020
Peróxidos en butadieno	D-1022
Contenido de carbonil del butadieno	D-1089
Contenido de inhibidor total del butadieno	D-1157
Oxígeno en vapores de butadieno	D-1021
Hidrocarburos livianos no saturados, por nitrato mercúrico de plata	D-1268
Análisis de hidrocarburos en productos líquidos:	
Número de Bromo (Método colorimétrico)	D-1158
Número de Bromo (Método electrométrico)	D-1159
Tipos de hidrocarburos por tratamiento ácido y número de Bromo :	
Hidrocarburos olefínicos más aromáticos en destilados de petróleo	D-1019
Aromáticos y Olefinas en destilados de petróleo	D-875
Tipos de Hidrocarburos por absorción: en sílice-gel :	
Tipos de hidrocarburos en productos líquidos del petróleo	D-1319
Aromáticos en gasolinas libres de olefinas	D-936

Benceno y tolueno, por espectrofotometría ultravioleta	D-1017
C. PROPIEDADES FISICAS VARIAS	
Puntos de anilina y mezclado de anilina	D-611, y D-1012
Poder solvente Kauri-butanol	D-1133
Dilución de aceite del cárter	D-322
Tolerancia al agua de los combustibles de aviación	D-1094
Tensión superficial de aceites contra agua	D-971
Valor de saponificación :	
Método volumétrico	D-94
Método Potenciométrico	D-939
Estabilidad contra espuma en lubricantes	D-892
Emulsificación de vapor en aceites lubricantes	D-157
Número de precipitación	D-91
Resistencia dieléctrica de los aceites para transformador	D-877
Resistencia al agua de las grasas	D-1264
Fugas en grasas para engranajes de automóviles	D-1263
Solubilidad al disulfuro de carbono y tetracloruro de carbono	D-4
D. ANALISIS DE DESTILADOS PESADOS	
Materiales inorgánicos en aceites y grasas lubricantes :	
Residuo sulfatado en aceites lubricantes nuevos	D-874
Residuo sulfatado, plomo, hierro y cobre en aceites	D-810
Análisis químico de metales en aceites lubricantes	D-811
Sodio en aceites lubricantes	D-1026
Plomo en grasas nuevas y usadas	D-1262
Fósforo en aceites lubricantes	D-1091
Cloro en aceites lubricantes y grasas	D-808
Análisis de grasa	D-128

Análisis de sulfato de petróleo crudo y refinado:	
Análisis de sulfato de petróleo de petróleo sódico	D-855
Análisis de sulfato de petróleo bórico y cálcico	D-1216
Residuo no sulfatado en aceites de rocío para plantas	D-483
Sustancias carbonizables en aceites y ceras minerales :	
Sustancias carbonizables en aceite mineral blanco	D-565
Sustancias carbonizables en ceras parafínicas	D-612
Contenido de aceite en la cera	D-721

LISTA DE METODOS DE ENSAYO IP

1. VOLATILIDAD

A. PRESION DE VAPOR REID :

Presión de vapor Reid, para gases y LPG	IP-161
Presión de vapor Reid, para productos líquidos del petróleo	IP-69, 171

B. PUNTOS DE ENCENDIDO E INFLAMACION :

Punto de inflamación Abel	IP-33, 170, 176
Punto de inflamación Pensky Martens	IP-34, 35
Punto de inflamación, para asfaltos	IP-35, 36, 113

C. DESTILACION :

Destilación Hempell, para crudos	IP-24
Destilación a baja temperatura, para fracciones gaseosas	IP-127
Destilación de productos líquidos del petróleo	IP-123
Destilación, para asfaltos	IP-27
Pérdida por calentamiento, para asfaltos	IP-45
Recobrado de bitumen	IP-105

2. COMBUSTION

A. CALOR DE COMBUSTION : IP-12, 13

B. CALIDAD ANTIDETONANTE DE LAS GASOLINAS PARA MOTOR :

Número de octano, por método de Investigación:	
F ₁	IP-126
Número de octano, por método Motor : F ₂	IP-44

C. CALIDAD ANTIDETONANTE DE LAS GASOLINAS DE AVIACION :

Número de Compartamiento, por Método de Aviación : F₃ IP-150

Número de Compartamiento, por Método de Sobrecarga : F₄ IP-119

D. CONTENIDO DE TETRAETILO DE PLOMO EN LA GASOLINA : IP-96, 116

E. CALIDAD DE ENCENDIDO DEL ACPM :

Número de cetano IP-41

Indice diesel IP-21

F. CALIDAD DE COMBUSTION DEL QUEROSENO :

Prueba de lámpara, para queroseno de iluminación IP-10

Prueba de lámpara, para aceite de alumbrado de larga duración IP-11

Punto de humo, para queroseno y turbosinas IP-57, 58

3. GRAVEDAD Y DENSIDAD

Gravedad API y gravedad específica, para gases, LPG y productos líquidos del petróleo IP-59

Gravedad específica, para aceites lubricantes, por Método hidrométrico IP-160

4. VISCOSIDAD Y CONSISTENCIA

A. VISCOSIDAD :

Viscosidad cinemática, por viscosímetro de tubo capilar en centi-stokes IP-71

Viscosidad en tiempo de flujo, en Seg. Reedwood IP-70

Indice de viscosidad IP-73

B. CONSISTENCIA :

Penetración de aguja, para asfaltos y ceras microcristalinas	IP-49
Penetración de cono, para grasas lubricantes	IP-50, 167
Penetración de cono, para petrolatos	IP-179

5. SOLIDIFICACION Y RESISTENCIA

A. SOLIDIFICACION :

Punto de congelación o prueba fría	IP-16
Puntos de nube y de fluidez	IP-15
Punto de goteo de grasas	IP-31
Punto de fusión de ceras :	
Punto de fusión de ceras parafínicas	IP-55
Punto de derretimiento de ceras microcristalinas y petrolato	IP-33
Punto de derretimiento, para asfaltos	IP-56

B. RESISTENCIA :

Ductibilidad, para asfaltos	IP-32
Punto de ruptura Fraass	IP-80
Capacidad para soportar carga incrementada	IP-166
Ensayo para falla en grasas	IP-168

Evaluaciones reales de aceites lubricantes, mediante ensayos motor :

Limpieza y desgaste :

Caterpillar 1-A	IP-124
Caterpillar 1-D	IP-173
Gadner	IP-174

Limpieza :

Peter A VI	IP-175
------------	--------

Oxidación y corrosión de engranajes :

Peter W 1	IP-176
-----------	--------

6.	<u>COLOR Y REFRACCION</u>	
	Color	IP-17
	Indice de refracción	-
7.	<u>ESTABILIDAD A LA OXIDACION</u>	
	A. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LAS GASOLINAS :	
	Goma existente por residuo de evaporación	IP-131
	Goma potencial	IP-138
	Estabilidad a la oxidación, por tiempo de ruptura o "Break-down"	IP-40
	B. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LOS ACEITES LUBRICANTES :	
	Ensayo de oxidación para aceites lubricantes	IP-48
	Ensayo de oxidación para aceites de turbina	IP-114, 157
	Ensayo de oxidación para aceites de transformador	IP-55
	C. ESTABILIDAD A LA OXIDACION DE LAS GRASAS:	
	Ensayo de oxidación para grasas lubricantes	IP-142
	D. ESTABILIDAD AL ALMACENAMIENTO PARA ASFALTOS :	
		IP-81, 82
8.	<u>CORROSION</u>	
	A. AZUFRE TOTAL :	
	Ensayo de lámpara, para productos líquidos livianos	IP-107
	Ensayo de bomba y tubo de cuarzo o combustión en horno, para aceites lubricantes	IP-61, 63

B. SULFUROS DE HIDROGENO Y MERCAPTANOS:

Ensayo "Doctor"	IP-30
Sulfuro de hidrógeno y mercaptano, para gasolinas y turbosinas	IP-103, 104

C. AZUFRE CORROSIVO :

Ensayo de lámina de cobre	IP-154
Prueba de corrosión al cobre de las grasas lubricantes	IP-112
Prevención contra corrosión de los aceites lubricantes	IP-153
Acidez y alcalinidad	IP-1

9. ENSAYOS VARIOS PARA CARACTERISTICAS DE NATURALEZA QUIMICA Y FISICA

A. DEPOSITOS Y CONTAMINANTES :

Agua y sedimento por centrifugacion	IP-75
Sedimento por extracción en caliente	IP-53
Agua por destilación	IP-74
Sal en crudos	IP-77
Ceniza	IP-4
Residuo carbonoso	IP-13, 14

B. ANALISIS DE TIPOS DE HIDROCARBUROS :

Hidrocarburos livianos por columna cromatográfica	IP-169
Contenido de 1,3 - Butadieno	IP-141
Olefinas por número de bromo	IP-129, 130
Olefinas y aromáticos, por tratamiento ácido	IP-145
Cantidad relativa de aromáticos y olefinas	IP-128
Tipo de hidrocarburos por absorción, método cromatográfico	IP-156
Aromáticos, por espectrografía	IP-151,152

C. ENSAYOS VARIOS :

Punto de anilina	IP-2
Metales y no metales en aceites y grasas lubricantes :	
Constituyentes inorgánicos por emisión espectroscópica	IP-122
Contenido de bario	IP-110
Contenido de calcio	IP-111
Contenido de fósforo	IP-148, 149
Separación de aceite de las grasas	IP-121
Contenido de aceite en la cera parafínica	IP-158
Cantidad de asfaltenos en material bituminoso	IP-143
Cantidad de bitumen en el asfalto	IP-162
Ensayo de solubilidad de los asfaltos en disulfuro de carbono	IP-47
Resistencia eléctrica de los asfaltos	IP-101
Ensayos de emulsividad en materiales bituminosos	IP-109, 81 82 y 91

AP E N D I C E B

PARTES INTEGRANTES DE LA UNIDAD DE DESTILACION

COMBINADA SARNIA MK II

1. Fraccionador Sarnia Mark II

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio "U.S." (1963)</u>
1	M-9210-50	Fraccionador MK II; 50 mm. DI; soportes del empaque; articulaciones de ranura circular	\$ 334
1	M-9211-50	Condensador de cima MK II, para fraccionador 50 mm.; articulaciones de ranura circular	\$ 296
1	M-9212	Enfriador de líquido MK II, para fraccionador 50 mm.; articulaciones de ranura circular y válvula de anillo	\$ 169
1	M-9213-50	Receptor MK II de 1000 ml., para fraccionador 50 mm.; articulaciones de ranura circular y válvula de anillo.	\$ 119
1	M-9214-50	Manto de columna MK II; para fraccionador 50 mm.	\$ 120
1	M-9216-24	Alambique de acero inoxidable, para columna de 50 mm.; de fondo redondo; 24 lits.	\$ 542

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio "U.S"</u> <u>(1963)</u>
1	M-9219-24	Manto de calentamiento MK II, Serie "S", para alambique de acero inoxidable; 24 lits.; 1400 W., 1400 W., 1400 W., y 230 V.	\$ 170
1	M-9220-24	Manto compensador de cima, para alambique de acero inoxidable; 24 lits.; "thermojacket": 220 V., 650 W.	\$ 74
1	M-9221-50	Vástago de la válvula de acero inoxidable, para columna 50 mm.	\$ 24,15
1	M-9222-B	Cápsula MK II de la válvula con terminal T 19/38, para columna 50 mm.	\$ 1,85
1	M-9223	T 18/7 MK II para enfriador de líquido; articulaciones de ranura circular.	\$ 4,40
1	M-9224-50	Empaque "Cannon" MK II, para columna 50 mm.; 2500 cc.	\$ 104
8	M-9225	Bola de unión MK II, 18/7 o 18/9, para conectores flexibles; ranura circular.	\$ 3,20 c/u.
2		Bola de unión MK II, 28/15, para conectores flexibles; ranura circular.	\$ 3,80 c/u.
12	M-9226	Copa de unión MK-II, 18/9 o 18/7, para conectores flexibles.	\$ 2,45 c/u.

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio "U.S." (1963)</u>
4		Copa de unión MK II, 28/15, para conectores flexibles.	\$ 3 c/u.
1	M-9229	Manómetro de Vacío MK II	\$ 7,70
1	M-9230-B	Trampa de hielo seco MK II de 100 ml., para fraccionador 50 mm.; uniones de ranura cir- cular.	\$ 106,50
1	M-9231-A	Adaptador de vacío MK II, para columna 50 mm.; uniones de ra- nura circular y válvula sin anillo	\$ 195
1	M-9232	Barómetro de control MK II; u - niones de ranura circular	\$ 29,50
1	M-9234	Burbujeador de nitrógeno; bolas de unión, provistas de ranuras circulares; y una copa de unión.	\$ 22
1	M-9270	Tanque compensador	\$ 44
1	M-9271	Consola	\$
1	M-9272	Bomba de circulación; centrífuga, modelo D-11; motor a prue- ba de explosión	\$ 130
3	M-9273	Válvula de aguja, manualmente ajustable.	\$ 20
1	M-21900-S	Estructura para fraccionador 50 mm. y destilador "Hivac" de 12 lits.	(\$265)

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio "U.S." (1963)</u>
1	M-23935	Tensímetro modelo "D"	\$ 47,85
1	M-24065	Manto de calentamiento para el tensímetro	\$ 32
1	M-30794	Compuesto lubricante	\$ 5,75
1	M-30795	N-tetradecano, 8 onzas	\$ 11,50
1	M-402030B	Bomba mecánica de vacío, para fraccionador de 24 lits., 1425 RPM. $\frac{1}{2}$ HP, 110/220 V.	\$ 500 (1968)
1	M-1115	Abrazadera de ajuste para las uniones de bola	
25	No. 18		\$ 1,00 c/u.
4	No. 28		\$ 1,70 c/u.
1	No. 75		\$ 6,00 c/u.
2	M-5801-6	Abrazadera de círculo completo para la columna de 50 mm.	\$ 4,80 c/u
6	M-58050-8	Abrazadera de una sola "V"; acero inoxidable; de 5 y de 6 pulgs. de brazo	\$ 2,45 c/u.
	M-11070	Anillo "Viton" para uniones de ranura circular	
36	Dimensión 18	Para tamaño de bola 18/9	\$ 0,50 c/u.
6	Dimensión 28	" " " " 28/12	\$ 0,75 c/u.
6 (Hivac)	" 35	" " " " 35/20	\$ 0,50 c/u.
2 (Hivac)	" 65	" " " " 65/40	\$ 0,80 c/u.
12 (Hivac)	" 75	" " " " 75/50	\$ 1,00 c/u.

2. Destilador de alto Vacío Sarnia Mark II Modelo "C"

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio "U.S." (1964)</u>
1	M-9400-12	Separador de arrastre, para destilador de alto vacío; 12 lits.	\$ 298
1	M-9216-12	Alambique de acero inoxidable; fondo redondo; 12 lits.	\$ 442
1	M-9219	Manto de calentamiento serie "S" para alambique de acero inoxidable de 12 lits.; 1200 W. y 600 W; 220 V.	\$96 (1963)
1	M-9220-12	Manto compensador de cima para alambique de acero inoxidable; "Thermojacket", 450 W., 220 V.	\$ 44,50
1	M-9408-A	Condensador primario; articulaciones de ranura circular	\$ 286
1	M-9410-C	Condensador "Dewar", articulación de ranura circular	\$ 63
1	M-9411-B	Trampa de protección del Mcleod o de cima del separador	\$ 54
1	M-9412-B	Línea de bombeo con grifo anillado	\$ 76
1	M-9413-B	Adaptador de alto vacío; para destilador de 12 lits.; grifo anillado	\$ 81
1	M-9414	Distribuidor de alto vacío, para destilador "Hvac" de 12 lits.	\$ 42,35

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio "U.S."</u> <u>(1964)</u>
6	M-9415-D	Receptor para destilador de alto vacío; 500 ml. para unidad de 12 lits.	\$ 11,50
1	M-23930	Manómetro "McLeod" de doble rango 0-1,2 y 0-12 mm.	\$ 145,50
1	M-9416-B	Tapón estándar para la cima de destilador de alto vacío :T 24/40	\$ 2,85
1	M-9417	Tubo "conector" para la trampa de cima del separador de alto vacío.	\$ 2,50
1	M-9418-B	Soporte para los distribuidores del destilador de alto vacío.	\$ 27
1	M-9420-C	Pie para pesaje de los distribuidores de 500 ml. del destilador de alto vacío.	\$ 8,25
1	M-9421-C	Estante para los receptores de 500 ml. del destilador de alto vacío.	\$ 18,50
1	M-9424	Bomba de difusión de alto vacío	\$ 245
3	M-9273	Válvula de aguja manualmente ajustable	\$ 20 c/u.

3. Instrumentos Eléctricos

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio</u> <u>(1963)</u>
1	M-9250	Controlador automático de calentamiento inicial (no se utilizó)	\$ 285
1	M-9251	Controlador diferencial de temperatura "Leeds & Northrup"	\$ 285
1	M-9253	Registrador-Controlador de presión "Speedomax" Leeds Northrup un solo punto y tres rangos; 115 o 230 V., 50/60 ciclos	\$ 1530
1	M-9254	Medidor registrador de temperatura "Honeywell" multipoint : 0 - 600 °F.	\$ 1885
1	M-9255	Controlador de velocidad del vapor (Boil-up), "Thermocap"	\$ 176
1	M-35700	Cronómetro "Eagle" "Flexopulse" 0 - 120 segs.	\$ 86
1	M-9127	Electromagneto para operar válvula de extracción de destilado	\$ 7,15
3	M-9274	Amperímetro	\$15 c/u.
2	M-9276	Válvula eléctrica	\$13 c/u.
3	M-9275	Termopar de 8 pies de largo	\$ 3,30 c/u.
2	M-9278 B	Termopar doble, en T 10/30, para el fraccionador de 50 mm.	\$42,60 c/u.

<u>Cantidad</u>	<u>Catálogo</u>	<u>Descripción</u>	<u>Precio</u> <u>(1963)</u>
1	M-9419	Termopar para el destilador de alto vacío	\$ 30,80 (1964)
3	M-24149	Autotransformador ajustable, para fraccionador de 50 mm.	\$ 108 c/u.

4. Proveedores de Partes, Accesorios e Instrumentos

Debido al gran número de partes en vidrio requeridas en un destilador estándar "15/5" y en un destilador "Hivac", solamente las partes más grandes son numeradas con el propósito de ofrecer comparaciones.

La H. S. Martin es la única fabricante directa de los destiladores Sarnia MK II; pero igualmente, ofrece todos los accesorios en vidrio y controles recomendados para operación estándar, aunque también existen varios agentes para diseños de Ingeniería en vidrio.

Los siguientes son algunos de los distribuidores :

"H.S. Martin and Company, 1916 Greenleaf Street, Evanston, Illinois", :

Columnas de relleno y de platos tipo "Oldershaw", alambiques de vidrio de fondo plano equipados con mantos de calefacción y alambiques de acero inoxidable, mantos de calefacción, receptores, enfriadores, trampas de hielo seco, líneas de trampas, controles barométricos, manómetros de vacío, manómetros "McLeod", termopares, etc.

"Scientific Glass apparatus Company, Bloomfield, N. J." :

Columnas de platos perforados tipo "Oldershaw", alambiques de vidrio de fondo redondo.

"Glass Engineering Laboratories, Belmont, California, o sus agentes, W.H. o M.J. Curtin and Company, Houston, Texas, o M. J. Seavy Co. 30 Church Street, N. J.":

Columnas de platos perforados tipo "Oldershaw", alambiques de vidrio de fondo redondo.

"Leeds & Northrup":

Controladores diferenciales de temperatura para rango de -100 a $+100^{\circ}\text{F}$.; son más costosos que el "West Gardsman" modelo "JP" de rango -150 a $+150^{\circ}\text{F}$. de "The West Instrument Co. Chicago, Illinois". También construye medidores controladores de presión, registradoras de temperatura, potenciómetros, cronómetros para control de reflujo, etc.

"Glass-col. Apparatus Company, Inc.":

Mantos de calefacción.

"Brown Instrument Corporation":

Medidores registradores de temperatura, controladores de adiabaticidad, etc.

"Niagara Electron Laboratories, Andover, N. Y. and Others":

Los relevos "Thermocap" tipo industrial y de laboratorio.

"General Electric Corporation":

Los motores de las bombas, amperímetros, medidores registradores de temperatura, etc.

"Eagle Signal Co., Moline, Illinois, and Others":

Los cronómetros Flexopulse de escala 0-60 o 0-120 segs. para operación a 110 V y 60 ciclos.

A P E N D I C E C

ESPECIFICACIONES Y CARACTERISTICAS DE ALGUNOS

APARATOS

1. ESPECIFICACIONES PARA REGISTRADOR "AZAR" SPEED-OMAX W. LEEDS & NORTHRUP EXPANSION "SPAN"

SWITCH CALIBRADO.- Pasos seleccionados : 2, 5, 10, 25, 50, o 100 mV. La perilla roja debe estar en el límite contrario horario.

DIAL CONTINUO DESCALIBRADO.

Ajuste de Atenuación. Reduce cualquier "Span de Switch" seleccionado a una tercera parte de su valor básico.

Su rango de ajuste para cada posición del "Switch" es como sigue :

0,67 a 2 mv
1,67 a 5 mv
3,33 a 10 mv
18,33 a 25 mv
16,7 a 50 mv.
3,3 a 100 mv

LIMITE DE ERROR DE LA EXPANSION, "SPAN LIMIT OF ERROR".

± 0,3% de la expansión cuando no se usa atenuación.
± 0,5% de expansión cuando se usa atenuación.

CERO

SWITCH CALIBRADO.- Pasos seleccionados : 0, 10, 20, 30, o 40 mv.

DIAL CONTINUO CALIBRADO

Voltaje de Cero Ajustado : 0 a 10 mv. por 10 vueltas.

La supresión o elevación de cero es la suma de los desajustes (Cero límite de error $\pm 0,1\%$ de lectura o 5 micro voltios, cualquiera que sea más grande).

LIMITE DE ERROR "GLOBAL"

Límites de error de la expansión + ($\pm 0,1\%$ (relación de supresión - 2).

- o Límite de error de la expansión + 5 microvoltios, cualquiera que sea más grande.

BANDA MUERTA

0,1% de la expansión.

TIEMPO DE RESPUESTA "SPAN STEP" "RESPONSE" - "TIME RATING".

1 segundo, nominal.

RESISTENCIA DEL CIRCUITO EXTERNO

2.500 ohmios para funcionamiento normal.

CARTA

Calibrada de 0 a 100

Velocidad estándar de la carta, 360 pulgadas/hora.

(Velocidades mayores o menores lo mismo que cartas de dos velocidades son disponibles).

VOLTAJE DE OPERACION

Dos fuentes de suministro "Zero-Diode" separadas, son proporcionadas. Una de ellas se utiliza en el potenciómetro y circuitos de la expansión, la otra para el cero y circuitos de ajuste.

POTENCIA REQUERIDA

120 voltios, 50 o 60 ciclos.

2. ESPECIFICACIONES PARA LA BOMBA MECANICA DE VACIO M-402030-B

Capacidad de bombeo para desplazamiento de aire libre	10 pies cúbicos por minuto (CFM).
Velocidad de bombeo a 1.0 Millitor	5,3 CFM
Cinturón	En "V"
Motor	Monofásico 115/230 V. 60 ciclos, motor abierto devanado para 115 V.
Aceite Duo-Seal con presión de vapor a 122 ^o F.	Menor de 1×10^{-5} mm. de Hg.

3. CARACTERISTICAS DE LA BOMBA DE DIFUSION NBS 4, TIPO No. 0,161-2

Rango óptimo de operación	1×10^{-3} Torr. hasta 1×10^{-9} Torr, o más.
Velocidad de bombeo máxima	750 lits./seg. para aire.

Máxima antepresión, "fore - pressure"	$6,5 \times 10^{-1}$ Torr. sin carga. $4,5 \times 10^{-1}$ Torr a plena carga.
Máximo flujo de enlace, "Throughput".	1.0 Torr. lits./seg.
Velocidad de contra flujo en la línea de bombeo, "Rate Streaming"	$0,0005 \text{ mg/cm.}^2/\text{min.}$ (Con cápsula fría).
Potencia requerida (aproximada)	1,0 Kw.
Tiempo de calentamiento inicial	12 minutos
Tiempo de enfriamiento	5 minutos para interrumpir propulsión, 10 minutos para ventilar la bomba.
Carga de fluido	2.500 cc. \pm 25% de un fluido convencional para bombeo de alto rendimiento.
Agua de enfriamiento requerida	0,25 GPM de 60 a 80 ° F. para temperatura de entrada.
Bomba de apoyo "Backing Pump"	6 CFM o más para óptimo flujo de enlace.
Calentador	1,19 Kw., 120 V.; 1 fase.

A P E N D I C E D

TERMINOLOGIA DE VACIO

Se definen algunos términos que no son de uso común en la terminología de alto vacío por "The American Vacuum Society" así :

1. BOMBA MECANICA.- La bomba que mueve el gas con movimiento cíclico de un sistema de partes mecánicas tales como pistones, rotores excéntricos, aspas, etc.
2. BOMBA PREVIA O DE APOYO , "FORE PRESSURE".- La bomba que produce y mantiene el vacío primario, necesario para la operación eficaz de una bomba de vapor incapaz de descargar gases a presión atmosférica. A veces se denomina "Backing Pump".
3. BOMBA DE AGUANTE "HOLDING PUMP".- Es una bomba previa usada para mantener en condiciones eficientes de operación una bomba de vapor. Mientras la bomba previa de apoyo o burda, reduce la presión del sistema a un punto en el cual la válvula entre la bomba de vapor y el sistema puede ser abierta sin parar el flujo de vapores de las boquillas, la bomba de aguante mantiene el vacío previo.
4. BOMBA DE DIFUSION.- Es una bomba de vapor que mantiene en su hervidor presiones de unos pocos Torr. y es capaz de bombear gas con una eficiencia total de presión de entrada al sistema que no exceda de 20 millitorr. y presiones de descarga o antepresión que no excedan de aproximadamente 500 mil-

litorr. La acción de bombeo de cada chorro de vapor ocurre por la difusión de moléculas de gas a través del chorro de aceite condensado de la bomba.

5. ANTEPRESION "FORE PRESSURE".- Es la presión total sobre el lado de salida de una bomba, medida cerca al punto de escape.
6. ANTEPRESION LIMITE.- Es la antepresión que corresponde a una presión de entrada al sistema de aproximadamente 0.2 millitorr mayor que la presión de entrada correspondiente a la antepresión normal para una bomba de vapor a una carga dada.
7. PRESION ULTIMA.- La presión límite alcanzada en el sistema de vacío.
8. FLUJO DE ENLACE "THROUGHPUT".- Es la cantidad de gas que fluye por unidad de tiempo a través de la sección transversal abierta y especificada de una bomba o de una tubería, medida como el producto de presión-volumen a una temperatura estándar.
9. DESPLAZAMIENTO DE AIRE LIBRE "FREE AIR DISPLACEMENT".- El volumen de aire que pasa por unidad de tiempo a través de una bomba mecánica cuando la presión de salida y de entrada a la bomba es igual a la presión atmosférica. También se llama capacidad de aire libre.
10. CONDUCTANCIA.- Medida física de un sistema que describe su habilidad para acomodar el flujo de gas, usualmente medida en litros por segundo. Se relaciona con la presión y el flujo de enlace por medio de la ecuación 6-4.
11. IMPEDANCIA O RESISTENCIA.- Es el inverso de la conductancia.

12. DESGASIFICACION.- Evolución espontánea, o por aplicación de calor del gas de un material bajo alto vacío.
13. VELOCIDAD DE ESCAPE.- La magnitud de la velocidad de reducción de la presión en el sistema, multiplicada por el volumen y dividida por la presión medida.
14. FACTOR DE MERITO.- La razón de la velocidad de escape de una bomba mecánica para aire, a 1 micrón de presión, al desplazamiento de aire libre.

$$M_f = S_1/S_f$$

15. FLUJO VISCOSO.- El flujo de gas a través de un ducto bajo condiciones tales que el camino libre medio es muy pequeño en comparación con la dimensión más pequeña de una sección transversal del ducto.
16. FLUJO MOLECULAR.- Flujo de gas a través de un ducto bajo condiciones tales que el camino libre medio es mayor que la dimensión más grande de una sección transversal del ducto.

17. UNIDADES DE VACIO

Milímetro de Mercurio.- Igual a 1/760 del estándar atmosférico. Este término va a ser reemplazado por la unidad estándar internacional denominada "Torr."

Micrón de Mercurio.- Unidad de presión igual a 1×10^{-3} mm. de Hg. Actualmente se reemplaza por un millitorr, que es equivalente a 1×10^{-3} Torr.

Microtorr.- Unidad de presión igual a 10^{-6} Torr.

18. VACIO

Vacío Burdo :

760 a 1 torr (rango Torr)

Vacío Fino :

1 a 10^{-3} Torr. (rango Millitorr)

Alto vacío : 10^{-3} a 10^{-6} Torr (rango Microtorr)
Vacío muy alto : 10^{-6} a 10^{-9} Torr (rango Nonatorr)
Ultra vacío : 10^{-9} Torr y menos.

B I B L I O G R A P H I A

1. American Society for Testing Materials (Committee D-2) : "ASTM Standards on Petroleum Products and Lubricants", ASTM, Philadelphia, 1958-68.
2. American Society for Testing Materials (Committee D-2) : "Significance of ASTM tests for Petroleum Products", ASTM, Philadelphia, 1957-68.
3. American Society for Testing Materials (Committee D-2) : "Manual for Rating Motor Fuels by Motor and Research Methods", ASTM, Philadelphia, 1956-68; Supplement, 1957-68.
4. Analytical Technical Committee : "Report of Subcommittees on Distillation and Crude Assays", 1959.
5. Andersen, L.B., and L.A. Wenzel : "Introduction to Chemical Engineering", McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1961.
6. Cannon, M.R. : "Cannon Protruded Packing", Ind. Eng. Chem., 41, 1953 (1949).
7. Cody and Luntz : "Laboratory Evaluations of Petroleum Products", Oil Gas J., P. 184, January 3 (1941).
8. Cooke, G.M., and Jameson, B.G. : "Integrated set of Laboratory Fractionators for Routine Analytical Distillations", Anal. Chem., 27, 1798 (1955).
9. Cooke, G.M. : "A versatile continuous Pilot Still", Ind. Eng. Chem., 54, 47 (1962).
10. Cooke, G.M. : "The tensimeter a New Vacuum Gauge", Rev. sci. Instr., 32, 780 (1961).

11. Chevron Oil Trading Company : "40.4 °API, Rio Zulia, Crude Oil Colombia!" October, 1965.
12. Edmister, W.C., and Pollock, D.H. : "Phase Relations of Petroleum Fractions", Chem. Eng. Prog. 44, 905 (1945); Petrol. Refiner, 38 (8), 117 (1959); Ibid, 38 (9), 271 (1959).
13. Edmister, W.C. : "Applied Hydrocarbon Thermo dynamic", Vol. 1, Gulf Publishing Company, Houston, Texas.
14. Engelder, C.J. : "Gas Oil and Fuel Analysis", John Willey & Sons, Inc., New York, 1931.
15. Esso Research and Engineering Company (Analytical Technical Committee) : "Technical Manual for Standard Laboratory 15/5 Fractionating", April, 1957; (The Distillation Panel) : "Detailed Operating Procedures", March, 1958.
16. Flosdorf, E.A. : "Water vapor and The Mcleod Type of Vacuum Gage", Ind. Eng. Chem. (Anal. ED), 17, 198 (1945).
17. Frick, C.T., and Taylor, R.W. : "Petroleum Production Handbook", 1st. Ed. McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1962.
18. Gruse, W.A., and Stevens, D.R. : "Chemical Technology, of Petroleum", 3rd. Ed., McGraw-Hill Book Company, Inc. New York, 1955.
19. Guthrie, B.G. : "Petroleum Products Handbook", 1st. Ed., McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1960.
20. Harvey, R.J. : "A Correlation of ASTM, True Boiling Point and Flash Vaporization Curves", Oil Gas J., June 17 (1948).
21. Houghton and Robb : "Alignement Chart, Viscosity Gravity Constant", Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.), 3, 144 (1931).

22. Manning, R.E., and Cannon, M. R. : "Distillation Improvement by Control of Phase Channelling in Packed Columns", Ind. Eng. Chem., 49, 347 (1957).
23. Miles, M.J., Feldman, J., Wender, I., and Orchin, M.: "Fractionating Efficiency of Various Packing", Ind. Eng. Chem., 43, 1452 (1951).
24. Nelson, W.L., : "Petroleum Refiner", 3rd. Ed., McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1954.
25. Nelson, W.L. : "Relation of Reid to True Vapor Pressure", Oil Gas J., May 10, 84 (1947).
26. Peters, M.S., and Cannon, M.R. : "Vacuum Distillation", Ind. Eng. Chem., 44, 1452 (1952).
27. Peterson and Cannon : "Crude Oil Assays", Pet. Processing, p. 113, October (1946).
28. Riegel, E.R. : "Industrial Chemistry", 5th. Ed., Reinhold Publishing Corporation, New York, 1949.
29. Shell International Petroleum Company Limited : "The Petroleum Handbook", 4th. Ed., London, 1959.
30. Sell, G. : "The Petroleum Industry", London, Oxford University, Press, New York, 1963.
31. The Institute of Petroleum Standard : "Method for Testing Petroleum and its Products", 17th. Ed., London 1958.
32. The Institute of Petroleum Standard : "Significance of Properties of Petroleum Products", London 1954.
33. The Institute of Petroleum : "Engine Test Methods for Rating Fuels", London, 1955.

34. Timermans, J. : "Physico Chemical Constants of Pure Organic Compounds", McGraw-Hill Book Company Inc., New York, 1950.

Evaluación experimental de crudos en equipo
piloto/Gaspar Castro; Jaime Cordoba

333.8232 C355e Ej.1

CATALOGADO POR: HELP FILE LTDA

FECHA PEDIDO	PRESTADO A	FECHA DEVUELTO

MINISTERIO DE MINAS Y ENERGIA



01002194

BIBLIOTECA