



**ESPE**  
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS  
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

# UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS - ESPE



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

AUTOR: CORRALES MENA, WILLIAMS DARIO

TEMA: UTILIZACIÓN DEL AZUFRE ELEMENTAL GENERADO EN EL  
PROCESO DE REFINACIÓN DEL PETRÓLEO DE LA REFINERÍA  
ESMERALDAS PARA LA PRODUCCIÓN DE POLI-(AZUFRE-R-  
DIISOPROPENILBENCENO) VÍA VULCANIZACIÓN INVERSA.

LATACUNGA, JULIO 2019



# INTRODUCCIÓN

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

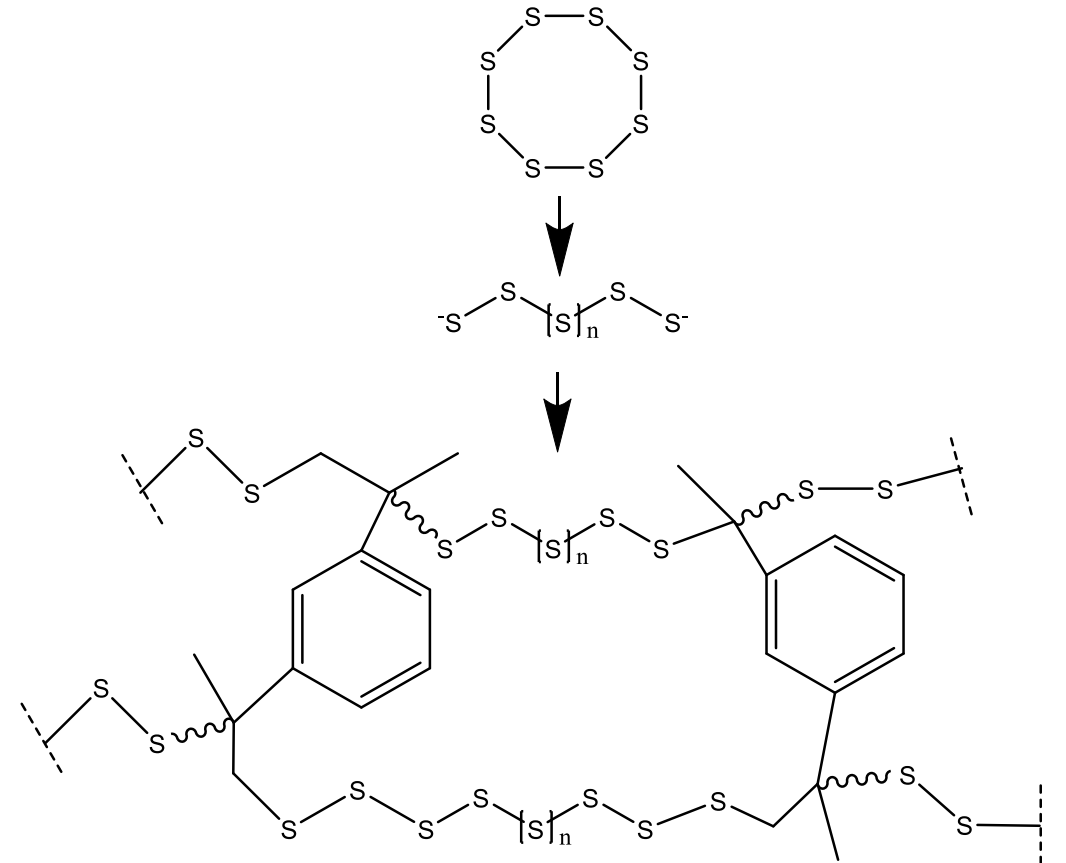
# AZUFRE



# VULCANIZACIÓN INVERSA

Polimerización por  
apertura de anillo

Copolimerización



# OBJETIVOS

## OBJETIVO GENERAL

- Utilizar el azufre elemental generado en el proceso de refinación del petróleo de la Refinería Esmeraldas para producir poli-(azufre-r-diisopropenilbenceno) y analizar sus propiedades.

## OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar el azufre elemental adquirido de la Refinería Esmeraldas mediante Difracción de Rayos X (XRD).
- Emplear el método de vulcanización inversa para preparar el copolímero poli-(azufre-r-diisopropenilbenceno) en diferentes formulaciones, utilizando azufre elemental y 1,3-diisopropenilbenceno (DIB) como aditivo.
- Determinar propiedades físicas, mecánicas y térmicas del copolímero.
- Evaluar la estabilidad del copolímero a través de la interpretación de resultados obtenidos.

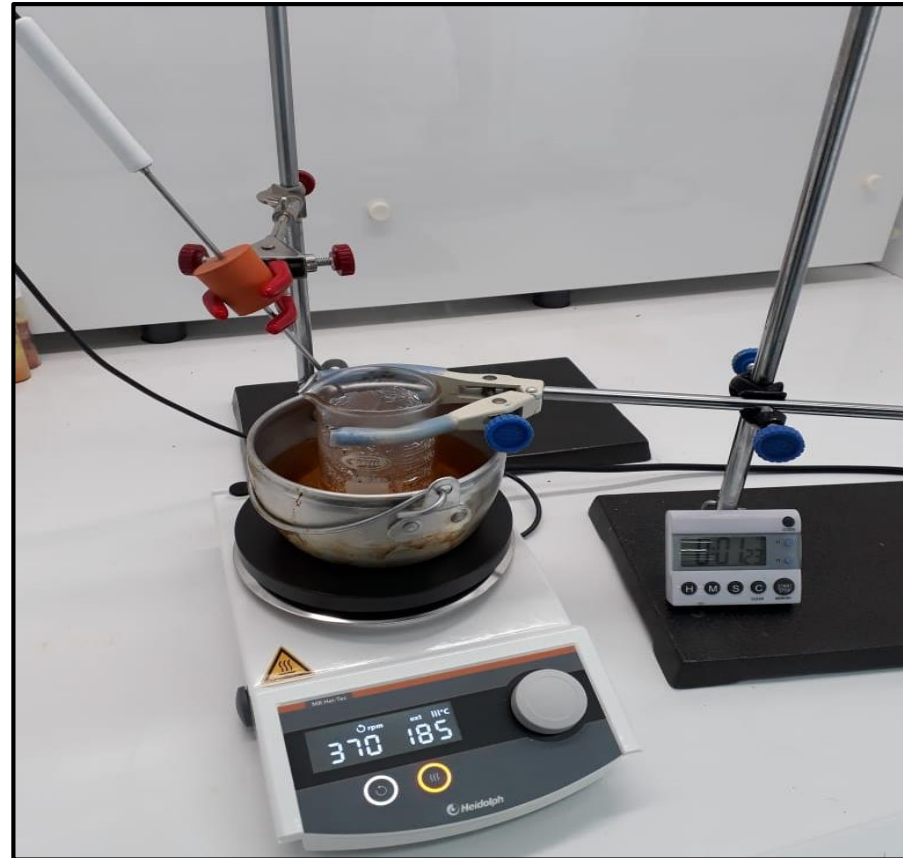
**INTRODUCCIÓN**

**METODOLOGÍA**

**ANÁLISIS DE RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

# ELABORACIÓN DEL COPOLÍMERO





# ESPECTROFOTOMETRÍA



# PROPIEDADES MECÁNICAS



Dureza



Resistencia a la tracción  
y elongación final

# PROPIEDAD FÍSICA



Densidad

# PROPIEDADES TÉRMICAS



**DSC**

**Condiciones**

**Valores**

Calentamiento

Dinámico

Atmósfera

Nitrógeno

Velocidad de calentamiento

10 °C/min

Temperatura de inicio

-20 °C

Temperatura de finalización

220 °C

# PROPIEDADES TÉRMICAS



TGA

| Etapa   | Condiciones  |
|---------|--|
| Etapa 1 | Temperatura inicial del horno a 25 °C, en una atmosfera de N <sub>2</sub> .    |
| Etapa 2 | Calentar el horno de 25 °C a 600 °C a 10 °C/min.                               |
| Etapa 3 | Sustituir la atmosfera de N <sub>2</sub> por aire a una temperatura de 600 °C. |
| Etapa 4 | Calentar el horno de 600 °C a 750 °C a 10 °C/min.                              |
| Etapa 5 | Mantener la temperatura del horno a 750 °C durante 3 min.                      |
| Etapa 6 | Disminuir la temperatura del horno hasta alcanzar los 40 °C.                   |

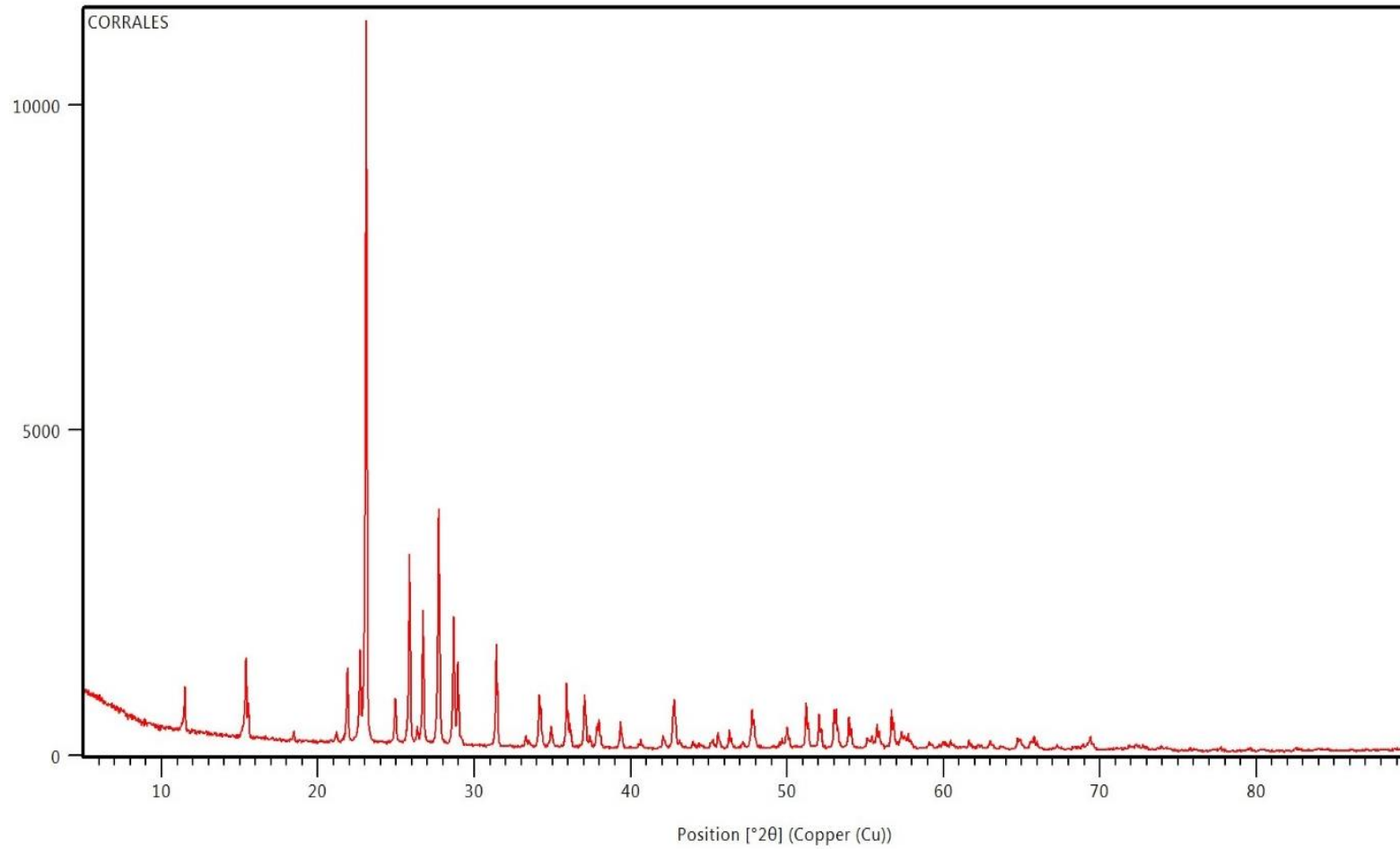
INTRODUCCIÓN

METODOLOGÍA

**ANÁLISIS DE RESULTADOS**

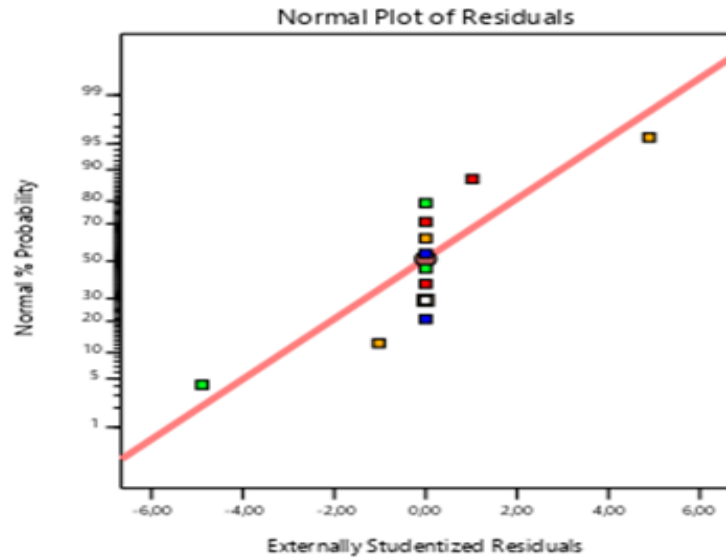
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

# DIFRACCIÓN DE RAYOS X

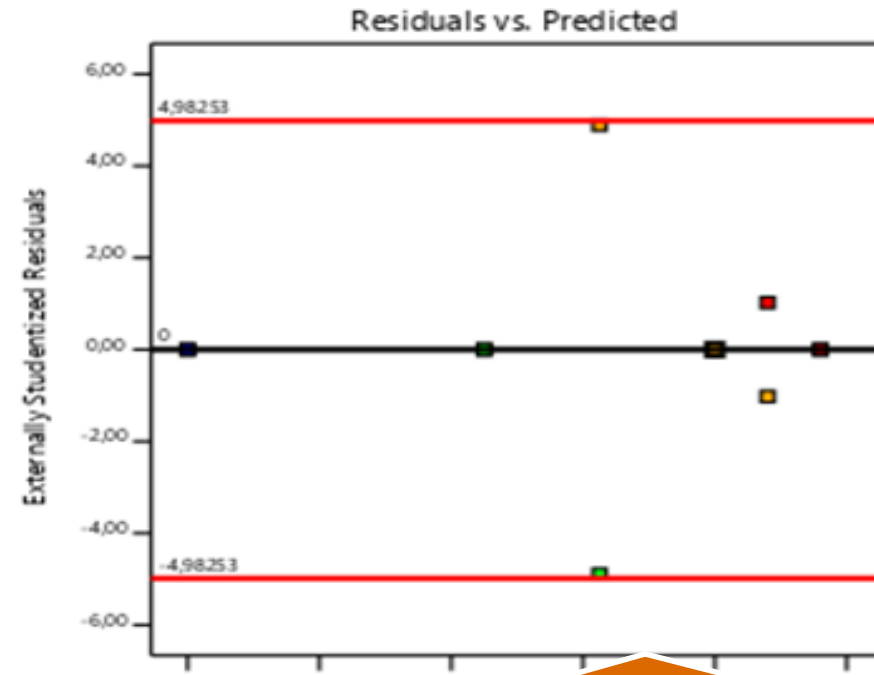


| Posición 2θ |  |
|-------------|--|
| 11,5        |  |
| 15,5        |  |
| 21,9        |  |
| 22,7        |  |
| 25          |  |
| 26          |  |
| 26,8        |  |
| 27,8        |  |
| 28,9        |  |
| 29          |  |
| 31,4        |  |
| 34,1        |  |
| 36          |  |
| 37,1        |  |
| 38          |  |
| 39,5        |  |
| 42,9        |  |
| 47,9        |  |
| 50          |  |

# DISEÑO FACTORIAL MULTINIVEL



Normalidad



Residuales



# ANÁLISIS DE VARIANZA

| Origen                               | Suma de Cuadrados | G. L.     | Media Cuadrática | F-Valor | p-Valor |              |
|--------------------------------------|-------------------|-----------|------------------|---------|---------|--------------|
| <b>Modelo</b>                        | 12578,42          | 5         | 2515,68          | 20,38   | 0,0011  | Significante |
| <b>A-(%P/P) ADITIVO</b>              | 4,08              | 1         | 4,08             | 0,0331  | 0,8617  |              |
| <b>B-TEMPERATURA</b>                 | 2927,17           | 2         | 1463,58          | 11,86   | 0,0082  | Significante |
| <b>AB</b>                            | 9647,17           | 2         | 4823,58          | 39,08   | 0,0004  | Significante |
| <b>RESIDUAL</b>                      | 740,5             | 6         | 123,42           |         |         |              |
| <b>TOTAL</b>                         | <b>13318,92</b>   | <b>11</b> |                  |         |         |              |
| <b>R2</b>                            | 0,9444            |           |                  |         |         |              |
| <b>R2 Ajustado</b>                   | 0,8981            |           |                  |         |         |              |
| <b>Desviación estándar</b>           | 11,11             |           |                  |         |         |              |
| <b>Media</b>                         | 841,92            |           |                  |         |         |              |
| <b>Coefficiente de variación (%)</b> | 1,32              |           |                  |         |         |              |

# INTERACCIÓN DE LOS FACTORES

Design-Expert® Software  
Factor Coding: Actual

LONGITUD DE ONDA (nm)

● Design Points

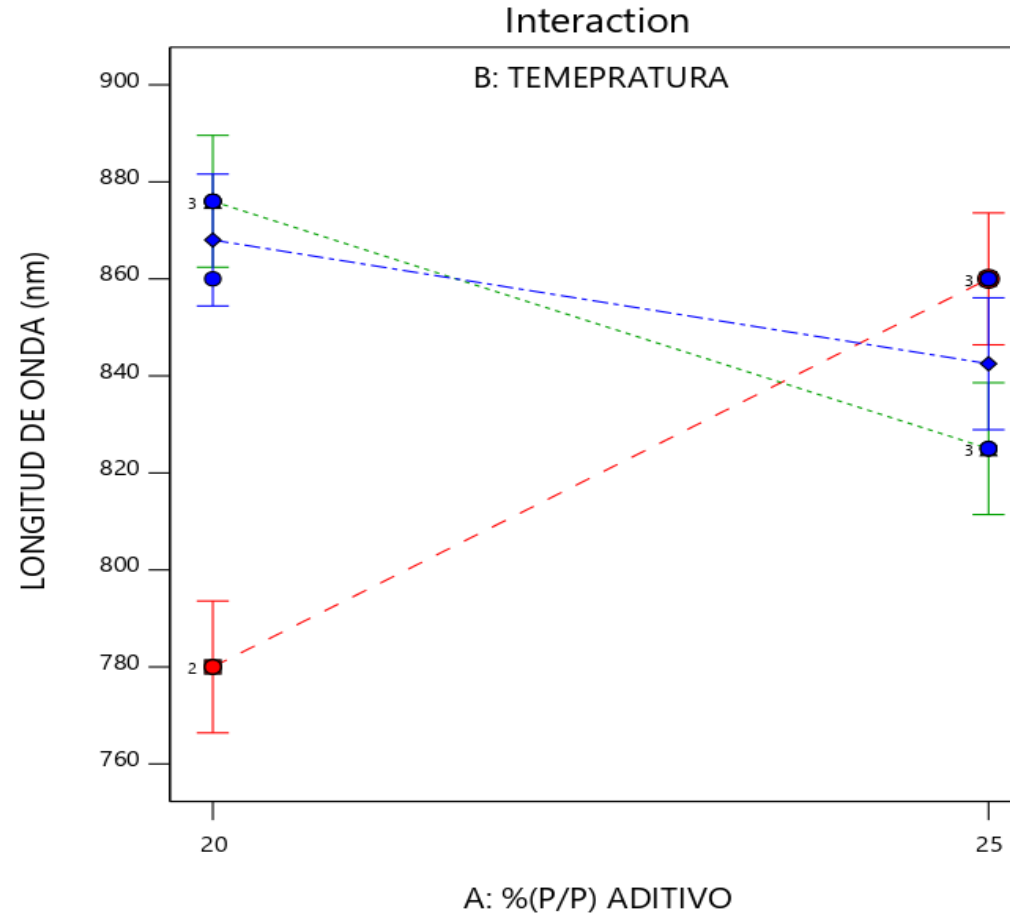
X1 = A: %(P/P) ADITIVO

X2 = B: TEMEPRATURA

■ B1 185

▲ B2 190

◆ B3 195



# CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

|           | % P/P - T | ONSET (°C) | TG (°C) | ENDSET (°C) |
|-----------|-----------|------------|---------|-------------|
| <b>C1</b> | 20;185    | -2,935     | 1,405   | 4,735       |
| <b>C2</b> | 20;190    | 2,29       | 9,23    | 10,555      |
| <b>C3</b> | 20;195    | 2,865      | 8,74    | 13,015      |
| <b>C4</b> | 25;185    | 8,49       | 14,255  | 16,68       |
| <b>C5</b> | 25;190    | 9,765      | 15,175  | 19,53       |
| <b>C6</b> | 25;195    | 7,92       | 14,255  | 18,72       |

T<sub>g</sub>

# *CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO*

|           | <b>% P/P - T</b> | <b>ONSET (°C)</b> | <b>TM (°C)</b> | <b>ENDPOINT (°C)</b> |
|-----------|------------------|-------------------|----------------|----------------------|
| <b>C1</b> | 20;185           | 109,005           | 113,35         | 115,505              |
| <b>C2</b> | 20;190           | 102,865           | 106,695        | 108,57               |
| <b>C3</b> | 20;195           | 101,66            | 109,2          | 112,785              |

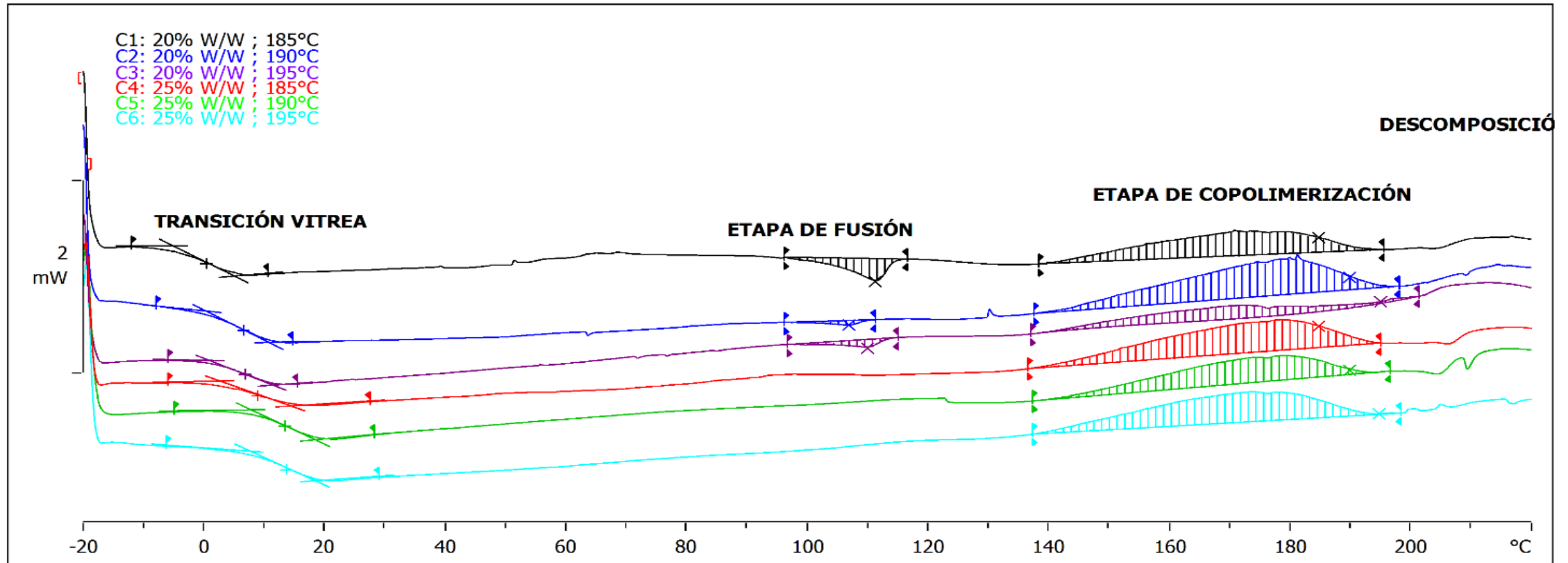
**T<sub>m</sub>**

# CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

^exo

TERMOGRAMA COMPARATIVO

19.06.2019 14:10:31



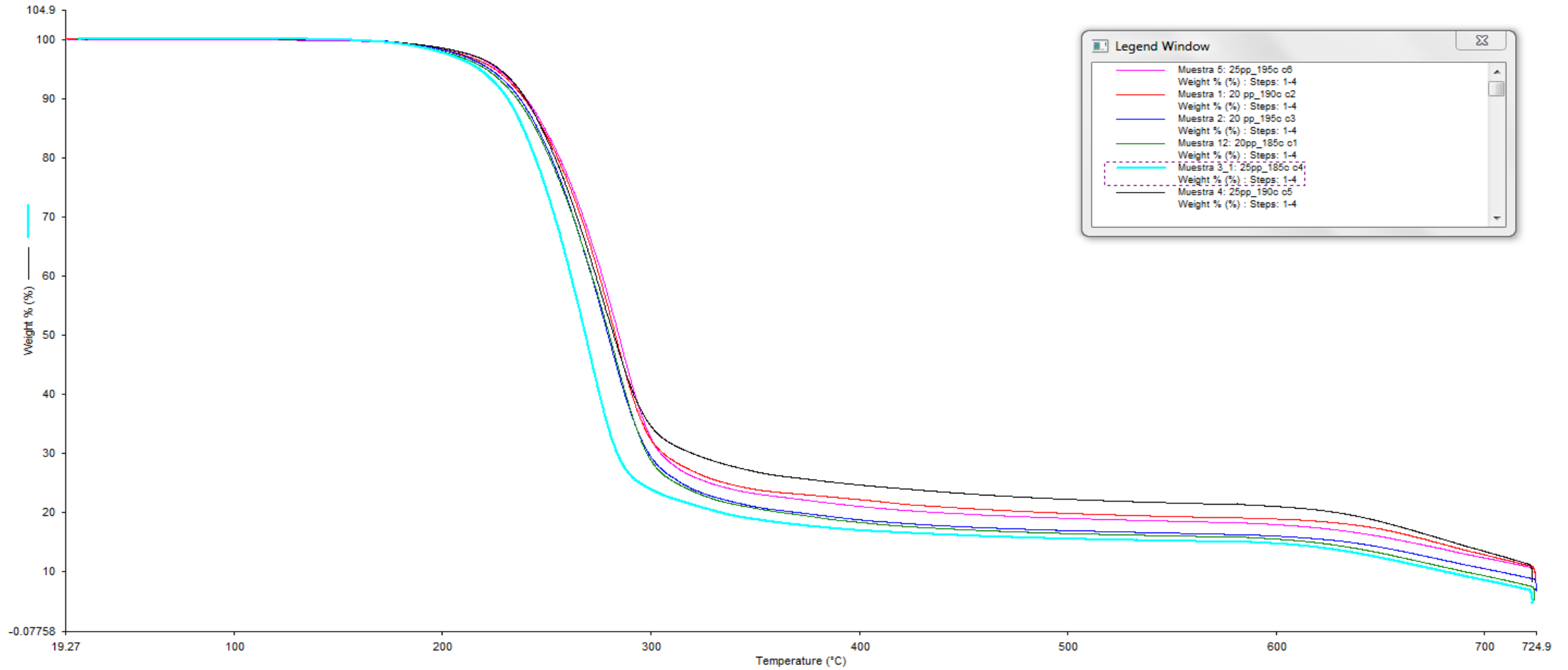
Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE-Latacunga: METTLER

STAR® SW 13.00



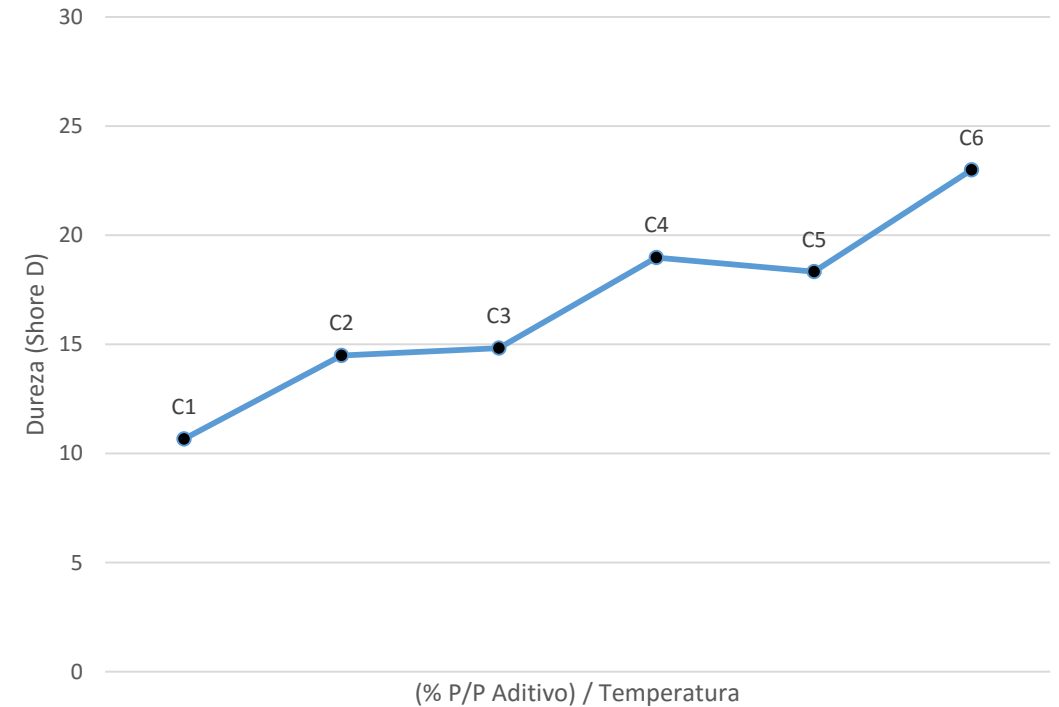
**ESPE**  
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS  
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

# ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO



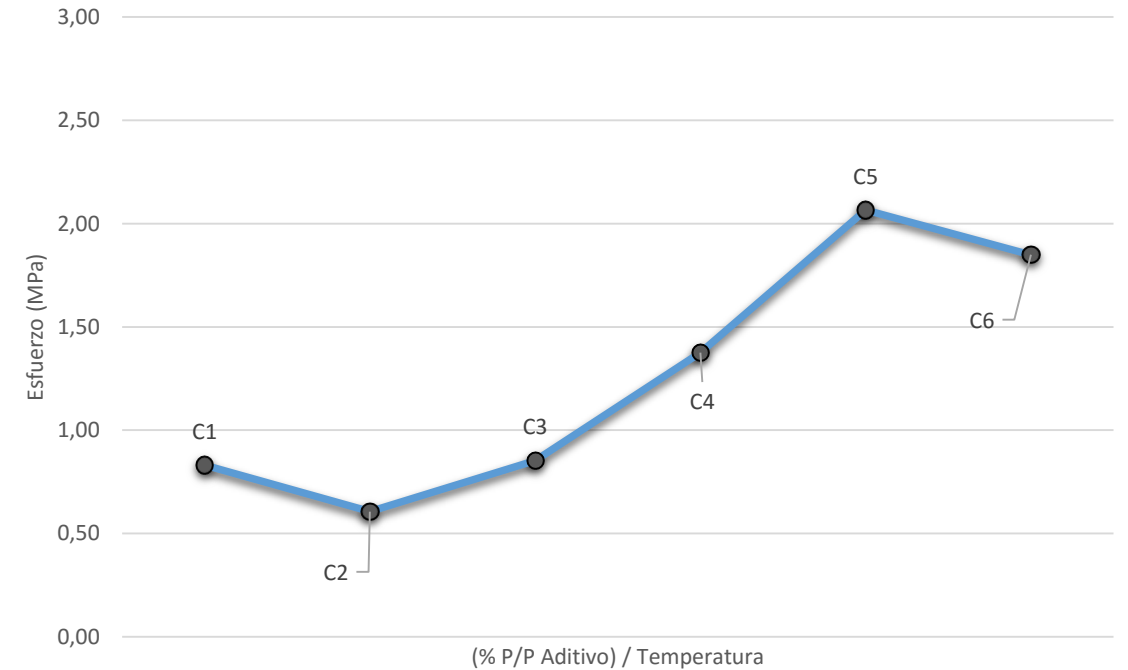
# DUREZA

|           | % P/P ;<br>T | Dureza<br>(Shore D) | Desviación<br>Estándar | Margen de<br>Error (95%) |
|-----------|--------------|---------------------|------------------------|--------------------------|
| <b>C1</b> | 20;185       | 10,6560224          | 0,516397779            | 0,413196688              |
| <b>C2</b> | 20;190       | 14,4913767          | 0,547722558            | 0,43826127               |
| <b>C3</b> | 20;195       | 14,8285057          | 0,40824829             | 0,326660664              |
| <b>C4</b> | 25;185       | 18,9824399          | 0,894427191            | 0,715677657              |
| <b>C5</b> | 25;190       | 18,3273442          | 0,516397779            | 0,413196688              |
| <b>C6</b> | 25;195       | 22,9927479          | 0,632455532            | 0,506060525              |



# ESFUERZO A LA TRACCIÓN

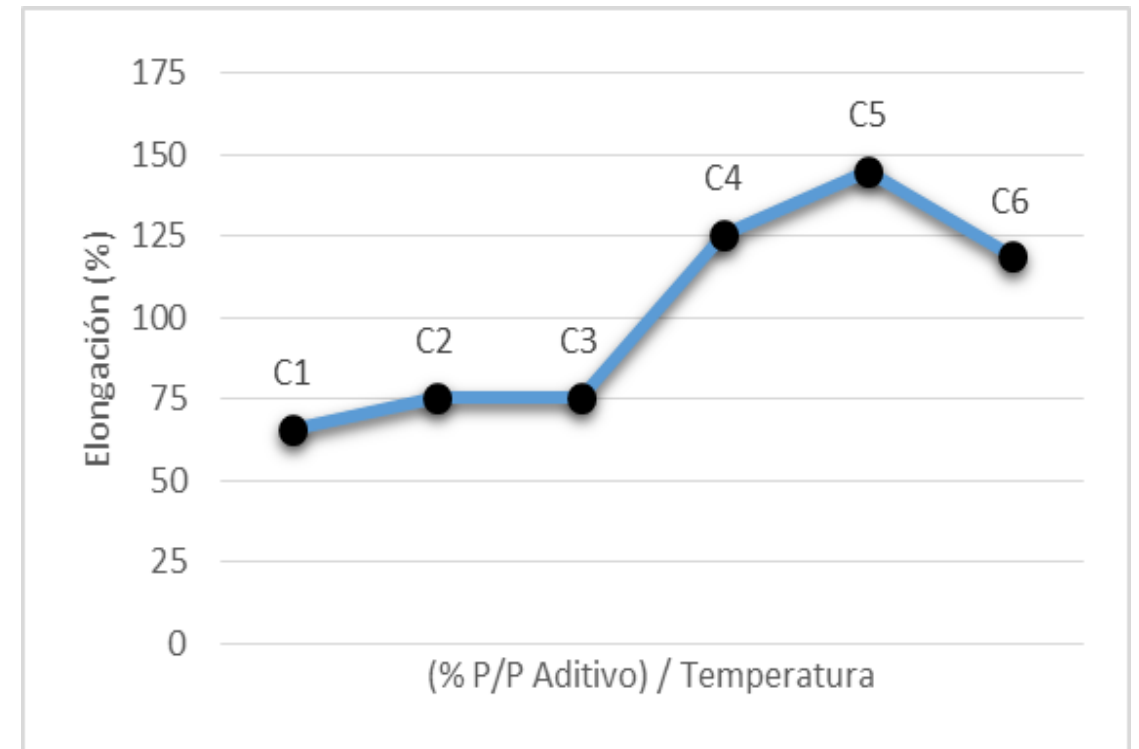
|           | % P/P ;<br>T | Esfuerzo<br>(MPa) | Desviación<br>Estándar | Margen de Error<br>(95%) |
|-----------|--------------|-------------------|------------------------|--------------------------|
| <b>C1</b> | 20;185       | 0,831320069       | 0,026735707            | 0,037053119              |
| <b>C2</b> | 20;190       | 0,606195632       | 0,017366543            | 0,024068358              |
| <b>C3</b> | 20;195       | 0,852645666       | 0,019311086            | 0,026763308              |
| <b>C4</b> | 25;185       | 1,375142931       | 0,023695148            | 0,032839197              |
| <b>C5</b> | 25;190       | 2,065517644       | 0,004412346            | 0,006115088              |
| <b>C6</b> | 25;195       | 1,848793335       | 0,029373216            | 0,040708452              |





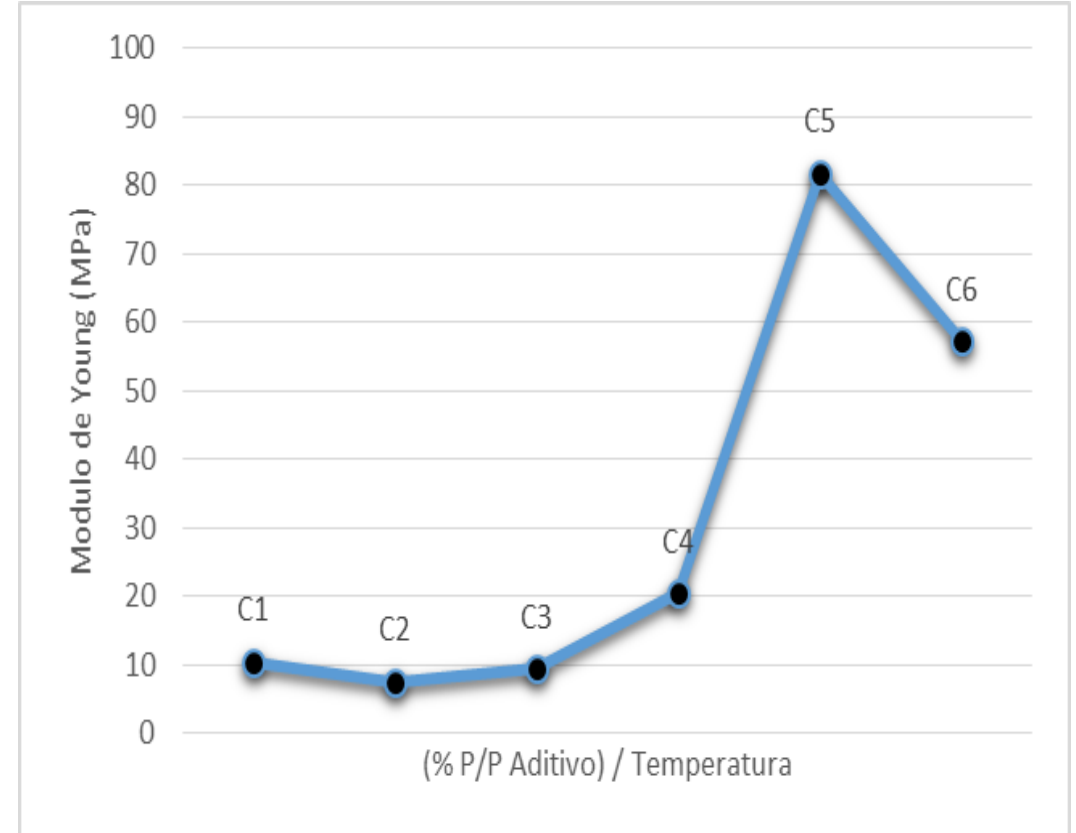
# PORCENTAJE DE ELONGACIÓN

|    | % P/P ; T | %<br>Elongación | Desviación<br>Estándar | Margen de<br>Error<br>(95%) |
|----|-----------|-----------------|------------------------|-----------------------------|
| C1 | 20;185    | 65,69400184     | 3,217459551            | 4,459089496                 |
| C2 | 20;190    | 75,6300329      | 3,382346293            | 4,687606663                 |
| C3 | 20;195    | 75,40235932     | 4,44297818             | 6,157540452                 |
| C4 | 25;185    | 125,577585      | 8,06442556             | 11,17651823                 |
| C5 | 25;190    | 144,9638347     | 80,25650653            | 111,2277993                 |
| C6 | 25;195    | 118,7907018     | 15,17687579            | 21,0336902                  |



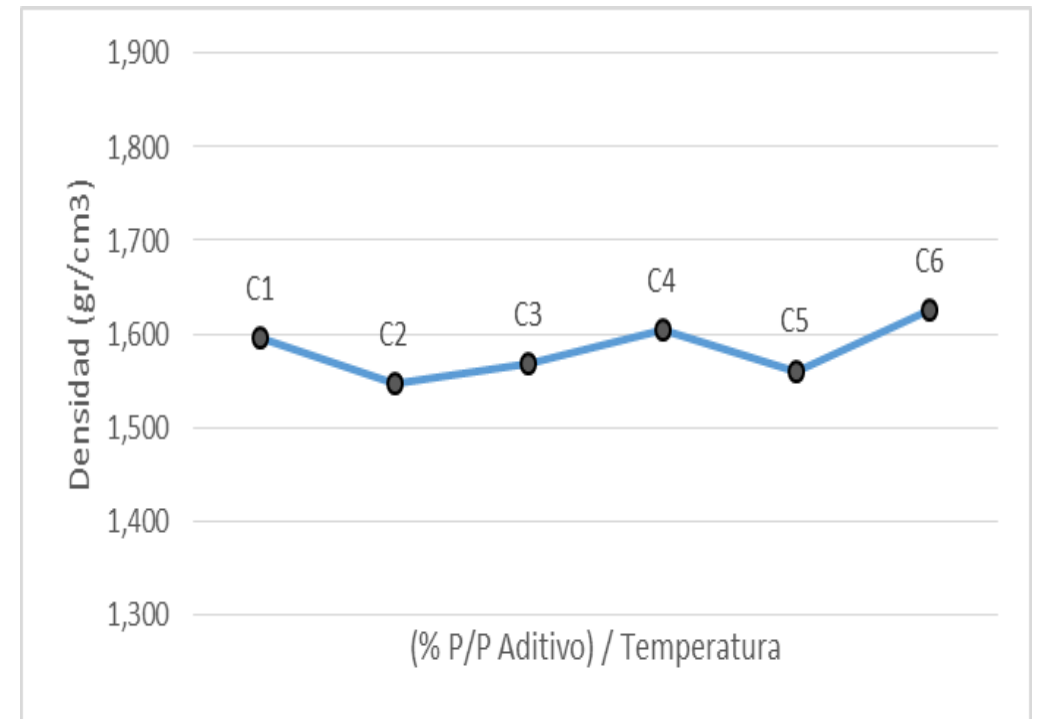
# MÓDULO DE YOUNG

|           | % P/P ;<br>T | Módulo de<br>Young (MPa) | Desviación<br>Estándar | Margen de<br>Error (95%) |
|-----------|--------------|--------------------------|------------------------|--------------------------|
| <b>C1</b> | 20;185       | 10,39844219              | 0,254558441            | 0,352793517              |
| <b>C2</b> | 20;190       | 7,539456214              | 1,87383297             | 2,59695228               |
| <b>C3</b> | 20;195       | 9,303037138              | 0,509116882            | 0,705587034              |
| <b>C4</b> | 25;185       | 20,33240271              | 0,459619408            | 0,636988295              |
| <b>C5</b> | 25;190       | 81,77714901              | 16,94227848            | 23,48036853              |
| <b>C6</b> | 25;195       | 57,23471674              | 1,534421715            | 2,126560923              |



# DENSIDAD

|           | % P/P<br>; T | Densidad<br>(g/cm <sup>3</sup> ) | Desviación<br>Estándar | Intervalo de<br>confianza (95%) |
|-----------|--------------|----------------------------------|------------------------|---------------------------------|
| <b>C1</b> | 20;185       | 1,5959                           | 0,0021                 | 0,0017                          |
| <b>C2</b> | 20;190       | 1,5461                           | 0,0003                 | 0,0002                          |
| <b>C3</b> | 20;195       | 1,5679                           | 0,0015                 | 0,0012                          |
| <b>C4</b> | 25;185       | 1,6035                           | 0,0028                 | 0,0023                          |
| <b>C5</b> | 25;190       | 1,5603                           | 0,0012                 | 0,0009                          |
| <b>C6</b> | 25;195       | 1,6247                           | 0,0004                 | 0,0003                          |



**INTRODUCCIÓN**

**METODOLOGÍA**

**ANÁLISIS DE RESULTADOS**

**CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

## CONCLUSIONES

- Mediante el análisis de Difracción de Rayos X (XRD) se compararon los picos más representativos de las posiciones  $2\theta$  del difractograma de azufre elemental de la Refinería Esmeraldas con difractogramas de azufre realizados en investigaciones anteriores y se determinó que el azufre elemental de la Refinería Esmeraldas es 99.9% puro.
- Se utilizó el azufre elemental como materia prima en la elaboración del copolímero. Sin embargo, para desarrollar poli-(azufre-r-diisopropenilbenceno), se aplicó calor al azufre elemental para efectuar la polimerización por apertura de anillo, y la copolimerización se inició al agregar 1,3-diisopropenilbenceno. El proceso de copolimerización finalizó al obtener una mezcla muy viscosa de color rojizo y se produjo la solidificación del copolímero de manera inmediata.

## CONCLUSIONES

- La longitud de onda que presenta el copolímero depende significativamente de la variación de la temperatura y la interacción entre los factores A: relación másica y B: temperatura. Por lo tanto en función del diseño experimental se determina que el copolímero C2 trasmite la mayor longitud de onda infrarroja a una relación másica del 20% de aditivo y a una temperatura de 190°C.
- La dureza del copolímero es directamente proporcional a la relación masa/masa de aditivo añadido y directamente proporcional a la temperatura como se determinó en el copolímero C6 que presenta la mayor dureza a una temperatura de 195 °C y a una composición del 25 % masa/masa de aditivo.

## CONCLUSIONES

- El esfuerzo a la tracción que resiste el copolímero depende significativamente de la interacción de la relación masa/masa de aditivo y la temperatura, determinando un valor máximo de esfuerzo a la tracción de 2.065Mpa en el Copolímero C5.
- El copolímero C5 posee el mayor módulo de Young con respecto a los demás copolímeros. El módulo de Young depende significativamente de la relación masa/masa de aditivo y de la interacción entre la temperatura y la relación másica.
- Mediante el análisis termogravimétrico se determina que alrededor de una temperatura de 200 °C los copolímeros empiezan a perder masa.

## CONCLUSIONES

- Los copolímeros C1, C2 y C3 presentan una estructura molecular semicristalina porque disponen de temperatura de transición vítrea, temperatura de fusión y proceso de copolimerización. De la misma manera se determinó que los copolímeros C4, C5 y C6 revelan una estructura molecular amorfa, por lo tanto presentan temperatura de transición vítrea y proceso de copolimerización.
- De acuerdo a la experimentación desarrollada se determina que es posible elaborar un copolímero químicamente estable a una relación másica mínima del 20% y a una temperatura mínima de 185 °C y máxima de 195 °C.



## CONCLUSIONES

- El análisis del diseño experimental demuestra que el copolímero poli-(azufre-r-diisopropenilbenceno) presenta una transmisión de longitud de onda característico del espectro infrarrojo y por lo tanto el polímero termoestable desarrollado en este proyecto puede ser utilizado como materia prima para elaborar materiales de transmisión infrarroja.

## *RECOMENDACIONES*

- Desarrollar e investigar un material que permita desprender fácilmente el copolímero del molde.
- Elaborar el copolímero a 18 y 22% relación másica de aditivo para evaluar si se obtiene una mejor transmisión de longitud de onda.



*¡Gracias!*