



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

**“OBTENCIÓN DE UNA BASE LUBRICANTE
PARA USO AUTOMOTOR APLICANDO LOS
PRINCIPIOS DE LA QUÍMICA VERDE.”**

JONATHAN ANDRÉ ALVAREZ CHACÓN





INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

DESARROLLO EXPERIMENTAL

RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES



**Química
verde**



**Aceite de
Fusel**



**Aceites
Vegetales**



**Aceites
Lubricantes**





INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

DESARROLLO EXPERIMENTAL

RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

OBJETIVO GENERAL:

Obtener una base lubricante para uso automotor aplicando los principios de la química verde.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Determinar el contenido de ácido oléico en los aceites vegetales de palma, canola y girasol por medio de la técnica GC-MS.
- Cuantificar la cantidad de alcoholes amílicos en el aceite de fusel aplicando la técnica GC-MS.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Establecer el rendimiento de formación de la base lubricante a partir de los parámetros de temperatura, relación molar y cantidad de catalizador señalados en el diseño experimental.
- Determinar las propiedades físico-químicas de las bases lubricantes aplicando la norma NTE INEN 2029.
- Comparar las propiedades físico-químicas de las bases lubricantes con un aceite mineral, aplicando la norma INEN 2029 y la prueba de estabilidad oxidativa.
- Aplicar la norma ASTM D 130 para determinar la tendencia a la corrosión de piezas metálicas.



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

DESARROLLO EXPERIMENTAL

RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

FASE I: Caracterización y Preparación de los reactivos.

1) **Densidad** → Método del picnómetro a 20°C.

2) **Deshidratación** → Tratamiento con una solución salina al 35% NaCl.

→ Separación de las fases (acuosa y orgánica) por decantación.

→ Separación por rotavapor.



METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

ACEITE DE FUSEL

FASE I: Caracterización y Preparación de los reactivos.

3) Contenido de alcoholes amílicos.

Técnica GC/MS → Cualitativa y cuantitativa.

Parámetro	Condición
Gas Portador	Helio; caudal 1.5 mL/min.
Temperatura del Horno	40°C - 80°C a 15°C/min
Temperatura de inyector o detector	250°C
Relación de división	1
Volumen de muestras	1.8 mL de muestra en acetona.
Espectrómetro de masas	Retraso de disolvente de 2 min.
Método de integración	Desde 2 min hasta 4 min.

Muestras se secaron con:
Sulfato de sodio anhidro

Centrifuga.

Se preparó una curva de calibración.

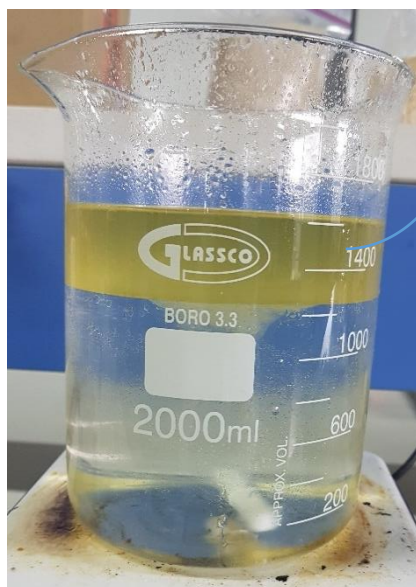
Columna: Capilar Zebron™
ZB-5MS 30 m x 0.25mm x 250
µm de espesor de película.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

FASE I: Caracterización y Preparación de los reactivos.

1) **Densidad** → Método del picnómetro a 20°C.

2) **Rxn de hidrólisis**

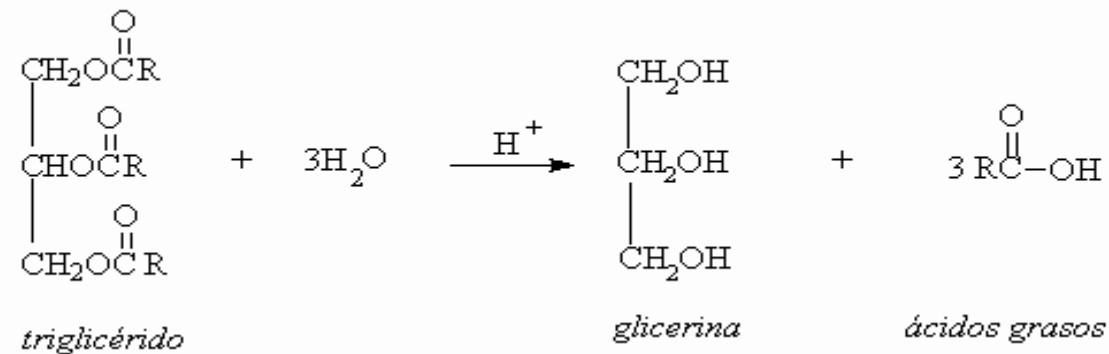


Ácidos grasos

T=120°C.



ACEITES VEGETALES



Separación de fases.

Retiro de catalizador con agua destilada.

→ 6 veces.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

FASE I: Caracterización y Preparación de los reactivos.

3) Contenido de ácidos grasos

Técnica GC/MS → Cualitativa y cuantitativa.

Parámetro	Condición
Gas Portador	Helio; caudal 1.5 mL/min.
Temperatura del Horno	120°C - 300°C a 10°C/min
Temperatura de inyector o detector	250°C
Relación de división	1:10
Volumen de inyección	1 µL
Espectrómetro de masas	Retraso de disolvente de 4.5 min.
Método de integración	Desde 4.5 min hasta 15 min.

ACEITES VEGETALES

Preparación de muestras.

Aceite de canola.

- 0.5 mL de aceite.
- 0.5 mL de metóxido de sodio 2M.
- 2 mL de n-hexano.

Aceites de palma y girasol.

- 0.25 mL de aceite.
- 0.5 mL de metóxido de sodio 1M.
- 2 mL de n-hexano.

100 µL en acetona.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

FASE II: Síntesis de las bases lubricantes.

Ácidos grasos
de los aceites
vegetales

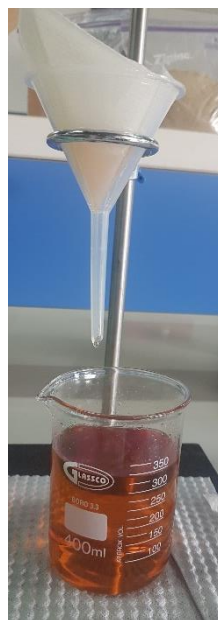
+

Aceite de fusel
deshidratado

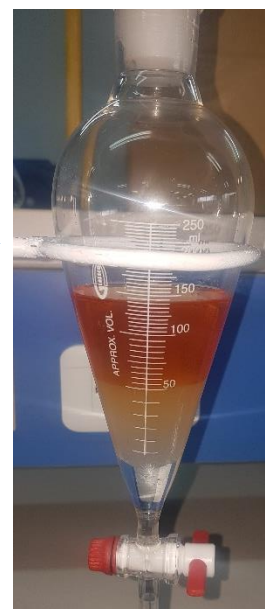
Volumen
de 500 mL



Reactor



Filtración



Retiro de catalizador



Purificación

Condiciones de reacción
de esterificación de
Fischer-Speier.

T=90°C.
Tiempo= 120 min.
Relación molar 1:2
Presión atmosférica.
1.25% de catalizador.
50% de desecante.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

FASE III: Caracterización físico-química de las bases lubricantes.

Norma NTE INEN 2029: Bases lubricantes. Requisitos.

1) Viscosidad Cinemática

Norma NTE INEN 810: Método de viscosímetro capilar.

2) Índice de viscosidad

Norma ASTM D 2270: Método de ecuaciones.

3) Punto de Inflamación

Norma NTE INEN 808: Método de copa Cleveland cerrada.

4) Punto de escurrimiento

Norma NTE INEN 1982: Método de observación de fluidez.

5) Color ASTM

Norma ASTM D 1500: Método por carta de colores.

6) Acidez total

Norma ASTM D 974: Método de valoración.

7) Contenido de Cenizas

Norma ASTM D 482: Método de carbonización.

8) Contenido de Agua

Norma ASTM D 95: Método por destilación.

9) Poli cíclicos Aromáticos

Norma NT IP 346: Método de extracción por DMSO.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

FASE III: Caracterización físico-química de las bases lubricantes.

1) Densidad a 20°C

Método de picnómetro.

2) Estabilidad oxidativa

Método de DSC (Calorimetría diferencial de barrido).

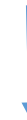
3) Tendencia a la corrosión

Norma ASTM D 130: Método de la lámina de cobre.

4) Contenido de ésteres

Método por GC/MS.

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{masa del Oleato de isoamilo (gr)}}{\text{masa del aceite empleado (gr)}} * 100$$



$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Concen. del Oleato de isoamilo} \left(\frac{\text{gr}}{\text{mL}} \right)}{\text{Densidad del aceite} \left(\frac{\text{gr}}{\text{mL}} \right)} * 100$$



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

DESARROLLO EXPERIMENTAL

RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

RESULTADOS

DENSIDAD

La tendencia para los aceites vegetales está comprendida entre 0.9134 a 0.9172 gr/mL y para el aceite de fusel de 0.808 gr/mL.

Las densidades de las bases lubricantes coinciden con el valor de densidad reportado por la investigación y con el aceite comercial.

Código de Aceite	Densidad (gr/mL)
AGR1	0,8685
AGR2	0,8685
AGR3	0,8686
ACR1	0,8675
ACR2	0,8678
ACR3	0,8678
APR1	0,8618
APR2	0,8615
APR3	0,8617
5W40	0,86
Bio-Lubricant	0,864

No existe variación significativa.

RESULTADOS

VISCOSIDAD CINEMÁTICA

Código de Aceite	Temperatura	Viscosidad Cinemática (cSt)			Viscosidad Promedio (cSt)
		R1	R2	R3	
APR1	100	2.3464	2.3536	2.3496	2.3499
APR2	100	2.3501	2.3576	2.3473	2.3517
APR3	100	2.3483	2.3557	2.3489	2.3510
AGR1	100	2.2967	2.3075	2.3017	2.3020
AGR2	100	2.31382	2.3070	2.3105	2.3104
AGR3	100	2.3059	2.3070	2.3108	2.3079
ACR1	100	2.2821	2.2917	2.2907	2.2882
ACR2	100	2.2787	2.2957	2.2876	2.2873
ACR3	100	2.2860	2.2805	2.2874	2.2846
5W40	100	-----	-----	-----	14.2
Bio-Lubricant	100	-----	-----	-----	2.28

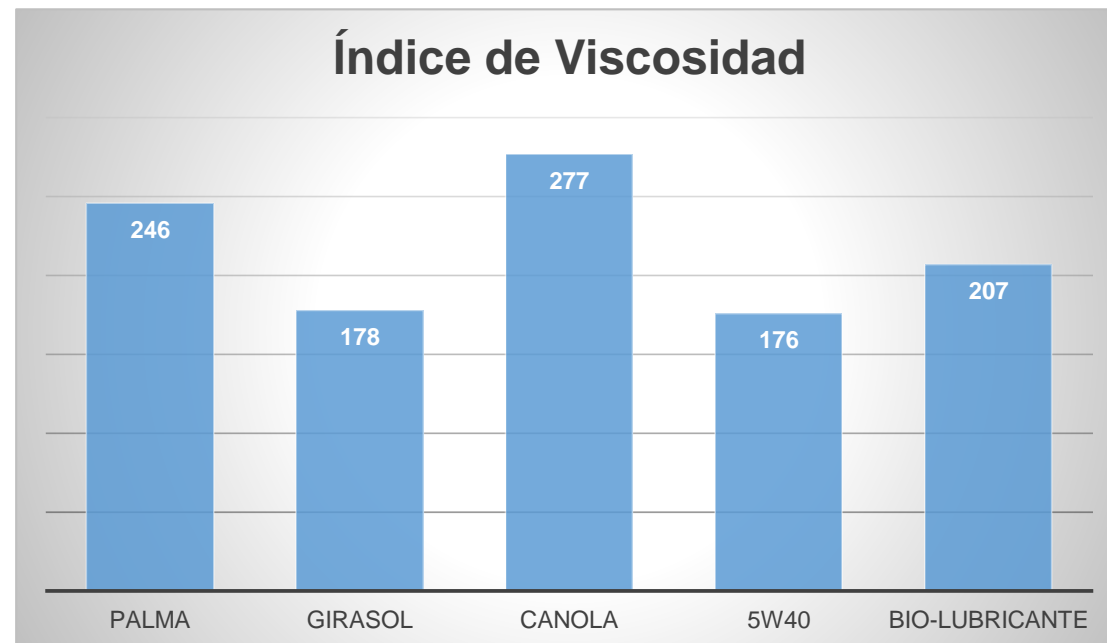
Las bases lubricantes obtenidas de los aceites vegetales cumplen con la norma NTE INEN 2029, ya que los límites referenciales de la viscosidad se comprenden entre **2 a 6.1 cSt**, por lo que se ubican como bases lubricantes livianas.

ESPECIFICACION	UNIDAD	LIVIANA		MEDIA		PESADA		CILINDRO PARAFINICO		MÉTODO DE ENSAYO
		MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MÍN	MÁX	MIN	MÁX	
Viscosidad cinemática a 100°C.	cSt	2	6,1	>6,1	21,1	>21,1	40,1	>40,1	55	NTE INEN 810

RESULTADOS

ÍNDICE DE VISCOSIDAD

Código de Aceite	Índice de Viscosidad (VI)			Índice de Viscosidad Promedio
	R1	R2	R3	
APR1	247	251	245	248
APR2	256	253	251	253
APR3	237	242	236	238
AGR1	178	171	178	176
AGR2	182	178	182	181
AGR3	179	177	182	179
ACR1	275	275	281	277
ACR2	275	280	280	278
ACR3	276	272	276	275
Bio-Lub.	----	----	----	207
5W40	----	----	----	176

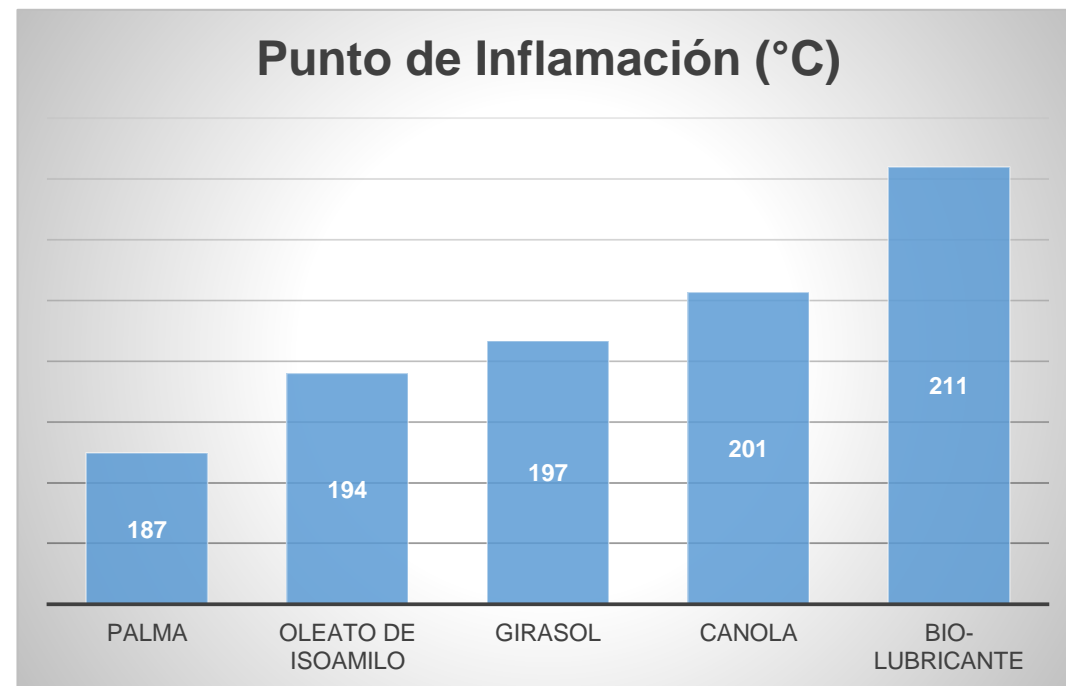


Las bases lubricantes obtenidas cumplen con el requisito de la norma INEN 2029, ya que el límite inferior del índice de viscosidad es 92.

RESULTADOS

PUNTO DE INFLAMACIÓN

Código de Aceite	Temperatura de Inflamación (°C)			Temperatura Promedio (°C)
	R1	R2	R3	
APR1	188	186	187	187.0
APR2	188	188	186	187.3
APR3	189	187	188	188.0
AGR1	197	198	197	197.3
AGR2	195	196	197	196.0
AGR3	197	197	196	196.7
ACR1	201	202	200	201.0
ACR2	201	200	200	200.3
ACR3	200	201	201	200.7
Bio-Lub	---	---	---	211
Oleato Isoamilo	---	---	---	>194
5W40	---	---	---	231



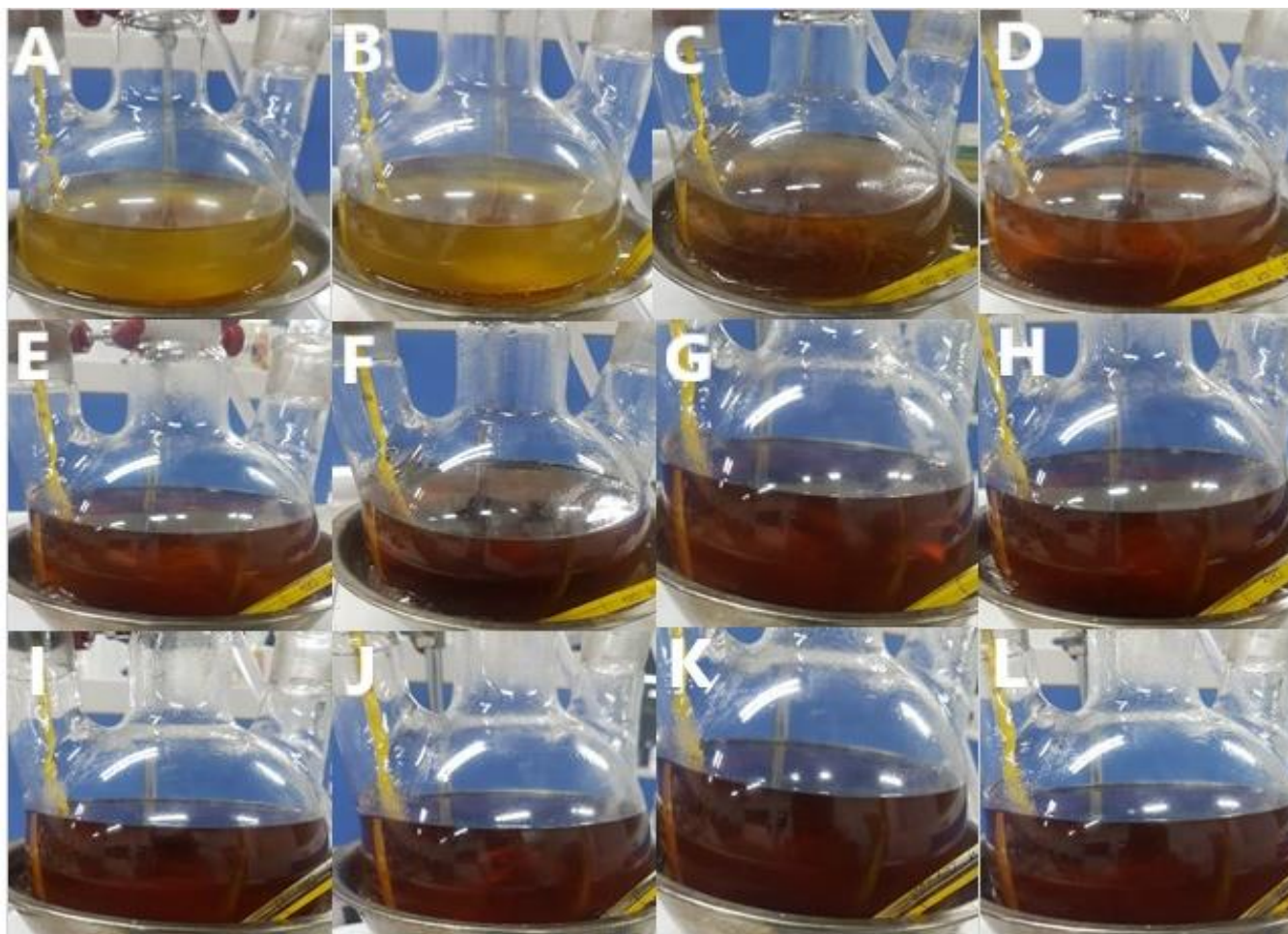
Las bases lubricantes obtenidas se ubican como bases lubricantes livianas ya que el rango mínimo del punto de inflamación es de 185°C.

RESULTADOS

COLOR ASTM

Código de Aceite	Color ASTM
APR1	L2
APR2	L2
APR3	L2
AGR1	2
AGR2	2
AGR3	2
ACR1	L2
ACR2	L2
ACR3	L2

Rango de la base lubricante liviana 1.5 a 2.



El color ASTM de las bases lubricantes cumple con el requisito de la norma INEN 2029.

RESULTADOS

PUNTO DE ESCURRIMIENTO

Código de Aceite	Temperatura de Esgurrimiento (°C)			Temperatura Promedio (°C)
	R1	R2	R3	
APR1	-17	-17	-18	-18
APR2	-18	-17	-17	-18
APR3	-17	-17	-18	-18
AGR1	-16	-15	-16	-15
AGR2	-15	-16	-15	-15
AGR3	-15	-16	-15	-15
ACR1	-21	-22	-21	-21
ACR2	-21	-20	-21	-21
ACR3	-22	-22	-21	-21
Bio-Lub	---	---	---	-27
Oleato Isoamilo	---	---	---	< -15
5W40	---	---	---	-38

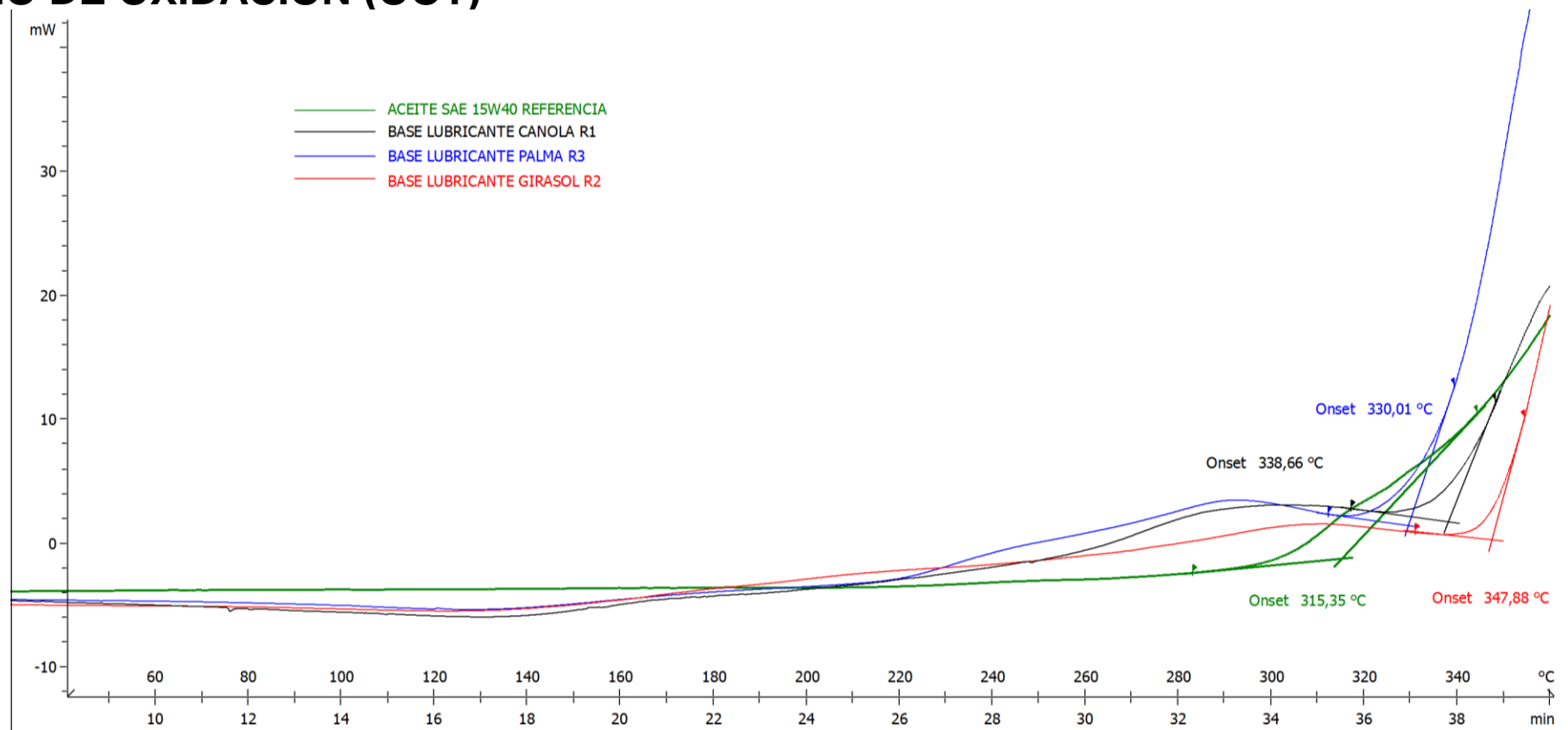
Las bases lubricantes obtenidas cumplen con el requisito de la norma INEN 2029, ya que el límite máxima para una base lubricante liviana es de -12°C.

Las bases lubricantes obtenidas se ubican como bases lubricantes livianas.

RESULTADOS

TEMPERATURA DE INICIO DE OXIDACIÓN (OOT)

Código de Aceite	Temperatura OOT (°C)
APR1	316.13
APR2	336.32
APR3	335.65
AGR1	348.80
AGR2	348.65
AGR3	348.94
ACR1	339.12
ACR2	342.38
ACR3	340.75
SAE 5W40	311.71



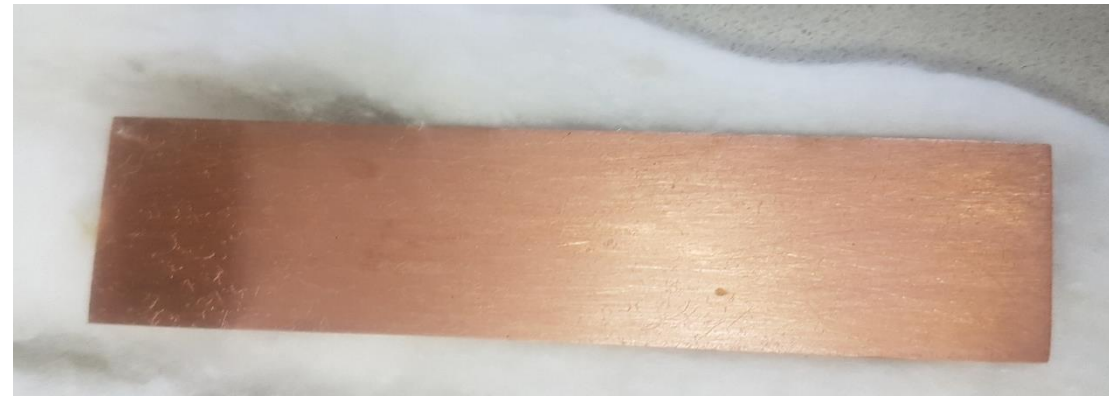
Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE-Latacunga: METTLER

STAR® SW 13.00

RESULTADOS

TENDENCIA A LA CORROSIÓN ASTM D 130

Código de Aceite	Corrosión de la lámina de cobre
APR1	1a
APR2	1a
APR3	1a
AGR1	1a
AGR2	1a
AGR3	1a
ACR1	1b
ACR2	1b
ACR3	1b
5W40	1b



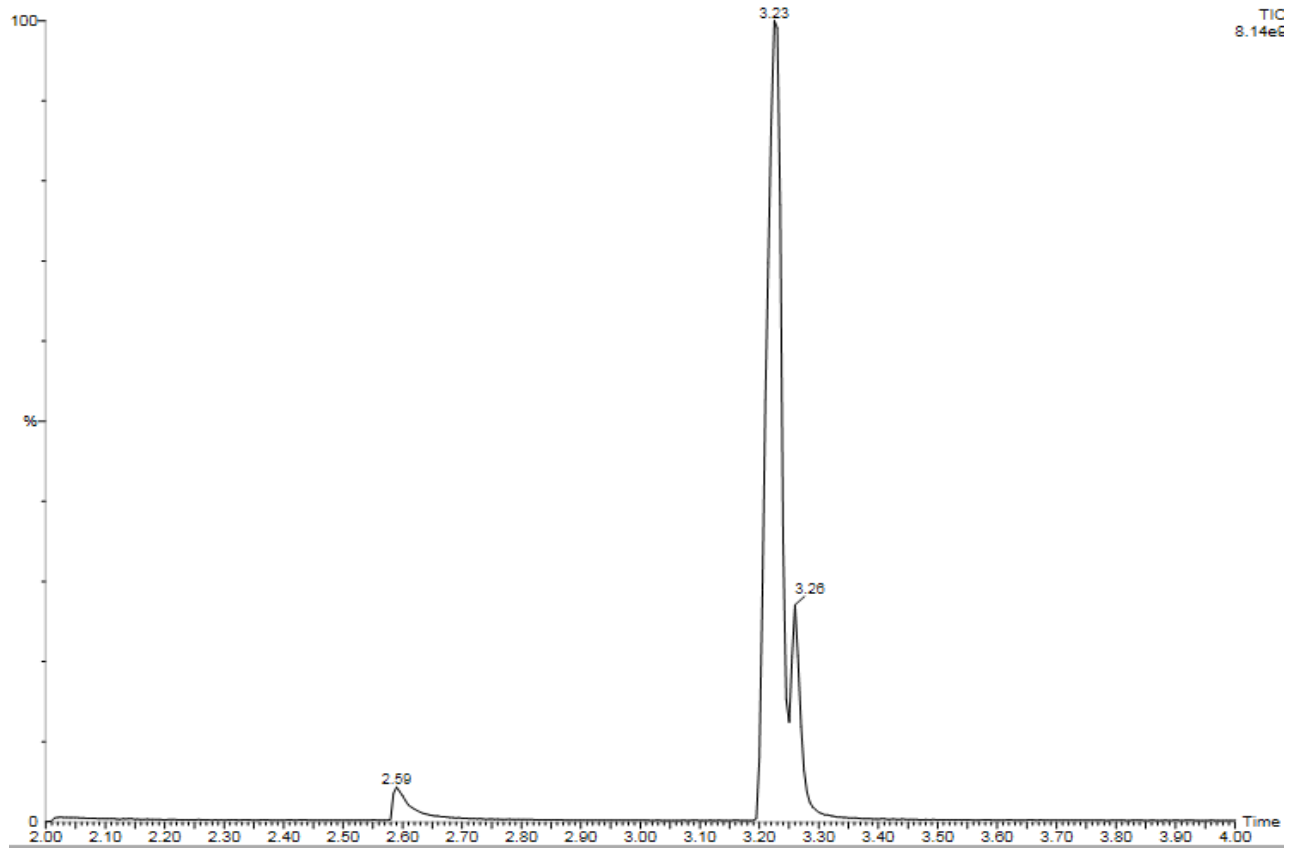
Las láminas de cobre muestran un ligera empañadura o tendencia a la corrosión.


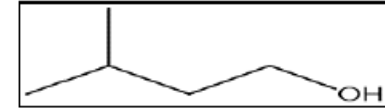



RESULTADOS

CONTENIDO DE ALCOHOL ISOAMÍLICO

Aceite de fusel deshidratado

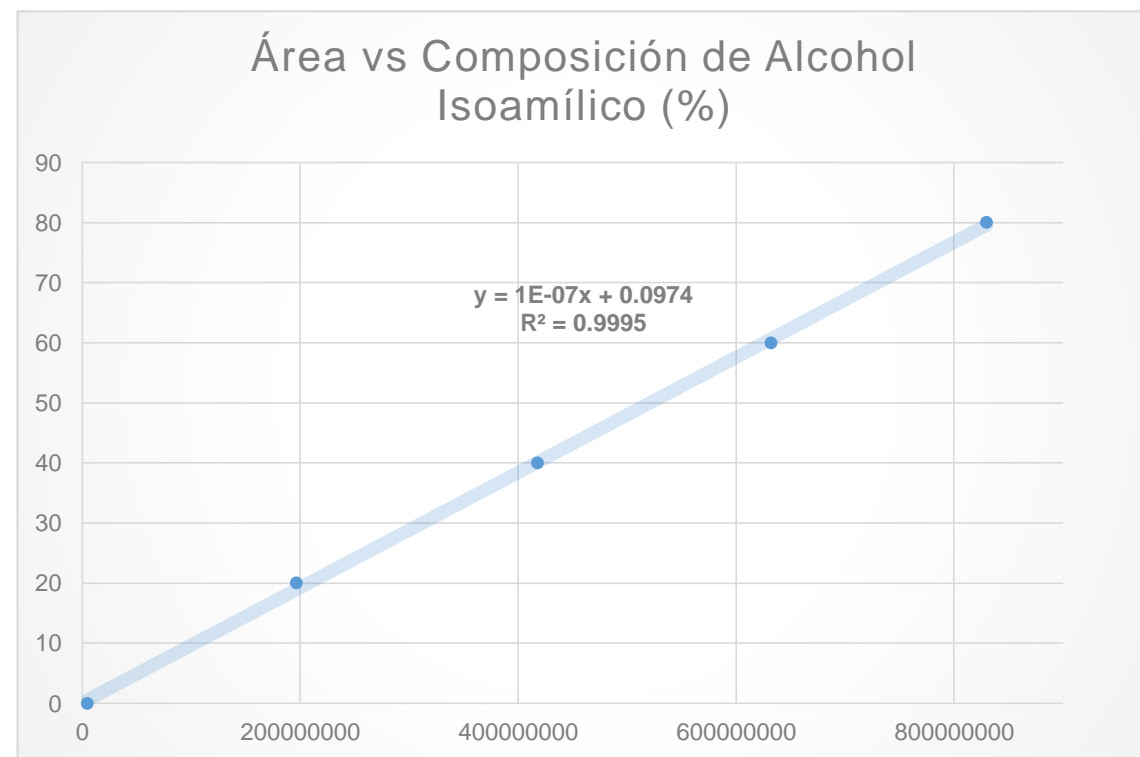
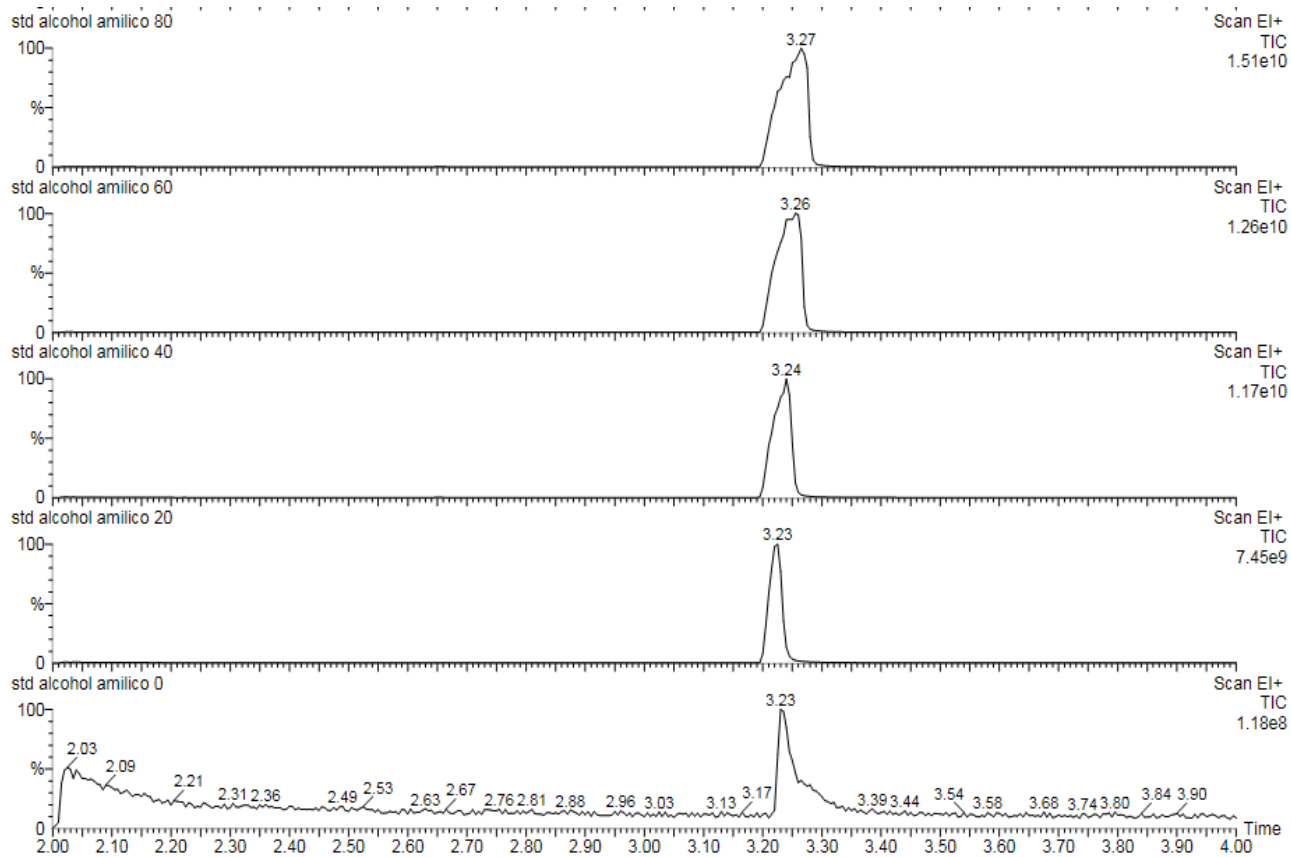


Pico	Tiempo de Retención	Componente identificado	Alcoholes del aceite de fusel
1	2.59	1 - butanol (C ₄ H ₁₀ O) 	Butanol
2	3.23	3-metil-1-butanol (C ₅ H ₁₂ O) 	Alcohol Isoamílico
3	3.26	2-metil-1-butanol (C ₅ H ₁₂ O) 	Alcohol Activo Amílico

RESULTADOS

CONTENIDO DE ALCOHOL ISOAMÍLICO

Curva de calibración

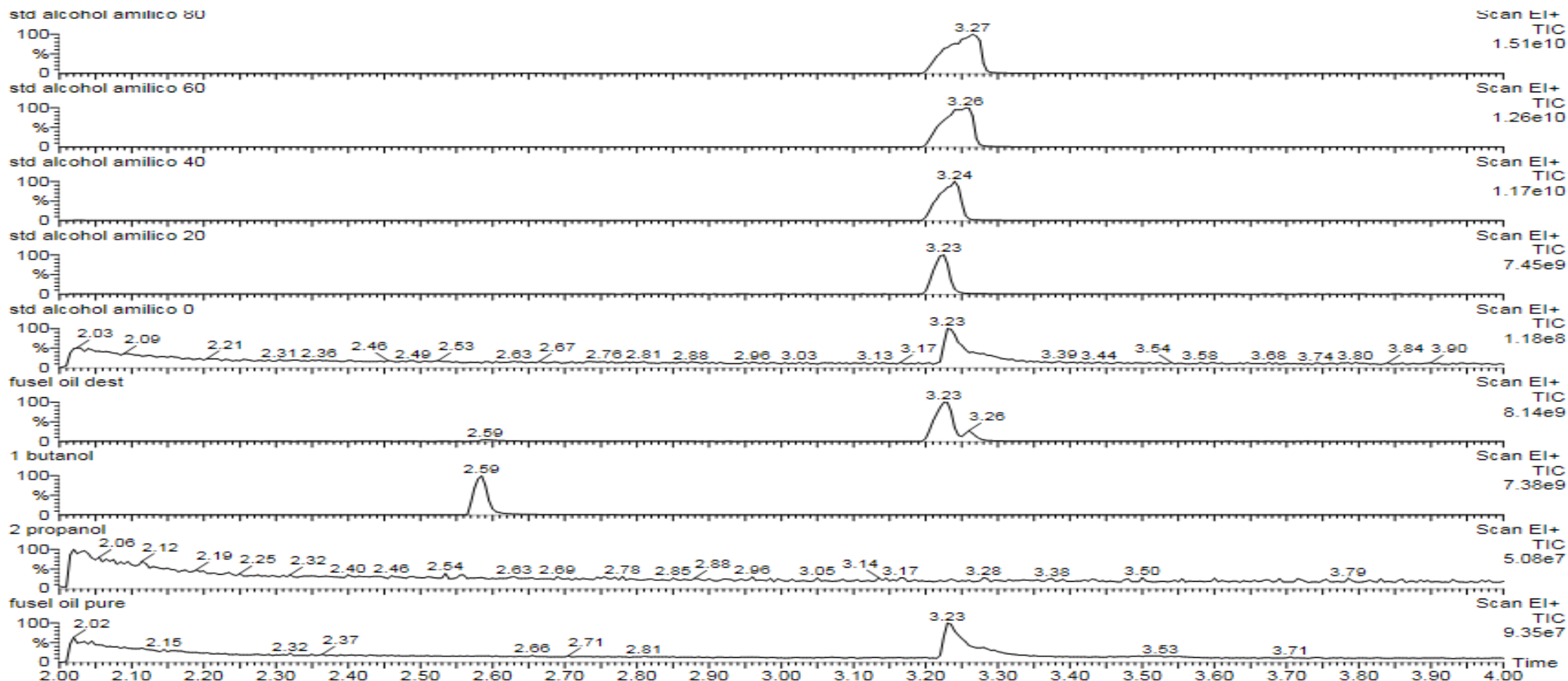


Área de fusel sin tratar = 287011914 → 28.8%

Área de fusel sin tratar = 893978092 → 89.49%

RESULTADOS

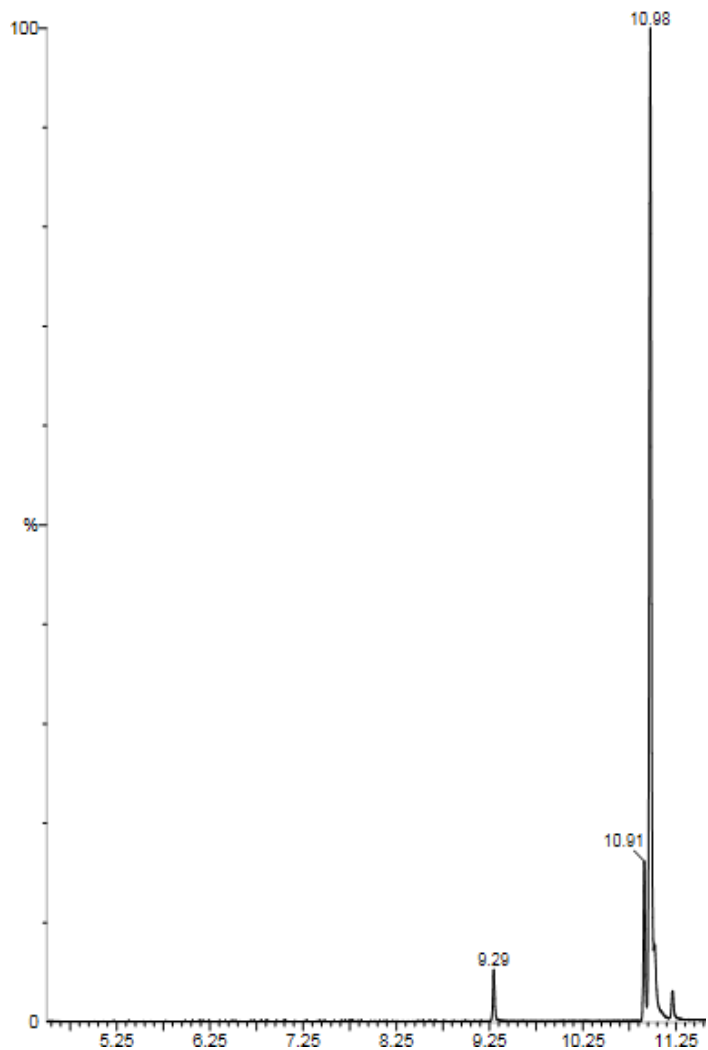
COMPARACIÓN TOTAL



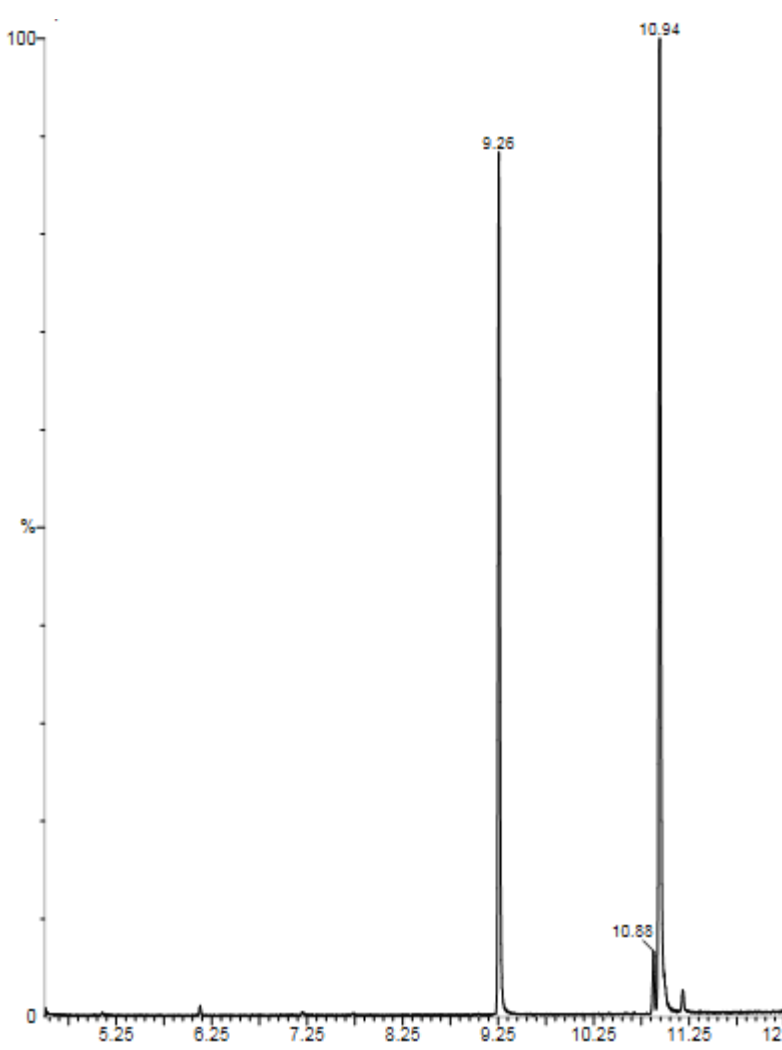
RESULTADOS

CONTENIDO DE ESTERES

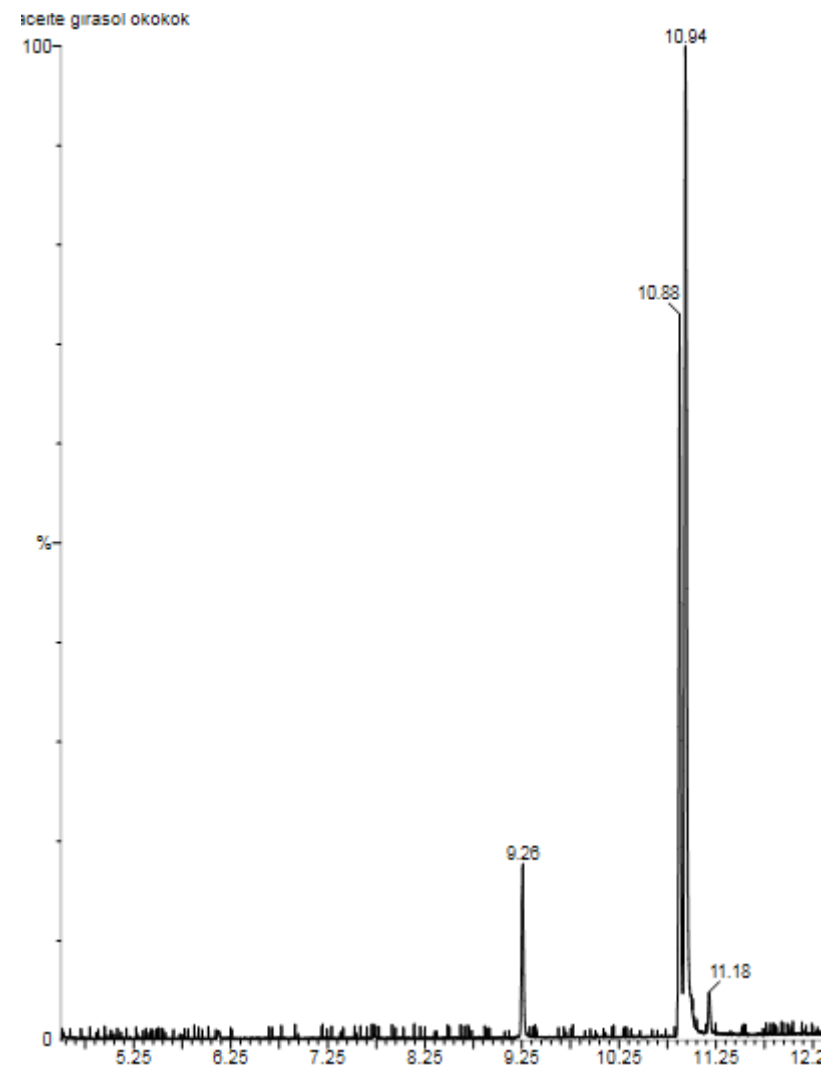
Aceite de Canola



Aceite de Palma



Aceite de Girasol




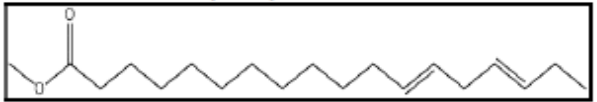
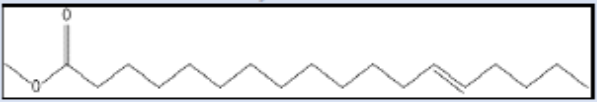
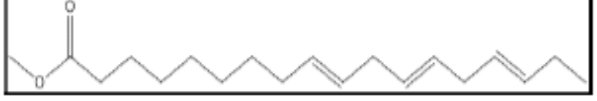
RESULTADOS

CONTENIDO DE ESTERES

ACEITE DE GIRASOL

Número de Pico	Tiempo de Retención	Área	%Área
1	9.295	1332672.8	9.07118841
2	10.912	4826518.5	32.8529694
3	10.976	8192243.5	55.7626631
4	11.216	339835.4	2.31317916
Área Total		14691270.2	

Ácidos Grasos

Pico	Tiempo de Retención	Componente identificado	Ácidos Grasos
1	9.29	Hexadecanoato de metilo 	Ácido Palmítico C16:0
2	10.912	éster metílico, 12,15-octadecadienoico 	Ácido Linoleico C18:2
3	10.97	éster metílico, 13-octadecanoico 	Ácido Oleico C18:1
4	11.22	éster metílico, 9,12,15- octadecatrienoico 	Ácido Linolénico C18:3

RESULTADOS








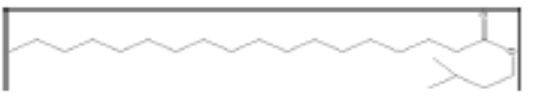
CONTENIDO DE ESTERES

ACEITE DE CANOLA			
Número de Pico	Tiempo de Retención (min)	Área	%Área
1	9.295	1745189.8	4.10580911
2	10.912	4485646.5	10.5531262
3	10.976	35130088	82.6485665
4	11.216	1144456.6	2.69249816
Área Total		42505380.9	

ACEITE DE PALMA			
Número de Pico	Tiempo de Retención (min)	Área	%Área
1	9.295	8587187	41.5578857
2	10.912	550506.5	2.66418866
3	10.976	11271006	54.5462884
4	11.216	254495.6	1.23163721
Área Total		20663195.1	

RESULTADOS

CONTENIDO DE ESTERES DE LAS BASES LUBRICANTES

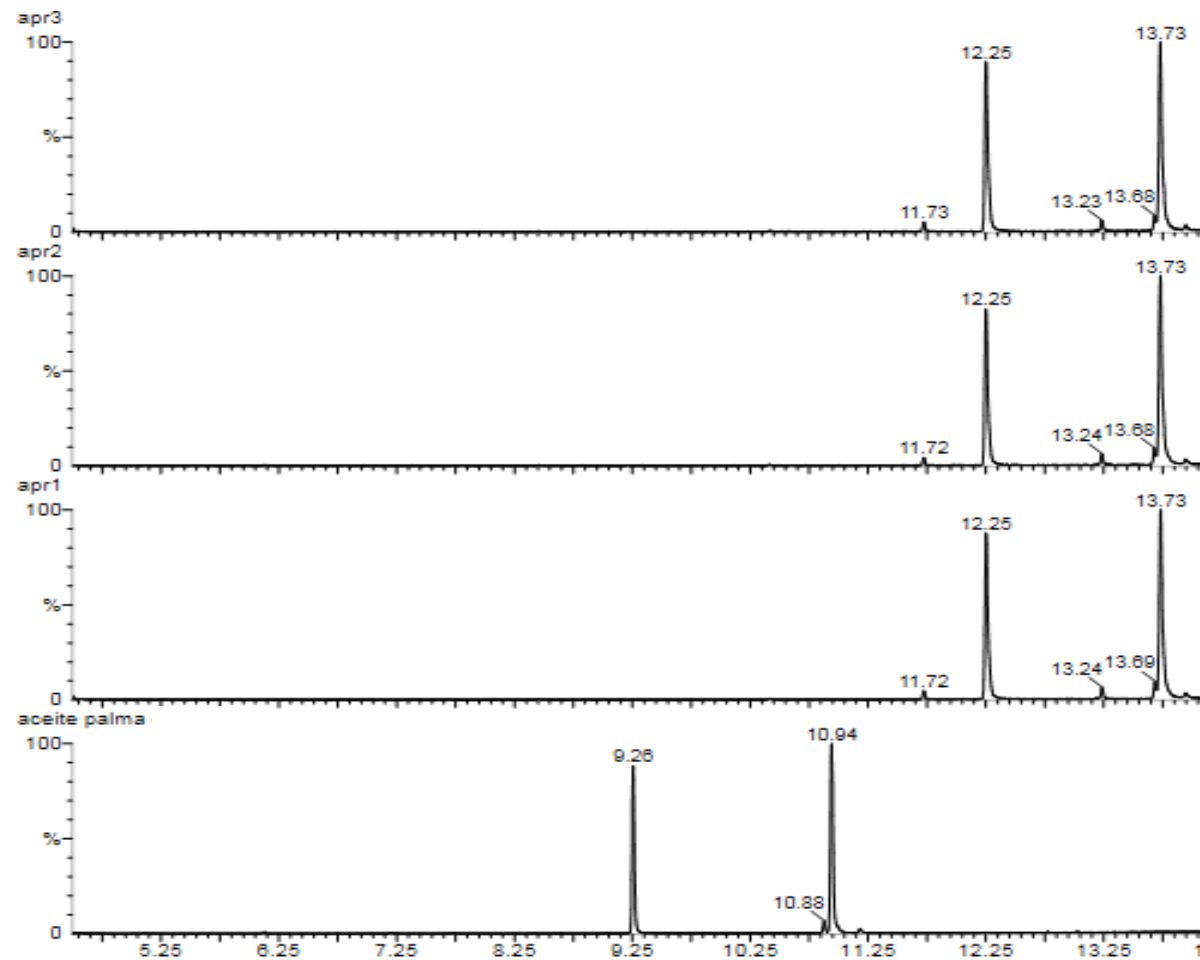
Pico	Tiempo de Retención	Componente identificado	Ácidos Grasos	Alcohol del aceite de fusel
1	9.25	Hexadecanoato de metilo 	Ácido Palmítico o C16:0	Alcohol Metanol
2	10.94	9-Octadecanoato de metilo 	Ácido Oleico C18:1	Alcohol Metanol
3	11.72	Hexadecanoato de n-butilo 	Ácido Palmítico o C16:0	Alcohol n-Butílico
4	12.253	Hexadecanoato de isoamilo 	Ácido Oleico C18:1	Alcohol Isoamílico
5	13.234	9-octadecanoato de n-butilo 	Ácido Linoleico o C18:2	Alcohol n-Butílico
6	13.684	9,12-octadecanoato de n-butilo 	Ácido Oleico C18:1	Alcohol n-Butílico
7	13.737	9-octadecanoato de isoamilo 	Ácido Oleico C18:1	Alcohol Isoamílico
8	13.951	Octadecanoato de isoamilo 	Ácido Estearico o C18:0	Alcohol Isoamílico

RESULTADOS

CONTENIDO DE ESTERES DE LAS BASES LUBRICANTES

BASES LUBRICANTES DE ACEITE DE PALMA

BASE LUBRICANTE DE PALMA							
Nº de Pico	Tiempo de Retención (min)	Área APR1	%Área	Área APR2	%Área	Área APR3	% Área
1	11.72	844845.6	1.628	783590.4	0.000	920395.2	1.872
2	12.25	21077534	40.617	20054026	39.927	21232530	43.177
4	13.23	1185101.6	2.284	1072844.8	2.136	1046406.4	2.128
5	13.681	1433739.8	2.763	1466531.2	2.920	1201468.6	2.443
6	13.727	26590748	51.241	26220796	52.205	24207938	49.228
7	13.948	761641.6	1.468	629275.2	1.253	566262.1	1.152
Área Total		51893611		50227064		49175000	

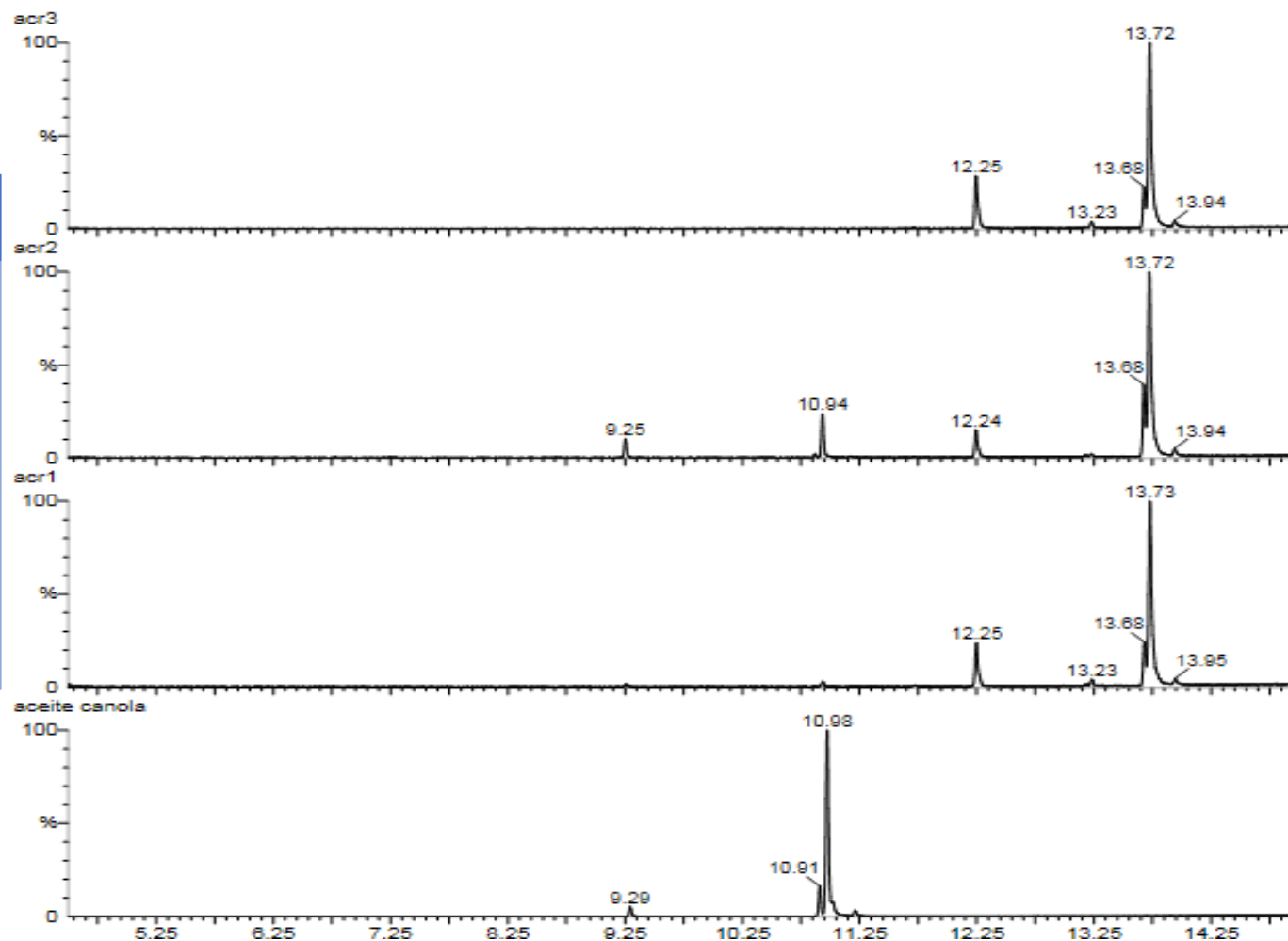


RESULTADOS

BASES LUBRICANTES DE ACEITE DE CANOLA

BASE LUBRICANTE DE CANOLA

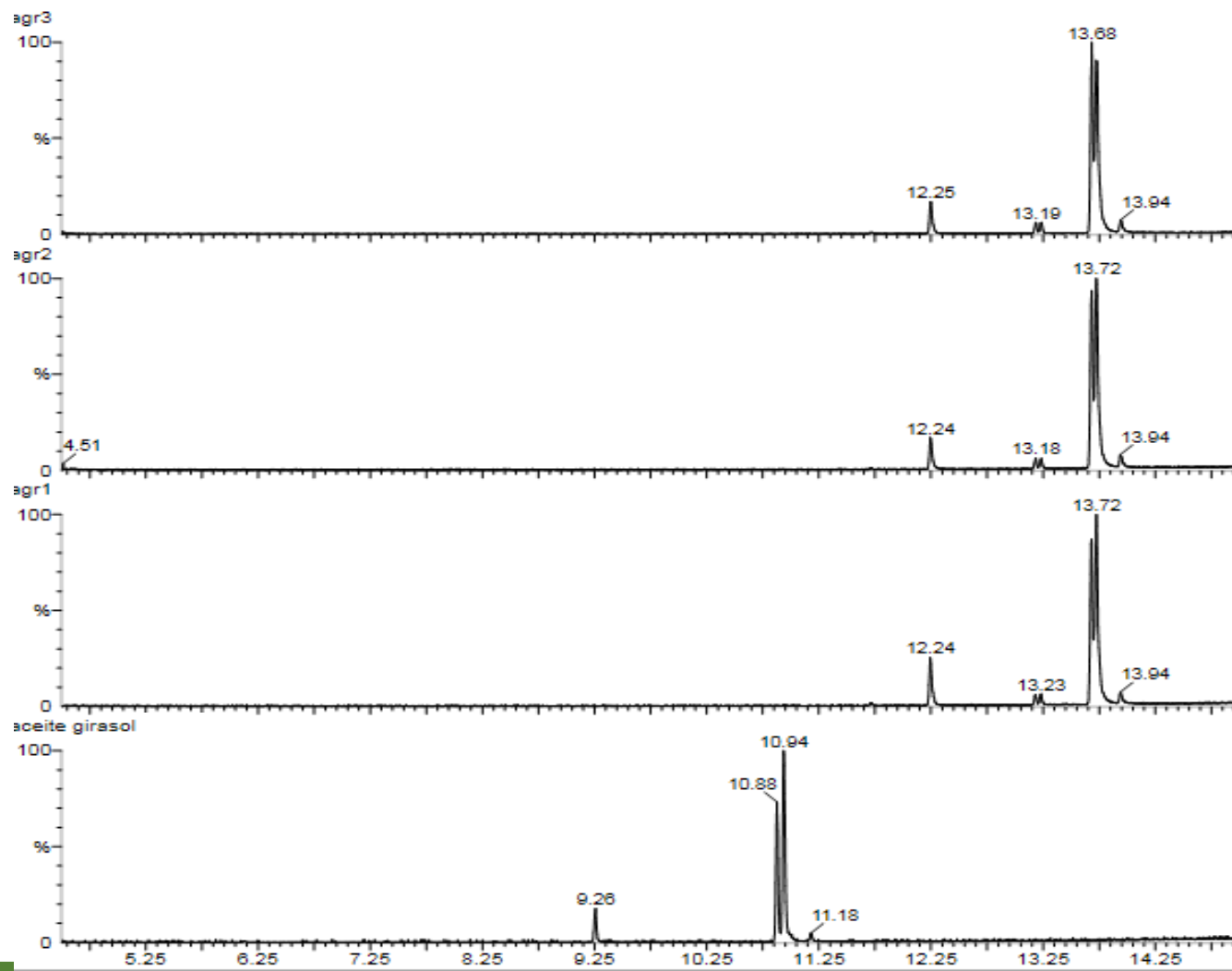
Nº de Pico	Tiempo de Retención (min)	Área ACR1	%Área	Área ACR2	%Área	Área ACR3	%Área
1	9.255	246548.4	0.808	1670713.9	4.218	0	0.000
2	10.94	424402.7	1.391	3892514.8	9.827	0	0.000
3	12.25	4204267.5	13.778	2960274	7.473	7177062.5	18.562
4	13.234	532857.1	1.746	279378	0.705	673696.9	1.742
5	13.681	3249825.8	10.650	5413973	13.667	3673099.5	9.500
6	13.727	21313108.0	69.846	24557038	61.993	26397190	68.270
7	13.948	543629.2	1.782	838515.4	2.117	744572.1	1.926
Área Total		30514638.7		39612407		38665621	



RESULTADOS

BASES LUBRICANTES DE ACEITE DE GIRASOL

BASE LUBRICANTE DE GIRASOL							
Nº de Pico	Tiempo de Retención (min)	Área ACR1	%Área	Área ACR2	%Área	Área ACR3	% Area
1	11.72	226255.2	0.639	0	0.000	223393.1	0.367
2	12.25	3846301	10.860	2671097	6.979	4904344.5	8.052
4	13.23	647979.9	1.830	651772	1.703	1161160.2	1.906
5	13.681	11565542	32.654	13084850	34.186	22561544	37.041
6	13.727	18138246	51.212	20708076	54.103	29975656	49.213
7	13.948	993940.4	2.806	1159302.6	3.029	2083385.1	3.420
Área Total		35418265		38275098		60909483	



RESULTADOS

Código	Origen de las bases lubricantes	Temperatura de reacción (°C)	Relación molar aceite vegetal/ aceite de fusel	Cantidad de catalizador en % en peso de ácido oléico (%)	Densidad del aceite vegetal (gr/mL)	Composición Relativa del éster oleato de isoamilo	Concentración del éster oleato de isoamilo (gr/mL)	Rendimiento (%)
APR1	Palma	90	1:2	1.25	0.9094	51.24	0.442	48.564
APR2		90	1:2	1.25		52.2	0.450	49.456
APR3		90	1:2	1.25		49.22	0.424	46.633
ACR1	Canola	90	1:2	1.25	0.9161	69.85	0.605	66.022
ACR2		90	1:2	1.25		61.99	0.538	58.722
ACR3		90	1:2	1.25		68.27	0.592	64.671
AGR1	Girasol	90	1:2	1.25	0.9171	51.21	0.445	48.496
AGR2		90	1:2	1.25		54.1	0.470	51.233
AGR3		90	1:2	1.25		49.21	0.427	46.608

ANOVA

Fuente	GL	SC	MC	F	P
Bases Lubricantes	2	429.13	214.57	28.51	0.001
Error	6	45.15	7.52		
Total	8	474.28			

S = 2.743 R-cuadra. = 90.48% R-cuadra. (ajustado) = 87.31%

PRUEBA TUKEY

Aceites	Significancia			Diferencia de medias (I-J)		
	(I)			(I)		
	Palma	Canola	Girasol	Palma	Canola	Girasol
Palma		0.001	0.966		14.920667	0.561333
Canola	0.001		0.002	-14.920667		-14.359333
Girasol	0.966	0.002		-0.561333	14.359333	

El aceite de canola es la mejor opción para sintetizar bases lubricantes.



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

DESARROLLO EXPERIMENTAL

RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

- Los resultados de las propiedades físico químicas de las bases lubricantes sintetizadas a partir de los aceites vegetales de palma, canola y girasol, muestran que son bases lubricantes livianas, ya que cumplen con los requisitos de la norma NTE INEN 2029 para formar parte de un aceite lubricante sintético para uso automotor.
- Las bases lubricantes obtenidas de los aceites vegetales de palma, canola y girasol, revelan que la tendencia a la corrosión en las láminas de cobre no se produce, ya que ninguna base sintetizada alteró la tira de cobre debido a que el catalizador ácido fue retirado en su totalidad y no produjo ningún tipo de afectación a la superficie del metal.
- En base a los resultados de las propiedades físico químicas de la norma NTE INEN 2029; revelan que la base lubricante proveniente del aceite de canola sobresale en los requisitos de la norma, ya que la temperatura de escurrimiento y el punto de inflamación son superiores a las bases lubricantes obtenidas del aceite de palma y canola.

CONCLUSIONES

- La composición relativa de las bases lubricantes obtenidas muestran que el éster de mayor composición de todas bases es el oleato de isoamilo o el 9-octadecanoato de isoamilo; esto demuestra que los aceites vegetales de canola, palma y girasol poseen un alto contenido de ácido oleico, siendo el aceite de canola el de mayor composición y su base lubricante con un rendimiento mayor al 60%; dentro de este proceso se aplicó tres principios de la química verde.
- Las bases lubricantes obtenidas a partir del aceite de canola, palma y girasol, revelaron que poseen un índice de viscosidad superior a 170 en comparación del aceite comercial 5W40, destacándose la base lubricante de canola ya que su valor fue superior a 275, lo que permite que la viscosidad presente menos cambios a altas temperaturas.
- Las bases lubricantes sintetizadas de aceites vegetales obtuvieron una temperatura de inicio de oxidación superior al aceite comercial 5W40, ya que se constituyen por esteres de ácidos grasos con los alcoholes del aceite de fusel.



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

DESARROLLO EXPERIMENTAL

RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

RECOMENDACIONES

- Efectuar una investigación minuciosa para obtener un aceite lubricante conformado por diferentes porcentajes de bases lubricantes sintetizados a partir de aceites vegetales con aditivos para luego determinar sus propiedades físico-químicas y su uso en automotores.
- Tomar en consideración la utilización de otras fuentes naturales de aceites vegetales con alto contenido de ácido oleico para un mejor rendimiento de la esterificación de bases lubricantes.
- Desarrollar investigaciones referentes a la catálisis de las reacciones de esterificación de ácidos grasos con alcoholes superiores a C4, para la búsqueda de la máxima conversión y altos rendimientos.



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA



**GRACIAS POR SU
ATENCIÓN**