

Tratamiento de aceite usado de vehículos diésel por hidrólisis y adsorción con fines de reutilización

Treatment of used diesel vehicle oil by hydrolysis and adsorption: Reutilization

Diana Marcela Cuesta-Parra^{a, e}, Adriana Páez-Morales^b,
Daniel Alejandro Lozano-Rodríguez^c, Angie Carolina Cuervo-Suárez^{d*},
Juan David Valderrama-Palacios^{e, d*}

RESUMEN

Los aceites lubricantes usados son catalogados como residuos peligrosos por el contenido de metales pesados y sustancias tóxicas provenientes de la combustión y desgaste del motor, lo que representa un riesgo para las personas que los manipulan y generan contaminación ambiental. A pesar de perder su vida útil, los lubricantes usados pueden integrarse a la cadena productiva como materia prima secundaria, sin embargo, su utilidad se limita a la generación de energía térmica. Con el propósito de evaluar un tratamiento alternativo para el aceite lubricante usado, se caracterizó el lubricante y se encontraron componentes críticos de agua, calcio, fósforo, zinc y silicio. El tratamiento consistió en la hidrólisis con ácido sulfúrico a diferentes concentraciones (5 %, 10 % y 15 %, v/v) y posterior adsorción con ilmenita y carbón activado. Los resultados mostraron reducciones en los contenidos de silicio, aluminio, cromo, cobre, hierro, plomo, níquel, estaño, vanadio y bario, que cumplen con la norma técnica colombiana. Sin embargo, las concentraciones de calcio, magnesio, fósforo y zinc no cumplieron los niveles estipulados en la norma NTC 5996. Es necesario profundizar en la combinación de tratamientos para lograr criterios técnicos en el uso de aceites tratados.

PALABRAS CLAVE: aceite vehicular; economía circular; lubricación; metales; tecnologías verdes.

ABSTRACT

Used lubricating oils come under the category of hazardous waste due to the content of heavy metals and toxic substances produced during combustion and subsequent engine wear, which represents a risk for the people who handle them and generates environmental pollution. Despite losing their lifespan, used lubricants can be integrated into the production chain as a secondary raw material since their usefulness is limited to thermal energy. In order to evaluate an alternative treatment to used lubricating oil, the lubricant was previously characterized and finding critical components of water, calcium, phosphorus, zinc, and silicon. The treatment consisted of hydrolysis with sulfuric acid at different concentrations (5%, 10%, and 15 %, v/v) and subsequent contrast adsorption with ilmenite and activated carbon. The results showed reductions in the contents of silicon, aluminum, chromium, copper, iron, lead, nickel, tin, vanadium, and barium, thereby fulfilling the Colombian technical standard. However, calcium, magnesium, phosphorus, and zinc concentrations did not meet the levels stipulated in Colombian standard NTC 5996. It is necessary to deepen the combination of treatments to achieve technical criteria in the use of treated oils.

KEYWORDS: vehicle oil; circular economy; lubrication; metals; green technologies.

a Fundación Universidad de América, Dirección de Ingeniería Química y Ambiental. Bogotá, Colombia. ORCID Cuesta-Parra, D.M.: 0000-0001-9287-2452

b Pontificia Universidad Javeriana, Facultad de Ciencias, Departamento de Microbiología, Unidad de Investigaciones Agropecuarias (UNIDIA). Bogotá, Colombia. ORCID Páez-Morales, A.: 0000-0002-2898-9063

c Servicio Nacional de Aprendizaje (SENA), Centro de Tecnologías del Transporte. Bogotá, Colombia. ORCID Lozano-Rodríguez, D. A.: 0000-0002-7553-6470

d Fundación Universidad de América, Programa de Ingeniería Química. Bogotá, Colombia. ORCID Cuervo-Suárez, A. C.: 0000-0002-5070-4044; ORCID Valderrama-Palacios, J.D.: 0000-0001-7472-2274

e Autor de correspondencia: diana.cuesta@profesores.uamerica.edu.co

* Resultados provenientes de la tesis de grado "Evaluación de los procesos de pretratamiento requeridos para el tratamiento biológico de los residuos de aceites usados de motor diésel", 2019.

Introducción

Los aceites lubricantes son hidrocarburos que se utilizan para prevenir la corrosión, reducir la temperatura, evitar la fricción entre piezas e incluso realizar limpieza. Estos se componen mayoritariamente de un aceite base proveniente de hidrocarburos fósiles (minerales), aceites sintéticos y una mezcla de ambos de hasta un 75 % a 85 % de volumen. El volumen restante corresponde a aditivos que aumentan la eficiencia, el rendimiento y la vida útil de los motores (Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, 2014).

Durante el proceso de combustión se producen metales pesados y compuestos orgánicos sintéticos no biodegradables a causa de la degradación oxidativa, acumulación de hollín, agua, etilenglicol y material particulado de desgaste (Zzeyani et al., 2018), estos compuestos tienden a ser absorbidos y concentrados en los seres vivos, lo que conlleva efectos mutagénicos y cancerígenos en humanos (Lam et al., 2016), además de serios impactos ambientales (Appiah-Adjei et al., 2019).

En Colombia se reutiliza el 38 % del total de aceites lubricantes consumidos aproximadamente, y a nivel global se recupera entre 25 y 45 % (Muñoz et al., 2020). El tratamiento de lubricantes usados busca aumentar la concentración de aceite base, de manera que sea apto para su formulación y reutilización, lo que permite disminuir la cantidad de contaminantes presentes. Sin embargo, su mayor utilidad es la combustión, debido a la elevada capacidad calorífica 8000 kJ L^{-1} (Pawlak et al., 2010), por lo que es utilizado en equipos como calderas, hornos y secadores (Delgado et al., 2007).

Una de las tecnologías más comunes en el tratamiento de lubricantes usados es la adsorción por arcilla ácida y la extracción por solvente (Mishra et al., 2021), donde los componentes del fluido son atraídos a la superficie adsorbente dentro del lecho empacado (Wankat, 2008). Diversos estudios han abordado el tema, como Dabai y Bello (2019), quienes encuentran la influencia de utilizar los ácidos sulfúrico y oxálico, así como la arcilla de adsorción, para mejorar la calidad del aceite regenerado. Por otro lado, Oladimeji et al. (2020) reportan de 10 % a 25 % como concentración óptima de ácido para el tratamiento de aceite vehicular e industrial usado.

Otras investigaciones utilizan cenizas volantes en reemplazo de la arcilla (Ouyang y Zhang, 2020) y la extracción de solventes en forma individual y combinada. Los resultados mostraron que la forma combinada regenera mejor el aceite. Para Sánchez-Alvarracín et al. (2021), el mejor proceso de regeneración consiste en iniciar con la extracción por solvente, seguido por sedimentación, deshidratación, reacción con solvente, destilación al vacío y adsorción por arcilla de bentonita. También se han reportado el uso de extractos vegetales como antioxidantes en la recuperación de aceites (Zzeyani et al., 2019) y su empleo en la síntesis de nanotubos de carbón porosos y nanoláminas en supercondensadores (Kaipannan et al., 2020).

La ilmenita es un mineral adsorbente de aspecto similar a la arcilla y la arena. Se compone principalmente de óxidos de hierro y titanio y, en bajas concentraciones, de los óxidos de magnesio, calcio, manganeso y potasio (Chen, 2011; Chen et al., 2017); países como Australia, China, India y Noruega cuentan con yacimientos de explotación a escala industrial (LV et al., 2020). En Colombia, se han investigado muestras provenientes de Guaviare, Guainía y Putumayo en la degradación de contaminantes por fotocatalisis (Franco et al., 2021). Dentro de las principales aplicaciones también se encuentran la adsorción de contaminantes en el agua, la remoción de fenol, la mineralización de la materia orgánica, la construcción de circuitos integrados y otras aplicaciones ambientales en remediación (Si et al., 2012; Ding et al., 2021). No se conoce su empleo en la regeneración de aceites lubricantes usados.

Teniendo en cuenta lo anterior, el objetivo de esta investigación fue caracterizar el tratamiento de aceite vehicular usado por hidrólisis con ácido sulfúrico a diferentes concentraciones y su posterior adsorción con ilmenita y carbón activado. Este proceso se realizó cumpliendo con los parámetros establecidos en la norma colombiana para aceites lubricantes y buscó su revalorización más allá de la combustión.

Metodología

Las muestras procedieron del Centro de Tecnologías del Transporte (CTT) del Servicio Nacional de Enseñanza (SENA) y correspondió a una mezcla

de aceites lubricantes usados para motor diésel SAE 15W-40 de diferentes automotores.

Para evaluar el potencial de reutilización se empleó el método de muestreo descrito en la norma colombiana NTC 5836-1 (Icontec, 2011).

Caracterización

Dentro de la caracterización se determinó la densidad (NTC 336, Icontec, 2002), pH (D7946 ASTM, 2019a) y viscosidad (D7279 ASTM, 2020 y D2983 ASTM, 2022). Por espectroscopia de infrarrojo (E2412 ASTM, 2018) se evaluaron los niveles de oxidación, nitración, hollín, sulfatación, y los porcentajes en volumen de glicol, agua y combustibles.

Por espectrofotometría (D6595 ASTM, 2017) se analizaron las concentraciones de calcio (Ca), magnesio (Mg), molibdeno (Mo), fósforo (P), zinc (Zn), boro (B), silicio (Si), sodio (Na), aluminio (Al), cromo (Cr), cobre (Cu), hierro (Fe), plomo (Pb), manganeso (Mn), níquel (Ni), plata (Ag), estaño (Sn), titanio (Ti), vanadio (V), bario (Ba) y potasio (K).

Para la concentración de basicidad total (TBN) se emplearon los métodos de las normas ASTM D2896 (ASTM, 2021a) y D974 (ASTM, 2021b), y los residuos de carbono (%) en masa por evaporación y pirólisis de la muestra (D189 ASTM, 2019b).

Tratamiento químico

Inicialmente se aplicó la acidificación (Speight y Exall, 2014) siguiendo la metodología de Santos (1993). Para acondicionar la muestra se elevó a 170 °C hasta evaporar el agua y los compuestos volátiles. Después se adicionó ácido sulfúrico en diferentes concentraciones (5, 10 y 15 % v/v), y una vez que las muestras fueron precipitadas durante 24 horas, se filtraron con carbón activado y se neutralizaron con hidróxido de calcio al 4%.

Tratamiento por adsorción

Se empleó el sistema de filtración rápido de acuerdo con lo descrito por Higuera et al. (2009), quienes utilizan filtros de medio dual y sistemas rápidos de arena en la remoción de cromo para aguas residuales. Un primer filtro fue constituido con carbón activado y grava, mientras que el segundo por ilmenita y grava, ambos con tasa de filtración 120 m³ m⁻² - día (Romero, 2013).

Las características del carbón activado utilizado fueron: peso molecular de 12,01 g mol⁻¹, pureza 93-96 %, tamaño medio de grano entre 0,1-0,2 mm y diámetro del grano entre 0,074 y 0,29 *int*. El diámetro de grano de la grava 3/4 *int* según el índice de finura y distribución de grano de la American Foundry Society (Bisbal et al., 2015).

Se empleó un diseño factorial, donde el primer factor correspondió a la hidrólisis por ácido sulfúrico en tres concentraciones (5, 10 y 15 % v/v) y el segundo factor fue la composición del lecho adsorbente con carbón activado e ilmenita. De esta manera se buscó identificar la capacidad de recuperación del aceite a partir de tres elementos de desgaste (fósforo, zinc y cobre) y la concentración de metales pesados.

Dimensiones del sistema de adsorción a escala laboratorio

Según lo descrito por Romero (2013), es posible usar un lecho que contenga entre 60 a 70 % de carbón activado o antracita, mientras que la profundidad restante es ocupada por grava. La profundidad recomendada para filtros rápidos es 45 cm.

La relación diámetro/altura fue calculada a partir de la ecuación 1 (Higuera et al., 2009).

$$\frac{b}{d} = 3,81 \quad (1)$$

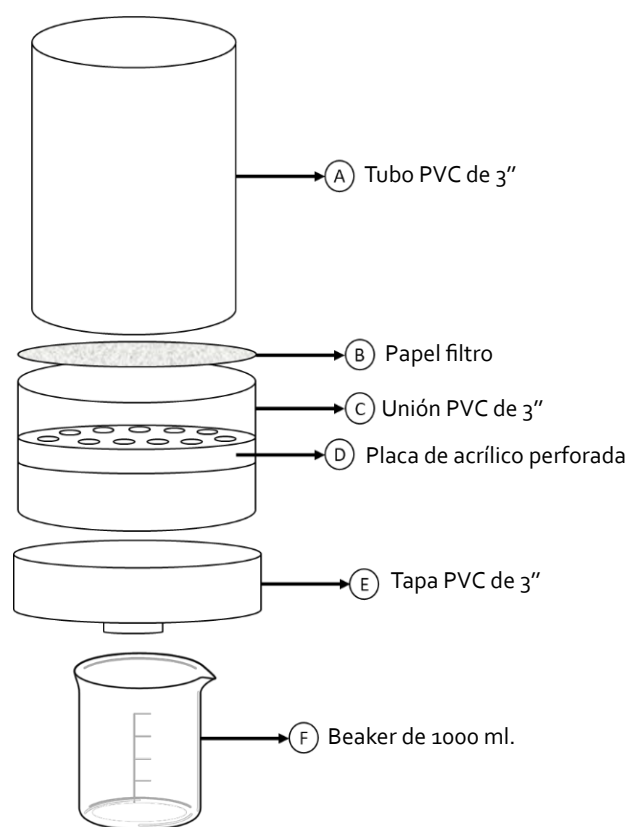
En la ecuación 1, *b* es la altura del filtro de adsorción (cm) y *d* el diámetro del filtro de adsorción (cm). El resumen de las dimensiones utilizadas se encuentra en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de construcción para el filtro de adsorción.

Parámetro	Dimensiones (cm)
Diámetro	7,7
Alturas	45,0
Total	29,4
Lecho de carbón activado/ilmenita	12,0
Lecho de grava	9,0
Rebose	4,2
Colector	4,2

Fuente: elaboración propia.

Las columnas de adsorción respetaron las dimensiones de diseño al emplear un lecho grava-carbón activado y grava-ilmenita (Figura 1).



A. Tubo PVC de 3", B. Papel filtro, C. Unión PVC de 3", D. Placa de acrílico perforada, E. Tapa PVC de 3", F. Beaker de 1000 ml.

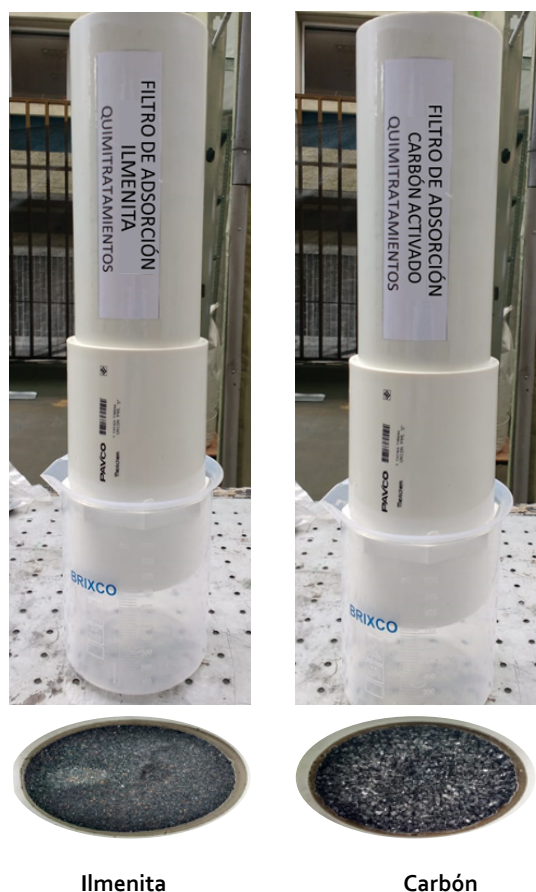


Figura 1. Estructura de la columna de adsorción.
Fuente: elaboración propia.

La tasa de filtración (Tabla 2) se encontró a partir del tiempo transcurrido al pasar 100 ml de aceite y al utilizar la ecuación 2 (Ponche, 2005).

Tabla 2. Tasa de filtración.

Parámetro	Carbón	Ilmenita
Volumen (m ³)	1x10 ⁻⁴	1x10 ⁻⁴
Tiempo (h)	1	3
Caudal (m ³ h ⁻¹)	1x10 ⁻⁴	3,33x10 ⁻⁵

Fuente: elaboración propia.

$$v_f = \frac{Q}{A_f} \quad (2)$$

En la ecuación 2, v_f es la tasa de filtración (m³/m²/d o m/d), Q el caudal (m³/d) y A_f el área filtrante (m²).

El área filtrante se calculó a partir de la ecuación 3:

$$A_f = \pi \left(\frac{D}{2} \right)^2 \quad (3)$$

En esta última, D es el diámetro del filtro (m).

La tasa de filtración de los filtros con carbón activado e ilmenita son incluidos en la Tabla 3.

Tabla 3. Tasa de filtración de los filtros con carbón activado e ilmenita.

Adsorbente	Tasa de filtración ()
Carbón activado	0,51
Ilmenita	0,17

Fuente: elaboración propia.

Se utilizó el sistema de adsorción por gravedad y se categorizaron como "filtros lentos", con una tasa menor a 12 m d⁻¹ (Higuera et al., 2009).

Resultados

Caracterización del lubricante utilizado

La densidad del aceite de motor usado se encuentra en el rango de 0,86 a 0,99 g ml⁻¹, según los reportes de Fong et al. (2017), mientras que los aceites nuevos en 0,88 g ml⁻¹ (Delgado et al., 2007). La densidad de la muestra presentó 0,87 g ml⁻¹, un

número cercano a un aceite lubricante nuevo. Sin embargo, es notable la presencia de contaminantes de desgaste (Tabla 4).

Los reportes de la viscosidad para aceites usados son 50 a 60 cSt (Fong et al., 2017), y para aceites nuevos 106 cSt a 40°C y 14,5 cSt a 100°C, dichas diferencias se deben a la presencia de agua, otros aceites, combustibles y aditivos.

Tabla 4. Caracterización de la muestra de aceite usado.

Parámetro	Unidades	Valor	DE	
Densidad	g ml ⁻¹	0,87	0,48	
Viscosidad	100°C cSt	51,34	0,1897	
	40°C cSt	59,90	0,2311	
pH	-	6,82	0,0566	
Elementos de desgaste		Muestra 1	Muestra 2	DE
Oxidación	A/0,1 mm	0,21	0,70	0,35
Nitración	A/0,1 mm	0,09	0,09	0
Hollín	A/0,1 mm	0,2	0,23	0,02
Sulfatación	A/0,1 mm	0,17	0,09	0,06
Agua	% vol	E	0	-
Fuel	% vol	N	4,63	-
Calcio (Ca)	mg l ⁻¹	1100	1154	38,18
Magnesio (Mg)	mg l ⁻¹	458	552	66,47
Molibdeno (Mo)	mg l ⁻¹	20	29	6,36
Fósforo (P)	mg l ⁻¹	628	785	111,02
Zinc (Zn)	mg l ⁻¹	779	821	29,70
Boro (B)	mg l ⁻¹	-	4	0
Silicio (Si)	mg l ⁻¹	43	52	6,36
Sodio (Na)	mg l ⁻¹	101	95	4,24
Aluminio (Al)	mg l ⁻¹	15	19	2,83
Cromo (Cr)	mg l ⁻¹	1	3	1,41
Cobre (Cu)	mg l ⁻¹	14	18	2,83
Hierro (Fe)	mg l ⁻¹	58	62	2,83
Plomo (Pb)	mg l ⁻¹	0	2	1,41
Manganeso (Mn)	mg l ⁻¹	-	1	-
Níquel (Ni)	mg l ⁻¹	0	1	0,71
Plata (Ag)	mg l ⁻¹	-	0	-
Estaño (Sn)	mg l ⁻¹	0	0	0
Titanio (Ti)	mg l ⁻¹	-	1	0
Vanadio (V)	mg l ⁻¹	0	0	0
Bario (Ba)	mg l ⁻¹	-	0	0
Potasio (K)	mg l ⁻¹	6	-	-
TAN	mg KOH/g	-	2,15	-
TBN	mg KOH/g	-	6	-
Residuo de carbón	% peso	-	1,38	-

N: negativo. E: excesivo. DE: desviación estándar.

N: negativo. E: excesivo. DE: desviación estándar.

Fuente: elaboración propia.

Asimismo, la baja viscosidad muestra disminución de la acción lubricante, lo que afecta el motor (Fong et al., 2017; Delgado et al., 2014).

Se encontró que el mayor contaminante de la muestra fue calcio (1,100 ppm), seguido de magnesio (458 ppm), como evidencia de aditivos detergentes, que tienen la función de neutralizar los ácidos y facilitan la limpieza (Adjamov et al., 2017).

El molibdeno, aluminio, cobre y hierro presentan concentraciones de 20, 15, 14 y 58 ppm, respectivamente. La presencia de estos contaminantes se asocia con fallas en los componentes del motor (Buchelli-Carpio y García-Granizo, 2015), desgaste y oxidación (Fong et al., 2017), mientras que la concentración de fósforo (628 ppm) y zinc (779 ppm) se relaciona con los aditivos antidesgaste y antioxidantes (Fong et al., 2017).

Se encontró elevado contenido de silicio, 43 ppm, en comparación con el reporte de Buchelli-Carpio y García-Granizo (2015), que indicaban 20 ppm. Los contenidos de silicio son atribuidos a los aditivos antiespumantes y refrigerantes, el polvo procedente del ambiente a través del filtro o el sistema de admisión de aire (Fong et al., 2017). La concentración de sodio fue 101 ppm, potasio 6 ppm y cromo 1 ppm, elementos indicativos de fugas de líquido refrigerante hacia la cámara de combustión (Fong et al., 2017). La muestra no presentó concentraciones de plomo, níquel, estaño y vanadio.

El hollín es el residuo insoluble que se genera de la combustión incompleta y causa el color negro del aceite (Buchelli-Carpio y García-Granizo, 2015; Cabascango et al., 2020). Este también es indicador del funcionamiento del inyector por las restricciones en la entrada de aire, sobrecarga y calentamiento excesivo (López et al., 2012; Delgado et al., 2014). La muestra presentó 0,20 A/0,1 mm, valor indicativo de alerta (Saldivia, 2013).

La oxidación indica pérdida de la vida útil del aceite y es generado por el sobrecalentamiento interno y un intervalo de drenaje extendido (Delgado et al., 2014) a causa de la presencia de oxígeno y calor, que forman ácidos carboxílicos cuyas concentraciones van aumentando con el tiempo. La oxidación puede causar corrosión en las piezas del motor, además de afectar las propiedades lubricantes. Para controlar la oxidación se debe mantener el aceite limpio, seco y lo más frío posible (Ramírez et al.,

2018). Sin embargo, la muestra de aceite presenta un valor oxidativo de 0,21 A/0,1 mm, que se considera crítico al superar los 0,18 A/0,1 mm (Saldivia, 2013).

Se encontró un volumen de agua del 1,5%, factor que reduce la lubricación, forma lodo, demuestra fugas de refrigerante y procesos de condensación a bajas temperaturas de operación y ventilación inadecuada en el cigüeñal. Los contenidos de agua son inaceptables, aún más cuando superan el 0,3% (Saldivia, 2013).

La nitración determina los compuestos nitrogenados dentro del aceite (Cabascango et al., 2020) y formados de la reacción del nitrógeno y oxígeno atmosférico en ambientes de calor, a partir de lo cual resultan óxidos de nitrógeno (Nox). Estos óxidos interactúan con el lubricante formando nitratos orgánicos solubles o insolubles; la nitración aumenta la viscosidad y es producida por una relación aire-combustible a baja temperatura de funcionamiento, además, indica fugas en los sellos del pistón (Buchelli-Carpio y García-Granizo, 2015). La nitración fue 0,09 A/0,1 mm por debajo del nivel crítico (0,13 A/0,1 mm) (Fong et al., 2017).

Otra reacción importante es la sulfatación resultante en condiciones de calor entre oxígeno, agua y azufre. La producción de compuestos sulfurosos incluye ácidos que al condensarse entran en contacto con el aceite; los productos de sulfatación son expulsados a través del tubo de escape. Sin embargo, no todos son arrojados y pueden llegar al motor. La sulfatación aumenta la viscosidad y forma lodos y sedimentos (Delgado et al., 2014). Los resultados de sulfatación fueron 0,17 A/0,1 mm, considerados bajos para un nivel crítico (0,20 A/0,1mm) (Cabascango et al., 2020).

Tratamiento por hidrólisis ácida

La hidrólisis con ácido sulfúrico presentó diferencias en la remoción de contenidos de elementos de desgaste (Tabla 5).

La acidificación redujo la concentración de elementos de desgaste en comparación al estado inicial. El tratamiento con 15% de ácido sulfúrico disminuyó la concentración en 13 elementos de desgaste, sin embargo, el 5% redujo en 11 elementos. Las tres concentraciones afectaron los contenidos de calcio, manganeso, titanio y vanadio.

Tabla 5. Elementos de desgaste en lubricante usado tratado con ácido sulfúrico a tres concentraciones.

Parámetro	Unidad	Inicial	5%	5% R ₁	5% R ₂	DE	10%	10% R ₁	10% R ₂	DE	15%	15% R ₁	15% R ₂	DE
H ₂ O	% vol	0	-	-	2,18	-	4,98	4,78	3,5	0,80	-	3,5	3,5	0
Ca	ppm	1154	4981	5270	6992	1087,3	9883	7168	10162	1653,9	9736	10034	9745	169,5
Mg	ppm	553	191	193	384	110,9	2907	305	263	1514,5	219	214	230	8,19
Mo	ppm	29	10	9	11	1,0	5	5	4	0,58	6	6	6	0
P	ppm	785	232	127	280	78,2	210	264	257	29,37	110	103	102	4,36
Zn	ppm	821	222	292	482	134,5	195	317	348	80,88	105	97	104	4,36
B	ppm	4	1	0	2	1,0	1	1	1	0	1	1	1	0
Si	ppm	52	21	13	30	8,5	151	22	20	75,06	15	13	16	1,53
Na	ppm	95	31	142	60	57,6	64	43	40	13,08	17	16	16	0,58
Al	ppm	19	13	49	21	18,9	119	18	15	59,20	17	16	13	2,08
Cr	ppm	3	1	1	2	0,6	1	1	1	0	1	1	1	0
Cu	ppm	18	11	5	13	4,2	6	8	8	1,15	5	7	8	1,53
Fe	ppm	62	21	62	41	20,5	103	21	19	47,93	14	15	13	1,00
Pb	ppm	2	0	0	0	0,0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mn	ppm	1	1	3	29	15,6	7	4	28	13,08	30	28	30	1,15
Ni	ppm	1	0	0	1	0,6	0	1	1	0,58	0	0	0	0
Ti	ppm	1	1	1	2	0,6	3	2	3	0,58	2	3	2	0,58
V	ppm	0	1	1	1	0,0	2	2	2	0	1	1	1	0
Ba	ppm	0	1	1	1	0,0	2	1	1	0,58	1	1	1	0
Cenizas	%p	1,38	4,09	3,5		0,4	-	-	-	-	-	-	-	-

DE, desviación estándar.

Fuente: elaboración propia.

Los mejores resultados se encontraron al 15% (v/v) (Tabla 5), pese al aumento de calcio por la adición de hidróxido de calcio para neutralizar el análisis. Los resultados obtenidos fueron comparados con la norma colombiana NTC 5995 (Icontec, 2013) (Tabla 6).

Tabla 6. Caracterización del aceite tratado por hidrólisis ácida y comparado con la norma colombiana, NTC 5995.

Elemento de desgaste	Unidad	H ₂ SO ₄ 15% (v/v)	NTC 5995	Criterio
Calcio	ppm	9977	15	No cumple
Magnesio	ppm	232	15	No cumple
Fósforo	ppm	157	15	No cumple
Zinc	ppm	183	15	No cumple
Silicio	ppm	16	50	Cumple
Aluminio	ppm	16	50	Cumple
Cromo	ppm	1	50	Cumple
Cobre	ppm	7	50	Cumple
Hierro	ppm	16	50	Cumple
Plomo	ppm	0	50	Cumple
Níquel	ppm	0	50	Cumple
Estaño	ppm	0	50	Cumple
Vanadio	ppm	1	50	Cumple
Bario	ppm	1	50	Cumple

Fuente: elaboración propia a partir de de NTC 5995 (Icontec, 2013).

El aceite tratado por hidrólisis ácida no cumple con los criterios de lubricación, debido a las elevadas concentraciones de calcio, magnesio, fósforo y zinc. Sin embargo, se destaca la remoción de cromo, níquel, estaño, hierro, cobre, silicio, aluminio, plomo y vanadio exigidos en la norma colombiana de lubricantes, varios de los cuales son metales pesados.

Tratamiento por adsorción

Se presentaron cambios en el lubricante tratado por hidrólisis ácida (15 % v/v) y filtrado en los lechos

de carbón activado e ilmenita, en los que se utilizaron las torres de adsorción (Tabla 7).

Se evidencia que la adsorción disminuyó las concentraciones de elementos de desgaste en comparación con las condiciones iniciales del lubricante usado. Los porcentajes de remoción más destacados fueron en Mg, Zn, Ca, P y Mo (Tabla 8).

El proceso de adsorción con ilmenita presentó los mejores resultados en la remoción de elementos de desgaste en comparación con el carbón activado.

Tabla 7. Elementos de desgaste después del tratamiento de hidrólisis ácida y adsorción con carbón activado (carbón) e ilmenita.

Elemento	Unidad	Conc. inicial	Carbón R1	Carbón R2	Desv. estándar	Ilmenita R1	Ilmenita R2	Desv. estándar
Ca	ppm	1100	902	837	45,96	758	804	32,53
Mg	ppm	458	231	197	24,04	180	183	2,12
Mo	ppm	20	13	13	0	13	13	0
P	ppm	628	414	377	26,16	389	386	2,12
Zn	ppm	779	542	487	38,89	419	395	16,97
Si	ppm	43	43	33	7,07	37	32	3,54
Na	ppm	101	160	182	15,56	120	126	4,24
Al	ppm	15	14	9	3,54	13	11	1,41
Cr	ppm	1	2	2	0	2	2	0
Cu	ppm	14	12	10	1,41	12	11	0,71
Fe	ppm	58	55	44	7,78	51	48	2,12
Pb	ppm	0	1	1	0	0	1	0,71
Ni	ppm	0	0	0	0	0	0	0
Sn	ppm	0	0	0	0	0	0	0
V	ppm	0	0	0	0	0	0	0
K	ppm	6	19	22	2,12	10	9	0,71

Aumenta

Disminuye

Igual

Tabla 8. Porcentaje de remoción para tratamiento de adsorción.

Elemento	Carbón R1	Carbón R2	Desviación estándar	Ilmenita R1	Ilmenita R2	Desviación estándar
Ca	18,00	23,90	0,04	31,10	26,90	0,03
Mg	49,60	57,00	0,05	60,70	60,00	0,00
Mo	35,00	35,00	0,00	35,00	35,00	0,00
P	34,10	40,00	0,04	38,10	38,50	0,00
Zn	30,40	37,50	0,05	46,20	49,30	0,02
Si	0,00	23,30	0,16	14,00	25,60	0,08
Na	-58,40	-80,20	0,15	-18,80	-24,80	0,04
Al	6,70	40,00	0,24	13,30	26,70	0,09
Cr	-100,00	-100,00	0,00	-100,00	-100,00	0,00
Cu	14,30	28,60	0,10	14,30	21,40	0,05
Fe	5,20	24,10	0,13	12,10	17,20	0,04
K	-216,70	-266,70	0,35	-66,70	-50,00	0,12

Fuente: elaboración propia.

Tabla 9. Caracterización del aceite tratado por hidrólisis ácida y adsorción por ilmenita con respecto a la norma colombiana NTC 5595.

Elemento de desgaste	Unidad	NTC 5595	H ₂ SO ₄ 15% + Ilmenita	Criterio
Calcio	ppm	15	781 (+/- 32)	No cumple
Magnesio	ppm	15	181,5 (+/-2,12)	No cumple
Fósforo	ppm	15	387,5 (+/-2,12)	No cumple
Zinc	ppm	15	407 (+/-16,97)	No cumple
Silicio	ppm	50	34,5 (+/-3,54)	Cumple
Aluminio	ppm	50	12 (+/-1,41)	Cumple
Cromo	ppm	50	2 (0)	Cumple
Cobre	ppm	50	11,5 (+/-0,71)	Cumple
Hierro	ppm	50	50 (+/-2,12)	No cumple
Plomo	ppm	50	1 (0)	Cumple
Níquel	ppm	50	0	Cumple
Estaño	ppm	50	0	Cumple
Vanadio	ppm	50	0	Cumple
Potasio	ppm	50	9,5 (+/-0,71)	Cumple

Fuente: elaboración propia a partir de la norma NTC 5595 (Icontec, 2013).

Sin embargo, las concentraciones de calcio, sodio y cromo aumentaron debido a la composición química de la ilmenita. Los resultados fueron comparados con los parámetros establecidos en la norma colombiana NTC 5595 (Icontec, 2013) sobre aceites lubricantes (Tabla 9).

El aceite tratado por adsorción con ilmenita supera las concentraciones permitidas para calcio, magnesio, fósforo, zinc y hierro. Por otra parte, este cumple con los parámetros para su uso como lubricante con respecto a cromo, níquel, estaño, cobre, silicio, aluminio y plomo.

Conclusiones

La caracterización del lubricante usado demuestra contenidos de metales pesados y otros contaminantes. El tratamiento de hidrólisis ácida es eficiente en la separación de contaminantes del aceite, no obstante, genera lodos con características peligrosas que requieren manejo especial. La ilmenita es un material adsorbente prometedor en la remoción de contaminantes presentes en el lubricante usado, más cuando es combinado con acidificación. A pesar de que el aceite tratado se utiliza en combustión, es necesario encontrar métodos que faciliten la regeneración como alternativa de revalorización.

Agradecimientos: los autores agradecen a la Fundación Universidad de América, al Centro de Tecnologías del Transporte del SENA y al Tecnoparque SENA nodo Bogotá, por su contribución en el desarrollo de la presente investigación.

Conflictos de interés: la investigación corresponde a resultados de investigación del proyecto de grado "Evaluación de los procesos de pretratamiento requeridos para el tratamiento biológico de los residuos de aceites usados de motor diésel", cofinanciado por el Centro de Tecnologías del Transporte SENA y la Fundación Universidad de América.

Bibliografía

- Adjamov, K., Guseynova, E., Imanova, N., Ismailova, K., Ismailova, V., Agabekova, M., Yusubova, S., Asgarova, M., 2017. Assessment of physical and chemical properties of the waste motor oil. *Azerbaijan Chem. J.* 1, 80-84.
- Appiah-Adjei, E., Baidu, E., Adjei, K., Nkansah, M., 2019. Potential heavy metal pollution of soils from artisanal automobile workshops: the case of Suame Magazine, Ghana. *Environ. Earth Sci.* 78(3), 62. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12665-019-8069-7>
- ASTM, 2017. ASTM D6595. Standard test method for determination of wear metals and contaminants in used lubricating oils or used hydraulic fluids by rotating disc electrode atomic emission spectrometry. *Book of ASTM Standards. Vol. 5, Sec. 3.* DOI: <https://doi.org/10.1520/D6595-17>

- ASTM, 2018a. ASTM E2412. Standard practice for condition monitoring of in-service lubricants by trend analysis using fourier transform infrared (FT-IR) spectrometr. Book of ASTM Standards. Vol. 5, Se. 5. DOI: <https://doi.org/10.1520/E2412-10R18>
- ASTM, 2019a. ASTM D7946-19. Standard test method for initial ph (I-pH)-value of petroleum products. Book of ASTM Standards. Vol. 5, Sec. 4. DOI: <https://doi.org/10.1520/D7946-19>
- ASTM, 2019b. ASTM D189. Standard test method for conradson carbon residue of petroleum products. Book of ASTM Standards. Vol. 5, Sec. 1. DOI: <https://doi.org/10.1520/D0189-06R19>
- ASTM, 2020. ASTM D7279-20. Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids by automated houillon viscometer. Book of ASTM Standards. Vol. 5, Sec. 3. DOI: <https://doi.org/10.1520/D7279-20>
- ASTM, 2021a. ASTM D2896. Standard test method for base number of petroleum products by potentiometric perchloric acid titration. Book of ASTM Standards. Vol. 5, Sec. 1. DOI: <https://doi.org/10.1520/D2896-21>
- ASTM, 2021b. ASTM D974. Standard test method for acid and base number by color-indicator titration. Book of ASTM Standards. Vol. 5, Sec. 1. DOI: <https://doi.org/10.1520/D0974-21>
- ASTM, 2022. ASTM D2983. Standard test method for low-temperature viscosity of automatic transmission fluids, hydraulic fluids, and lubricants using a rotational viscometer. Book of ASTM Standards. Vol 5, Sec. 1. DOI: <https://doi.org/10.1520/D2983-22>
- Bisbal, R., Gómez, F., Di Yorio, C., Pérez, M., 2015. Evaluación de las características y propiedades de fundición de Arena de Olivino Venezolana (Parte I). Rev. Fac. Ing. UCV 30(3), 95-110.
- Buchelli-Carpio, L., Garcia-Granizo, V., 2015. Detección temprana de fallas en motores de combustión interna a diesel mediante la técnica de análisis de aceite. Rev. Cienc. UNEMI, 8(15), 84-95. DOI: <https://doi.org/10.29076/issn.2528-7737vol8iss15.2015pp84-95p>
- Cabascango Collahuazo, S., Antamba Guasgua, J., Corrales Zurita, L., Guerra Naranjo, J., 2020. Diagnóstico de la condición de desgaste basado en el análisis de aceite usado. Caso de estudio: Vehículo de servicio de taxi. Conciencia Digital 3(3.2), 18-28. DOI: <https://doi.org/10.33262/concienciadigital.v3i3.2.1399>
- Chen, Y., 2011. Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. J. Non-Cryst. Solids 357(1), 136-139. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2010.09.070>
- Chen, P., Zhai, J., Sun, W., Hu, Y., Yin, Z., Lai, X., 2017. Adsorption mechanism of lead ions at ilmenite/water interface and its influence on ilmenite flotability. J. Ind. Eng. Chem. 53, 285-293. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.04.037>
- Dabai, M., Bello, N., 2019. Comparative study of regeneration of used lubricating oil using sulphuric and oxalic acids/clay treatment process. Int. J. Innov. Res. Sci. Eng. Technol. 6(3), 13-23.
- Delgado, E., Parra, J., Aguilar, L., Guevara, D., Novoa, J., 2007. Combustibles alternativos a partir de aceites usados con tratamientos de limpieza. Avanc. Inv. Ing. 4(7), 80-84.
- Delgado, J., Saldivia, F., Fygueroa, S., 2014. Sistema para la determinación de la degradación del lubricante basado en el tratamiento digital de manchas de aceite de motores diésel. Rev. UIS Ing. 13(1), 55-61.
- Ding, B., Liu, H., Wang, W., 2021. Material and method for treatment of U-containing wastewater based on U enrichment mechanism of altered ilmenite in Sandstone-type U deposit. At. Energy Sci. Technol. 55, 23-29. (In Chinese with English Abstract).
- Fong Silva, W., Quiñones Bolaños, E., Tejada Tovar, C., 2017. Caracterización físico-química de aceites usados de motores para su reciclaje. Prospect. 15(2), 135-144. DOI: <https://doi.org/10.15665/rp.v15i2.782>
- Franco, J., Cramer, T., Bonilla, A., Castañeda, A., Poujol, M., Amaya, Z., 2021. Mineralogía y geocronología de rutilo-(Nb,Ta) relacionado a casiterita y columbita-tantalita provenientes de rocas Mesoproterozoicas del Cratón Amazónico cerca de Cachicamo, Colombia. Bol. Geol. 43(1), 99-126. DOI: <https://doi.org/10.18273/revbol.v43n1-2021005>
- Higuera Cobos, O., Arroyave Londoño, J., Flórez García, L., 2009. Diseño de un biofiltro para reducir el índice de contaminación por cromo generado en las industrias del curtido de cueros. DYNA Rev. Fac. Nac. Minas 76(160), 107-119.
- Icontec, 2002. NTC 336. Grasas y aceites animales y vegetales. Métodos de la determinación de la densidad (masa por volumen convencional). Bogotá.
- Icontec, 2011. NTC 5836-1. Manual de estándares de medición de petróleo, sección muestreo. Práctica normativa para el petróleo y productos del petróleo. Parte 1: Muestreo manual. Bogotá.
- Icontec, 2013. NTC 5995. Petróleo y sus derivados. Bases lubricantes re-refinadas. Bogotá.
- Kaipannan, S., Ganesh, P., Manickavasakam, K., Sundaramoorthy, S., Govindarajan, K., Mayavan, S., Marappan, S., 2020. Waste engine oil derived porous carbon/ZnS Nanocomposite as Bi-functional electrocatalyst for supercapacitor and oxygen reduction. J. Energy Storage 32, 101774. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.est.2020.101774>
- Lam, S., Liew, R., Jusoh, A., Chong, C., Ani, F., Chase, H. A. 2016. Progress in waste oil to sustainable energy, with emphasis on pyrolysis techniques. Renew.

- Sust. Energ. Rev. 53, 741-753. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.09.005>
- López, J., González, M., Scaini, A., Goñi, M., Valdenebro, J., Gimena, F., 2012. Caracterización del modelo HEC-HMS en la cuenca de río Arga en Pamplona y su aplicación a cinco avenidas significativas. *Obras y Proyectos* 12, 15-30. DOI: <https://doi.org/10.4067/s0718-28132012000200002>
- LV, Y., Le, Q.-T., Bui, H.-B., Bui, X.-N., Nguyen, H., Nguyen-Thoi, T., Dou, J., Song, X., 2020. A comparative study of different machine learning algorithms in predicting the content of ilmenite in titanium placer. *Appl. Sci.* 10(2), 635. DOI: <https://doi.org/10.3390/app10020635>
- Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, 2014. Manual técnico para el manejo de aceites lubricantes usados de origen automotor industria. 2ª ed. Bogotá.
- Mishra, A., Siddiqi, H., Kumari, U., Behera, I., Mukherjee, S., Meikap, B., 2021. Pyrolysis of waste lubricating oil/waste motor oil to generate high-grade fuel oil: A comprehensive review. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 150, 111446. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111446>
- Muñoz, É., Montoya, D., Muñoz, A., 2020. Planteamiento y solución de la problemática de los aceites usados en Colombia. *Rev. Ambient. Éolo* 18(1), 22.
- Oladimeji, T., Oguntuashe, K., Emetere, M., Efeovbokhan, V., Odunlami, O., Obanla, O., 2020. Industrial- and automotive-used lubricating oils recycling cum acidic sludge treatment. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 106(9-10), 4157-4167. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04751-6>
- Ouyang, P., Zhang, X., 2020. Regeneration of the waste lubricating oil based upon flyash adsorption / solvent extraction. *Environ. Sci. Poll. Res.* 27(30), 37210-37217. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07389-9>
- Pawlak, Z., Urbaniak, W., Kaldonski, T., Styp-Rekowski, M., 2010. Energy conservation through recycling of used oil. *Ecol. Eng.* 36(12), 1761-1764. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2010.08.007>
- Ponche, E. 2005. diseño de un tren de potabilización para una planta generadora de agua embotellada. Universidad de las Américas, Puebla, México.
- Ramírez, C., Carvajal, Y., Bocanegra, R., Sandoval, M., 2018. Determinación de relaciones nivel – caudal simple o compleja en un río. Caso del río Cauca. *Ingeniería y Competitividad* 20(2), 45-56. <https://doi.org/10.25100/iyv.v20i2.6354>
- Romero, J., 2013. Potabilización del agua. 4a ed. Alfaomega; Escuela Colombiana de Ingeniería, Bogotá.
- Saldivia, F., 2013. Aplicación de mantenimiento predictivo. Caso estudio: análisis de aceite usado en un motor de combustión interna. In: *Memorias del 11a LACCEI Latin American and Caribbean Conference for Engineering and Technology (LACCEI'2013): Innovation in Engineering, Technology and Education for Competitiveness and Prosperity*. Cancún, México.
- Sánchez-Alvarracín, C., Criollo-Bravo, J., Albuja-Arias, D., García-Ávila, F., Pelaez-Samaniego, R., 2021. Characterization of used lubricant oil in a Latin-American medium-size city and analysis of options for its regeneration. *Recycling* 6(1), 10. DOI: <https://doi.org/10.3390/recycling6010010>
- Santos, B., 1993. Process for re-refining used oil. Patent No. US 5,514,272A del 7 de mayo de 1996. Fremont, CA.
- Si, X.-G., Lu, X.-G., Li, C.-W., Li, C.-H., Ding, W.-Z., 2012. Phase transformation and reduction kinetics during the hydrogen reduction of ilmenite concentrate. *Int. J. Miner. Metall. Mater.* 19(5), 384-390. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12613-012-0568-4>
- Speight, J., Exall, D., 2014. Refining used lubricating oils. CRC Press, Boca Raton, FL. DOI: <https://doi.org/10.1201/b16745>
- Wankat, P., 2008. Ingeniería de procesos de separación. 2a ed. Pearson Prentice Hall, Ciudad de México.
- Zzeyani, S., Mikou, M., Naja, J., Bouyazza, L., Fekkar, G., Aiboudi, M., 2019. Assessment of the waste lubricating oils management with antioxidants vegetables extracts based resources using EPR and FTIR spectroscopy techniques. *Energy* 180, 206-215. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.energy.2019.05.007>
- Zzeyani, S., Mikou, M., Jamal, N., 2018. Physicochemical characterization of the synthetic lubricating oils degradation under the effect of vehicle engine operation. *Eurasian J. Anal. Chem.* 13(4).