



Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Universidad del Perú. Decana de América

Facultad de Química e Ingeniería Química

Escuela Profesional de Ingeniería Química

**Aplicación de la Arcilla Bentonita Activada con Ácido
Oxálico en la Regeneración de Aceites Lubricante
Usados**

TESIS

Para optar el Título Profesional de Ingeniera Química

AUTOR

Grace Diana CRESPO REYNA

ASESOR

Dr. Eder Clidio VICUÑA GALINDO

Lima, Perú

2024



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Crespo, G. (2024). *Aplicación de la Arcilla Bentonita Activada con Ácido Oxálico en la Regeneración de Aceites Lubricante Usados*. [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Química e Ingeniería Química, Escuela Profesional de Ingeniería Química]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.

Metadatos complementarios

Datos de autor 1	
Nombres y apellidos	Grace Diana Crespo Reyna.
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	71642639
URL de ORCID	
Datos de asesor	
Nombres y apellidos	Eder Clidio Vicuña Galindo
Tipo de documento de identidad	DNI
Número de documento de identidad	09069542
URL de ORCID	https://orcid.org/0000-0003-4980-0490
Datos del jurado	
Presidente del jurado	
Nombres y apellidos	Fanny Blas Rodríguez
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	10683607
Miembro del jurado 1	
Nombres y apellidos	Mercedes Puca Pacheco
Tipo de documento	DNI
Número de documento de identidad	09610017
Datos de investigación	
Línea de investigación	C.0.2.2. Tecnologías para mitigar los impactos ambientales de las actividades industriales
Grupo de investigación	No aplica

Agencia de financiamiento	Sin financiamiento.
Ubicación geográfica de la investigación	Edificio:Facultad de Química e Ing. Química País: Perú Departamento: Lima Provincia: Lima Distrito: Lima-Cercado Calle: German Amézaga 375 Latitud: -12.060382 Longitud: -77.083515
Año o rango de años en que se realizó la investigación	Abril 2024 - agosto 2024
URL de disciplinas OCDE	Ingeniería química https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#2.04.01 Ingeniería de procesos https://purl.org/pe-repo/ocde/ford#2.04.02

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS

(Universidad del Perú, DECANA DE AMÉRICA)

FACULTAD DE QUÍMICA E INGENIERÍA QUÍMICA

Central Telefónica: 619-7000

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS

Los suscritos miembros del Jurado Calificador nombrados por el señor Presidente del Comité Ejecutivo del "II Programa Ciclo Taller de Titulación Profesional por la Modalidad de Tesis y Trabajo de Suficiencia Profesional para la Facultad de Química e Ingeniería Química 2024-I", bajo la Presidencia de la **Mg. FANNY BLAS RODRÍGUEZ**; la **Dra. MERCEDES PUCA PACHECO (Miembro)** y **Dr. EDER CLIDIO VICUÑA GALINDO (Asesor)**; habiendo presentado para tal efecto la **TESIS**, titulada "**Aplicación de la Arcilla Bentonita Activada con Ácido Oxálico en la Regeneración de Aceites Lubricante Usados**" después de **SUSTENTADA Y APROBADA** la tesis elaborado por la bachiller en Ingeniería Química: **CRESPO REYNA, GRACE DIANA**; para optar el **TÍTULO PROFESIONAL de INGENIERA QUÍMICA**, acordaron calificarlo con la **NOTA** de:

QUINCE

(LETRAS)

15

(NÚMEROS)

Ciudad Universitaria, 17 de agosto del 2024

Mg. FANNY BLAS RODRÍGUEZ

Presidenta

Dra. MERCEDES PUCA PACHECO

Miembro

Dr. EDER CLIDIO VICUÑA GALINDO

Asesor

Dr. RUBEN ALFREDO PALOMINO INFANTE

Director de la E.P. de Ingeniería Química





UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE
SAN MARCOS
Universidad del Perú, Decana de América

CERTIFICADO DE SIMILITUD

Yo, EDER CLIDIO VICUÑA GALINDO en mi condición de asesor acreditado con la Resolución Decanal N° 000656-2024-D-FQIQ/UNMSM de la tesis, cuyo título es **Aplicación de la Arcilla Bentonita Activada con Ácido Oxálico en la Regeneración de Aceites Lubricante Usados**, presentado por la bachiller **Grace Diana Crespo Reyna** para optar el título Profesional de Ingeniería Química, CERTIFICO que se ha cumplido con lo establecido en la Directiva de Originalidad y de Similitud de Trabajos Académicos, de Investigación y Producción Intelectual. Según la revisión, análisis y evaluación mediante la plataforma PIDS, el documento evaluado cuenta con el 11% de similitud, nivel **PERMITIDO** para continuar con los trámites correspondientes y para su **publicación en el repositorio institucional**.

Se emite el presente certificado en cumplimiento de lo establecido en las normas vigentes, como uno de los requisitos para la obtención del título correspondiente.

Lima, 10 de octubre de 2024

Firma del Asesor

Nombres y Apellidos del asesor: Eder Clidio Vicuña Galindo

DNI: 09069542

DEDICATORIA

A mi hermanita Brittany, a quien quiero mucho y deseo que este trabajo sea una guía en su camino y la inspire a alcanzar todas sus metas y sueños.

A mi papá y a mi mamá, por su amor incondicional, guía y fortaleza que siempre han estado a mi lado. Y a mi querido abuelo, Papa Lucho, por su sabiduría y amor que me han inspirado en cada paso de este camino.

Con todo mi cariño y gratitud,

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, quiero agradecer a mi asesor el Dr. Vicuña Galindo por apoyo constante y valiosa ayuda en el desarrollo de este proyecto. Su orientación y compromiso han sido esenciales para la culminación de este trabajo.

Agradezco al profesor Dr. Nino Castro, quien me brindó su apoyo incondicional y asistencia durante el desarrollo de mis experimentos en el laboratorio de Productos Naturales del departamento de Química Orgánica de la Facultad de Ingeniería Química. Su ayuda ha sido importante para el avance y éxito de esta investigación.

A mis amigos Alexis Altaminaro y Analy Panibra, por su amistad incondicional y ánimos constantes durante todo el proceso.

A la profesora Dr. María Lino Pacheco y a la docente Química Dora Inés Delmas les expreso mi gratitud por su colaboración y valiosas aportaciones a lo largo de mi trabajo.

ÍNDICE GENERAL

DEDICATORIA	i
AGRADECIMIENTO	ii
RESUMEN	viii
ABSTRACT	ix
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. Planteamiento del problema	1
1.2. Formulación del problema	3
1.2.1. Problema General	3
1.2.2. Problemas Específicos	3
1.3. Objetivos	3
1.3.1. Objetivo General	3
1.3.2. Objetivos Específicos	3
1.4. Justificación de la investigación	4
1.4.1. Justificación teórica	4
1.4.2. Justificación práctica	4
1.5. Limitaciones de la investigación	4
2. MARCO TEÓRICO	6
2.1 Antecedentes	6
2.2 Base teórica	26
2.2.1 Aceite Lubricante	26
2.2.2 Bentonita	41
2.2.3 Activación de la Bentonita	43
2.2.4 Regeneración del aceite lubricante usado	47
3. HIPÓTESIS Y VARIABLES	50
3.1. Hipótesis	50
3.1.1. Hipótesis General	50
3.1.2. Hipótesis Específicas	50
3.2. Variables	50
3.2.1. Variable independiente	50
3.2.2. Variables dependientes	50
3.2.3. Variables controladas:	50
3.3. Operacionalización de variables	51
4. MATERIALES Y MÉTODOS	53
4.1. Área de estudio	53
4.2. Diseño de la investigación	53
4.3. Población y muestra	54
4.3.1. Población	54
4.3.2. Muestra	54
4.4. Procedimientos, técnicas de recolección de datos	56
4.4.1. Reactivos, materiales y equipos	56
4.4.2. Activación de la arcilla bentonita	58
4.4.3. Caracterización de la arcilla	59
4.4.4. Regeneración del aceite lubricante usado	60
4.4.5. Caracterización del aceite lubricante	62
4.4.6. Optimización de la regeneración del aceite lubricante	62
5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS:	63
5.1. Caracterización de la arcilla bentonita antes y después de la activación	63
5.2. Caracterización del aceite lubricante antes y después del tratamiento	65

5.2.1. Análisis FTIR	65
5.2.2. Evaluación fisicoquímica del aceite lubricante	71
5.2.3. Análisis estadístico de la viscosidad a 100°C del aceite recuperado	78
5.2.4. Análisis estadístico de la viscosidad a 40°C del aceite recuperado	83
5.3. Rendimiento del proceso de regeneración	88
5.3.1. Análisis estadístico del aceite recuperado	88
6. CONCLUSIONES	91
7. RECOMENDACIONES	93
8. BIBLIOGRAFÍA	94
9. ANEXOS	101
ANEXO A: PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN DE ÁCIDO OXÁLICO 1M	101
ANEXO B: ACTIVACIÓN DE LA ARCILLA BENTONITA	103
ANEXO C: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA ANALISIS FTIR-ATR	107
ANEXO D: PRETRATAMIENTO DEL ACEITE LUBRICANTE	108
ANEXO E: REGENERACIÓN DEL ACEITE LUBRICANTE USADO	110
ANEXO F: EQUIPO VISCOSÍMETRO HOUILLON	114
ANEXO G: EQUIPO ESPECTRÓMETRO ICP-AES, SPECTRO ARCOS	115
ANEXO H: CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES	116
ANEXO I: PRESUPUESTO	116

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Eficiencia de clarificación del aceite lubricante usado con diferentes tratamientos de arcilla	7
Tabla 2.	Análisis del Proceso de Jerarquía Analítica (AHP) para evaluar tecnologías de regeneración de lubricante	11
Tabla 3.	Análisis fisicoquímico del aceite lubricante regenerado con diferentes adsorbentes	18
Tabla 4.	Evaluación de tecnología para regeneración de aceite lubricante usado	20
Tabla 5.	Análisis fisicoquímico del aceite lubricante regenerado empleando 2 tipos de arcillas, una obtenida de Goshica y la otra de Karaqeva.	25
Tabla 6.	Grados de viscosidad para aceites de motor según SAE J300 (2004)	28
Tabla 7.	Clasificación API de los aceites bases	29
Tabla 8.	Clasificación ISO del aceite lubricante	31
Tabla 9.	Composición de la base de aceite lubricante	32
Tabla 10.	Composición de los aditivos para elaboración de aceites lubricantes	33
Tabla 11.	Tipos de arcilla y sus características principales	42
Tabla 12.	Condiciones que influyen en el proceso de activación	45
Tabla 13.	Parámetros establecidos para la regeneración del aceite lubricante usado	50
Tabla 14.	Análisis fisicoquímico del aceite lubricante nuevo CASTROL GTX 5W30	55
Tabla 15.	Contenido de metales en el aceite lubricante nuevo CASTROL GTX 5W30 ..	55
Tabla 16.	Análisis fisicoquímico del aceite lubricante	71
Tabla 17.	Contenido de metales en el aceite lubricante	77
Tabla 18.	Análisis de Varianza	78
Tabla 19.	Análisis de Varianza	80
Tabla 20.	Análisis de Varianza	83
Tabla 21.	Análisis de Varianza	85
Tabla 22.	Resultados de rendimiento de regeneración del aceite lubricante usado	88
Tabla 23.	Análisis de Varianza	89

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Capacidad de adsorción de la arcilla bentonita en diferentes disolventes	9
Figura 2. Análisis FTIR del aceite vegetal usado marca (SUFI) regenerado con arcilla bentonita activada con ácido oxálico	14
Figura 3. Análisis FTIR de la arcilla bentonita activada con ácido oxálico 1N	15
Figura 4. Capacidad de adsorción de la arcilla activada con ácido oxálico a diferentes temperaturas	23
Figura 5. Lubricación del cojinete de deslizamiento con aceite lubricante	27
Figura 6. Desarrollo de la clasificación API para aceites de motor para gasolina	29
Figura 7. Desarrollo de la clasificación API para aceites de motor diésel	30
Figura 8. Contaminantes presentes en los aceites lubricantes	34
Figura 9. Diagrama del tubo Houillon	36
Figura 10. Estándar de color ASTM 1500-12 para aceites lubricantes	38
Figura 11. Espectros FTIR de diferentes tipos aceites base	40
Figura 12. Estructura laminar de la arcilla bentonita	43
Figura 13. Activación ácida de la arcilla bentonita cálcica natural	44
Figura 14. Proceso de activación ácida de la arcilla bentonita	45
Figura 15. Diferentes métodos de regeneración y sus procedimientos	47
Figura 16. Proceso para el desarrollo de esta investigación	54
Figura 17. Esquema de la activación de la arcilla bentonita con ácido oxálico 1M.	59
Figura 18. Destilación simple del aceite lubricante usado	60
Figura 19. Esquema de la regeneración del aceite lubricante	61
Figura 20. Espectro FTIR de la arcilla bentonita natural	63
Figura 21. Espectro FTIR de la arcilla bentonita activada con ácido oxálico 1M	64
Figura 22. Comparación de espectro FTIR de la arcilla bentonita natural (rojo) y de la arcilla bentonita activada (negro)	65
Figura 23. Espectro FTIR del aceite lubricante usado (antes del tratamiento)	66
Figura 24. Espectro FTIR del aceite regenerado (1A) con arcilla bentonita dosis 10%	67
Figura 25. Espectro FTIR del aceite regenerado (1B) con arcilla bentonita dosis 10%	67
Figura 26. Espectro FTIR del aceite regenerado (2A) con arcilla bentonita dosis 20%	68
Figura 27. Espectro FTIR del aceite regenerado (2B) con arcilla bentonita dosis 20%	69
Figura 28. Espectro FTIR del aceite regenerado (3A) con arcilla bentonita dosis 30%	70
Figura 29. Espectro FTIR del aceite regenerado (3B) con arcilla bentonita dosis 30%	70
Figura 30. Muestra de aceite lubricante usado	74
Figura 31. Comparación de color de las muestras de aceite lubricante regenerado	74
Figura 32. Prueba Post-hoc de Dunnett	79
Figura 33. Gráfica de intervalos de control y tratamientos	79
Figura 34. Gráficas de residuos para control y tratamientos (10%,20%,30%)	80
Figura 35. ICs simultáneos de 95% análisis Tukey	81
Figura 36. Gráfica de intervalos de 10%,20% y 30%	81
Figura 37. Gráfico de caja de 10%,20% y 30% de bentonita	82
Figura 38. Gráficos de residuos para 10%,20% y 30%.	82
Figura 39. Prueba Post-hoc de Dunnett	84
Figura 40. Gráfica de intervalos de control y tratamientos	84
Figura 41. Gráficas de residuos para control y tratamientos (10%,20%,30%)	85
Figura 42. ICs simultáneos de 95% de Tukey	86
Figura 43. Gráfico de intervalos de 10%, 20% y 30%	86
Figura 44. Gráfico de caja de 10%,20% y 30% de bentonita	87
Figura 45. Gráficos de residuos para 10%,20% y 30%.	87
Figura 46. ICs simultáneos de 95% del análisis Tukey	89

Figura 47. Gráfica de intervalos de % de recuperación vs dosis de arcilla bentonita	90
Figura 48. Gráfica de intervalos de % de recuperación vs dosis de arcilla bentonita	90

RESUMEN

El objetivo de esta investigación fue determinar la capacidad de regeneración del aceite lubricante usado aplicando una arcilla bentonita activada con ácido oxálico. Este estudio es importante porque propone un método más eficiente y menos contaminante que la activación tradicional con ácido sulfúrico. La metodología incluyó usar FTIR para caracterizar la bentonita activada con ácido oxálico, que produjo la aparición de más sitios activos y el desplazamiento de cationes de hierro y aluminio de la capa octaédrica. Se utilizaron dosis de bentonita activada al 10%, 20% y 30% para regenerar el aceite lubricante usado; que luego fue caracterizado mediante FTIR, mostrando una reducción del hollín, eliminación de contaminantes por nitración y una menor intensidad en las vibraciones de glicol. Se evaluó el proceso de regeneración del aceite, obteniéndose una disminución del 63% y 54% en la viscosidad a 100°C y 40°C, respectivamente, usando ASTM D7279-20; un color amarillo claro (1.0 en la escala de ASTM 1500-12) y un rendimiento del 65%. Además, se realizaron análisis de contenido de humedad según ASTM D6304-20, índice de viscosidad ASTM D2270-10, índice de acidez total ASTM D664-18, y contenido de metales según ASTM D5185-18. Se determinó, mediante ANOVA y la prueba Tukey, que las dosificaciones de 20% o más de la bentonita activada fueron las más efectivas en la regeneración de aceites lubricantes usados.

Palabras clave: Aceite lubricante usado, bentonita activada, regeneración

ABSTRACT

The objective of this research was to determine the regeneration capacity of used lubricating oil by applying a bentonite clay activated with oxalic acid. This study is important because it proposes a more efficient and less polluting method than traditional activation with sulfuric acid. The methodology included using FTIR to characterize the oxalic acid-activated bentonite, which resulted in the appearance of more active sites and the displacement of iron and aluminum cations from the octahedral layer. Activated bentonite was used in doses of 10%, 20%, and 30% to regenerate the used lubricating oil; which was then characterized by FTIR, showing a reduction in soot, elimination of contaminants by nitration and a lower intensity in glycol vibrations. The oil regeneration process was evaluated, obtaining a 63% and 54% decrease in viscosity at 100°C and 40°C, respectively, using ASTM D7279-20; a light yellow color (1.0 on the scale, ASTM 1500-12) and a yield of 65%. Additionally, analyses of the determination of water according to ASTM D6304-20, viscosity index according to ASTM D2270-10, total acid number (TAN) according to ASTM D664-18, and multielement determination according to ASTM D5185-18 were performed. It was determined, through ANOVA and the Tukey test, that dosages of 20% or more of activated bentonite were the most effective in the regeneration of used lubricating oils.

Keywords: Used lubricating oil, Activated bentonite, Regeneration

1. INTRODUCCIÓN

La creciente industrialización y el desarrollo global han impulsado un aumento significativo en el consumo de productos derivados del petróleo, incluyendo combustibles y lubricantes. Este aumento en la demanda de estos productos, esenciales para la operación de maquinaria y vehículos, ha generado una dependencia creciente de los combustibles fósiles. Sin embargo, el uso masivo de los aceites lubricantes ha dado lugar a una serie de problemas ambientales críticos. Según Mang & Dresel (2007), se utilizan entre 30 y 40 millones de toneladas de lubricantes al año, de los cuales aproximadamente el 50% se desecha al medio ambiente sin tratamiento alguno. Además, Schneider, M. (2006) señala que cerca del 95% de los aceites lubricantes desechados son altamente tóxicos, contribuyendo significativamente a la contaminación ambiental.

El agotamiento de las reservas de petróleo y la creciente preocupación por los impactos ambientales de los aceites lubricantes usados, han llevado a la adopción de diversas medidas para mitigar estos riesgos, destacando entre ellas la regeneración del aceite lubricante (Syahir et al., 2017). La regeneración no solo ayuda a reducir la dependencia de nuevos productos petrolíferos, sino que también minimiza el impacto ambiental al tratar y reutilizar aceites que de otro modo serían desechados.

Este estudio se enfoca en la evaluación y desarrollo de un método específico para la regeneración de aceites lubricantes usados: la utilización de arcilla bentonita activada con ácido oxálico, con el objetivo de proporcionar una alternativa sostenible y eficaz para enfrentar los desafíos ambientales actuales.

1.1. Planteamiento del problema

En el Perú hay un manejo inadecuado de los aceites lubricantes usados que ocasiona una serie de problemas debido a que es un producto derivado del petróleo crudo y contiene compuestos tóxicos que se encuentran inherentemente en el petróleo como: hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP), bifenilos policlorados (PCB) y metales pesados como: plomo (Pb), arsénico (As), magnesio (Mg), hierro (Fe), cobre (Cu), zinc (Zn). (Parekh et al, 2023; Kanokkantapong et al, 2009).

Además, tras un periodo de uso, los aceites lubricantes se deterioran y pierden propiedades debido a la oxidación, la contaminación y envejecimiento del aceite. Dando lugar a la formación de ácidos, hollín, polvo metálico, lodos de aceite y contenido de agua. Estas sustancias disminuyen la calidad del aceite lubricante perjudicando el buen funcionamiento

de las máquinas. Asimismo, la combustión interna del motor produce contaminantes que incluyen compuestos fenólicos, barnices y metales. (Anisuzzaman et al, 2021).

Por este motivo, los aceites lubricantes usados causan daños al medio ambiente cuando se vierten, sin tratamiento previo, hacia al mar ya que crea una película en el agua que impide el ingreso de la luz solar dificultando la fotosíntesis afectando a la fauna y flora acuáticas. En el suelo, los aceites lubricantes obstruyen los poros que impiden el ingreso del aire y del agua hacia las raíces de las plantas perjudicando a los organismos que viven en este medio y al ecosistema. Los compuestos químicos del aceite lubricante también causan daños a la salud ingresando al cuerpo humano a través del contacto cutáneo causando desde alergias hasta cáncer a la piel. Además, los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP) ingresan por las vías respiratorias y afecta a los pulmones (Nowak et al, 2019).

A pesar que en el Perú existe la Norma Técnica Peruana NTP 900.050:2022. “Gestión de residuos-Manejo de aceites usados” aprobada en la Resolución Directoral 009-2022-INACAL/DN en la cual se establecen pautas para la recolección, almacenamiento, transporte, tratamiento, valorización y disposición final. La norma otorga a la empresa decidir la disposición final del aceite usado siendo este responsable de gestionar de manera segura el aceite y tener un plan de contingencia. La norma sugiere que el aceite se aproveche como combustible alternativo para incineración en establecimientos autorizados aprovechando su alto valor energético. Además, se sugiere tratar el aceite usado para remover metales pesados y transformarlo en aceite base aprovechando su alto valor material.

Las empresas no cumplen con las disposiciones de la norma y se carece de seguimiento por parte del Estado ante una eventualidad de emergencia como derrames. Esto también es sostenido por una reciente publicación (Huiman Cruz et al., 2023) en la cual menciona que la empresa Repsol no cumplió con el manejo adecuado de residuos de hidrocarburos y almacenamiento, ocasionando el derrame de hidrocarburos de la refinería La Pampilla en las playas del distrito de Ventanilla. No es suficiente el cumplimiento de la norma, se requiere un aprovechamiento integral de este recurso utilizando alternativas tecnológicas de regeneración de aceite lubricante. Los principales métodos para reprocesamiento de aceite lubricante son: proceso ácido/arcilla, el cual es muy económico, pero genera residuos de lodos ácidos altamente contaminantes. Los métodos de evaporación de película fina (TFE) y extracción con solventes poseen un alto porcentaje de regeneración, pero son muy caros. El método de hidrotratamiento también posee un alto porcentaje de

regeneración, pero se requiere de una planta de gran capacidad y el costo es muy alto. La mejor alternativa a considerarse es la arcilla activada porque a pesar de no tener una alta eficiencia de regeneración, es económico, no genera residuos contaminantes, se puede realizar en plantas de pequeña capacidad, y es un proceso simple y directo. Sin embargo, para la activación de la arcilla se emplea ácidos inorgánicos altamente peligrosos. Los estudios proponen la activación de arcilla mediante ácidos orgánicos como alternativa ecoamigable. Se considera la regeneración de aceites lubricantes empleando arcillas activadas con ácido oxálico porque posee mayor capacidad de adsorción.

1.2. Formulación del problema

1.2.1. Problema General

- ¿De qué manera la implementación de la arcilla bentonita activada con un ácido oxálico permitirá aumentar la capacidad de regeneración del aceite lubricante usado?

1.2.2. Problemas Específicos

- ¿Cómo activar la arcilla bentonita para que tenga un gran poder adsorbente y características fisicoquímicas que fortalezcan el proceso de adsorción de los contaminantes?
- ¿Cómo desarrollar y evaluar el proceso de regeneración de aceites lubricantes usados mediante la regeneración usando arcillas activadas?

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo General

- Determinar la capacidad de regeneración del aceite lubricante usado aplicando una arcilla bentonita activada con ácido oxálico.

1.3.2. Objetivos Específicos

- Analizar la capacidad de adsorción de la arcilla bentonita al ser activada con ácido oxálico a condiciones operacionales adecuadas mediante la técnica espectroscópica FTIR.
- Evaluar la capacidad de regeneración de los aceites lubricantes usados mediante reprocesamiento con arcilla bentonita activada con ácido oxálico.

1.4. Justificación de la investigación

1.4.1. Justificación teórica

La justificación teórica del presente estudio se centra en la exploración y desarrollo de métodos innovadores para la regeneración de aceites lubricantes usados, especialmente considerando que hasta la fecha no se ha empleado la arcilla activada con ácido oxálico para este propósito. Aunque existen estudios que mencionan el uso de arcillas activadas con ácido oxálico en la purificación de aceites vegetales, su aplicación en la regeneración de aceites lubricantes no ha sido ampliamente investigada. Por lo tanto, este estudio busca llenar ese vacío en la literatura científica, proponiendo un enfoque que no solo sea eficaz, sino que también minimice el impacto ambiental y los riesgos para la salud humana asociados con los métodos de regeneración tradicionales.

1.4.2. Justificación práctica

La justificación práctica de este estudio se fundamenta en la necesidad urgente de abordar el problema del manejo inadecuado de aceites lubricantes usados en Perú, que representa una amenaza significativa para el medio ambiente. A través de la implementación de un proceso de regeneración que utiliza arcilla activada con ácido oxálico, se busca extender la vida útil del lubricante y reducir la cantidad de residuos que contaminan el entorno. Además, este proyecto es importante porque servirá como base de estudio para aplicar la regeneración bajo las mejores condiciones de operación en el Perú, buscando establecer un proceso mejorado y amigable con el medio ambiente. Este enfoque innovador tiene el potencial de ofrecer un modelo más eficiente y sostenible para la gestión de aceites lubricantes usados en el país.

1.5. Limitaciones de la investigación

El presupuesto asignado para la investigación fue insuficiente para cubrir todos los costos asociados a los análisis fisicoquímico del aceite lubricante. Como resultado, algunas pruebas adicionales que habrían proporcionado un entendimiento más profundo de la calidad del aceite no pudieron llevarse a cabo.

Una de las principales limitaciones de esta investigación fue el tiempo limitado disponible para llevar a cabo variaciones en el proceso de regeneración del aceite, específicamente en cuanto a los parámetros de tiempo y temperatura. Debido a restricciones temporales, no se

podieron realizar experimentos adicionales que podrían haber proporcionado información más detallada sobre cómo diferentes tiempos de exposición y variaciones en la temperatura afectan la eficiencia del proceso de regeneración. La investigación podría haberse beneficiado del uso de tecnologías más avanzadas, como la activación mediante microondas, que podría haber reducido el tiempo de activación de la arcilla bentonita y mejorado la eficiencia del proceso.

Otra limitación significativa fue la pequeña cantidad de muestra de aceite recuperado que afectó la realización de algunas pruebas fisicoquímicas que requieren un volumen mayor de aceite para obtener resultados precisos. La escasez de muestra impidió la evaluación completa de todas las propiedades necesarias, restringiendo el análisis y, en consecuencia, limitando la cantidad de datos disponibles para una caracterización exhaustiva del aceite regenerado.

Finalmente, no se realizó un seguimiento a largo plazo del comportamiento y la estabilidad del aceite regenerado. La ausencia de estudios sobre envejecimiento y pruebas de durabilidad bajo condiciones reales de operación, limita la evaluación completa de su ciclo de vida y rendimiento lo largo del tiempo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

Aguilar et al. (2020) reportaron que la activación de la arcilla bentonita proveniente de Ecuador con ácidos inorgánicos como el ácido sulfúrico 97%, ácidos orgánicos como el ácido acético 99%, y una mezcla de los dos, para aplicarlo en la regeneración de aceite lubricante usado, tuvo como objetivo determinar el tipo de ácido para activar la arcilla bentonita que tenga mayor capacidad de purificación en aceite lubricante usado. Se lleva a cabo mediante análisis en laboratorio para determinar las modificaciones estructurales de la arcilla, empleando el método de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía electrónica de barrido (SEM), y Difractómetro de Rayos X (DRX). Para determinar la capacidad de regeneración del aceite lubricante se emplea Espectroscopia UV empleando un espectrofotómetro UV-VIS doble Haz SPECORD 210 PLUS- 223F2101C; FTIR empleando espectrofotómetro de aceites ERALYTICS modelo ERASPEC OIL; análisis de Total Base Number (TBN) en ASTM D289; y análisis de color ASTM D1500. Para la activación de la arcilla bentonita se requiere 30 g de arcilla bentonita con agua destilada proporción 10:1 y ácido sulfúrico en diferentes concentraciones: 20, 40% y 60% v(ácido)/w(arcilla)%. La mezcla se agita a 400 rpm durante 5 horas a una temperatura de 90°C. Posteriormente se centrifuga a 3500 rpm durante 30 minutos y se seca a 105°C durante 16 horas. El aceite lubricante usado recibe un pretratamiento que incluye deshidratación, desfaltado y fraccionamiento. Para la aplicación de arcilla activada en aceite lubricante usado, se requiere 20 ml de aceite lubricante y arcilla bentonita activada en una proporción de 25% en peso con respecto al volumen de aceite, se lleva agitación constante 200rpm a una temperatura de 160°C por 12 minutos. Luego se filtra con papel celulosa porosidad media. La caracterización de la arcilla mediante análisis UV-VIS mostró que la arcilla activada con ácido sulfúrico 40% y mezcla de 40% poseen una alta eficiencia de adsorción de 69.5% y 68.1% respectivamente, como se muestra en la Tabla 1. El análisis de color ASTM D1500 del lubricante usado, que inicialmente tiene una escala de 8, se redujo a escala 3.5 para la arcilla activada con ácido sulfúrico 40% y mezcla 40%, mientras que con la arcilla bentonita natural se redujo hasta escala 5. La viscosidad a 40°C del aceite lubricante usado de 39.6 cSt se redujo a 31.3 cSt con la arcilla activada de ácido sulfúrico, mientras que la viscosidad a 100°C se redujo de 7.6 a 7 cSt. El número de ácido total (TAN) del lubricante usado de 0.4 se redujo a 0.1 mg KOH/g. El número total de base (TBN) del aceite lubricante, inicialmente de 3.8, se redujo

a 2.7 mg KOH/g. Por lo tanto, la activación de la arcilla bentonita con ácido sulfúrico al 40% y con una mezcla de ácido sulfúrico/acético 40% presentan mayor capacidad de adsorción de aceite lubricante usado y mejoras en sus propiedades del aceite como viscosidad, el número total de base (TBN), el número de ácido total (TAN) y color.

Tabla 1. Eficiencia de clarificación del aceite lubricante usado con diferentes tratamientos de arcilla

Tipo de arcilla bentonita empleado	Absorción del aceite lubricante usado (%)	Eficiencia de clarificación del aceite lubricante usado (%)
Ninguna	65.6	-
Natural	51.7	21.2
Activada con ácido sulfúrico 20%	34.4	47.5
Activada con ácido sulfúrico 40%	20.0	69.5
Activada con ácido sulfúrico 60%	38.4	41.5
Activada con ácido acético 20%	35.2	46.3
Activada con ácido acético 40%	30.0	54.3
Activada con ácido acético 60%	36.2	44.8
Activada con mezcla de ácido 20%	27.9	57.5
Activada con mezcla de ácido 40%	20.9	68.1
Activada con mezcla de ácido 60%	31.4	52.1

De Aguilar et al. (2020).

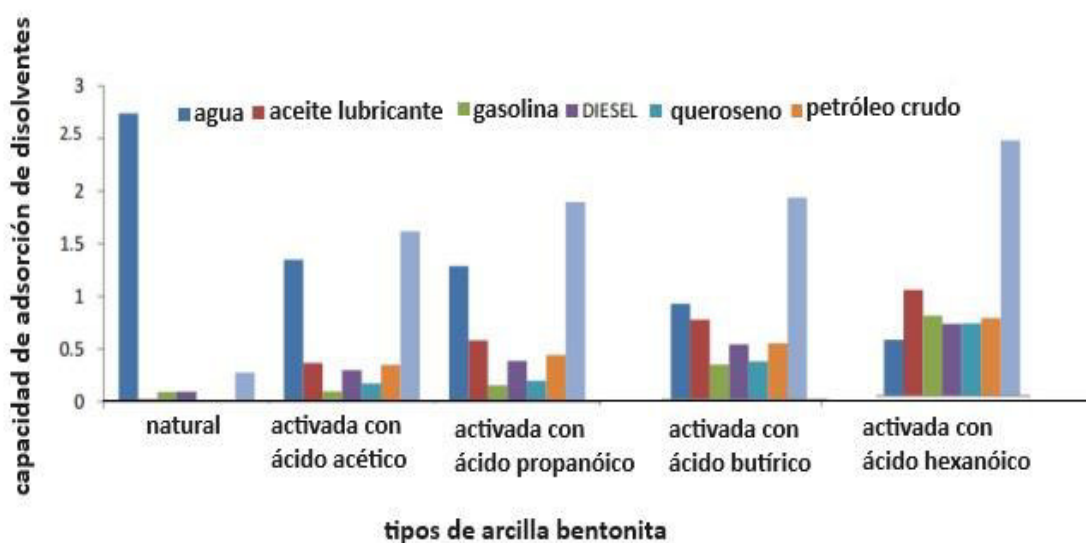
Anisuzzaman et al. (2021) investigaron y compararon métodos y tecnologías para la gestión de aceites lubricantes usados considerando los aspectos económicos y ambientales. Tuvo como objetivo brindar recomendaciones para la selección de métodos de tratamiento y recuperación de aceites lubricantes usados. Se emplea un diseño de investigación basado en la revisión bibliográfica utilizando recolección de información, para comparar los métodos y tecnologías se emplea análisis y síntesis, y para evaluar los avances recientes se emplea revisión crítica. Regenerar el aceite lubricante usado ofrece beneficios para el medio ambiente convirtiendo el aceite usado en aceite base para la fabricación de nuevos aceites o como materia prima para productos derivados del petróleo. Se debatió sobre 3 métodos para aprovechar el lubricante usado los cuales son: incineración, el cual no es recomendable debido a la emisión de gases tóxicos al medio ambiente; reprocesamiento, en el cual se eliminan el agua y las partículas presentes, pero genera mayormente residuos;

y refinación, en el cual se elimina los contaminantes generando menos residuos. Para el método de refinación, se comparó 12 tecnologías para recuperar el aceite según el tipo de muestra y la eficiencia, de los cuales el método de adsorción presenta mayor potencial. Se debate sobre los diferentes tipos de adsorbentes que se emplean en la actualidad, como el gel de sílice, alúminas y caolín, los cuales son costosos. Sin embargo, se presentan nuevas alternativas desarrolladas por recientes estudios como: la arcilla arena de río (RS) la cual posee gran capacidad de eliminar contaminantes metálicos, pero su aplicación es compleja. La tierra blanqueadora gastada (SBE) el cual es un subproducto absorbente que se genera en las industrias de aceite de palmas, pero al aplicarlo genera mayores desechos. Mientras que la arcilla tierra de Fuller (FE) o llamado también arcilla bentonita es un excelente adsorbente debido a su gran capacidad de adsorción de metales pesados sin alterar las propiedades químicas del aceite, además que su costo es accesible y se emplea junto a diversos ácidos para el tratamiento ácido-arcilla o arcilla activada. Se concluye que la recuperación y tratamiento del aceite lubricante usado es importante para la sostenibilidad ambiental y económica, entre los métodos discutidos se recomienda el uso de adsorbentes con gran capacidad para eliminar metales e impurezas como la arcilla bentonita que es usada para blanquear petróleo.

Chukwu et al. (2021) explican sobre la activación de la arcilla bentonita proveniente de Nigeria empleando diferentes ácidos orgánicos, los cuales son: ácido acético, ácido propanóico, ácido butírico y ácido hexanóico, y cómo influye el tipo de activación en la capacidad de adsorción de agua y disolventes orgánicos como: aceite lubricante, gasolina, diésel, queroseno y fenol. Tuvo como objetivo determinar el tipo de arcilla activada con ácido orgánico que tenga mayor hinchamiento y capacidad de adsorción de disolventes orgánicos. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño experimental factorial completo que considera 4 tipos de ácido y 6 tipos de disolventes y la evaluación de sus interacciones. Para determinar el factor de hinchamiento de las arcillas en disolvente se emplea el método de prueba estándar para índice de hinchamiento en American Society for Testing and Materials (ASTM) D5890-95, y para determinar la capacidad de adsorción de disolventes se emplea el método de prueba estándar para rendimiento de adsorbentes en (ASTM) F716-82 y ASTM F726-99. Para la activación de la arcilla, se mezcla 10g de bentonita en 200ml de agua destilada por un tiempo de residencia de 24 horas. Luego, se agrega 200ml del ácido orgánico (1M) con agitación constante a 100°C durante 3 horas. Posteriormente, se filtra con lavado exhaustivo y se seca en un horno por 3 horas. Para la

prueba de hinchamiento, se emplea un tubo de ensayo graduado y se pesa 0.5 g de bentonita activada en 50 ml de disolvente orgánico, posterior se registra el volumen antes y después de la agitación. Para la capacidad de adsorción, se emplea un equipo de cubo de malla de vidrio con peso conocido y se coloca la arcilla activada en el interior para luego sumergirlo en el disolvente de prueba. Luego de 15 minutos, se pesa la arcilla y se calcula la diferencia de peso para calcular su capacidad de adsorción. Se concluye que el ácido hexanóico tiene mayor capacidad de adsorción de disolventes derivados de petróleo en comparación con las arcillas activadas empleando los otros ácidos como se puede ver en la Figura 1. La arcilla activada con ácido hexanóico obtuvo la mayor capacidad adsorción de derivados del petróleo como el fenol (2.4280) y aceites lubricantes (más de 1). Esto se debe a que la arcilla luego de la activación adquiere un carácter organofílico. Caso contrario, la arcilla natural obtuvo una alta capacidad de adsorción de agua (2.7489), mientras que el ácido hexanóico tuvo una capacidad de adsorción de agua inferior a 0.5, debido a su naturaleza hidrófoba con disolventes polares.

Figura 1. Capacidad de adsorción de la arcilla bentonita en diferentes disolventes



De Chukwu et al. (2021).

Dragne et al. (2019) publicaron un artículo basado en la activación de la arcilla bentonita cálcica proveniente de Orasu-Nou para emplearlo en la regeneración de aceite lubricante y usar su valor energético. Tuvieron como objetivo determinar la concentración óptima del adsorbente en aceite para eliminar la mayor cantidad de metales pesados en el aceite lubricante usado. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño experimental unifactorial considerando como factor la cantidad de bentonita utilizada. Para determinar los cambios en las características energéticas del aceite lubricante, se analiza el poder

calorífico inferior empleando el analizador de gases Maxilyser NG, según ASTM D240-17; y para determinar los cambios en las propiedades del aceite se emplea análisis de viscosidad, densidad, cenizas y contenido de metales pesados por Espectroscopía de Absorción Atómica usando un analizador elemental CHNS EA 1110. Se menciona que la arcilla bentonita fue activada mediante un proceso específico. Para la regeneración del aceite lubricante usado, se mezcla 400 ml de aceite usado con diferentes cantidades de arcilla bentonita activada: 20, 40, 60, 80 y 90g. Luego se homogeniza durante 2 semanas empleando agitación durante 8 horas diarias a 330 rpm. Para probar su valor energético se utiliza una caldera piloto experimental de 55kW y un quemador Anyo-12, se compara la combustión del aceite lubricante con arcilla bentonita activada con la combustión del diésel. Se concluye que la arcilla bentonita reduce el contenido de metales pesados en el aceite lubricante usado y optimiza el proceso de combustión. La concentración óptima de la bentonita activada es 20g en 400 ml de aceite lubricante usado, ya que adsorbe mayor cantidad de metales pesados. Las pruebas de combustión revelan que el aceite lubricante regenerado disminuye las emisiones de CO en un 18% respecto al aceite lubricante usado sin tratar.

Hsu & Liu (2011) reportaron que seleccionaron y evaluaron ocho diferentes tecnologías de regeneración de aceite lubricante usado, enfocado en 3 aspectos: tecnológico, económico e impacto ambiental. Tuvieron como objetivo determinar la tecnología más beneficiosa utilizando el Proceso de Jerarquía Analítica (AHP por sus siglas en inglés de Analytic Hierarchy Process), con la finalidad de implementarlo como política de recuperación de residuos de aceite usado por parte de los organismos gubernamentales. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño no experimental que se lleva a cabo mediante análisis sistemático para calcular el peso de los factores de evaluación, criterio y tecnología mediante el Proceso de Jerarquía Analítica (AHP por sus siglas en inglés de Analytic Hierarchy Process) usando el software Expert Choice 2000. Establecen que existen tecnologías de regeneración que ofrecen grandes beneficios, proporcionando un aceite lubricante listo para ser reutilizado. Sin embargo, el aceite usado requiere de un pretratamiento que incluye: deshidratación; desfaltado, empleando agentes químicos como el ácido sulfúrico o tratamiento térmico; fraccionamiento; y acabado, para eliminar metales pesados empleando arcilla o hidrotratamiento. Las tecnologías para refinar el aceite usado son: proceso ácido-arcilla el cual se emplea arcillas porcelánicas o silicato de aluminio. Es un proceso económico y de bajo consumo de energía, pero posee una baja tasa de

recuperación de aceite lubricante (63%), mala calidad de aceite regenerado y genera gran cantidad de residuos contaminantes. El proceso de destilación y el proceso de desasfaltado con solventes: generan unos pocos residuos contaminantes, pero requieren el uso de sustancias químicas peligrosas como ácido sulfúrico. Los procesos de evaporación de película fina (TFE) con hidroacabado, TFE con acabado de solvente y TFE con acabado de arcilla: tienen una tasa de recuperación de aceite lubricante medio-alta (72%), pero sus costos operativos son elevados. El método de hidroacabado con extracción por solvente y el tratamiento térmico (TDA): tienen una alta tasa de recuperación (74%), pero su costo de operación es muy alto. El TDA utiliza condiciones a altas temperaturas (360°C) para deshidratar el aceite lubricante usado. Para el desarrollo del Proceso de Jerarquía Analítica (AHP), se consideraron 3 factores de evaluación: costo, tecnología y medio ambiente, con los valores de peso de 0.385, 0.362 y 0.253 respectivamente. Se utilizaron 3 criterios de evaluación para costo, 4 para tecnología y 4 para medio ambiente. Se concluye que el método de TFE+ con hidroacabado obtuvo el mayor valor de peso (0.172), seguido del proceso ácido-arcilla (0.153) y el tratamiento hidroacabado con extracción por solvente (0.122), según el Proceso de Jerarquía Analítica (AHP) como se puede ver en la Tabla 2. Se sugiere que la regeneración de aceites lubricantes usado se emplee el método TFE+hidroacabado y el hidroacabado con extracción por solvente, ya que ambos presentan una alta tasa de reciclaje respetando el medio ambiente e incorporando tecnologías de destilación y separación de flujo. Además, a largo plazo el país puede obtener beneficios estableciendo un sistema eficiente de reciclaje de aceite.

Tabla 2. *Análisis del Proceso de Jerarquía Analítica (AHP) para evaluar tecnologías de regeneración de lubricante*

Tecnologías para regenerar lubricante usado	Valor en peso
Proceso ácido-arcilla	0.153
Destilación	0.093
Desasfaltado con solventes	0.126
(TFE) con hidroacabado	0.172
TFE con acabado de solvente	0.103
TFE con acabado de arcilla	0.082
Hidroacabado con extracción por solvente	0.122
Tratamiento térmico (TDA)	0.149

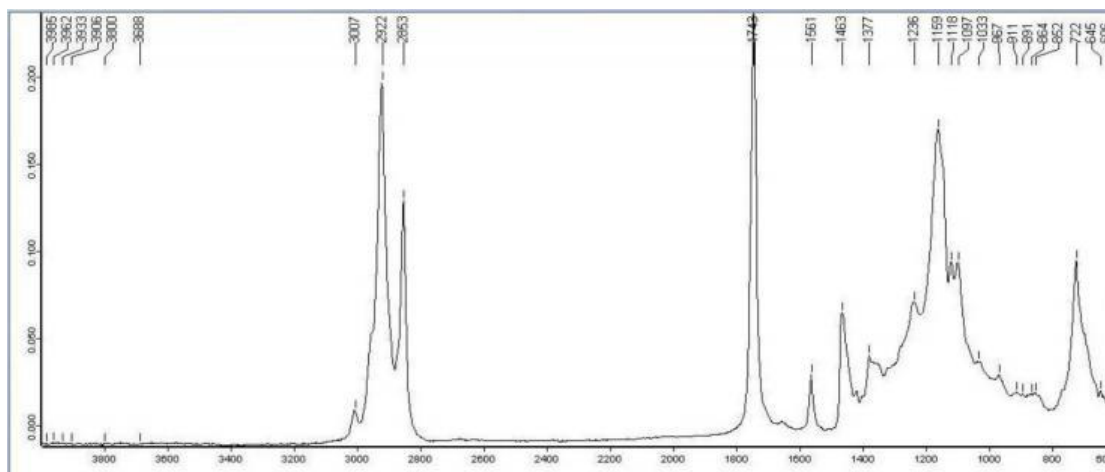
De Hsu & Liu (2011).

Jafari & Hassanpour (2015) comparan ocho métodos de regeneración de aceite lubricante usado enfocándose en aspectos ambientales y económicos. Tuvo como objetivo determinar la tecnología que presente mayor eficacia en la regeneración de lubricantes usados. La metodología utilizada en esa investigación es un diseño comparativo para evaluar las tecnologías de regeneración y descriptivo para detallar los procesos que intervienen en la regeneración. Se menciona que el desarrollo industrial para aceite lubricante regenerado traerá beneficios económicos y generará empleo, lo que tendrá un impacto positivo en la sociedad. En el mundo existen industrias que recolectan aproximadamente 1800 kt/año de aceite lubricante usado. Entre los países líderes en esta actividad están Alemania, Italia, España, Grecia y EEUU. Sin embargo, solo una parte de este aceite recolectado se regenera: en EEUU, es el 17%; en la unión europea, el 33%; y en Australia, el 3%. Existen tecnologías para regenerar el aceite lubricante usado que constan de 4 pasos: deshidratación para eliminar la presencia de agua; desfaltado para eliminar componentes sólidos y aditivos mediante ácido sulfúrico, tratamiento con solventes o tratamiento térmico; fraccionamiento; y acabado para eliminar metales pesados. Asimismo, en muchos países en desarrollo se utiliza el proceso de ácido/arcilla para regenerar aceite lubricante. Sin embargo, existen otros métodos de regeneración que consideran el medio ambiente, costo y desempeño. Estos métodos son: destilación el cual es económico, pero requiere de un alto consumo de energía y su tasa de reciclaje es de 50%. El proceso desfaltado con solvente, TFE con hidroacabado, TFE con acabado de arcilla, TFE con solvente refinamiento tienen requieren de un alto costo de producción y su tasa de recuperación es alta entre 70% y 74%. Hidroacabado con extracción de solvente, TDA con acabado de arcilla y con hidroacabado tienen un costo elevado y requieren grandes cantidades de energía, pero su tasa de recuperación es alta del 74% al 77%. El método ácido-arcilla es un proceso económico, pero tiene una tasa de recuperación de aceite muy baja de 63% y generan lodos ácidos los cuales son altamente contaminantes. No obstante, existen estudios y patentes que aprovechan los lodos ácidos para procesarlos y producir compuestos para fertilizantes, pinturas, detergentes industriales y betún. También existen métodos para convertir el lodo ácido en asfalto. Se ha demostrado mediante estudios que una industria de reprocesamiento de aceite lubricante que incorpore una unidad para reciclar lodos es viable económicamente, con un punto de equilibrio del 22.5% y tiempo de retorno de 11 meses. Se concluye que el método ácido-arcilla no posee una alta tasa de recuperación, pero posee un bajo costo operativo y los subproductos generados como los lodos ácidos pueden

modificarse con técnicas sofisticadas y tecnología de plasma para obtener materias primas para la producción de betún, fertilizantes y detergentes.

Khan, A. (2015) publicó un artículo basado en la activación de la bentonita proveniente de Pakistán con ácidos orgánicos (ácido fosfórico, ácido oxálico, ácido cítrico y ácido acético) para emplearlo en la purificación del aceite vegetal usado marca Sufi. Tuvo como objetivo determinar el tipo de arcilla activada con ácido orgánico que tenga mayor capacidad blanqueadora en aceite vegetal usado. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño completamente aleatorizado ya que se evalúa el efecto del ácido de manera independiente. Para determinar las modificaciones estructurales de la arcilla se emplea el método Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y para determinar la capacidad de blanqueamiento de las arcillas en el aceite vegetal se emplea el método FTIR y se compara con el aceite vegetal nuevo. Para la activación de la arcilla bentonita, se requiere 100 g de arcilla bentonita molida hasta malla 20, se mezcla con la solución ácido orgánico de concentración 1N. Luego, se agita y se deja reposar por un tiempo de 24 horas. Posterior, se lava con agua destilada y se filtra. Luego, se seca a 200°C. Para la aplicación de arcilla activada en aceite vegetal, se requiere 50 ml de aceite usado y 2 g de arcilla activada, manteniendo una agitación constante a una temperatura de 200°C. Luego se deja reposar por 24 horas de residencia y se filtra. Según el análisis FTIR de las muestras de aceite vegetal usado con arcilla activada, con ácido acético: el espectro es semejante al aceite lubricante nuevo en el rango 500 hasta 3000 cm^{-1} , pero la intensidad se incrementa desde los 3000 hasta los 3500 cm^{-1} . Con el ácido fosfórico: el espectro presenta mayor intensidad y mayor cantidad de picos en el rango 600 hasta 750 cm^{-1} y de 1000 hasta 1100 cm^{-1} . Con el ácido cítrico: el espectro presenta similitud con al espectro del aceite lubricante nuevo, pero la intensidad aumenta en el rango de 1800 hasta 2400 cm^{-1} y después de 3200 cm^{-1} . Con el ácido oxálico: se observa que la intensidad y los picos son similares al aceite vegetal nuevo en todo el rango del espectro, como se puede ver en la Figura 2. Se concluye que el tratamiento de aceite vegetal usado con arcilla activada con ácido oxálico presenta mayor similitud en la intensidad del espectro comparado con el aceite vegetal nuevo, por lo cual se determina que la activación con ácido oxálico tiene mayor capacidad blanqueadora que los otros ácidos orgánicos. Se sugiere investigar su aplicación en aceites lubricantes usados.

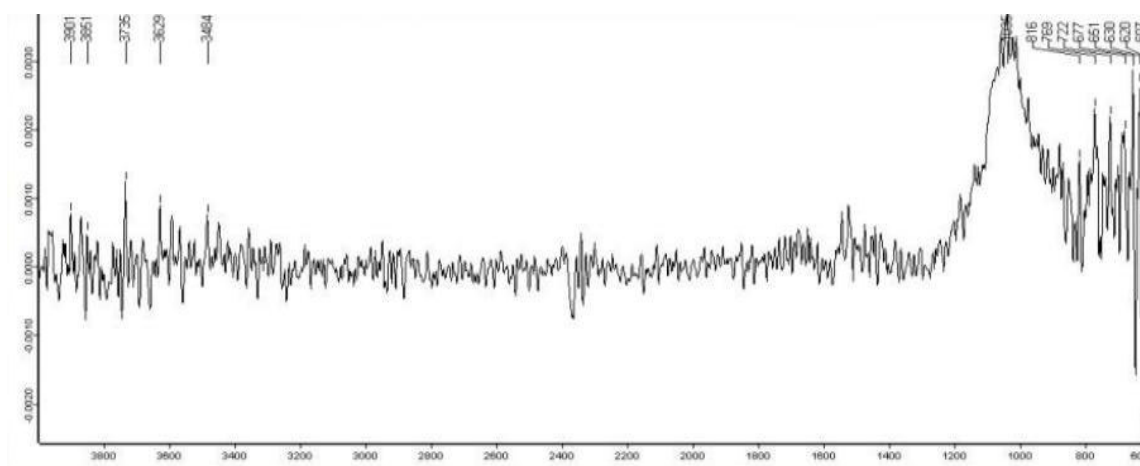
Figura 2. *Análisis FTIR del aceite vegetal usado marca (SUFI) regenerado con arcilla bentonita activada con ácido oxálico*



De Khan, A. et al. (2015)

Khan, A., Kazmi, M. A., et al. (2015) reportan de la implementación de un método de activación de la arcilla bentonita utilizando ácidos orgánicos, los cuales son: ácido acético, ácido fosfórico, ácido oxálico y ácido cítrico. Determinaron el tipo de ácido orgánico que genere mayor sitio activo en la arcilla bentonita para aumentar la capacidad de adsorción y reemplazar el uso de ácidos inorgánicos peligrosos. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño completamente aleatorizado (DCA). Se lleva a cabo mediante análisis en laboratorio para determinar la cantidad de hidrocarburos insaturados en la arcilla empleando Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR). Para la activación de la arcilla bentonita se requiere mezclar 100 g de bentonita con una solución de ácido orgánico de concentración 1N, se agita y luego se deja reposar durante 24 horas, posterior se filtra y es secado a 200°C durante 4 horas. Según el análisis FTIR de las muestras de arcillas bentonita activadas; con ácido acético: se reducen los picos en el espectro en comparación con la arcilla bentonita natural; con el ácido fosfórico: se producen picos más agudos; con el ácido cítrico: se observa picos pronunciados en el rango 1600 hasta 2400 cm^{-1} que corresponden a los hidrocarburos alifáticos saturados. Con el ácido oxálico: se observa picos pronunciados en un rango mayor de 2000 hasta 3800 cm^{-1} , que corresponden a los grupos aromáticos y fenólicos saturados, como se puede observar en la Figura 3. Concluyeron que la activación con ácido oxálico presenta mayor cantidad de hidrocarburos insaturados en la arcilla, lo cual está relacionado con una mayor capacidad de adsorción. Se recomienda emplear este estudio para desarrollar la aplicación en aceites lubricantes usados.

Figura 3. *Análisis FTIR de la arcilla bentonita activada con ácido oxálico 1N*



De Khan, A. et al. (2015),

Korpa et al. (2021) publicaron que una arcilla bentonita proveniente de Goshica - Kosovo fue sometida a 3 tipos de activación química: activación ácida (ácido sulfúrico y acético), activación alcalina (hidróxido de sodio y carbonato de sodio) y activación combinada (ácida - alcalina). Tuvo como objetivo determinar el tipo de activación de la arcilla bentonita que tenga mayor capacidad de adsorción de aceite lubricante usado. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño experimental factorial completo que considera el tipo de ácido y la temperatura. Se realiza un análisis mediante laboratorio para determinar los cambios estructurales de la arcilla activada se realiza análisis FTIR empleando un espectrofotómetro IRAFINITY marca Shimatzu y análisis Rayos X empleando un difractómetro Bruker D8 Advance, para determinar el tamaño de poro se emplea el método Barrett-Joyner-Halenda y para determinar la capacidad de intercambio catiónico (CEC) se emplea el método del acetato de amonio de Schollenberger. Asimismo, para determinar los cambios de las propiedades del aceite se emplea análisis de viscosidad 40°C y 100°C (EN ISO3104), densidad a 15°C (EN ISO 3675), índice de viscosidad (ISO 2909), Pour Point (ISO 3016) (ASTM D97), y color (EN ISO 2049). Para la activación ácida de la arcilla bentonita, se requiere mezclar la arcilla bentonita con el ácido empleando un balón de 3 boquillas con fondo colocado sobre un mezclador magnético a 150 rpm durante 2 horas. Luego se filtra al vacío empleando un embudo Buchner, se lava con agua destilada y se seca durante 24 horas a una temperatura de 110°C. En el caso de la activación alcalina, se realiza el mismo procedimiento, pero con agitación durante 3 horas a 200°C. Para la aplicación de arcilla activada en aceite lubricante usado, se emplea un equipo de globo de fondo redondo equipado con un mezclador magnético, operando a dos

temperaturas: 90°C durante 60 min y 120°C durante 90 min seguido de filtración. Se concluye que la arcilla bentonita con activación combinada de 50% H₂SO₄ y 50% CaCl₂, empleando una temperatura de activación de 90°C durante 60 min, mostró una mayor eficiencia de regeneración basándose en las mejoras de las propiedades del aceite usado. El índice de viscosidad se incrementó de 167 a 216, %, de azufre se redujo de 0.186 a 0.161 y la densidad a 15°C disminuyó de 0.8673 a 0,8483 g/cm³. Además, se obtuvo una mayor capacidad de intercambio catiónico (CEC) de 135.08 meq/100g y mayor área superficial de 150 m²/g.

Oduola & Okwonna (2016) activaron la arcilla bentonita, proveniente de Nigeria, con ácido sulfúrico, variando las concentraciones de 0.5, 1.0, 1.5, y 2M para emplearlo en la regeneración de aceite lubricante usado. Tuvieron como objetivo determinar las condiciones óptimas de la activación de la arcilla considerando el tiempo de contacto y la concentración del ácido. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño unifactorial en el que el único factor considerado es la concentración del ácido sulfúrico. Para determinar las modificaciones estructurales de la arcilla se emplea análisis de densidad aparente, contenido de humedad, capacidad de intercambio catiónico y área superficial. Asimismo, para determinar los cambios de las propiedades del aceite se emplea análisis de metales pesados empleando espectrofotómetro atómico de absorción de llama Phoenix-986, análisis de color (ASTM D1500), se determina el modelo cinético de adsorción empleando el software Statistical Package for Social Scientist (versión SPSS 22.0). Para la activación de la arcilla bentonita, se requiere mezclar 30g de arcilla bentonita con 300 ml de ácido sulfúrico con diferentes concentraciones utilizando un recipiente de vidrio a baño maría a una temperatura de 90°C durante 3.5 horas con agitación constante. Luego se lava y se seca a 65°C durante 12 horas. Para el pre tratamiento del aceite lubricante usado, se decanta, filtra y deshidrata para eliminar las impurezas y agua. Luego se añade 30ml de xileno para facilitar la precipitación para filtrarlo nuevamente. Para la regeneración del aceite lubricante usado, se mezcla 2g de arcilla activada con 200 ml de aceite lubricante tratado en un vaso precipitado durante 3 horas, luego se lleva a baño maría a 28°C durante 12 horas, se centrifuga durante 20 min a 4000 rpm y se filtra. Se concluye que la bentonita activada con ácido sulfúrico 2M a una temperatura de 90°C durante un tiempo óptimo de 30 min el cual presenta una mayor eficiencia de regeneración. Mejora las propiedades del aceite usado y reduce significativamente las concentraciones de

metales pesados como el calcio de 804 a 3.6 mg/L, el plomo de 398 a 5.6 mg/L y el zinc de 222 a 0.01 mg/L.

Parekh et al. (2023) publicaron un artículo basado en el uso de 3 diferentes adsorbentes los cuales son: arcilla bentonita activada con ácido sulfúrico, sílice y polianilina para emplearlo en la regeneración de aceite lubricante usado. Tuvo como objetivo determinar el adsorbente que tenga mayor capacidad de regenerar el aceite lubricante usado. La metodología utilizada en esta investigación es un diseño unifactorial debido a que solo considera el tipo de adsorbente. Para determinar las modificaciones estructurales de la arcilla mediante difracción de Rayos X, Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y análisis Microscopía electrónica de barrido (SEM). Para determinar la capacidad de regeneración de las arcillas en el aceite lubricante se emplea el método FTIR y Espectroscopía UV-Visible serie LAB INDIA modelo UV 3000+. Para determinar los cambios de las propiedades del aceite se emplea análisis de viscosidad 40°C y 100°C empleando Reómetro Anton Par modelo MCM 52, índice de acidez TAN empleando ASTM D974 y densidad empleando un densímetro Anton modelo DMA 4500 M. Para la activación de la arcilla se requiere 30 g de arcilla y 300 ml de agua destilada en una proporción (1:10) p/v. Luego se añade 40% p/v de H₂SO₄ (98%). Se requiere 5 horas para agitar toda la mezcla a 400 rpm a una temperatura de 90°C, la arcilla se seca por 16 horas en una estufa a la temperatura de 105°C. El aceite lubricante usado requiere un tratamiento previo donde se toma una muestra de 500 ml de aceite usado el cual y se destila al vacío a una temperatura de 250-300°C. Luego se lleva a un tratamiento ácido con H₂SO₄ en una proporción 10:1 (aceite: ácido) con agitación constante a 45°C y se deja en reposo durante 24 horas a 48 horas. Se separa los lodos mediante decantación. Para la regeneración del aceite lubricante, se toma 100 ml de aceite usado tratado y se agrega el absorbente en un porcentaje en peso del 10%, se agita durante 45 min a 110°C y se centrifuga durante 20 min. Luego se neutraliza el aceite con hidróxido de calcio en 4% en peso durante 15 min. Se deja reposar por 24 horas, posterior se decanta y centrifuga. Los resultados de los análisis de las propiedades físicoquímicas del aceite lubricante antes y después de la regeneración se presentan en la Tabla 3. Los resultados indican que la arcilla bentonita activada y la polianilina poseen una gran capacidad de adsorción para eliminar contaminantes, reducir la densidad a 15°C, reducir la viscosidad del aceite usado y reducir el índice de acidez TAN. Por lo cual, se concluye la arcilla activada y la polianilina son los mejores adsorbentes para emplearlo en la regeneración de aceite lubricante usado.

Tabla 3. *Análisis fisicoquímico del aceite lubricante regenerado con diferentes adsorbentes*

Parámetros	Aceite lubricante nuevo	Aceite lubricante usado	Aceite lubricante regenerado	
			Con arcilla activada	Con polianilina
Densidad 15°C	0.863	0.878	0.854	0.852
Viscosidad 40°C (cSt)	146	167	163	124
Viscosidad 100°C (cSt)	78.5	113	120	141
Índice de acidez TAN (mg KOH/g)	0.70	9.5	2.8	0.9

De Parekh et al. (2023)

Sánchez-Alvarracín et al. (2021) publicaron un artículo que analiza el aceite lubricante usado en Cuenca-Ecuador, y evalúa la tecnología más adecuada para la regeneración de aceites lubricantes usados. Tuvo como objetivo comparar las propiedades del aceite usado de Cuenca con las de otros países, y determinar la tecnología de regeneración más adecuada considerando 5 factores: cantidad de aceite usado requerido, calidad del aceite, rendimiento, materiales, y costo. Tiene un enfoque multidisciplinario que combina elementos de investigación cualitativa y cuantitativa. Para la caracterización del aceite usado se midieron propiedades fisicoquímicas como: contenido de agua (ASTM D95), densidad a 15°C (ASTM D4052-11), índice de viscosidad y viscosidad cinemática a 100°C y 40°C (ASTM D2270-93), Número de base TBN (ASTM D2896-11), punto de inflamación mediante el método copa abierta de Cleveland (ASTM D92-12B) y contenido de metales mediante Espectroscopía de emisión atómica (ASTM D445-15). Asimismo, para identificar las similitudes entre las muestras de aceite lubricante usado, emplearon el método de aglomeración mediante el programa SPSS y para analizar los resultados de las propiedades fisicoquímicas se empleó el método Cox-Box usando el software Minitab 19. Emplearon un análisis comparativo para determinar la tecnología de regeneración más adecuada; así se encontró que las propiedades del aceite usado de Cuenca-Ecuador son similares a las de aceites de otros países en América del Sur como Colombia, Venezuela y Chile; sin embargo, a diferencia de Chile, el aceite de Ecuador tiene menor contenido de agua, debido a condiciones climáticas. La viscosidad a 100°C del aceite usado en Ecuador,

de 11.8 cSt es similar a los reportados en los países como Egipto, Pakistán y Arabia Saudita, con valores de 15.5, 14.1 y 12.9 cSt respectivamente. Se menciona que el aceite lubricante requiere de 4 etapas: pretratamiento, para eliminar el agua y partículas sólidas mediante filtración, centrifugación, decantación y sedimentación; con Regeneración, que consiste de aplicar tecnologías como ácido-arcilla, destilación-arcilla, extracción por solventes, entre otras. También el fraccionamiento, para separar hidrocarburos ligeros mediante destilación al vacío y acabado, para mejorar el color y adsorción de metales pesados mediante arcilla bentonita y carbón activado. Se seleccionaron y compararon 5 tecnologías de regeneración de aceite lubricante: proceso ácido-arcilla, el cual tiene un bajo costo de producción, pero genera residuos contaminantes, su tasa de recuperación de aceite es baja (63%) y tiene una mala calidad de aceite regenerado. Los métodos de evaporación de película fina (TFE) y extracción con solventes poseen tasas de recuperación altas (72% y 74% respectivamente), pero su costo de producción es alto y requieren de una planta de alta capacidad. El método de hidrotratamiento posee un alto porcentaje de regeneración (85%), pero se requiere de una planta de gran capacidad y el costo es muy alto. La arcilla activada posee una tasa de recuperación baja (63%), pero es un proceso sencillo, de bajo costo, no genera residuos contaminantes y puede realizarse en plantas de pequeña capacidad. Considerando los 5 factores para determinar la tecnología más adecuada, se concluyó que la evaporación de película fina (TFE) ofrece mayores beneficios, seguida por la extracción con solventes. Sin embargo, el TFE requiere de una planta de gran capacidad de 40000 t/año, la cual es superior a la capacidad de aceite usado recolectado en la ciudad de Cuenca-Ecuador. Se concluye que la extracción con solventes es la tecnología de regeneración más conveniente para la ciudad de Cuenca del Ecuador, como se puede ver en la Tabla 4.

Tabla 4. Evaluación de tecnología para regeneración de aceite lubricante usado

Parámetros	Tecnologías de regeneración				
	Arcilla / ácido	Arcilla activada	Evaporación de película fina (TFE)	Extracción con solvente	Hidro-tratamiento
Recuperación del aceite	63%	63%	72%	74%	85%
Costo de operación	Bajo	Bajo	Alto	alto	muy alto
Calidad del producto	Buena	Buena	muy buena	muy buena	muy buena
Consumo de energía	Bajo	Bajo	Alto	alto	alto
Dificultad del proceso	Simple	Simple	Regular	alto, requiere de personal especializado	alto, requiere personal especializado
Destinado a plantas tipo	pequeña capacidad	pequeña capacidad	alta capacidad	alta capacidad	alta capacidad
Residuos contaminantes	Si, lodos ácidos	No	No	no	no

Adaptado de Sánchez-Alvarracín et al. (2021)

Shabanzade et al. (2019) publicaron un artículo basado en la activación de la arcilla bentonita cálcica proveniente de Irán con 3 tipos de ácidos inorgánicos: sulfúrico, clorhídrico y acético con la finalidad de eliminar los contaminantes del aceite lubricante usado. Tuvo como objetivo determinar las condiciones óptimas para el proceso de activación mediante microondas considerando la potencia del microondas, el tiempo de radiación y la proporción polvo y ácido. La metodología utilizada es un diseño factorial completo. Para determinar los cambios estructurales de la arcilla activada por microondas se emplea: análisis Rayos X mediante un difractómetro Siemens (XRD, Modelo D-5000, Alemania), FTIR mediante un espectrofotómetro (Modelo Tensor 27, Broker, Alemania) y técnica de barrido mediante microscopía (SEM, EOL 4401, Oxford, Inglaterra). Para determinar la capacidad de la arcilla de adsorción de aceite se emplea un espectrofotómetro U-Visible de doble haz modelo UV-1700 Pharma Spec (Shimadzu, Kyoto, Japón) y análisis FTIR mediante espectrofotómetro (Model Tensor 27, Broker, Alemania).

Asimismo, para determinar los cambios de las propiedades del aceite se emplea análisis de viscosidad 40°C y 100°C (ASTM D 445-04 2004), flash Point (ASTM D 92-02b 2002), Pour Point (ASTM D 97-04 2004), contenido de cenizas (ASTM D 482-03 2003), y acidez TAN y TBN (ASTM D 974-02 2002). Para la activación de la arcilla bentonita, se requiere 220 g de bentonita y 500 ml de ácido 1M. Se mezcla y se coloca en un microondas LG con frecuencia de 2,45 GHz variando las condiciones de potencia (entre 200 y 1000 W) y tiempo de activación (entre 7 a 30 min). Luego las muestras se lavan con agua destilada y se secan a una temperatura de 100°C. Para el pretratamiento del aceite lubricante usado, se deshidrata mediante tratamiento térmico en una cámara industrial a una temperatura de 150°C, posterior se destila el aceite. Para la regeneración del aceite lubricante usado, se requiere entre 25 a 40g de arcilla activada y 100 ml de aceite lubricante usado tratado. Se mezcla en un matraz de vidrio conectado a un agitador mecánico y un sistema de vacío durante un periodo de 30 min a una temperatura de 100°C, posterior se filtra. Se concluye que las condiciones óptimas para la activación de la arcilla bentonita mediante microondas son 15 minutos de activación, 600W de potencia del microondas, relación de polvo/ácido 0,32, empleando una dosis de ácido acético 66,6%. Para la regeneración de aceite lubricante usado se determina que la dosis de adsorbente más adecuada es 30% en peso ya que consigue eliminar totalmente el contenido de cenizas presentes en el aceite, por el contrario, no se recomienda aumentar la dosis a 40% ya que disminuye el Pour Point del aceite en 13°C. La activación de arcilla bentonita mediante microondas facilita la activación de forma rápida y uniforme comparado con la activación química convencional.

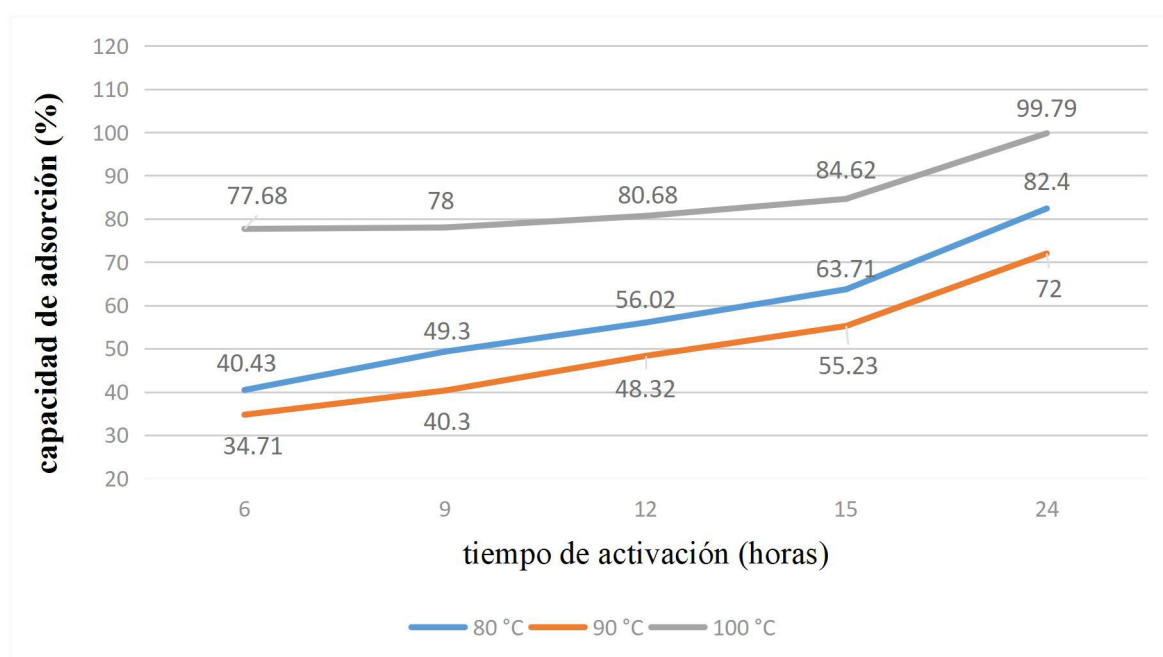
Silvia et al. (2016) publicaron un artículo sobre la activación de una arcilla bentonita con ácido clorhídrico para remover el colorante rojo 80 el cual está presente en los efluentes de la industria textil. Tuvo como objetivo obtener una alta capacidad de adsorción de colorante rojo 80 mediante el uso de arcilla bentonita activada. La metodología utilizada es diseño factorial para investigar las condiciones experimentales (temperatura y tiempo de adsorción). Para determinar el área superficial de la arcilla en el proceso de activación se emplea análisis de granulometría mediante el método Brunauer Emmett Teller (BET) empleando mallas Tyler, método de adsorción y desorción de nitrógeno empleando un equipo Micromeritics Gemini VII, y para determinar la concentración remanente de colorante se emplea un espectrómetro UV-vis marca Rayleigh modelo UV-1800. Para la activación de la bentonita se mezcla 130 g de bentonita con una solución de ácido clorhídrico 4M a una temperatura de 105°C durante 5 horas. Posterior se lava, se filtra y se

seca en un horno a 90°C durante 45 min. Para el proceso de adsorción del colorante rojo 80, se empleando un equipo adsorbedor batch en el cual se mezcla 2L de solución de colorante rojo con 40 g de arcilla activada. La mezcla se lleva a cabo con agitación constante a diferentes temperaturas: 299, 313, 328, 348 K. Según el método de adsorción de nitrógeno, la arcilla bentonita natural tuvo una adsorción de nitrógeno de 130 ml /g de arcilla, mientras que la arcilla bentonita activada mostró una adsorción significativamente mayor, de 350 ml/g de arcilla. Asimismo, la arcilla bentonita natural presentó un área superficial de 76.1 m²/g, mientras que la arcilla activada obtuvo una superficie de 336.4 m²/g. La arcilla activada obtuvo un porcentaje de adsorción durante los primeros 5 minutos, para una temperatura de 0.31% a una temperatura de 299K, y de 0.40% a una temperatura de 328K. Se concluye que la activación de la arcilla bentonita mediante ácido clorhídrico tiene una rápida capacidad de adsorción de colorante rojo 80 durante los primeros minutos, debido a que la activación con ácido clorhídrico cuadruplica el área superficial de la arcilla bentonita natural.

Taxiarchou & Douni. (2014) aplicaron la arcilla bentonita, proveniente de Grecia, activada con ácido oxálico empleando diferentes temperaturas y tiempos de activación con la finalidad de blanquear el aceite de girasol. Tuvo como objetivo obtener una alta eficiencia de blanqueamiento del aceite de girasol empleando una arcilla bentonita activada con ácido oxálico, comparándola con la arcilla comercial Tonsil Optimum 210 FF. La metodología utilizada es un diseño factorial con dos factores (temperatura y tiempo de activación) con un control adicional (arcilla comercial). Se realiza un análisis de laboratorio para determinar el área superficial de la arcilla, empleando porosímetro Quantachrome Nova-1200 método Brunauer Emmett Teller (BET) y para determinar la capacidad de las arcillas en el blanqueamiento del aceite de girasol se emplea un espectrofotómetro Hitachi 1100. Para la activación de la bentonita se utiliza un equipo de vidrio contiene un termómetro, un agitador y un condensador. Se mezcla la solución de ácido oxálico 1M con bentonita a diferentes temperaturas (80, 90, 100°C) con diferentes tiempos de activación (1 a 24 horas) y relación w(arcilla)/v(ácido) de 25%, luego se lava con agua destilada y se filtra para ser secado a una temperatura de 60°C durante 24 horas. Para el blanqueamiento del aceite se utiliza el equipo de vidrio anteriormente mencionado y se requiere 0.9 g de arcilla activada en 1L de aceite de girasol en agitación constante a una temperatura de 95°C por 20 min, posterior se filtra. Bajo las condiciones de temperatura de 100°C, un tiempo de activación de 6 horas y una relación w/v del 25%, la arcilla activada con ácido

oxálico 1M demostró una alta capacidad de adsorción de aceite de girasol (78%). Sin embargo, al utilizar una temperatura más baja (90°C), se requiere un tiempo más prolongado (24 horas) para alcanzar una capacidad de adsorción similar, como se muestra en la Figura 4. Se concluye que la activación de la arcilla bentonita empleando ácido oxálico 1M es una opción viable para la regeneración de aceite de girasol, ya que posee una capacidad clarificante comparable al de la arcilla comercial Tonsil Optimum 210 FF, la cual es más costosa.

Figura 4. Capacidad de adsorción de la arcilla activada con ácido oxálico a diferentes temperaturas



Adaptado de Taxiarchou & Douni. (2014).

Teneqja & Drushku (2015) publicaron un artículo basado en la activación de dos arcillas bentonitas provenientes de las regiones de Goshica y Karaqeva en la República de Kosovo, empleando ácido sulfúrico a diferentes concentraciones 10%, 20% y 30% v(ácido)/w(arcilla) con la finalidad de eliminar los contaminantes del aceite de motor usado. Tuvo como objetivo determinar las condiciones óptimas para el proceso de activación ácida considerando la concentración del ácido. La metodología utilizada es un diseño factorial 2x3. Se lleva a cabo mediante análisis en laboratorio para determinar los cambios en la composición de la arcilla, empleando Análisis Químico Elemental. Asimismo, para determinar los cambios de las propiedades del aceite se emplea análisis de índice de viscosidad, viscosidad a 100°C y 40°C (ASTM D2270, 2004), gravedad específica (ASTM D1298, 2004). Para la activación de la arcilla bentonita, se requiere

378.3g de bentonita, 834.46 cm³ de agua y 2.13cm³ ácido sulfúrico al 96%. Se mezcla empleando un balón de tres boquillas a una temperatura entre 99°C-103°C durante 2 horas con agitación constante de 150 rpm. Luego las muestras se lavan con agua destilada y se secan a una temperatura de 105°C utilizando un termostato. Se varían la concentración del ácido a 20% y 30% respecto al peso de la arcilla y el tiempo de activación de 2 a 3 horas. Para el pre tratamiento del aceite lubricante usado, se mezcla 1000 ml de aceite con 100 ml de ácido sulfúrico durante 2 horas a temperatura y presión a condiciones ambientales y se deja reposar por 24 horas antes de centrifugar. Para la regeneración del aceite lubricante usado, se mezcla 500 ml de aceite lubricante usado con diferentes cantidades de arcilla bentonita activada (200g - 400g) a una temperatura de 250°C, posterior se centrifuga durante 30 min. La caracterización de la arcilla mostró que aumentó la cantidad de silicatos y disminuyó la cantidad de óxidos al ser activada con ácido sulfúrico. Se determinó que las condiciones óptimas para la activación de la arcilla bentonita es emplear ácido sulfúrico 20% v/w y un tiempo de activación de 2 horas. Los resultados de los análisis de las propiedades fisicoquímicas del aceite lubricante antes y después de la regeneración se presentan en la Tabla 5. Los resultados indican que el índice de acidez total TAN del lubricante usado de 4.2 mg KOH/g(muestra) se redujo a 1.2 y 1.4 con la arcilla activada de Goshica y Karaqeva, lo cual afirma la reducción de compuestos orgánicos y contaminantes. Además, la viscosidad del aceite con las arcillas activadas fue menor que el aceite nuevo debido a la eliminación de aditivos usados para aumentar la viscosidad del aceite. Se concluye que la arcilla bentonita activada proveniente de Goshica y Karaqeva poseen una gran capacidad de adsorción de aceite lubricante usado, al ser activada con ácido sulfúrico 20% v/w por un tiempo de activación de horas.

Tabla 5. *Análisis fisicoquímico del aceite lubricante regenerado empleando 2 tipos de arcillas, una obtenida de Goshica y la otra de Karaqeva.*

Parámetros	Aceite lubricante nuevo	Aceite lubricante usado	Aceite lubricante regenerado con arcilla activada	
			de Goshica	de Karaqeva
Viscosidad 40°C (cSt)	194.53	133.6	80.10	80.25
Viscosidad 100°C (cSt)	18	13	9	8
Índice de viscosidad	100.973	89.04	82.759	71.489
Pour Point (°C)	-20	-6	-11	-9
Gravedad específica	0.8819	0.9241	0.8776	0.8821
Índice de acidez TAN (mg KOH/ gm)	0.04	4.2	1.2	1.4

Adaptado de Teneqja & Drushku (2015).

Tsakiri et al. (2022) emplearon dos tipos de arcillas bentonitas activadas, aluminicas proveniente de Grecia y bentonita ferruginosa de la India, con ácido oxálico para emplearlo en el blanqueamiento del aceite de soja. Tuvo como objetivo comparar el área superficial y porosidad de las arcillas bentonitas en el proceso de activación y comparar su capacidad de blanqueamiento del aceite de soja en la reducción de clorofila. La metodología utilizada es un diseño factorial 2x3. Se lleva a cabo mediante análisis en laboratorio para determinar las modificaciones estructurales de la arcilla, empleando espectrómetro FTIR, técnica KBr. Asimismo, para determinar la capacidad de la arcilla en el blanqueamiento del aceite de soja se considera la reducción de clorofila mediante el empleo de un espectrofotómetro basado en el método American Oil Chemists' Society (AOCS) 13i-96. Para la activación de la arcilla bentonita se usó un reactor esférico de vidrio conectado con una manta calefactora, un condensador y un agitador; usando 8 g de arcilla en 400 ml de solución de ácido oxálico (concentración 0.5, 0.7 y 1M) en agitación constante a 400 rpm a una temperatura de 80°C durante 24 horas. Luego se lava y se seca a 100°C durante 24 horas. Para el blanqueamiento del aceite utilizaron el equipo de vidrio anteriormente mencionado con una proporción de arcilla activada/aceite de 3% (p/p) en agitación constante a 250 rpm

una temperatura de 80°C durante 30 min, posterior se filtra. Se concluye que la bentonita ferruginosa activada con ácido oxálico 1M presenta mayor adsorción de moléculas de clorofila 0.9 mg/kg y mayor decoloración lo que se relaciona con una alta porosidad.

2.2 Base teórica

2.2.1 Aceite Lubricante

a) Definición

Existen diferentes conceptos del aceite lubricante como:

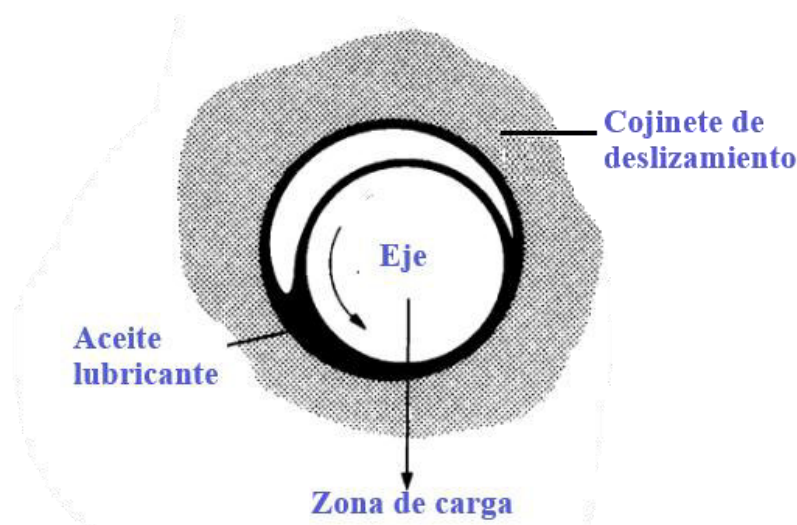
Collins et al. (2017) define el aceite lubricante como una sustancia constituida por un aceite base (75-80%) y aditivos (20-25%). Los aceites base provienen del petróleo crudo procesado en las refinerías, mientras que los aditivos se añaden para mejorar el rendimiento del aceite.

También Mortier et al. (2010) describió que el aceite lubricante está compuesto por un aceite base y diversos aditivos químicos. El aceite base, que representa la mayor parte y se obtiene del refinamiento del petróleo crudo y tiene la función de mantener las superficies móviles, reduciendo la fricción, el calor y las partículas de desgaste. Los aditivos, por otro lado, mejoran las propiedades del aceite lubricante, proporcionando mayor protección contra el desgaste y facilitando la transferencia de calor, entre otras funciones.

Pawlak, Z. (2003) señala que el aceite lubricante es una sustancia que interactúa con dos superficies en movimiento, reduciendo la fricción y el desgaste en el funcionamiento de los motores y maquinarias. Además, protege contra la corrosión y permite la operación en temperaturas extremas. Están compuestos por un aceite base (96-72%) y aditivos (4-28%) los cuales en su mayoría son tensioactivos y pueden influir en la formación de películas lubricantes que previenen el desgaste.

Lansdown, A. (2004) refiere que el aceite lubricante es un líquido que facilita el movimiento de una superficie sobre otra, reduciendo la fricción. En la Figura 5 se muestra el funcionamiento del aceite lubricante en un cojinete de deslizamiento. Cuando el eje gira, el aceite lubricante es llevado hacia la zona de carga, aumentando la presión y volumen facilitando el movimiento entre las dos superficies. El espesor de la película del aceite depende de la viscosidad, la cual es la propiedad más importante del lubricante, la que ayuda a minimizar el desgaste, prevenir la corrosión y el sobrecalentamiento entre las superficies móviles en contacto dentro de un sistema mecánico.

Figura 5. *Lubricación del cojinete de deslizamiento con aceite lubricante*



De Lansdown, A. (2004).

Por otro lado, Torbacke et al. (2014) menciona que el aceite lubricante es un fluido cuyo propósito es controlar la fricción y reducir el desgaste. Su función principal es mantener la temperatura operativa adecuada y forma una película protectora para prevenir la oxidación y corrosión. De igual manera que Torbacke, NIIR Board of Consultants & Engineers (2018) precisa que el aceite lubricante actúa como una capa que separa las superficies en movimiento reduciendo la fricción, mientras que los aditivos mejoran las propiedades del lubricante, como la resistencia al desgaste y la oxidación. Su finalidad del aceite lubricante es asegurar el rendimiento óptimo y brindar una larga vida útil a las maquinarias y equipos.

b) Tipos

❖ Según la Sociedad de Ingenieros Automotrices (SAE)

La clasificación SAE para aceites de motor J300, se basa en la viscosidad del aceite a diferentes temperaturas y las propiedades del aceite, como se observa en la tabla 6. Los aceites monogradados abarcan un rango de 0W a 25W. La tabla especifica las temperaturas mínimas a las cuales se garantiza el arranque del equipo. Además, se proporciona información sobre la viscosidad mínima del aceite a temperaturas altas (100°C). Por otra parte, los aceites multigrados están diseñados para proteger el motor frente a cambios bruscos de temperatura. (Lynch, 2007). Los aceites monogradados se identifican con un solo número (por ejemplo, 20W o SAE 90), mantienen una viscosidad constante y se utilizan en lugares con una temperatura específica. En cambio, los aceites multigrados se representan con dos números (como SAE 10W30), tienen una viscosidad variable y están diseñados

para adaptarse a diferentes temperaturas. El aceite SAE 10W30 indica la viscosidad del aceite a bajas temperaturas que oscila entre -25°C a -35°C, mientras que la viscosidad del aceite a altas temperaturas varía entre 9.3 y 12.5 cSt. (Lansdown, 2004).

Tabla 6. Grados de viscosidad para aceites de motor según SAE J300 (2004)

Grado de viscosidad SAE	Viscosidad dinámica (cP) a temperaturas bajas (°C)		Viscosidad cinemática (cSt) a temperaturas altas (100°C)	
	arranque	Bombeo	rango mínimo	rango máximo
0W	6200 a -35°C	60 000 a -40°C	3.8	-
5W	6600 a -30°C	60 000 a -35°C	3.8	-
10W	7000 a -25°C	60 000 a -30°C	4.1	-
15W	7000 a -20°C	60 000 a -25°C	5.6	-
20W	9500 a -15°C	60 000 a -20°C	5.6	-
25W	13000 a -10°C	60 000 a -15°C	9.3	-
20	-	-	5.6	<9.3
30	-	-	9.3	<12.5
40	-	-	12.5	<16.3
50	-	-	16.3	<21.9
60	-	-	21.9	<26.1

De Lynch, T. (2007)

❖ Según el Instituto Americano del Petróleo (API)

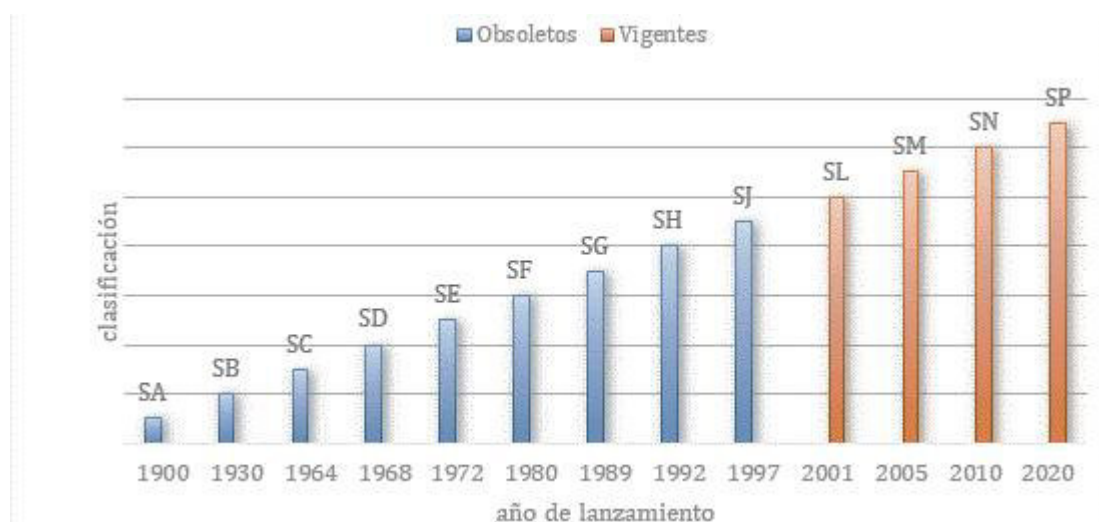
La clasificación API para aceites de motor se basa en el rendimiento y calidad del lubricante. Fue establecida en 1993 a partir de la necesidad de diferenciar los aceites lubricantes. En la tabla 7, se describen cinco categorías según el tipo de aceite base, proporcionando información sobre el contenido de azufre y el porcentaje de saturados, con las categorías I al III siendo bases parafinicas (Lynch, 2007). Sin embargo, debido a los avances tecnológicos, se utilizan cada vez más los aceites base de las categorías III y IV en la fabricación de lubricantes de motor ya que ofrecen un mayor rendimiento y cumplen con las exigencias actuales (Collins et al., 2017).

Tabla 7. *Clasificación API de los aceites bases*

Clasificación para los aceites bases	Azufre (%)	Saturados (%)	Índice de viscosidad
Grupo I (mineral)	>0.03	<90	80-120
Grupo II (mineral)	<0.03	>90	80-120
Grupo III (mineral)	<0.03	>90	>120
Grupo IV (sintético)	Compuesto por polialfaolefinas (PAO)		
Grupo V (sintético)	Todas las bases que no están incluidas en los grupos I, II, III o IV.		

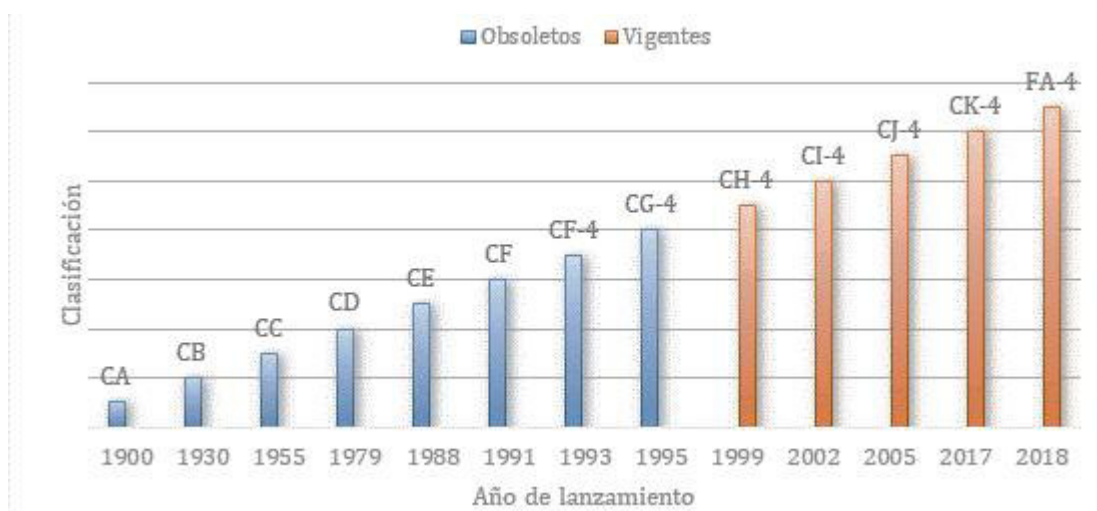
De Collins et al. (2017)

Por otro lado, los aceites de motor para gasolina se representan con la letra S (Servicio) y los de diésel con la letra C (comercial). (Lynch, 2007). Los aceites de motor para gasolina se utilizan en automóviles y camionetas ligeras, mientras que los aceites de motor para diésel se emplean en aplicaciones comerciales, agrícolas y de construcción. En la actualidad los aceites lubricantes han evolucionado hasta las clasificaciones SM y CK-4, que se utilizan para gasolina y diésel, respectivamente, como se observa en la Figura 6 y 7. Además, todas las presentaciones comerciales de aceite poseen un símbolo de servicio API el cual certifica la calidad del lubricante. (Caines et al., 2004).

Figura 6. *Desarrollo de la clasificación API para aceites de motor para gasolina*

Adaptado de Widman International SRL (2024)

Figura 7. Desarrollo de la clasificación API para aceites de motor diésel



Adaptado de Widman International SRL (2024)

❖ Según la Organización Internacional de Normalización (ISO)

La clasificación ISO para aceites se fundamenta en la viscosidad del aceite a 40°C. En la Tabla 8, se especifican 20 grados de viscosidad que varían desde 2 hasta 3200 cSt (Lynch, 2007). Esta clasificación ayuda a reducir la diversidad de aceites utilizados en una fábrica y a disminuir los costos de adquisición. Además, la clasificación ISO facilita la racionalización de los lubricantes al calcular la viscosidad necesaria a la temperatura de operación, convirtiéndola a 40°C y seleccionando el grado ISO que proporcione la viscosidad más cercana. (Lansdown, 2004).

Tabla 8. *Clasificación ISO del aceite lubricante*

Grado de viscosidad ISO	Viscosidad cinemática promedio (cSt) a 40°C	Viscosidad cinemática (cSt) a 40°C	
		rango mínimo	rango máximo
ISO VG 2	2.2	1.98	2.4
ISO VG 3	3.2	2.88	3.44
ISO VG 5	4.6	4.14	5.06
ISO VG 7	6.8	6.12	7.48
ISO VG 10	10	9	11
ISO VG 15	15	13.5	16.5
ISO VG 22	22	19.8	24.2
ISO VG 32	32	28.8	35.2
ISO VG 46	46	41.4	50.6
ISO VG 68	68	61.2	74.8
ISO VG 100	100	90	110
ISO VG 150	150	135	165
ISO VG 220	220	198	242
ISO VG 320	320	288	352
ISO VG 460	460	414	506
ISO VG 680	680	612	748
ISO VG 1000	1000	900	1100
ISO VG 1500	1500	1350	1650
ISO VG 2200	2200	1980	2420
ISO VG 3200	3200	2880	3520

De Lynch, T. (2007)

c) Composición

La composición del aceite lubricante varía según su origen (mineral o sintético). Sin embargo, todos los aceites lubricantes contienen dos componentes principales: el aceite base y los aditivos. A continuación, se describe la composición:

En los aceites minerales, el aceite base está compuesto por: parafinas, naftalenos, aromáticos y algunos elementos provenientes del petróleo crudo, como se observa en la Tabla 9. Las parafinas tienen átomos de carbono, pero no forman anillos. Por otro lado, los naftalenos poseen átomos de carbono que forman anillos. Los aromáticos, presentes en

cantidades reducidas, también tienen átomos de carbono en forma de anillo, y la cantidad de estos anillos les confiere propiedades especiales (Lansdown, 2004). Los anillos forman enlaces carbono-hidrógeno que luego son reemplazados por enlaces carbono-carbono aumentando la resistencia del aceite contra la oxidación. (Lynch,2007). Los elementos como oxígeno, azufre, nitrógeno, fósforo y metales que se originan del petróleo crudo, están presentes también en sustancias resinosas como los asfaltenos. (Lansdown, 2004). Algunos de estos elementos son perjudiciales para las propiedades del aceite: el azufre daña los catalizadores durante la refinación y el nitrógeno altera el color del aceite, mientras que los compuestos de oxígeno no causan problemas (Lynch,2007).

Tabla 9. *Composición de la base de aceite lubricante*

Tipo de sustancias	Hidrocarburos	Porcentaje en peso
Parafina	Alcanos	45-76%
Naftalenos	Cicloalcanos	13-45%
Aromáticos	Aromáticos	10-30%

De Moran, K. (2015)

En los aceites sintéticos, el aceite base está compuesto por: hidrocarburos sintéticos, diésteres, ésteres de poliol y siliconas. Los diésteres se utilizan en motores de vehículos debido a su capacidad de protección a temperaturas altas, mientras que los ésteres de poliol son empleados en motores de aviones por ser más resistentes al fuego. Las siliconas, por otro lado, brindan estabilidad a temperaturas altas. Los hidrocarburos sintéticos más importantes son las isoparafinas, especialmente las Polialfaolefinas (PAO), que brindan protección contra la oxidación (Lansdown, 2004). Además, las Polialfaolefinas (PAO) son las más utilizadas debido a su bajo punto de fluidez y gran rendimiento para motores de vehículos (Lynch, 2007).

Los aditivos son sustancias que mejoran las propiedades del aceite. En la actualidad, se puede utilizar hasta un 20% de aditivos para formular un aceite lubricante. Desde la creación del primer aditivo sintético químico en 1930, se han desarrollado varios tipos de aditivos, como se observa en la Tabla 10, cada uno destinado a mejorar propiedades específicas del aceite (Tormos Martínez, 2005).

Tabla 10. *Composición de los aditivos para elaboración de aceites lubricantes*

Aditivo	Composición	Función principal
Antidesgastantes	Fosfitos orgánicos Olefinas sulfaradas, Ditiofosfatos de Zinc, Compuestos alcalinos	Producir una película que protege las piezas del motor del desgaste
Antioxidantes	Compuestos fenólicos, Compuestos nitrogenados, Terpenos fosfosulfurados	Prolongar la vida útil del aceite lubricante
Detergentes	Alquilaril-Sulfanato, Alquifenato, Alquilosalicilato	Evitar la formación de depósitos o barnices en zonas calientes del motor
Dispersantes	Alquenil succinioamidas Ésteres succínicos Bases Mannich	Evitar acumulación de partículas sólidas en el motor
Anticorrosivos	Sulfonatos alcalinos, Ácidos o Aminoácidos grasos Ácidos alquenil succínicos	Evitar el contacto de las superficies metálicas con el agua y el oxígeno.
Mejoradores	Derivados de isopreno, Derivados de estireno, Copolímeros mixtos, Copolímeros de hidrocarburos etilénicos.	Mantener la fluidez del aceite en cambios bruscos de temperaturas.
Antiespumantes	Aceites de silicona, Acrilatos de alquilo.	Evitar el sobrecalentamiento entre las piezas del motor

De Gálvez Rodríguez & Páucar Zhagüi (2020)

d) Desgaste

Wei, L et al. (2021) explican que los aceites lubricantes se deterioran cuando su capacidad y rendimiento para proteger el motor disminuyen. Este desgaste del aceite se debe a la contaminación y a la degradación como resultado del uso continuo. Asimismo, Gálvez Rodríguez & Páucar Zhagüi (2020) señalan que el uso prolongado de un aceite que ha

perdido sus propiedades puede provocar el mal funcionamiento del motor y la necesidad de reemplazar el equipo. La degradación del aceite es causada por diversas condiciones de trabajo, tales como la oxidación, la contaminación, la descomposición térmica y la degradación de aditivos.

❖ Oxidación

Whitby, R. (2021) define la oxidación como una reacción química entre el aceite lubricante y el oxígeno, donde las moléculas orgánicas pierden electrones. Esto provoca que aumente la viscosidad del aceite y su índice de acidez. Como consecuencia, se forman lodos, barnices y sedimentos que pueden bloquear los filtros del motor y las válvulas. Además, la oxidación provoca desgaste corrosivo y afecta negativamente el funcionamiento del aceite lubricante.

❖ Contaminación

Según Gálvez Rodríguez y Páucar Zhagüi (2020), la contaminación del aceite lubricante se produce cuando sustancias extrañas se introducen en el aceite durante el funcionamiento del motor, lo que altera sus propiedades y provoca una degradación prematura. También, Cabrera, J. & Carrera, J. (2017) señalan que el aceite lubricante al interactuar con diferentes sistemas del vehículo, acumula contaminantes como agua, glicol y combustible. Por su parte, Whitby, R. (2021) menciona que los contaminantes pueden incluir agua, partículas finas, metales de desgaste y hollín, los cuales se muestran en la Figura 8. El agua, en particular, puede agotar los aditivos, mientras que las partículas finas también contribuyen a este proceso.

Figura 8. Contaminantes presentes en los aceites lubricantes



De Navarro, W. (2014).

❖ **Descomposición térmica**

Según Whitby (2021), el funcionamiento de equipos que operan a altas temperaturas, como turbinas, compresores, motores y cajas de cambio, provoca el sobrecalentamiento del aceite y su posterior degradación. Según la ecuación de Arrhenius, un incremento de 10°C en la temperatura del aceite reduce a la mitad su vida útil. La degradación térmica resulta en la descomposición de aditivos y la reducción de la viscosidad, lo que altera el funcionamiento adecuado del aceite y puede llevar a la aparición de hollín. Además, Speight, J. & Exxal, D. (2014) señalan que las temperaturas a las que está expuesto el aceite lubricante exceden su punto de estabilidad térmica. Esta degradación del aceite puede causar polimerización, producción de subproductos gaseosos, destrucción de aditivos y generación de subproductos insolubles. Gálvez Rodríguez & Páucar Zhagüi (2020) menciona que la exposición del aceite lubricante a temperaturas entre 200-300°C puede llevar a la formación de barnices.

❖ **Degradación de aditivos**

Según Gálvez Rodríguez y Páucar Zhagüi (2020), la degradación de los aditivos puede ocurrir debido a una mala combustión en el motor, inyectores defectuosos y la utilización de aditivos de baja calidad. Además, Whitby, R. (2021) señala que los aditivos son los primeros en degradarse durante el uso de lubricantes debido a su naturaleza sacrificadora. Es fundamental evaluar los niveles de aditivos para determinar el estado del aceite. También Speight & Exxal (2014) indican que la mayoría de los aditivos están diseñados para ser sacrificados. Monitorear estos niveles es crucial no solo para evaluar la condición del lubricante, sino también porque puede proporcionar información sobre mecanismos específicos de degradación.

e) **Evaluación del aceite lubricante**

Lansdown (2004) menciona que es importante realizar análisis de aceite lubricante para mantener el buen funcionamiento del equipo, detectar posibles problemas de calor o humedad y diagnosticar la salud del equipo. En el análisis de aceite se determinan las propiedades físicas y químicas del lubricante y los contaminantes presentes en el aceite. Estos análisis fisicoquímicos implican las siguientes mediciones o parámetros:

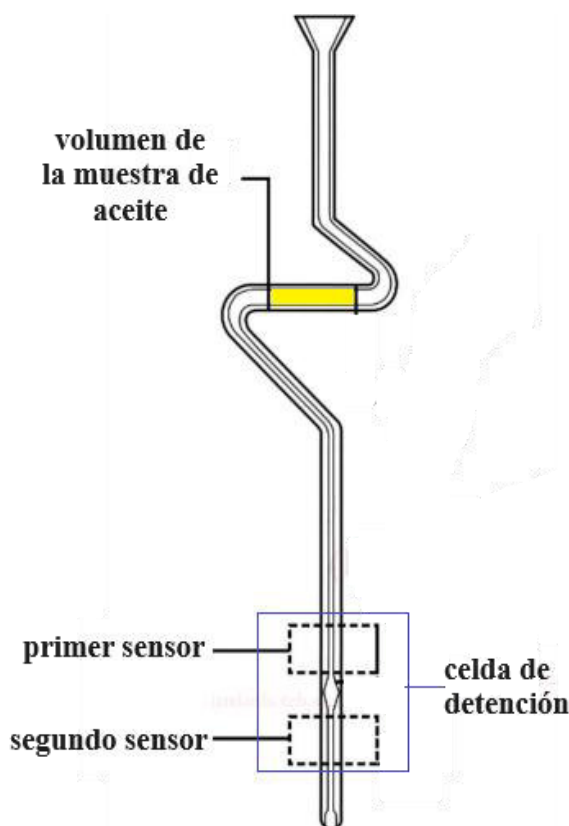
❖ **Viscosidad a 100°C**

Gálvez-Rodríguez & Páucar-Zhagüi (2020) describen que la viscosidad es la resistencia de un líquido (aceite lubricante) a fluir libremente. Es la propiedad más importante porque

asegura que el aceite circule adecuadamente a través de los elementos del motor, ayudando a reducir el calor entre los engranajes y previniendo el desgaste del motor. Morán (2015) también considera que la viscosidad es importante. Además, menciona que para el análisis de viscosidad cinemática se emplea el método de prueba ASTM D445. Este procedimiento consiste en introducir un volumen fijo de aceite lubricante en un viscosímetro capilar, que se encuentra en un baño a 100°C. Se mide el tiempo que tarda el aceite en fluir por gravedad a través del capilar.

Por otro lado, Whitby (2021) presenta otro método de prueba ASTM D7279-20, que emplea un viscosímetro automatizado Houillon. A diferencia del método D445, este requiere una cantidad de muestra menor a 1 ml. Según el método de prueba ASTM D7279-20 (2020) el procedimiento consiste en introducir la muestra de aceite por el tubo del viscosímetro, que está equipado con dos sensores, como se muestra en la Figura 9. El tiempo de medición comienza cuando el aceite pasa por el primer sensor y se detiene al pasar por el segundo. La viscosidad cinemática se informa en unidades Centistokes (cSt). Además, se menciona que el rango de viscosidad medido es de 0.2 a 1000 mm²/s.

Figura 9. Diagrama del tubo Houillon



Adaptado de ASTM D7279-20 (2020).

❖ Viscosidad a 40°C

Es fundamental analizar la viscosidad del aceite lubricante a 40°C para evaluar el rendimiento del motor durante el arranque en frío y garantizar una lubricación adecuada. Morán, K. (2015) señala que el método de prueba ASTM D445 también mide la viscosidad cinemática a una temperatura controlada de 40°C. Asimismo, Whitby, R. (2021) menciona que el método de prueba Houillon se utiliza para medir la viscosidad a 40°C, y que este método abarca un rango de temperaturas de medición entre 20°C y 150°C.

❖ Índice de viscosidad

Según Whitby (2021), el índice de viscosidad es la capacidad que posee un lubricante de mantener su viscosidad al aumentar la temperatura. Un índice de viscosidad (VI) alto indica que la viscosidad del aceite varía muy poco con respecto a la temperatura, mientras que un índice de viscosidad bajo indica que la viscosidad del aceite varía mucho con respecto a la temperatura.

Según el ASTM D2270-10 (2016) para calcular el índice de viscosidad de productos derivados del petróleo, como los aceites lubricantes, se emplea los resultados de las mediciones de la viscosidad cinemática a 100°C y 40°C, denominados con la letra “Y” y “U” respectivamente. Además se menciona la letra “L” como la viscosidad cinemática a 40°C de un aceite con índice de viscosidad 0 y la letra “H” como la viscosidad cinemática a 40°C de un aceite con índice de viscosidad 100°C. Los valores de L y H se obtienen a partir de las tablas con los valores definidos por la norma ASTM.

Cuando $U > H$, el índice de viscosidad se calcula a partir de la siguiente fórmula:

$$VI = \left(\frac{L - U}{L - H} \right) \times 100$$

Cuando $U < H$, el índice de viscosidad se calcula:

$$N = \frac{(\log H - \log U)}{\log Y}$$

$$VI = \left[\frac{(\text{Antilog } N - 1)}{0.00715} \right] + 100$$

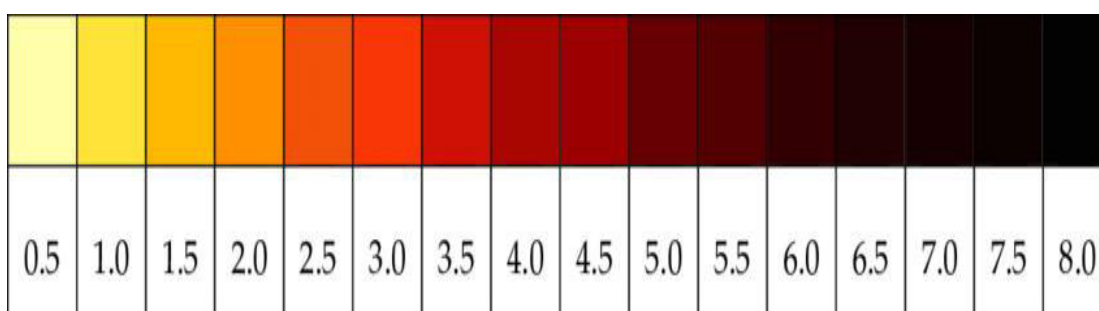
❖ Color

Whitby, R. (2021) menciona que para el análisis de color del aceite lubricante se utiliza el método de prueba ASTM D1500-12, el cual determina si hay variaciones de color fuera del

rango establecido con el objetivo de identificar una posible contaminación. Los aceites tienden a oscurecerse debido a la oxidación y a la degradación térmica.

Según el método de prueba ASTM D1500-12 (2017) para llevar a cabo este análisis de color, se utiliza una fuente de luz estándar (Colorímetro), donde se coloca una muestra líquida de aceite en un recipiente de vidrio y se compara con discos de vidrio coloreados en una escala que va desde 0.5 (claro) hasta 8.0 (opaco marrón oscuro), como se observa en la Figura 10.

Figura 10. Estándar de color ASTM 1500-12 para aceites lubricantes



De Hasnul Hadi, M.H. et al. (2021)

❖ Contenido de metales

Whitby, R. (2021) menciona que los metales de desgaste están presentes en los aceites lubricantes usados y se determina mediante análisis de absorción atómica o mediante espectroscopía de emisión atómica acoplada a un plasma inductivo (ICP). Este último presenta mayor precisión y cubre una amplia variedad de metales (22) los cuales son reportados en ppm.

Según el método de prueba ASTM D5185-18 (2018) para llevar a cabo este análisis de metales, se introduce una cantidad de muestra de aceite usado diluido con un solvente (varsol) en una proporción 1:10. La muestra diluida es enviada al nebulizador tipo Babington donde el líquido se convierte en aerosol. En el plasma de argón, las partículas del aerosol se descomponen en átomos que emiten luz a longitudes de onda características para cada metal. Utilizando la curva de calibración generada previamente con un estándar, el equipo cuantifica los metales presentes en la muestra de aceite usado en partes por millón (ppm).

❖ Índice de Acidez Total (TAN)

Whitby, R. (2021) establece que el índice de acidez total (TAN) indica la concentración de ácidos totales presentes en la muestra de aceite lubricante usado. Se determina mediante

valoración potenciométrica. Según el método de prueba ASTM D664-18 (2024) el procedimiento consiste en mezclar una cantidad de aceite lubricante con tolueno, isopropanol y una pequeña cantidad de agua. Luego se agrega un indicador de color y se titula con hidróxido de potasio (KOH). El índice de acidez total se expresa en mg KOH/g, es decir la cantidad de KOH para neutralizar los ácidos presentes en 1 gramo de aceite lubricante de motor. Un aumento del TAN indica que el aceite ha sido contaminado por oxidación y degradación.

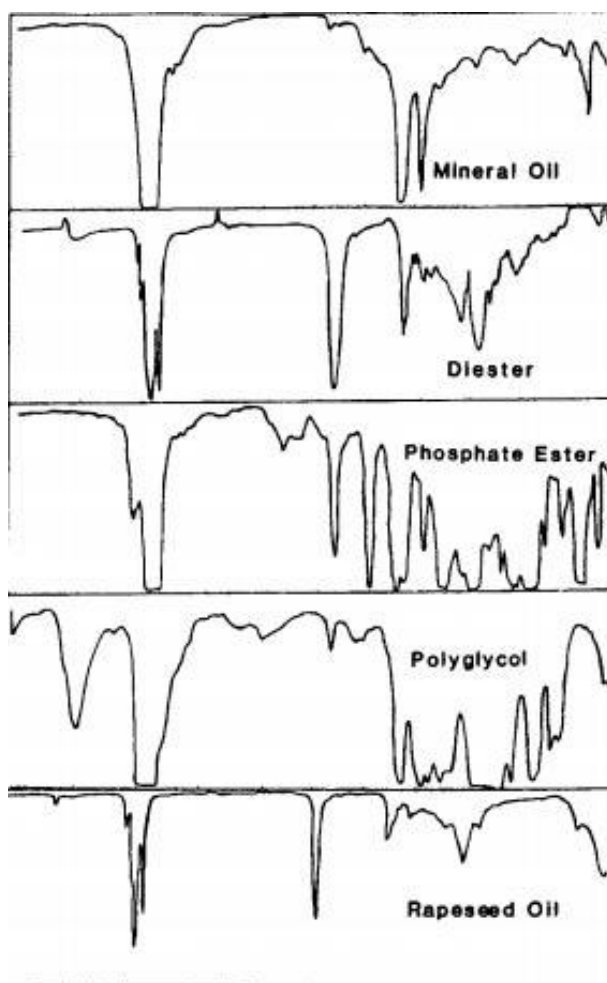
❖ **Contenido de Humedad**

Es una prueba importante para detectar presencia de agua en los aceites lubricantes hidráulicos, turbinas, engranajes y motores. El procedimiento consiste en colocar una muestra de aceite sobre una plancha calefactora a una temperatura de $200 \pm 15^{\circ}\text{C}$ utilizando una bagueta. Si se observa que la muestra de aceite presenta burbujas y se escucha un crujido, además de salpicaduras, se afirma que hay presencia de agua. Luego de confirmarse la presencia de agua, se determina la cantidad mediante el método de prueba ASTM D6304-20. Este método emplea reactivos y equipos automáticos de valoración estándar de Karl Fischer, que consiste en medir la cantidad de agua calculando la cantidad de yoduro generado electroquímicamente a partir del yodo.

❖ **Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)**

Caines et al. (2004) afirman que el análisis FTIR brinda información detallada sobre la composición de la muestra, siendo considerado por muchos laboratorios como la huella digital del aceite. Este método permite detectar cambios en la composición del aceite que pueden influir en la calidad y el rendimiento del aceite. Además, Lansdown, A. (2004) indica que este método facilita distinguir los diferentes tipos de aceites, como se observa en la figura 11, que muestra los espectros de diferentes tipos de aceites base. Este análisis presenta varias ventajas como su bajo costo y una pequeña cantidad de muestra requerida. También Whitby, R. (2021) menciona que a través del análisis FTIR se pueden identificar los compuestos orgánicos presentes en la muestra.

Figura 11. *Espectros FTIR de diferentes tipos aceites base*



De Lansdown, A. (2004)

2.2.2 Bentonita

a) Definición

Existen diferentes conceptos de la arcilla bentonita como:

Flores, J. (2021) define a la arcilla bentonita como suelos arcillosos montmorilloníticos compuestos por arreglos tetraédricos de sílice y octaédricos de alúmina. También, Baltuille Martín, J. M. (2002) menciona que la arcilla bentonita posee una gran capacidad de clarificación y es altamente aplicado en la industria debido a su bajo costo. Además, destaca a la bentonita blanca extraída en EE.UU. (Wyoming) como más especiales. Calvo et al. (2000) describen que la arcilla bentonita está constituida por esmectitas (del grupo de las montmorillonitas) que se forman a partir de rocas volcánicas o cenizas volcánicas. La arcilla bentonita posee una gran aplicación en la industria debido a su capacidad de intercambio catiónico, capacidad de hinchamiento y decoloración de aceites. Estas propiedades físicas y químicas pueden variar según el lugar de procedencia. Por otro lado, Grim, & Guven (2011) manifiestan que la bentonita es una roca formada principalmente por un mineral arcilloso de esmectita, originado a partir de las cenizas volcánicas. También se le conoce como "tierra de batán" debido a su capacidad para decolorar el petróleo. La bentonita de Wyoming es particularmente valorada en aplicaciones comerciales como lodos de perforación.

b) Tipos

Existen tres tipos de arcilla bentonita: las sódicas, cálcicas y organofílicas. Se diferencian entre sí por sus propiedades, características y usos, como se muestra en la Tabla 11.

Tabla 11. *Tipos de arcilla y sus características principales*

Tipos de arcilla	Características	Propiedades	Usos
Bentonita sódica con activación alcalina	Altamente hinchables en agua	Mayor plasticidad, viscosidad y tixotropía, y mayor capacidad de hinchamiento	Industria petrolera en perforación de pozos, sellado de suelos y como ligante en la pelletización del mineral de hierro.
Bentónica Cálceas con activación ácida	Poco hinchables en agua	Gran área superficial y alta capacidad de adsorción y absorción	Aclaramiento de cervezas y vinos y fabricación de pastas de cerámicas.
Bentonita organofílicas	Moderadamente hinchables en agua u organofílicas	Mayor capacidad para intercambiar sus iones orgánicos	Industrias de pintura, cosméticos, fabricación de grasas y industria farmacéutica

De Flores, J. (2021)

c) **Propiedades:**

❖ **Capacidad adsorbente**

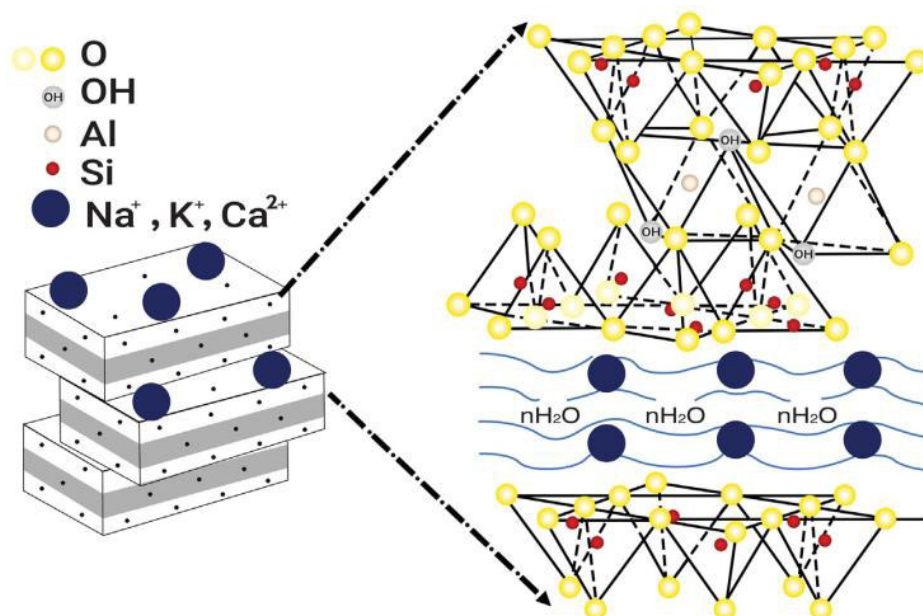
Su gran capacidad adsorbente de las arcillas bentonitas depende de su estructura tetraédrica compuesta por arreglos tetraédricos de sílice y láminas octaédricas de aluminio que forman el marco cristalino de la arcilla. En la Figura 12, se observa que, en la estructura de la arcilla, los cationes Mg^{2+} o Fe^{2+} reemplazan parcialmente a los cationes Al^{3+} , y este reemplazo es compensado por la inclusión de metales como Na, K, Mg o Ca para mantener el equilibrio de carga. Las órgano-arcillas estudiadas varían en su capacidad de intercambio catiónico, la cual se logra utilizando contraiones orgánicos. Ghaedi M. (2021)

❖ **Tixotropía**

Es la capacidad de la arcilla bentonita para perder resistencia al ser amasados y recuperarla con el tiempo. Las arcillas tixotrópicas al ser manipuladas se vuelven líquidas, pero al

dejarlas en reposo, recuperan su cohesión, siempre que el contenido de agua esté cerca de su límite líquido (López, J., 2014)

Figura 12. Estructura laminar de la arcilla bentonita



De Ghaedi M. (2021)

❖ Capacidad de intercambio iónico

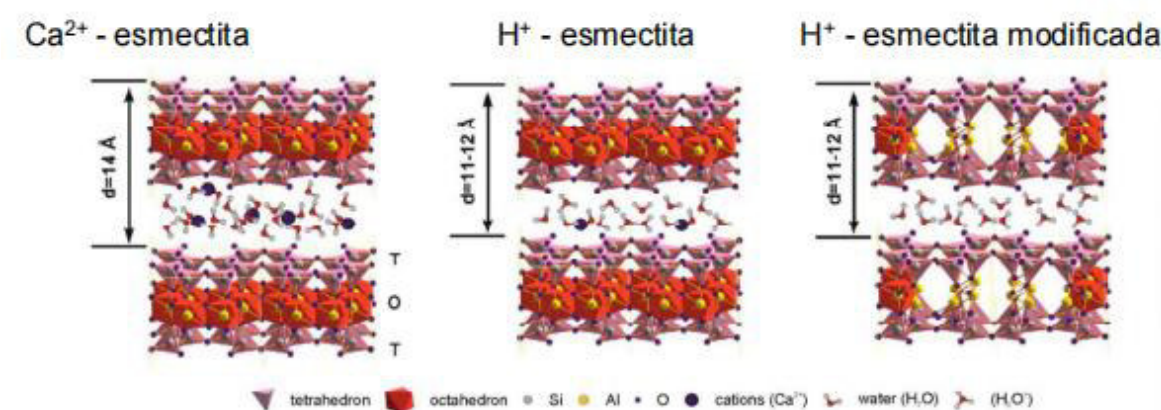
La arcilla bentonita está compuesta por montmorillonita el cual posee una capacidad de intercambio catiónico de aproximadamente 70 a 110 meq/100 g de arcilla, esto quiere decir que posee una absorción más pronunciada en la superficie basal de la arcilla y entre las capas adyacentes, lo que provoca un incremento general en el volumen de la arcilla. (López, J., 2014).

2.2.3 Activación de la Bentonita

a) Definición

Se le conoce como activación al método por el cual se incrementa el área específica de la bentonita mediante el empleo de un ácido. Esto ocurre cuando el ácido logra eliminar la capa central de la arcilla, donde están coordinados los iones OH^- con los cationes en una disposición octaédrica, provocando que la arcilla aumente sus propiedades de adsorción. (Khalili, F. et al. 2015). Los ácidos que se emplean son mayormente inorgánicos para sustituir los cationes de calcio o sodio de la arcilla bentonita (protonación) y para lixiviar los cationes férricos, ferrosos, de aluminio y magnesio. En la Figura 13, se observa la modificación de las capas de esmectita debido al ácido. (Aguilar et al., 2020)

Figura 13. Activación ácida de la arcilla bentonita cálcica natural



De Aguilar, J. (2019)

b) Agentes químicos para la activación

Las sustancias utilizadas para modificar las propiedades de la bentonita, generalmente para mejorar su capacidad de adsorción, su área superficial específica, o su estructura porosa. Estos agentes suelen incluir:

❖ Ácidos Inorgánicos:

Tsakiri et al. (2022) menciona que la activación de la arcilla comúnmente se emplea ácidos inorgánicos, como el ácido sulfúrico y el ácido clorhídrico debido a que aumenta notablemente la superficie específica y modifica la porosidad de la arcilla. Además hay evidencia que el ácido clorhídrico provoca la creación de una fase de sílice, la destrucción de la lámina octaédrica y la degradación de la arcilla. Por otro lado, De Khan, A. (2015) menciona que existe un riesgo al emplear estos ácidos debido a que comprometen la salud y la seguridad del personal que manipula este ácido.

❖ Ácidos orgánicos

Taxiarchou, M., & Douni, I. (2014). menciona que estudios teóricos sugieren emplear ácidos orgánicos, como el ácido oxálico, para la activación de la bentonita. Esto se debe a su naturaleza del ácido orgánico a formar compuestos complejos fuertes. Además, los iones oxalato tienen la capacidad de interactuar con los iones de aluminio y hierro de la arcilla.

c) Condiciones experimentales

Para la realización de una activación eficiente se considera ciertas condiciones, las cuales se muestran en la Tabla 12.

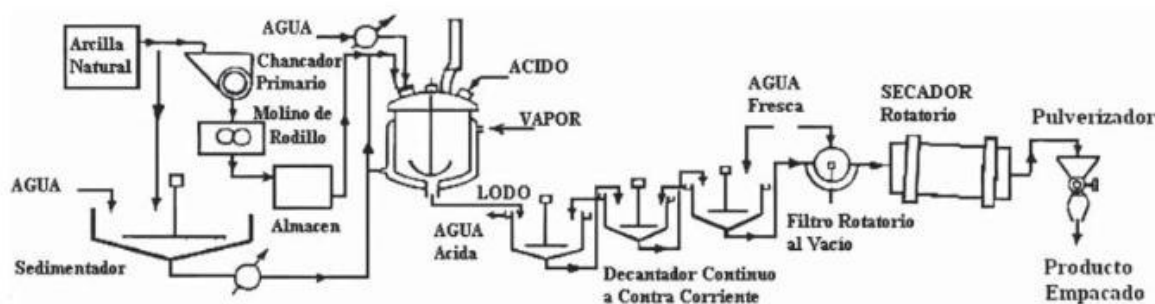
Tabla 12. Condiciones que influyen en el proceso de activación

Condiciones	Sugerencias
Composición mineral de la arcilla natural	arcillas menores a 60% de esmectita
Tipo de ácido	Generalmente inorgánicos como ácido sulfúrico o clorhídrico
Concentración del ácido	Desde 0.25M hasta 7M
Temperatura	Rango de 25°C hasta 500°C
Tiempo de contacto	Depende del tipo de ácido se emplea horas o minutos

Adaptado de De Aguilar, J. (2019)

d) Metodología de activación de la arcilla

Aguilar et al. (2020) menciona que el proceso de activación de la arcilla, empieza por la trituración y el lavado de la arcilla para eliminar impurezas y partículas presentes. Además, se sugiere tamizar la arcilla para obtener un tamaño de partícula uniforme. Finalmente, la arcilla se mezcla con el ácido y agua, sometiéndola a calentamiento durante un tiempo determinado, para luego ser filtrado y secado. En la Figura 14 se observa el proceso de activación ácida de la arcilla bentonita.

Figura 14. Proceso de activación ácida de la arcilla bentonita

De Romero & Otiniano. (2010)

e) Evaluación de la arcilla activada

❖ Análisis Transformada de Fourier (FTIR)

El análisis FTIR se emplea en sólidos como la arcilla bentonita, para determinar cambios en la composición química ocasionados por el ataque ácido. Este análisis es extremadamente sensible a la presencia y cantidad de átomos octaédricos, por lo cual

resulta sencillo determinar los cambios en las bandas de adsorción asociadas con las vibraciones de los grupos OH y cationes octaédricos, que se dan cuando el ácido ataca los grupos OH de las capas de la arcilla. (Bergaya et al., 2006)

❖ **Difracción rayos X (DRX)**

Para este análisis se emplea un Difractómetro con radiación $K\alpha Cu$, operando a 45 kV y 40 mA. El equipo posee un tamaño de paso de 0,05 (2θ) y un tiempo de adquisición de 20 s por paso. La apertura de la rendija incidente era de 1/4 mm. Es importante porque permite determinar las fases cristalinas presentes en la arcilla como se observa en la Figura 14. (Aguilar et al., 2020)

❖ **Análisis Microscopía electrónica de barrido (SEM)**

Es una herramienta poderosa utilizada en la caracterización de materiales, especialmente en el análisis de minerales y arcillas. Esta técnica permite obtener imágenes de alta resolución que revelan la morfología y la estructura superficial de las muestras. El análisis SEM funciona utilizando un haz de electrones que interactúan con la muestra generando señales que son recolectadas para formar imágenes detalladas de la topografía, morfología y composición de la muestra. (Akhtar et al., 2018). En el caso de las arcillas, el análisis SEM se utiliza para observar la estructura laminar y las posibles modificaciones que ocurren tras tratamientos como la activación química.

❖ **Espectroscopía de absorción atómica (AAS)**

La espectroscopía de absorción atómica (AAS) es un método preciso utilizado para determinar la química de las muestras de bentonita. Este método es conocido por su capacidad para analizar elementos alcalinos y alcalinotérreos, y ha demostrado ser eficaz para otros elementos importantes en silicatos. El análisis consiste en preparar la muestra en donde se recoge el lixiviado de las arcillas, que contiene cationes intercambiables y otros materiales disueltos durante el proceso. Este lixiviado se analiza para determinar las concentraciones de sodio (Na), potasio (K), calcio (Ca) y magnesio (Mg). Luego, la arcilla es secada a 110 °C y se calcinada a 1000 °C durante una hora en un horno de mufla, durante la cual el amonio se pierde y se obtienen óxidos de los constituyentes de la capa de silicato de las esmectitas, y el hierro ferroso se oxida a hierro férrico. Para la digestión ácida, se pesan duplicados de aproximadamente 100 mg, que se transfieren a una copa de teflón en un recipiente a presión. La descomposición se realiza con 3 ml de ácido fluorhídrico (HF) a 100-110 °C durante una hora en un horno. Finalmente, el contenido del

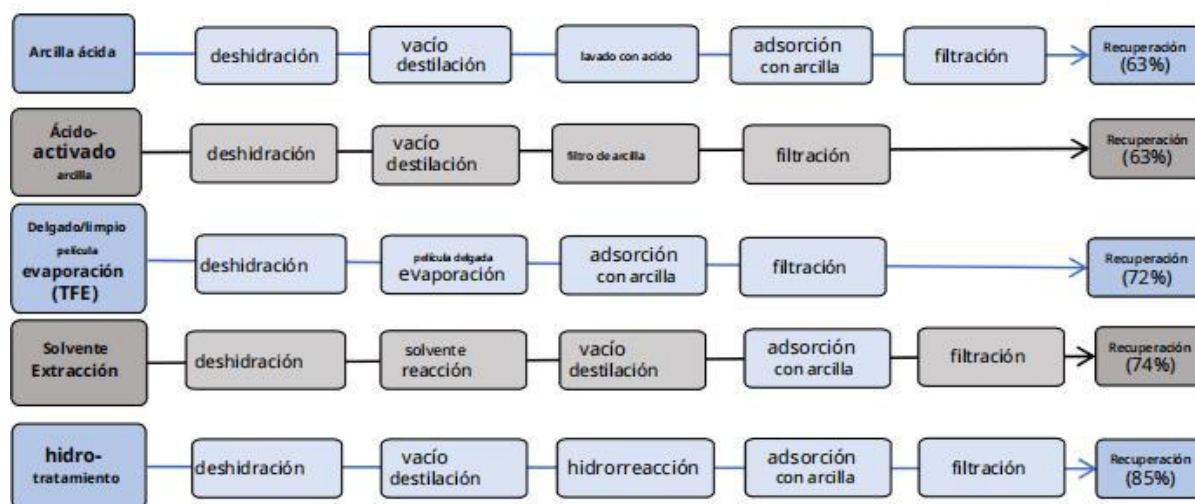
recipiente se transfiere a un vaso de precipitados que contiene 2,8 g de ácido bórico (H_3BO_3) y aproximadamente 100 ml de agua destilada-desionizada. Los elementos más importantes que se analizan según el análisis de espectroscopía de absorción atómica son: azufre (S), aluminio (Al), calcio (Ca), magnesio (Mg), hierro (Fe), sodio (Na), potasio (K) y litio (Li). (Grim, & Guven 2011).

2.2.4 Regeneración del aceite lubricante usado

La regeneración del aceite lubricante usado es un proceso crucial en el reciclaje y la reutilización de aceites, lo que contribuye de manera significativa a la sostenibilidad ambiental y a la conservación de recursos naturales. Según Ijadi Maghsoodi, A. et al. (2018) la regeneración de aceites lubricantes comenzó a ganar importancia durante la Segunda Guerra Mundial debido a la escasez de suministros de petróleo. Esta situación impulsó el desarrollo de métodos para reutilizar materiales como los aceites lubricantes, lo que permitió mitigar la dependencia de recursos limitados y promover prácticas más sostenibles.

a) Métodos de regeneración de aceites lubricantes usados

Figura 15. Diferentes métodos de regeneración y sus procedimientos



De Sánchez-Alvarracín et al. (2021)

En la Figura 15, se muestran los cinco métodos principales para la regeneración de aceites lubricantes, los cuales se desarrollarán a continuación.

❖ Método ácido-arcilla

Hsu & Liu (2011) mencionan que el proceso de regeneración mediante ácido-arcilla remonta a principios del siglo XX. Este método implica deshidratar los residuos y luego

añadir ácido sulfúrico concentrado para formar sustancias no deseadas como aditivos y sulfuros en el lodo. Luego, se separa el aceite y los lodos mediante sedimentación, se eliminan las impurezas, y se realiza un proceso de decoloración con arcilla porcelánica o silicato de aluminio. Finalmente se filtra el aceite tratado con arcilla. Sin embargo, los productos secundarios como los lodos son altamente contaminantes, por lo cual no es recomendable. (Moran, K., 2015)

❖ **Arcilla activada**

Este método utiliza arcilla activada (generalmente mediante tratamiento ácido) para adsorber contaminantes y productos de degradación del aceite usado. La arcilla activada tiene una mayor superficie específica y capacidad adsorbente, lo que permite una limpieza más efectiva del aceite. El aceite usado presenta un pretratamiento de destilación y filtración y luego es mezclado con la arcilla activada para eliminar todos los contaminantes presentes. (Hsu & Liu, 2011). Sin embargo, es un método que presenta un bajo porcentaje de recuperación.

❖ **Evaporación de Película Fina (TFE)**

Sánchez-Alvarracín et al. (2021) mencionan que el método de Evaporación de Película Fina (TFE) es un proceso que implica la deshidratación del aceite seguido de la destilación al vacío. Este método permite eliminar materiales volátiles y separar los destilados de alto punto de ebullición de los residuos que contienen metales pesados. Luego, el aceite pasa por un proceso de adsorción con arcilla para eliminar metales pesados e impurezas. Además, se somete a un proceso de acabado hidráulico para eliminar compuestos de cloro, oxígeno y azufre. Este método es moderno y adecuado para plantas de gran capacidad, que no genera contaminación y produce aceites base de excelente calidad. Sin embargo, requiere operar a altas temperaturas y consume una cantidad significativa de energía, lo que hace que sea económicamente viable solo en instalaciones de gran capacidad.

❖ **Extracción con solvente**

Jafari & Hassanpour (2015) mencionan que este método regeneración implica el uso de un solvente para eliminar impurezas y contaminantes del aceite usado. Primero, el aceite se prepara mediante pretratamiento y luego se mezcla con un solvente que elimina las impurezas, como resinas, asfalto y compuestos metálicos, mientras que el aceite base permanece intacto. Luego la mezcla se separa en dos fases: una con el aceite limpio y otra con el solvente y las impurezas. El solvente se logra recuperar a través de destilación o

evaporación y se puede reutilizar. Sin embargo, este método tiene un alto consumo energético, lo que puede afectar la eficiencia y aumentar los costos operativos.

❖ **Hidrotratamiento**

Sánchez-Alvarracín et al. (2021) establecen que la regeneración de aceites lubricantes mediante hidrotratamiento involucra varias etapas que resultan en un aceite de alta calidad. Inicialmente, el aceite se deshidrata y se somete a una destilación al vacío en una columna convencional para eliminar compuestos volátiles. Luego, el aceite es tratado con hidrógeno en presencia de un catalizador, lo que permite la eliminación de impurezas como azufre, nitrógeno y oxígeno. Sin embargo, presenta desventajas como su alto consumo de energía y operar a temperaturas y presiones elevadas.

b) Proceso de regeneración usando arcillas químicamente activadas

❖ **Variables operacionales**

La evaluación de la capacidad de regeneración se llevó a cabo mediante la selección adecuada del equipo, la identificación de las variables más importantes en el proceso de regeneración y la aplicación de técnicas estadísticas y matemáticas para desarrollar un proceso de optimización eficiente.

❖ **Diseño experimental**

El diseño experimental se basó en un análisis de varianza (ANOVA) de un solo factor, donde se evaluaron tres dosis de bentonita (10 g, 20 g y 30 g), cada una repetida al menos una vez. Este enfoque dio lugar a un total de seis experimentos, asegurando que las dosis se mantuvieran separadas de manera equidistante para una evaluación precisa y completa del impacto de cada dosis en la regeneración del aceite lubricante.

❖ **Evaluación de la capacidad de regeneración**

La evaluación incluyó el análisis del color del aceite regenerado, rendimiento de recuperación del aceite, y la viscosidad a 100°C y 40°C. Además, se realizó análisis de contenido de humedad, índice de viscosidad, índice de acidez total, y contenido de metales. También se realizó análisis FTIR del aceite antes y después del tratamiento para evaluar los cambios en su composición química y verificar la efectividad del proceso de regeneración. Estos parámetros permitieron determinar la efectividad del proceso y optimizar las condiciones para obtener un aceite de alta calidad.

3. HIPÓTESIS Y VARIABLES

3.1. Hipótesis

3.1.1. Hipótesis General

- ❖ Aplicando una arcilla bentonita activada con ácido oxálico se incrementará significativamente la capacidad de regeneración del aceite lubricante.

3.1.2. Hipótesis Específicas

- ❖ Al efectuar el proceso de activación de la arcilla bentonita con ácido oxálico aumentará significativamente la capacidad de adsorción de la arcilla.
- ❖ Mediante el desarrollo de un proceso experimental eficiente, a escala de laboratorio, se obtendrá un mayor porcentaje de regeneración de aceite lubricante comparado a otros trabajos reportados.

3.2. Variables

3.2.1. Variable independiente

- ❖ Dosis de bentonita: se prueba tres diferentes valores (10%, 20%, y 30%).

3.2.2. Variables dependientes

- ❖ Viscosidad del Aceite: La viscosidad medida a 100°C y 40°C.
- ❖ Color del Aceite: El color del aceite regenerado comparado con el aceite usado.
- ❖ Contenido de humedad
- ❖ Índice de viscosidad
- ❖ Índice de Acidez Total
- ❖ Contenido de metales
- ❖ Rendimiento de Recuperación: El porcentaje de aceite regenerado.

3.2.3. Variables controladas:

Tabla 13. *Parámetros establecidos para la regeneración del aceite lubricante usado*

Variable operacional	Valor
Temperatura	110°C
Tiempo de contacto	45 min
Agitación del aceite	200 RPM
Tamaño de partícula de la arcilla	75 micras

3.3. Operacionalización de variables

Variables	Definición conceptual	Definición operacional	Dimensiones	Indicadores	Técnica o instrumento
Dosis de bentonita	Cantidad de bentonita añadida al aceite en relación a su volumen	Esta variable se mide calculando el porcentaje de arcilla (g) respecto al volumen del aceite (mL)	Tres niveles de dosificación: 10%, 20% y 30% p/v	Porcentaje en peso/volumen (%p/v)	Balanza digital y probeta
Viscosidad del aceite	Resistencia del aceite al flujo a diferentes temperaturas.	Esta variable se mide utilizando un viscosímetro Houillon mediante el método ASTM D7279-20.	Viscosidad a 100°C y viscosidad a 40°C	Centistokes (cSt)	ASTM D7279-20
Color del aceite	El color del aceite lubricante es un indicativo de su estado, influenciado por la oxidación y la degradación térmica.	Esta variable se mide utilizando un colorímetro mediante el método ASTM D1500-12	Estado colorimétrico del aceite	Grado de color del aceite (0.5 a 8.0)	ASTM D1500-12
Contenido de humedad	Cantidad de agua presente en el aceite regenerado.	Esta variable se mide utilizando un titulador Karl Fischer Coulométrico mediante el método ASTM D6304-20	% de humedad	% w/w	ASTM D6304-20

Índice de viscosidad	Medida que indica la variación de la viscosidad del aceite con la temperatura.	Esta variable se calcula a partir de los valores de viscosidad a 100°C y 40°C.	Adimensional	Valor del índice de viscosidad	ASTM D2270-10
Índice de Acidez Total	Cantidad de ácido libre en el aceite, medida en mg de KOH necesarios para neutralizar los ácidos.	Esta variable se mide utilizando Titulador automático mediante el método ASTM D664-18	Mg KOH/g	Mg KOH/g en el aceite	ASTM D664-18
Contenido de metales	Presencia y concentración de metales en el aceite, indicativos de desgaste.	Esta variable se mide utilizando un Espectrómetro ICP-AES	22 metales elementales	Concentración en partes por millón (ppm)	ASTM D5185-18
Rendimiento de recuperación	Es la eficiencia del proceso de regeneración del aceite lubricante usado	Esta variable se mide calculando el volumen del aceite recuperado (ml)	Porcentaje de recuperación	Volumen de aceite recuperado (ml)	Probetas

4. MATERIALES Y MÉTODOS

4.1. Área de estudio

Los experimentos para la activación de la arcilla bentonita y la regeneración del aceite usado se llevaron a cabo en los siguientes laboratorios de la Facultad de Química e Ingeniería Química de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos (UNMSM):

- ❖ **Laboratorio de Productos Naturales del Departamento de Química Orgánica:** Para la activación de la arcilla bentonita y la regeneración del aceite lubricante.
- ❖ **Laboratorio de Síntesis Inorgánica:** Para la preparación de las soluciones.
- ❖ **Laboratorio de Química Analítica:** Para el secado de la muestra de arcilla.

Las coordenadas geográficas precisas del sitio son -12.060382,-77.083515.

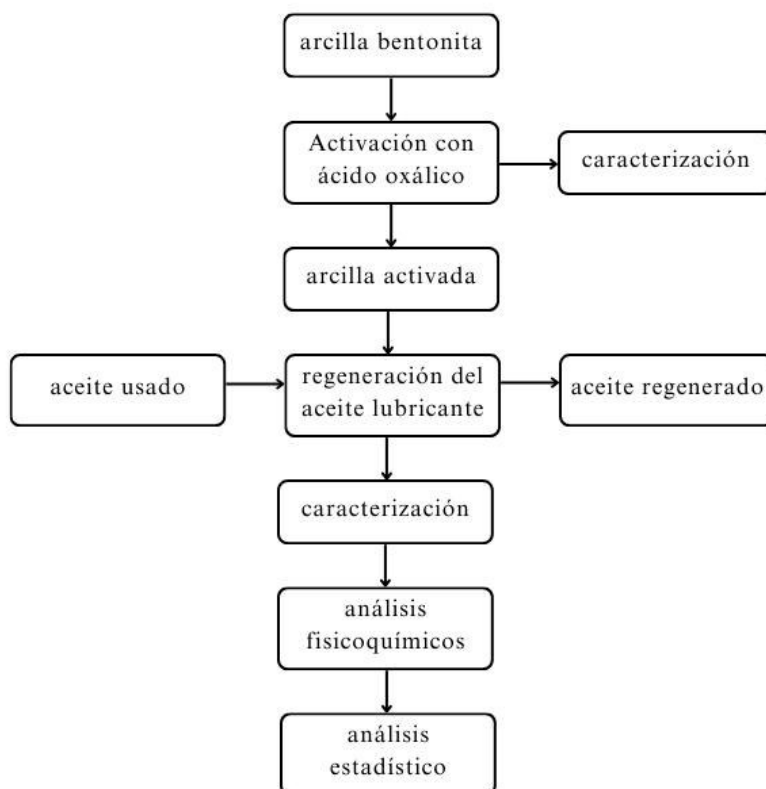
4.2. Diseño de la investigación

La presente investigación emplea un diseño experimental, con enfoque cuantitativo y aplicada. Se emplea la siguiente metodología:

- ❖ Para la arcilla, se utiliza el método deductivo mediante revisión documentaria para la selección del tipo del ácido orgánico (ácido oxálico), la mejor arcilla (bentonita), y las condiciones operacionales óptimas para la activación de la arcilla bentonita.
- ❖ Para el aceite, se aplican técnicas de selección de equipo adecuado, determinación de variables más importantes (relación entre la dosis de arcilla y el volumen del aceite), método deductivo para las condiciones operacionales de tiempo y temperatura, guiándose de estudios previos y patentes. Además se emplean técnicas estadísticas-matemáticas mediante análisis de varianza (ANOVA) un solo factor, con el fin de desarrollar el proceso de optimización en la regeneración del aceite lubricante.

Su alcance es tipo exploratorio porque se implementará la arcilla bentonita activada con ácido oxálico con la finalidad de ampliar el tema de regeneración de aceite lubricante usado específicamente con un nuevo producto. En la figura 16, se esquematiza los pasos del desarrollo de la investigación.

Figura 16. Proceso para el desarrollo de esta investigación



Fuente: Elaboración propia.

4.3. Población y muestra

4.3.1. Población

El estudio se enfoca en aceites lubricantes usados en motores de distintas máquinas y equipos. En el Perú, existen varias marcas comerciales que ofrecen este tipo de aceite, destacando principalmente las siguientes: Mobil, Castrol, Valvoline y Pennzoil.

4.3.2. Muestra

Se seleccionó el aceite lubricante usado de la marca Castrol para esta parte experimental por las siguientes razones: en primer lugar, Castrol es una de las marcas de aceite lubricante de motor más usado en maquinarias y equipos en el Perú. Además, sus productos suelen tener un precio accesible y son reconocidos por su calidad y cumplimiento de especificaciones técnicas rigurosas. Se obtuvo una muestra de aceite usado de 300 ml, marca Castrol, tipo SAE 5W-30 de un taller de mantenimiento ubicado en el distrito de Surquillo, Lima, Perú.

Tabla 14. *Análisis fisicoquímico del aceite lubricante nuevo CASTROL GTX 5W30*

Parámetro	Método	Unidades	Valor
Viscosidad cinemática 100°C	ASTM 7279	Centistokes (cSt)	11
Viscosidad cinemática 40°C	ASTM 7279	Centistokes (cSt)	64
Color	ASTM D1500	Escala de color	1.0
Contenido de Humedad	ASTM D6304	%	0
Índice de acidez Total (TAN)	ASTM D664-18	Mg KOH/g	0
Índice de viscosidad	ASTM D2270	Adimensional	174

Adaptado de Haluška, M., & Marko, M. (2023) y Castrol (2024)

Tabla 15. *Contenido de metales en el aceite lubricante nuevo CASTROL GTX 5W30*

Metales	Concentración (ppm)	Metales	Concentración (ppm)
Hierro (Fe)	<0.4	Sodio (Na)	0
Potasio (K)	2.6	Magnesio (Mg)	<6.5
Cromo (Cr)	<0.3	Calcio (Ca)	1811
Plomo (Pb)	<0.3	Bario (Ba)	<0.3
Cobre (Cu)	<0.2	Fósforo (P)	917.6
Estaño (Sn)	<0.2	Zinc (Zn)	860.0
Aluminio (Al)	0	Molibdeno (Mo)	1.2
Niquel (Ni)	<0.3	Titanio (Ti)	<0.1
Plata (Ag)	<0.4	Vanadio (V)	0
Silicio (Si)	1.3	Manganeso (Mn)	<0.4
Boro (B)	0	Cadmio (Cd)	<0.6

Adaptado de Haluška, M., & Marko, M. (2023)

4.4. Procedimientos, técnicas de recolección de datos

4.4.1. Reactivos, materiales y equipos

Se describen a continuación los reactivos, materiales y equipos utilizados en cada etapa de la investigación, así como los detalles experimentales que abarcan desde la preparación de la arcilla bentonita hasta su uso en la regeneración del aceite lubricante usado.

❖ Reactivos:

- Ácido oxálico dihidratado, Merck
- Agua destilada
- Arcilla bentonita peruana de la empresa ELIXIR S.R.L. (RUC: 20605078444)
- Aceite lubricante usado marca Castrol SAE 5W-30

❖ Materiales y equipos:

Los materiales y equipos que se han utilizado para el desarrollo experimental de la arcilla bentonita y del aceite lubricante, pertenecen al laboratorio de Productos Naturales del departamento de Química Orgánica, laboratorio de Síntesis Inorgánica, laboratorio de Química Analítica de la Facultad de Química e Ingeniería Química de UNMSM.

- Vaso precipitado de vidrio, PYREX
- Fiola aforada de 1000ml, PYREX
- Embudo de vidrio, PYREX
- Bagueta de vidrio
- Espátula metálica
- Luna de reloj
- Termómetro digital
- Matraz Kitasato
- Embudo Buchner
- Tapón de goma perforado
- Papel filtro, WHATMAN
- Crisol de porcelana con fondo redondo

- Mortero
- Malla #200 (aperturas de 75mm) de acero inoxidable
- Matraz de fondo redondo 500 ml, PYREX
- Refrigerante recto
- Recipiente recolector de 200 ml, PYREX.
- Probetas de 10 ml y 20 ml
- Micropipeta de 200 μ L, Thermo Scientific modelo Finnpiquette

❖ **Equipos:**

- Balanza analítica, SARTORIUS Modelo TE214S
- Agitador magnético con calefacción, VELP AREC modelo HSC
- Campana extractora, HIGH TECH
- Bomba de vacío
- Estufa, VENTICELL 111 ECO LINE
- Mufla, THERMO SCIENTIFIC modelo Thermolyne F47925
- Desecador de vidrio
- Manta calefactora de capacidad 500 ml, marca RELES
- Centrífuga, Marca FRONTIER serie 5000
- Espectrofotómetro FTIR-ATR, THERMO SCIENTIFIC modelo Nicolet Summit con detector KBr en los intervalos de 4000 a 500 cm^{-1} .
- Viscosímetro automático Houillon ISL/PAC modelo VH2
- Colorímetro de aceite marca Huazheng modelo HZSD-29
- Titulador Karl Fischer Coulométrico, Hanna Instrument modelo HI934D-01.
- Titulador automático, THERMO SCIENTIFIC.
- Espectrómetro ICP-AES, SPECTRO ARCOS.

4.4.2. Activación de la arcilla bentonita

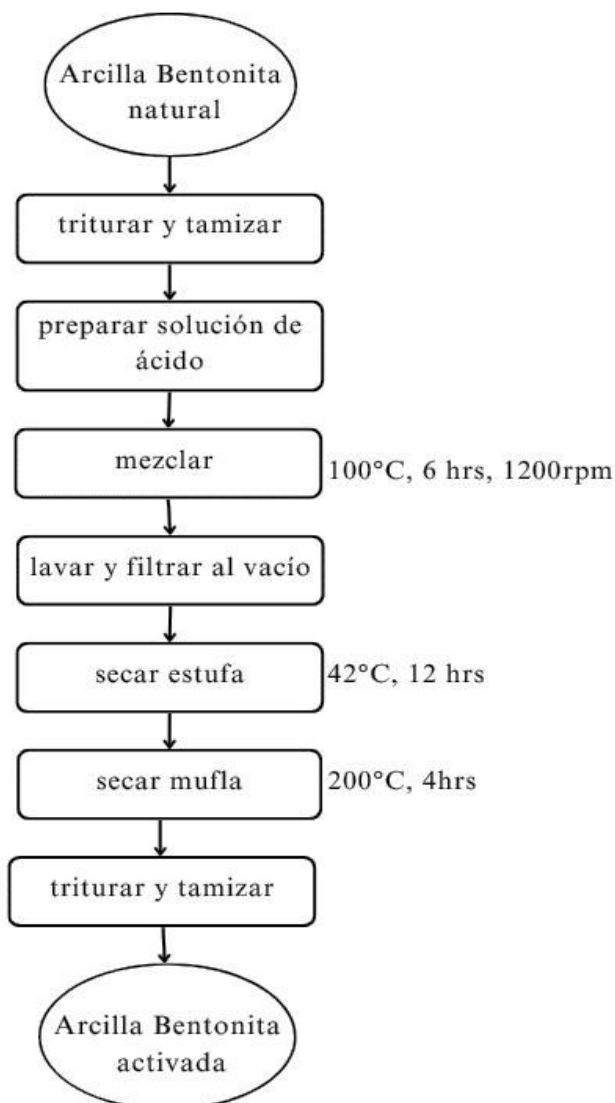
Se pesó una muestra de 200.70 g de arcilla bentonita natural peruana (previamente lavada y secada) y se colocó en un vaso precipitado de vidrio. La arcilla se tamizó utilizando una malla #200 (con aperturas menores a 75 μm). Para preparar una solución de ácido oxálico de concentración 1 mol/L, se pesó 126.0321 g de ácido oxálico dihidratado con agua destilada y se trasvasó a un matraz de 1000 ml. Se aforó y se homogeneizó.

Se vertió 800 ml de solución de ácido oxálico 1M en un vaso precipitado de vidrio y se colocó sobre un agitador magnético con plancha de calentamiento, ajustando a una temperatura de 100°C durante 30 minutos aproximadamente. Con un termómetro digital se verificó la temperatura, y se añadió la arcilla bentonita natural gradualmente, para asegurar una activación uniforme. Luego de verificar que la mezcla es homogénea, se agitó constantemente a 1200 rpm a una temperatura de 100°C por un tiempo de activación de 6 horas.

Después, la mezcla se filtró al vacío empleando un equipo compuesto por un embudo Buchner, una bomba de vacío, un matraz Kitasato y papel filtro de porosidad rápida. Luego, el sólido se lavó con agua destilada tibia. Antes del secado, se observó que la muestra de arcilla bentonita activada era de color marrón claro. Posteriormente, la arcilla se colocó en un crisol de porcelana y se llevó a una estufa a 42°C durante 12 horas.

Luego, la arcilla bentonita activada se secó en una mufla a 200°C durante 4 horas, verificando con una espátula durante las primeras 2 horas que la muestra se seque de manera uniforme. Después del secado, se observó que la muestra de arcilla bentonita activada era de color blanco y se dejó en un desecador de vidrio durante 12 horas. Finalmente, se pesó y trituroó empleando un mortero hasta obtener a un tamaño menor a 75 μm . En la Figura 17, se esquematizan los pasos mencionados del procedimiento.

Figura 17. Esquema de la activación de la arcilla bentonita con ácido oxálico 1M.



Fuente: Elaboración propia.

4.4.3. Caracterización de la arcilla

Se colocó aproximadamente 1 g de muestra de arcilla bentonita natural y arcilla bentonita activada, sobre el diamante ATR y se analizó por Espectrofotometría Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) con la finalidad de conocer los cambios estructurales producidos por la activación. Los análisis se realizaron en un equipo marca THERMO SCIENTIFIC modelo Nicolet Summit con detector KBr en el intervalo de 4000 a 500 cm^{-1} .

4.4.4. Regeneración del aceite lubricante usado

Se realizó un pretratamiento a la muestra de aceite lubricante usado, que consistió en dejar el recipiente de aceite en reposo para luego decantarlo y eliminar las partículas sólidas.

Luego, la muestra de aceite lubricante usado se centrifugó a 1000 rpm durante 10 minutos. Posteriormente, se realizó destilación simple al aceite empleando un equipo conformado por un matraz de fondo redondo, manta calefactora, refrigerante, y un vaso precipitado de vidrio, como se observa en la figura 18. Para la destilación, se requirió 130 ml de aceite lubricante usado, y se calentó a una temperatura de 200°C durante aproximadamente 2 horas.

Figura 18. Destilación simple del aceite lubricante usado

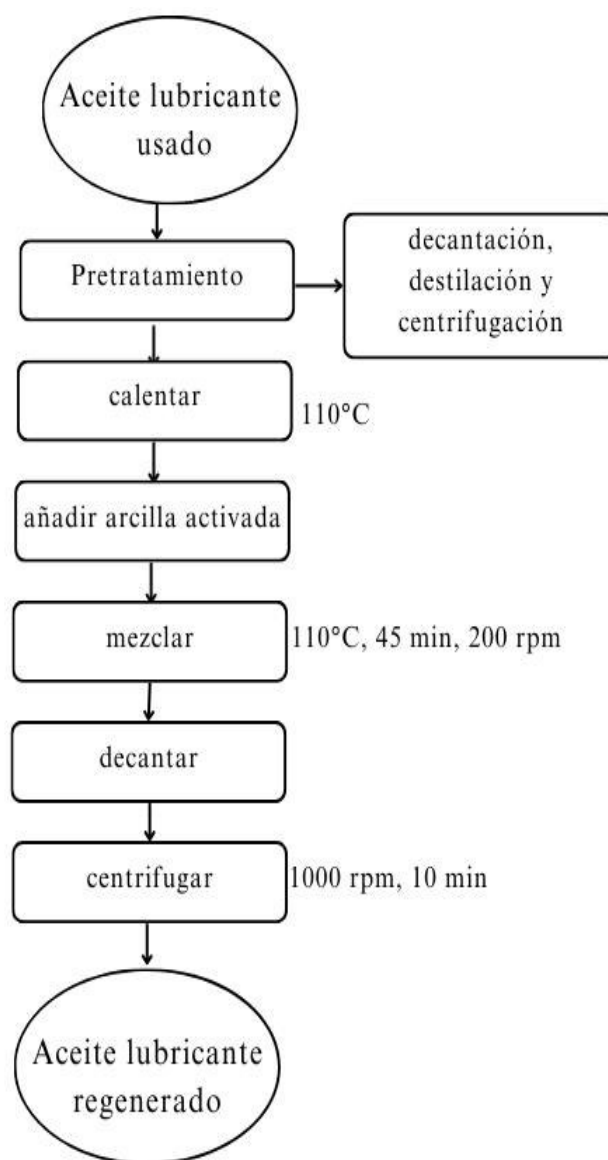


Fuente: Elaboración propia.

Para la regeneración del aceite lubricante usado, se dispuso de 15 ml de aceite en seis vasos precipitados diferentes, denominados 1A, 1B, 2A, 2B, 3A y 3B. Los vasos precipitados 1A y 1B se colocaron sobre un agitador magnético con plancha de calentamiento hasta alcanzar una temperatura constante de 110°C. Con un termómetro digital se verificó la temperatura y se añadió 10% en peso (porcentaje en peso) de arcilla bentonita activada con ácido oxálico, con respecto al volumen del aceite en el vaso precipitado. De manera similar, se añadió un 20% en peso a los vasos 2A y 2B, y un 30% en pesos a los vasos 3A y 3B.

La mezcla de aceite lubricante usado y arcilla bentonita activada se agitó durante 45 minutos a 110°C a 200rpm. Luego, las muestras se decantaron y se centrifugaron a 1000 rpm durante 10 minutos para eliminar totalmente los residuos de arcilla. Finalmente, se midieron los volúmenes de aceite lubricante recuperado utilizando probetas. En la Figura 19, se esquematizan los pasos mencionados del procedimiento.

Figura 19. Esquema de la regeneración del aceite lubricante



Fuente: Elaboración propia.

4.4.5. Caracterización del aceite lubricante

Se colocó aproximadamente una gota de muestra de aceite lubricante usado y aceite regenerado, sobre el diamante ATR y se analizó por Espectrofotometría Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) empleando un equipo marca THERMO SCIENTIFIC modelo Nicolet Summit con detector KBr en un rango de longitud de onda de 4000 a 500 cm^{-1} .

Además, se analizaron análisis fisicoquímicos al aceite lubricante como: viscosidad cinemática a 100°C y 40°C empleando un viscosímetro automático Houillon marca ISL/PAC modelo VH2 utilizando el método ASTM D7279-20, análisis de color empleando un colorímetro de aceite marca Huazheng modelo HZSD-29 utilizando el método ASTM 1500-12, contenido de humedad empleando un Titulador Karl Fischer Coulométrico marca Hanna Instrument modelo HI934D-01 utilizando el método ASTM D6304-20, Índice de viscosidad utilizando el método ASTM D2270-10, Índice de Acidez Total empleando un Titulador automático marca THERMO SCIENTIFIC utilizando el método ASTM D664-18, y Metales de desgaste empleando un Espectrómetro ICP-AES marca SPECTRO ARCO utilizando el método ASTM D5185-18.

4.4.6. Optimización de la regeneración del aceite lubricante

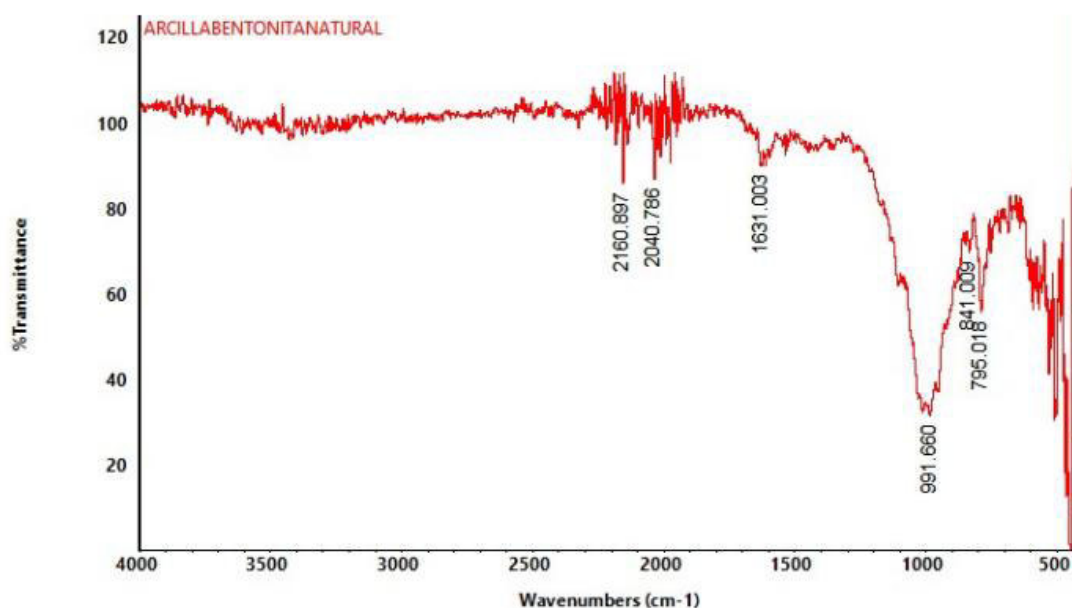
Para realizar el proceso de optimización de la regeneración del aceite lubricante, se empleará un diseño factorial un solo factor, que consiste en evaluar tres dosis de bentonita activada de 10%, 20% y 30% en peso en relación al volumen del aceite. Cada tratamiento tiene 2 repeticiones, lo que da un total de 6 pruebas experimentales. Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) un solo factor utilizando el software Minitab 18, tomando en cuenta los resultados de las mediciones de viscosidad a 100°C, viscosidad a 40°C y rendimiento de la recuperación.

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS:

5.1. Caracterización de la arcilla bentonita antes y después de la activación

En la Figura 20, se observa el espectro FTIR de la arcilla bentonita natural en el rango de 4000 a 500 cm^{-1} . La fuerte banda en 991.660 cm^{-1} está asociada a las vibraciones de estiramiento de SiO, indicando la presencia de sílice que forman parte de la estructura de la arcilla (Parekh et al., 2023). Además, se identificó la banda 841.009 cm^{-1} correspondiente al grupo AlFeOH, indicando la presencia de átomos de aluminio (Al) y hierro (Fe) en la estructura octaédrica de la arcilla bentonita (Aguilar et al., 2020). La banda 795.018 cm^{-1} está asociada a las vibraciones de SiO y la banda 1631.003 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de estiramiento y flexión de OH, indicando la presencia de grupos hidroxilos (-OH) en la estructura de la arcilla. Estos grupos están asociados a las moléculas de agua adsorbidas por la arcilla (Amari et al, 2018).

Figura 20. Espectro FTIR de la arcilla bentonita natural



Fuente: Elaboración propia

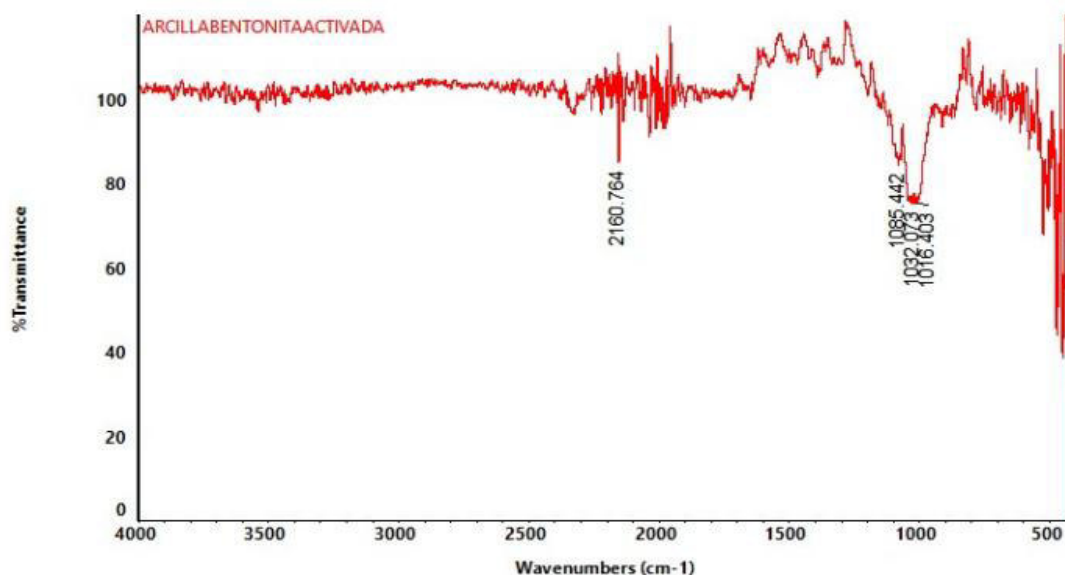
En la Figura 21, se observa el espectro FTIR de la arcilla bentonita activada con ácido oxálico 1M. Luego de la activación se observó que el espectro de la arcilla presenta cambios en los picos de la banda de 841.009 cm^{-1} correspondientes a AlFeOH, los cuales son más suaves, lo que indica que los átomos de aluminio (Al) y hierro (Fe) que se encontraban en una disposición octaédrica dentro de la estructura de la arcilla fueron removidos o disueltos debido a la acción del ácido oxálico (Tsakiri et al., 2022).

Estos resultados concuerdan con el estudio de Bergaya et al. (2006), que señala que la reducción de iones de aluminio y hierro en la estructura de la arcilla favorece el aumento de la capacidad de adsorción. Según el estudio, al tratar la bentonita con ácidos inorgánicos, se reemplazan los iones de hidrógeno y se eliminan los iones de aluminio y hierro, lo que altera las capas de esmectita, incrementando así el área superficial específica y la porosidad de la arcilla.

Por otro lado, la aparición de bandas de adsorción en 1016.403 cm^{-1} , 1032.073 cm^{-1} y 1085.442 cm^{-1} están asociadas a las vibraciones de estiramiento de SiO, lo que indica que la activación con ácido oxálico eliminó impurezas, exponiendo más enlaces Si-O en la estructura de la bentonita (Hayati-Ashtiani, 2012). Estos aumentos en los sitios Si-O concuerdan con los reportados por García San Cristóbal, A. (2014), quien realizó una activación ácida de la arcilla caolinita y observó que la capacidad de adsorción de la arcilla aumentó debido a la creación de sitios adicionales de carga, como -Al-OH y Si-O, en las capas octaédricas o tetraédricas de la arcilla.

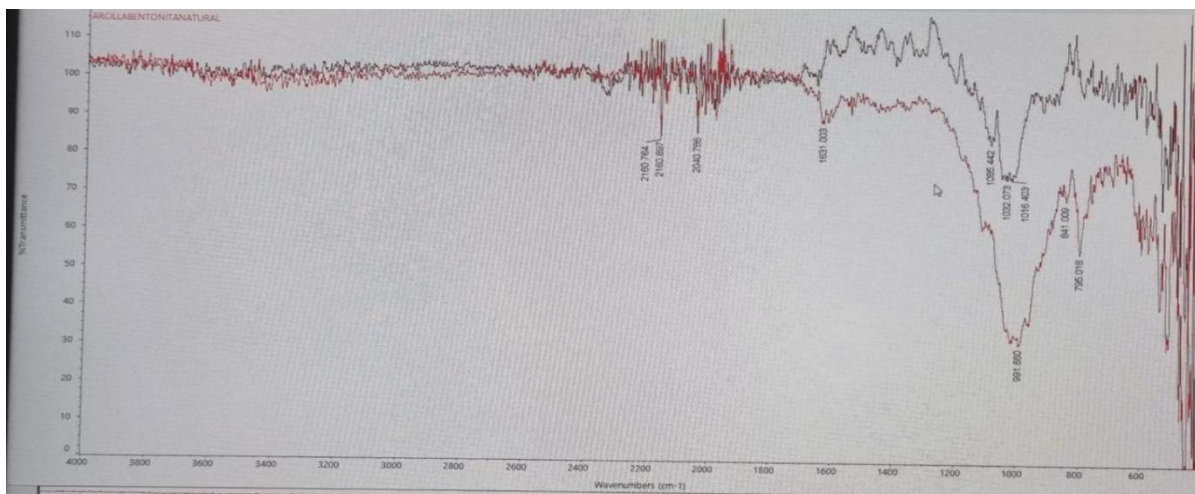
Finalmente, la mayoría de las bandas no cambiaron después de la activación, lo que implica que la estructura original de la arcilla se mantuvo intacta y no se destruyó. (Parekh et al., 2023), como se observa en la Figura 22.

Figura 21. Espectro FTIR de la arcilla bentonita activada con ácido oxálico 1M



Fuente: Elaboración propia.

Figura 22. Comparación de espectro FTIR de la arcilla bentonita natural (rojo) y de la arcilla bentonita activada (negro)



Fuente: Elaboración propia.

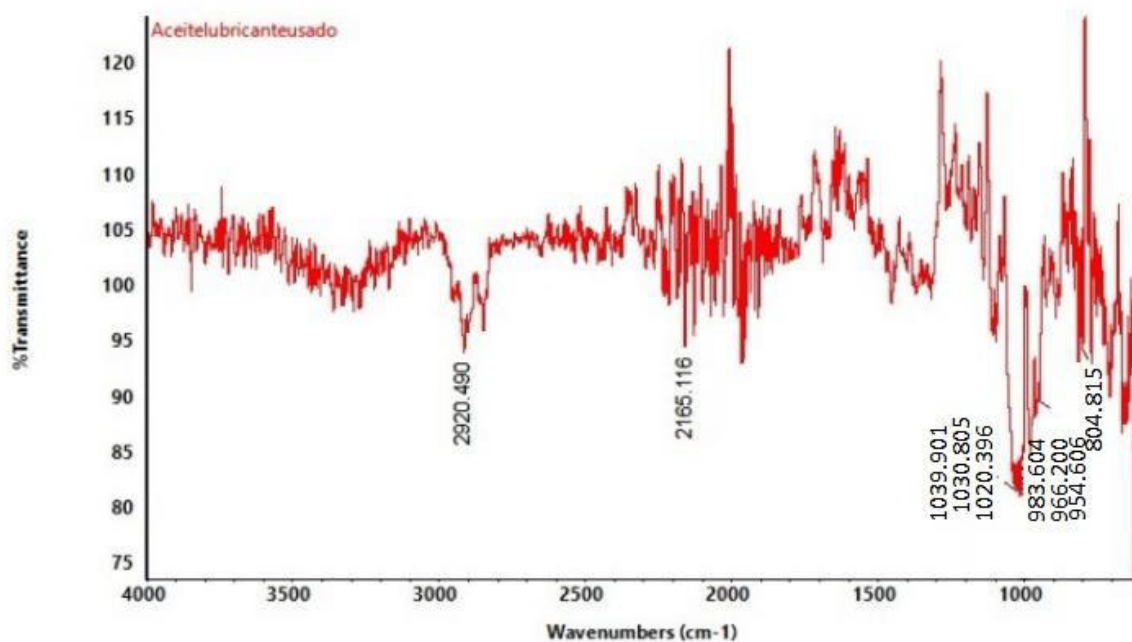
5.2. Caracterización del aceite lubricante antes y después del tratamiento

5.2.1. Análisis FTIR

En la Figura 23, se observa el espectro FTIR del aceite lubricante usado antes de ser tratado con la arcilla activada. La fuerte banda de adsorción en 804.815cm^{-1} está relacionada con los componentes aromáticos que provienen de la contaminación del aceite en la cámara de combustión (Shabanzade et al., 2019). De igual manera las bandas 954.606cm^{-1} , 966.200cm^{-1} y 983.604cm^{-1} corresponden a compuestos aromáticos (Sarkar et al., 2022), lo que indica que el aceite usado está altamente contaminado por aromáticos.

Por otro lado, la banda correspondiente a 2920.490cm^{-1} corresponde a las vibraciones de estiramiento C-H en alcanos, mientras que los picos observados entre 3300cm^{-1} a 3750cm^{-1} corresponden a los grupos OH, lo cual confirma que el aceite lubricante está contaminado con agua. (Aguilar et al., 2020). Las bandas 1020.396cm^{-1} , 1030.805cm^{-1} , 1039.901cm^{-1} está asociada a vibraciones de glicol, lo que indica que el aceite está contaminado por glicol proveniente de la fuga de anticongelante en el sistema de enfriamiento del motor. (Shabanzade et al., 2019). Finalmente, la banda 2165.116cm^{-1} está relacionada con la presencia de hollín, lo cual indica que el aceite está contaminado con partículas de combustión. (Shabanzade et al., 2019).

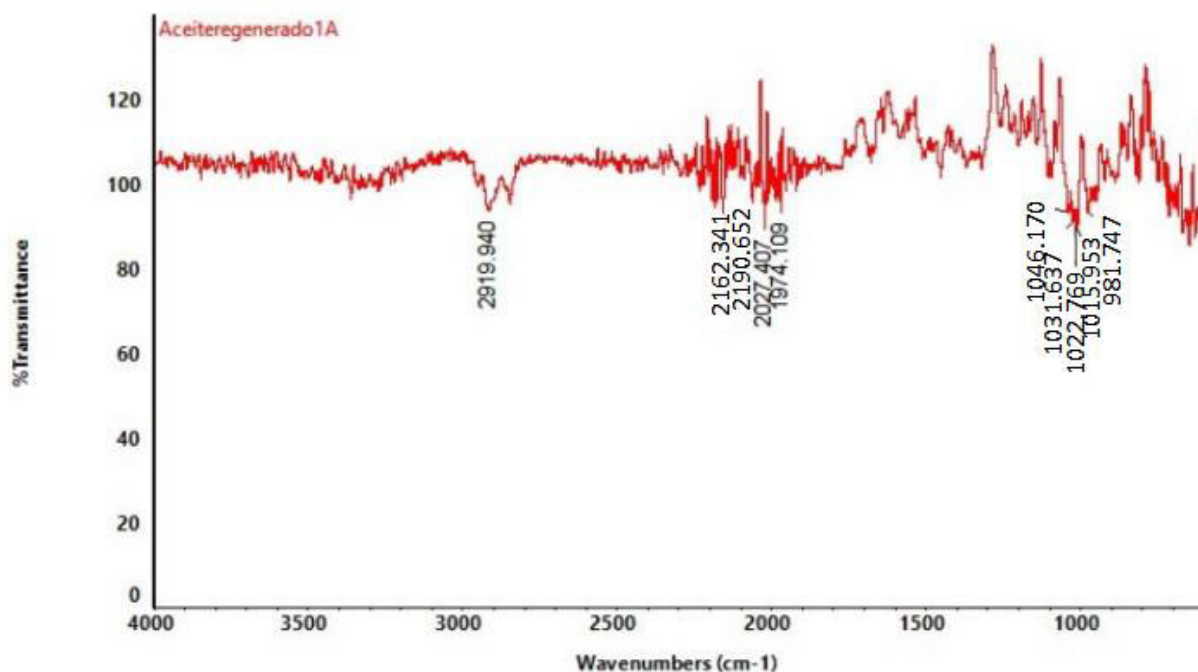
Figura 23. Espectro FTIR del aceite lubricante usado (antes del tratamiento)



Fuente: Elaboración propia.

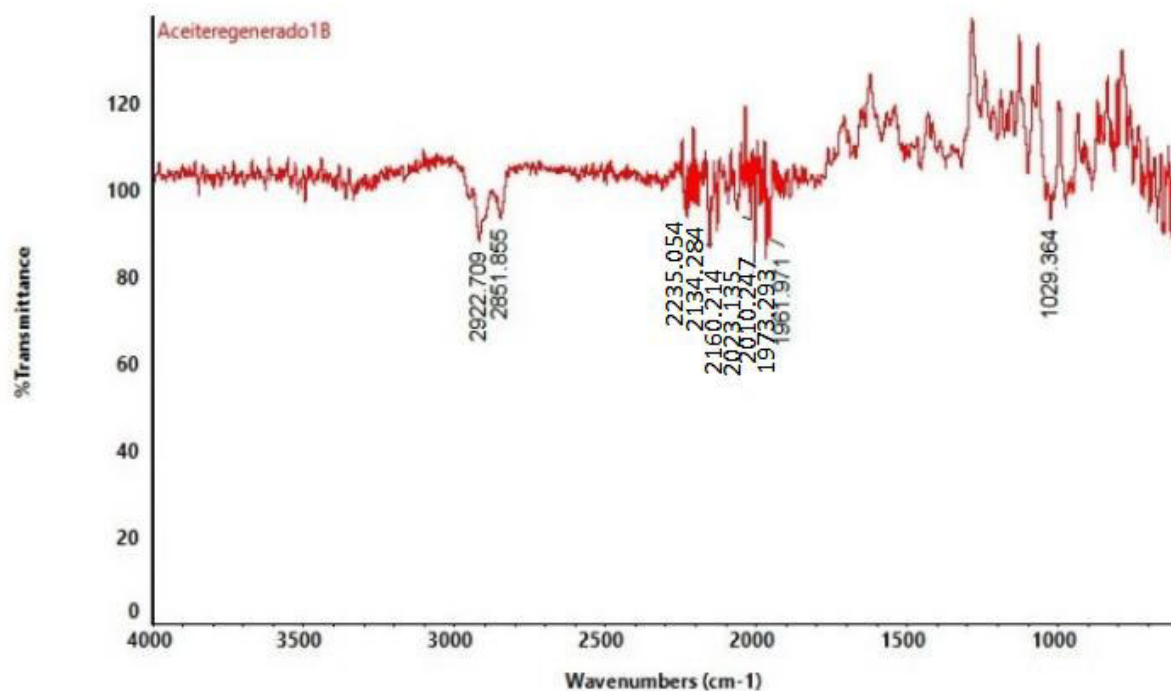
En las Figuras 24 y 25 se observan los espectros FTIR de las muestras de aceite (1A y 1B, respectivamente) tratadas con arcilla bentonita activada con una dosis de 10% en peso. Luego del tratamiento con arcilla activada, se observó que el espectro de los aceites lubricantes presenta cambios significativos. En la Figura 24, se observa en la banda de 1600 cm^{-1} , presenta picos de menos intensidad correspondientes a los subproductos de nitración, que a su vez están relacionados con el color oscuro del aceite usado, lo que indica que el color del aceite mejoró después del tratamiento (Parekh et al., 2023). Además, la banda 2919.940 cm^{-1} que está asociada con los alcanos, mostró una disminución en su intensidad, lo que indica que los componentes saturados presentes en el aceite usado fueron en parte eliminados durante el tratamiento mejorando la calidad del aceite usado (Aguilar et al., 2020). Asimismo, la banda 2161.341 cm^{-1} correspondiente a la presencia de hollín, también presentó una disminución en su intensidad, lo que indica que se removieron las partículas contaminantes en el aceite usado. (Moran, K., 2015). Las bandas en el rango de 1015.953 cm^{-1} hasta 1046.170 cm^{-1} , que corresponden a las vibraciones del glicol, son más suaves y menos intensas que las reportadas por el aceite usado, lo que indica la remoción y reducción de contaminantes de glicol en el aceite lubricante regenerado. (Shabanzade et al., 2019).

Figura 24. Espectro FTIR del aceite regenerado (1A) con arcilla bentonita dosis 10%



Fuente: Elaboración propia.

Figura 25. Espectro FTIR del aceite regenerado (1B) con arcilla bentonita dosis 10%

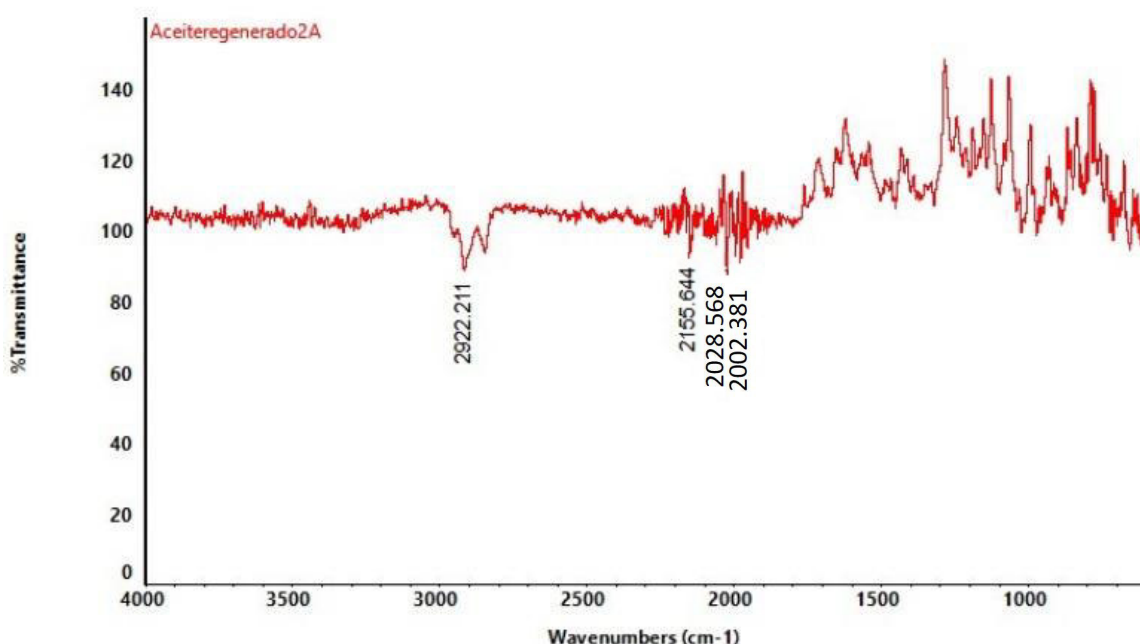


Fuente: Elaboración propia.

Las Figuras 26 y 27 muestran los espectros FTIR de las muestras de aceite (2A y 2B, respectivamente) tratadas con arcilla bentonita activada al 20% en peso. Luego del tratamiento con arcilla activada, se observó que el espectro de los aceites presenta cambios

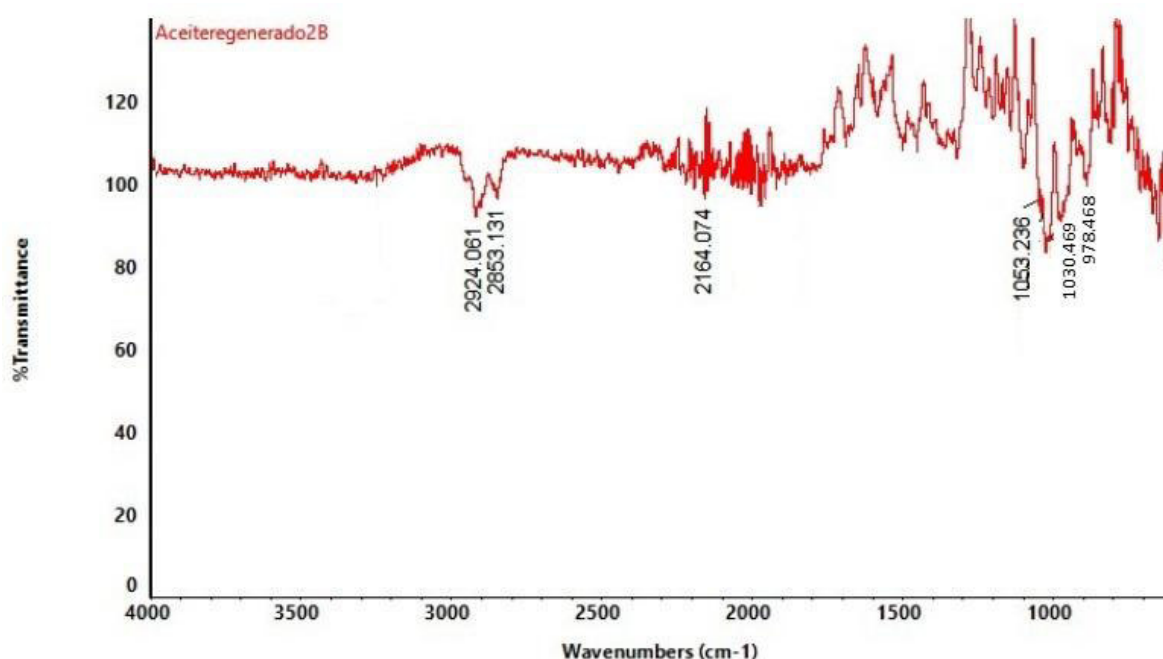
significativos. En la Figura 26, se observa en la banda 2922.211cm^{-1} , que está asociada a las vibraciones de estiramiento C-H en los alcanos, una mayor disminución en su intensidad en comparación con el aceite usado sin tratar, lo que indica que una gran cantidad de hidrocarburos saturados se eliminaron mejorando notablemente la calidad del aceite (Aguilar et al., 2020). Por otro lado, la banda 2165.644 cm^{-1} , que está asociada a la presencia de hollín, presentó una gran disminución en su intensidad, lo que indica que una cantidad considerable de hollín fue eliminada del aceite usado después del proceso de regeneración lo que contribuye a la mejor calidad del aceite (Moran, K., 2015). Esto sugiere que el tratamiento con bentonita es efectivo para purificar el aceite usado, eliminando tanto los hidrocarburos saturados como las partículas de hollín.

Figura 26. Espectro FTIR del aceite regenerado (2A) con arcilla bentonita dosis 20%



Fuente: Elaboración propia.

Figura 27. Espectro FTIR del aceite regenerado (2B) con arcilla bentonita dosis 20%



Fuente: Elaboración propia.

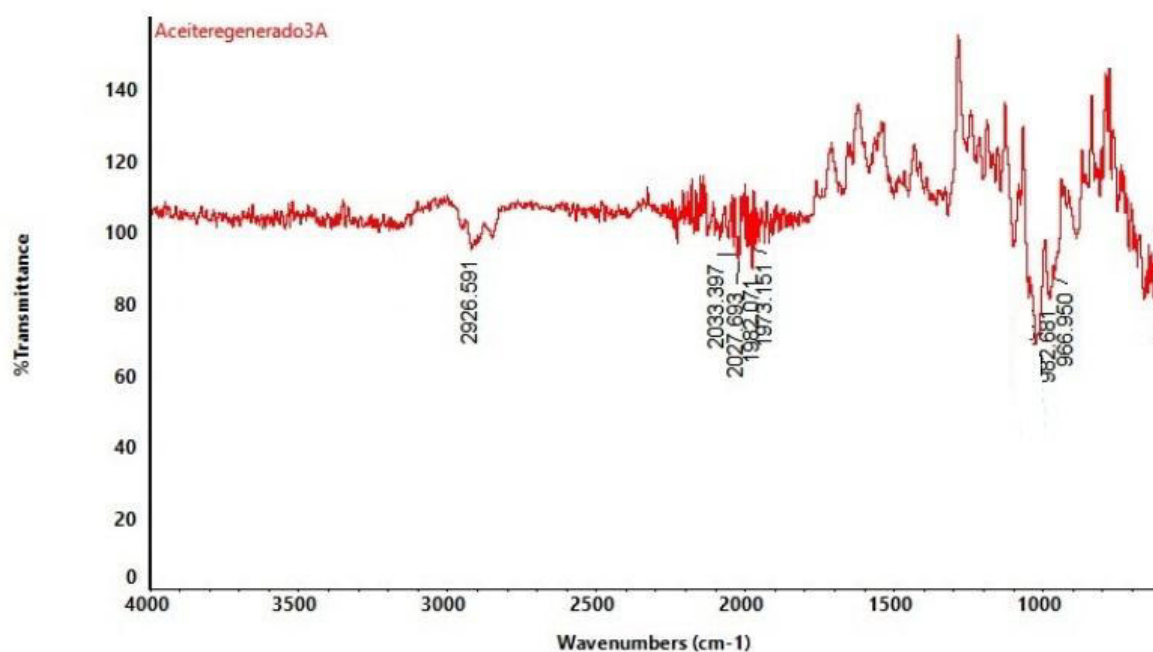
Por otro lado, las Figuras 28 y 29 presentan los espectros FTIR de las muestras de aceite (3A y 3B, respectivamente) tratadas con una dosis de 30% en peso. Se observó que, después del tratamiento, las muestras de aceite lubricante presentaron cambios significativos en comparación con el aceite usado sin tratar. En la Figura 28, la banda 2926.591 cm^{-1} correspondiente a los alcanos mostró una disminución significativa en su intensidad comparado con la muestra de aceite lubricante usado, lo que indica que el tratamiento fue exitoso en la eliminación de los componentes saturados mejorando notablemente la calidad del aceite (Aguilar et al., 2020).

Además, en la Figura 29 se observó que las bandas 1029.146 cm^{-1} y 1041.983 cm^{-1} correspondientes a las vibraciones del glicol, son mucho más suaves y menos intensas en comparación con las bandas del aceite lubricante usado. Esto indica que el tratamiento con arcilla activada logró reducir y eliminar los contaminantes de glicol provenientes de la fuga de anticongelante en el sistema de combustión del motor (Shabanzade et al., 2019).

Un cambio destacado es la disminución de la presencia de hollín, como se observa en la banda 2033.397 cm^{-1} y 2029.813 cm^{-1} en las Figuras 28 y 29, respectivamente, lo que indica que el tratamiento con arcillas fue eficaz en reducir y eliminar las partículas de hollín provenientes de la combustión incompleta. También se observaron cambios significativos en los picos de la banda a 1600 cm^{-1} , los cuales son más suaves, lo que

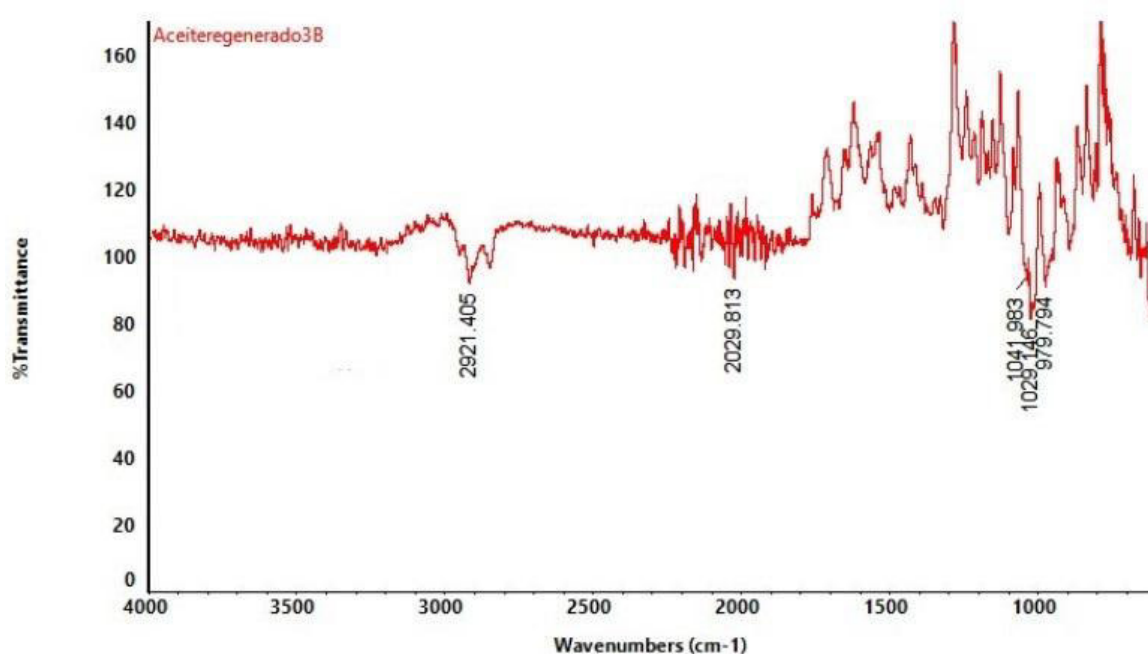
indica una reducción o eliminación de contaminantes de nitración responsables del color oscuro del aceite usado. Por lo tanto, se concluye que el aceite tratado presenta una mayor clarificación y mejor calidad (Parekh et al., 2023).

Figura 28. Espectro FTIR del aceite regenerado (3A) con arcilla bentonita dosis 30%



Fuente: Elaboración propia.

Figura 29. Espectro FTIR del aceite regenerado (3B) con arcilla bentonita dosis 30%



Fuente: Elaboración propia.

5.2.2. Evaluación fisicoquímica del aceite lubricante

Tabla 16. *Análisis fisicoquímico del aceite lubricante*

Parámetros	Método	Aceite nuevo	Aceite usado	Aceite lubricante regenerado						Reducción
				1A (10%)	1B (10%)	2A (20%)	2B (20%)	3A (30%)	3B (30%)	
Viscosidad 100°C (cSt)	ASTM D7279-20	11	16.08	6.4	6.31	6.21	6.46	6.16	6.03	63%
Viscosidad 40°C (cSt)	ASTM D7279-20	64	70.96	34.47	34.19	33.68	33.26	33.22	32.69	54%
Contenido de Humedad (%)	ASTM D6304-20	0	1.2	0	0	0	0	0	0	100%
Índice de acidez total TAN (mg KOH/g)	ASTM D664-18	0	4.2	3.2	3	2.7	3.1	1.6	1.1	74%
Índice de viscosidad	ASTM D2270-10	174	156.12	133.29	131.61	130.62	140.31	131.06	128.95	17%
Color	ASTM D1500-12	1	8	6.5	6.5	3.5	3.5	2	1	similar al aceite nuevo

Fuente: Elaboración propia.

En la Tabla 16 se detallan los parámetros fisicoquímicos evaluados para determinar la calidad del aceite usado y regenerado. Estos análisis permiten realizar una comparación directa entre ambos tipos de aceite, destacando los cambios en propiedades clave como la viscosidad, índice de viscosidad, color, humedad, acidez, y otros indicadores importantes que reflejan la efectividad del proceso de regeneración.

a) Viscosidad a 100°C

El aceite usado presentó un incremento en su viscosidad con respecto al aceite nuevo de 11 cSt a 16.08 cSt debido a la contaminación del aceite por impurezas y desechos del motor. (Parekh et al., 2023). Además, este incremento podría ser ocasionado por la oxidación que se genera por el contacto del aceite con el oxígeno, provocando que aumente la viscosidad del aceite. (Mekonnen, H., 2014).

En los resultados obtenidos para el aceite regenerado tras el tratamiento con diferentes dosis de arcilla bentonita activada con ácido oxálico, se observa que la viscosidad a 100°C de las muestras de aceite disminuyó notablemente comparado con el aceite usado, esto confirma la reducción y eliminación de compuestos aromáticos presentes en el aceite usado. Por otro lado, se observa una diferencia notable en la reducción de la viscosidad a 100°C del aceite regenerado con bentonita activada con ácido oxálico (63%) en comparación con el estudio de Teneqja & Drushku, que emplea ácido sulfúrico (38%) y la investigación de Korpa et al. (2021) que emplearon ácido sulfúrico con ácido acético (33%). Esto sugiere que el ácido oxálico es más eficaz en la eliminación de contaminantes, de manera comparable a los tratamientos convencionales que utilizan ácidos fuertes.

b) Viscosidad a 40°C

En los resultados obtenidos para la viscosidad a 40°C de las muestras de aceite regenerado, se observa que la viscosidad disminuyó más del 50% comparado con el aceite usado, después de ser tratadas con la arcilla bentonita activada con ácido oxálico, esto sugiere una significativa reducción de los contaminantes presentes en el aceite lubricante.

Por otro lado, se observa una diferencia notable en la reducción de la viscosidad de 40°C del aceite regenerado con bentonita activada con ácido oxálico (54%) en comparación con el estudio de Teneqja & Drushku, que emplea ácido sulfúrico (40%). De igual manera, Korpa et al. (2021) emplearon ácido sulfúrico con ácido acético para la activación de la bentonita y obtuvieron una reducción del 43%. Además, Aguilar et al. (2020) emplearon

ácido sulfúrico en la regeneración y obtuvieron una reducción de la viscosidad a 40°C del 21%.

Esto indica que el ácido oxálico tiene una alta capacidad para remover contaminantes, mucho mejor que los tratamientos tradicionales empleando ácidos fuertes. Además, una publicación de Keshavarz et al. (2013) sostiene que, a pesar que el ácido oxálico es un ácido débil comparado con el ácido sulfúrico, produce un mayor tamaño de poros (34.5nm) en comparación con el ácido sulfúrico, que reportó un aumento de tamaño de poros a 20.26nm, lo cual podría explicar por qué se obtuvo una mayor reducción de la viscosidad del aceite empleando ácido oxálico en la activación de la arcilla bentonita.

c) Color

En la Figura 30 se presenta la muestra de aceite lubricante usado y en la Figura 31 se presentan las muestras de aceite lubricante regeneradas con arcilla bentonita activada con ácido oxálico. Al comparar los colores de aceite se observó que la muestra de aceite usado sin tratamiento presenta un color 8 en la escala de color ASTM D1500-12, mientras que las muestras de aceite tratadas con arcilla cambiaron notablemente su aspecto. La muestra 3B, con una dosis de 30% de bentonita, mostró la mayor clarificación del aceite usado, obteniendo un color amarillo claro correspondiente a 1.0 en escala de color. Lo que confirma que el tratamiento no solo mejoró significativamente la eliminación de impurezas, sino que también mejoró el aspecto del aceite regenerado, devolviéndole un color y una apariencia similar al de un aceite nuevo.

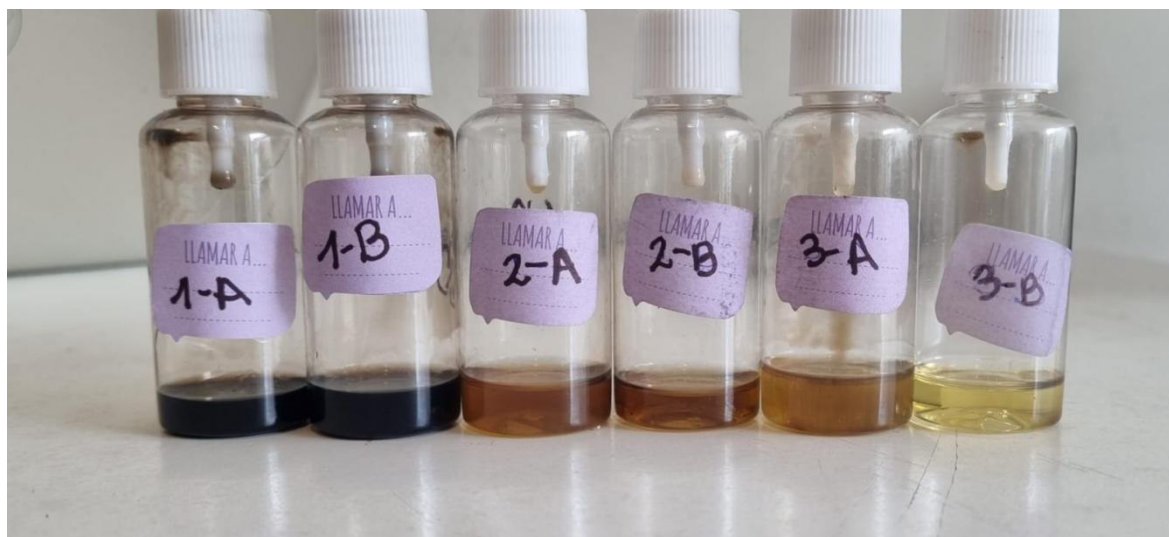
Por otro lado, se observa una diferencia notable en el color obtenido del aceite regenerado con arcilla activada con ácido oxálico (amarillo claro, 1.0 en escala de color) en comparación con el estudio de Parekh et al. (2023), que emplean ácido sulfúrico (marrón rojizo) y de la investigación de Aguilar et al. (2020) que emplearon ácido sulfúrico (2.0 en la escala de color). Esta diferencia en los colores obtenidos puede atribuirse a la naturaleza de los ácidos. El ácido oxálico, al ser un ácido orgánico, presenta una mayor absorción de compuestos orgánicos, como el aceite lubricante, tal como lo manifestaron Chukwu et al. (2021) en su estudio utilizando ácido hexanóico de origen orgánico.

Figura 30. Muestra de aceite lubricante usado



Fuente: Elaboración propia.

Figura 31. Comparación de color de las muestras de aceite lubricante regenerado



Fuente: Elaboración propia.

d) Contenido de humedad

El aceite lubricante usado mostró presencia de agua de 1.2% lo cual es un valor mayor al permitido según Widman International SRL (2023) de 0.2% para contenido de agua. Este aumento de valor indica que hay contaminación causada por la condensación de humedad dentro del sistema, fugas, o por la exposición a ambientes húmedos. El agua es uno de los contaminantes más peligrosos del aceite, ya que una pequeña cantidad puede dañar el buen funcionamiento del motor. Por otro lado, se observa que luego del tratamiento de regeneración empleando arcillas activadas con ácido oxálico, se eliminó totalmente el agua presente en el aceite. La eliminación de este contaminante es crucial, ya que mejora las propiedades del aceite y reduce el riesgo de fallos mecánicos en el motor.

e) Índice de acidez total TAN (mg KOH/g)

El índice de acidez total del aceite usado fue de un valor de 4.2 mg KOH/ g de aceite el cual es mayor al límite de 4.0 mg KOH/ g que indica el método ASTM D664-18. Este incremento en el aceite usado es una señal de degradación del aceite. Por otro lado, en los resultados obtenidos para el índice de acidez total (TAN) de las muestras de aceite regenerado, se observa que el TAN disminuyó considerablemente, después de ser tratadas con arcilla bentonita activada con ácido oxálico. Esto sugiere que la arcilla fue eficaz en la eliminación de los compuestos orgánicos y resinas derivados de la oxidación del aceite, reduciendo así la acidez y mejorando la calidad del lubricante regenerado (Mekonnen, 2014). Mediante el uso de arcilla activada con ácido oxálico, se logró reducir el índice de acidez en un 74% en comparación con el aceite usado. Este resultado es comparable a los obtenidos con otros ácidos, como el estudio de Aguilar et al. (2020) que obtuvo una reducción del 75% y la investigación de Mekonnen, H. (2014) que obtuvo una disminución del 80%.

f) Índice de viscosidad

El índice de viscosidad del aceite nuevo es de 174 indicando que el aceite tiene una gran estabilidad para mantener la viscosidad durante cambios de temperatura. Sin embargo el aceite lubricante usado tiene un valor menor de 156.12, esta disminución indica que los contaminantes presentes en el aceite afectan sus propiedades provocando que el aceite sea más delgado a temperaturas altas y más viscoso a temperaturas bajas, generando una gran pérdida de protección. Por otro lado, en los resultados obtenidos de las muestras de aceite regenerado con arcilla bentonita activada con ácido oxálico, se observa que el índice de viscosidad disminuye a un valor de 128.95, lo que representa una reducción del 17%. Esto sugiere que no solo los contaminantes presentes en el aceite fueron eliminados, sino también algunos de los aditivos que originalmente le añadían estabilidad a su viscosidad a lo largo de un rango amplio de temperaturas. Durante la regeneración, el proceso de purificación puede afectar ciertos componentes clave del aceite, como los mejoradores del índice de viscosidad, que son responsables de mantener la viscosidad del aceite estable en diferentes temperaturas. Estos resultados coinciden con los estudios de Teneqja & Drushku (2015) en los cuales el índice de viscosidad disminuyó en un 19% después del tratamiento con arcilla activada con ácido sulfúrico, lo que indica que algunos de los aditivos responsables de la estabilidad también fueron eliminados.

g) Contenido de metales

En la Tabla 17 se presenta una comparación de los niveles de metales de desgaste en las diferentes muestras de aceite lubricante, incluyendo aceite nuevo, usado y regenerado. Los resultados obtenidos de las muestras de aceite regenerado con arcilla bentonita activada con ácido oxálico, muestran una reducción significativa en el contenido de metales de desgaste en comparación con el aceite lubricante usado.

Los valores más altos de metales de desgaste en el aceite usado se observaron en cromo (Cr), aluminio (Al), níquel (Ni), plata (Ag) y magnesio (Mg). Estos elementos indican contaminación en el sistema. Por ejemplo, la presencia de cromo y níquel sugiere desgaste en componentes como cilindros y válvulas, mientras que los niveles altos de aluminio apuntan al desgaste de pistones. La presencia de plata está asociada al desgaste en bombas de lubricación con estrías con trazos de plata, y el magnesio al desgaste en engranajes del motor.

En el aceite usado se obtuvo un valor de hierro considerablemente mayor al límite permitido según Widman International SRL (2023) quien menciona que el aceite que contiene un valor mayor a 100 ppm, debe ser reemplazado. De igual manera para el Al, Cr, Na, B, y Si cuyos límites son: 20 ppm, 20 ppm, 40 ppm, 20 ppm, 20 ppm.

Sin embargo, después del tratamiento con arcilla bentonita activada con ácido oxálico, los niveles de estos metales disminuyeron considerablemente, lo que refleja la efectividad del proceso de regeneración. Por ejemplo, los niveles de Cromo se redujeron un 97%, aluminio 85%, níquel 99%, plata 92% y magnesio 99%. Esto demuestra que el tratamiento con arcilla activada no solo eliminó una parte significativa de los contaminantes metálicos, sino que también restauró parcialmente la calidad del aceite, permitiendo su reutilización con un nivel de pureza mejorado.

Estos resultados son similares a los reportados por Oduola & Okwonna (2016) y Moran Robles, K. (2015), quienes utilizaron arcilla activada con ácido sulfúrico en sus procesos de regeneración de aceites lubricantes y lograron una reducción significativa de los metales de desgaste. Ambos estudios confirman la efectividad del uso de arcillas activadas para remover contaminantes metálicos del aceite, mejorando así su pureza y capacidad de reutilización, lo que concuerda con los hallazgos obtenidos en el presente trabajo al emplear arcilla bentonita activada con ácido oxálico.

Tabla 17. *Contenido de metales en el aceite lubricante*

Metales (ppm)	Aceite nuevo	Aceite usado	Aceite lubricante regenerado						Reducción
			1A	1B	2A	2B	3A	3B	
Fe	<0.4	578	200.5	151.4	10.2	8.9	7.8	7.6	99%
Cr	<0.3	604	517	434	198	107	25	17	97%
Pb	<0.3	10.5	3.6	3	2.5	2.4	2.2	1.2	89%
Cu	<0.2	2.9	2.3	2.4	1.5	1.3	1.3	1.1	62%
Sn	<0.2	2.7	0	0	0	0	0	0	100%
Al	0	844.6	762.1	560.5	358.7	228.3	145.8	122.9	85%
Ni	<0.3	675	578	552.5	236	117	1.5	1	99%
Ag	<0.4	690	642	612	539	461	59	55	92%
Si	1.3	571.3	314.6	229.8	215.5	213	162.7	129.1	77%
B	0	57.7	5.8	5	5	3.3	3	2.1	96%
Na	0	310.6	141.1	132.5	18.1	11.4	10.3	6	98%
K	2.6	5	2.6	1.7	1.1	1.4	5.5	1.1	78%
Mg	<6.5	643	142.3	121.5	8	5.4	4.1	4.3	99%
Ca	1811	1111.8	425.5	331.9	173.2	171.4	29.7	11.3	98%
Ba	<0.3	10.2	8.6	5.9	3.6	2.4	1.7	1.5	85%
P	917.6	636.5	2.4	2	1.8	1.5	1.3	1.2	99%
Zn	860	802.3	3.8	2.7	1.8	1.5	1.4	1	99%
Mo	1.2	2.1	0	0	0	0	0	0	100%
Ti	<0.1	9	3.4	3	2.9	2.7	1.9	1.4	84%
V	0	0	0	0	0	0	0	0	
Mn	<0.4	4.5	3	2.7	2.5	1.7	0.6	0.4	91%
Cd	<0.6	3.8	3.4	3.4	3.4	3.5	3.5	3.4	10%

Fuente: Elaboración propia.

5.2.3. Análisis estadístico de la viscosidad a 100°C del aceite recuperado

a) Análisis de varianza (ANOVA) un solo factor con control

El análisis de varianza (ANOVA) se realizó para evaluar el efecto del porcentaje de la bentonita (10%, 20%, 30%) en la viscosidad del aceite regenerado a 100°C. Se utilizó un análisis ANOVA de un solo factor para determinar si existen diferencias significativas en la viscosidad del aceite regenerado a 100°C. Se consideró 4 niveles de bentonita cuyos valores son: control (aceite usado sin tratamiento), 10%, 20% y 30%.

En la Tabla 18, se muestran los resultados del ANOVA y se observa que el Valor de P es menor al valor de significancia $\alpha = 0.05$. Por lo cual se rechaza la hipótesis nula H_0 . Esto indica que hay evidencia para afirmar que existen diferencias significativas en la viscosidad del aceite regenerado a 100°C entre los diferentes niveles de bentonita.

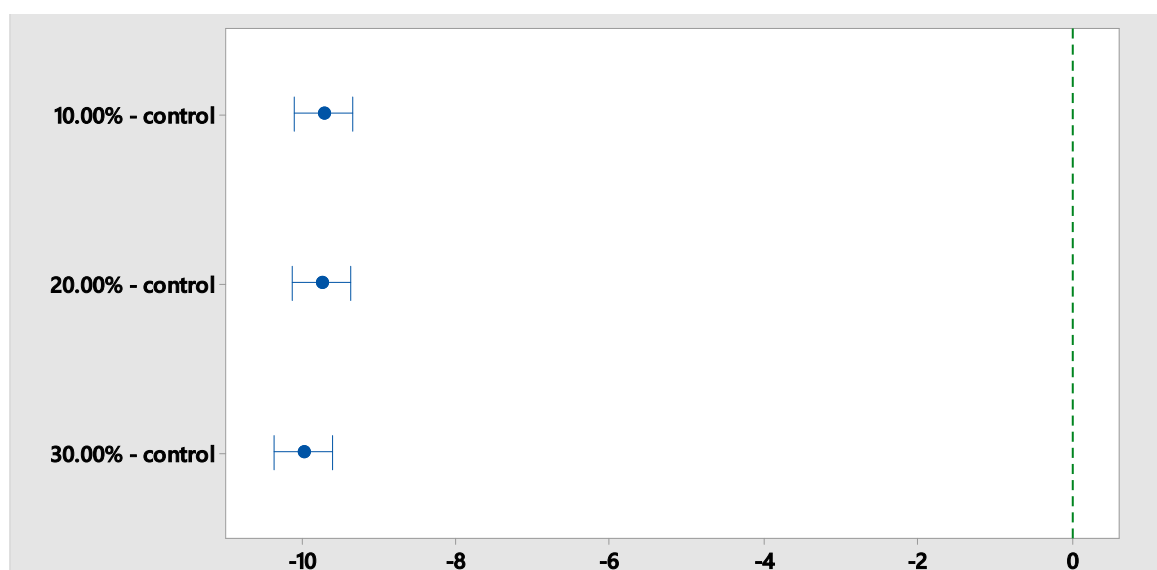
Tabla 18. *Análisis de Varianza*

Fuente	Grados de Libertad (GL)	Suma de cuadrados ajustado (SC Ajust.)	Promedio de suma de cuadrados (MC Ajust.)	Valor F_0	Valor p
Factor	3	144.683	48.2277	4409.39	0.000
Error	4	0.044	0.0109		
Total	7	144.727			

Fuente: Elaborado en Minitab 18.

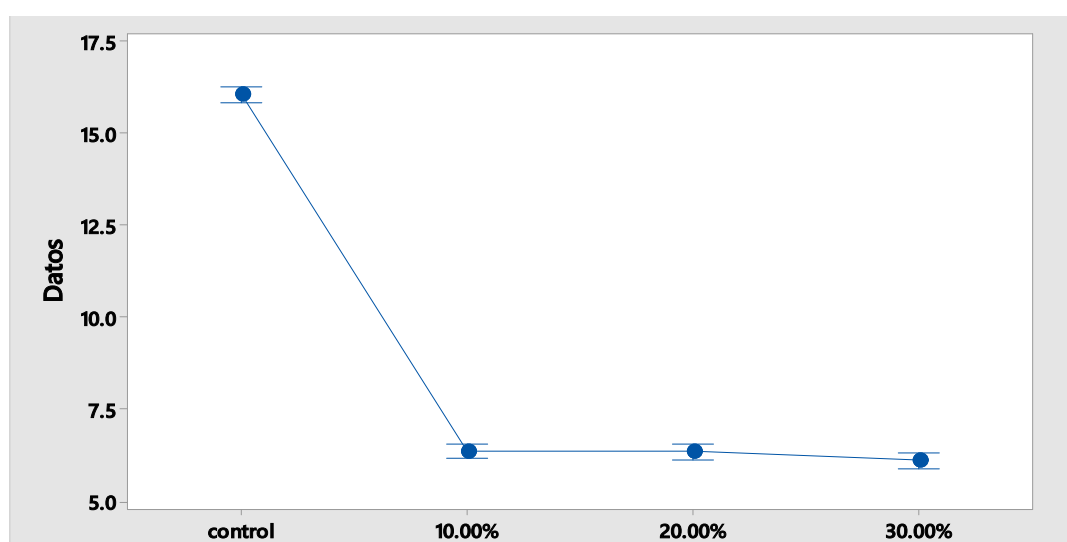
En la Figura 32, se muestra los resultados de la prueba Post-hoc de Dunnett y se observa que todos los ICs no incluyen el cero, esto indica que hay diferencia significativa entre cada tratamiento (10%, 20%, 30%) y el control (aceite lubricante usado), lo que se explica al observar que las viscosidades de los tratamientos son significativamente menores al aceite usado. Mientras que en la Figura 33 se observa que al parecer entre los tratamientos (10%, 20% y 30%) no hay diferencia significativa respecto a su viscosidad a 100°C.

Figura 32. Prueba Post-hoc de Dunnett



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

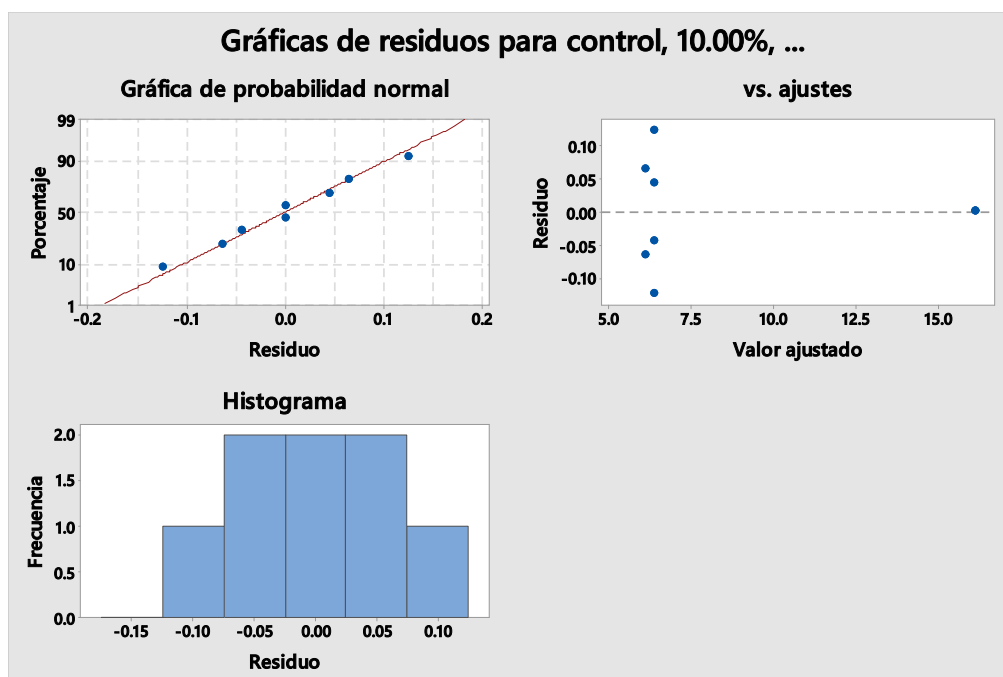
Figura 33. Gráfica de intervalos de control y tratamientos



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

En la Figura 34, se muestra las gráficas de residuos para control y tratamientos (10%,20%,30%) y se observa que los residuos se ajustan a la línea de Normalidad. El gráfico de valor ajustado indica que hay cierta variabilidad para los resultados de diferentes dosis, en especial con la dosis del 20%, las que se respaldan con las desviaciones estándar de 0.06, 0.18 y 0.09 para las dosis de 10%, 20%, y 30% respectivamente.

Figura 34. Gráficas de residuos para control y tratamientos (10%,20%,30%)



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

b) Análisis de varianza (ANOVA) un solo factor sin control

Se utilizó un análisis ANOVA de un solo factor, para determinar si existen diferencias significativas entre las tres dosis de bentonita, evaluado mediante la viscosidad a 100°C. Se consideró 3 niveles cuyos valores son: 10%, 20% y 30%. En la Tabla 19, se muestran los resultados del ANOVA y se observa que el Valor de P es mayor al valor de significancia $\alpha = 0.05$. Por lo cual no se rechaza la hipótesis nula H_0 . Esto indica que no hay evidencia suficiente para afirmar que existen diferencias significativas en la viscosidad a 100°C entre los diferentes niveles de bentonita.

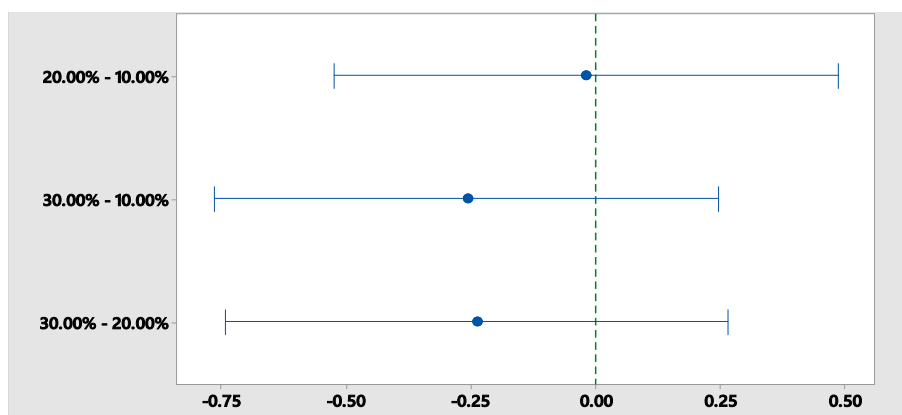
Tabla 19. Análisis de Varianza

Fuente	Grados de Libertad (GL)	Suma de cuadrados ajustado (SC Ajust.)	Promedio de suma de cuadrados (MC Ajust.)	Valor F_0	Valor p
Factor	2	0.08373	0.04187	2.87	0.201
Error	3	0.04375	0.01458		
Total	5	0.12748			

Fuente: Elaborado en Minitab 18.

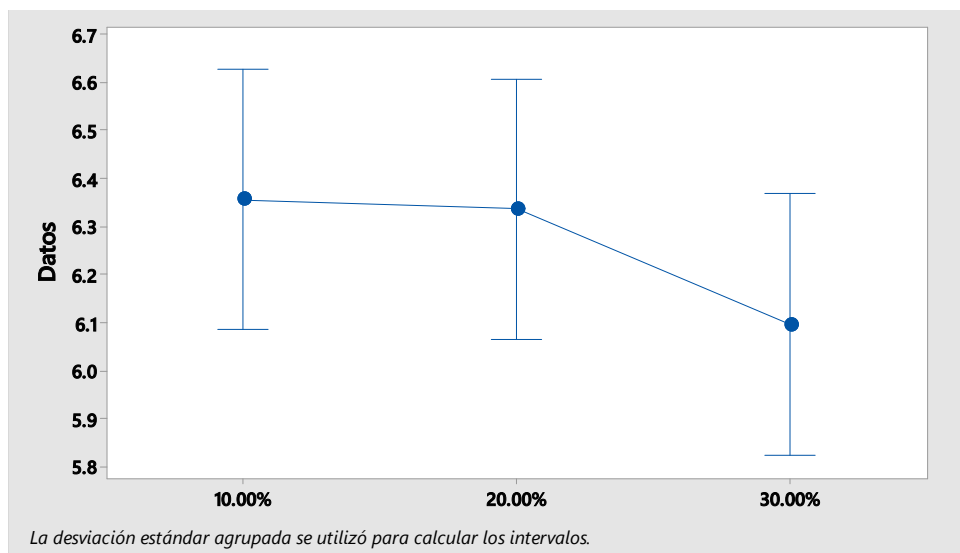
En la Figura 35, se muestra los resultados de la prueba Post-hoc Tukey y se observa que todas las líneas horizontales correspondientes a los grupos (20% vs 10%, 30% vs 10%, y 30% vs 20%) se interceptan con la línea vertical verde en 0, lo que significa que no hay diferencia significativa entre los tratamientos. Esto es consistente con el resultado del ANOVA que no rechazó la hipótesis nula de que todas las medias son iguales.

Figura 35. ICs simultáneos de 95% análisis Tukey



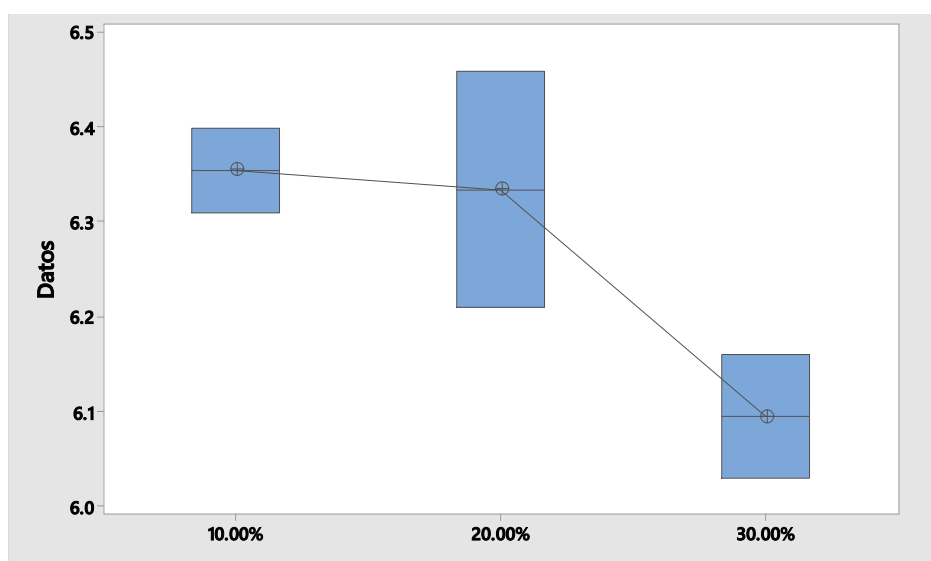
Fuente: Elaborado en Minitab 18.

Figura 36. Gráfica de intervalos de 10%, 20% y 30%



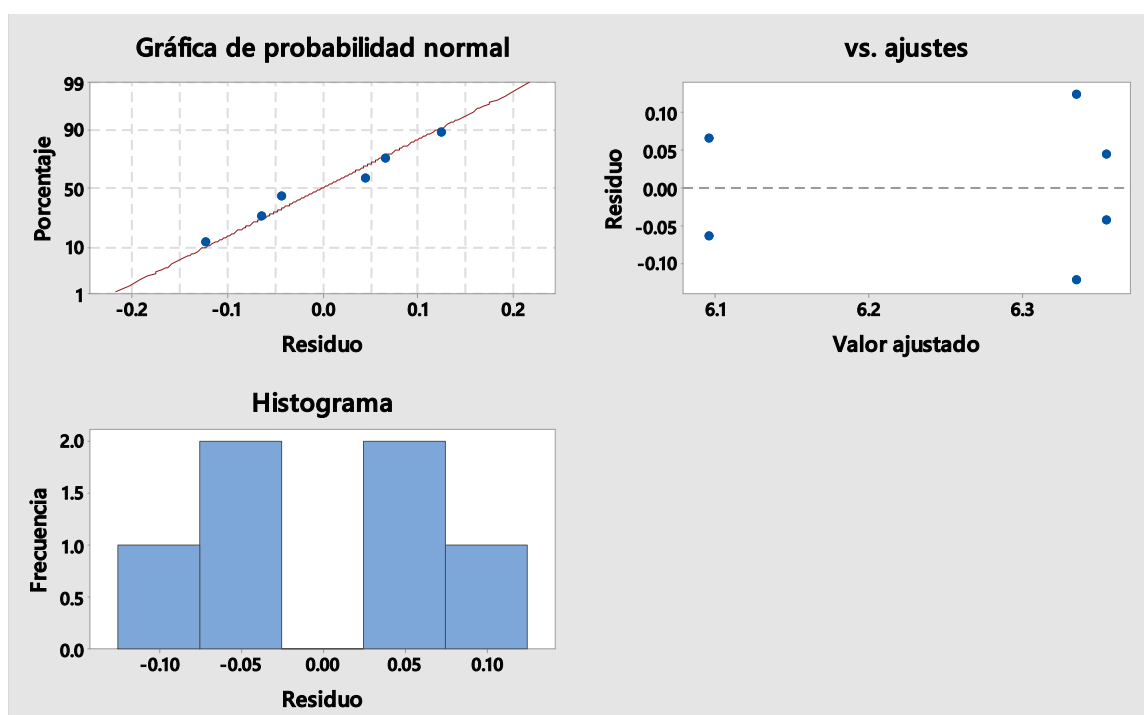
Fuente: Elaborado en Minitab 18.

Figura 37. Gráfico de caja de 10%,20% y 30% de bentonita



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

Figura 38. Gráficos de residuos para 10%,20% y 30%.



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

5.2.4. Análisis estadístico de la viscosidad a 40°C del aceite recuperado

a) Análisis de varianza (ANOVA) un solo factor con control

El análisis de varianza (ANOVA) se realizó para evaluar el efecto del porcentaje de la bentonita (10%, 20%, 30%) en la viscosidad del aceite regenerado a 40°C. Se utilizó un análisis ANOVA de un solo factor para determinar si existen diferencias significativas en la viscosidad del aceite regenerado a 40°C. Se consideró 4 niveles de bentonita cuyos valores son: control (aceite usado sin tratamiento), 10%, 20% y 30%. En la Tabla 20, se muestran los resultados del ANOVA y se observa que el Valor p es menor al valor de significancia $\alpha = 0.05$. Por lo cual se rechaza la hipótesis nula H_0 . Esto indica que hay evidencia para afirmar que existen diferencias significativas en la viscosidad del aceite regenerado a 40°C entre los diferentes niveles de bentonita.

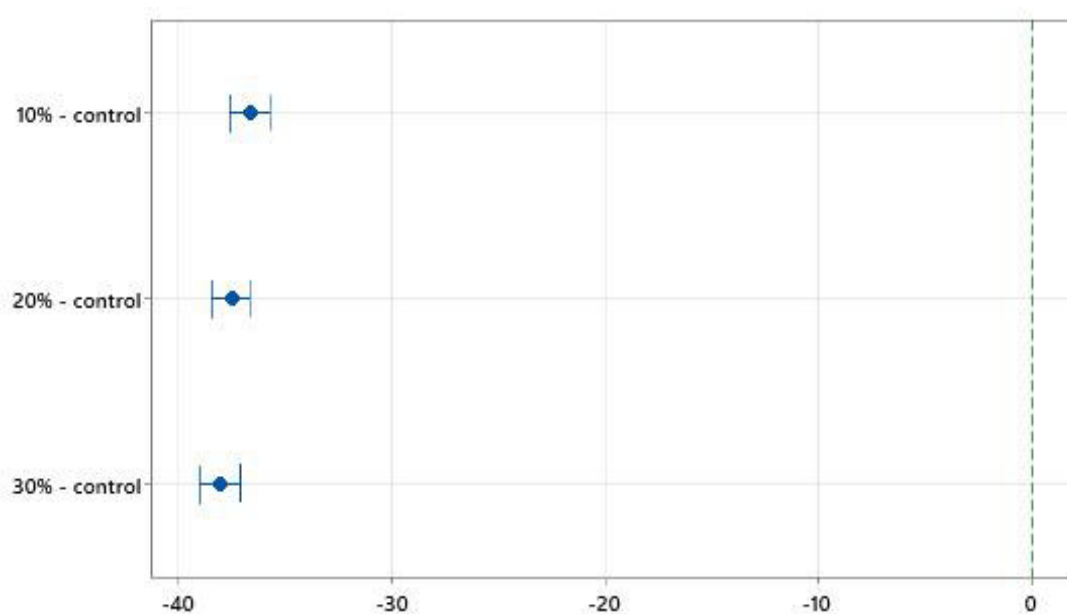
Tabla 20. *Análisis de Varianza*

Fuente	Grados de Libertad (GL)	Suma de cuadrados ajustado (SC Ajust.)	Promedio de suma de cuadrados (MC Ajust.)	Valor F_0	Valor p
Factor	3	2097.27	699.089	10440.00	0.000
Error	4	0.27	0.067		
Total	7	2097.53			

Fuente: Elaborado en Minitab 18.

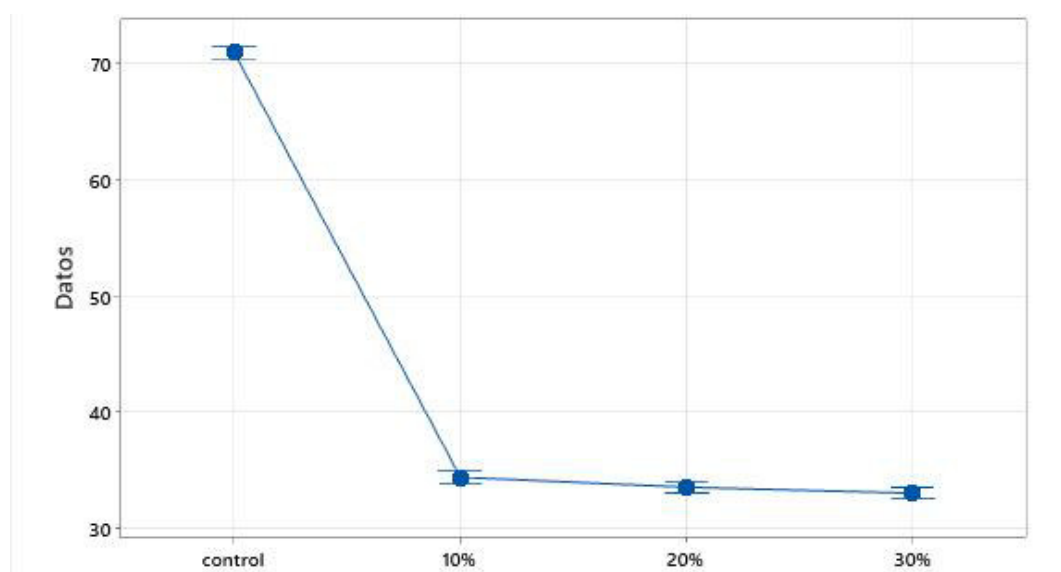
En la Figura 39, se muestra los resultados de la prueba Post-hoc de Dunnett y se observa que todos los ICs no incluyen el cero, esto indica que hay diferencia significativa entre cada tratamiento (10%, 20%, 30%) y el control (aceite lubricante usado), lo que se explica al observar que las viscosidades de los tratamientos son significativamente menores al aceite usado. Mientras que en la Figura 40 se observa que al parecer entre los tratamientos (10%, 20% y 30%) no hay diferencia significativa respecto a su viscosidad a 40°C.

Figura 39. Prueba Post-hoc de Dunnett



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

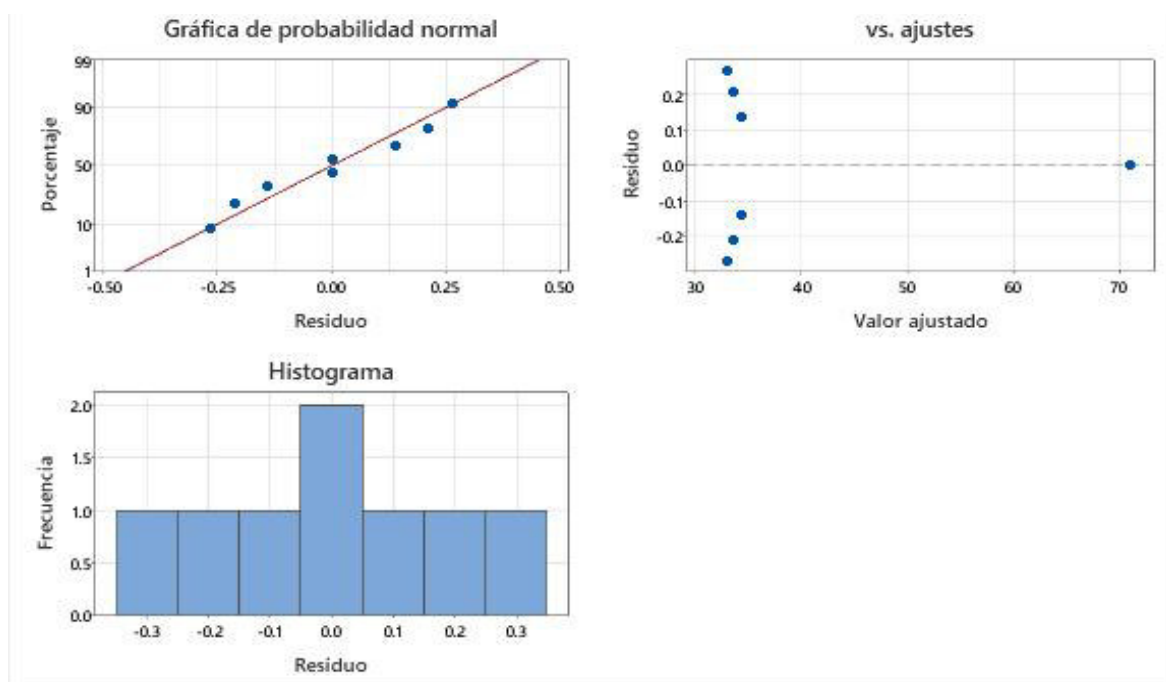
Figura 40. Gráfica de intervalos de control y tratamientos



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

En la Figura 41 se muestra las gráficas de residuos para control y tratamientos (10%, 20%, 30%) y se observa que los residuos se ajustan a la línea de tendencia de Normalidad. Además, el gráfico de valor ajustado indica que hay cierta variabilidad para los resultados que se trabajan con diferentes dosis, en especial con las dosis de 20% y 30%, las que se respaldan con las desviaciones estándar de 0.297 y 0.375 respectivamente.

Figura 41. Gráficas de residuos para control y tratamientos (10%,20%,30%)



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

b) Análisis de varianza (ANOVA) un solo factor sin control

Se utilizó un análisis ANOVA de un solo factor, para determinar si existen diferencias significativas entre las tres dosis de bentonita, evaluado mediante la viscosidad a 40°C. En la Tabla 21, se muestran los resultados del ANOVA y se observa que el Valor de P es menor al valor de significancia $\alpha = 0.05$. Por lo cual se rechaza la hipótesis nula H_0 . Esto indica que hay evidencia suficiente para afirmar que existen diferencias significativas en la viscosidad a 40°C entre los diferentes niveles de bentonita.

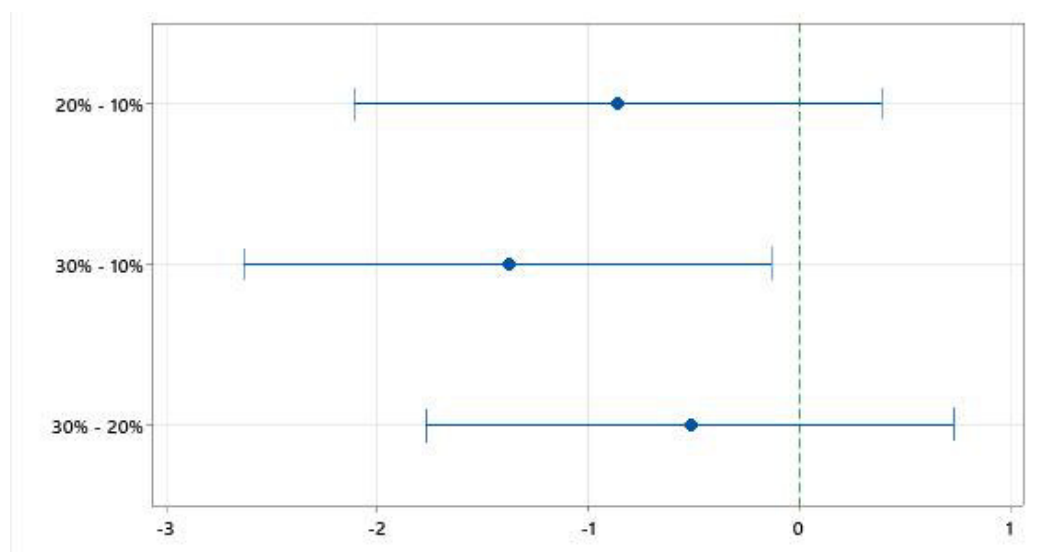
Tabla 21. Análisis de Varianza

Fuente	Grados de Libertad (GL)	Suma de cuadrados ajustado (SC Ajust.)	Promedio de suma de cuadrados (MC Ajust.)	Valor F_0	Valor p
Factor	2	1.9303	0.96515	10.81	0.043
Error	3	0.2679	0.08928		
Total	5	2.1982			

Fuente: Elaborado en Minitab 18.

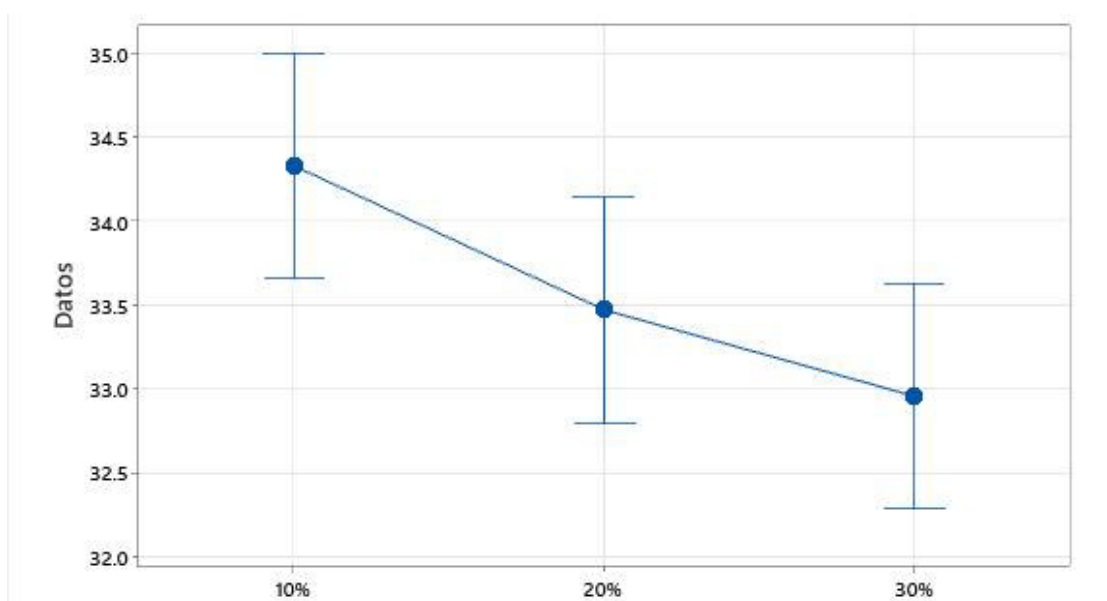
En la Figura 42, se muestra los resultados de la prueba Post-hoc Tukey y se observa que las líneas horizontales correspondientes a los grupos (20% vs 10% y 30% vs 20%) se interceptan con el valor de 0, lo que indica que no hay diferencia significativa entre los tratamientos. Sin embargo, para el tratamiento al 30% respecto al de 10%, la línea no cruza el valor de 0, lo que indica que si existe diferencia significativa en la viscosidad a 40°C. En la Figura 43, se muestra que el tratamiento al 30% tiene una viscosidad significativamente diferente (menor) en comparación con el tratamiento al 10%.

Figura 42. ICs simultáneos de 95% de Tukey



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

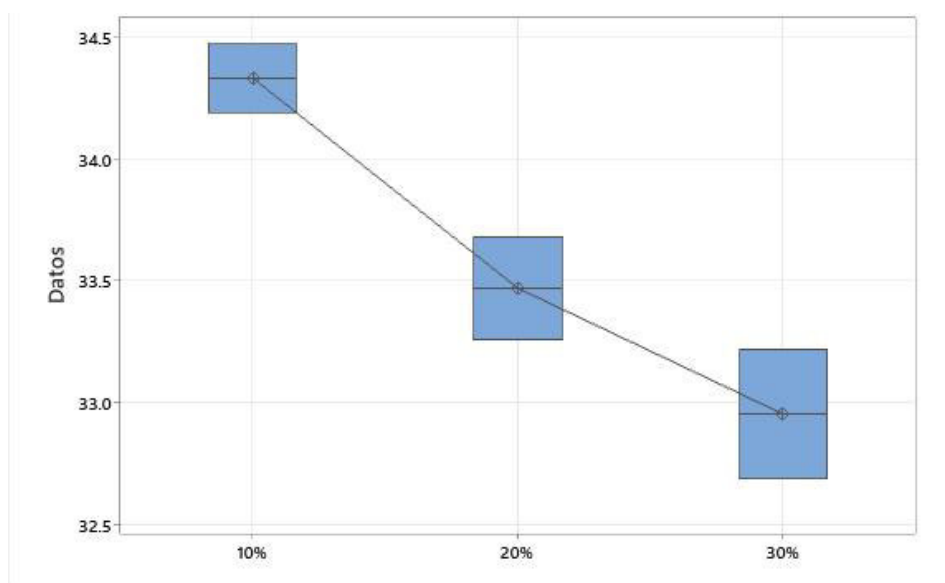
Figura 43. Gráfico de intervalos de 10%, 20% y 30%



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

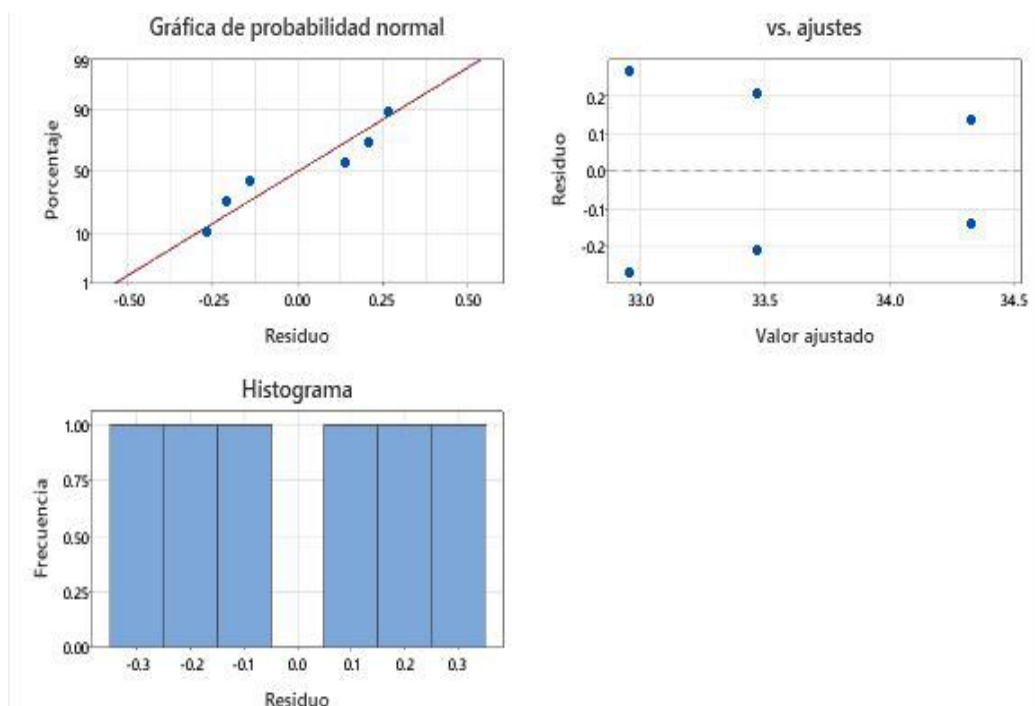
De la Figura 44 y 45, se pueden identificar dos familias de tratamientos: de 20% y 30% y 10% y 20%. Estos hallazgos sugieren que hay evidencia, aunque no concluyente, de que, al incrementar la dosis de bentonita activada, se obtienen mejores resultados en términos de menor viscosidad cuando la dosis supera el 20%.

Figura 44. Gráfico de caja de 10%,20% y 30% de bentonita



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

Figura 45. Gráficos de residuos para 10%,20% y 30%.



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

5.3. Rendimiento del proceso de regeneración

En la Tabla 22, se presentan los resultados obtenidos para el porcentaje de recuperación del aceite tratado tras el tratamiento con diferentes dosis de arcilla bentonita activada con ácido oxálico (10%, 20% y 30%). Se muestra que el promedio del porcentaje de recuperación es de 65.74%, este resultado indica que aumentó ligeramente el porcentaje de recuperación comparado con los estudios reportados empleando ácido sulfúrico de 63%. Hsu & Liu (2011) y Jafari & Hassanpour (2015) establecen que el método de arcilla activada con ácido sulfúrico posee una baja tasa de recuperación de aceite lubricante del 63% y que su calidad es mala Sánchez-Alvarracín et al. (2021) mencionan que el método de arcilla activada tradicional presenta una tasa de recuperación de aceite de 63%. Esto puede explicarse como que el ácido oxálico genera una mayor capacidad de adsorción en la arcilla bentonita para eliminar contaminantes presentes en el aceite usado y recuperar mayor cantidad de aceite limpio. Esto se sostiene con el estudio de Tsakiri et al. (2022), donde se menciona que el ácido oxálico incrementa significativamente tanto el área superficial de la bentonita (de 28.11 m²/g a 169.13 m²/g) como el volumen de los poros (de 0.046 cm³/g a 0.232 cm³/g).

Tabla 22. *Resultados de rendimiento de regeneración del aceite lubricante usado*

Nº de experimento	Aceite inicial (ml)	Peso de bentonita (g)	Dosis de bentonita (% p/v)	Aceite recuperado (ml)	% de recuperación
1	11	1.1057	10%	7	63.64
2	11	1.1048	10%	7.2	65.45
3	11	2.2004	20%	6.8	61.82
4	11	2.2005	20%	7.5	68.18
5	15	4.5034	30%	10.5	70.00
6	15	4.5025	30%	9.8	65.33
promedio					65.74

Fuente: Elaboración propia.

5.3.1. Análisis estadístico del aceite recuperado

El análisis de varianza (ANOVA) se realizó para evaluar el efecto del porcentaje de la bentonita (10%, 20%, 30%) en el porcentaje de recuperación del aceite tratado. Se utilizó

un análisis ANOVA de un solo factor para determinar si existen diferencias significativas entre los porcentajes de recuperación del aceite tratado. Se consideró 3 niveles de bentonita cuyos valores son: 10%, 20% y 30%.

En la Tabla 23, se muestran los resultados del ANOVA y se observa que el Valor de P es mayor al valor de significancia $\alpha = 0.05$. Por lo cual no se rechaza la hipótesis nula H_0 . Esto indica que no hay evidencia suficiente para afirmar que existen diferencias significativas en el porcentaje de recuperación del aceite entre los diferentes niveles de bentonita.

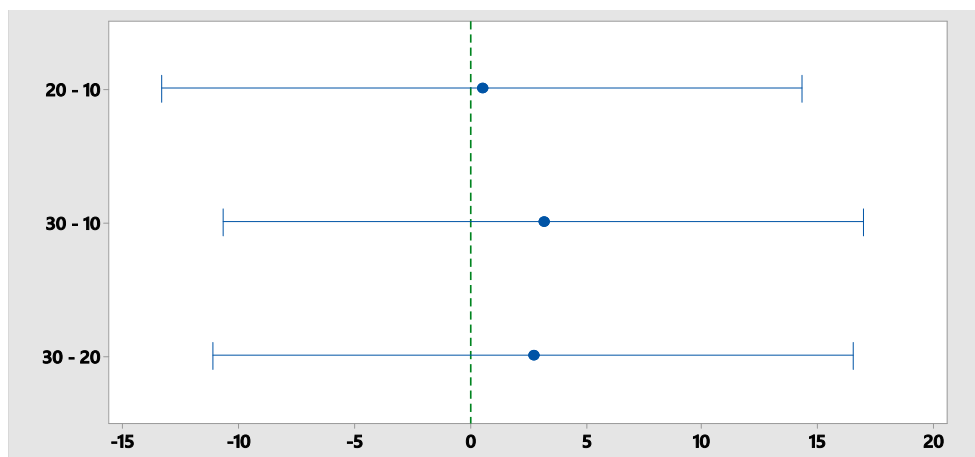
Tabla 23. *Análisis de Varianza*

Fuente	Grados de Libertad (GL)	Suma de cuadrados ajustado (SC Ajust.)	Promedio de suma de cuadrados (MC Ajust.)	Valor F_0	Valor p
Factor	2	11.37	5.687	0.52	0.640
Error	3	32.79	10.930		
Total	5	44.16			

Fuente: Elaborado en Minitab 18.

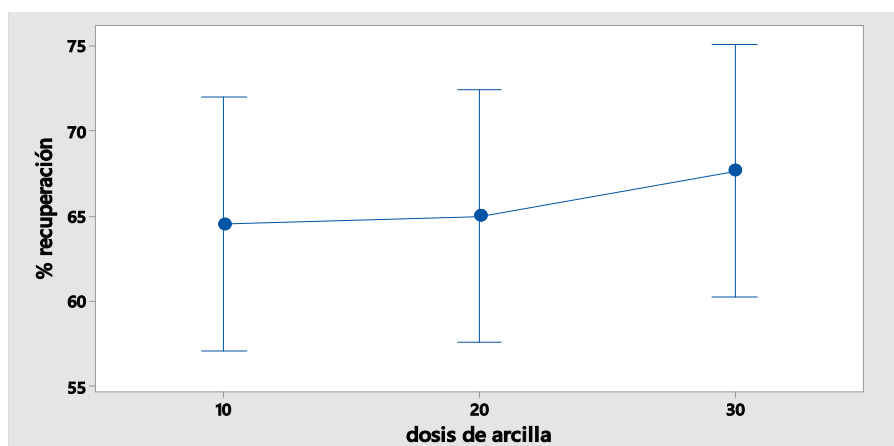
En la Figura 46, se muestra los resultados de la prueba Post-hoc Tukey, se observa que todas las líneas horizontales, correspondientes a los grupos (20% vs 10%, 30% vs 10%, y 30% vs 20%), se interceptan con la línea vertical verde en 0, lo que significa que no hay diferencia significativa entre los porcentajes de recuperación al usar diferentes dosis de arcilla. Esto es consistente con el resultado del ANOVA que no rechazó la hipótesis nula.

Figura 46. *ICs simultáneos de 95% del análisis Tukey*



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

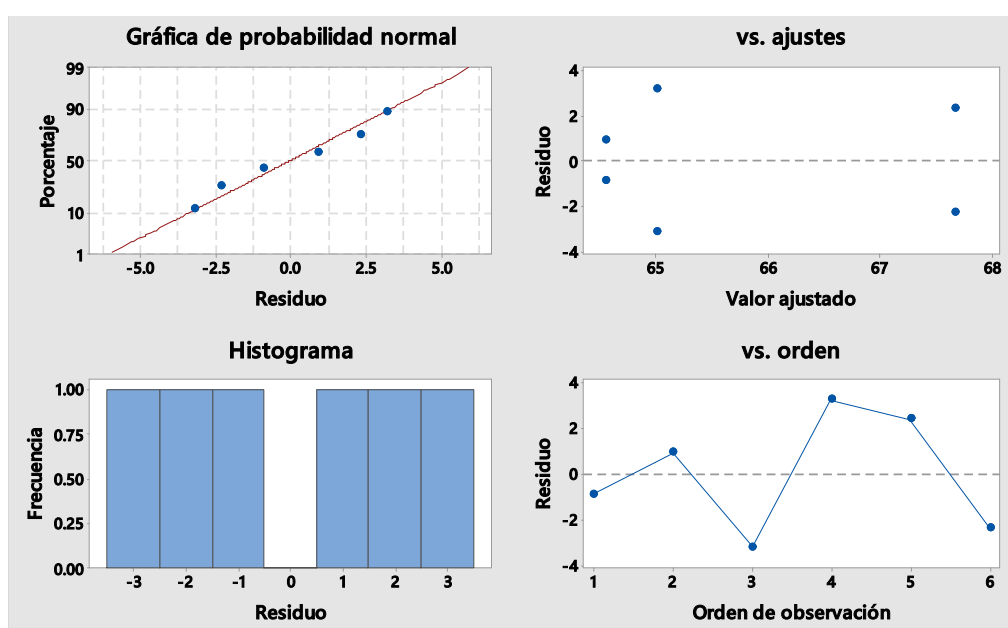
Figura 47. Gráfica de intervalos de % de recuperación vs dosis de arcilla bentonita



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

En la Figura 47, se observa que los tres tratamientos son prácticamente iguales y que no hay diferencia significativa. En la Figura 48, los residuos se ajustan bastante bien a la línea de tendencia de Normalidad. Además, en el gráfico de ajustes muestra una gran variabilidad en los resultados al emplear una dosis de 20 y 30%; las que se refleja en las desviaciones estándar de los tratamientos con estas dosis: 1,29 para la dosis de 10%, 4.50 y 3.30 para las dosis de 20 y 30%, respectivamente. Por otro lado, el gráfico de orden de observación revela que, debido a la naturaleza aleatoria de la tendencia de los puntos graficados, no existe autocorrelación; es decir, existe independencia entre los tratamientos realizados.

Figura 48. Gráfica de intervalos de % de recuperación vs dosis de arcilla bentonita



Fuente: Elaborado en Minitab 18.

6. CONCLUSIONES

Sobre la arcilla. -

Del análisis FTIR se evidencia los cambios significativos en la composición química superficial de la bentonita al ser activada con ácido oxálico.

Se eliminaron los grupos hidroxilos de aluminio (Al) y hierro (Fe), que formaban parte de la disposición octaédrica de la arcilla aumentando su capacidad de adsorción para regenerar el aceite usado.

Además, la activación creó más enlaces SiO que aumenta la capacidad de adsorción de la arcilla para regenerar el aceite.

A pesar de esos cambios, la mayoría de las bandas no cambiaron después de la activación lo que implica que la estructura original se conservó y no se destruyó.

Estas evidencias demuestran que la activación con ácido oxálico mejora la capacidad de adsorción de la arcilla bentonita sin modificar su estructura básica.

Sobre el aceite. -

Las dosis de bentonita activada más adecuadas para el tratamiento fueron de 20-30%; como se sostiene con las herramientas estadísticas.

Se redujo las viscosidades, a 100°C y 40°C, del aceite regenerado en 63% y 54% respectivamente, mejorando así su calidad.

El aceite regenerado presentó un color amarillo claro (1.0 en la escala ASTM 1500-12), en comparación con el color negro del aceite usado (8.0 en la escala).

Los análisis fisicoquímicos adicionales: contenido de humedad, índice de viscosidad, el índice de acidez total y los metales de desgaste (Tabla 16-17), confirmaron una reducción de contaminantes en las muestras de aceite después del tratamiento.

Específicamente, se obtuvo una reducción del 97% en cromo (Cr), 85% en aluminio (Al), 99% en níquel (Ni), 92% en plata (Ag) y 99% en magnesio (Mg). También el porcentaje de recuperación del aceite regenerado fue del 65% del aceite usado, lo que demuestra que incrementó su capacidad de recuperación al emplear el ácido oxálico en el proceso de regeneración.

Se demuestra que la aplicación de la arcilla bentonita, activada con ácido oxálico, en la regeneración de aceites lubricantes usados produce un aceite con propiedades fisicoquímicas muy mejoradas; especialmente cuando se trabaja con dosis mayores a 20%, lo cual es sostenido por los métodos estadísticos.

7. RECOMENDACIONES

Se recomienda realizar estudios adicionales para la arcilla bentonita utilizando técnicas como Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). La DRX permitirá identificar posibles cambios en la estructura cristalina de la bentonita, mientras que el SEM proporcionará información sobre las alteraciones en la morfología de la superficie. Estas técnicas ayudarán a entender mejor cómo la activación con ácido oxálico afecta las propiedades físicas y estructurales del material.

Se sugiere realizar investigaciones adicionales con dosis de bentonita activada con ácido oxálico superiores al 20%, para evaluar su impacto en la regeneración del aceite.

Finalmente se recomienda evaluar diferentes condiciones de activación de la bentonita con el ácido oxálico, con la finalidad de mejorar la capacidad de regeneración del aceite y lograr un porcentaje de recuperación superior al 65%.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Aguilar, J. (2019). Estudio de la modificación de arcilla bentonita mediante activación ácida para la purificación de aceites lubricantes de automotor usados [tesis de Título, Escuela Politécnica Nacional].
- Aguilar, J., Almeida-Naranjo, C., Aldás, M. B., & Guerrero, V. H. (2020). Acid activation of bentonite clay for recycled automotive oil purification. In E3S web of conferences, 191(03002), 1-6. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202019103002>.
- Akhtar, K., Khan, S. A., Khan, S. B., & Asiri, A. M. (2018). Scanning electron microscopy: Principle and applications in nanomaterials characterization. Springer International Publishing, 113-145.
- Amari, A., Gannouni, H., Khan, M. I., Almesfer, M. K., Elkhaleefa, A. M., & Gannouni, A. (2018). Effect of structure and chemical activation on the adsorption properties of green clay minerals for the removal of cationic dye. Applied Sciences, 8(11), 1-18. <https://doi.org/10.3390/app8112302>
- Anisuzzaman, S. M., Jumaidi, M. H., & Nasir, N. N. M. (2021). Used lubricating oil recovery process and treatment methods: A review. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 1195(1), 012031-012042. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1195/1/012031>.
- ASTM D1500-12 (2017) Standard Test Method for ASTM Color of Petroleum Products (ASTM Color Scale), ASTM International, página 2. <https://doi.org/10.1520/D1500-12R17>
- ASTM D2270-10(2016) Standard Practice for Calculating Viscosity Index from Kinematic Viscosity at 40°C and 100°C, ASTM International, 1-3. <https://doi.org/10.1520/D2270-10R16>.
- ASTM D5185-18 (2018) Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES), ASTM International, 5-6. <https://doi.org/10.1520/D5185-18>.
- ASTM D6304-20 (2021) Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration, ASTM International, página 2. <https://doi.org/10.1520/D6304-20>

- ASTM D664-18 (2024) Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration Significance and Use. ASTM International, 1-3. <https://doi.org/10.1520/D0664-18E02>
- ASTM D7279-20 (2020) Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids by Automated Houillon Viscometer, ASTM International, página 4. <https://doi.org/10.1520/D7279-20>
- Baltuille Martín, J. M. (2002). Inventario nacional de arcillas especiales: Palygorskita/Attapulgita, Sepiolita, Bentonita. España: Instituto Geológico y Minero de España. 37-38
- Bergaya, F., Theng B., Lagaly. G (2006) Handbook of Clay Science. Elsevier Science, página 266.
- Cabrera-Ordoñez, J. & Carrera-Tenorio, J. C. (2017). Análisis de la degradación del aceite de motor en taxis de la ciudad de Cuenca, por dilución de combustible, sus causas y soluciones [tesis de titulación, Universidad del Azuay] <http://dspace.uazuay.edu.ec/handle/datos/6948>
- Caines, A. J., Haycock, R. F., Hillier, J. E. (2004). Automotive Lubricants Reference Book: Professional Engineering Publishing, páginas 172-178.
- Calvo Pérez, B., Maya Sanchez, M. (2000). Rocas y minerales industriales de Iberoamérica. España: Instituto Tecnológico Geominero de España, 75-76
- Castrol (2024) Product Data Sheets of Castrol GTX Full Synthectic 5W30 (PDS). <https://msdspds.castrol.com/>
- Chukwu, U. J., Okoye, I. P., & Awosu, E. I. (2021). Impact of acid activated Bentonites on foster swelling capacity and sorption dynamics of hydrocarbons, phenol and water. *Scientia Africana*, 20(1), 101-108. <https://doi.org/10.4314/sa.v20i1.9>.
- Collins, M., Schiebel, K., Dyke, P. (2017). Life cycle assessment of used oil management. Environmental Resources Management Limited and American Petroleum Institute, pp 9-10. DOI:10.13140/rg.2.2.18217.90729
- Dragne, M., Pop, E., Covaliu, C. I., Matei, E., Pișă, I. (2019). Experiments in use of bentonite for energy recovery of used oils. In *E3S Web of Conferences*, 112 (04009), 1-6. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/201911204009>.

- Chirre-Flores, J. H. C. (2021). Determinación de las condiciones de operación para la recuperación de bentonita contaminada con aceite lubricante usado, utilizando el consorcio bacteriano Oil Eating Microbes (Rhodococcus, Pseudomonas y Bacillus). Tesis de Maestría, Universidad Nacional Mayor de San Marcos.
- Gálvez Rodríguez, A. I., & Paucar Zhagüi, D. J. (2020). Análisis de la influencia del sobrecalentamiento del motor de combustión interna en la degradación del aceite lubricante [tesis de titulación, Universidad Politécnica Salesiana UPS]. <https://dspace.ups.edu.ec/handle/123456789/18762>
- García San Cristobal, A. I. (2014). Capacidad y comportamiento de la adsorción de fenol en caolines naturales y modificados. [Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Madrid] .<https://doi.org/10.20868/UPM.thesis.35534>.
- Ghaedi M. (2021). Adsorption: Fundamental Processes and Applications, Elsevier Ltd, páginas 107-108.
- Grim, R. E., Guven, N. (2011). Bentonites: Geology, Mineralogy, Properties and Uses. Países Bajos: Elsevier Science. página 19
- Haluška, M., & Marko, M. (2023). Tribotechnical diagnostics- Motor Oil (MO) Castrol Edge SAE 5W30 characteristics control on Skoda Octavia II, Science & Military Journal, 18(1), 5-12. <https://doi.org/10.52651/sam.a.2023.1.5-12>
- Hasnul Hadi, M. H.; Ker, P. J.; Thiviyathan, V. A.; Tang, S.G. H.; Leong, Y. S.; Lee, H. J.; Hannan, M. A.; Jamaludin, M. Z.; Mahdi, M. A. (2021). The Amber-Colored Liquid: A Review on the Color Standards, Methods of Detection, Issues and Recommendations, Sensors 21(20), página 6. <https://doi.org/10.3390/s21206866>
- Hayati-Ashtiani, M. (2012). Use of FTIR Spectroscopy in the Characterization of Natural and Treated Nanostructured Bentonites (Montmorillonites). Particulate Science and Technology, 30(6), 553–564. doi:10.1080/02726351.2011.615895.
- Hsu & Liu. (2011) Evaluation and selection of regeneration of waste lubricating oil technology. Environmental monitoring and assessment, 176, 197-212. <https://doi.org/10.1007/s10661-010-1576-3>
- Huiman Cruz, A., Coro Guevara, A. L., Torpoco Beltrán, E. E., López La Torre, D., Iberos Jiménez, J. B., Gallegos Blas, K. L. J., Nieto Medina, P. A., Huamán Ramos, R. L.

- (2023). Manejo de residuos sólidos peligrosos durante el derrame de hidrocarburo en Ventanilla. *Rev. Inst. investig. Fac. minas metal cienc. geogr.*, 26(52), 1-12.
- Ijadi Maghsoodi, A., Hafezalkotob, A., Azizi Ari, I., Ijadi Maghsoodi, S., & Hafezalkotob, A. (2018). Selection of waste lubricant oil regenerative technology using entropy-weighted risk-based fuzzy axiomatic design approach. *Informatica*, 29(1), 41-74.
- López Mayo, J. (2014). Estudio de materiales compuestos obtenidos a partir de lodos celulósicos de la industria papelera, cemento y arcilla. [Tesis de título, Pontificia Universidad Católica del Perú]
- Nina Tueros, R. A., & Guerra Infanzón, R. A. (2023). Manejo de residuos sólidos peligrosos durante el derrame de hidrocarburo en Ventanilla. *Revista del Instituto de investigación de la Facultad de Minas, Metalurgia y Ciencias Geográficas*, 26(52), 1-8. <https://doi.org/10.15381/iigeo.v26i52.25609>
- Jafari, A. J., & Hassanpour, M. (2015). Analysis and comparison of used lubricants, regenerative technologies in the world. *Resources, Conservation and Recycling*, 103, 179-191. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2015.07.026>.
- Kanokkantapong, V., Kiatkittipong, W., Panyapinyopol, B., Wongsuchoto, P., & Pavasant, P. (2009). Used lubricating oil management options based on life cycle thinking. *Resources, Conservation and Recycling*, 53(5), 294-299. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2009.01.002>
- Keshavarz, A., Parang, Z., & Nasser, A. (2013). The effect of sulfuric acid, oxalic acid, and their combination on the size and regularity of the porous alumina by anodization. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 3(1), 34. doi:10.1186/2193-8865-3-34.
- Khalili, F. I., Sultan, M., Robl, C., & Al-Ghouti, M. A. (2015). Insights into the remediation characterization of modified bentonite in minimizing organosulphur compounds from diesel fuel. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 28, 282-293.
- Khan, A. (2015). Bleaching of vegetable oil using organic acid activated fuller's earth (Bentonite Clay). *Global Journal of Researches in Engineering:(C) Chemical Engineering*, 15(2), 1-6.
- Khan, A., Kazmi, M. A., Naqvi, S. H. J. & Ashraf, Z. (2015). Surface activation of fuller's earth (bentonite clay) using organic acids. *Sci. Int. (Lahore)*, 27(1), 329-332.

- Korpa, A., Dervishi, S., Gecaj, D., Shahu, K., & Drushku, S. (2021). Investigation of Used Motor Oil Regeneration Efficiency with Acid, Alkali and Combined Activation of Goshica's (Kosovo) Bentonite. *European Journal of Science, Innovation and Technology*, 1(5), 1-16. <https://ejsit-journal.com/index.php/ejsit/article/view/32>
- Lynch, T. R. (2007). *Process Chemistry of Lubricant Base Stocks*. CRC Press, páginas 17-18.
- Lansdown, A. R. (2004). *Lubrication and lubricant selection: a practical guide*. (3° ed) Professional Engineering Publishing, páginas 1.-4.
- Mang, T. & Dresel, W.(2017). *Lubricants and Lubrication*. Alemania: Jhon Wiley & Sons.
- Mekonnen, H. (2014). Recycling of used lubricating oil using acid-clay treatment process. [Tesis de Maestría, Addis Ababa University]. <https://etd.aau.edu.et/items/c45f7d89-9ad5-429a-8990-83445bc7954e>
- Moran Robles, K. D. (2015). Re-refinación de aceites lubricantes usados mediante procesos físico-químicos [tesis de titulación, Escuela Superior Politécnica del Litoral ESPOL. Ecuador] <http://www.dspace.espol.edu.ec/xmlui/handle/123456789/38267>.
- Mortier, R. M., Fox, M. F., & Orszulik, S. T. (2010). *Chemistry and Technology of Lubricants* (3° ed). Springer, páginas 3–4. ISBN: 978-1-4020-8662-5.
- Navarro Nuñez, W. (2014). Estado situacional del manejo del aceite lubricante usado en la ciudad de Ayacucho y propuesta de disposición final. [tesis de Maestría, Universidad de Piura].
- NIIR Board of Consultants & Engineers (2018) *Lubricating Oils, Greases and Petroleum Products Manufacturing Handbook*. NIIR Project Consultancy Services (NPCS), páginas 19-20. ISBN:9789381039892
- Norma Técnica Peruana NTP 900.050:2022. “Gestión de residuos-Manejo de aceites usados” aprobada en la en la Resolución Directoral 009-2022-INACAL/DN
- Nowak, P., Kucharska, K., & Kamiński, M. (2019). Ecological and health effects of lubricant oils emitted into the environment. *International journal of environmental research and public health*, 16(16), 3002-3013. <https://doi.org/10.3390/ijerph16163002>

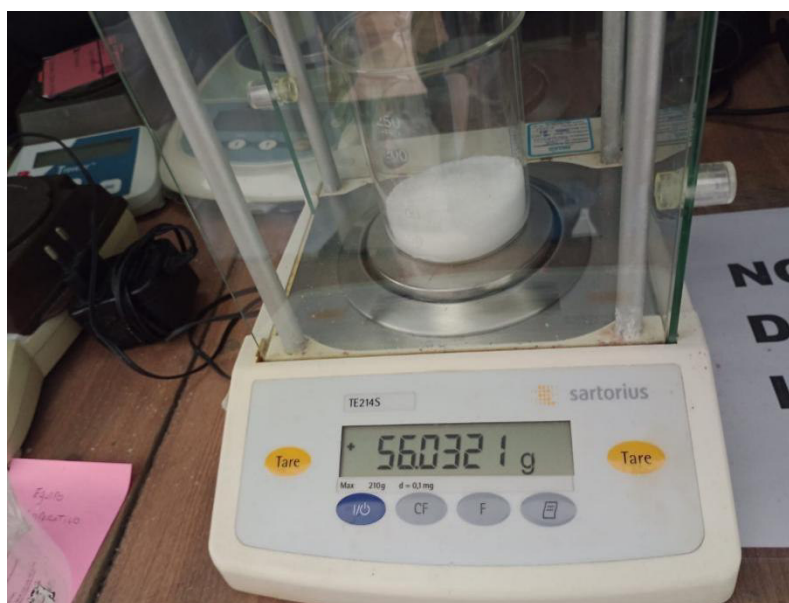
- Oduola, M. K., & Okwonna, O. O. (2016). Kinetic Modelling of the Adsorption Treatment of Waste Lubricating Oil using Activated Ukpor Clay (Bentonite). *International Journal of Engineering Research & Science (IJOER)*, 2(5), 113-123.
- Parekh, K., Radadiya, R., Gaur, R., Shahabuddin, S., & Ahmad, I. (2023). A cost-effective approach for decontamination of used lubricant oil: enhanced recovery of base oil using different adsorbents. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 20(11), 12323-12342. <https://doi.org/10.1007/s13762-022-04676-w>.
- Pawlak, Z. (2003) *Tribochemistry of Lubricating Oils*. Elsevier, páginas 1-12. ISBN:9780080543260
- Romero P. & Otiniano, M. (2010) Propuesta para implementar el secado por atomización en el proceso de activación de la bentonita con ácido sulfúrico, *Revista Peruana De Química E Ingeniería Química*, 13(2), 78-88.
- Sánchez-Alvarracín, C., Criollo-Bravo, J., Albuja-Arias, D., García-Ávila, F., & Pelaez-Samaniego, M. R. (2021). Characterization of used lubricant oil in a Latin-American medium-size city and analysis of options for its regeneration. *Recycling*, 6(1), 1-14. <https://doi.org/10.3390/recycling6010010>
- Sarkar, S., Datta, D., & Das, B. (2022). Advance recovery approach for efficient recovery of waste lubricating oil by different material formulations. *Materials Today: Proceedings*, 49, 1891-1898. DOI: 10.1016/j.matpr.2021.08.078.
- Schneider, M. (2006) Plant-oil-based lubricants and hydraulic fluids. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 86(12), 1769-1780. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2559>
- Shabanzade, H., Salem, A. & Salem, S. (2019) Efficient removal of contaminants from waste lubricant oil by nano-porous bentonite produced via microwave-assisted rapid activation: process identifications and optimization. *Environmental Science and Pollution Research*, 26, 23257–23267. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-05625-w>.
- Silva, M., Linares, T., Vicuña, E., & Garrido, A. (2016) Estudio de la remoción del colorante rojo 80 por adsorción con arcillas naturales activadas químicamente. *Revista Peruana de Química e Ingeniería Química*, 19(1), 19-22.
- Speight, J., Exall, D. I. (2014). *Refining Used Lubricating Oils*. Taylor & Francis. Página 17.

- Syahir, A., Zulkifli, N., Masjuki, H., Kalam, M., Alabdulkarem, A., Gulzar, M., Khuong, L., & Harith, M. H. (2017) A review on bio-based lubricants and their applications. *Journal of cleaner production*, 168, 997-1016. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.09.106>
- Taxiarchou, M., & Douni, I. (2014). The effect of oxalic acid activation on the bleaching properties of a bentonite from Milos Island, Greece. *Clay Minerals*, 49(4), 541-549. <https://doi.org/10.1180/claymin.2014.049.4.0>.
- Teneqja, V., & Drushku, S. (2015). Activation of Kosovo Bentonite with Sulphuric Acid for Recycling of Used Motor Oils. *Journal of International Environmental Application and Science*, 10(4), 408-413.
- Torbacke, M., Kassman Rudolphi, A., Kassfeldt, E. (2014). *Lubricants: Introduction to Properties and Performance*. Wiley - página 14. ISBN:9781118799741
- Tormos Martínez, B. (2005). *Diagnóstico de motores diesel mediante el análisis del aceite usado*. Reverté.
- Tsakiri, D., Douni, I., & Taxiarchou, M. (2022). Structural and surface modification of oxalic-acid-activated bentonites in various acid concentrations for bleaching earth synthesis—A comparative study. *Minerals*, 12(6), 764. 1-16. <https://doi.org/10.3390/min12060764>
- Wei, L., Duan, H., Jin, Y., Jia, D., Cheng, B., Liu, J., & Li, J. (2021). Motor oil degradation during urban cycle road tests. *Friction* 9(5), 1002 - 1011. <https://doi.org/10.1007/s40544-020-0386-z>.
- Widman International SRL. (2023). Interpretando el Reporte de análisis de aceite. *Boletín* 46. 1-8. https://widman.biz/boletines_informativos/46.pdf
- Widman International SRL. (2024). Desarrollo y vigencia de las clasificaciones API [Gráfico adaptado]. En *La certificación y fiscalización de los aceites para motores*. <https://www.widman.biz/Seleccion/certificacion.php>.
- Whitby, R. D. (2021). *Lubricant Analysis and Condition Monitoring*. CRC Press-Taylor & Francis Group. ISBN:9781000520262

9. ANEXOS

ANEXO A: PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN DE ÁCIDO OXÁLICO 1M

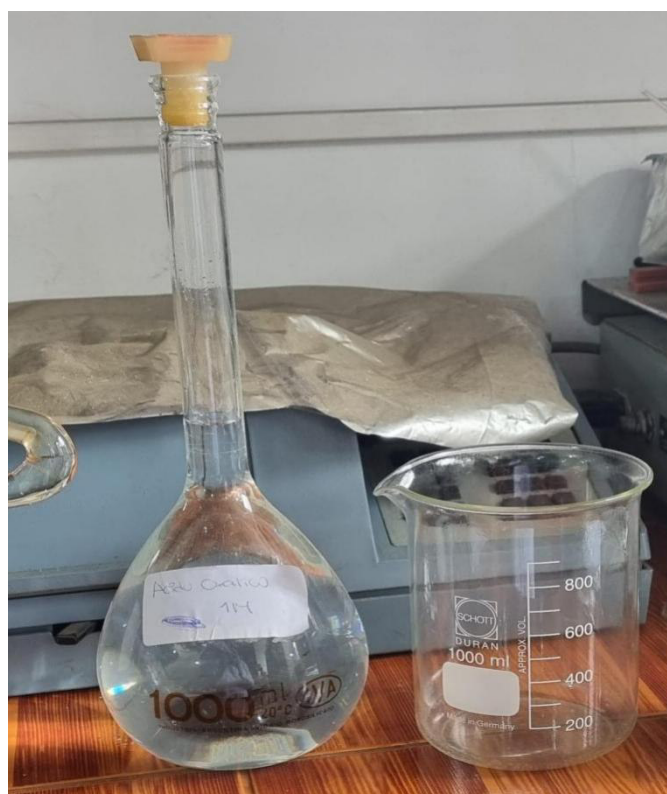
Paso 1: Se pesó 126.0321 g de ácido oxálico dihidratado



Paso 2: se trasvasó a un matraz aforado de 1000 ml.

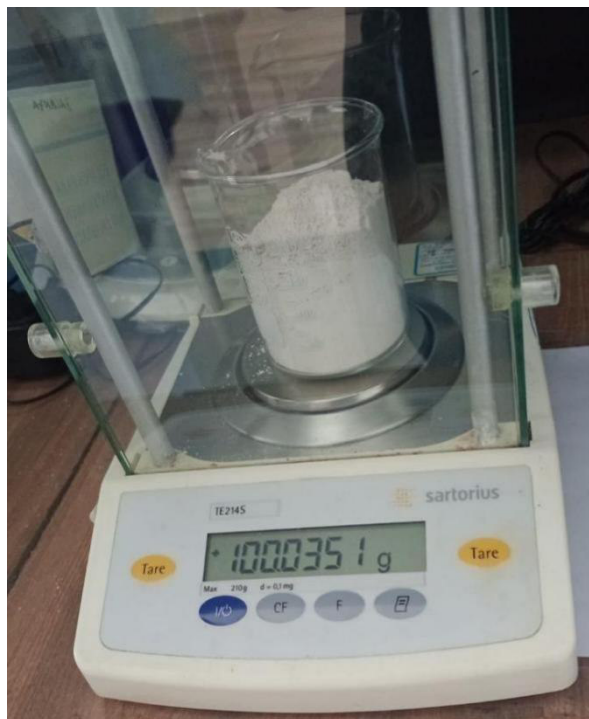


Paso 3: Se aforó y se homogeneizó.

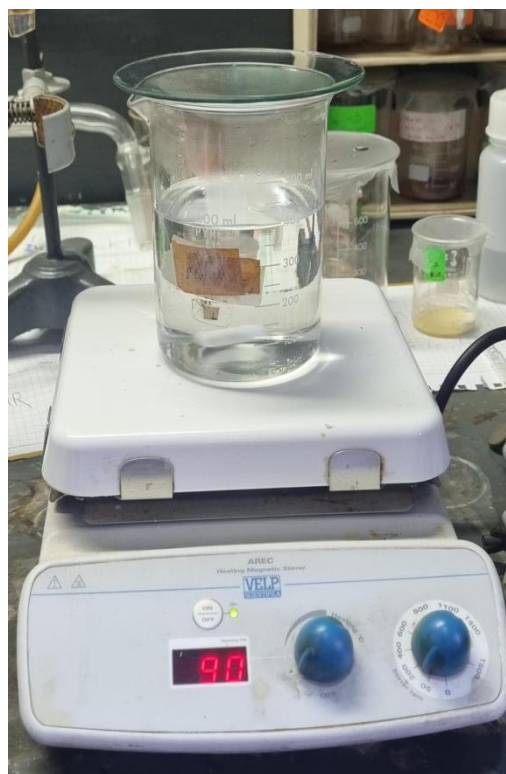


ANEXO B: ACTIVACIÓN DE LA ARCILLA BENTONITA

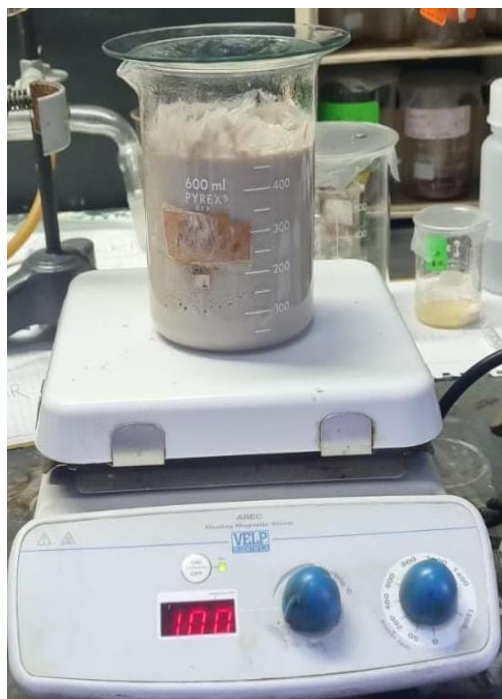
Paso 1: Se pesó 200.6978 g de arcilla bentonita natural (previamente lavada y secada).



Paso 2: 800ml de solución de ácido oxálico 1M se calienta a 100°C durante 30 min



Paso 3: mezcla con agitación constante a 100°C durante 6 horas de tiempo de activación



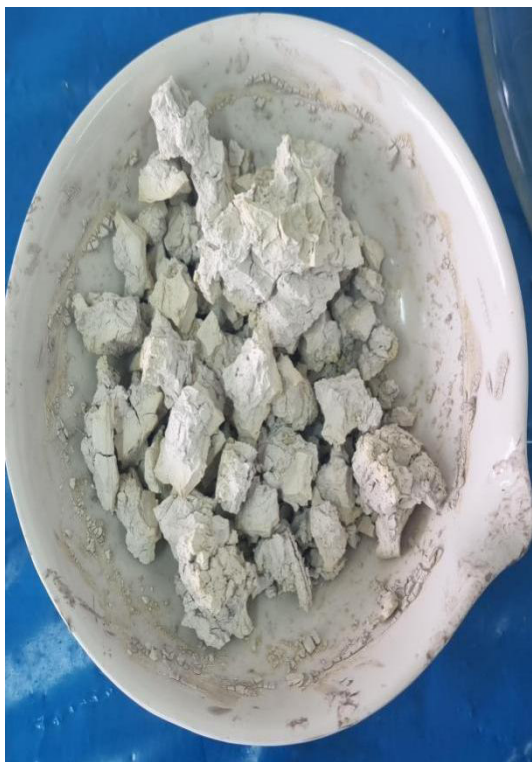
Paso 4: Filtrado al vacío



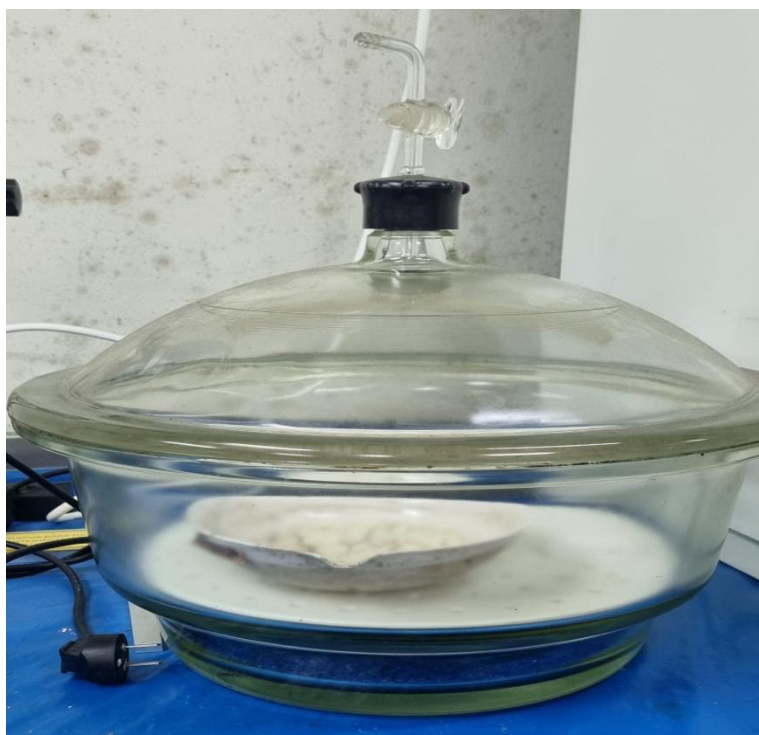
Paso 5: Se colocó en una estufa a una temperatura de 42°C por 12 horas



Paso 6: Se secó en una mufla una temperatura de 200°C por 4 horas.



Paso 7: Se colocó en un desecador, posterior triturado.



ANEXO C: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA ANALISIS FTIR-ATR



ANEXO D: PRETRATAMIENTO DEL ACEITE LUBRICANTE

Paso 1: Se dejó en reposo la muestra de aceite usado y se decantó.



Paso 2: Se centrifugó la muestra de aceite usado a 1000 rpm durante 10 minutos.



Paso 3: Se realizó destilación simple a una temperatura de 200°C durante aproximadamente 2 horas.

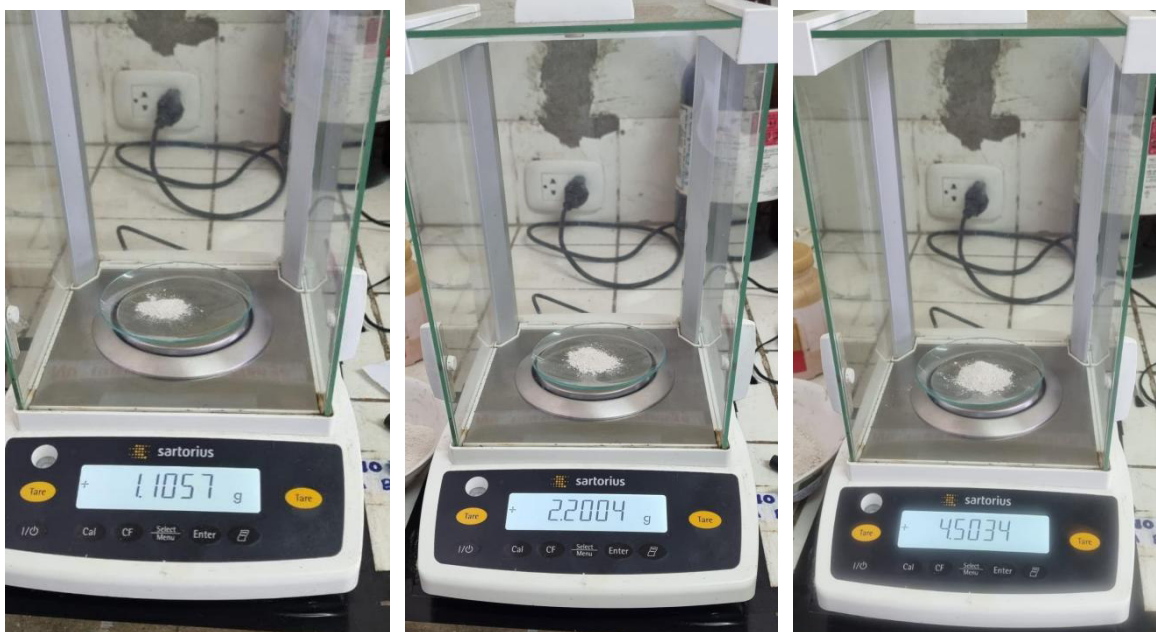


ANEXO E: REGENERACIÓN DEL ACEITE LUBRICANTE USADO

Paso 1: Se tomó 11 ml de aceite usado y se calentó a 110°C con agitación constante



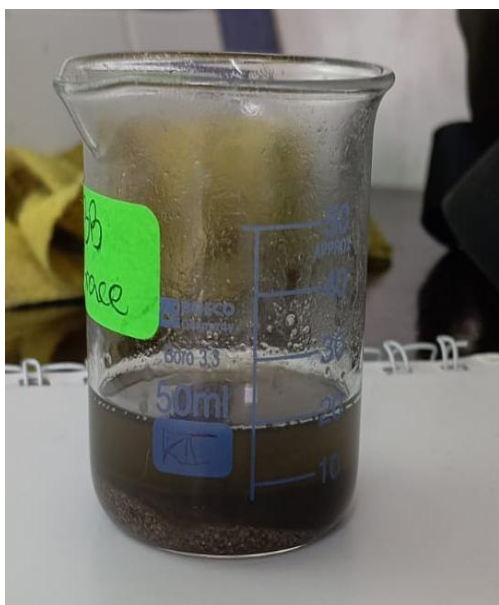
Paso 2: Se pesó una dosis del 10%, 20% y 30% de arcilla bentonita activada respecto al volumen del aceite.



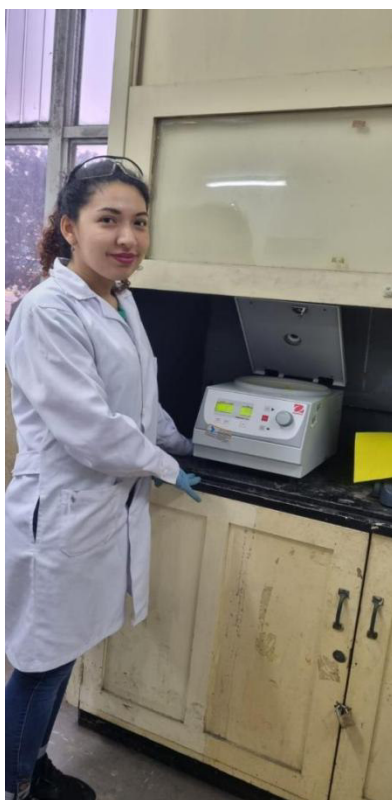
Paso 3: Se añadió la arcilla al aceite lubricante usado y se agitó durante 45 minutos a 110°C a 200rpm



Paso 4: Se decantaron las muestras.



Paso 5: se centrifugaron las muestras a 1000 rpm durante 10 minutos



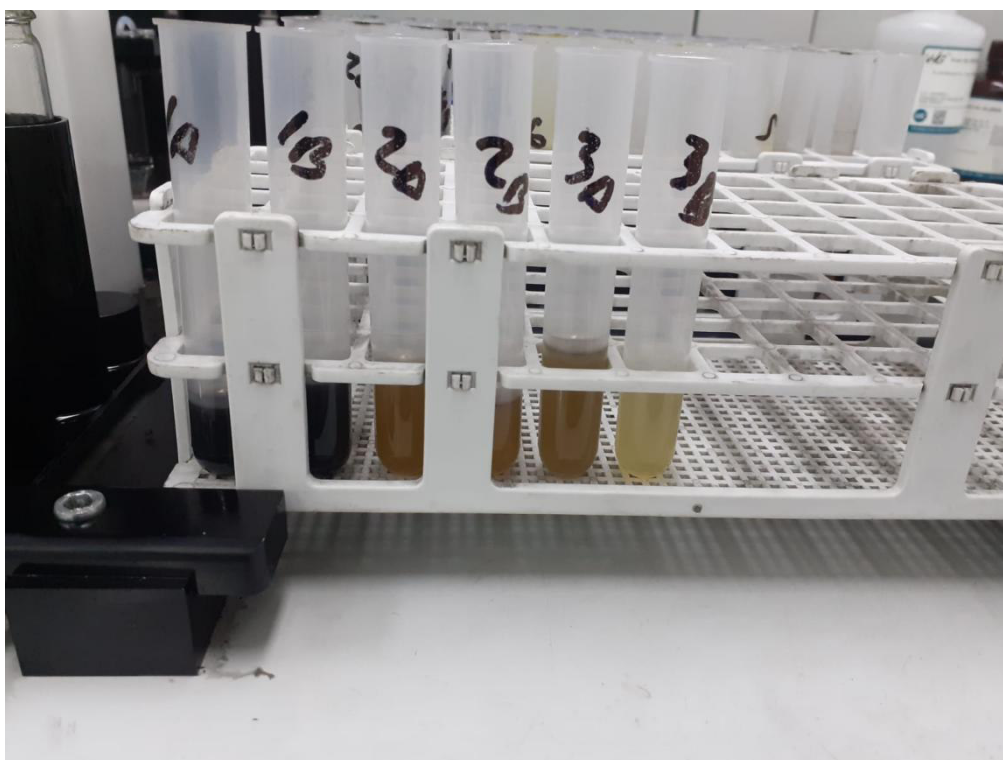
Paso 6: se midieron los volúmenes de aceite lubricante recuperado utilizando probetas.



ANEXO F: EQUIPO VISCOSÍMETRO HOUILLON



ANEXO G: EQUIPO ESPECTRÓMETRO ICP-AES, SPECTRO ARCOS



ANEXO H: CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

ACTIVIDADES /SEMANAS	Abril				Mayo				Junio				Julio				Ago sto	
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2
Revisión bibliográfica																		
Elaboración de plan de tesis																		
Selección del proceso de activación y regeneración según revisión documental																		
Diseño del experimento.																		
Pruebas de laboratorio para la activación de arcilla bentonita con ácido oxálico y caracterización																		
Pruebas de laboratorio para la regeneración de aceite usado y caracterización.																		
Determinación de la capacidad de regeneración de los aceites																		
Análisis de resultados																		
Conclusiones y recomendaciones																		
Redacción del informe final																		
Presentación del informe																		
Sustentación de tesis																		

ANEXO I: PRESUPUESTO

Actividades	Costos
1 Análisis FTIR para bentonita natural	S/.100
1 Análisis FTIR para bentonita activada	S/.100
1 Análisis FTIR para el aceite lubricante usado	S/.100
6 Análisis FTIR para los aceite lubricante regenerado	S/.600
Análisis fisicoquímicos del aceite lubricante usado y regenerado	S/1000
1kg de arcilla bentonita	S/30
130 g de ácido oxálico	S/60
1 caja de papel filtro Whatman	S/50
Botellas y envases	S/.30
Guantes y lentes de seguridad	S/ 30
Movilidad	S/ 200
TOTAL	S/ 2300