



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ

REFINERÍA ING. ANTONIO DOVALÍ JAIME
UNIDAD DE GESTIÓN DE LA PRODUCCIÓN
SUPERINTENDENCIA DE QUÍMICA

INFORME TÉCNICO DE RESIDENCIA PROFESIONAL

**“ANÁLISIS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE
HIDROCARBUROS FINALES DE LA REFINERÍA ING. ANTONIO
DOVALÍ JAIME EN LABORATORIO”**

PRESENTADO POR:

LUIS ENRIQUE CHACÓN ARCE

ASESOR INTERNO:

ING. ROBERTO DAVID VAZQUEZ SOLÍS

INDICE

INTRODUCCIÓN	4
JUSTIFICACIÓN	6
OBJETIVOS.....	6
Objetivo general	6
Objetivos específicos.....	6
PROBLEMA A RESOLVER.....	6
1. QUÍMICA DEL PETRÓLEO	7
1.1 Origen geológico del petróleo.....	7
1.2 Química y propiedades del petróleo	8
1.3 Naturaleza del Petróleo Crudo	9
1.4 Tipos y características del petróleo	10
1.5 Contaminantes del petróleo y efectos en los procesos.....	11
2. SUPERINTENDENCIA DE QUÍMICA	16
3. ENTIDAD DE ACREDITACIÓN PARA LOS HIDROCARBUROS FINALES	17
3.1 Entidad Mexicana de Acreditación (ema).....	17
3.2 Normas ASTM.....	17
3.3 Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006	18
4. CONFIGURACIÓN DE LA REFINERÍA ING. ANTONIO DOVALÍ JAIME	19
4.1 Descripción del Proceso General.....	21
4.2 Descripción del proceso de la Destilación de la Planta Primaria I.....	34
4.3 Descripción del Proceso de la Planta de Destilación a Alto Vacío I.....	37
5. ANÁLISIS DE LABORATORIO DE ACUERDO A LOS MÉTODOS ASTM-D	39
5.1 Estándares para la clasificación de producto dentro de norma.....	40
5.2 Explicación de cada procedimiento	41
6. RESULTADOS DE LABORATORIO OBTENIDOS.....	64
6.1 Procesamiento de datos obtenidos.....	65
6.1.1 Gráficos con desviación estándar y coeficiente de correlación	65
6.1.2 Análisis de varianza	66
6.2 Limitaciones.....	66
7. CONCLUSIÓN.....	67
8. CONCEPTOS.....	68

9. ANEXO	70
9.1 Gráficos	70
9.2 Fotografías	71
10. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	74

INTRODUCCIÓN

La demanda nacional e internacional que existe de los hidrocarburos derivados del petróleo y la disponibilidad de la materia prima con que cuenta nuestro país por los yacimientos petrolíferos fue necesario la creación de distintos complejos petroquímicos para la elaboración de productos derivados del petróleo esto para abastecer la demanda de los mismos en toda la zona del pacífico y exportar los excedentes.

En la República Mexicana se extraen más de 13 tipos de petróleo crudo con diferentes características físico-químicas. Existen cuatro zonas productoras de petróleo; la norte, la centro, la sur y la marina, siendo las principales áreas productoras, al norte el Golfo de Sabinas y Burgos, al centro está conformada por Poza Rica y Papaloapan, la zona sur por el sur de Veracruz, Tabasco y Chiapas, y la marina por la sonda de Campeche, además se cuenta con 364 campos en producción, 6 080 pozos en explotación, 199 plataformas marinas, 12 centros procesadores de gas, 20 endulzadoras de gas, 19 plantas criogénicas, una planta de absorción, 10 fraccionadoras, 6 endulzadoras de condensados, 14 recuperadoras de azufre, 6 refinerías, 8 complejos petroquímicos, 38 plantas petroquímicas, 21 terminales de distribución de gas licuado y 77 plantas de almacenamiento y centros de venta de productos petrolíferos.

En toda industria química, los resultados de las pruebas de laboratorio, son de suma importancia ya que de ellas depende en gran parte el control de calidad de las materias primas, productos intermedios y terminados que se obtienen en las diferentes plantas de proceso que conforman los complejos industriales o refinerías, así como también a los reactivos empleados, catalizadores, etc.

Los datos obtenidos de los resultados de los análisis o determinaciones físicos y químicos sirven para caracterizar los productos y corrientes y de éste modo conocer la calidad y saber si están dentro de especificación. Estos análisis se efectúan por medio de métodos normalizados y no normalizados; estos métodos pueden ser: ASTM, UOP. IP, etc.

También es importante no solo conocer los análisis efectuados a cada corriente, sino su interpretación y especificación en cada caso. En la interpretación, sabremos a que se está refiriendo.

Por las características del petróleo para los procesos de refinación Nacional y de exportación se llevan a cabo mezclas de los diferentes tipos de crudos antes mencionados para atender a los centros consumidores con las especificaciones requeridas.

Los petróleos vírgenes obtenidos son previamente estabilizados, es decir, se le eliminan la mayor cantidad de agua salada (deshidratación), y el gas asociado y posteriormente desalado para cumplir con las principales especificaciones como son el contenido de agua y sedimento, contenido de sal y su presión de vapor.

Es por ello que la primera parte del proceso es de tal importancia para obtener los productos requeridos, la planta primaria de destilación atmosférica de la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime, se diseñó con una capacidad de 165 B/D de crudo. Fue proyectada por la empresa Procesos de México S.A para Petróleos Mexicanos, la operación que realiza, es un método de separación física a presión atmosférica, utilizando como medio de arrastre el vapor sobrecalentado, el proceso consiste en elevar la temperatura del crudo lo necesario, para que en el interior de la torre fraccionadora se efectuó la separación de los diferentes productos contenidos en la carga (crudo).

Después de la obtención de esos productos, el residuo primario de la destilación atmosférica se envía a la planta de destilación a vacío para obtener los gasóleos (ligeros y pesados), esta planta operará normalmente al 100% de su capacidad cuando sea alimentada directamente de la planta primaria (Caso A), al 70% en caso de que la carga provenga de tanques de almacenamiento (Caso B) y al 50% cuando se suspenda la operación de la planta de desintegración catalítica FCC (Caso C).

Siendo esto la primera parte del proceso de la refinería es necesario analizar los productos que se obtienen de las destilaciones antes de pasar al siguiente proceso, por ello en este trabajo se determinara la calidad de los productos obtenidos de las destilaciones (atmosférica y vacío) para su continuación en el proceso, siempre y cuando cumplan con las especificaciones.

JUSTIFICACIÓN

PEMEX es la mayor empresa en México encargada en refinar, transformar y procesar hidrocarburos para la obtención de distintos productos, esto conlleva a la necesidad de establecer lineamientos de control en los laboratorios para que los productos puedan ser analizados mediante métodos estandarizados, en el cual dé la seguridad de que los resultados son confiables y oportunos cumpliendo así las normas que rigen a la empresa y que son necesarios para poder comercializar todos los productos, evitando daño ecológico y generando productos de calidad para los clientes.

OBJETIVOS

Objetivo general

- Conocer el intervalo de confianza de las especificaciones de los productos que se fabrican en la planta primaria I en la refinería Ing. Antonio Dovali Jaime para determinar si está dentro o fuera de normas.

Objetivos específicos

- Determinar si el producto cumple con las normas de calidad realizando análisis en laboratorio

PROBLEMA A RESOLVER

Para la obtención de los productos del petróleo se utilizan distintas operaciones unitarias en las cuales es necesario analizarlas al término de cada operación para determinar las características físicas y químicas de los productos. Entonces, es necesario el conocimiento de los parámetros de calidad de los productos para determinar si están dentro o fuera de las normas aplicando de manera correcta y segura los procedimientos.

1. QUÍMICA DEL PETRÓLEO

El petróleo es un líquido oleaginoso e inflamable, que consiste en una mezcla de hidrocarburos, y que se extrae de lechos geológicos continentales o marítimos.

Del petróleo se dice que es el energético más importante en la historia de la humanidad; un recurso natural no renovable que aporta el mayor porcentaje del total de la energía que se consume en el mundo.

Aunque se conoce de su existencia y utilización desde épocas milenarias, la historia del petróleo como elemento vital y factor estratégico de desarrollo es relativamente reciente, de menos de 200 años.

La alta dependencia que el mundo tiene del petróleo y la inestabilidad que caracteriza el mercado internacional y los precios de este producto, han llevado a que se investiguen energéticos alternativos sin que hasta el momento se haya logrado una opción que realmente lo sustituya, aunque se han dado importantes pasos en ese sentido.

El petróleo contiene tal diversidad de componentes que difícilmente se encuentran dos tipos idénticos.

Además existen parámetros internacionales, como los del Instituto Americano del Petróleo (API) que diferencian sus calidades y por tanto, su valor. Así, entre más grados API tenga un petróleo, mejor es su calidad.

1.1 Origen geológico del petróleo

El petróleo crudo está compuesto principalmente de hidrocarburos almacenados en formaciones rocosas de tipo arenoso o calcáreo, de edades geológicas (cretácico y jurásico). Aún se desconoce totalmente el proceso de formación que explique el origen del petróleo; sin embargo, se han venido acumulando información y datos que refuerzan las teorías científicas existentes y tratan de explicar dicho fenómeno. Existen dos principalmente, la de Formación Inorgánica y la de Formación Orgánica.

Formación inorgánica

Esta teoría asume que la formación del petróleo es resultado de reacciones geoquímicas entre el agua, bióxido de carbono y otras sustancias inorgánicas como carburos y carbonatos metálicos con desprendimiento de carbón e hidrógeno, los cuales por fuerzas naturales (presión y temperatura) se unen para formar el petróleo.

Formación orgánica

Es la más aceptada y describe que durante la era terciaria en el fondo de los mares se acumularon restos de peces, invertebrados y, probablemente, algas, quedando sepultados por la arena y las arcillas sedimentadas.

Las descomposiciones provocadas por los microorganismos, acentuadas por altas presiones y elevadas temperaturas posteriores, dieron origen a los Hidrocarburos.

Al comenzar la era cuaternaria los movimientos orogénicos convulsionaron la corteza terrestre y configuraron nuevas montañas, la Cordillera de los Andes entre ellas.

Los estratos sedimentarios se plegaron y el petróleo migró a través de las rocas porosas, como las areniscas, hasta ser detenidas por anticlinales -pliegues en forma de "A" mayúscula y por fallas que interrumpieron la continuidad de los estratos.

El yacimiento no debe imaginarse como un gran "lago" subterráneo. El petróleo ocupa los intersticios de rocas sedimentarias muy porosas, acompañado habitualmente de gas natural y de agua salada.

1.2 Química y propiedades del petróleo

El análisis químico revela que el petróleo está casi exclusivamente constituido por Hidrocarburos, compuestos formados por dos elementos: Carbono e Hidrógeno.

Esta simplicidad es aparente porque, como el petróleo es una mezcla y no una sustancia pura, el número de Hidrocarburos presentes y sus respectivas proporciones varían dentro de límites muy amplios.

Es químicamente incorrecto referirse al petróleo, en singular; existen muchos tipos de petróleos, cada uno con su composición química y sus propiedades características.

1. Son líquidos insolubles en agua y de menor densidad que ella. Dicha densidad está comprendida entre 0.75 y 0.95 g/ml.
2. Sus colores varían del amarillo pardo hasta el negro.
3. Algunas variedades son extremadamente viscosas mientras que otras son bastantes fluidas.

Es habitual clasificar a los petróleos dentro de tres grandes tipos considerando sus atributos específicos y los subproductos que suministran:

Petróleos asfáltenicos: Negros, viscosos y de elevada densidad: 0.95 g/ml. En la destilación primaria producen poca nafta y abundante fuel-oil (combustóleo), quedando asfalto como residuo.

Petróleos parafínicos: De color claro, fluidos y de baja densidad: 0.75-0.85 g/ml. Rinden más nafta que los asfáltenicos. Cuando se refina sus aceites lubricantes se separa parafina.

Petróleos mixtos: Tienen características y rendimientos comprendidos entre las otras dos variedades principales. Aunque sin ser iguales entre sí.

Como en otros combustibles los compuestos de azufre comunican mal olor al petróleo y sus derivados. Como generan dióxido de azufre (SO₂) en la combustión, contribuyen a la contaminación del ambiente.

Los hidrocarburos que integran el petróleo son de distintos tipos, según su lugar de origen:

1. Petróleos americanos: Hidrocarburos de cadenas abiertas o alifáticas.
2. Petróleos de Pennsylvania: Hidrocarburos saturados (alcanos de No. de C = 1 a 40)
3. Petróleos de Canadá: Hidrocarburos no saturados.
4. Petróleos rusos: Hidrocarburos cíclicos, con 3, 4, 5, ó 6 átomos de carbono en cadena abierta o cerrada.
5. Petróleos mexicanos: Los petróleos mexicanos presentan características muy variadas según la región de origen, así se tienen crudos de base asfáltica en la zona de Pánuco, de base nafténica en la zona sur, de base parafinita, muy útiles para lubricantes y de base mixta en la zona de Poza Rica, Ver.

Por tanto; la composición química del petróleo es muy variable hasta el punto de que los cuatro tipos fundamentales de hidrocarburos: parafinas (hidrocarburos saturados), naftenos (hidrocarburos cíclicos saturados o ciclo-alcanos), e hidrocarburos aromáticos, no solamente difieren de un yacimiento a otro, sino también las diversas sustancias que es preciso eliminar más o menos completamente: gas, azufre (que junto con el sulfhídrico, mercaptanos y tioalcoholes pueden alcanzar un 3%), agua más o menos salada, compuestos oxigenados y nitrogenados, indicios o vestigios de metales etc.

1.3 Naturaleza del Petróleo Crudo

El petróleo es una mezcla de hidrocarburos de diversos tipos y sus proporciones varían según el pozo de donde proceda. Una composición típica aproximada en base a sus elementos es:

- 84 a 87 % Carbono
- a 13 % Hidrógeno
- a 4% Impurezas (azufre, nitrógeno, oxígeno, helio)

Al salir del pozo, el petróleo arrastra agua que lleva disueltos compuestos como cloruro de sodio, calcio y magnesio, esta agua debe ser eliminada antes de su procesamiento. El petróleo, al igual que el gas natural que le acompaña, es una fuente importante de múltiples productos orgánicos. Proporciona el combustible para los diversos tipos de motores de explosión y es materia prima para la obtención de casi el 90% de los compuestos orgánicos. El petróleo crudo carece de utilidad comercial, pero se pueden separar de él una serie de productos útiles por destilación, mediante la cual se obtiene una serie de fracciones que posteriormente son la base de la industria petroquímica.

1.4 Tipos y características del petróleo

Son miles los compuestos químicos que constituyen el petróleo y entre muchas otras propiedades, estos compuestos se diferencian por su volatilidad dependiendo de la temperatura de ebullición. Al calentarse el petróleo, se evaporan preferentemente los compuestos ligeros (de estructura química sencilla y bajo peso molecular), de tal manera que conforme aumenta la temperatura, los componentes más pesados van incorporándose al vapor.

Las curvas de destilación TBP (de inglés "True Boiling Point", temperatura de ebullición real) distinguen a los diferentes tipos de petróleo y definen los rendimientos que se pueden obtener de los productos por separación directa. Por ejemplo, mientras que en el crudo Istmo se obtiene un rendimiento directo de 26% volumétrico de gasolina, en el maya sólo se obtiene 15.7%.

La industria mundial de hidrocarburos líquidos clasifica el petróleo de acuerdo a su densidad en °API (parámetro internacional del Instituto Americano del Petróleo), que diferencia las calidades del crudo.

<i>Aceite crudo</i>	<i>Densidad (g/cm³)</i>	<i>Densidad °API</i>
Extra pesado	> 1	> 10
Pesado	1-0.9	21-22.3
Mediano	0.92-0.87	22.3-31.1
Ligero	0.87-0.83	31.1-39
Súper ligero	< 0.83	> 39

Tabla 1. Clasificación del aceite crudo por su densidad °API

Para exportación, en México se preparan tres variedades de petróleo crudo:

Istmo. Ligero con densidad de 33.6 °API y 1.3% de azufre en peso

Maya. Pesado con densidad de 22 °API y 3.3% de azufre en peso.

Olmeca. Súper ligero con densidades de 39.3 °API y 0.77% de azufre en peso.

Características	Olmecca	Istmo	Maya
Peso específico 20/4 °C	0.825	0.858	0.92
Grados API	39.3	33.6	22
Viscosidad, SSU a 15.6 °C	43.3	60	1288
Factor de caracterización	12	11.85	11.63
Contenido de azufre (% peso)	0.77	1.3	3.3
Carbón ramsbotton (%peso)	1.62	3.92	10.57
Metales: Vanadio	2.5	39.5	343
Gasolina (%vol.)	38	26	17
Destilados intermedios (%vol.)	33.7	32	28
Gasóleos (%vol.)	20.5	18	16
Residuos (%vol.)	5.4	23	38

Tabla 2. Características de los petróleos mexicanos

En la industria de la refinación es común denominar como destilados a las fracciones o productos que se separan del crudo, evaporándose por calentamiento (posteriormente se condensan); de esta forma, cuando se habla en forma general de destilados, se hace referencia a la gasolina, kerosina, turbosina y el diésel.

Cuando se habla de destilados ligeros, se incluyen las gasolinas y los gases (metano, etano, propano y butano). Los intermedios incluyen la kerosina, la turbosina, y el gasóleo ligero (diésel). El residuo o "fondo de barril" es lo que queda del crudo después de extraerle los destilados.

1.5 Contaminantes del petróleo y efectos en los procesos

En las refinerías del sistema PEMEX-Refinación, se procesan una gama de mezclas de petróleo crudo (19 tipos) con propiedades fisicoquímicas propias diferentes, que se clasifican como ligeros, intermedios y pesados, todos contienen materiales contaminantes que como impurezas causan inestabilidad en los equipos de proceso y en las condiciones de operación, así como ensuciamiento y corrosión en los equipos.

Contaminantes del petróleo crudo

La mayoría de estas impurezas se encuentran en el agua que viene asociada con el petróleo crudo, las arcillas y sedimentos como sólidos filtrables o suspendidos, vienen dispersos en el aceite.

La remoción de los contaminantes (sales, agua y sedimento, sólidos suspendidos y metales), del petróleo crudo es esencial para mantener la capacidad de procesamiento con periodos ocupacionales más largos y tener mayor ahorro de energía, reducción de costos de mantenimiento en tiempo de paros, contribución al aseguramiento ecológico, optimización de las condiciones operativas y

disminución de corrosión e incrustación, así como obtener un mejor costo beneficio al reducir el empleo de aditivos.

Las impurezas del petróleo crudo se pueden clasificar en dos grupos: miscibles e inmiscibles.

<i>Solubles en aceite</i>	<i>Rango de concentración</i>
Sulfuros Orgánicos	0.1-0.5 % sulfuro
Compuestos organometalicos	5-400 ppm (Ni, V, Fe, As)
Ácidos nafténicos	0.03-0.4 % (Vol.)
Compuestos nitrogenados	0.05-15 % (Vol.)
Asfáltenos	3-14 % (peso)
Parafinas	Variable según el tipo de crudo
Compuestos oxigenados	0-2 % como oxígeno
Resinas, cresoles	Variable según el tipo de crudo

Tabla 3. Impurezas de petróleo (miscible)

<i>Insolubles en aceite</i>	<i>Rango de concentración</i>
Salmuera	0.1-10 %(vol.)
Sales inorgánica	10-100 LMB
Sedimento	0.01-1 %(vol.)
Sólidos suspendidos	1-500 LMB

Tabla 4. Impurezas del petróleo (inmiscible)

Efectos de los contaminantes en los procesos

Cloruro: Fuente de corrosión en el domo de las unidades de crudo. La hidrólisis del cloruro de calcio y magnesio en el crudo desalado produce ácido clorhídrico y promueve el ensuciamiento en el intercambiador de calor por polimerización y degradación catalítica acelerada.

Sulfatos: Fuente de ensuciamiento y corrosión en el domo de las unidades de crudo.

Aluminio: Metal de bajo punto de fusión que puede envenenar los catalizadores de hidrotratamiento.

Bario: Como el sulfato, promueve el ensuciamiento y es un veneno para la zeolita y los catalizadores de deshidrogenación e hidrotratamiento.

Calcio: Como un carbonato, promueve el ensuciamiento en intercambiadores y es un veneno para la zeolita y los catalizadores de deshidrogenación e hidrotratamiento.

Cobre: Cataliza la hidrogenación en hidrocarburos que promueven la formación de polímeros orgánicos y coque.

Hierro: Catalizador débil de la hidrogenación en hidrocarburos, envenena los catalizadores por bloqueo de los poros y reduce el área superficial.

Litio: Veneno de catalizadores de hidrotratamiento.

Magnesio: Como cloruro, es la fuente del ácido clorhídrico hidrolizado del crudo que es fuerte veneno de catalizadores de hidrotratamiento. Como hidróxido, es una fuente de ensuciamiento de intercambiadores y hornos.

Níquel: Similar al cobre pero más efectivo como catalizador de hidrogenación.

Potasio: Similar al sodio y al magnesio.

Sílice: Fuente inerte de ensuciamiento y abrasión en bombas, calentadores y líneas de transferencia.

Sodio: Similar al calcio y magnesio, como contaminante con vanadio, en forma eutéctica, es una fuente de escoria y corrosión en los hogares de los hornos y calderas.

Vanadio: Veneno de catalizadores de FCC, deshidrogenación e hidrotratamiento y fuente de escoria, que causa serios problemas en aceite combustible pesado.

Arsénico: Serio veneno de catalizadores de hidrotratamiento y reformación que es destilable en torres atmosféricas.

Los efectos de no eliminar los contaminantes se resumen en la siguiente tabla.

<i>Efecto/Contaminante</i>	<i>Sal</i>	<i>Agua</i>	<i>Sedimento</i>	<i>Sol. Susp.</i>
Disminución de carga	X	X	X	X
Corridas cortas	X		X	
Ataque corrosivo	X			
Gastos de mantenimiento			X	
Ensuciamiento	X		X	
Erosión de equipos			X	
Consumo de energía	X	X	X	X
Envenenamiento de cat.	X			
Control de corrosión	X		X	X
Descontrol de operación		X	X	X
Problemas de efluentes			X	X
Prod. Fuera de esp.	X	X	X	X

El costo de un barril de crudo depende de los grados API y del contenido de contaminantes; un crudo ligero con 35 °API tiene mayor valor que otros más pesados, porque contienen alto contenido de ligeros (gasolina) y pocos contaminantes. Lo cual lo hace relativamente más fácil de procesar, en cambio un crudo pesado tiene menos valor comercial debido al poco contenido de ligeros y alto contenido de contaminantes como azufre y metales, lo cual lo hace más difícil de procesar, obteniendo de estos crudos un alto volumen de combustóleo que tiene menor valor comercial que las gasolinas.

En el esquema siguiente se muestran los principales productos de una refinería

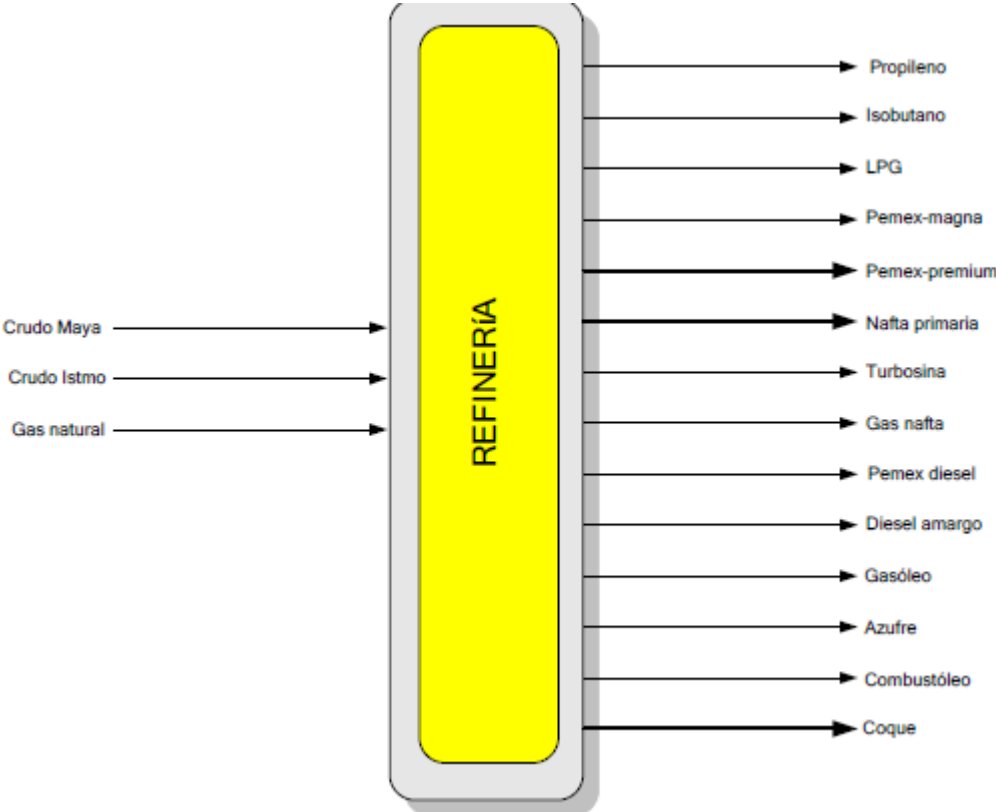


Figura 1. Principales productos de una refinería

Especificaciones de los productos de refinación

Las especificaciones son las series de propiedades o características que deben reunir los productos de un proceso de producción, éstos determinan su calidad.

Las especificaciones se establecen en función de normas ambientales, seguridad y la funcionalidad, de tal forma que a los usuarios les permita evitar la contaminación ambiental, optimizar sus procesos, ofrecer a los consumidores finales productos de calidad, etc.

Algunos productos se obtienen directamente de los procesos y otros como resultado del mezclado (BLENDING) de varios productos. En ambos casos es de suma importancia el conocimiento o definición de las especificaciones, con el fin de ajustar los procesos o realizar el mezclado, de tal forma que cumplan estas especificaciones al menor costo posible.

Los productos típicos de una refinería de PEMEX son: gas combustible, LPG, gasolina Magna y Premium, turbosina, diésel y combustóleo.

Las especificaciones que PEMEX Refinación tiene para las gasolinas y el diésel, así como las especificaciones de todos los productos según la NOM-086-ECOL.

Formulación de combustóleos

En la elaboración de los combustóleos la viscosidad es la especificación más importante por controlar.

Los combustóleos se elaboran mezclando las corrientes residuales que se producen en la refinería, como son: el residuo de vacío, residuo catalítico, residuo de la reductora de viscosidad y residuo de H-oil. Estas corrientes son de alta viscosidad, además de que contienen impurezas como azufre y metales. Para ajustar la viscosidad a las especificaciones establecidas, se requiere utilizar diluentes de baja viscosidad como; nafta, kerosina, diésel, aceite cíclico ligero, etc.

2. SUPERINTENDENCIA DE QUÍMICA

Objetivo instruccional de Laboratorio

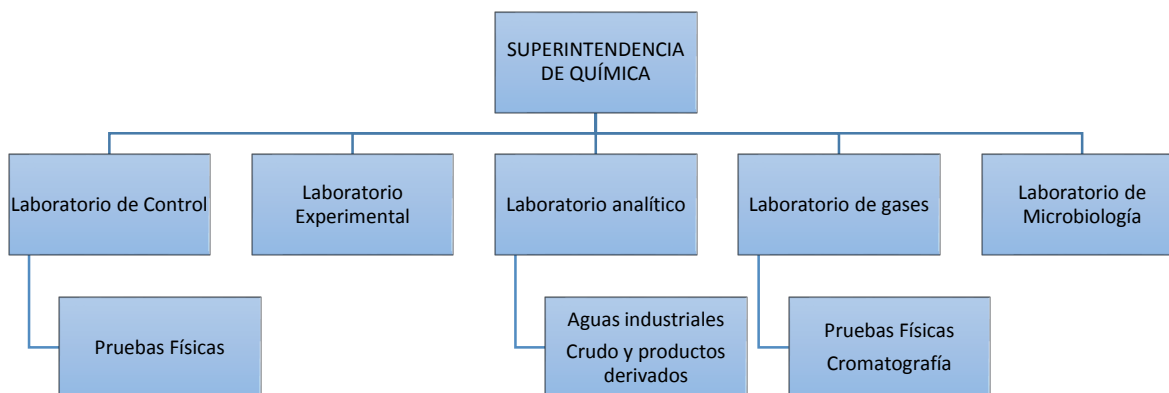
- Describir la función del laboratorio químico, como elemento fundamental del control de calidad de materias primas, productos y reactivos.
- Diferenciar los análisis que se efectúan en cada sección de laboratorio, acordes a la naturaleza de los mismos.
- Interpretar los resultados obtenidos en los análisis en base a las especificaciones requeridas en cada caso.

Objetivo de Laboratorio

“Realizar análisis precisos, confiables y oportunos mediante métodos estándares para que nuestros clientes lleven un buen control de sus procesos y de sus efluentes, para que generen productos de calidad y se evite el daño al entorno ecológico”.

Las muestras de petróleo, productos del petróleo y sus derivados así como muestras de agua para uso industrial y aguas de desecho y renovadas, se examinan por diferentes métodos de prueba para determinar sus características físicas, químicas y en ocasiones biológicas, es necesario por lo tanto que las muestras sean verdaderamente representativas. Las precauciones requeridas para asegurar el carácter representativo de la muestra son numerosas y dependen de la naturaleza de la muestra y los análisis a efectuarle.

Organigrama del área de superintendencia de Química



En cada una de ellas se llevan a cabo los análisis correspondientes a cada uno de los productos para su evaluación.

Además de efectuar los análisis, en éste departamento se efectúa la labor del muestreo.

3. ENTIDAD DE ACREDITACIÓN PARA LOS HIDROCARBUROS FINALES

3.1 Entidad Mexicana de Acreditación (ema)

Para que los productos obtenidos de la refinería puedan ser vendidos necesitan cumplir con parámetros de calidad que rigen a la empresa. Para ello se necesitan equipos que ayuden a obtener los resultados necesarios, pero también saber que esos resultados son confiables.

Para ello, hay una entidad que se encarga de la calibración de equipos. Este es la entidad mexicana de acreditación (ema).

El ensayo de aptitud es un proceso para verificar el desempeño y es un requisito de la ema para obtener y mantener la acreditación de los laboratorios de ensayo y calibración, con base en la NMX-EC-17025-IMNC-2006 (ISO/IEC 17025:2005), clínicos con base en la NMX-EC-15189-IMNC-2008 / ISO15189:2007 y cuando aplique, para el caso de unidades de verificación (organismos de inspección) con base en la ISO/IEC 17020 :2012. Los resultados de los ensayos de aptitud, dentro de los alcances de acreditación, son un indicador de la competencia técnica de un laboratorio o unidad de verificación (organismo de inspección) y son una parte integral del proceso de evaluación y acreditación.

El objetivo de esta entidad es establecer los lineamientos que deben cumplir las unidades de verificación y los laboratorios de calibración, ensayo, clínicos y en ciencia forense, para asegurar la eficacia de los resultados que emiten en sus procesos de medición en los programas de ensayos de aptitud.

3.2 Normas ASTM

Desde su fundación en 1898, ASTM International (American Society for Testing and Materials) es una de las organizaciones internacionales de desarrollo de normas más grandes del mundo. En ASTM se reúnen productores, usuarios y consumidores, entre otros, de todo el mundo, para crear normas de consenso voluntarias.

Estas normas son utilizadas y aceptadas mundialmente y abarcan áreas tales como metales, pinturas, plásticos, textiles, petróleo, construcción, energía, el medio ambiente, productos para consumidores, dispositivos y servicios médicos y productos electrónicos.

La ASTM está entre los mayores contribuyentes técnicos del ISO, y mantiene un sólido liderazgo en la definición de los materiales y métodos de prueba en casi todas las industrias, con un casi monopolio en las industrias petrolera y petroquímica.

Para los análisis que se realizan en los diferentes laboratorios de la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime es de gran importancia cumplir con las especificaciones que rigen las normas ASTM ya que se obtiene un gran soporte técnico de alto grado de confiabilidad.

3.3 Norma NMX-EC-17025-IMNC-2006

Esta norma debe de ser aplicada por el personal del área de Laboratorios de Calibración; Laboratorios de Ensayo, del Padrón Nacional de Evaluadores de ema, miembros de comisiones de opinión técnica, subcomités, comités de evaluación y por la Comisión de Suspensión y Cancelación, para el proceso de evaluación y acreditación y en cualquier tipo de trámite de los laboratorios de calibración, ensayo y/o solicitantes ante la entidad mexicana de acreditación, a.c. y es factible establecer no conformidades con base en los criterios descritos en el mismo.

Todos los procedimientos requeridos como tales en la NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005 deben estar documentados, lo cual significa que deben estar por escrito ya sea en papel o en forma electrónica y ser parte del sistema de gestión establecido por el laboratorio. En los casos en que el laboratorio cuente con la implantación de un sistema de gestión de la calidad diferente al establecido en la NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005 (por ejemplo ISO 9001), ya sea porque forma parte de una organización mayor o por requisitos contractuales, en todos los casos, éste debe demostrar que las políticas, procedimientos, registros y demás documentación empleada da cumplimiento a los requisitos establecidos en la NMX-EC-17025-IMNC- 2006 / ISO/IEC 17025:2005.

Cuando se haga alusión a la acreditación en cualquier documento en papel o medios electrónicos, independientemente de que se haga uso del símbolo o no, se deberá hacer de acuerdo a lo establecido en el MP-BE003

4. CONFIGURACIÓN DE LA REFINERÍA ING. ANTONIO DOVALÍ JAIME

La refinería es un conjunto de instalaciones, constituida principalmente por plantas industriales de procesos en donde se transforma el petróleo crudo en productos útiles y valiosos que son muy importantes en nuestra vida diaria y que se utilizan principalmente como combustibles automotrices, para la aviación e industriales.

Además de las plantas industriales de procesos, la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime cuenta con instalaciones adicionales que sirven de apoyo para su eficiente operación, como son:

- Oficinas técnico-administrativas.
- Almacenamiento de hidrocarburos y de materias primas.

Plantas:

- De tratamiento de agua.
- Generadoras de energía eléctrica.
- Generadoras de vapor.
- Talleres de mantenimiento.
- Laboratorios.
- Seguridad industrial.
- Protección ambiental.
- Servicios médicos

El número de plantas que conforma a la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime son 14:

- Planta primaria I
- Planta catalítica I
- Planta hidrodesulfuradora I
- Bombeo y almacenamiento
- Efluentes y tanque
- Fuerza y servicios principales
- Planta primaria II
- Planta hidrodesulfuradora II
- Planta catalítica II
- Planta de alquilación
- Planta de MTBE
- Planta de TAME
- Planta de gasolina UBA
- Planta recuperadora de azufre

Cada una de estas plantas son fundamentales para obtener los productos del crudo.

Misión de la empresa

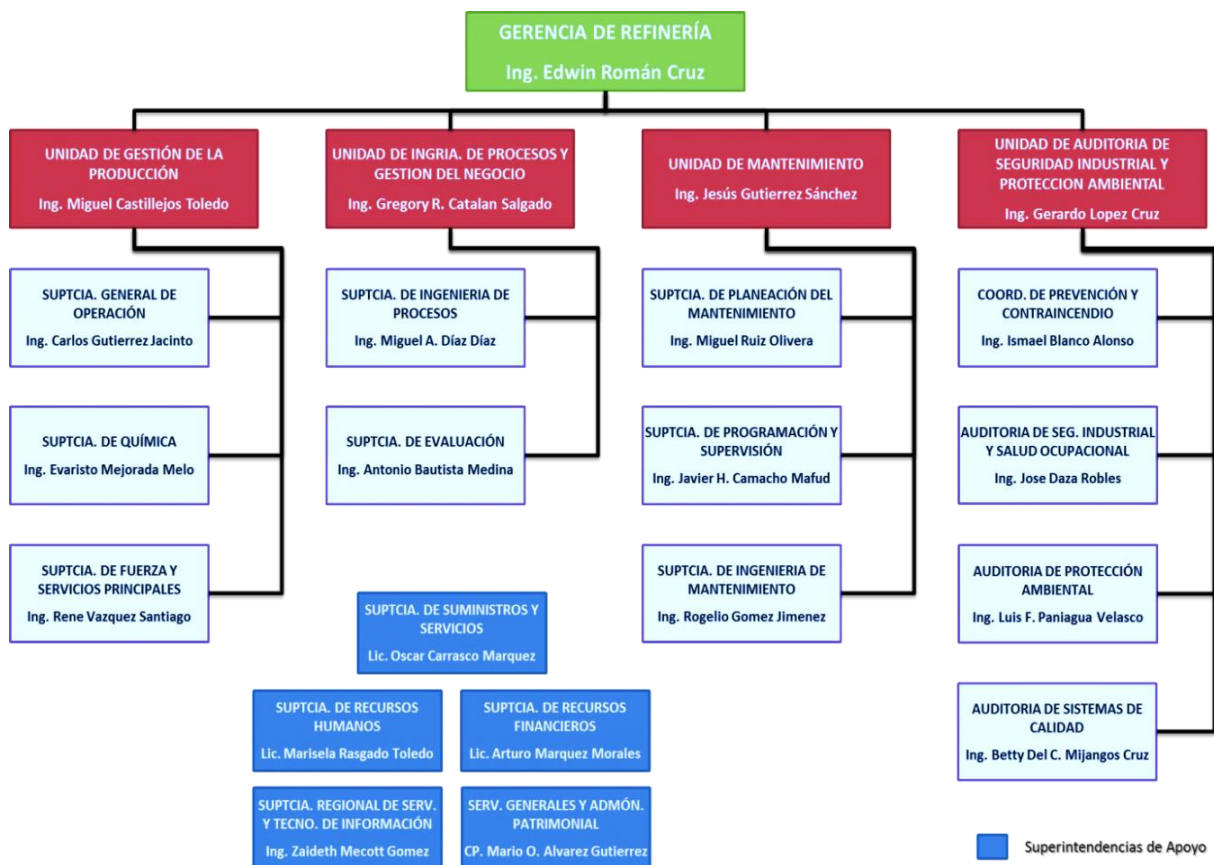
Satisfacer la demanda de productos petrolíferos en volumen, calidad y oportunidad maximizando el valor económico de las transacciones comerciales contribuyendo al fortalecimiento global de PEMEX, dentro de un marco de protección ambiental y de seguridad industrial.

Visión de la empresa

Obtener la fidelidad del cliente, mediante una mayor eficiencia en la comercialización de productos y la alineación en los mercados de productos petrolíferos.

Organigrama de la empresa

El organigrama bajo el cual se rige actualmente la Refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime se presenta en la figura, mostrando los puestos y encargados de los mismos.



Procesos de refinación

Todas las refinerías inician con la separación del crudo en diferentes fracciones por destilación. Debido a que el crudo es una mezcla de hidrocarburos con diferentes temperaturas de ebullición que puede ser separado en rangos de destilación específicos.

Físicos (sin reacciones químicas)		Químicos (con reacción química)	
Separación el crudo se separa en sus fracciones	Rearreglo molecular, los hidrocarburos cambian su estructura molecular	Desintegración, las moléculas grandes y complejas de los hidrocarburos se desintegran	Construcción molecular, una molécula de hidrocarburo se une con otra
Destilación atmosférica	Refinación catalítica	Desintegración catalítica	Alquilación
Destilación al vacío	Isomerización	Reductora de viscosidad	Eterificación MTBE/TAME
Fracc. De gases	Hidrodesulfuración	Hidrodesintegración (H-oil)	

Tabla 5. Clasificación de los procesos de refinación

4.1 Descripción del Proceso General

El primer proceso de separación en la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime es el que ocurre en la planta de "destilación atmosférica", llamada así porque la separación del crudo (por destilación) se lleva a cabo a una presión de 0.5 a 0.8 kg/cm² manométricos, ligeramente arriba de la presión atmosférica, tiene como objetivo principal, separar el crudo en varias corrientes, llamadas productos primarios o fracciones, es por esto que a esta separación se le llama también fraccionamiento del crudo y a las instalaciones donde se llevan a cabo estos procesos se les llama "Plantas Primarias". Cada una de estas plantas en la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime tiene una capacidad para procesar crudo hasta los 165,000 barriles por día (BPD).

El crudo desalado (<5 LMB de sal y 0.1% de agua) intercambia calor con las corrientes de gasóleo ligero (GL), reflujo intermedio pesado (RIP), gasóleo pesado (GP), y residuos del fondo, elevando su temperatura hasta 300 °C; para alcanzar la temperatura de alimentación a la torre (350 °C), el crudo es calentado en el "calentador de carga", donde sale parcialmente vaporizado y es conducido a través de las "líneas de transfer" a la torre fraccionadora atmosférica, que contiene entre 30 y 35 platos; aquí el crudo se separa en sus diferentes fracciones.

Al entrar la corriente de crudo a la torre fraccionadora, los vapores se separan y ascienden al domo, poniéndose en contacto a través de los platos con la corriente líquida que desciende. La concentración de los componentes ligeros en los vapores va aumentando conforme ascienden y la concentración de componentes pesados en la corriente líquida aumenta conforme desciende.

Los vapores del domo de la torre están compuestos por gases (metano, etano, propano y butano) más los componentes de la gasolina o nafta, éstos llegan a un condensador enfriado por agua, donde se condensan los vapores de gasolina, pasando posteriormente a un acumulador, en el cual se separan los gases que no se condensaron (metano, etano, propano y butano).

La gasolina líquida del acumulador a 40 °C, aproximadamente, se bombea y una parte es regresada a la torre como reflujo del domo para controlar la temperatura del domo en 130 °C. El resto, constituye la gasolina cruda o gasolina primaria y es enviada a almacenamiento o directamente a las plantas de hidrotreatmento para desulfurarla.

Los gases que no se condensaron salen por la parte superior del acumulador hacia un compresor para ser enviados a la sección de fraccionamiento y tratamiento de gases de la planta catalítica. La presión de la torre es controlada entre 0.5 a 0.8 kg/cm² manométrica por una válvula que regula la salida de los gases del acumulador.

La temperatura final de ebullición (TFE) de la gasolina se controla entre 190 y 210 °C por medio de la temperatura del domo de la torre que a su vez se controla con el reflujo.

La gasolina que sale de la planta primaria es de bajo octano (alrededor de 52 octanos); además, contiene azufre y metales, por lo que es necesario enviarla a otra planta para quitarle estas impurezas y aumentarle el número de octano.

La turbosina se extrae del plato 28 de la torre fraccionadora, el cual tiene una temperatura de 180 °C. En seguida pasa a un agotador en donde se pone en contacto con vapor sobrecalentado para regresar a la torre los componentes ligeros que se hayan arrastrado y, de esta manera, controlar su temperatura de inflamación entre 38°C y 50 °C. La turbosina sale del agotador y se bombea a la planta hidrosulfuradora de destilados intermedios para eliminarle los compuestos de azufre o a almacenamiento.

Las extracciones de kerosina, gasóleo ligero (diesel) y gasóleo pesado, de la torre fraccionadora, siguen la misma trayectoria de flujo que la turbosina. La kerosina y el gasóleo ligero se envían a las plantas hidrosulfuradoras de destilados intermedios. El gasóleo pesado se envía a la planta hidrosulfuradora de gasóleos y de ahí a desintegración catalítica (FCC).

La torre fraccionadora cuenta además con dos reflujo intermedios: reflujo intermedio ligero (RIL) y reflujo intermedio pesado (RIP), los cuales equilibran la carga térmica dentro de la torre, evitando el tránsito de grandes cantidades de vapores en la sección de rectificación.

El residuo atmosférico sale de la torre fraccionadora con temperatura cercana a 340 °C, y por medio de las bombas de residuo atmosférico se envía al banco de

cambiadores de calor, donde se enfría parcialmente, cambiando calor con el crudo de carga. De aquí, se manda a la planta de destilación al vacío o a almacenamiento, enfriándose previamente en una caja enfriadora con agua. El vapor recalentado que se inyecta en el fondo de la torre sirve para despojar al residuo de los componentes ligeros.

El proceso de la destilación al vacío se lleva a cabo a 50 mm de Hg de presión absoluta y una temperatura de 385 °C aproximadamente, tiene como objetivo principal extraer los destilados ligeros que contiene el residuo atmosférico (llamado también crudo reducido), debido a que estos destilados ligeros ya separados, tienen mayor valor económico y aprovechamiento en la refinería. Los gasóleos y el residuo de vacío que se obtienen pueden tener varios usos, dependiendo del tipo de crudo procesado, la configuración de la refinería, la capacidad de los procesos y la demanda de los productos, esto significa, que la función general de la torre de vacío es recuperar la máxima cantidad de destilados, obteniendo las especificaciones de los gasóleos y del residuo de vacío, de acuerdo a la aplicación que se les vaya a proporcionar.

Los gasóleos de vacío tienen varios usos: aceites lubricantes, carga a Planta Catalítica (FCC), carga a Plantas de Hidrotratamiento.

El residuo atmosférico proveniente de la Planta de Destilación Atmosférica, se calienta a una temperatura cercana a 385 °C, ocurriendo con ello la evaporación parcial de los gasóleos. La carga parcialmente vaporizada que sale del calentador, entra a la "zona flash" de la torre de destilación al vacío, en donde termina de evaporarse por efecto del vacío.

Los vapores que se separan en la "zona flash" ascienden hacia el domo de la torre, y se ponen en contacto en una sección de empaque tipo rejilla, con una recirculación caliente de gasóleo pesado, con el propósito de eliminar los posibles arrastres de líquido y carbón y así evitar que el producto salga manchado. Esta sección está complementada con una malla de separación líquido-vapor, que evita el arrastre de líquidos pesados con la corriente de vapor que asciende a la siguiente sección superior.

Aquí, los vapores se ponen en contacto con una recirculación fría de gasóleo pesado, en una sección de empaque de tipo rejilla y anillos, lo que ocasiona que se condensen parcialmente los vapores. El líquido condensado se extrae de la torre como gasóleo pesado hacia el tanque acumulador de gasóleo pesado.

Los vapores que no condensaron, ascienden a la siguiente sección y se ponen en contacto, a través de una sección de empaque de anillos, con una corriente de lavado de gasóleo ligero caliente, que sirve para eliminar los arrastres de líquido provenientes de la sección inferior.

Los vapores lavados ascienden a la siguiente sección, donde se ponen en contacto, a través de un lecho combinado de empaque tipo rejilla y anillos, con una corriente fría de gasóleo ligero, el líquido condensado se extrae de la torre en un plato de extracción total, que alimenta a las bombas de gasóleo ligero.

Los vapores residuales que no condensaron a través de la torre, constituyen "los gases de carga a los eyectores" y están constituidos principalmente de hidrocarburos ligeros que son arrastrados, vapor de agua y aire infiltrado.

La parte inferior de la torre constituye la sección de agotamiento por donde baja la fase líquida llamada residuo de vacío que se separó en la zona flash; esta sección, normalmente está constituida por platos perforados de mampara, mezclándose con vapor de agotamiento en la parte inferior del último plato con el objeto de separar los hidrocarburos ligeros del residuo.

El residuo de vacío es tomado por las bombas de fondos y enviado a la sección de calentamiento de la carga. Al salir de los cambiadores, una parte del residuo es recirculado hacia la bota del fondo de la torre, para mantener una temperatura relativamente baja del residuo de vacío (360 °C) y así evitar la descomposición térmica del mismo. El resto del residuo puede ser enviado a las siguientes plantas: reductoras de viscosidad, H-Oil, coking o de asfalto.

El gasóleo pesado que sale de la torre de vacío, pasa al tanque acumulador de gasóleo pesado; en donde una parte retorna a la torre como recirculación de gasóleo pesado caliente, y la otra, se dirige a los cambiadores de calor de carga, donde se enfría parcialmente (el gasóleo), y en seguida se divide en dos corrientes, una retorna a la torre de vacío, como recirculación de gasóleo pesado frío, y la otra, sale del acumulador de gasóleo pesado a la planta hidrodesulfuradora de gasóleos y de ahí a desintegración catalítica (FCC).

El gasóleo ligero se extrae de la sección de condensación superior de la torre de vacío por medio de las bombas de gasóleo ligero, esta corriente se divide en tres partes; la primera regresa a la torre de vacío como recirculación de gasóleo ligero caliente; la segunda, regresa al domo de la torre como reflujo de gasóleo ligero frío; la tercera, sale a control de nivel del plato de extracción del gasóleo ligero, hacia los límites de batería y se une con el gasóleo pesado para constituir la carga a la Planta de Desintegración Catalítica.

Por el domo de la torre se extraen los gases por medio de dos trenes de eyectores que operan en paralelo, en donde se condensan los hidrocarburos ligeros. El condensado se envía a un tanque de sellos, donde se separan los hidrocarburos, el agua y los gases incondensables se envían a la atmósfera.

El proceso mediante el cual se eliminan los compuestos de azufre y metales de los hidrocarburos utilizando hidrógeno, se llama en forma genérica Hidrotratamiento.

En las refinerías este proceso se realiza para desulfurar la nafta, la turbosina, la kerosina y el gasóleo ligero, antes de enviarlos a almacenamiento como producto final; en algunas refinerías, se hidrotentan los residuos de vacío para desulfurarlos o desintegrarlos.

Existen varias razones para eliminar estos contaminantes por medio de hidrotamientos, entre los más importantes pueden mencionarse los siguientes:

- *El azufre y los metales envenenan a los catalizadores, que son utilizados en los procesos de reformación y desintegración catalítica.*
- *Las normas ambientales restringen el contenido de azufre en las emisiones a la atmósfera y en los combustibles que se elaboran en las refinerías.*
- *Mejorar la calidad de los combustibles, ya que al hidrosulfurarse se eliminan los malos olores y disminuye la formación de humo.*

La carga constituida por la corriente de hidrocarburos que se va a desulfurar (nafta, turbosina, kerosina o gasóleo ligero) se mezcla con una corriente rica en hidrógeno; y luego se calienta hasta una temperatura que oscila entre 260 y 425 °C en un calentador de fuego directo. La mezcla es cargada a un reactor que contiene un catalizador de níquel molibdeno, en donde toman lugar las siguientes reacciones principales:

- *El hidrógeno se combina con los átomos de azufre para formar ácido sulfhídrico.*
- *Algunos metales contenidos en las corrientes de hidrocarburos son depositados sobre el catalizador.*
- *Los compuestos olefínicos, aromáticos o nafténicos son saturados con hidrógeno y toman lugar algunas reacciones de desintegración, formando hidrógeno más hidrocarburos ligeros: metano, etano, propano, butano y pentano.*

La mezcla caliente que sale del reactor, es enfriada hasta una temperatura de 55 °C, cambiando calor contra la carga, y luego con agua de enfriamiento, con lo cual se condensan la mayor parte de los hidrocarburos; en seguida, la corriente entra a un separador, donde por la parte superior sale una corriente de gases, rica en hidrógeno hacia la succión de un compresor centrífugo que la recircula para mezclarse con la carga.

La fase líquida del acumulador pasa primero a una torre debutanizadora y los fondos de esta torre van posteriormente a una torre deisohexanizadora; donde por la parte superior, se obtiene una corriente de hidrocarburos compuesta por

isohexano, hexano, isopentano y pentano, y por el fondo se obtiene la corriente de hidrocarburos desulfurada.

La corriente de hidrocarburos ligeros amargos conteniendo ácido sulfhídrico se envía a la planta de tratamiento de gases. La mezcla de isohexano y más ligeros, se envía a la planta fraccionadora de gases o a la planta de isomerización, y la corriente de hidrocarburos desulfurada, se envía a la planta reformadora de nafta, o al almacenamiento si se trata de turbosina, kerosina o diesel.

La nafta que se obtiene en la planta de destilación atmosférica es de bajo octano (53), ya que en su composición predominan los hidrocarburos parafínicos y nafténicos; por lo tanto, no es conveniente que sea utilizada directamente como componente de la mezcla para elaborar las gasolinas, esto hace necesario someterla a un proceso de reformación catalítica para incrementar su octanaje. El número de octano o calidad antidetonante de una gasolina, representa la capacidad del combustible para no alcanzar su temperatura de autoignición cuando se comprime en los cilindros de un motor. Una gasolina de bajo octano inicia por sí sola su combustión al comprimirse, antes de que el pistón termine su carrera, originando con esto golpeteos sobre el mismo pistón que se transmite al cigüeñal. La gasolina de alto octano, se quema con la chispa de la bujía, evitando los efectos de una gasolina pobre en octano.

La reformación catalítica de la nafta es un proceso químico de rearrreglo molecular, donde los hidrocarburos parafínicos se convierten a isoparafínicos, nafténicos y aromáticos; lo cual genera mayor octanaje.

La nafta desulfurada que proviene de la planta hidrodeshulfuradora, constituye la carga a la planta reformadora. Al entrar se le adiciona una corriente de hidrógeno; enseguida, la mezcla es precalentada con la corriente que sale del último reactor.

Las reacciones de reformación son endotérmicas y se llevan a cabo en los reactores a una temperatura cercana a 550 °C, por lo que es necesario llevar a cabo estas reacciones en varias etapas y reponer el calor requerido entre reactor y reactor.

La mezcla entra al primer calentador donde se vaporiza y alcanza la temperatura de 550 °C, enseguida, entra al primer reactor donde se llevan a cabo las reacciones de reformación en forma parcial. La temperatura de la carga disminuye y vuelve a entrar al segundo calentador para alcanzar nuevamente la temperatura de 550 °C, para pasar al segundo reactor donde se vuelve a calentar y, finalmente, al último reactor donde se terminan las reacciones.

La corriente que sale del tercer reactor está compuesta principalmente por hidrógeno, hidrocarburos ligeros y una mezcla de hidrocarburos reformados con rangos de ebullición entre 55 y 210 °C, al que se llama "reformado", al salir del reactor, la mezcla se enfría, cambiando calor contra la carga y luego en un

enfriador con agua, condensándose la mayor parte de los hidrocarburos; en seguida, pasa a un separador donde por la parte superior sale una corriente gaseosa rica en hidrógeno, la cual es tomada por el compresor de hidrógeno. Una parte es recirculada para mezclarse con la carga y otra es enviada a las plantas que requieren hidrógeno como la planta HDS.

La fase líquida del separador es enviada a una torre estabilizadora donde se separan por la parte superior los hidrocarburos ligeros, los cuales se envían a la planta de gases para su separación y por la parte inferior se obtiene el "reformado".

Planta Hidrodesulfuradora de Gasóleos

La hidrodesulfuración involucra múltiples reacciones, la mayoría de las cuales mejora la calidad de la corriente del proceso. La diferencia entre las diversas aplicaciones de hidrodesulfuración es el grado de cada reacción. La saturación e hidrodesintegración de aromáticos, por ejemplo, ocurre a un grado significativo sólo en aplicaciones de hidrodesulfuración de alta severidad (alta presión parcial del hidrógeno y alta temperatura).

Las sales metálicas son adsorbidas y los sólidos suspendidos son capturados por el lecho catalizador. Los metales en las sales y los sólidos suspendidos contaminan y afectan la eficiencia de los costosos procesos de reformación y desintegración catalítica. Otras reacciones son la saturación de olefinas para producir parafinas e isoparafinas. La desulfuración es el propósito principal de la mayoría de las unidades de hidrodesulfuración.

El catalizador y el calor trabajan de manera conjunta para desintegrar el compuesto de hidrocarburo con azufre. El azufre reacciona con el hidrógeno para formar H_2S (sulfuro de hidrógeno). Los componentes de hidrocarburo son típicamente moléculas de LPG y de gas combustible. En este proceso también se lleva a cabo la desnitrificación del nitrógeno orgánico reaccionando con hidrógeno, para formar NH_3 (amoníaco). La desoxigenación de los compuestos heterocíclicos que también contienen azufre y nitrógeno, formando estos compuestos en agua e hidrocarburos. Y la saturación de aromáticos, eliminando los enlaces dobles de aromáticos y olefinas. Las reacciones son exotérmicas, por lo que la temperatura aumenta de la parte superior del lecho del reactor hacia el fondo. La temperatura de cada lecho depende de la temperatura de entrada, de la cantidad de reacción que está ocurriendo en él y del calor de la reacción. La temperatura de entrada se controla inyectando hidrógeno o hidrocarburo de enfriamiento en cada lecho. Los productos del reactor se separan obteniendo una corriente de hidrógeno que no reaccionó, recirculándolo, mientras que a la corriente líquida se procesa en una columna fraccionadora en donde se obtienen las corrientes de nafta, diesel y gasóleo desulfurado.

Planta de Desintegración Catalítica

El proceso de desintegración catalítica fluida, conocido popularmente como cracking catalítico fluido (FCC), consiste en el rompimiento de las moléculas de los gasóleos, las cuales en un reactor se exponen al calor y son puestas en contacto con un catalizador para promover las reacciones de desintegración. La alimentación es una mezcla de gasóleos de vacío, gasóleo pesado de la destilación atmosférica y gasóleo desulfurado, y se compone principalmente de hidrocarburos parafínicos, constituidos por 18 a 32 átomos de carbonos. El proceso es diseñado para promover la desintegración de los gasóleos en una forma determinada y con el objetivo principal de obtener la mayor cantidad posible de gasolina catalítica de alto octano.

Al romperse las moléculas de los gasóleos se produce hidrógeno, una cantidad considerable de carbón (coke); al mismo tiempo, se forma todo el rango de hidrocarburos de bajo peso molecular, empezando desde el metano hasta el pentano, los cuales constituyen la mezcla de gases. Debido a la deficiencia de hidrógeno muchas de estas moléculas de bajo peso molecular son olefinas. En resumen, el proceso de desintegración catalítica produce además todo el rango de hidrocarburos de tamaño molecular desde metano hasta residuo y carbón (coke).

Los gasóleos provenientes de la planta de destilación al vacío son alimentados y precalentados, intercambiando calor con el residuo catalítico de la misma planta; en seguida, entran a un reactor tubular mezclándose con el catalizador. Los hidrocarburos junto con el catalizador se elevan a través del reactor, empujados por una corriente de vapor que se alimenta en el fondo del mismo. Las reacciones de desintegración se llevan a cabo dentro del reactor, manteniendo una temperatura cercana a 520 °C. La mezcla de hidrocarburos producto de la reacción más el catalizador gastado y el vapor, salen del reactor y entran a un conjunto de ciclones donde se separa el catalizador gastado, el cual pasa en seguida a un desgasificador, donde se le separan los hidrocarburos que arrastra el catalizador, utilizando para ello vapor; posteriormente, fluye (el catalizador gastado) al regenerador.

El catalizador gastado se encuentra cubierto del carbón que se formó en el reactor. Los productos de las reacciones de desintegración, salen de los ciclones y en seguida pasan a una torre fraccionadora donde se separan las siguientes corrientes de productos: gases, gasolina catalítica, nafta pesada, gasóleo ligero, gasóleo pesado y residuo catalítico.

La corriente de gases con olefinas pasa posteriormente a la sección de fraccionamiento y tratamiento de gases, donde se separan las siguientes corrientes: gas residual, propano/propileno y butano/butileno.

El gas residual se envía a la red de gas combustible.

La corriente de propano/propileno se envía a una torre fraccionadora donde se separa el propano, el cual se utiliza como GLP. El propileno se utiliza como materia prima para elaborar productos petroquímicos como acrilonitrilo o alcohol isopropílico.

La corriente de butano/butileno se envía a la plantas de MTBE y alquilación, para aprovechar las olefinas que contiene.

En el regenerador, el catalizador gastado conteniendo el carbón, se somete a un proceso de combustión para quemar el carbón y dejar libre el catalizador y así mantener su actividad química el cual se recircula nuevamente al reactor para mantener el ciclo de recirculación y utilización del catalizador.

La combustión del carbón se logra alimentando al regenerador una corriente de aire con un soplador accionado por una turbina de vapor. El calor desprendido sirve para calentar el catalizador y mantener al reactor a una temperatura de 520 °C y al regenerador a una temperatura de 745 °C.

Los gases calientes de la combustión compuestos principalmente por CO₂ y CO, salen del regenerador a través de un banco de ciclones para separar el catalizador y en seguida pasan a un expansor que mueve un generador de corriente eléctrica y, posteriormente, los gases calientes de la combustión compuestos principalmente por CO₂ y CO, salen del regenerador a través de un banco de ciclones para separar el catalizador y en seguida pasan a un expansor que mueve un generador de corriente eléctrica y, posteriormente, pasa a un generador de vapor donde se quema el CO pasando a CO₂, con lo cual se genera vapor que se aprovecha en la refinería. Finalmente, los gases se envían a la atmósfera a través de una chimenea.

Planta de Alquilación

El proceso de Alquilación comprende la unión de una olefina (Propileno o butileno) con Isobutano, para formar una isoparafina a la que se le llama alquilado. Algunos procesos de refinación como: hidrocracking, reductoras de viscosidad, coquización y desintegración catalítica, producen cantidades considerables de olefinas, principalmente esta última, que produce Propileno y butileno. En algunas refinerías estas olefinas son separadas y utilizadas en la elaboración de productos petroquímicos como GLP o se envían como componente de las gasolinas; en este caso, las olefinas tienen el inconveniente de tener alta presión de vapor y son muy reactivas, precursoras de ozono cuando escapan a la atmósfera.

La tendencia actual de las refinerías es producir la máxima cantidad posible de gasolina y disminuir su presión de vapor y su contenido de olefinas lo anterior se favorece limitando la adición a la mezcla de gasolina de corrientes que contengan olefinas y sustituirlas por alquilado, mediante el proceso de Alquilación.

En conclusión, puede decirse que el proceso de alquilación tiene la finalidad de procesar las olefinas que se producen en la planta catalítica, produciendo un compuesto llamado alquilado que tiene baja presión de vapor y al ser mezclado con la gasolina disminuye la presión de vapor de la mezcla.

La corriente de olefinas originada en la planta catalítica pasa a la planta de MTBE, donde deja el isobutileno, y sale para pasar a la planta de alquilación, al entrar ahí, se une con una corriente rica en isobutano proveniente de la planta de reformación, en seguida, la mezcla entra a un reactor asentador que contiene el ácido fluorhídrico (HF) que sirve como catalizador; además, cuenta con un sistema de enfriamiento para absorber el calor que producen las reacciones y que mantienen baja la temperatura, aquí el isobutano reacciona con el butileno.

El reactor-asentador está diseñado de tal forma que los hidrocarburos se mezclan con el ácido durante un tiempo de residencia de 15 a 20 segundos, y permite que los hidrocarburos se separen del ácido, saliendo por la parte superior y asentando el ácido en la parte inferior, recirculando internamente a través de una convección natural.

Los hidrocarburos que salen del reactor-asentador se dirigen a una torre fraccionadora, donde se separa el alquilado y los hidrocarburos que no reaccionaron. Por la parte inferior sale el alquilado, el cual se envía a la mezcla de gasolinas y también sale una corriente lateral de butano; por la parte superior, sale propano y una corriente lateral de isobutano sin reaccionar, que se recircula a la carga.

Fondo de Barril

Al residuo que se obtiene en la planta de destilación al vacío, comúnmente se le conoce como "Fondo de Barril" y representa la parte residual de un barril de crudo al que se le han extraído los destilados (gasolina, kerosina y gasóleo). El residuo de vacío o "fondo de barril" puede representar hasta el 30% del crudo que se alimenta a una refinería, y depende principalmente del tipo de crudo o de la mezcla que se procesa. Esta corriente se constituye por hidrocarburos complejos de alto peso molecular e impurezas concentradas (que contienen el crudo original), principalmente azufre y metales (níquel y vanadio). Algunas refinerías que no cuentan con plantas de "fondo de barril", utilizan el residuo de vacío, el cual tiene alta viscosidad en la elaboración de combustóleo, para ello se necesita utilizar diluentes como kerosina y gasóleo, para rebajar la viscosidad del residuo a la que requiere el combustóleo.

Existen varios procesos de "fondo de barril" y en los últimos años han surgido tecnologías avanzadas en el campo de los catalizadores que permiten convertir en un alto porcentaje los residuos pesados en productos ligeros, entre los más representativos de estos procesos pueden citarse los siguientes:

- *Reductora de viscosidad (visbreaking).*
- *H-Oil*
- *Coking (coquizado)*

Esquema de proceso de la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime

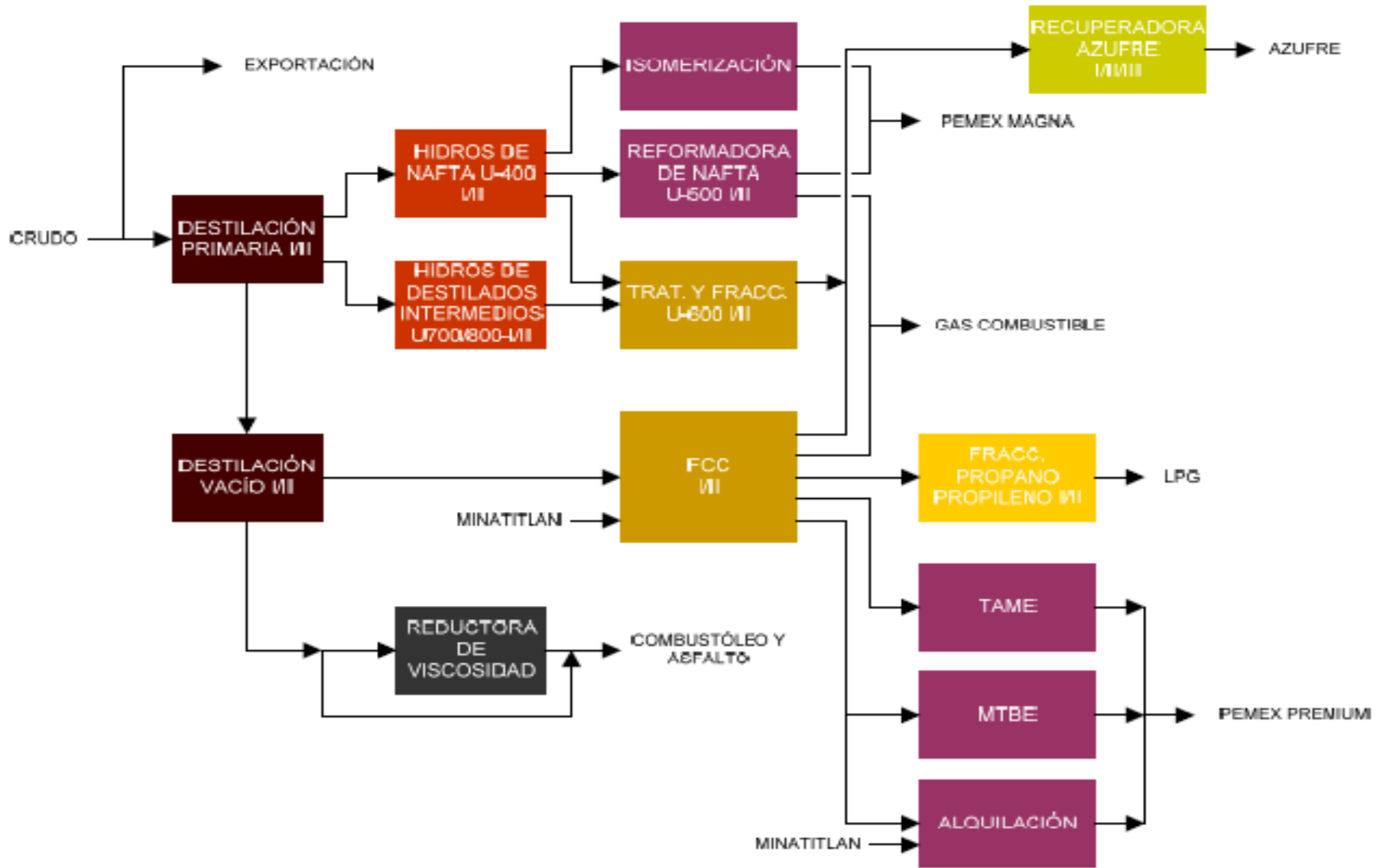
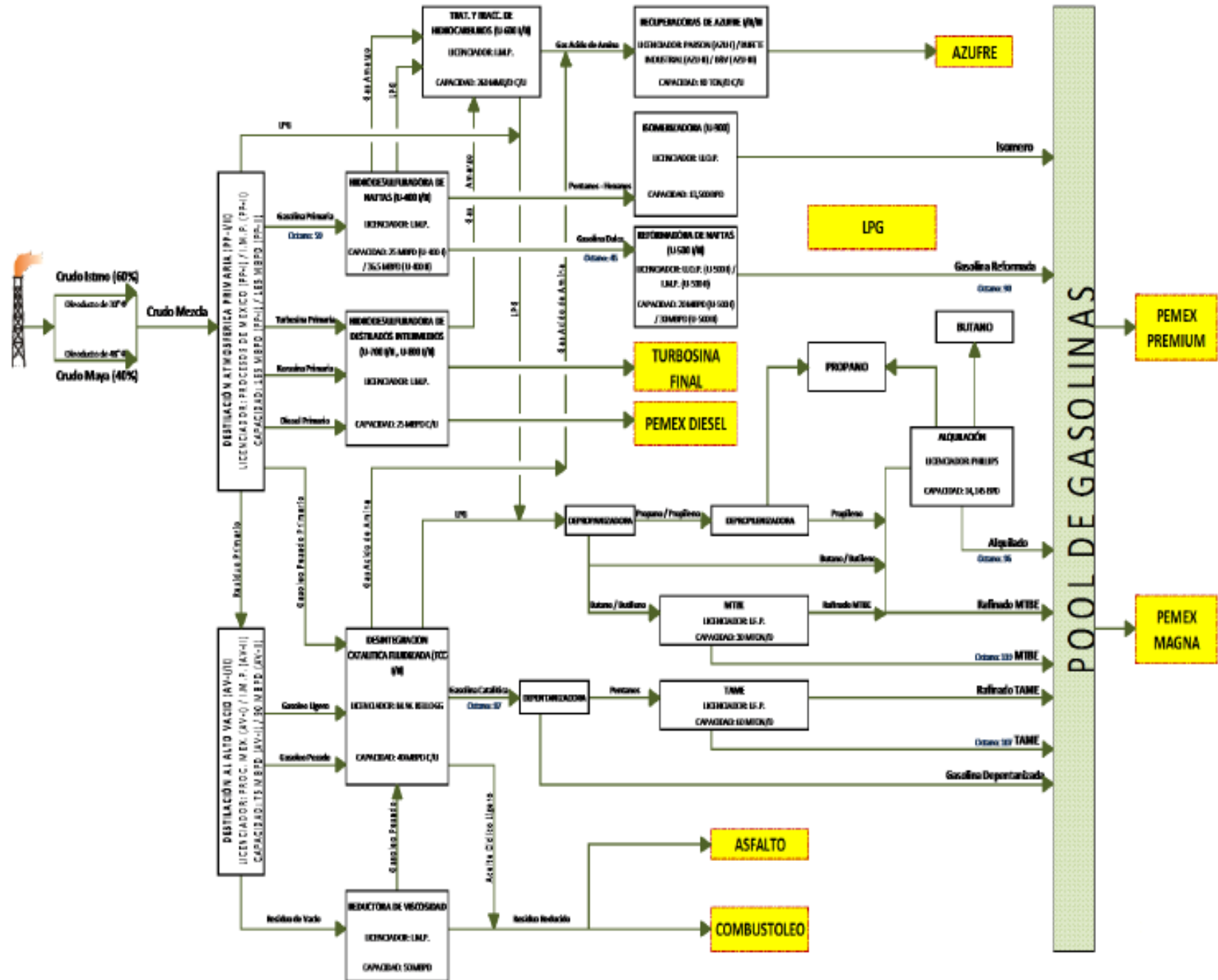


Diagrama de bloques del proceso General



Destilación

Las operaciones de separación son procesos de transferencia de materia entre fases debido a que implican la creación, mediante la adición de calor, como ocurre en destilación o de un agente material, como en absorción o extracción, de una segunda fase, y la subsiguiente separación selectiva de componentes químicos de la mezcla monofásica original por transferencia hacia la nueva fase creada.

Con el nombre de destilación se entiende la separación de los componentes de una mezcla líquida por vaporización parcial de la misma, de tal manera que la composición del vapor obtenido sea distinta de la composición del líquido alimentado, resultando distinta también la composición del líquido residual. La destilación es una de las operaciones básicas más importantes de la industria química y permite separar los componentes de una mezcla líquida al estado de sustancias puras.

4.2 Descripción del proceso de la Destilación de la Planta Primaria I

La destilación de petróleo crudo de acuerdo a los métodos y procedimientos científicos, nos permite conocer las propiedades físicas y químicas bien definidas de las fracciones obtenidas.

El crudo de mezcla provenientes de los tanques TV-201 y TV-202 que van a carga a las plantas Primarias I y II primeramente son calentadas a través del banco de intercambiadores de calor, para de ahí pasar a las desaladoras en donde se les elimina la sal, agua y sedimento obteniéndose un crudo con una cantidad de sal menor a 1 lb /1000bls ya que si el contenido de sal en el crudo desalado es mayor, permitirá la formación de ácido clorhídrico en las otras despuntadoras y fraccionadoras causando corrosión en las mismas .El crudo continua precalentándose para alcanzar la temperatura de 220°C para que en la torre despuntadora se separe de la gasolina despuntada .El crudo ,una vez despuntado, se envía a los calentadores de fuego directo hasta alcanzar la temperaturas de destilación atmosférica y de acuerdo a sus temperaturas de ebullición, los productos son separados en la torre fraccionaria para de ahí continuar con los procesos de acuerdo a las necesidades. En la refinería se cuenta con dos plantas de destilación primaria las cuales fueron diseñadas e instaladas para procesar cada una 165 mb/d de crudo. En la Primaria I se procesa una mezcla de crudos con Pe 20/4°C de 0.865.

De la planta Primaria I se obtienen los siguientes productos:

- a) Gas licuado que una vez endulzado en Primaria I se envía a esferas finales.
- b) Gasolina amarga, que junto con la de despunte, una vez estabilizada se envía a tanques de almacenamiento para su tratamiento posterior de endulzamiento eliminándole el azufre en los procesos de Merox e Hidrosulfuración.
- c) Turbosina que se envía a tanques para que de acuerdo a los lineamientos de calidad continúe su tratamiento en las unidades de destilados intermedios.

- d) Kerosina que se envía una parte a tanques para utilizarla como diluyente y la otra parte para preparación de tanques de diesel para el ajuste del % de azufre.
- e) Gasóleos ligeros enviados a tanques para su utilización en la preparación de diesel.
- f) Gasóleos pesados que se envían a tanques para preparar mezclas que sirven de carga a las plantas FCC I y II.
- g) Residuo primario que se envía como carga a las plantas de destilación al vacío.

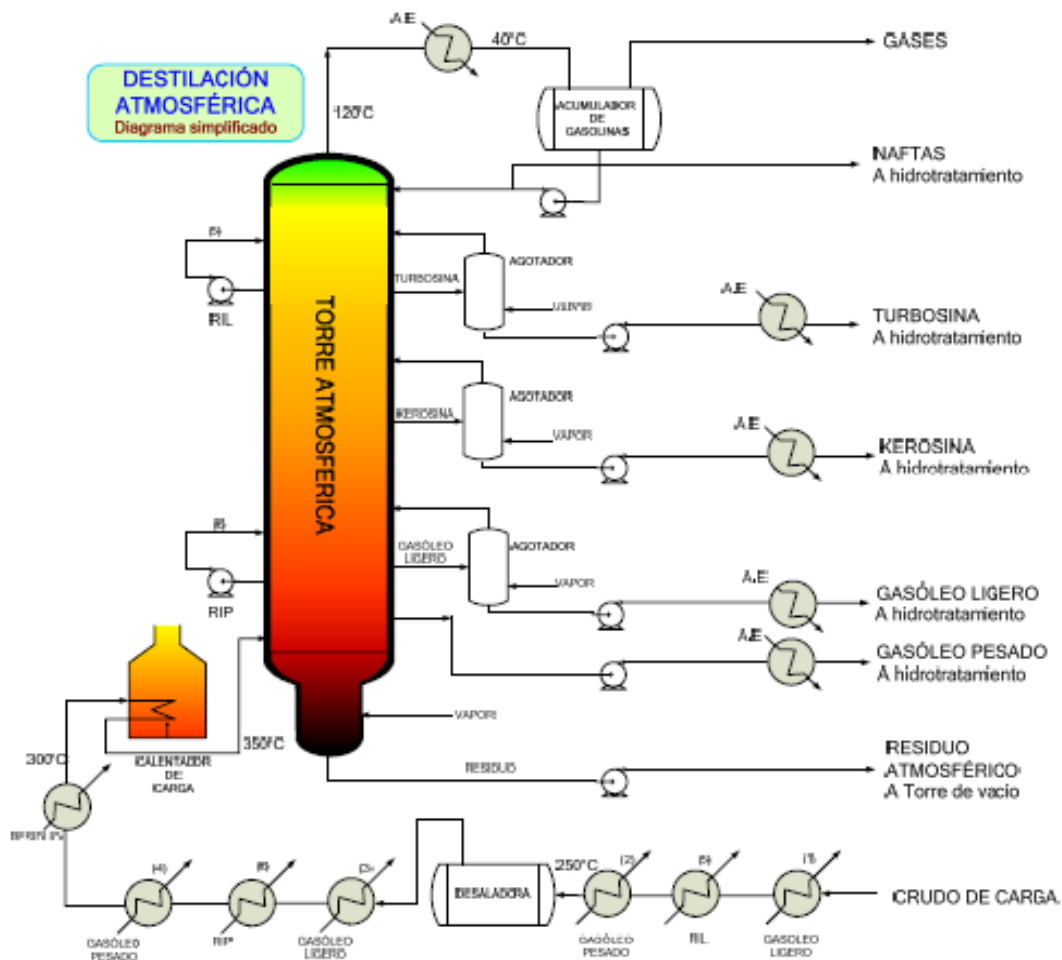
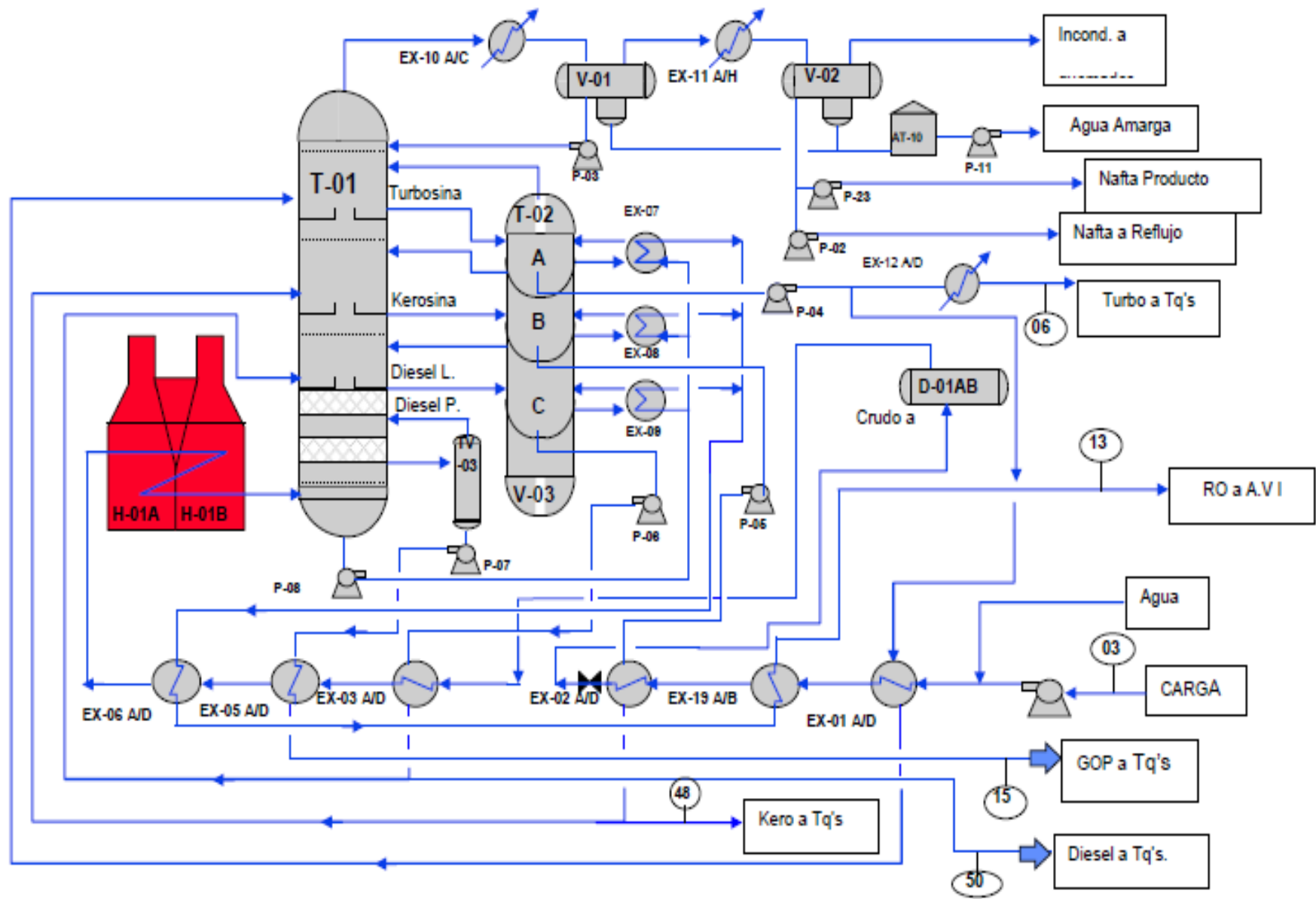


Diagrama 1. Planta de destilación atmosférica (primaria I) simplificada

Diagrama de Proceso de la Destilación de la Planta Primaria I



4.3 Descripción del Proceso de la Planta de Destilación a Alto Vacío I

La refinería cuenta con dos plantas de destilación al alto vacío diseñadas para procesar 75 y 90 mb/d cada una de residuo primario (carga) siendo su capacidad mínima de operación de 37,500 BPD (50% de carga total). Se tiene la facilidad de recibir la corriente de residuo atmosférico caliente, directamente de la unidad de destilación primaria, sin pasar a tanques de almacenamiento, aprovechándose de esta manera el calor del residuo primario. El residuo se hace pasar por los calentadores de fuego directo para alcanzar la temperatura de destilación y posteriormente ser enviados a la torre de destilación al alto vacío de donde se obtiene:

- Gasóleo ligero y pesado de vacío que se envían como carga a las plantas catalíticas.
- Residuo de vacío que se envía como carga a la planta reductora de viscosidad, y a tanques para la preparación de combustóleo y asfalto.

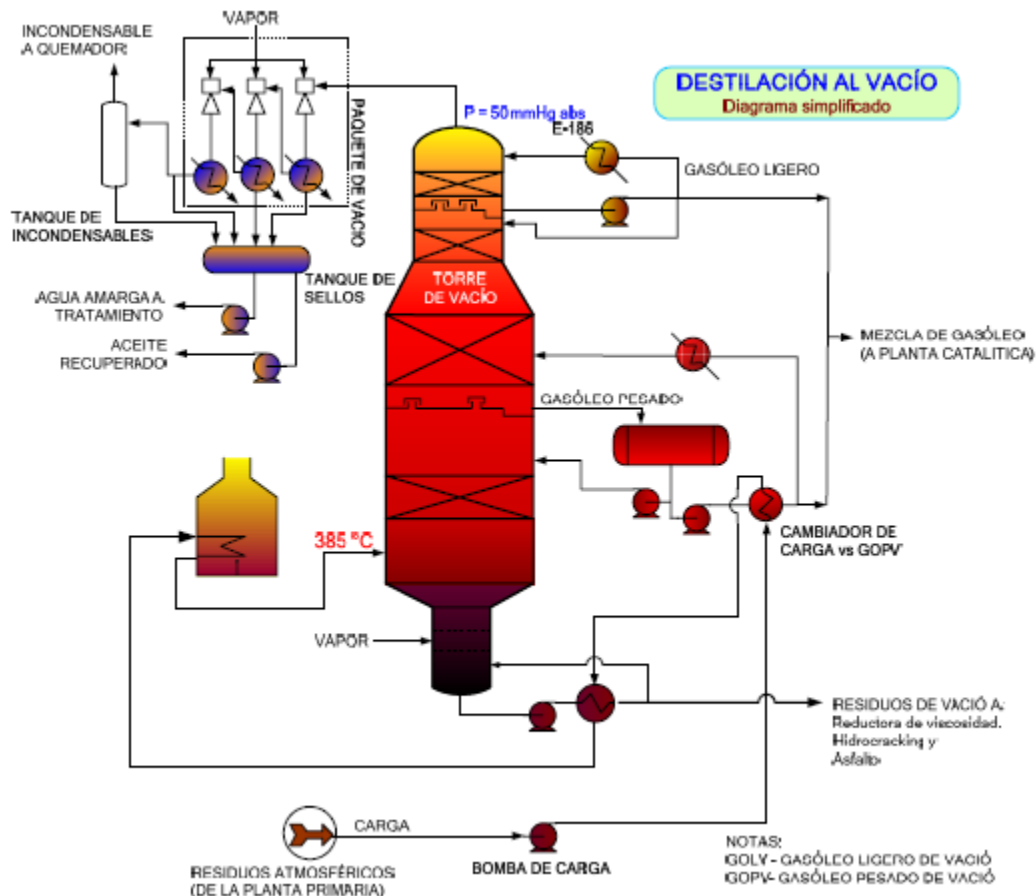
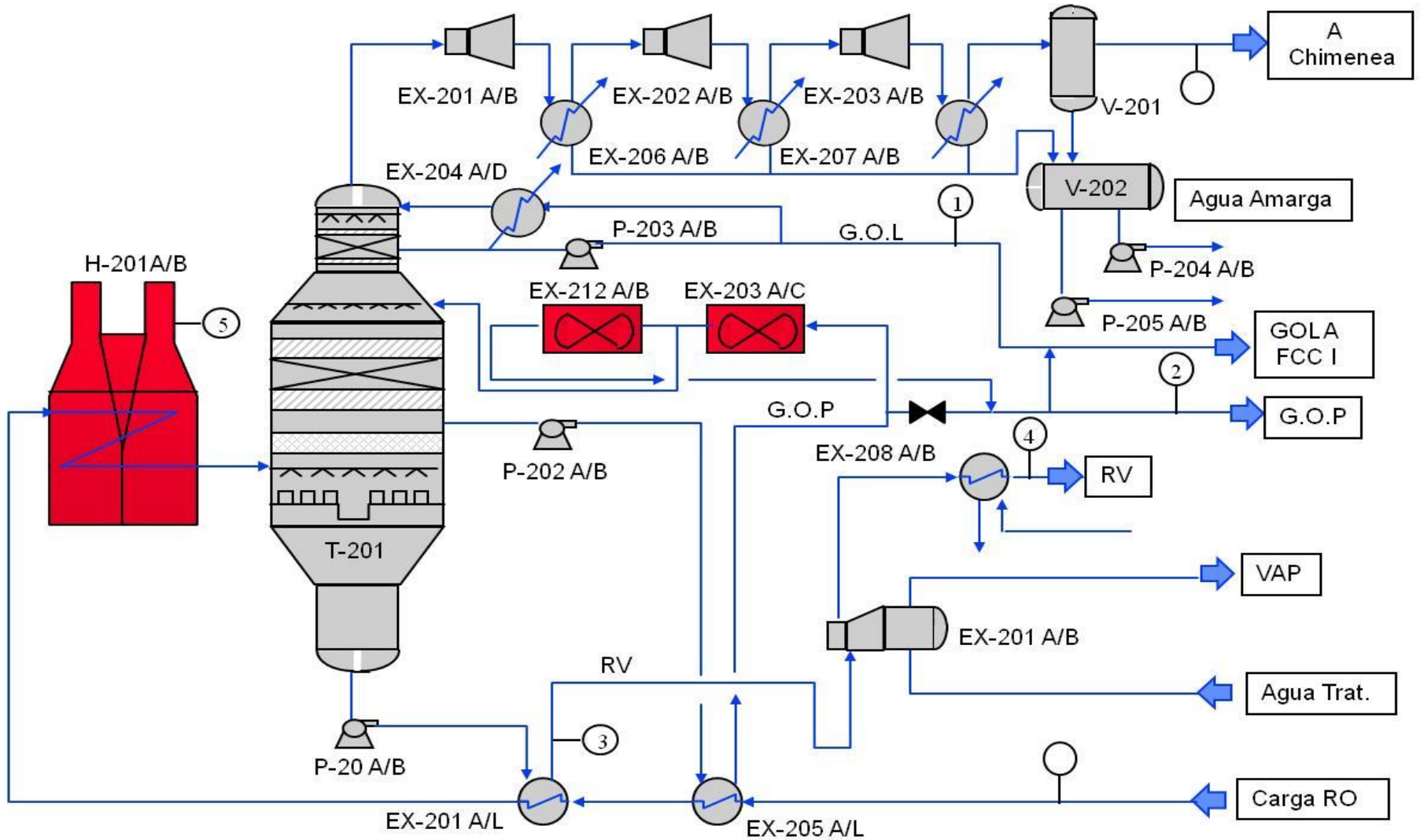


Diagrama 2. Planta a alto vacío (primaria I) simplificada

Diagrama de Proceso de la Destilación a Alto Vacío No 1



5. ANÁLISIS DE LABORATORIO DE ACUERDO A LOS MÉTODOS ASTM-D

En el siguiente cuadro se presentan los nombres de los análisis realizados al crudo y a los productos de la planta primaria I, y que se presentaran en este trabajo.

NÚMERO DE PROCEDIMIENTO	NOMBRE	ASTM
332-42240-PO-002	Método estándar para el número de octano de investigación del comb. Para motor	D-2699
332-42210-PO-008	Determinación del punto de escurrimiento de productos del petróleo	D-97
332-42210-PO-010	Determinación de corrosión al cobre por productos del petróleo	D-130
332-42210-PO-011	Determinación de color Saybolt	D-156
332-42210-PO-012	Determinación de prueba doctor en combustibles y solventes	D-4952
332-42210-PO-014	Gravedad °API del petróleo crudo y productos del petróleo (Método del hidrómetro)	D-287
332-42210-PO-018	Destilación de productos del petróleo y combustibles líquidos a presión atmosférica	D-7345
332-42210-PO-019	Determinación de punto de congelación de combustibles de aviación	D-7153
332-42210-PO-029	Determinación del punto de nublamiento en aceites del petróleo	D-2500
332-42240-PO-004	Destilación de productos del petróleo a presiones reducidas	D-1160
332-42240-PO-006	Destilación técnica del petróleo crudo	D-2892
332-42220-PO-005	Azufre en petróleo crudo y productos del petróleo por espectrofotometría fluorescente	D-4294
332-42220-PO-024	Azufre mercáptanico en gasolinas, kerosinas, turbosinas, y combustibles destilados	D-3227

Cabe mencionar que el número de procedimientos que se realizan en el laboratorio de la refinería Ing. Antonio Dovalí Jaime asciende a los 240 procedimientos, por lo cual en este trabajo solo se presenta una parte.

Esto debido a que el proyecto está apegado a solo una planta que es a la planta primaria I, de las 14 que realmente operan en la refinería.

5.1 Estándares para la clasificación de producto dentro de norma.

En la siguiente tabla se presenta algunos parámetros de calidad que deben de cumplir los productos derivados del petróleo.

PRODUCTO	Características	RANGO DE ESPECIFICACIÓN	
		Mínimo	Máximo
GASOLINA	Gravedad específica 20/4	-	0.7157
	Densidad a 60 °F (°API)	-	68.1
	Color saybolt	30	30
	Corrosión al cobre 3 Hrs	1ª	1ª
	Prueba doctor	Negativa	Negativa
	Azufre (ppm)	-	0.0459
	Índice de octano	87	-
	Destilación		
	TIE	50	-
	TFE	-	190
TURBOSINA	T (°C) congelamiento	-	-47
	Azufre	-	-
	Gravedad específica 20/4	0.772	0.837
	Color	30	30
	Destilación		
	TIE	160	-
	10 %	170	205
	TFE	220	300
	Residuo de la destilación	-	1.5
	Azufre mercaptanico	-	0.003
DIÉSEL	Corrosión al Cobre 2 Hrs	-	1
	Prueba Doctor	Negativa	Negativa
	T (°C) al 90%	340	360
	T (°C) de escurrimiento	-	-
	T (°C) de nublamiento	-	-
	Azufre % (peso)	-	1.2
	Azufre	-	-
GOL	°API	-	27.4
	Azufre	45	-
	T (°C) de inflamación	45	-
	Gravedad específica 20/4	-	0.9325
	Color	-	2.5
GOP	Destilación		
	TFE	-	-
	Gravedad específica 20/4	0.8696	0.9138

Tabla 6. Especificaciones de productos derivados del petróleo obtenidos a partir de las plantas de destilación I

5.2 Explicación de cada procedimiento

Procedimiento 332-42240-PO-001 Método Estándar para el Número de Octano Motor del Combustible para Motor de encendido por Chispa

Objetivo:

Determinar las características de golpeteo, en términos de número de octano experimental (F2), de las gasolinas de corrientes de proceso y tanques finales aplicando la operación adecuada de máquinas de combustión interna con motor CFR.

Alcance:

Este procedimiento tiene un intervalo de medición de 40 a 120 números de octano experimental MON (F-2).

Norma que cumple:

Norma oficial mexicana NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental

Materiales y Equipos:

- Máquina de un cilindro con motor CFR, accesorios e instrumentación montados en una base estacionaria de acuerdo al método ASTM D-2700.
- Baño de circulación y enfriamiento, para muestras ligeras.
- Aceite lubricante SAE-30
- Iso octano grado combustible de referencia primario
- n-Heptano grado combustible de referencia primario
- Mezcla de Combustible de Referencia (Iso octano – n-Heptano) de acuerdo al número de octano de la muestra.
- Tolueno grado combustible de referencia primario.
- Hielo en trozos
- Agua Destilada
- Anticongelante
- Conjunto de buretas calibradas capacidad de 200 mL con tolerancia máxima de $\pm 0.2\%$ acondicionadas y equipadas con una válvula expendedora.
- Botellas tipo winkler oscura de 300 mL con tapón esmerilado
- Herramientas especiales para el mantenimiento de la máquina
- Bujías Champion D 16

Procedimiento

1. Revisar la maquina antes de su encendido
2. Encender la maquina
3. Observaciones y ajustes durante el periodo de calentamiento de la unidad
4. Verificación de la compresión del equipo
5. Inspección y prueba
6. Obtención de resultados y para de la maquina

Procedimiento 332-42210-PO-008 Determinación del punto de escurrimiento de productos del petróleo

Objetivo:

Determinar el punto de escurrimiento en productos derivados del petróleo como el diésel y combustóleo en forma confiable, aplicando las medidas de seguridad para proteger la integridad física de los analistas, así como, tomar las medidas de protección al medio ambiente.

Alcance:

Este método de prueba esta propuesto para uso en cualquier producto del petróleo.

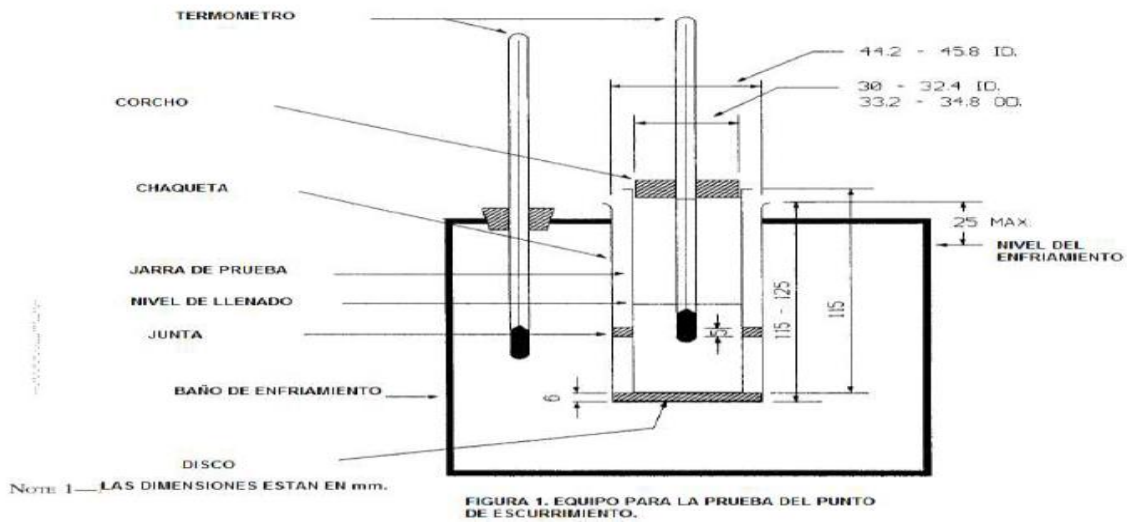
Materiales y Equipos:

- Recipiente de prueba cilíndrico, de vidrio claro, fondo plano, de acuerdo a la figura.
- Tapón de corcho, apropiado para el recipiente de prueba, perforado centralmente para colocar el termómetro de prueba.
- Chaqueta hermética, cilíndrica, metálica, de fondo plano de acuerdo a Figura.
- Disco, de corcho o fieltro, de 6 mm de espesor para adecuarlo fácilmente en el interior de la chaqueta.
- Termómetro.- ASTM 5 C (-38 a +50 °C), ASTM 6C (-80 a +20 °C) y 61C (+32 a +127°C).
- Empaque, de hule o cuero que sea lo suficientemente elástico para adherirse al tubo de prueba, para prevenir que éste toque la chaqueta.
- Baño de enfriamiento automático marca Lawler MODEL 644

Procedimiento

1. Antes de iniciar la prueba de punto de escurrimiento verificar el termómetro a punto de hielo (0° C). Debe cumplir con la exactitud de +/- 1 °C, en caso contrario utilizar otro termómetro. Registrar la lectura observada.
2. Escurrir la muestra dentro del recipiente de prueba hasta la marca de nivel. Cuando sea necesario, calentar la muestra en un baño con agua, solo lo suficientemente necesario, para que el aceite pueda escurrirse dentro del tubo de prueba.
3. Tapar el recipiente de prueba con el tapón de corcho adaptado a un termómetro, de tal forma que el termómetro quede en el centro del tubo de prueba y que el inicio del capilar del bulbo este 3 mm abajo de la superficie de la muestra.
4. Colocar el disco en el fondo de la chaqueta y el anillo alrededor del tubo de prueba a 25 mm del fondo hacia arriba, ver que el disco empaque y el interior de la chaqueta estén limpios y secos. Insertar el tubo de prueba en la chaqueta. Para mayor referencia ver Fig. 1.

Nota: Nunca colocar el tubo directamente dentro del medio de enfriamiento. Colocar el ensamble con la muestra en el baño a 0 ± 1.5 °C



5. Después de que la muestra ha sido enfriada para permitir la formación de cristales de parafina, tener mucho cuidado de no mover la masa de muestra, no permitir que el termómetro se mueva en la muestra, cualquier disturbio de la red esponjosa de cristales de parafinas conducirá a resultados bajos y erróneos.
6. Empezar a examinar la apariencia de la muestra cuando esté a 9 °C arriba del punto de ecurrimiento esperado (estimado en múltiplos de 3 °C).
7. Remover el tubo de prueba de la chaqueta, limpiar la humedad condensada que limita la visibilidad limpiando la superficie con un paño de algodón limpio humedecido con alcohol. Inclinar lentamente el tubo de prueba observando si hay algún movimiento de la muestra en el tubo de prueba. La operación completa de remover, secar y restituir debe hacerse en no más de 3 segundos.
8. Si la temperatura de la muestra ha sido llevada a $+9$ °C y no cesa de fluir, transferir el tubo de prueba a otra chaqueta en el baño de -18 ± 1.5 °C. Si la muestra alcanza los -6 °C y continua fluyendo la muestra, pasarla al baño de -33 ± 1.5 °C, si se continua el enfriamiento hasta -24 o -42 ± 1.5 °C sin que deje de fluir, mover el tubo a los baño de -51 y -69 ± 1.5 °C respectivamente.

Procedimiento 332-42210-PO-010 Determinación de corrosión al cobre por productos del petróleo

Objetivo:

Evaluar el grado de corrosividad a la placa de cobre por compuestos de azufre en los productos del petróleo cuya presión de vapor Reid no sea mayor de 18 Lb/plg².

Alcance:

Se aplica a productos del petróleo como gasolinas alquilado, turbosinas, solventes, kerosinas, diésel, aceites lubricantes, y otros, obteniéndose valores desde 1A hasta 4C.

Norma que cumple:

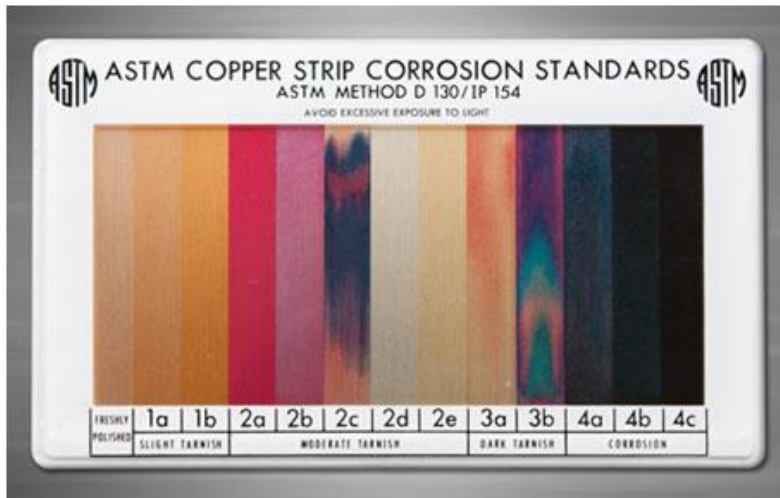
Norma Oficial Mexicana NOM-L19-CT-1981, productos derivados del petróleo-combustible diésel-determinación de la corrosión (método de manchado en la lámina cobre)

Materiales y Equipos:

- Tubo de prueba de vidrio de 25 mm de diámetro por 150 mm de longitud.
- Baño de agua o aceite provisto de regulador capaz de mantener la temperatura constante a $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ó $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Con un soporte para sujetar los tubos de prueba en posición vertical y sumergidos a una profundidad aproximada de 100 mm.
- Termómetro de 12 C
- Soporte para el pulido de láminas. Para sostener la lámina de cobre firmemente.
- Lámina de cobre de 99,9% de pureza de $12,5 \pm 2$ mm de ancho, 1,5 a 3,2 mm de espesor, 75 ± 5 mm de largo, de superficie lisa y de temple rígido.

Procedimiento

1. Para diésel, agitar la muestra para homogenizar. Colocar 30 ml de la muestra completamente libre de agua en suspensión dentro del tubo de prueba limpio y seco de 25 mm, se coloca en este la lámina de cobre, se tapa con tapón de corcho y se coloca en el baño de prueba (agua) a $50 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.
2. Colocar una etiqueta indicando la hora de entrada y salida de la muestra.
3. Se debe evitar que la luz fuerte penetre directamente al tubo de prueba.
4. Después de 3 horas retirar el tubo del equipo y examinar la lámina de cobre de acuerdo a su color.
5. Para la turbosina se hace exactamente lo mismo con la diferencia que es en un baño de prueba (aceite) a una temperatura de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 2 horas.
6. Comparar la lámina con estándares de color por el método ASTM.



Procedimiento 332-42210-PO-011 Determinación de color Saybolt

Objetivo:

Determinar el color a productos claros del petróleo para evaluar su calidad y detectar una posible contaminación aplicando las medidas de seguridad.

Alcance:

Se aplica a gasolinas, turbosinas, nafta, kerosina y aceites claros, se obtienen valores en la escala desde +30 hasta (más claro) hasta -16 (más oscuro).

Equipo y Material:

- Cromómetro Saybolt, constituido por tubos para la muestra y estándar, sistema óptico, discos de color estándar, fuente luminosa.
- Colorímetro automático Lovibond serie PFXi (Para determinar color por los métodos ASTM-D 1500, 156 y 1209).

Procedimiento

1. Conectar la lámpara de luz de día del equipo a una línea de 110 volts.
2. Verificar que el tubo de vidrio para la muestra y los estándares estén limpios.
3. Colocar en su posición correcta el espejo y la lámpara.
4. Llenar el tubo de prueba con una porción de la muestra.

Nota: Si se observa arrastre de humedad en la muestra, filtrarla previamente.

5. Llenar el tubo nuevamente con la muestra y se compara con el disco estándar apropiado para determinar el color.

Procedimiento 332-42210-PO-012 Determinación de prueba doctor en combustibles y solventes

Objetivo:

La detección cualitativa de mercaptanos así como proporcionar información sobre la presencia de ácido sulfhídrico y azufre elemental en las muestras analizadas por este método.

Alcance:

Este procedimiento se aplica a combustibles de motor, kerosinas y productos del petróleo similares. Este procedimiento también provee información sobre sulfuros de hidrógeno y azufre elemental que puedan estar presentes en estos tipos de muestras.

Norma que cumple:

Norma Oficial Mexicana NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental.

Materiales y Equipos:

- Probeta graduada de 25 mL con tapón esmerilado

Reactivos:

- Azufre en polvo sublimado
- Solución doctor (Plumbito de sodio)
- Solución de Yoduro de Potasio
- Solución de ácido acético
- Solución indicadora de almidón

Preparación de solución doctor

1. Disolver aproximadamente 125 g de Hidróxido de Sodio (NaOH) en un litro de agua destilada.
2. Adicionar 60 g de Monóxido de Plomo (PbO) y agitar vigorosamente por 15 minutos.
3. Dejar asentar con agitaciones ocasionales por lo menos un día.
4. Decantar la solución pasándola a un frasco limpio
5. Si la solución no está totalmente clara, filtrar a través de un papel filtro

Procedimiento

1. Mezclar 10 mL de la muestra con 5 mL de solución doctor en una probeta graduada de 25 mL con tapón.

Nota: Si la solución no está clara se deberá filtrar antes.

2. Agitar vigorosamente la mezcla durante 15 segundos.
3. Adicionar una pequeña cantidad de azufre puro, de tal manera que todo flote en la interface entre la muestra y la solución de plumbito de sodio.
4. Agitar nuevamente por 15 segundos, dejar asentar.
5. Observar la reacción ocurrida y determinar el resultado de la prueba.

Procedimiento 332-42210-PO-014 Gravedad °API del petróleo crudo y productos del petróleo (Método del hidrómetro)

Objetivo:

Determinar la gravedad API en petróleo crudo y productos del petróleo por medio de un hidrómetro de vidrio, para efectos de conversión de medición de volumen y conocimiento de la calidad del crudo.

Alcance:

El método del hidrómetro, es aplicable para la determinación de la gravedad API del petróleo crudo y productos del petróleo normalmente manejados como líquidos y que tengan una presión de vapor Reid de 14.696 Lb/plg².

Norma que cumple:

Norma Oficial Mexicana de Emergencia NMX-EM-005-CRE-2015. Especificaciones de calidad de petrolíferos.

Materiales y Equipos:

- Hidrómetros con escala en grados API conforme a las especificaciones ASTM
- Termómetro 12F (-5 a 215 °F)
- Probeta de metal o vidrio, el diámetro interior deberá de ser 25 mm mayor que el diámetro exterior del hidrómetro usado.

Procedimiento

1. Transferir la muestra a una probeta limpia, inclinar la probeta para evitar la formación de burbujas de aire y reducir al mínimo la evaporación de los componentes volátiles de la muestra.
2. Tomar precauciones con respecto a la temperatura para que no varíe de forma drástica.
3. Colocar el termómetro dentro de la probeta y agitar para asegurar una temperatura uniforme, retirar el termómetro y elegir el hidrómetro a utilizar el cual debe estar limpio y seco e introducirlo suavemente dentro de la muestra.
4. Tomar la lectura del hidrómetro cuando este en reposo.

Procedimiento 332-42210-PO-018 Destilación de productos del petróleo y combustibles líquidos a presión atmosférica

Objetivo:

Determinar cuantitativamente las características del rango de ebullición en destilados del petróleo a presión atmosférica, utilizando equipos automáticos (micro destiladores).

Alcance:

Este método de prueba se aplica a productos como destilados ligeros y medios, con un intervalo de ebullición de 20 a 400 °C a presión atmosférica, también es aplicado para los hidrocarburos con un reducido rango de ebullición como los disolventes orgánicos o compuestos oxigenados, nafta, turbosina, kerosina, diésel, de regular y baja concentración de azufre.

Norma que cumple:

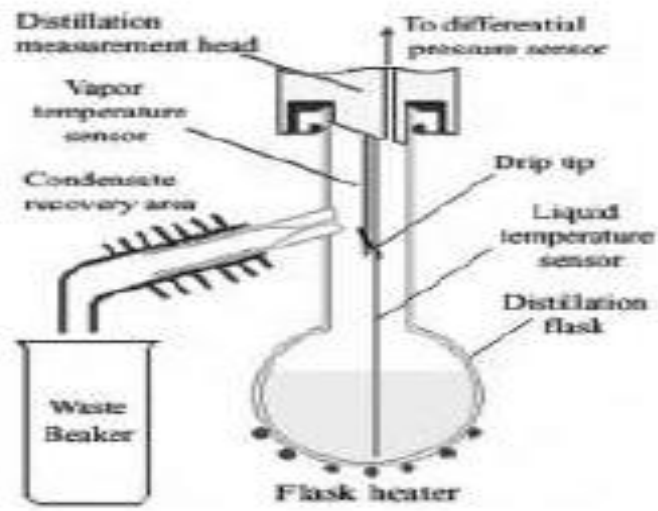
NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-016-CRE-2016, ESPECIFICACIONES DE CALIDAD DE LOS PETROLÍFEROS

Materiales y Equipos:

- Unidad de destilación automática cuyos componentes son:
 - Matraz de destilación de 10 cc
 - Jeringa de vidrio o de plástico con capacidad de 10 mL
 - Vaso de vidrio de desechos aprox. De 200 mL
 - Vaso de precipitado de 40 mL
 - Dispensador de perlas de ebullición
 - Solventes de limpieza, para limpiar y secar el matraz de prueba

Procedimiento

1. Enjuagar el equipo dos veces con la muestra a analizar.
2. Tomar 10 mL de muestra con una jeringa e introducirlo en el matraz balón.
3. Colocar un vaso de precipitado para recibir todo el destilado.
4. Colocar el matraz cuidadosamente a la cabeza de medición del destilador hasta observar que embono de buena forma.
5. Colocar el brazo del matraz dentro del sello del tubo condensador oprimiendo el seguro.
6. Presionar el liberador del elevador del bloque de calentamiento.
7. Cerrar el gabinete colocando la tapa protectora.
8. Se programa el equipo e inicia la destilación.
9. Esperar a que el equipo arroje los resultados.



Procedimiento 332-42210-PO-019 Determinación de punto de congelación de combustibles de aviación

Objetivo:

Determinar la temperatura de congelación de los combustibles de aviación, en condiciones seguras para el operador y cuidando de no contaminar el medio ambiente.

Alcance:

Este procedimiento solo es aplicable en los combustibles de aviación y cubre el rango de temperatura de -80 a 20 °C.

Norma que cumple:

NORMA Oficial Mexicana NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental.

Materiales y Equipos:

- Equipo automático marca ISL modelo FZP 5G
- Jeringas de 10 mL de capacidad
- Papel absorbente
- Vaso de precipitado de 400 mL de capacidad

Procedimiento

1. Encender el equipo
2. Antes de iniciar este análisis purgar dos veces el equipo con la muestra a analizar.
3. Tomar 10 mL de muestra utilizando la jeringa exclusiva para este uso e insertar en el equipo.
4. Se presiona la tecla "PRODUCT" y se selecciona el producto a analizar.
5. Se presiona el botón "OK" para iniciar el análisis, enseguida se inyecta la muestra contenida en la jeringa (que ya está insertada en el equipo).
6. La prueba finaliza cuando deja de parpadear la luz verde y se escucha un sonido, que indica que el análisis ya terminó.
7. Tomar la lectura del resultado.



Procedimiento 332-42210-PO-029 Determinación del punto de nublamiento en aceites del petróleo

Objetivo:

Determinar el punto de Nublamiento de productos del Petróleo, estableciendo condiciones seguras para el analista y de protección al medio ambiente.

Alcance:

Este procedimiento se emplea para determinar el punto de nublamiento en productos del petróleo transparentes, en capas de 40 mm en espesor y con un punto de nublamiento abajo de 49 °C.

Norma que cumple:

NORMA Oficial Mexicana NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental.

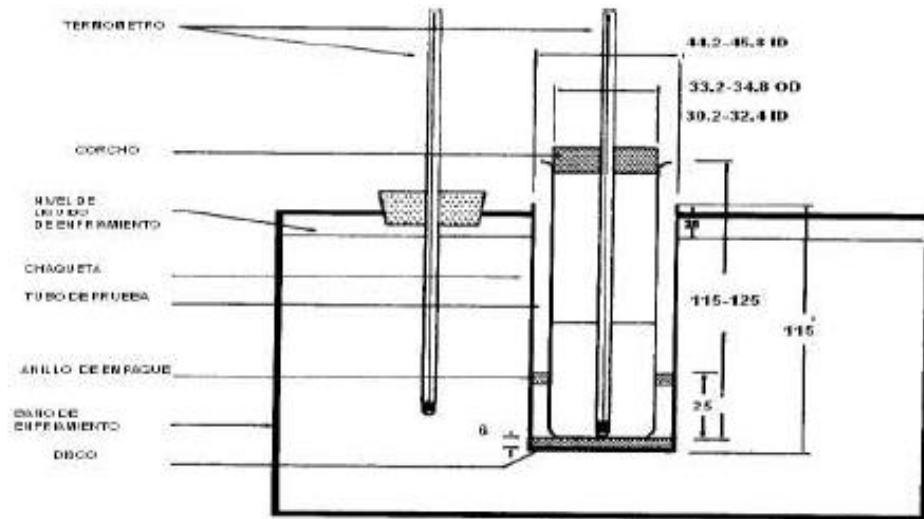
Materiales y Equipos:

- Tubo cilíndrico de vidrio transparente de fondo plano de 33.2 a 34.8 mm de diámetro exterior, 115 a 125 mm de altura y diámetro interior de 30 a 32.4 mm con un grosor no mayor a 1.6 mm.
- Termómetros ASTM 5C (-38 a 50 °C) o 6C (-80 a 20 °C)
- Tapón de corcho con horadación central para el termómetro
- Chaqueta metálica o de vidrio
- Disco de corcho o filtro de 6 mm de grosor apropiado para colocarse dentro de la chaqueta
- Baño de enfriamiento que mantenga la temperatura requerida con soporte firme para mantener la chaqueta en posición vertical

Procedimiento

1. Colocar la muestra en el tubo de vidrio, 1/3 parte aprox.
2. Tapar el tubo herméticamente con un corcho e introducirle un termómetro 5C.
3. Verificar que el disco, empaque y el interior del fondo de la chaqueta estén secos y limpios. Colocar el disco en el fondo de la chaqueta. La chaqueta con el disco deben permanecer un mínimo de 10 minutos dentro del líquido de enfriamiento antes de colocar el tubo de prueba.
Colocar el empaque alrededor del tubo de prueba, a una distancia de 25 mm de la parte inferior. Se coloca el tubo de prueba dentro de la chaqueta. Nunca se debe colocar el tubo de prueba directamente dentro del líquido de enfriamiento.
4. Mantener la temperatura del baño de enfriamiento de $0^{\circ}\text{C} \pm 1,5^{\circ}\text{C}$.
5. Retirar el tubo de prueba rápidamente de la chaqueta, sin mover el aceite, cada grado centígrado de descenso en la temperatura del termómetro, inspeccionar si en la muestra hay nublamiento. Si no presenta nublamiento colocar nuevamente el tubo en la chaqueta.

6. Reportar la temperatura de nublamiento con aproximación 1.0 °C, al notar la formación de una nube en el fondo del tubo de prueba, el cual es confirmado por enfriamiento continuo.



Procedimiento 332-42240-PO-004 Destilación de productos del petróleo a presiones reducidas

Objetivo:

Este procedimiento es realizado para obtener las temperaturas de ebullición de los productos pesados del petróleo que no pueden ser destilados a presión atmosférica ya que se descompondrían, tal como gasóleos pesados atmosféricos, gasóleos ligeros y pesados de vacío, también se utiliza para obtener el volumen recuperable a 1000 °F de los residuos atmosféricos y de vacío.

Alcance:

Este procedimiento cubre la determinación de las temperaturas de ebullición de los productos del petróleo a presiones reducidas en un rango tal que puedan ser total o parcialmente vaporizados a una temperatura del líquido de 400 °C. La presión absoluta varía en un rango de 50 a 1 mm de Hg.

Materiales y Equipos:

- Ensamble del equipo de destilación al vacío.
- Matraz de 500 mL de capacidad, de vidrio de borosilicato o de cuarzo con termopozo.
- Columna de vidrio de borosilicato
- Condensador de vidrio de borosilicato
- Probeta recibidora de producto graduada desde el fondo para contener un volumen total de 200 mL.
- Adaptador para el termocople y el vacío, construido de borosilicato de vidrio.
- Termocople de hierro firme de medida 28 ó 30, recubierto ligeramente de vidrio, tipo "J".
- Calentador.- Debe ser un manto cubierto en la parte superior con una chaqueta de aislamiento con abertura apropiada para el matraz de 500 mL.
- Regulador de temperatura.
- Termómetro para detectar cambios de temperatura a lo largo de un rango de 0 a 400 °C.
- Termómetro ASTM 3C puede ser usado en lugar del termocople.
- Termómetro ASTM 8C, para ser utilizado en el termo pozo del matraz.
- Sistema de medición de vacío capaz de medir presiones absolutas con una exactitud de ± 0.5 mm de Hg a una presión de 5 mm de Hg y menores, en el rango de 5 a 50 mm de Hg se requiere una exactitud de ± 0.1 %.
- Sistema de regulación de vacío, capaz de mantener el sistema de presión constante entre ± 1 % de presión absoluta a 10 mm Hg o mayor y entre ± 0.1 mm de Hg a bajas presiones.
- Sistema de recirculación de enfriamiento, capaz de suministrar enfriamiento al recibidor y sistema de condensación a una temperatura controlada entre ± 3 °C en un rango de 32 a 78 °C.
- Bomba de vacío
- Pinzas para matraz de acero inoxidable para diámetros de 23 a 38 mm

- Guantes para alta temperatura

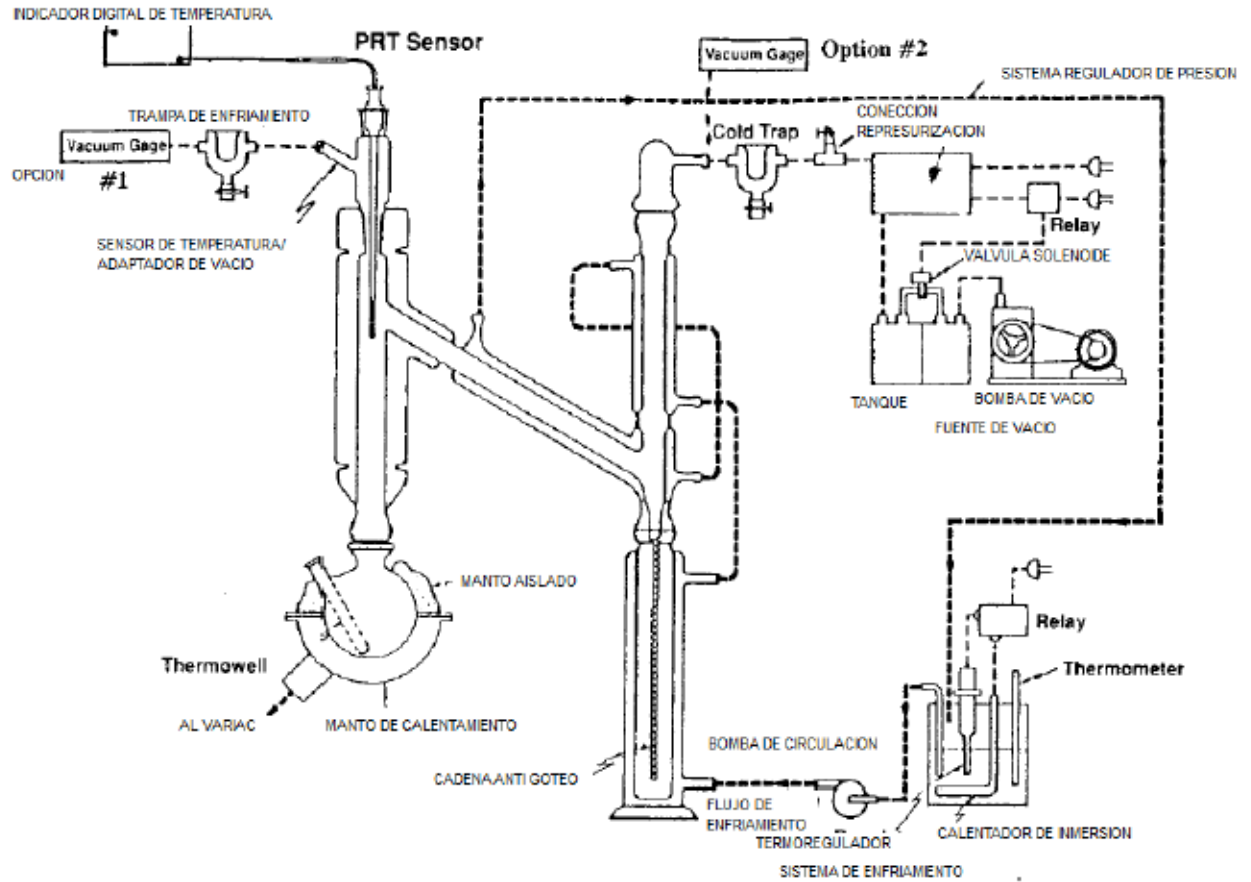
Procedimiento

1. La muestra debe estar libre de humedad y cuando sea necesario deshidratarla, excepto el residuo de vacío y residuos primarios estos se deben desechar y mandar a pedir una nueva muestra.
2. Encender el baño del sistema de enfriamiento y recirculación, y controlar a una temperatura de $70 \pm 1^\circ\text{C}$.
3. Determinar la densidad relativa de la muestra a 70°C , y multiplicarla por 200 mL, para obtener los gramos de muestra a pesar (Equivalentes a 200 mL) en el matraz de destilación.
4. Limpiar la boca del matraz y posteriormente lubricar las juntas esféricas del aparato de destilación con grasa para alto vacío.
5. Ensamblar el matraz a la columna y la probeta al condensador.
6. En el fondo del termo pozo del matraz colocar termómetro ASTM 8C.
7. Verificar que el medidor de vacío este en la línea de referencia y arrancar la bomba de vacío.
8. Colocar el manto de calentamiento con la chaqueta de aislamiento y mediante un regulador de temperatura aplicar calentamiento inicial al matraz, sin causar espuma en la muestra. Este calentamiento inicial dependerá del producto a analizar, a continuación se da un % aproximado de calentamiento para cada muestra, dicho porcentaje es ajustado mediante el regulador de temperatura. GPP: 64 % aprox, GOL: 64 % aprox, GOP: 66 % aprox, RO: 68 %, RV: 70 % aprox, CF: 64 % aprox y AD: 60 % aprox.
9. Tan pronto como el vapor o reflujo líquido aparezca en la punta entre el matraz y la columna, ajustar la velocidad de calentamiento de modo que el destilado sea recuperado a una velocidad uniforme de 6 a 8 mL/min.

NOTA: Es muy difícil alcanzar la velocidad de destilación de 6 a 8 ml/min. Al principio de la destilación, pero después del 10 % de recuperado debe cumplirse.

10. Registrar la temperatura del vapor a la vez que se observa la presión en cada porcentaje de volumen (T.I.E., 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 95 y T.F.E.) .
11. Para los residuos de vacío las lecturas son T.I.E., 5 %, 10 % y la lectura alcanzada en Volumen a 1000°F (307°C a 1mmHg), en caso de que no alcance dicha temperatura se registra la T.F.E y el porcentaje de volumen recuperado.
12. Si la temperatura del líquido alcanza 400°C o si los vapores alcanzan la temperatura máxima antes de que se observe el punto final, registrar la temperatura y el volumen recuperado y discontinuar la destilación.
13. Al llegar a la temperatura final de ebullición o a la temperatura de corte, cortar el calentamiento.
14. Cerrar la válvula de alimentación de vacío.
15. Bajar el calentador del matraz unas cuantas pulgadas y enfriar el matraz (Se puede usar chorro de aire). Si es necesario desmantelar el aparato, hacerlo después de que se ha enfriado a menos de 93°C .

16. Depresionar teniendo la precaución de no permitir la entrada de aire mientras los vapores de la muestra están aún calientes, ya que se puede causar fuego o explosión.



Procedimiento 332-42240-PO-006 Destilación técnica del petróleo crudo

Objetivo:

Evaluar los rendimientos de las fracciones obtenidas de la destilación del Petróleo Crudo, para conocer sus características mediante una destilación técnica, empleando una columna con una eficiencia de 15 a 18 platos teóricos a temperaturas de corte preestablecidas.

Alcance:

Este método describe el procedimiento para destilar el petróleo crudo por medio de la destilación técnica que se realiza en dos partes, que son la destilación atmosférica y la destilación a vacío. En la destilación atmosférica se obtienen los productos más ligeros del crudo como los gases incondensables, licuables y la gasolina, en tanto que en la destilación a vacío se obtienen la kerosina ligera (turbosina), kerosina pesada, gasóleo ligero primario (diésel), gasóleo pesado primario, gasóleo ligero de vacío, gasóleo pesado de vacío y residuo primario.

Materiales y Equipos:

- Manto de calentamiento.
- Mantillo de calentamiento.
- Una banda de calentamiento para evitar la pérdida de calor en la columna de destilación.
- Variac (4) para el control de temperatura de la banda y los mantos de calentamiento.
- Bomba de vacío.
- Un matraz balón de 5000 mL de capacidad, con termo pozo.
- Un matraz balón de 2000 mL de capacidad, con termo pozo.
- Columna de destilación de 33" de longitud, 2.5 cm de diámetro de 15 platos reales, con unión superior de 29/42 y unión inferior de 29/42 para la destilación atmosférica.
- Columna de destilación de 33" de longitud, 2.5 cm de diámetro empacada con eficiencia de 15 a 18 platos teóricos, con unión superior de 29/42 y unión inferior de 29/42. Para la destilación al vacío.
- Condensador.
- Trampa tipo Dewar para recuperación de incondensables y licuables.
- Termómetro con unión esmerilada para el domo, y termómetro 8C para el fondo de cada columna.
- Baño de enfriamiento de recirculación continúa.
- Probetas de unión receptoras de destilados.
- Manómetro diferencial en U.
- Recipiente para recolección de licuables.
- Globo recolector de gases; para recolección de incondensables (cámara de balón)
- Probeta receptora con válvulas para la conexión y el manejo del vacío.

Procedimiento

Destilación atmosférica

1. Se requiere 3 litros de muestra de crudo para poder realizar esta prueba, en el cual debe estar a una temperatura no mayor a 10 °C.
2. Armar la columna de destilación atmosférica.
3. Una vez alcanzada la temperatura deseada del baño de enfriamiento, encender tanto el “variac” del mantillo como del manto de calentamiento girando el control y el indicador hasta 55 o 60, con esto se logra que los vapores alcancen la cima de la columna después de 20 a 50 minutos de iniciado el calentamiento.
4. Lo primero que se espera recolectar son los gases incondensables y el gas licuado, esto se logra colocando un recipiente cilíndrico de vidrio a la salida del destilado, el recipiente debe encontrarse dentro de un baño de enfriamiento por medio de una mezcla de CO₂ (hielo seco) y alcohol isopropílico, esto con el fin de condensar el gas licuado dentro del recipiente, dicho recipiente debe estar conectado a un globo recolector de gases.
5. Una vez que el globo se encuentre inflado, colocar nuevamente la pinza y retirar colocando un segundo globo, desechar el contenido del primero, si se llena el segundo globo retirarlo y poner un tercer globo. Al terminar la recuperación de gases incondensables, pasar el ultimo globo a cromatografía de gases para su análisis (este tiene una composición más representativa de los gases incondensables). Continuar con la extracción del gas licuable.
6. Continuar con la extracción del gas licuable hasta que caiga la primera gota de gasolina, entonces cerrar la válvula.
7. Registrar la temperatura por cada 1% Vol. de recuperado durante la destilación completa con el fin de elaborar la curva para el cálculo de la TBP: “TRUE BOILING POINT.
8. Registrar las temperaturas tanto del domo como del fondo al caer la primera gota que será tomada como temperatura inicial de ebullición de la gasolina; se sigue recopilando el destilado tomando las lecturas de los termómetros por cada 30 mL de destilado, esto equivalente al uno por ciento del volumen total de la muestra de crudo inicial.
9. Continuar la recuperación de destilado hasta que el termómetro del domo de la columna indique una temperatura de 10 °C aprox. < 190°C (Temperatura de corte de la gasolina), al llegar a este punto cerrar la válvula.

Nota: Cuando se realizan los cortes para determinar las especificaciones probables de los productos se debe de sacar una o dos probetas de 30 mL llamadas (colas) entre cada corte, para posteriormente destilar el producto obtenido y en caso de no llegar a la especificación deseada agregar una “cola” al producto para así repetir la destilación en el destilador “D 86” y obtener la temperatura final de ebullición deseada.

Las “colas” no utilizadas con este fin se deben agregar al producto siguiente inmediato.

Destilación a vacío

10. Montar el equipo de destilación al vacío.
11. Una vez frío el matraz de destilación, montarlo en el equipo poniendo grasa industrial en la unión así como colocar la pinza de unión correspondiente.
12. Prender el baño de enfriamiento de recirculación continua a una temperatura de 0 a 10 °C.
13. Revisar muy bien todas las uniones previniendo variaciones posibles en la presión.
14. Una vez inspeccionado el equipo encender la bomba de vacío, abrir la válvula de control totalmente, dejar que estabilice el vacío durante 5 minutos.
15. Regular la presión dentro del sistema con la válvula de control que se encuentra conectada a la bomba de vacío; de tal forma que sea de 28 a 32 mm Hg, esto se comprueba con las lecturas tomadas del manómetro diferencial en U que se encuentra conectado al equipo.
16. El "variac" debe indicar de 60 a 64, el destilado se continua recuperando igualmente en porcentajes hasta llegar a una Temperatura Atmosférica Equivalente (AET) en el domo de 10 °C aprox. < 250°C (Temperatura de corte de la Turbosina). Este se considera como corte 2 o de la kerosina ligera o turbosina.
17. Una vez terminada la kerosina ligera ó turbosina obtener una o dos colas.
18. Colocar un vacío de 10 a 18 mm Hg, el "variac" indicando de 70 a 72 y el baño a temperatura ambiente para empezar a obtener el gasóleo ligero primario hasta una temperatura en el domo de 10 °C aprox. < 370°C (Temperatura de corte del gasóleo ligero primario). Este se considera como corte 4 o del gasóleo ligero primario o diésel ligero.
19. Una vez terminado el diésel ligero obtener una o dos colas.
20. Apagar tanto el manto como el mantillo así como la bomba de vacío y destapar el matraz quitándole el manto de calentamiento, dejar enfriar a una temperatura de aproximadamente 200°C para traspasar el residuo a un matraz de 2000 mL.

Procedimiento 332-42220-PO-005 Azufre en petróleo crudo y productos del petróleo por espectrofotometría fluorescente

Objetivo:

Determinar el contenido de azufre por espectrofotometría fluorescente por energía dispersiva de rayos X, de acuerdo a las especificaciones del contenido de azufre en los productos del petróleo debido a que la calidad de muchos productos del petróleo está relacionada con la cantidad de azufre presente.

Alcance:

Este procedimiento cubre la determinación de azufre en un rango de 17 mg/ Kg a 4,6% en masa, en hidrocarburos tales como nafta, diésel, kerosina, aceites residuales, base de lubricantes, turbosina, crudos, aceites, gasolinas y algunos otros destilados.

Norma que cumple:

Norma Oficial Mexicana de Emergencia NMX-EM-005-CRE-2015. Especificaciones de calidad de petrolíferos.

Materiales y Equipos:

- Analizador de azufre por espectrometría fluorescente de la energía dispersiva de rayos X SFLA 2800
- Ensamblador de celdas
- Contenedor de muestras
- Película transparente que resista el ataque de la muestra a los rayos X
- Celdas de muestra
- Soporte ara celdas de muestras

Procedimiento

1. Agitar bien la muestra.
2. Preparar la celda de muestreo en un sitio adecuado.

Nota: Si se usan contenedores reusables, limpiarlos y secarlos antes de usarlo.

3. Llenar el contenedor con muestra por lo menos $\frac{3}{4}$ de su capacidad, dejar que las burbujas de aires causadas al mezclar, escapen.

Nota: Las muestras deberán ser analizadas inmediatamente después de vaciarlas a la celda.

Nota: Evitar tocar el interior del contenedor o alguna porción de la película de la ventana que es expuesta a los rayos X, ya que las huellas dactilares pueden afectar la lectura.

4. Colocar la película transparente (ventana Mylar) y ensamblar la celda.

Nota: Es esencial que la película este tirante y limpia ya que las arrugas pueden afectar la intensidad transmitida.

5. Voltrear el contenedor teniendo cuidado de que no se formen burbujas y colocarlo sobre el soporte adaptado para transportar los contenedores de muestra y verificar que no haya fugas de líquido.

6. Si el producto es muy volátil, tal que pueda romper la película transparente durante el análisis, hacer un pequeño orificio en la parte superior del contenedor.
7. Analizar las muestras con contenido de azufre en un rango de 0.000 a 0.100% masa en un tiempo de 200 a 300 segundos con 3 repeticiones.
8. Esperar a que el equipo arroje los resultados.
9. Retirar la celda con la muestra del equipo.

Procedimiento 332-42220-PO-024 Azufre mercaptánico en gasolinas, kerosinas, turbosinas, y combustibles destilados

Objetivo:

Determinar el contenido de azufre mercaptánico en gasolinas y turbosina para dar cumplimiento a las especificaciones de productos finales de Gasolina y Turbosina.

Alcance:

Este método cubre la determinación de azufre mercaptánico en destilados del petróleo como gasolinas, combustibles de aviación, kerosinas y destilados del petróleo conteniendo desde 0.0003 a 0.01% masa de azufre mercaptánico, libres de sulfuro de hidrógeno.

Normas que cumple:

Norma Oficial Mexicana de Emergencia NMX-EM-005-CRE-2015. Especificaciones de calidad de petrolíferos.

NORMA Oficial Mexicana NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental.

Materiales y Equipos:

- Sistema de titulación automático.
- Electrodo combinado (titrodo).
- Vaso de precipitado de 250 ml, con vertedero.
- Papel de prueba.- Papel filtro capaz de absorber la solución de acetato de plomo.(Advertencia.- Dañino a la salud, puede ser toxico cuando se inhala o se absorbe a través de la piel)
- Material de vidrio diverso de laboratorio.

Reactivos:

- Agua desionizada y destilada
- Solución estándar de yoduro de potasio 0.1 N.- Disolver 17 ± 0.01 g de yoduro de potasio en 100 mL de agua y diluir a 1 litro con agua destilada usando matraz volumétrico de 1 litro. Calcular la molaridad exacta como sigue:

$$N = \frac{W \times P}{PM \times 100}$$

Donde:

N = Concentración de la solución de yoduro de potasio en normalidad.

W = Cantidad pesada de yoduro de potasio, en g.

P = Pureza del reactivo de yoduro de potasio, en %

PM = Peso molecular del reactivo yoduro de potasio

Procedimiento

1. Medir 100 mL del solvente de titulación apropiado y colocarlos dentro de un vaso de titulación de tamaño apropiado. Colocar el vaso con solvente en una balanza granataria y tarar.

2. Pesar de 20 a 50 mL de la muestra dentro del vaso de titulación. Registrar el peso, éste es el peso que se introducirá al equipo de titulación.
3. Preparar el electrodo.
4. Inmediatamente colocar el vaso sobre la base del titulador, ajustar su posición para que el electrodo esté sumergido, casi a la mitad.
5. Verificar que el dosificador del titulador contenga solución de AgNO_3 0.01N y colocar la punta del dosificador de modo que quede sumergida aproximadamente una pulgada (25 mm) abajo de la superficie del líquido en el vaso.
6. Ajustar la velocidad de agitación para agitar vigorosamente sin salpicar
7. Iniciar la titulación en el sistema de titulación y esperar a que se establezca un potencial constante. Las lecturas usuales para presencia de mercaptanos están entre -250 y -350 mV. Es importante que la duración de la titulación sea lo más corta posible para evitar la oxidación de los compuestos de azufre, por el oxígeno de la atmósfera.
8. Si se van a analizar varias muestras, sumergir el electrodo un mínimo de 5 minutos en 100 mL de solvente de titulación que contenga 0.5 mL de solución AgNO_3 0.1 N, entre cada muestra.
9. Una vez terminadas las titulaciones, enjuagar bien el electrodo con alcohol, dejar que se elimine el exceso de alcohol y sumergir el electrodo en un vaso que contenga agua.

6. RESULTADOS DE LABORATORIO OBTENIDOS

Tabla 6. Contenido de Azufre (Planta Hidrodesulfuradora I)

Muestra		Ppm (mg/kg)	Ppm (mg/kg)
Gasolina	E Unidad 700	8460	7089
	S Unidad 700	250	1.8
Diésel	E Unidad 800	8279	8945
	S Unidad 800	284	424

Tabla 7. Medición de temperatura de las muestras (°C)

Muestras	Temp. 1	Temp. 2	Temp. 3
Gasolina amarga	25	25	25
Gasolina dulce	26	26	25
Gasolina reformada	26	26	26
Diésel	27	27	27

Tabla 8. Temperatura de congelamiento (°C)

Muestra	Temp. 1	Temp. 2	Temp. 3
Turbosina	-54.2	-54.2	-54.2

Tabla 9. Temperatura de escurrimiento (°C)

Muestra	Temp. 1	Temp. 2	Temp. 3
Diésel primaria I	0	0	0

Tabla 10. Temperatura de escurrimiento (°C)

Muestra	Temp. 1	Temp. 2	Temp. 3
Diésel Final	-18	-16	-16

Tabla 11. Punto de nublamiento

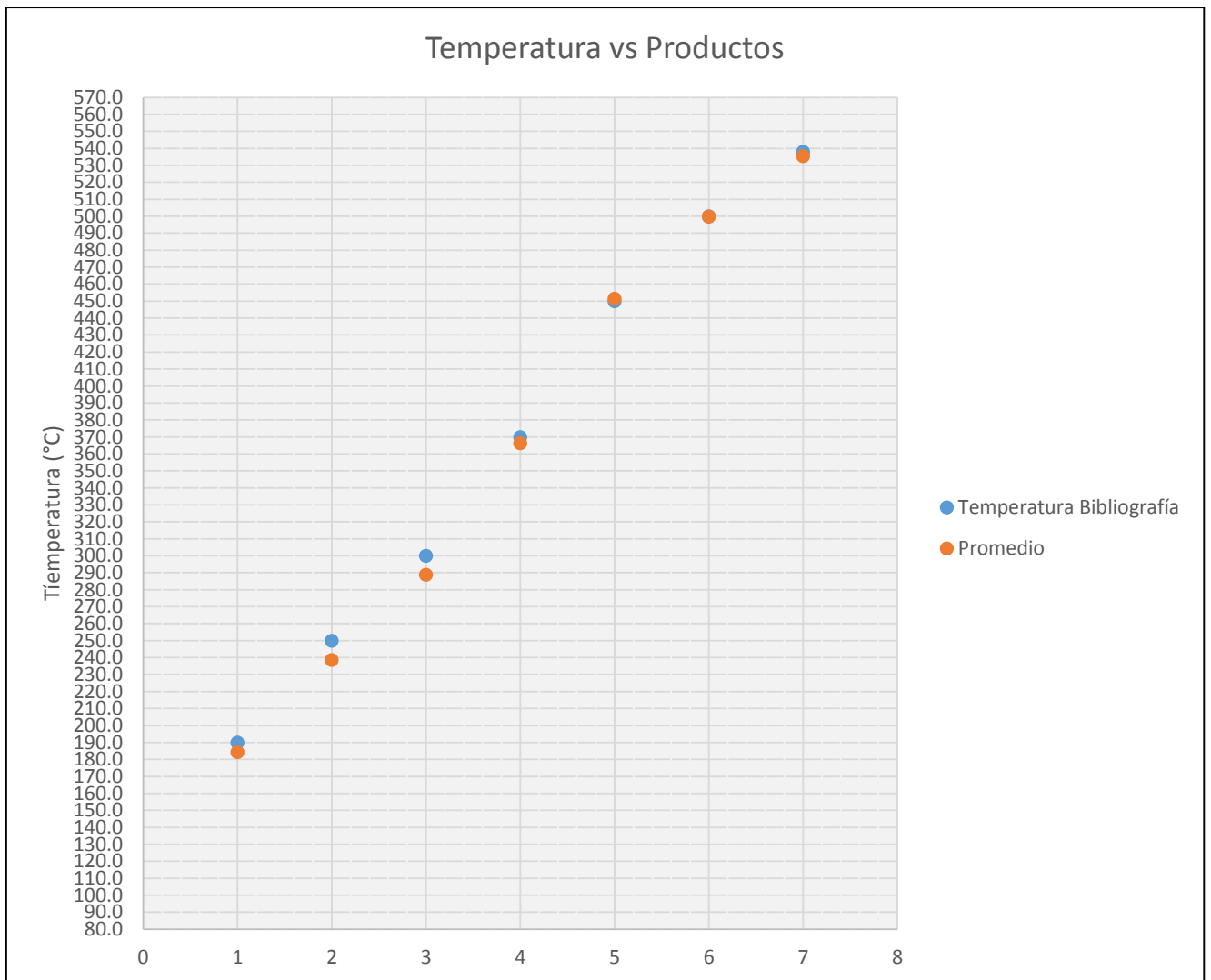
Muestra	Temp. 1	Temp. 2	Temp. 3
PEMEX DIESEL	-12	-12	-12

Tabla 12. Destilación Técnica

Temperatura de corte	Resultados Obtenidos			
	Productos	1a Dest	2a Dest	3a Dest
Gasolina		197	180	176
Turbosina		240.2	236.7	239
Kerosina		288.7	287.5	290.6
Diésel		360	371.8	367.2
GPP		445	464.6	445
GOL		500.7	496.7	501.9
GOP		539.4	530.1	537.1

6.1 Procesamiento de datos obtenidos

6.1.1 Gráficos con desviación estándar y coeficiente de correlación

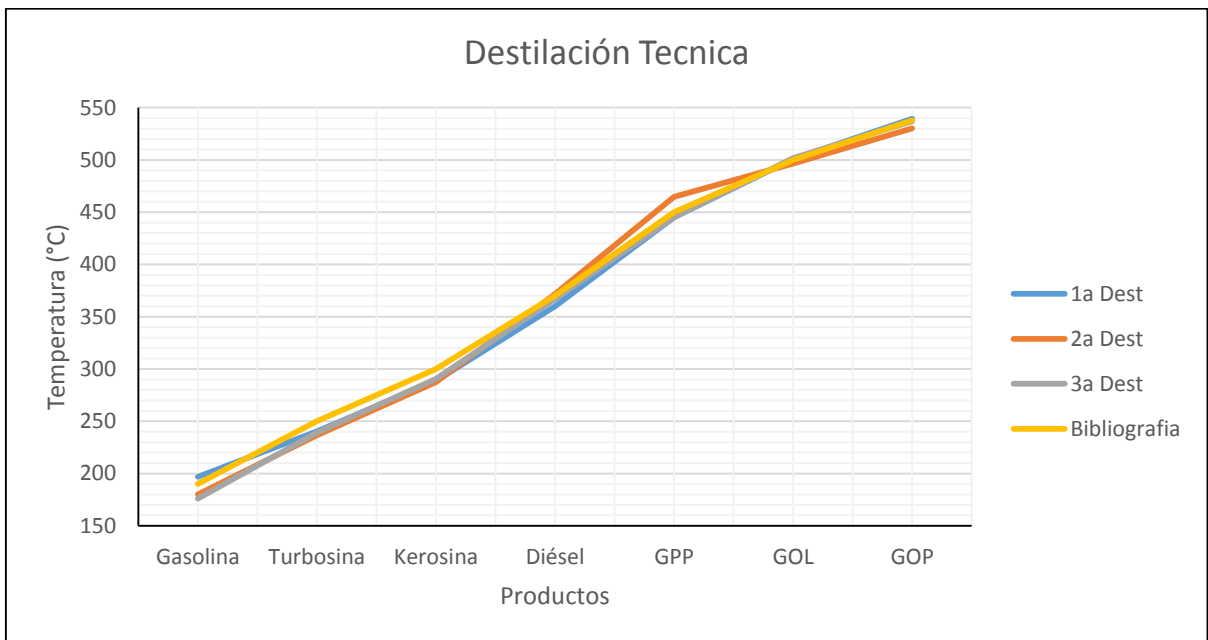


El coeficiente de correlación es igual a 1, ya que entre los puntos no hay una gran diferencia como se puede apreciar en la gráfica anterior.

6.1.2 Análisis de varianza

Se puede observar que la varianza en los productos de gasolina y gasóleo pesado primario son valores altos a comparación de los demás productos, esto debido a que a una de las temperaturas de las destilaciones realizadas se pasan de lo establecido.

Por lo tanto entre mayor es la dispersión con respecto a la media, menos homogéneas son las observaciones.



En la gráfica anterior se observa que las destilaciones realizadas en laboratorio comparándolas con la bibliografía están dentro de las especificaciones, debido a que la variación es mínima y se mantiene dentro de lo establecido

6.2 Limitaciones

Un problema que se obtuvo para la realización de los análisis fue que la planta primaria I se fue a paro, esto debido a la falla de un turbogenerador.

En algunos casos las muestras no llegaban a laboratorio o bien las muestras eran mal tomadas, por lo cual no se podía realizar el análisis.

En algunos análisis, por ejemplo la destilación técnica, es difícil de obtener buenos resultados, debido a que la presión de vacío varía constantemente.

7. CONCLUSIÓN

Los análisis realizados durante mi estancia en laboratorio arrojan un resultado positivo con respecto a las normas y especificaciones, debido a que todos los productos finales están dentro de los parámetros de calidad, no así los productos intermedios pero estos aún pueden ser modificados debido a que todavía están en las líneas de proceso.

8. CONCEPTOS

ASTM: Sociedad Americana de Ensayos de Materiales

Analizador de azufre por rayos X: Es un analizador que utiliza el método de espectrometría dispersiva por fluorescencia de rayos X, para un análisis rápido y exacto del contenido de azufre en productos del petróleo.

Aparatos automáticos: Unidad controlada por un microprocesador que realiza los procedimientos de control automático de la evaporación de una muestra de líquido, bajo condiciones específicas de este método de prueba, recolectando los datos de medición y convirtiéndolos en algoritmos patentados con el fin de predecir los resultados de destilación.

Color Saybolt: Es la definición empírica del color de un líquido transparente del petróleo basado en la escala de -16 (el más oscuro) a +30 (más claro).

Corrosión: Resultado de la acción de sustancias agresivas sobre metales debida a la presencia de remanes de compuestos de azufre en productos del petróleo con valores relativos, obtenidos a partir de un estándar.

Destilación: Es la operación de separar mediante calor, los diferentes componentes líquidos de una mezcla, esto debido principalmente a las diferentes presiones de vapor inherentes a cada compuesto.

Descomposición térmica: Rompimiento de una molécula en moléculas más pequeñas con más bajos puntos de ebullición que la molécula original, por efecto del calor.

EMA: Entidad Mexicana de Acreditación

Estándar de corrosión: Son reproducciones en color de placas de pruebas típicas, representando grados en incremento de manchado y corrosión.

Golpeteo: En un motor encendido por chispa, es la combustión anormal frecuente con producción de sonido audible, causado por auto ignición de la mezcla aire combustible.

Gravedad API: Es una función especial de densidad relativa 60/60 °F.

Numero de Octano: Indicación numérica exacta de la resistencia de un combustible a golpear, obtenida por comparación con un combustible de referencia en una maquina estandarizada o pruebas de vehículos.

Mercaptanos: Compuestos orgánicos de azufre que contienen el grupo SH (tioles), semejantes a los alcoholes, fácilmente oxidables para formar disulfuros.

Porcentaje de residuo: Es el volumen de residuo en el matraz de destilación predecible por el aparato automático y expresado como un porcentaje del volumen de carga.

Platos teóricos: La sección de la columna requerida para alcanzar el equilibrio termodinámico entre líquido y vapor.

Presión reducida: Es la presión manométrica por debajo de la atmosférica.

Prueba doctor: Prueba cualitativa para la detección de mercaptanos y compuestos de azufre en productos del petróleo.

Punto de congelación: Es la temperatura del combustible a la cual desaparecen los cristales de hidrocarburos formados al enfriarse en condiciones preestablecidas por el método.

Punto de escurrimiento: En productos del petróleo, es la temperatura más baja a la cual el movimiento de la muestra es observado, bajo condiciones pre establecidas de prueba.

Punto de nublamiento: Temperatura a la cual aparecen agrupamientos de cristales pequeños en una muestra líquida debido a un enfriamiento bajo condiciones prescritas.

Rayos X: Forman parte del espectro electromagnético, son generados cuando átomos del elemento son golpeados por partículas, tales como electrones u otra energía de alta radiación.

Temperatura Final de Ebullición: La lectura máxima del termómetro que es obtenida durante la prueba.

Temperatura Inicial de Ebullición: La lectura del termómetro que se observa al instante de que la primera gota de condensado cae desde la punta del tubo condensador.

9. ANEXO

9.1 Gráficos

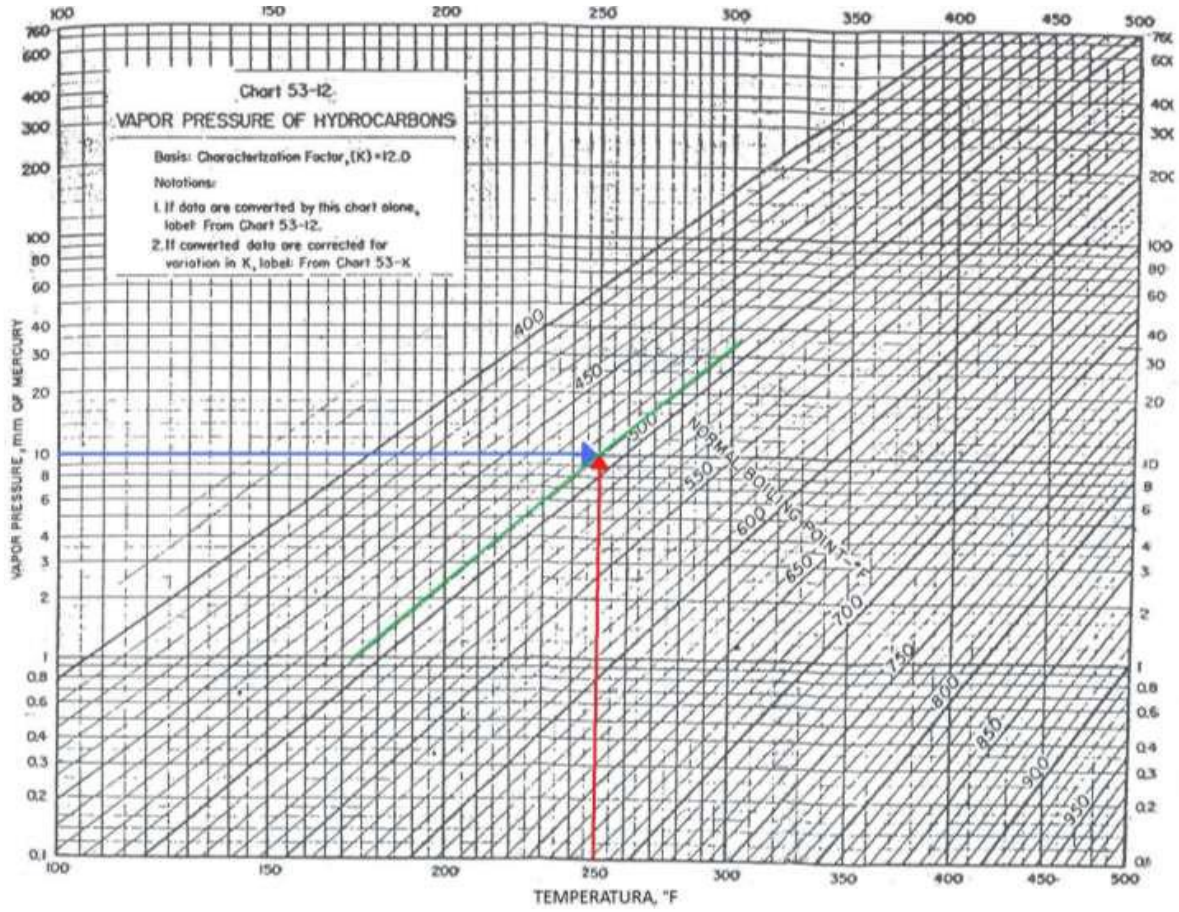


Fig. 2 Cálculo de la temperatura atmosférica equivalente

9.2 Fotografías



Fig. 3 Equipo de destilación técnica a presión atmosférica



Fig. 4 Trampa de incondensables y gas licuado



Fig. 5 Equipo para la destilación a vacío



10. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

CRITERIOS DE APLICACIÓN DE LA NORMA NMX-EC-17025-IMNC-2006 / ISO/IEC 17025:2005, Entidad Mexicana de Acreditación, 2014.

David Montero López, Instructivo para la realización de pruebas físicas, Subdirección de distribución, 2016.

García C, Filadelfo. Principios básicos de refinación. Dirección ejecutiva de capacitación, IMP., 2004.

Instituto Mexicano del Petróleo, Dirección de Servicios de Ingeniería, Gerencia de Servicios en Ingeniería Región Centro-Norte.

José G. Delgado, Caracterización de crudos y productos petroleros, Universidad de los Andes, Venezuela.

Norma Oficial Mexicana NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental.

Norma oficial mexicana NOM-086-ECOL-1994, Contaminación atmosférica, especificaciones sobre protección ambiental que deben reunir los combustibles fósiles líquidos y gaseosos que se usan en fuentes fijas y móviles.

Rene Soltero Sáenz, Pruebas de laboratorio, Pemex Refinación, IMP., 2009.

Rene S. Sáenz, Inducción al sistema nacional de refinación, Pemex Refinación, IMP., 2009.