

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 651 498**

51 Int. Cl.:

C09D 7/00 (2006.01)
C07C 9/15 (2006.01)
C07C 9/16 (2006.01)
C10G 45/00 (2006.01)
C10L 1/16 (2006.01)
C10G 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.12.2014 PCT/IB2014/003235**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **09.07.2015 WO15101837**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.12.2014 E 14865000 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.10.2017 EP 3090026**

54 Título: **Composición que comprende fracciones de parafina obtenidas a partir de materias primas biológicas y método de producción de las mismas**

30 Prioridad:

03.01.2014 US 201414147243

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.01.2018

73 Titular/es:

**NESTE OYJ (100.0%)
Keilaranta 21
02150 Espoo, FI**

72 Inventor/es:

**AALTO, PEKKA;
SANDBERG, KATI;
NYMAN, TOMI y
HAKOLA, MAIJA**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 651 498 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición que comprende fracciones de parafina obtenidas a partir de materias primas biológicas y método de producción de las mismas

5

CAMPO

La presente exposición se refiere a una composición que comprende fracciones de parafina obtenidas a partir de materias primas biológicas y a un método para producir dichas fracciones.

10

INFORMACIÓN DE ANTECEDENTES

Los solventes han realizado funciones importantes en muchas aplicaciones, por ejemplo en pinturas y recubrimientos, tintas de impresión, adhesivos, cosméticos y farmacéuticos. La utilización global de solventes era de aproximadamente 20 millones de toneladas en 2011 y se espera que la demanda crezca una media de 2,5% cada año. Se espera que la demanda alcance 25 millones de toneladas en 2019, incrementándose los ingresos previstos hasta 25.000 millones de euros.

15

Los solventes alifáticos son uno de los grupos de solventes que pueden denominarse solventes hidrocarburo, comprendiendo parafinas (de cadena lineal), isoparafinas (cadena ramificada) y naftenos (anillos no aromáticos). Los solventes alifáticos suponían más de 2,64 millones de toneladas en 2011 o aproximadamente el 13% del consumo global de solventes. Los solventes alifáticos se producen principalmente a partir de petróleo. Pueden producirse mediante varios procedimientos físicos utilizados en la industria petroquímica, desde la destilación del petróleo, el craqueo, la alquilación, la isomerización, el reformado y otras operaciones.

20

25

Se dispone de varias técnicas de separación, tales como, por ejemplo, la destilación, la absorción, la extracción líquido-líquido, el secado, la lixiviación, la cristalización y la adsorción de gases. Sin embargo, el 95% de las separaciones líquidas se llevan a cabo mediante procedimientos de destilación. Ello se debe al hecho de que otras técnicas alternativas de separación, tales como la absorción, la adsorción y la extracción, pueden requerir la adición de una sustancia externa, por ejemplo, inductor, solvente y adsorbente para crear dos fases para la separación. Dicha sustancia externa seguidamente debe eliminarse. Por el contrario, en la destilación el principio se basa en la diferencia de composición de la mezcla líquida y el vapor formado a partir de las diferentes volatilidades de los componentes presentes en las mezclas. Además, la destilación puede ser el menos caro de los posibles métodos para separar una mezcla dada, y en muchos casos es el único método viable.

30

35

DESCRIPCIÓN RESUMIDA

Según un aspecto ejemplar, se proporciona una composición, que comprende: 40% a 50% en peso de parafinas C14, respecto al peso total de la composición y 35% a 45% en peso de parafinas C15, respecto al peso total de la composición, en la que las parafinas C14 y C15 se producen a partir de una materia prima biológica.

40

Según un aspecto ejemplar, se proporciona un procedimiento para producir una composición ejemplar, comprendiendo el procedimiento llevar a cabo procedimientos de hidrogenación e isomerización de una materia prima biológica y llevar a cabo un procedimiento de separación del material resultante, en el que el procedimiento de separación incluye la destilación.

45

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 ilustra un gráfico del índice de Kauri-butanol vs el parámetro de solubilidad de Hildebrand, según un aspecto ejemplar.

50

La figura 2 ilustra un gráfico del índice de Kauri-butanol vs el punto de anilina, según un aspecto ejemplar.

La figura 3 ilustra un gráfico de una correlación entre el índice de Kauri-butanol y el parámetro de solubilidad, según un aspecto ejemplar.

La figura 4 ilustra potenciales reacciones de craqueo de isoparafinas, según un aspecto ejemplar.

55

La figura 5 ilustra un gráfico referido a diferentes capas en emulsiones de tipo W/O con Berol 791 tras 24 horas a 4°C, según un aspecto ejemplar.

La figura 6 ilustra un gráfico referido a diferentes capas en emulsiones de tipo O/W con Berol 791 tras 24 horas a 23°C, según un aspecto ejemplar.

La figura 7 ilustra un gráfico referido a diferentes capas en emulsiones de tipo O/W y W/O con Mulsifan CB tras un 3º ciclo de congelación/descongelación, según un aspecto ejemplar.

60

La figura 8 ilustra un gráfico referido a diferentes capas en emulsiones de tipo O/W y tipo W/O con Simulson 165 tras 24 horas a temperatura ambiente, según un aspecto ejemplar.

La figura 9 ilustra un gráfico referido a la solubilidad líquida con ésteres DBE® a diferentes temperaturas y fracciones, según un aspecto ejemplar.

65

La figura 10 ilustra un gráfico referido a la solubilidad líquida con resina epoxi a diferentes temperaturas y fracciones, según un aspecto ejemplar.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

- 5 La presente exposición se refiere a composiciones que comprenden parafinas producidas a partir de materias primas biológicas. Las composiciones pueden utilizarse como solventes o componentes de solventes y en diversas aplicaciones, incluyendo, aunque sin limitarse a ellas, el recubrimiento, la pintura, el tratamiento de superficies, tintas de impresión o aplicaciones adhesivas. Las parafinas presentes en la composición pueden producirse mediante destilación a partir de materias primas biológicas hidrotratadas. Las parafinas pueden ser productos de un procedimiento que comprende la hidrodeshidrogenación y la isomerización de materias primas biológicas.
- 10 Según un aspecto ejemplar, se proporciona una composición que comprende parafinas C14 y C15, produciendo dichas parafinas a partir de materias primas biológicas.
- 15 Según un aspecto ejemplar, se proporciona un método para producir dicha composición que comprende parafinas C14 y C15. El método puede comprender el hidrotratamiento de una materia prima de origen biológica con el fin de obtener un producto hidrotratado que comprende n-parafinas e isomerizar el producto hidrotratado con el fin de obtener un producto isomerizado que comprende isoparafinas y la separación de dicha composición mediante destilación.
- 20 Tal como se utiliza en la presente memoria, el término «biosolvente» se refiere a un solvente producido a partir de materias primas biológicas. En un aspecto ejemplar, se proporciona una composición que comprende parafinas C14 y C15, en la que sólo se utilizan materias primas biológicas para formar las parafinas C14 y C15.
- 25 Según un aspecto ejemplar, la composición puede comprender 40% a 50% en peso de parafinas C14 y 35% a 45% en peso de parafinas C15; por ejemplo, 45% a 50% en peso de parafinas C14 y 40% a 45% en peso de parafinas C15, por ejemplo 48% a 50% en peso de parafinas C14 y 43% a 45% en peso de parafinas C15, respecto al peso total de la composición. Tal como se utiliza en la presente memoria, «parafina C14» se refiere a una parafina que contiene 14 átomos de carbono y «parafina C15» se refiere a una parafina que contiene 15 átomos de carbono. Las parafinas C14 y C15 se producen a partir de una materia prima biológica.
- 30 En una realización ejemplar, la composición puede comprender menos de 9% en peso de parafina C13 y parafinas más ligeras y menos de 7% en peso de parafina C16 y parafinas más pesadas, respecto al peso total de la composición. Por ejemplo, la composición puede comprender menos de 5% en peso de parafina C13 y parafinas más ligeras y menos de 3% en peso de parafina C16 y parafinas más pesadas, respecto al peso total de la composición. Por ejemplo, la composición puede comprender menos de 3% en peso de parafina C13 y parafinas más ligeras y menos de 1% en peso de parafina C16 y parafinas más pesadas, respecto al peso total de la composición.
- 35 En una realización ejemplar, el contenido isoparafínico total de la composición es superior a 93% en peso, respecto al peso total de la composición. Por ejemplo, el contenido isoparafínico total de la composición es superior a 97% en peso, respecto al peso total de la composición. Por ejemplo, el contenido isoparafínico total de la composición es superior a 99% en peso, respecto al peso total de la composición.
- 40 En una realización ejemplar, la composición puede comprender 40% a 50% en peso de isoparafinas C14 y 35% a 45% en peso de isoparafinas C15; por ejemplo, 45% a 50% en peso de isoparafinas C14 y 40% a 45% en peso de isoparafinas C15, por ejemplo 48% a 50% en peso de isoparafinas C14 y 43% a 45% en peso de isoparafinas C15, respecto al peso total de la composición. Tal como se utiliza en la presente memoria, «isoparafina C14» se refiere a una parafina ramificada que contiene 14 átomos de carbono e «isoparafina C15» se refiere a una parafina ramificada que contiene 15 átomos de carbono.
- 45 En una realización ejemplar, el contenido total de hidrocarburos aromáticos de la composición es inferior a 1.500 ppm en peso. Por ejemplo, el contenido total de hidrocarburos aromáticos de la composición es inferior a 1.300 ppm en peso. Por ejemplo, el contenido total de hidrocarburos aromáticos de la composición es inferior a 500 ppm en peso.
- 50 En una realización ejemplar, las parafinas C14 y C15 se producen mediante un procedimiento que comprende la hidrodeshidrogenación y la isomerización de una materia prima biológica.
- 55 En una realización ejemplar, la composición presenta un punto de ebullición comprendido en el intervalo de entre 240°C y 260°C, por ejemplo en el intervalo de entre 245°C y 255°C, por ejemplo en el intervalo de entre 248°C y 252°C.
- 60 En una realización ejemplar, la composición resulta adecuada para la utilización como solvente o como componente de solvente. En una realización ejemplar, la composición se encuentra en forma líquida.
- 65 En una realización ejemplar, la composición es una emulsión. Por ejemplo, la composición puede ser una emulsión de aceite-en-agua o una emulsión de agua-en-aceite. En una realización ejemplar, la composición puede resultar

adecuada para la utilización en un recubrimiento, pintura, laca, barniz, pulimento, tinta, adhesivo, sellante, resina, plástico, catalizador, composición limpiadora, desensibilizador peróxido, dispersión de pigmento, fluido portador para un ingrediente activo, antioxidante, biocida, insecticida, ambientador, composición de protección de los cultivos, detergente, composición desgrasante, composición de limpieza en seco, cosmético, composición de cuidado personal, farmacéutico, extensor en un material de impresión dental, vacuna, ingrediente alimentario, composición saborizante, fragancia, extracción de aceite natural, compuesto petroquímico, composición de fango de perforación, composición de procedimiento extractivo, plastificador para elastómero, compuesto químico de procesamiento del papel, lubricante, fluido funcional, aceite para transformadores, composición de trabajo del metal, fluido de laminación o de corte, composición de tratamiento del agua, composición de tratamiento de la madera, compuesto químico para la construcción, material desmoldante, explosivo, producto químico para la minería, composición de extracción de solvente, componente combustible, combustible para calefacción, aceite para lámparas o una combinación de los mismos.

En una realización ejemplar, se proporciona un procedimiento para la producción de la composición. El procedimiento incluye llevar a cabo procedimientos de hidrodeshidrogenación e isomerización de una materia prima biológica y llevar a cabo un procedimiento de separación del material resultante, en el que el procedimiento de separación incluye la destilación.

La presente exposición contiene materia explicada en Kanokporn Sinthavarayan, "Fractionation and characterization of renewable paraffinic solvents," Thesis submitted in partial fulfillment of the requirements of the degree of Master of Science in Technology, Aalto University School of Chemical Technology, Environmental Pathways for Sustainable Energy Systems (SELECT) Master's Program, Espoo, Finlandia, 1 de agosto de 2013 (en lo sucesivo denominada "Aalto University Thesis", el contenido completo de la cual se incorpora en la presente memoria como referencia.

Producción de n-parafinas a partir de materiales biológicos

Se produjo una composición ejemplar a partir de materias primas de origen biológico utilizando, por ejemplo, un procedimiento que en primer lugar comprende una etapa de hidrodeshidrogenación (HDO) para descomponer la estructura del constituyente biológico éster o triglicérido y para eliminar los compuestos de oxígeno, fósforo y azufre, hidrogenado concurrentemente los enlaces olefínicos, seguido de la isomerización del producto obtenido de esta manera, ramificando de esta manera la cadena hidrocarburo y mejorando las propiedades a baja temperatura de la parafina. El producto se fraccionó mediante destilación, proporcionando las fracciones deseadas.

Como materia prima pueden utilizarse materias primas biológicas de plantas, animales o peces que contienen ácidos grasos y/o ésteres de ácidos grasos. La materia prima puede seleccionarse de entre aceites vegetales, grasas animales, aceites de pescado y mezclas de los mismos. Entre las materias primas biológicas adecuadas se incluyen aceite de colza, aceite de canola, aceite de colza, aceite de resina, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de cáñamo, aceite de oliva, aceite de linaza, aceite de mostaza, aceite de palma, aceite de cacahuete (Arachis), aceite de ricino, aceite de coco, grasas animales, tales como sebo no procesado, sebo, grasa, grasas alimentarias recicladas, materias primas producidas mediante ingeniería genética y materias primas biológicas producidas por microbios, tales como algas y bacterias. Como materias primas también pueden utilizarse productos de condensación, ésteres u otros derivados obtenidos a partir de materias primas biológicas.

En la etapa de HDO, se pasa gas hidrógeno y el constituyente biológico al lecho de catalizador de HDO en contracorriente o a favor de corriente. En la etapa de HDO, los intervalos de presión y de temperatura son de, por ejemplo, 20 a 150 bar, y de 200 a 500 grados centígrados, respectivamente. En la etapa de HDO, pueden utilizarse cualesquiera catalizadores de hidrodeshidrogenación adecuados.

Antes de la etapa de HDO, la materia prima biológica puede someterse opcionalmente a prehidrogenación bajo condiciones más suaves a fin de reducir o evitar reacciones secundarias de los dobles enlaces.

Después de la etapa de HDO, el producto de HDO se pasa a la etapa de isomerización, en donde la mezcla de gas hidrógeno y n-parafina se pasa al lecho de catalizador de isomerización a favor de corriente o en contracorriente para producir un producto isomerizado. Las «etapas» pueden llevarse a cabo en el mismo recipiente o en recipientes separados. Las «etapas» pueden producirse en la misma zona de reacción o en diferentes zonas de reacción.

En la etapa de isomerización, los intervalos de presión y de temperatura son, por ejemplo, de 20 a 150 bar y de 200 a 500 grados centígrados, respectivamente. En la etapa de isomerización pueden utilizarse cualesquiera catalizadores de isomerización adecuados.

Las propiedades de los solventes de la composición de un aspecto ejemplar resultan excelentes y, de esta manera, pueden utilizarse sin modificación o como componentes, formulados o como emulsiones en recubrimientos, pinturas, lacas, barnices y en pulimentos de suelo, metal o zapatos, y en la producción de tintas, adhesivos, sellantes, resinas y plásticos, incluyendo preparaciones de catalizador y operaciones de limpieza, desensibilizador peróxido, dispersión de pigmento, fluido portador para ingredientes activos, tales como antioxidantes y biocidas, insecticidas, ambientadores, composición de protección de los cultivos y afines, detergente, composición desgrasante,

composición de limpieza en seco, cosmético, composición del cuidado personal, farmacéutico, extensor en un material de impresión dental, vacunas, ingredientes alimentarios, saborizantes, fragancias, extracción de aceite natural y afines, compuestos petroquímicos, composición de fango de perforación, composición de procedimiento extractivo y afines, plastificador para elastómeros, compuestos químicos de procesamiento del papel, lubricantes, fluidos funcionales, aceites para transformadores, composición de trabajo del metal, fluido de laminación o de corte y afines, composición de tratamiento del agua, composición de tratamiento de la madera, compuesto químico para la construcción, materiales desmoldantes, explosivos y productos químicos para la minería, extracción de solventes, componentes combustibles, combustible para calefacción y aceites para lámparas.

10 Destilación de fracciones n-parafínicas e isoparafínicas

Se obtiene una composición ejemplar mediante destilación de parafinas producidas a partir de materias primas biológicas. Las parafinas pueden producirse mediante un método que comprende la hidrodesoxigenación de materias primas biológicas y opcionalmente la isomerización de la mezcla n-parafínica obtenida de la hidrodesoxigenación.

Las fracciones parafínicas utilizadas en los ejemplos siguientes han sido obtenidas mediante hidrotratamiento de aceites vegetales e isomerización de las mezclas n-parafínicas producidas y mediante separación de las fracciones deseadas mediante destilación.

La mezcla isoparafínica utilizada en los ejemplos siguientes comprende mayoritariamente isoalcanos con una cantidad pequeña de n-alcanos y naftenos. La longitud de su cadena de carbonos principal es de entre, por ejemplo, C6 y C18 y en ASTM D86 el intervalo de destilación es de entre 188°C y 301°C. Por ejemplo, la mezcla n-parafínica utilizada en los ejemplos consiste principalmente en n-alcanos con distribución de carbonos, principalmente de C12 a C22 y con un intervalo de TBP de entre 216°C y 319°C.

En un ejemplo, se obtienen las cuatro fracciones de la mezcla isoparafínica en unidades de destilación a escala piloto y a escala de laboratorio. La cuarta fracción, la más pesada, obtenida de la unidad a escala piloto se fraccionó adicionalmente en una unidad de fraccionamiento a escala de laboratorio con el fin de obtener dos fracciones adicionales. La mezcla n-parafínica sólo se fraccionó en una unidad a escala de laboratorio con el fin de obtener tres fracciones. Las características de destilación y las unidades utilizadas para obtener las fracciones isoparafínicas y n-parafínicas se resumen en la Tabla 1.

Tabla 1. Criterios de fraccionamiento.

Carga de alimentación	Unidad de fraccionamiento	Criterios
Mezcla isoparafínica	Escala piloto	1: PEI-200°C
		2: 200°C a 230°C
		3: 230°C a 260°C
		4: 260°C a PEF
Fracción 4 (260°C, PEF)	Escala de laboratorio (Equipo de ensayo 1)	1: 260°C a 285°C
		2: 285°C a PEF
Mezcla n-parafínica	Escala de laboratorio (Equipo de ensayo 2)	1: C16 y componentes más ligeros
		2: C16-C18
		3: C18 y componentes más pesados (objetivo: 90% en peso de C18)

Se llevó a cabo el fraccionamiento a escala piloto en una unidad de destilación continua que comprendía 3 columnas multiestadio. La primera columna separa la fracción más ligera y la fracción del fondo se envió a la segunda columna para destilar la segunda fracción a partir de la alimentación. A continuación, el fondo de la segunda columna se envió a la tercera columna para el fraccionamiento final. Las primeras dos columnas se operaron a presión atmosférica, mientras que la tercera columna se operó bajo vacío.

Se utilizaron dos unidades de fraccionamiento a escala de laboratorio denominadas «Equipo de ensayo 1» y «Equipo de ensayo 2» para el fraccionamiento de mezclas isoparafínicas y parafínicas normales, respectivamente. El principio de dichas unidades era la destilación multiestadio por lotes operada a presión de vacío.

Las fracciones obtenidas del fraccionamiento se analizaron para sus propiedades físicas, composición y también evaluación preliminar de sus aplicaciones. Los métodos estándares y la metodología utilizados se describen en las secciones posteriores.

50 Evaluación de la aplicabilidad

Los materiales y productos químicos utilizados para la evaluación de la aplicabilidad se presentan en la Tabla 2, a continuación.

Tabla 2. Lista de materiales utilizados en los experimentos.

Tipo	Descripción	Proveedor
Pigmento	Negro de carbono FW200	Orion Engineered Carbons
Pigmento	Dióxido de titanio Sachtleben R660 (contenido min. 93% TiO ₂)	Sachtleben
WACKER® AK 1000	Líquido (silicona líquida)	WACKER SILICONES
WACKER® AK 1000	Resina 828 EPIKOTE™ (resina epoxi)	MOMENTIVE
WACKER® AK 1000	Ésteres FlexiSolv™ DBE® (min. 99,5% en peso de contenido de éster)	INVISTA Specialty Materials
SYLFAT® 2	Líquido (ácido graso de aceite de resina con típicamente 96% de ácidos grasos libres)	Arizona CHEMICAL
Líquido	Aceite de colza	Neste Oil Corporation
Emulsionante:	Berol 791	AkzoNobel
Emulsionante	SIMULSOL™ 165 (monoestearato de glicerol)	SEPPIC
Emulsionante	MULSIFAN CB (100% mezcla de éteres de poliglicol de alcohol graso)	ZSCHIMMER & SCHWARZ
Plástico/elastómero	VINNAPAS UW 10 FS (acetato de polivinilo)	WACKER POLYMERS
Plástico/elastómero	Radilon S (poliamida 6)	RadiciGroup Plastics
Plástico/elastómero	Radilon A (poliamida 66)	RadiciGroup Plastics
Plástico/elastómero	Radilon D (poliamida 610)	RadiciGroup Plastics
Plástico/elastómero	Polímero KRATON® G1650 Estireno-etileno/Butileno-estireno (SEBS)	Kraton Polymers
Plástico/elastómero	Polímero KRATON® G1654 Estireno-etileno/Butileno-estireno (SEBS)	Kraton Polymers
Plástico/elastómero	Polímero KRATON® FG1901 Estireno maleado-etileno/Butileno-estireno (SEBS)	Kraton Polymers
Plástico/elastómero	Polímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) KRATON® D1102	Kraton Polymers
Plástico/elastómero	Copolímero de butadieno y acrilonitrilo, caucho nitrilo (NBR)	Etola
Plástico/elastómero	Policloropreno (CR)	Etola
Plástico/elastómero	Terpolímero elastomérico de etileno, propileno y un dieno no conjugado (EPDM)	Etola
Plástico/elastómero	Caucho de silicona (SIL)	Etola
Plástico/elastómero	Caucho natural (NR) PARA	Etola
Plástico/elastómero	Caucho natural (NR) NAT 1729	Etola
Plástico/elastómero	Tubo de poliuretano termoplástico- azul (TPU)	Etola
Plástico/elastómero	Tubo de poliuretano termoplástico- incoloro (TPU)	Etola
Plástico/elastómero	Poliuretano (PUR)	Etola
Plástico/elastómero	Tubo de poliamida 10 (PA 610)	Etola
Plástico/elastómero	Policarbonato (PC)	Etola
Plástico/elastómero	Tubo de cloruro de polivinilo (PVC)	Etola
Plástico/elastómero	Tereftalato de polietileno (PET)	Botella de PET
Plástico/elastómero	Poliestireno (PS)	Carcasa de sacapuntas
Plástico/elastómero	Polipropileno (PP)	Tapa de rotulador
Plástico/elastómero	Polietileno (PE)	Etola
Plástico/elastómero	Metacrilato de polimetilo (PMMA)	Etola
Solvente comercial	ShellSol T	Shell Chemicals
Solvente comercial	ShellSol A 100	Shell Chemicals

Propiedades físicas

- 5 La totalidad de las nueve fracciones obtenidas en el fraccionamiento se analizaron para sus propiedades físicas. La lista de propiedades físicas y los métodos estándares utilizados se muestran en la Tabla 3, posteriormente.

10 Aparte de las fracciones en la Tabla 2, las fracciones con un intervalo de ebullición de 190°C a 220°C y de 220°C a 240°C obtenidas del fraccionamiento de mezclas isoparafínicas a escala de laboratorio y las fracciones obtenidas del programa de destilación de 40% y 95% mediante un aparato ASTM D86 se analizaron para sus tensiones superficiales, conductividades eléctricas, colores e índice de bromo. Dichos análisis adicionales se llevaron a cabo para la comparación y la comprobación de consistencia con las fracciones isoparafínicas obtenidas.

Tabla 3. Lista de propiedades físicas examinadas para las muestras.

Nº	Descripción	Método	Nota	Referencia
1	Destilación	ASTM D86	Se seleccionó el método según la cantidad disponible de muestra y se utilizó ASTM D2887 en el caso de que se requiriese la curva TBP.	[Documento citado nº 15], [Documento citado nº 13], [Documento citado nº 20]
		ASTM D7345		
		ASTM D2887		
2	Punto de inflamación	ASTM D93	ASTM D93 cubre el intervalo válido de 40°C a 360°C y ASTM D56 resulta válido para los líquidos con una viscosidad inferior a 5,5 mm ² /s a 40°C o inferior 9,5 mm ² /s a 25°C y un punto de inflamación inferior a 93°C	[Documento citado nº 80], [Documento citado nº 81]
		ASTM D56		
3	Punto de anilina	ASTM D611	-	[Documento citado nº 82]
4	Viscosidad cinemática	ASTM D445	-	[Documento citado nº 48]
5	Índice de viscosidad	ASTMD2270	La práctica no se aplica a productos con viscosidades cinemáticas inferiores a 2,0 mm ² /s a 100°C	[Documento citado nº 49]
6	Densidad	ASTM D4052	-	[Documento citado nº 83]
7	Tensión superficial	ASTMD971	El método ha sido modificado para la determinación de la tensión superficial por Neste Oil.	-
8	Eléctrico	ASTMD2624	-	[Documento citado nº 85]
	conductividad			
9	Índice de Kauri-butanol	ASTM D1133	-	-
10	Punto de escurrimiento	ASTMD5950	Este método de ensayo cubre el intervalo de temperaturas de -57°C a +51°C.	[Documento citado nº 43]
11	Punto de enturbiamiento	ASTMD5771	Este método de ensayo cubre el intervalo de temperaturas de -60°C a +49°C.	[Documento citado nº 44]
12	Tasa de evaporación relativa de solventes respecto a éter dietílico	DIN 53170	El rango válido de este método es de entre 1 y 600. El ensayo se llevó a cabo bajo una humedad relativa de 30% en lugar de una humedad relativa de 50% como se indica en el método.	-
13	Color Saybolt	ASTMD6045	La escala va de -16 (más oscuro) a +30 (más claro).	[Documento citado nº 88]
14	Índice de refracción	ASTMD1218	-	[Documento citado nº 89]
15	Presión de vapor	Calculado	Calculado con la herramienta VP Tool	-
16	Parámetro de solubilidad	Estimado	Estimado mediante extrapolación a partir del parámetro de solubilidad y el índice de Kauri-butanol relacionado con 6	-

Análisis de composición

5 El propósito del análisis de composición es determinar la distribución del carbono y la estructura de las fracciones, incluyendo el análisis para componentes específicos que son hidrocarburos insaturados; se analizó el contenido de aromáticos, azufre y benceno.

Número de carbonos y análisis de la estructura

15 Se llevó a cabo el análisis del número de carbonos y de la estructura mediante una cromatografía de gases equipada con detector de ionización de llama (FID, Flame Ionization Detector). El método se utilizó para determinar las n-parafinas e isómeros de parafina en la muestra. Resulta válido para analizar los intervalos de número de carbonos de C6 a C36 y el límite de cuantificación para los componentes individuales era de 0,01% en peso.

Además, también se llevó a cabo el análisis de las parafinas, isoparafinas, olefinas, naftenos y aromáticos (PIONA, por sus siglas en inglés) con el fin de determinar el componente hidrocarburo y el tipo de grupo. Este método utiliza la cromatografía de gases con FID para determinar las parafinas, isoparafinas, olefinas, naftenos y aromáticos.

También proporciona la concentración de cada hidrocarburo en la muestra. El método resulta válido para aceites ligeros con punto de ebullición inferior a 250°C, por lo tanto sólo se analizó la primera fracción de la mezcla isoparafínica, con un intervalo de puntos de ebullición de IBP a 200°C.

5 Índice de bromo

La determinación del índice de bromo se llevó a cabo según ASTM D2710 ([Documento citado nº 92]) y ASTM D2710 modificado. Es un método para medir las cantidades traza de insaturados en la muestra en términos de índice de bromo. El índice de bromo es el número de miligramos de bromo que reaccionarán con 100 gramos de muestra. El principio de este método es que una masa conocida de la muestra, disuelta en un solvente especificado, se titula con una solución estándar de bromato de bromo. El punto de valoración es indicado por el aparato de titulación electrométrica en el momento en que la presencia de bromo libre provoca un súbito cambio de conductividad eléctrica del sistema. Es aplicable a muestras con índices de bromo inferiores a 1.000.

15 Contenido de aromáticos

Se utilizó un ensayo para la determinación del contenido de aromáticos en el que se midió la absorbancia de los hidrocarburos aromáticos a longitudes de onda conocidas mediante un espectrofotómetro de ultravioletas (UV) para definir el contenido de aromáticos.

20 Contenido de azufre

Se utilizó la norma ASTM D5453 para determinar el contenido total de azufre en la muestra ([Documento citado nº 95]). Los ensayos se llevaron a cabo en el Laboratorio Central de la Neste Oil Corporation. Se inyectó la muestra en tubo de combustión a alta temperatura en el que se oxidó el azufre a dióxido de azufre en una atmósfera rica en oxígeno. A continuación, el dióxido de azufre absorbe la energía de la luz UV y la convierte en su estado excitado. Se determinó el contenido de azufre mediante la medición de la fluorescencia emitida a partir del dióxido de azufre con un tubo fotomultiplicador.

30 Contenido de benceno

Se midió la cantidad traza de benceno mediante cromatografía de gases con espectrometría de masas.

35 Evaluación preliminar de aplicabilidad

La evaluación preliminar de aplicabilidad comprendió tres partes: la compatibilidad química, la capacidad de formar emulsiones y la estabilidad de la dispersión de pigmento. Debido a las limitaciones de la cantidad de muestra, sólo se sometieron a ensayo 4 fracciones a escala piloto para las evaluaciones de aplicabilidad indicadas posteriormente.

40 Compatibilidad química

La compatibilidad entre fracciones y los materiales de ensayo en estado líquido o sólido se evaluó mediante un método basado en los experimentos descritos por C. Chiyoda et al. ([Documento citado nº 97]) y por C. Bordes et al. ([Documento citado nº 54]).

Para los materiales de ensayo líquidos, se mezclaron 10 ml de muestra de fracción y 10 ml de material de ensayo líquido y se agitaron con un agitador magnético durante 20 min. A continuación, se dejó en reposo la mezcla durante 24 h y después se llevaron a cabo inspecciones visuales del resultado de solubilidad. Además, se incrementó la temperatura de ensayo a 50°C y a 80°C en el caso de que el material de ensayo fuese parcialmente soluble o insoluble.

Para los materiales de ensayo sólidos, se mezclaron 15 ml de muestra de fracción con 1,5 g de material de ensayo y se agitaron con un agitador magnético durante 1 hora. La mezcla se dejó en reposo durante 24 h y después se llevaron a cabo inspecciones visuales del resultado de solubilidad. Además, en su caso, se midió el cambio de peso de los materiales sólidos. Se calculó el porcentaje de cambio de peso utilizando la ecuación (1). La temperatura de ensayo se incrementó a 50°C y a 80°C en el caso de material de ensayo parcialmente disuelto o no disuelto.

$$\text{cambio de peso (\%)} = \frac{(W_f - W_i)}{W_i} \times 100 \quad (1)$$

60 en el que W_f es el peso de material de ensayo después de mezclar
 W_i es el peso del material de ensayo antes de mezclar

Debido a la elevada resistencia de las poliamidas, se sometieron a ensayo materiales de Radilon para el hinchado.

Este método de ensayo se basa en los experimentos descritos por S.J. Kim et al. ([Documento citado nº 62]), el kit de ensayo de compatibilidad química de ALZAID ([Documento citado nº 98]) y resistencia a solventes informado por ARKEMA ([Documento citado nº 99]). Se pesaron las perlas de polímero en 1,5 g y se sumergieron en la muestra de fracción. A continuación, se introdujo la mezcla en un horno a 60°C. Tras 8 días, las perlas de polímero se secaron sobre papel, se pesaron y se calculó la proporción gravimétrica de hinchado aplicando la ecuación (1). A título comparativo se llevaron a cabo ensayos de compatibilidad con ShellSol T, que es un solvente isoparafínico y con ShellSol A 100, que es un solvente aromático.

Para la clasificación preliminar de compatibilidad química, se utilizó la escala en la Tabla 4. La escala se basa en la valoración de resistencia en la Plastics Design Library (PDL) ([Documento citado nº 55]) mostrada en la Tabla 5. También se consideró la precisión de la escala de pesos en laboratorio, de 0,01 g, o 0,67%, del peso original de la muestra. El propósito de dicha escala es determinar visualmente de manera sencilla el nivel de compatibilidad.

Además, debido a que la temperatura de ensayo no puede ser superior al punto de inflamación de la muestra, se omitieron algunos ensayos a temperatura elevada, por ejemplo la fracción con intervalo de ebullición de IBP A 200°C se sometió a ensayo únicamente a temperatura ambiente.

Tabla 4. Escala de compatibilidad química

Cambio de peso (%)	Descripción
0 a 0,75	Cambio menor o nulo
0,75 a 2,5	Ligera disolución o hinchado
2,5 a 5	Disolución o hinchado
>5	Disolución o hinchado significativo

Tabla 5. Valoración de resistencia de la Plastic Design Library (PDL)

Valor ponderado	Cambio de peso*	Diámetro; cambio de longitud*	Cambio de volumen*	Conservación de la propiedad mecánica**	Cambio visual/observado***
10	0 a 0,25	0 a 0,1	0 a 2,5	>=97	Sin cambios
9	>0,25 a 0,5	>0,1 a 0,2	>2,5 a 5,0	94-<97	
8	0,5 a 0,75	>0,2 a 0,3	>5,0 a 10,0	90-<94	
7	>0,75 a 1,0	>0,3 a 0,4	>10,0 a 20,0	85-<90	Ligeramente descolorido; ligeramente blanqueado
6	>1,0 a 1,5	>0,4 a 0,5	>20,0 a 30,0	80-<85	Amarillos descoloridos, ligeramente flexible
5	>1,5 a 2,0	>0,5 a 0,75	>30,0 a 40,0	75-<80	Posible agente de agrietamiento por tensión, flexible, posible agente oxidante, ligeramente agrietado
4	>2,0 a 3,0	>0,75 a 1,0	>40,0 a 50,0	70-<75	Distorsionado, alabeado, reblandecido, ligero hinchado, con ampollas, conocido agente de agrietamiento por tensión
3	>3,0 a 4,0	>1,0 a 1,5	>50,0 a 70,0	60-<70	Resquebrajamiento, agrietamiento, fragilidad, oxidante de plastificador, hinchado reblandecido, endurecimiento superficial
2	>4,0 a 6,0	>1,5 a 2,0	>60,9 a 90,0	50-<60	Distorsión severa, oxidante y plastificador deteriorados
1	>6,0	>2,0	>90,0	>0-<50	Descompuesto
				0	Disuelto en solvente, desintegrado

*Todos los valores se proporcionan como cambio de porcentaje respecto al original.

**Porcentaje de propiedades mecánicas conservadas: resistencia a la tracción, módulo de alargamiento, resistencia flexible y resistencia a impactos. En el caso de que el porcentaje de retención sea superior a 100%, en los cálculos se utiliza un valor de 200 menos el % de la propiedad conservada.

***Debido a la variedad de la información de este tipo que se proporciona, ésta sólo puede utilizarse a modo de guía.

Capacidad de formar una emulsión

Para evaluar la capacidad de formar una emulsión entre la muestra y el agua en presencia del emulsionante, se utilizó el método basado en ASTM D1401 método de ensayo estándar para la separabilidad del agua de aceites de petróleo y fluidos sintéticos ([Documento citado nº 100]), el experimento realizado por Daaou y Bendedouch ([Documento citado nº 101]) y las fichas de datos técnicos de los fabricantes de los emulsionantes ([Documento

citado nº 102], [Documento citado nº 103] y [Documento nº 104]). Además, se lleva a cabo ensayos sin surfactante como línea base. Se prepararon emulsiones tanto W/O como O/W mediante el cambio de la fase para el emulsionante fundente y el orden de adición ([Documento citado nº 105]). La Tabla 5 resume la preparación de emulsión para cada emulsionante. Para la emulsión de tipo W/O, se omitieron los ensayos para las fracciones que presentaban un punto de inflamación inferior a la temperatura de fusión del emulsionante. A continuación, se agitaron las mezclas a una velocidad de 1.500 ± 15 rpm durante 5 min.

Para cada emulsión, se llevó a cabo el seguimiento de la estabilidad de la emulsión cada 10 min durante la primera hora y después a intervalos de 1 hora durante 5 horas más. Seguidamente se dejó la muestra en reposo durante 24 h a temperatura ambiente (23°C) para la observación. En el caso de que la emulsión se mantuviese estable, se introducía la muestra en la nevera a 4°C durante 24 h y se sometía adicionalmente a un ciclo de congelación/descongelación hasta romper la emulsión. Se encuentran disponibles muchas normas ASTM para la resistencia a la congelación/descongelación para diferentes aplicaciones, por ejemplo ASTM D5678 para la emulsión de cera para pulido de suelos, ASTM D3209 para polímeros para pulido de suelos, ASTM D2243 para recubrimientos en base acuosa y ASTM D7149 para adhesivos ([Documento citado nº 106]). Sin embargo, el ensayo de ciclo de congelación/descongelación está simplificado en la presente evaluación preliminar. Por lo tanto, un ciclo era que la emulsión se mantuviese en el congelador a aproximadamente -14°C durante 24 h y después se dejó descongelar durante 24 h a temperatura ambiente. Se registró el tiempo en que se rompía la emulsión y se midió el volumen de la fase aceite, de la fase acuosa y de la capa de emulsión.

Tabla 6. Resumen de la preparación de emulsiones

Emulsionante	Tipo	Etapas de mezclado	Temp. (°C)
Ninguno	-	40 ml de agua + 40 ml de aceite	23
Berol 791	W/O	40 ml de agua → 40 ml de aceite + emulsionante (al 3% en vol.)	23
	O/W	40 ml de aceite → 40 ml de agua + emulsionante (al 3% en vol.)	23
SIMULSOL 165	W/O	40 ml de agua → 40 ml de aceite + emulsionante (al 5% en peso)	75
	O/W	40 ml de aceite → 40 ml de agua + emulsionante (al 5% en peso)	75
MULSIFAN CB	W/O	40 ml de agua → 40 ml de aceite + emulsionante (al 5% en peso)	65
	O/W	40 ml de aceite → 40 ml de agua + emulsionante (al 5% en peso)	65

Estabilidad de la dispersión de pigmento

El método de evaluación de la estabilidad de la dispersión de pigmento se basa en el experimento realizado por Q. Li et al. ([Documento citado nº 68]). Se mezclaron los 15 ml de muestra con 0,2 g de pigmento utilizando un agitador magnético durante 30 min. Se realizó un seguimiento del comportamiento de sedimentación a los 10 min, 30 min, 1 h, 1,5 h y 24 h. Además, se llevaron a cabo a título comparativo ensayos de estabilidad con agua, acetona, xileno y solvente parafínico libre de aromáticos. Se utilizó la escala cualitativa en la Tabla 6 para clasificar el nivel de estabilidad de la dispersión de pigmento.

Tabla 7. Escala utilizada para evaluar la estabilidad de las suspensiones. [68]

Características ^a	Tiempo de sedimentación ^b (horas)	Escala de estabilidad
transparente	<1,5	Inestable
Ligeramente turbio	<1,5	Moderadamente estable
Turbio	1,5 a 24	estable
Turbio	>24	Muy estable

^aA las 1,5 h

^bHasta alcanzar un volumen de sedimento igual a 20% del volumen inicial.

Ejemplo 1. Rendimientos de fraccionamiento

Los rendimientos de cada fracción resultante del fraccionamiento de la mezcla isoparafínica se presentan en la Tabla 8, tanto en masa como en volumen.

En el caso de que se considerase el fraccionamiento completo en 5 fracciones, se calculan sus rendimientos y también se muestran en la Tabla 8. Tal como puede observarse, las fracciones principales son la fracción 285-PEF y la fracción 260-285, con rendimientos de 49% en peso y 33% en peso, respectivamente, siendo significativamente superiores a los rendimientos de las otras 3 fracciones.

Tabla 8. Rendimiento del fraccionamiento de una mezcla isoparafínica

Unidad de fraccionamiento	Fracción	Fraccionamiento separado		Fraccionamiento completo	
		Rendimiento (% en peso)	Rendimiento (% en vol.)	Rendimiento (% en peso)	Rendimiento (% en vol.)
Escala piloto	1: PEI-200	7,32	7,69	7,32	7,69
	2: 200-230	5,46	5,60	5,46	5,60
	3: 230-260	4,90	4,96	4,90	4,96
	4: 260-PEF	82,32	81,75	-	-
	Total	100,00	100,00	-	-
Escala de laboratorio	1: 260-285	39,93	40,13	32,87	32,81
	2: 285-PEF	60,07	59,87	49,44	48,94
	Total	100,00	100,00	-	-
	Total general	-	-	100,00	100,00

Se llevaron a cabo destilaciones de laboratorio para cada fracción tal como se muestra en la Tabla 9. Puede observarse que las fracciones obtenidas se encuentran dentro de los límites de punto de ebullición de las fracciones excepto para la fracción de PEI 230-260 que es inferior a los criterios en aproximadamente 6°C.

Tabla 9. Resultados de destilación de laboratorio para las fracciones isoparafínicas.

	PEI-200	200-230	230-260	260-PEF	260-285	285-PEF
Método	D86	D86	D86	D86	D7345	D7345
PEI	131,6	198,5	223,9	266,8	262,7	288,9
5%	153,2	208,4	231,8	276,7	264,8	292,1
10%	158,0	209,6	232,3	277,4	267,0	294,0
20%	164,4	211,5	233,6	278,5	267,4	294,4
30%	169,4	213,0	234,7	279,7	267,6	294,6
40%	173,6	214,3	235,8	281,0	268,0	294,9
50%	176,4	215,5	237,0	282,4	268,4	295,3
60%	179,4	216,7	238,2	284,0	268,9	295,6
70%	182,5	218,1	239,7	285,9	269,8	296,0
80%	185,4	219,7	241,6	288,4	271,4	296,6
90%	189,1	222,2	244,4	292,0	273,8	297,9
95%	191,8	224,6	247,4	295,5	275,9	299,6
PEF	195,5	228,7	252,9	300,1	278,2	306,8

Los rendimientos de cada fracción resultante del fraccionamiento de la mezcla n-parafínica se presentan en la Tabla 10, tanto en masa como en volumen. El rendimiento de las fracciones era aproximadamente 16%, 38% y 46% en peso para la primera, segunda y tercera fracciones, respectivamente. Además, la distribución de número de carbonos de cada fracción se muestra en la Tabla 11. Los componentes de cada fracción muestran que las fracciones cumplían los criterios definidos por el nombre de la fracción. La pureza de C18 en la fracción de C18 y componentes más pesados era de 86,2% en peso, que es ligeramente inferior a la diana deseada de 90% en peso.

En dicha fracción, los componentes más pesados constituían 7,5% en peso, mientras que los componentes más ligeros representaban aproximadamente 6,3% en peso y la recuperación de C18 de dicha fracción objetivo era de 76% en peso de C18 presente en la carga de alimentación.

Tabla 10. Rendimiento del fraccionamiento de la mezcla n-parafínica

Fracción	Rendimiento (% en peso)	Rendimiento (% en vol.)
1: C16 y componentes más ligeros	16,27	16,49
2: C16-C18	38,06	38,12
3: C18 y componentes más pesados	45,67	45,39
Total	100,00	100,00

Tabla 11. Distribución del número de carbonos de la fracción n-parafínica

Nº de carbonos	C16 y componentes más ligeros	C16-C18	C18 y componentes más pesados
7	0,06	0,00	0,00
8	0,30	0,00	0,00
9	0,42	0,00	0,00
10	0,71	0,00	0,00
11	0,58	0,00	0,00
12	1,32	0,00	0,00
13	3,67	0,00	0,00
14	12,23	0,01	0,00
15	38,14	2,20	0,00
16	38,61	34,20	0,12
17	3,26	31,39	6,15
18	0,68	31,91	86,21
19	0,03	0,21	2,07
20	0,00	0,07	3,33
21	0,00	0,01	0,40
22	0,00	0,00	0,65
23	0,00	0,00	0,11
24	0,00	0,00	0,09
25	0,00	0,00	0,00
>C36	0,00	0,00	0,02
C25-C29	0,00	0,00	0,61
C30-C36	0,00	0,00	0,24
Total	100,00	100,00	100,00

Ambos fraccionamientos cumplían los criterios fijados. Para el fraccionamiento de la mezcla isoparafínica, las fracciones principales obtenidas eran las fracciones con intervalo de ebullición de 285°C-PEF y 265-285°C, con rendimientos de 49% y 33% en peso, respectivamente. La fracción principal de la mezcla n-parafínica era C18 y la fracción de componentes más pesados presentaba un rendimiento de 46% en peso. Dicha fracción contenía aproximadamente 86% en peso de C18 y se alcanzó una recuperación de C18 de 76% en esta fracción. Aunque la pureza de C18 en dicha fracción principal era ligeramente inferior al objetivo deseado, podría conseguirse el objetivo en la destilación a escala industrial.

Ejemplo 2. Propiedades físicas de las fracciones

La Tabla 12, posteriormente, muestra las propiedades físicas de las fracciones isoparafínicas. Las propiedades que se incrementan con un intervalo de ebullición más alto son el punto de inflamación, el punto de anilina, la viscosidad cinemática, la densidad, la tensión superficial, el punto de escurrimiento, el punto de enturbiamiento, la tasa de evaporación relativa y el índice de refracción. Por otra parte, las propiedades que se reducen con un intervalo de ebullición creciente son el ensayo de solubilidad de Kauri-butanol, el parámetro de solubilidad y la presión de vapor.

Tabla 12. Propiedades físicas de las fracciones isoparafínicas

Nº	Propiedades físicas	unidad	Carga de alimentación isoparafínica	Escala piloto (PEI a 200)	Escala piloto (200 a 230)	Escala piloto (230 a 260)	Escala piloto (260 a PEF)	Equipo de ensayo 1 (260 a 285)	Equipo de ensayo 1 (285 a PEF)
1	PEI	°C	188,2	131,6	198,5	223,9	266,8	262,7	288,9
	PEF	°C	300,9	195,5	228,7	252,9	300,1	278,2	306,8
2	Punto de inflamación	°C	78,5	32,0	77,0	97,0	133,0	125,0	145,0
3	Punto de anilina	°C	95,6	79,2	85,9	89,9	97,9	95,3	99,5
4	Viscosidad cinemática a 20°C	mm ² /s	4,198	1,23	2,09	2,857	5,270	4,222	6,002
	Viscosidad cinemática a 40°C	mm ² /s	2,712	<1	1,521	1,950	3,291	2,785	3,682
	Viscosidad cinemática a 100°C	mm ² /s	-	<1	<1	<1	1,306	1,157	1,416
5	Índice de	-	-	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A

	viscosidad								
6	Densidad a 15°C	kg/m ³	778,0	740,3	760,4	769,5	783,4	779,5	786,1
	Densidad a 20°C	kg/m ³	-	736,5	756,9	766,0	780,1	776,1	782,7
	Densidad a 50°C	kg/m ³	-	-	-	-	-	-	-
7	Tensión superficial a 23°C	mN/m	27,3	24,3	25,9	26,5	27,8	25,4	24,9
8	Conductividad eléctrica a 23°C	pS/m	2	<1	<1	<1	6	<1	11
9	Ensayo de solubilidad de Kauri-butanol	-	-	26	23,5	22,5	19,5	20	18,5
10	Punto de escurrimiento	°C	-	<-57	<-57	<-57	-56	<-57	-55
11	Punto de enturbiamiento	°C	-34	<-60	<-60	<-60	-28	-47	-23
12	Tasa de evaporación relativa de solventes respecto a éter dietílico	-	-	46	233	>600	>600	>600	>600
13	Color	Saybolt	28	+30	+30	+30	22	+30	17
16	Presión de vapor	kPa	0,003	0,195	0,019	0,006	0,000	0,001	0,000
17	Índice de refracción a 20°C	-	-	1,4147	1,4253	1,4300	1,4375	1,4351	1,4387
20	Parámetro de solubilidad	(MJ/m ³) ^{1/2}	-	14,5	14,3	14,2	14,0	14,0	13,9

El punto de inflamación se encontraba comprendido entre 32°C para la fracción más ligera y 145°C para la fracción más pesada. El punto de anilina también se incrementó de 79,2°C a 99,5°C como función de los intervalos de ebullición. La viscosidad cinemática variaba entre menos de 1 hasta 6 mm²/s según el intervalo de ebullición. A menor temperatura, viscosidad más elevada. Sin embargo, el índice de viscosidad no pudo calcularse porque la viscosidad a 100°C era inferior a 2 en todas las fracciones y éste es un intervalo inválido del estándar. La densidad de las muestras variaba entre 740 y 786 kg/m³. El punto de escurrimiento de todos los intervalos de ebullición era inferior a -55°C y el punto de enturbiamiento variaba entre -23°C a menos de -60°C. Las tasas de evaporación relativa eran de 46 y 233 para las dos fracciones más ligeras, respectivamente, mientras que se incrementaba significativamente hasta ser superior al límite superior del ensayo para las fracciones más pesadas. El cálculo de la presión de vapor mostraba que las fracciones con un intervalo de ebullición de PEI a 200°C y de 200°C a 230°C se clasificaban como compuesto orgánico volátil (COV), mientras que otras fracciones más pesadas eran no COV. El índice de refracción se incrementaba ligeramente de 1,415 a 1,439 como función de un intervalo de ebullición creciente.

Como indicativo del poder de disolución, KB se encontraba comprendido entre 18,5 y 26, y se estimaron los parámetros de solubilidad basándose en el ensayo de KB, variando entre 13,9 y 14,5 (MJ/m³)^{1/2}. Los cálculos detallados se muestran en el Apéndice F.1 de Kanokporn Sinthavarayan, "Fractionation and characterization of renewable paraffinic solvents," Thesis submitted in partial fulfillment of the requirements of the degree of Master of Science in Technology, Aalto University School of Chemical Technology, Environmental Pathways for Sustainable Energy Systems (SELECT) Master's Program, Espoo, Finlandia, 1 de agosto de 2013 (en lo sucesivo denominada "Aalto University Thesis", el contenido completo de la cual se incorpora en la presente memoria como referencia.

Específicamente, se estimaron los parámetros de solubilidad a partir de la relación entre KB y el parámetro de solubilidad mostrado en la figura 1 (índice de Kauri-butanol vs. parámetro de solubilidad de Hidebrand) y en la figura 2 (número de Kauri-butanol vs. Punto de anilina) ([Documento citado n° 40]) (figura 14 de la Aalto University Thesis).

La línea de tendencia estimada que se muestra en la figura 3 (correlación entre el índice de Kauri-butanol y el parámetro de solubilidad) se utiliza para extrapolar el parámetro de solubilidad.

El valor de Kauri-butanol (KB) es la cantidad de solvente que se requiere para alcanzar el punto de enturbiamiento utilizado para titular una solución de resina Kauri estándar en 1-butanol. El punto de anilina (PA) es la temperatura máxima a la que la anilina y los líquidos solventes sometidos a ensayo se separan en dos fases. El PA puede correlacionarse con el KB y también el parámetro de solubilidad tal como se muestra en la figura 6. Sin embargo, estos valores no pueden ser utilizados para la selección del solvente para una pareja de solvente-soluto dada como parámetros de solubilidad. Pueden proporcionar algunas sugerencias sobre qué solventes pueden utilizarse en industrias seleccionadas, tales como las de las pinturas y recubrimientos ([Documento citado nº 39]).

Las fracciones más ligeras muestran más poder de disolución que las fracciones más pesadas. En comparación con las propiedades físicas típicas de otros solventes en las Tablas A.1 y A.2 (y Apéndice A de la Aalto University Thesis), el KB de estas fracciones es inferior al KB del 2,2,4-trimetilpentano, que es 27, y del n-hexano, que es 31.

Además, los poderes de disolución son significativamente más bajos que los de los solventes aromáticos, por ejemplo tolueno o benceno, que presentan KB de 112 y 105, respectivamente.

Tabla A.1. Propiedades físicas generales de los solventes n-parafínicos e isoparafínicos

Propiedad física	Unidad	Heptano	Octano	2-Metilhexano	2,4-Dimetilpentano	2,2,3-Trimetilpentano	2,2,4-Trimetilpentano
Estructura química		Alcano	Alcano	Isoalcano	Isoalcano	Isoalcano	Isoalcano
Fórmula química		C ₇ H ₁₆	C ₈ H ₁₈	C ₇ H ₁₆	C ₇ H ₁₆	C ₈ H ₁₈	C ₈ H ₁₈
Peso molecular	g/mol	100	114	100	100	114	114
Punto de ebullición	°C	98	126	90	81	110	100
Punto de congelación	°C	-90	-57	-118	-119	-112	-107
Densidad a 20°C	kg/m ³	683,8	702,7	678,6	672,7	716,0	691,9
Índice de refracción a 20°C	-	1,3876	1,3974	1,3849	1,3815	1,4030	1,3915
Viscosidad a 20°C	mm ² /s	0,611	0,778	0,557	0,535	0,835	0,728
Tensión superficial a 25°C	mN/m	19,70	21,18	18,80	17,66	20,22	18,32
Conductividad eléctrica	pS/m	<0,01	-	-	-	-	-
Parámetro de solubilidad a 25°C	(MJ/m ³) ^{1/2}	15,20	15,48	14,80	14,24	14,70	14,01
Punto de inflamación	°C	-1	22	-	-12	-	-12
Evaporación relativa (éter=1)	-	3	-	-	-	-	-
Valor de Kauri-butanol	-	31	-	-	-	-	27
Referencia		41-42:	[42]	[42]	[42]	[42]	41-42:

Tabla A.2. Propiedades físicas de los solventes aromáticos y nafténicos

Propiedad física	Unidad	Benceno	Tolueno	Metilciclopentano	Ciclohexano	Metilciclohexano	Etilciclohexano
Estructura química		Aromático	Aromático	Nafteno	Nafteno	Nafteno	Nafteno
Fórmula química		C ₆ H ₆	C ₇ H ₈	C ₆ H ₁₂	C ₆ H ₁₂	C ₇ H ₁₄	C ₈ H ₁₆
Peso molecular	g/mol	78	92	84	84	98	112
Punto de ebullición	°C	80	111	71	81	101	132
Punto de congelación	°C	6	-95	-142	6,72	-127	-111
Densidad a 20°C	kg/m ³	879,0	866,8	748,6	778,6	769,4	787,9
Índice de refracción a 20°C	-	1,5011	1,4969	1,4097	1,4262	1,4231	1,4330
Viscosidad a 20°C	mm ² /s	0,738	0,676	0,677	1,252	0,954	1,070
Tensión superficial a 25°C	mN/m	28,20	27,92	21,72	24,65	23,29	25,14

Conductividad eléctrica	pS/m	0,004	0,08	-	0,0007	<0,01	-
Parámetro de solubilidad a 25°C	(MJ/m ³) ^{1/2}	18,74	18,23	-	16,78	15,99	16,30
Punto de inflamación	°C	-11	4	-27	-17	-6	22
Evaporación relativa (éter=1)	-	2,6	6,1	-	-	-	-
Valor de Kauri-butanol	-	112	105	-	-	-	-
Referencia		[41-42]	[41-42]	[42]	[42]	[42]	[42]

Los resultados de los experimentos de tensión superficial, conductividad eléctrica y color se muestran en la Tabla 13.

5 Tabla 13. Tensión superficial, conductividad eléctrica y color de las fracciones isoparafínicas

Método de fraccionamiento	Descripción de la fracción	Tensión superficial (mN/m)	Conductividad eléctrica (pS/m)	Color Saybolt (-)
-	Mezcla isoparafínica	27,3	2	28
ESCALA PILOTO	1/PEI-200.	24,3	<1	+30
	2:200-230	25,9	<1	+30
	3:230-260	26,5	<1	+30
	4:260 - PEF	27,8	6	22
Aparato ASTM D86	95% destilado de PEF 260	27,9	<1	+30
	5% residuo de PEF 260	28,3	-	-
	40% destilado de PEF 260	27,6	-	-
	60% residuo de PEF 260	27,9	-	-
EQUIPO DE ENSAYO 1	1:260-285	25,4	<1	+30
	2:285 - PEF	24,9	11	17
	5% residuo de PEF 280 según D86	23,3	-	-
EQUIPO DE ENSAYO 1 Y EQUIPO DE ENSAYO 2	190-220	24,5	-	-
	220-240	24,6	-	-

10 Las fracciones isoparafínicas obtenidas de la Escala piloto presentaban tensiones superficiales comprendidas entre 24,3 y 27,8 mN/m y las fracciones más pesadas presentan una tensión superficial más alta. También se observó una tendencia similar en las fracciones obtenidas del aparato ASTM D86. Sin embargo, la tensión superficial de las fracciones obtenidas de las unidades Equipo de ensayo 1 y Equipo de ensayo 2 muestra tensiones superficiales más bajas, en el intervalo de 23 a 25 mN/m que no son consistentes con sus intervalos de ebullición. Además, la fracción más pesada presenta una tensión superficial más baja que la más ligera. Lo anterior lleva a la premisa de que se produjo contaminación durante el fraccionamiento a escala de laboratorio. El posible contaminante es la grasa utilizada para garantizar el vacío entre piezas de la columna de destilación.

15 Respecto a la conductividad eléctrica y el color, una conductividad eléctrica pequeña y un color amarillo ya se observaban en la carga de alimentación de la mezcla isoparafínica. Puede observarse que los componentes que explican estas propiedades tienden a concentrarse en la fracción más pesada. Además, se observó que los componentes más pesados que quedan en el residuo son responsables de ambas propiedades. Estos componentes más pesados posiblemente son hidrocarburos aromáticos policíclicos, que presentan temperaturas de ebullición y propiedades conductoras altas ([Documento citado nº 107]).

25 Otro posible motivo para la conductividad eléctrica es el aditivo antiestático. Sin embargo, no se encuentra presente en esta carga de alimentación. La conductividad eléctrica mínima tras la adición de dicho aditivo puede ser de aproximadamente 100 pS/m según la norma ISO 6297 ([Documento citado nº 108]). Por lo tanto, la conductividad eléctrica no es el resultado del aditivo. Sin embargo, en el caso de que la carga de alimentación contenga un aditivo antiestático, el efecto en este caso dependerá de qué componentes activos se encuentran contenidos en ese aditivo.

El ingrediente activo en el aditivo antiestático de tipo sulfónico es, por ejemplo, ácido dinonilnaftilsulfónico, que tiende a descomponerse antes de la ebullición a una temperatura superior a 300°C ([Documento citado nº 109]). Por lo tanto, la propiedad conductora puede detectarse en la fracción más pesada.

5 Las propiedades físicas de las fracciones n-parafínicas se presentan en la Tabla 14. Las tendencias de las relaciones entre las propiedades físicas y los intervalos de ebullición son similares a las de las fracciones isoparafínicas. Debido al elevado punto de escurrimiento de los componentes C18 y componentes más pesados, dicha fracción se vuelve sólida a temperatura ambiente y no se analizaron algunas propiedades, por ejemplo la tensión superficial, KB y el índice de refracción.

10

Tabla 14. Propiedades físicas de las fracciones n-parafínicas

Nº	Propiedades físicas	unidad	mezcla n-parafínica	C16 y más ligero	C16-C18	C18 y más pesado
1	PEI	°C	272,9	231,1	285,7	304,1
	PEF	°C	314,7	279,2	300,7	328,9
2	Punto de inflamación	°C	113,0	101,0	139,0	157,0
3	Punto de anilina	°C	98,5	93,1	98,0	100,9
4	Viscosidad cinemática a 20°C	mm ² /s	N/A	3,694	5,229	N/A
	Viscosidad cinemática a 40°C	mm ² /s	3,447	2,493	3,362	4,068
	Viscosidad cinemática a 100°C	mm ² /s	-	1,114	1,380	1,570
5	Índice de viscosidad	-	-	N/A	N/A	N/A
6	Densidad a 15°C	kg/m ³	N/A	-	-	N/A
	Densidad a 20°C	kg/m ³	N/A	768,8	777,5	N/A
	Densidad a 50°C	3 kg/m ³	757,8	748,0	756,9	762,6
7	Tensión superficial a 23°C	mN/m	27,8	24,9	25,9	N/A
8	Conductividad eléctrica a 23°C	pS/m	<1	<1	<1	<1
9	Ensayo de solubilidad de Kauri-butanol	-	-	19,0	17,5	N/A
10	Punto de escurrimiento	°C	-	8,0	19,0	26,0
11	Punto de enturbiamiento	°C	-	8,3	20,1	29,5
12	Tasa de evaporación relativa de solventes respecto a éter dietílico	-	-	>600	>600	N/A
13	Color	Saybolt	+30	+30	+30	N/A
16	Presión de vapor	kPa	0,000	0,001	0,000	0,000
17	Índice de refracción a 20°C	-	-	1,4320	1,4365	N/A
20	Parámetro de solubilidad	(MJ/m ³) ^{1/2}	-	13,9	13,8	-

15

El punto de inflamación se encuentra comprendido entre 101°C y 157°C y el punto de anilina varía entre 93°C y 101°C como función de un intervalo de ebullición creciente. La viscosidad cinemática se incrementa de 1,11 a 5,23 mm²/s según el intervalo de ebullición. De manera similar, para las fracciones isoparafínicas, no puede calcularse el índice de viscosidad. La densidad a 50°C varía entre 748 y 762 kg/m³. Pueden observarse puntos de escurrimiento y puntos de enturbiamiento significativos más altos que los de las fracciones isoparafínicas. También se observaron tasas de evaporación relativa más altas que el límite superior. Todas las fracciones n-parafínicas pueden clasificarse como no-COV, ya que sus presiones de vapor son inferiores a 0,01 kPa. Además, el índice de refracción se incrementa de 1,432 a 1,436 de la primera a la segunda fracción.

20

25

Con el fin de obtener valores de tensión superficial, la mezcla n-parafínica también se fraccionó utilizando una unidad de fraccionamiento a escala de laboratorio. Puede considerarse que la contaminación también puede producirse y afectar al análisis de la tensión superficial al igual que ocurre para las fracciones isoparafínicas. Se encontró que la conductividad eléctrica era inferior a 1 pS/m para tanto la carga de alimentación como las fracciones n-parafínicas. Se observó color +30 en la escala de color Saybolt en todas las fracciones, incluyendo la carga de alimentación. Además, se descubrió que KB y los parámetros de solubilidad eran ligeramente inferiores que para las fracciones isoparafínicas. KB y el parámetro de solubilidad de la primera y segunda fracciones eran 19 y 17,5 para KB y 13,9 y 13,8 (MJ/m³)^{1/2} para el parámetro de solubilidad, respectivamente.

30

Ejemplo 3. Análisis de componentes

35

Para las fracciones isoparafínicas, las distribuciones de número de carbonos correspondían a sus intervalos de ebullición. Los resultados de la fracción con intervalo de ebullición de PEI-200°C utilizando NM490B y NM291 son consistentes. Presentaba aproximadamente 87% en peso de isoparafinas, 12% en peso de n-parafinas y 1% en peso de naftenos. También se encontraron cantidades traza de olefinas, aromáticos y compuestos oxigenados, en proporciones 0,3, 0,03 y 0,07% en peso, respectivamente. El análisis de componentes y de estructura de las fracciones isoparafínicas se presentan en la Tabla 15.

40

Tabla 15. Análisis de componentes y de estructura de las fracciones isoparafínicas

Nº	Propiedades físicas	Unidad	Mezcla isoparafínica	Escala piloto (PEI a 200)	Escala piloto (200 a 230)	Escala piloto (230 a 260)	Escala piloto (260 a PEF)	Equipo de ensayo 1 (260 a 285)	Equipo de ensayo 1 (285 a PEF)
Distribución de número de carbonos									
1	Número de carbonos de la molécula principal (más de 10% en peso)	-	-	C9-C12	C12-C14	C13-C15	C15-C18	C15-C17	C17-C18
Estructura de la molécula					NM490 B	NM291	NM490B		
1	Isoparafinas - general	% en peso	-	32,9	-	1,7	0,1	0,0	0,2
2	Metilparafinas	% en peso	-	20,8	-	40,8	41,3	37,8	43,4
3	Di/tri-metilparafinas	% en peso	-	31,6	-	41,2	37,4	41,1	34,9
4	Tri-metilparafinas	% en peso	-	1,3	-	8,4	14,6	15,1	15,2
	Isoparafinas totales	% en peso	-	86,6	86,9	92,1	93,4	93,9	93,7
5	n-parafinas	% en peso	-	12,0	11,7	7,8	6,6	6,1	6,3
6	Naftenos	% en peso	-	1,4	1,0	0,1	-	-	-
7	Olefinas	% en peso	-	-	0,3	-	-	-	-
8	Aromáticos	% en peso	-	-	0,03	-	-	-	-
9	Compuesto oxigenado	% en peso	-	-	0,07	-	-	-	-
Componente específico									
1	Contenido de aromáticos	% en vol.	0,1	0,06	0,11	0,11	0,11	0,18	0,02
		ppmv	1000	600	1100	1100	1100	1800	200
		ppm	1131*	713*	1273*	1258*	1236*	2032*	224*
2	Índice de bromo	mg Br/100 g	16	530	180	107	21	35	17
3	Contenido de azufre	mg/kg	<1	<1	<1	<1	<1	-	-
4	Contenido de benceno	mg/l	<1	<1	<1	<1	<1	-	-
		ppm	1,29*	1,35*	1,32*	1,3*	1,28*	-	-
<p>Nota: * Estimación según el Apéndice F 2 Contenido de aromático en peso (ppm) y Apéndice F 3 Contenido de benceno en peso (ppm) (densidad a 15°C) de la Aalto University Thesis, el contenido completo de los cuales se incorpora como referencia en la presente memoria. Específicamente, para el contenido de aromáticos en peso (ppm), se calculó la conversión de en volumen a en peso según la ecuación a continuación.</p> $A (\% \text{ en peso}) = \frac{A (\% \text{ en vol.}) * 880}{D} \quad (F.1)$ <p>en la que A es el contenido de aromáticos, 880 es la densidad de monoaromático (kg/m³) y D es la densidad de la muestra (kg/m³). Para el contenido de benceno en peso (ppm), se calculó la conversión de en volumen a en peso según la ecuación a continuación.</p>									

$$B \left(\frac{mg}{kg} \right) = \frac{B \left(\frac{mg}{L} \right)}{D} \quad (F.2)$$

en la que B es el contenido de benceno y D es la densidad de la muestra (kg/l)

Otras fracciones presentaban un contenido de isoparafinas más elevado, de entre 92% y 95% en peso y un contenido de n-parafinas más bajo, aproximadamente de entre 5% y 6% en peso. Se observaron cantidades traza de naftenos, excepto por las fracciones con intervalo de ebullición superior a 260°C. Además, el contenido de azufre era inferior a 1 ppm y el contenido de benceno era inferior a 1 mg/ml.

El análisis de componentes y de estructura de las fracciones n-parafínicas se presentan en la Tabla 16.

Tabla 16. Análisis de componentes y de estructura de las fracciones n-parafínicas

Nº	Propiedades físicas	Unidad	mezcla n-parafínica	C16 y más ligero	C16-C18	C18 y más pesado
Distribución de número de carbonos						
1	Número de carbonos de la molécula principal (más de 10% en peso)	-	-	C14-C16	C16-C18	C18
Estructura de la molécula				NM490B		
1	Isoparafinas - general	% en peso	-	0,6	0,0	0,9
2	Metilparafinas	% en peso	-	4,2	2,6	1,5
3	Di/tri-metilparafinas	% en peso	-	1,1	0,5	0,4
4	Tri-metilparafinas	% en peso	-	0,3	0,2	0,2
	Isoparafinas totales	% en peso	-	6,2	3,3	3,0
5	n-parafinas	% en peso	-	93,8	96,7	97,0
Componente específico						
1	Contenido de aromáticos	% en vol.	0,25	0,1	0,03	0,56
		ppmv	2500	1000	300	5600
		ppm	2903*	1176*	349*	6462*
2	Índice de bromo	mg Br/100 g	5	8	5	-
3	Contenido de azufre	mg/kg	<1	-	-	-
4	Contenido de benceno	mg/l	<1	-	-	-
		ppm	1,32*	-	-	-

Nota: * Estimación según el Apéndice F 2 y el Apéndice F 3 (densidad a 50°C) de la Aalto University Thesis, comentada anteriormente, el contenido completo de la cual se incorpora como referencia en la presente memoria.

Respecto a las fracciones n-parafínicas, el contenido de n-parafinas era de aproximadamente 94% a 97% en peso y el contenido de isoparafinas era de entre 3% y 6% en peso. Se analizó el contenido de azufre y de benceno únicamente para la mezcla n-parafínicas y los resultados mostraron proporciones inferiores a 1 ppm y 1 mg/l, respectivamente. Sin embargo, el contenido de azufre y de benceno de las fracciones n-parafínicas puede inferirse que es tan bajo como el de su carga de alimentación.

Se calculó el balance de contenido de aromáticos y se muestra en la Tabla 17. Puede observarse que se origina un contenido elevado de aromáticos en el elevado contenido aromático de la carga de alimentación misma y que no se produjo una cantidad significativa de aromáticos durante la destilación.

Tabla 17. Balance de contenido de aromáticos

	Unidad de fraccionamiento	Carga de alimentación (ppmv)	Media de productos (ppmv)
Mezcla isoparafínica	ESCALA PILOTO	1000	1061
	EQUIPO DE ENSAYO 1	1100	842
Mezcla n-parafínica	EQUIPO DE ENSAYO 2	2500	2821

Por otra parte, el balance del índice de bromo se muestra en la Tabla 18. Se descubrió una cantidad significativa de insaturados u olefinas producidas durante el fraccionamiento en la unidad de escala piloto y aparato según ASTM D86. Sin embargo, no se formó una cantidad considerable de olefinas en las unidades de Equipo de ensayo 1 y de Equipo de ensayo 2.

Tabla 18. Balance de índice de bromo

	Unidad de fraccionamiento	Carga de alimentación (mg de Br/100 g)	Productos (mg de Br/100 g)
Mezcla isoparafínica	ESCALA PILOTO	16	71 (media)
	EQUIPO DE ENSAYO 1	21	24 (media)
	EQUIPO DE ENSAYO 1 Y EQUIPO DE ENSAYO 2	16	20 (190°C a 220°C)
			17 (220°C a 240°C)
Isoparafinas (260-PEF)	ASTM D86	21	67
Isoparafinas (285-PEF)	ASTM D86	17	93
Mezcla n-parafínica	EQUIPO DE ENSAYO 2	5	5 (C16 y más ligeros)
			8 (C16-C18).

- Las olefinas producidas posiblemente se originan por craqueo debido al calentamiento durante el fraccionamiento. Las potenciales reacciones de craqueo se muestran en la figura 4 (Craqueo de isoparafinas ([Documento citado nº 110])). El craqueo produce isoparafinas, olefinas y n-parafinas de cadena de carbonos más corta. De esta manera, las olefinas y n-parafinas tienden a encontrarse presentes en la fracción más ligera en mayor proporción que en la fracción más pesada debido al número de carbonos más bajo. Ello es consistente con los resultados mostrados en el análisis de componentes de que la fracción más ligera presenta el contenido más alto de olefinas y n-parafinas.
- La temperatura de calentamiento durante el fraccionamiento a escala de laboratorio era de entre 180°C y 195°C para la mezcla isoparafínica y de entre 195°C y 220°C para la mezcla n-parafínica y la duración del fraccionamiento era de aproximadamente 24 horas, mientras que las temperaturas de calentamiento durante la destilación según ASTM D86 era de entre 280°C y 300°C y duración de la destilación de únicamente 1 hora. Además, la temperatura de calentamiento potencialmente era mucho más elevada cerca de la superficie del calentador eléctrico. Lo anterior implica que las mezclas son sensibles al calor y se produce craqueo con facilidad al someterlas a calor en el intervalo de 200°C a 300°C. Sin embargo, se espera un tiempo de residencia significativamente más corto en la destilación a escala industrial y puede llevarse a cabo mediante destilación bajo vacío para reducir la temperatura del fondo en caso necesario.
- El contenido de olefinas también puede ser responsable del olor presente en las fracciones. Las fracciones con intervalo de ebullición de PEI a 200°C y de 200°C a 230°C con índice de bromo de 530 y 180 mg Br/100 g, respectivamente, presentaban olor, mientras que las fracciones más pesadas, que presentan un índice de bromo más bajo, eran inodoras.
- Ejemplo 4. Comparación entre productos comerciales
- Se compararon las propiedades físicas y componentes de las fracciones con los productos isoparafínicos comerciales de los proveedores comentados en la Sección 5.2 («Fabricantes y fluidos alifáticos comerciales») de la Aalto University Thesis, el contenido completo de la cual se incorpora como referencia en la presente memoria. Se presentan detalles de la comparación en el Apéndice H de la Aalto University Thesis. La información se recogió en los sitios de Internet de los fabricantes. Por lo tanto, no se informa de todas las propiedades físicas y componentes.
- En general, las propiedades físicas, por ejemplo el punto de inflamación, el punto de anilina, la viscosidad y la densidad, eran comparables a las de los productos comerciales. Sin embargo, existían algunas diferencias de propiedades y componentes que se comentan en los párrafos siguientes.
- En comparación con ShellSol y Shell Chemicals, los productos ShellSol mostraban una tensión superficial ligeramente más baja y un KB y parámetro de solubilidad más altos. En términos de composición, ShellSol T y TD presentaban índices de bromo de 300 y 400 ppm, respectivamente. Presentaban valores más bajos que la fracción con intervalo de ebullición de PEI a 200°C. Sin embargo, los valores eran más altos que los de otras fracciones. Los productos ShellSol ofrecían un contenido de aromáticos más bajo, excepto ShellSol OMS y TK, que presentaban un contenido de aromáticos de hasta 1.000 ppm y 2.500 ppmv.
- Los productos Isopar de ExxonMobil Chemical presentaban un contenido de aromáticos significativamente más bajo, de 10 a 40 ppm, para la mayoría de grados, excepto Isopar V, que presentaba un contenido de aromáticos de hasta 1.000 ppm. Además, ISANE de TOTAL Special Fluids declara 100% de isoparafinas como propiedad típica. El índice de bromo y contenido de aromáticos son significativamente inferiores con las especificaciones de 20 mg de Br/100 g y de entre 10 y 100 ppm para el contenido de aromáticos según el grado.
- Soltrol 100 y Soltrol 125 de Chevron Philips Chemical ofrecen una pureza más alta, con más de 99% en peso de isoparafinas y un contenido de aromáticos variable entre 25 y 250 ppm. Sin embargo, Soltron 220, que es el grado más pesado, presentada 2.000 ppm de contenido de aromático y hasta 15 ppm de azufre. Los productos isoparafina INEOS proporcionan un contenido muy bajo de aromático, con aproximadamente 1 ppm en la mayoría de sus productos. Sin embargo, los índices de bromo son más altos, con valores del índice de bromo que varían entre 0,5 y

2 g de Br/100 g (aproximadamente 500 a 2.000 mg de Br/100 g) dependiendo del producto. Además, las especificaciones de contenido de azufre son más altas, siendo de entre 3 y 5 ppm. Sólo el isododecano presenta un índice de bromo bajo, de 15 mg de Br/100 g y 1 ppm de contenido de azufre.

5 En los destilados de tintes de impresión de Haltermann, todos los grados excepto PRWF 1/3 af presentan aproximadamente 75% en peso de parafinas y 25% en peso de naftenos. PRWF 1/3 af, que es el grado más ligero, presenta 99% en peso de parafinas y menos de 1% en peso de naftenos. Además, presentan un índice de bromo y contenido de aromáticos más altos. El rango del índice de bromo es de 0,5 a 1 g de Br/100 g (aproximadamente 500 a 1.000 mg de Br/100 g), mientras que el rango de contenido de aromáticos es de 1.000 (0,1% en peso) a 10.000 ppm (1% en peso) para los demás grados excepto PRWF 5/9, que presenta un contenido de aromáticos más alto, de hasta 10% en peso. Los puntos de escurrimiento de los productos de Haltermann también son más elevados, variando entre -6°C y menos de -25°C. El color de los productos también varía entre color de agua clara para el grado más ligero, virtualmente agua clara para los grados de rango medio y amarillo pálido para el grado más pesado.

15 Ejemplo 5. Evaluación de la aplicabilidad

La evaluación de aplicabilidad preliminar se basó en la compatibilidad química con diferentes materiales, la capacidad de formar emulsiones y por último, la estabilidad de la dispersión de pigmento.

20 La Tabla 19 muestra los resultados de solubilidad del ensayo de compatibilidad química con materiales líquidos. Se encontró que todas las fracciones eran fácilmente solubles en silicona líquida, ácido graso de aceite de resina y aceite de colza a temperatura ambiente (aproximadamente 23°C). Sin embargo, las fracciones son escasamente solubles o insolubles en DBE y resina epoxi. Generalmente para todas las fracciones, aproximadamente 5% en vol.

25 De la fracción isoparafínica puede disolverse en la fase DBE a temperatura ambiente. Sin embargo, el incremento de la temperatura de la solución no incrementa significativamente la solubilidad. Para la solubilidad con resina epoxi, puede disolverse una cantidad pequeña de fracción isoparafínica en la resina epoxi a temperatura ambiente, aproximadamente 5% a 10% en vol. según la fracción. Además, debido al incremento de temperatura, una cantidad pequeña de resina epoxi puede disolverse en las fracciones; sin embargo, no se produjo ningún cambio significativo de solubilidad a temperatura elevada. Los resultados detallados para la solubilidad en DBE y en resina epoxi se muestran en la figura 9 (solubilidad líquida con ésteres DBE® a diferentes temperaturas y fracciones) y en la figura 10 (solubilidad líquida en resina epoxi a diferentes temperaturas y fracciones).

35 Tabla 19. Solubilidad según fracción y diversos líquidos

Fracción	ESCALA A PILOTO (PEI-200)	ESCALA PILOTO (200-230)		ESCALA PILOTO (230-260)			ESCALA PILOTO (260-PEF)		
		Temp. (°C)	Temp. (°C)	Temp. (°C)	Temp. (°C)	Temp. (°C)	Temp. (°C)	Temp. (°C)	Temp. (°C)
Líquido de ensayo	23	23	50	23	50	80	23	50	80
Silicona líquida	Soluble	Soluble	-	Soluble	-	-	Soluble	-	-
Ácido graso de aceite de resina	Soluble	Soluble	-	Soluble	-	-	Soluble	-	-
Aceite de colza	Soluble	Soluble	-	Soluble	-	-	Soluble	-	-
Ésteres de DBE	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Insoluble	Insoluble	Poco soluble
Resina epoxi	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble	Poco soluble

40 La Tabla 20 muestra los resultados de compatibilidad entre diferentes fracciones y diversos plásticos y elastómeros. Los resultados se dividen en 3 partes según los tipos de material, que son: elastómeros, elastómeros termoplásticos y plásticos. Para los elastómeros, todas las fracciones eran compatibles en términos de alto nivel de hinchado con los elastómeros no polares: EPDM, SIL y NR. Se produjo menos hinchado con CR y entre un efecto menor y ningún efecto, con NBR. Ambos son elastómeros polares.

45 Para los poliuretanos termoplásticos, no se identificó ningún efecto a temperatura ambiente y se observó un efecto menor a temperatura más alta. Además, se encontró que los polímeros Kraton® eran capaces de formar un líquido viscoso y gel con las fracciones. En otras palabras, los polímeros Kraton® pueden utilizarse como agente espesante o gelificante con las fracciones isoparafínicas. La fracción más ligera, con un intervalo de ebullición de PEI a 200°C, era compatible con dichos polímeros a temperatura ambiente, mientras que las fracciones más pesadas podían

requerir una temperatura más alta para formar un gel o líquido viscoso. Todos los líquidos o líquidos viscosos se convirtieron en geles duros al enfriar hasta la temperatura ambiente.

5 Para los demás plásticos, las fracciones no afectaron a la mayoría de plásticos, incluyendo PUR, PA610, PC, PET, PMMA y PVAc. Una temperatura más elevada no incrementó la solubilidad entre las fracciones y estos plásticos. Sin embargo, las fracciones presentaron cierto efecto de hinchado con PS, PE y PP. Se observó una disolución parcial con PVC y es probable que las fracciones disuelvan el plastificador en PVC y no el PVC mismo. Por último, no se encontró un ligero hinchado con los productos poliamida RADILON.

10

Tabla 20. Solubilidad según fracción y plásticos y elastómeros

Fracción	% de cambio de peso										
	ESCALA PILOTO (PEI-200)	ESCALA PILOTO (200-230)		ESCALA PILOTO (230-260)			ESCALA PILOTO (260-PEF)			ShellSol T	ShellSol A 100
Temperatura	23	23	50	23	50	80	23	50	80	23	23
Materiales											
Elastómeros											
NBR	-4,4	0,0	-0,7	0,0	-0,7	-3,3	0,0	0,0	-3,3	-0,7	45,9
CR	16,7	10,5	15,3	10,7	16,7	15,3	8,0	11,3	12,4	10,3	82,1
EPDM	50,0	49,3	51,0	48,3	51,3	51,0	48,7	50,7	49,7	46,4	75,2
SIL	93,3	76,7	79,4	67,1	71,8	75,9	40,7	48,2	52,4	92,1	94,1
NR PARA	120,0	103,3	116,9	89,3	109,9	119,6	66,9	90,5	106,6	109,0	265,3
NR NAT 1729	40,0	39,3	47,4	35,3	46,4	56,7	26,0	41,1	53,3	38,9	112,2
Elastómero termoplástico											
TPU-tubo azul	0,7	0,0	2,7	0,7	2,0	2,7	0,7	2,0	2,7	0,0	26,5
TPU-tubo incoloro	0,0	0,0	0,5	0,0	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	-	-
Polímeros KRATON											
SBS D1102	G	S	VL	S	G	VL	S	S	VL	S	DS
SEBS G1654	G	S	G	S	G	VL	S	S+G	G	S	DS
SEBS G1650	VL	G	VL	G	VL	L	S	VL (opaco)	L	G	DS
SEBS FG1901	G+VL	G	VL	S	VL	L	S	G+VL	VL	S	DS

Nota: N/A: la medición del peso no resulta práctica pero se registra la apariencia visual; G: la solución se convierte en gel, VL: la solución se torna líquido viscoso, L: la solución se torna líquida, S: se produce hinchado pero no puede medirse el peso, DS: el polímero se disuelve en la fracción y -: no se lleva a cabo experimento.

15

Tabla 20. Solubilidad según fracción y plásticos y elastómeros (continuación)

Fracción	% de cambio de peso										
	ESCALA PILOTO (PEI-200)	ESCALA PILOTO (200-230)		ESCALA PILOTO (230-260)			ESCALA PILOTO (260-PEF)			ShellSol T	ShellSol A 100
Temperatura	23	23	50	23	50	80	23	50	80	23	23
Materiales											
Plásticos											
PUR	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,0
Tubo PA610	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,5	0,0	0,0	-0,5	0,0	0,0
PC	0,0	0,7	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,6	0,0	20,4
PET	0,7	0,7	0,7	0,0	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	6,6
PMMA	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,7
PS	0,7	0,7	2,0	0,0	1,3	7,9	0,7	0,0	2,0	0,7	DS
PE	0,8	0,8	1,2	0,8	2,0	3,1	0,0	1,3	3,8	0,8	4,1
PP	3,9	2,9	11,8	1,0	6,1	12,2	1,0	5,1	11,	3,8	5,0
PVC	-10,0	-4,0	-16,0	-3,3	-14,0	-14,7	-3,3	-10,0	-10,0	-6,7	3,2
PVAc	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	38,2
RADILON											
Poliamida**											
PA6	0,7	0,6		1,0			1,0			1,4	3,3

PA66	0,8	1,5	0,8	1,7	0,7	2,0
PA610	0,5	0,6	1,4	1,5	0,7	2,0

Nota: N/A: la medición del peso no resulta práctica pero se registra la apariencia visual; G: la solución se convierte en gel, VL: la solución se torna líquido viscoso, L: la solución se torna líquida, S: se produce hinchado pero no puede medirse el peso, DS: el polímero se disuelve en la fracción y -: no se lleva a cabo experimento.

5 En comparación con ShellSol T, que es un solvente isoparafínico con un intervalo de ebullición de 189°C a 215°C, el nivel de compatibilidad de ShellSol T se encontraba entre la primera fracción (PEI-200°C) y la segunda fracción (200°C a 300°C) en el caso de que se utilizasen los intervalos de ebullición como criterio. Se encontró que las compatibilidades de ShellSol T, la primera y la segunda fracciones eran comparables para la mayoría de materiales. Sin embargo, ShellSol T mostraba una menor compatibilidad con el polímero Kraton® que la segunda fracción ya que puede formar un gel con únicamente SEBS G1650 y provoca hinchado con otros polímeros Kraton®.

10 Como consecuencia del alto poder de disolución de los componentes aromáticos, ShellSol A 100 mostraba más compatibilidad con todos los materiales que las fracciones isoparafínicas. Era capaz de disolver el poliestireno y todos los polímeros Kraton® sin formar ningún líquido viscoso o gel. Sólo presentaba ausencia de efecto con PA 610 y PMMA a temperatura ambiente.

15 La Tabla 21 muestra el tiempo en que las emulsiones de fracción y emulsionante empiezan a romperse. Muestra que los emulsionantes que forman emulsiones de más alta a más baja estabilidad eran MULSIFAN CB, Berol 791 y SIMULSOL 165, respectivamente. Para Berol 791, las emulsiones de tipo W/O funcionaban mejor que las emulsiones de tipo O/W. Lo anterior se debe al hecho de que este emulsionante líquido se disuelve fácilmente en la fase aceite y no en la fase acuosa. La estabilidad de las emulsiones con MULSIFAN CB es variable según la fracción. Las emulsiones de tipo W/O mostraban una mayor estabilidad con las 2 fracciones más pesadas, mientras que la emulsión de tipo O/W funcionaba mejor para las fracciones con intervalo de ebullición de 200°C a 230°C. Sin embargo, no se sometió a ensayo la fracción más ligera para la emulsión de tipo O/W. Finalmente, las emulsiones de tipo O/W SIMULSOL 165 presentaron un mejor comportamiento que las emulsiones de tipo W/O.

Tabla 21. Rotura de emulsión de las combinaciones

Tipo de emulsión	W/O				O/W			
Fracción	ESCALA PILOTO (PEI-200)	ESCALA PILOTO (200-230)	ESCALA PILOTO (230-260)	ESCALA PILOTO (260-PEF)	ESCALA PILOTO (PEI-200)	ESCALA PILOTO (200-230)	ESCALA PILOTO (230-260)	ESCALA PILOTO (260-PEF)
Emulsionante								
Sin emulsionante	menos de 5 min a 22°C							
Berol 791	24 h a 23°C	24 h a 4°C	24 h a 4°C	24 h a 4°C	1 h a 23°C	1 h a 23°C	1 h a 23°C	30 min a 23°C
MULSIFAN CB	N/A	20 min a 23°C	2º ciclo cong./descong.	3º ciclo cong./descong.	1º ciclo cong./descong.	1º ciclo cong./descong.	1º ciclo cong./descong.	1º ciclo cong./descong.
SIMULSOL 165	N/A	N/A	5 min a 23°C	5 min a 23°C	Menos de 5 min a 23°C	1 h a 23°C	24 h a 23°C	24 h a 23°C

30 La figura 5 muestra las alturas de las diferentes capas en las emulsiones de tipo W/O con Berol 791 tras 24 horas a 4°C y puede observarse a partir del gráfico que la fracción más pesada muestra más estabilidad que la más ligera.

35 La figura 6 muestra las alturas de las diferentes capas de las emulsiones de tipo O/W con Berol 791 tras 24 horas a temperatura ambiente (23°C). Al contrario que la emulsión de tipo W/O, la fracción más ligera mostraba más estabilidad que la más pesada.

40 Los resultados similares en la figura 7 (diferentes capas en emulsiones de tipo O/W y W/O con MULSIFAN CB tras el 3º ciclo de congelación/descongelación) para el emulsionante MULSIFAN CB muestran en la fracción más pesada presentaba mayor estabilidad que en las más ligeras en emulsión de tipo W/O, mientras que la fracción más ligera presentaba mayor estabilidad que la más pesada para la emulsión de tipo O/W.

45 La figura 8 (diferentes capas en emulsiones de tipos O/W y W/O con SIMULSOL 165 tras 24 horas a temperatura ambiente) muestra los resultados con el emulsionante SIMULSON 165. Puede observarse que la emulsión de tipo W/O muestra una mejor estabilidad con la fracción más ligera que con la más pesada, mientras que se observó una mayor estabilidad con la fracción más pesada que con la más ligera en emulsión de tipo O/W.

La Tabla 22 presenta los resultados de estabilidad de la dispersión para diferentes fracciones y pigmentos. Las fotografías que registran el comportamiento de sedimentación en un tiempo específico se ilustran en el Apéndice J

(«Fotografías de la estabilidad de dispersión de pigmento») de la Aalto University Thesis, el contenido completo de la cual se incorpora como referencia en la presente memoria.

Tabla 22. Escala de estabilidad según fracción y pigmento

Pigmento	Negro de carbono	Dióxido de titanio
Fracción		
PEI - 200	Moderadamente estable	Moderadamente estable
200-230	Moderadamente estable	Moderadamente estable
230-260	Estable	Moderadamente estable
260-PEF	Estable	Moderadamente estable
Agua	Inestable	Estable
Solvente parafínico	Moderadamente estable	Moderadamente estable
acetona	Inestable	Estable
xileno	Moderadamente estable	Moderadamente estable

5 Con ambos pigmentos, la fracción isoparafínica más pesada mostraba una estabilidad de la dispersión más elevada que la más ligera. El pigmento de negro de carbono muestra la interacción preferente con solvente no polar. Tal como puede observarse, se identifica una dispersión inestable con agua y acetona, que son solventes polares, mientras que la dispersión de pigmento es más estable con solventes no polares, es decir, con solvente parafínico, xileno y fracciones isoparafínicas, especialmente las dos fracciones más pesadas. Por el contrario, los resultados con pigmento de dióxido de titanio muestran una interacción preferente con solventes polares. Sin embargo, los resultados muestran una dispersión moderadamente estable con solventes no polares. Tal como se menciona en la revisión de la literatura, la tensión superficial es una propiedad importante durante las etapas de humectación del pigmento y de dispersión. La menor tensión superficial resulta en una mejor humectación del pigmento y menos energía de la que puede requerirse para la dispersión. Sin embargo, los resultados del presente ensayo preliminar indican que la propiedad de la polaridad presenta un efecto mayor sobre la estabilidad de la dispersión que la tensión superficial.

20 En los ensayos de compatibilidad química, se observó que las fracciones eran fácilmente solubles en ácido graso de aceite de resina, silicona líquida y aceite de colza, mientras que escasamente solubles en resina epoxi y DBE. Para los plásticos y elastómeros, las fracciones mostraban compatibilidad en términos de hinchado con elastómeros no polares: EPDM, caucho de silicona y caucho natural. Además, son compatibles con los productos Kraton®, formando líquido viscoso y gel, lo que indica que los productos Kraton® pueden ser utilizados como agente espesante y gelificante conjuntamente con dichas fracciones. Sin embargo, las fracciones mostraban un efecto menor a nulo para la mayoría de los plásticos, por ejemplo, PUR, PA, PC, PET y PMMA. El hinchado a temperatura más alta se produce con PS, PP y PE, mientras que son capaces de disolver parcialmente el plastificador en PVC.

30 En el ensayo de estabilidad de la formación de emulsión se encontró que la emulsión se formaba con diferentes emulsionantes. Sin embargo, la estabilidad de la emulsión dependía de muchos parámetros, que eran: tipo de emulsionante, orden de adición o tipo de emulsión y las fracciones mismas. Generalmente, MULSIFAN CB mostraba la mejor estabilidad, seguido de Berol 791 y SIMULSON 165.

35 La dispersión de pigmento mostraba un nivel de estabilidad moderado con dióxido de titanio y era moderadamente estable a estable con negro de carbono. Se encontró que el pigmento negro de carbono mostraba una mejor interacción con fracciones no polares, isoparafínicas, xileno y solventes parafínicos, mientras que el dióxido de titanio presentaba una interacción preferente con solventes polares: acetona y agua.

40 Se llevó a cabo un procedimiento de separación mediante destilación con el fin de obtener una composición rica en isoparafinas C14 y C15. Se utilizaron los aparatos de destilación Equipo de ensayo 1 y Equipo de ensayo 2 indicados anteriormente. El procedimiento para obtener la fracción C14-C15 era similar al descrito anteriormente para obtener las otras fracciones destiladas, por ejemplo la fracción 230°C a 260°C. Los detalles referentes a la composición resultante se indican en las Tablas 23 y 24, a continuación.

Tabla 23. Composición que contiene isoparafinas C14 y C15

Suma de % en peso	Isómero							
	Número de carbonos	iP	iP-di/trime	iP-me	iP-trime+	Total iP	nP	Total general
2	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
3	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
4	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
6	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
7	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
9	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

11	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12	0,00	0,04	0,17	0,02	0,23	0,14	0,37
13	0,00	1,91	4,42	0,09	6,41	1,55	7,97
14	0,00	16,97	21,36	2,10	40,43	3,88	44,31
15	0,00	21,60	10,88	7,45	39,93	0,73	40,66
16	0,00	2,78	0,80	2,79	6,38	0,03	6,41
17	0,00	0,11	0,04	0,10	0,24	0,00	0,24
18	0,00	0,02	0,00	0,02	0,04	0,00	0,04
19	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
20	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
21	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
22	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
23	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
24	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
25	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
> C36	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
C25-C29	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
C30-C36	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	0,00	43,42	37,68	12,56	93,67	6,33	100,00

En la Tabla 23, «iP» se refiere a isoparafinas y «me» se refiere a grupos metileno, por ejemplo «iP-me» se refiere a una isoparafina con un grupo metileno (rama).

5

Tabla 24. Composición que contiene isoparafinas C14 y C15

Componente	Contenido (% en peso)
iP total de C14 y C15	80,36
Total general de C14 y C15	84,97
Total general de C13 y más pequeño	8,34
Total general de C16 y más grande	6,69

Se llevó a cabo un procedimiento de separación mediante destilación con el fin de obtener una fracción 190°C a 220°C. Se utilizaron los aparatos de destilación Equipo de ensayo 1 y Equipo de ensayo 2 indicados anteriormente.

10 El procedimiento para obtener la fracción 190°C a 220°C era similar al descrito anteriormente para obtener las otras fracciones destiladas, por ejemplo la fracción 230°C a 260°C. Los detalles referentes a la composición resultante se indican en las Tabla 25, a continuación.

Tabla 25. Composición de la fracción 190°C a 220°C

Suma de % en peso	Isómero					Total general
	Número de carbonos	iP	iP-di/tri-me	iP-me	iP-trime+	
2	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
3	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
4	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
6	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
7	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
9	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
10	0,25	0,00	0,00	0,00	0,21	0,47
11	0,00	3,32	10,20	0,00	4,17	17,69
12	0,00	26,92	26,26	1,78	3,26	58,22
13	0,00	12,76	4,59	4,07	0,21	21,64
14	0,00	0,96	0,22	0,68	0,01	1,87
15	0,00	0,05	0,01	0,04	0,00	0,11
16	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
17	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
19	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
20	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
21	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
22	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
23	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
24	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

25	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
> C36	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
C25-C29	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
C30-C36	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Total general	0,26	44,01	41,28	6,58	7,87	100,00

En la Tabla 25, «iP» se refiere a isoparafinas y «me» se refiere a grupos metileno, por ejemplo «iP-me» se refiere a una isoparafina con un grupo metileno (rama).

- 5 Se llevó a cabo un procedimiento de separación mediante destilación con el fin de obtener una fracción 220°C a 240°C. Se utilizaron los aparatos de destilación Equipo de ensayo 1 y Equipo de ensayo 2 indicados anteriormente. El procedimiento para obtener la fracción 220°C a 240°C era similar al descrito anteriormente para obtener las otras fracciones destiladas, por ejemplo la fracción 230°C a 260°C. Los detalles referentes a la composición resultante se indican en las Tabla 26, a continuación.

10

Tabla 26. Composición de la fracción 220°C a 240°C

Componente	Número de carbonos	Isómero	% en peso
<C3	2	iP	0,00
Propano	3	nP	0,00
iso-C4	4	iP	0,00
n-Butano	4	nP	0,00
iso-C5	5	iP	0,00
n-pentano	5	nP	0,00
iso-C6	6	iP	0,00
n-hexano	6	nP	0,00
iso-C7	7	iP	0,00
n-heptano	7	nP	0,00
iso-C8	8	iP	0,00
n-octano	8	nP	0,00
iso-C9	9	iP	0,00
n-nonano	9	nP	0,00
iso-C10	10	iP	0,00
n-decano	10	nP	0,00
Parafinas C11; di/tri-metilo	11	iP-di/tri-me	0,03
Parafinas C11; metilo	11	iP-me	0,12
Isoparafinas C12, tri+-metilo	12	iP-trime+	0,05
n-undecano	11	nP	0,13
Parafinas C12; di/tri-metilo	12	iP-di/tri-me	1,89
Isoparafinas C12, mono-metilo	12	iP-me	5,07
Isoparafinas C13, tri+-metilo	13	iP-trime+	1,63
n-dodecano	12	nP	1,91
Parafinas C13; di/tri-metilo	13	iP-di/tri-me	16,77
Isoparafinas C13, mono-metilo	13	iP-me	20,89
Isoparafinas C14, tri+-metilo	14	iP-trime+	5,68
n-tridecano	13	nP	3,14
Parafinas C14; di/tri-metilo	14	iP-di/tri-me	21,72
Isoparafinas C14, mono-metilo	14	iP-me	10,88
Isoparafinas C15, tri+-metilo	15	iP-trime+	2,73
n-tetradecano	14	nP	0,84
Parafinas C15; di/tri-metilo	15	iP-di/tri-me	4,16
Isoparafinas C15, mono-metilo	15	iP-me	1,45
Isoparafinas C16, tri+-metilo	16	iP-trime+	0,36
n-pentadecano	15	nP	0,08
Parafinas C16; di/tri-metilo	16	iP-di/tri-me	0,34
Isoparafinas C16, mono-metilo	16	iP-me	0,10
Isoparafinas C17, tri+-metilo	17	iP-trime+	0,01
n-hexadecano	16	nP	0,00

Parafinas C17; di/tri-metilo	17	iP-di/tri-me	0,02
Isoparafinas C17, mono-metilo	17	iP-me	0,00
Isoparafinas C18, tri+-metilo	18	iP-trime+	0,00
n-heptadecano	17	nP	0,00
Parafinas C18; di/tri-metilo	18	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C18, mono-metilo	18	iP-me	0,00
Isoparafinas C19, tri+-metilo	19	iP-trime+	0,00
n-octadecano	18	nP	0,00
Isoparafinas C19, di/tri-metilo	19	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C19, mono-metilo	19	iP-me	0,00
Isoparafinas C20, tri+-metilo	20	iP-trime+	0,00
n-nonadecano	19	nP	0,00
Isoparafinas C20, di/tri-metilo	20	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C20, mono-metilo	20	iP-me	0,00
Isoparafinas C21, tri+-metilo	21	iP-trime+	0,00
eicosano	20	nP	0,00
Isoparafinas C21, di/tri-metilo	21	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C21, mono-metilo	21	iP-me	0,00
Isoparafinas C22, tri+-metilo	22	iP-trime+	0,00
heneicosano	21	nP	0,00
Isoparafinas C22, di/tri-metilo	22	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C22, mono-metilo	22	iP-me	0,00
Isoparafinas C23, tri+-metilo	23	iP-trime+	0,00
docosano	22	nP	0,00
Isoparafinas C23, di/tri-metilo	23	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C23, mono-metilo	23	iP-me	0,00
Isoparafinas C24, tri+-metilo	24	iP-trime+	0,00
tricosano	23	nP	0,00
Isoparafinas C24, di/tri-metilo	24	iP-di/tri-me	0,00
Isoparafinas C24, mono-metilo	24	iP-me	0,00
Isoparafinas C25, tri+-metilo	25	iP-trime+	0,00
tetracosano	24	nP	0,00
C25-C29	C25-C29	iP	0,00
C30-C36	C30-C36	iP	0,00
>C36	>C36	iP	0,00
Total			100,00

En la Tabla 26, «iP» se refiere a isoparafinas y «me» se refiere a grupos metileno, por ejemplo «iP-me» se refiere a una isoparafina con un grupo metileno (rama).

- 5 Las diversas fracciones obtenidas mediante procedimientos de separación pueden utilizarse en diversas aplicaciones. Por ejemplo, una fracción rica en C14-C16 puede utilizarse en, por ejemplo, aceites lubricantes, ceras, cosméticos para el cuidado personal, farmacéuticos, detergentes, plásticos y aditivos, recubrimientos y fluidos funcionales, surfactantes e intermediarios tales como parafinas cloradas o sulfonadas que se pueden utilizar sin modificación o para la producción de, por ejemplo, plastificadores. Una fracción rica en C16-C18 puede utilizarse en,
- 10 por ejemplo, aceites lubricantes, ceras, cosméticos para el cuidado personal, farmacéuticos, detergentes, plásticos y aditivos, recubrimientos y fluidos funcionales, surfactantes e intermediarios tales como parafinas cloradas o sulfonadas que se pueden utilizar sin modificación o para la producción de, por ejemplo, plastificadores. Una fracción rica en C18 puede utilizarse en, por ejemplo, aceites lubricantes, ceras, cosméticos para el cuidado personal, farmacéuticos, detergentes, plásticos y aditivos, recubrimientos y fluidos funcionales, surfactantes e

intermediarios tales como parafinas cloradas o sulfonadas que se pueden utilizarse sin modificación o para la producción de, por ejemplo, plastificadores.

Tal como apreciará el experto en la materia, la presente invención puede realizarse en otras formas específicas sin apartarse del espíritu o características esenciales de la misma. Por lo tanto, las realizaciones actualmente dadas a conocer se consideran en todos los aspectos ilustrativas y no limitativas. El alcance de la invención es indicado por las reivindicaciones adjuntas y no por la descripción anteriormente proporcionada, y todos los cambios comprendidos dentro del significado y alcance y equivalencia de los mismos se pretende que se encuentren comprendidos en la invención.

DOCUMENTOS CITADOS

A continuación se proporciona una lista de los documentos citados que se han indicado anteriormente:

- [13] "ASTM Standard D7345, 2008, "Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure (Micro Distillation Method)," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008. 15 p.
- [15] "ASTM Standard D86, 2011a, "Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011. 27 p.
- [20] "ASTM Standard D2887, 2008, "Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008. 20 p.
- [39] G. Wypych, "Solvents, Industrial," in Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology.: John Wiley & Sons, Inc., 2006, vol. 23, páginas 1 a 41. [En Internet]. www.onlinelibrary.wiley.com
- [40] G. Wypych, "Basic Physical and Chemical Properties of Solvents," in Handbook of Solvents, G. Wypych, Ed. Toronto: Chem Tec Publishing, 2001, cap. 2.3, páginas 42 a 63. [En Internet]. www.knovel.com
- [43] "ASTM Standard D5950, 2007, "Pour Point of Petroleum Products (Automatic Tilt Method)," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007. 5 p.
- [44] "ASTM Standard D5771, 2010, "Cloud Point of Petroleum Products (Optical Detection Stepped Cooling Method)," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010. 6 p.
- [48] "ASTM Standard D445, 2009, "Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009. 10 p.
- [49] "ASTM Standard D2270, 2010, "Calculating Viscosity Index from Kinematic Viscosity at 40 and 100°C," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010. 6 p.
- [54] C. Bordes, V. Fréville, E. Ruffin, P. Marote, J. Y. Gauvrit, S. Briançon and P. Lantéri, "Determination of poly(ϵ -caprolactone) solubility parameters: Application to solvent substitution in a microencapsulation process," International Journal of Pharmaceutics, vol. 383, no. 1-2, páginas 236 a 243, 2010.
- [55] W. Andrew, PDL HANDBOOK SERIES: Chemical Resistance of Thermoplastics, W. Woishnis and S. Ebnesajjad, Eds. Waltham, USA: Elsevier Inc., pp. XV-LI, 2012. [En Internet]. <http://books.google.com/>
- [62] S. J. Kim, S. J. Park, and S. I. Kim, "Swelling behavior of interpenetrating polymer network hydrogels composed of poly(vinyl alcohol) and chitosan," Reactive & Functional Polymers, vol. 55, págs 53 a 59, 2003.
- [68] Q. Li, D. L. Feke, and I. M. Zloczower, "Comparison of stability and dispersion characteristics of organic pigment agglomerates," Powder Technology, vol. 92, págs 17 a 24, 1997.
- [80] "ASTM Standard D93, 2008, "Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008. 18 p.
- [81] "ASTM Standard D56, 2010, "Flash Point by Tag Closed Cup Tester," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010. 11 p.
- [82] "ASTM Standard D611, 2007, "Aniline Point and Mixed Aniline Point of Petroleum Products and Hydrocarbon Solvents," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007. 7 p.
- [83] "ASTM Standard D4052, 2011, "Density, Relative Density, and API Gravity of Liquids by Digital Density Meter," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011. 8 p.
- [85] "ASTM Standard D2624, 2009, "Electrical Conductivity of Aviation and Distillate Fuels," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009. 11 p.
- [88] "ASTM Standard D6045, 2009, "Color of Petroleum Products by the Automatic Tristimulus Method," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009. 8 p.
- [89] "ASTM Standard D1218, 2007, "Refractive Index and Refractive Dispersion of Hydrocarbon Liquids," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007. 7 p.
- [92] "ASTM Standard D2710, 2009, "Bromine Index of Petroleum Hydrocarbons by Electrometric Titration," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009. 4 p.
- [95] "ASTM Standard D5453, 2009, "Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009. 10 p.
- [97] C. Chiyoda, E. C.D. Peixoto, A. J.A. Meirelles y C. E.C. Rodrigues, "Liquid-Liquid equilibria for systems composed of refined soybean oil, free fatty acids, ethanol, and water at different temperatures," Fluid Phase Equilibria, vol. 299, págs 141-147, 2010.
- [98] ALZAID Chemical Compatibility Test Kit. [En Internet]. www.alzet.com/downloads/alzaidspecs.pdf, 15 de marzo, 2013.
- [99] Orgasol powders: Arkema Inc. [Online]. <http://www.arkema-inc.com/literature/pdf/92.pdf>, 15 de marzo, 2013.

- [100] "ASTM Standard D1401, 2010, "Water Separability of Petroleum Oils and Synthetic Fluids"," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010. 5 p.
- [101] M. Daaou and D. Bendedouch, "Water pH and surfactant addition effects on the stability of an Algerian crude oil emulsion," Journal of Saudi Chemical Society, vol. 16, págs 333 a 337, 2012.
- 5 [102] Berol 791: AkzoNobel Fabric & Cleaning. [En Internet]. <http://sc.akzonobel.com/en/fabric-cleaning/Pages/product-detail.aspx?prodID=8242>, 7 May 2013.
- [103] SIMULSOL 165: SEPPIC. [En Internet]. <http://www.seppic.com/cosmetic/emulsifier/simulsol-165-@/view-361-seproduit.html;jsessionid=xSYB9LuYcgHYDGOpgH4w>, 7 de mayo, 2013.
- [104] Zschimmer & Schwarz: Technical datasheet MULSIFAN CB Oil/water emulsifier for cosmetics. [En Internet].
10 http://www.zschimmer-schwarz.com/MULSIFAN_CB/simon/zschimmerschwarz/media/site/downloads/merkblatt/1_S_S_ENG_4255_10_2_370.pdf, 7 de mayo, 2013.
- [105] J. Viyoch., Surfa Tech-Technology Library- Emulsions. [Online].
<http://www.surfatech.com/pdfs/emulsions.pdf>, 7 de mayo, 2013.
- 15 [106] ASTM International. [En Internet].<http://www.astm.org/Standard/index.shtml>, 17 de junio, 2013.
- [107] Y. Natsume, T. Minakata, and T. Aoyagi, "Structures and electronic properties of thin-films of polycyclic aromatic hydrocarbons," Thin Solid Films, vol. 517, págs 3005-3010,2009.
- [108] "ISO 6297:1997 Petroleum products --Aviation and distillate fuelsDetermination of electrical conductivity," International Organization for Standardization, Geneva, 1997.
- 20 [109] Dinonylnaphthalene Category: Screening-Level Hazard Characterization of High Production Volume Chemicals, U.S. environmental Protection Agency. [en Internet].
http://www.epa.gov/chemrtk/hpvis/hazchar/Category_Dinonylnaphthalene_M arch_2012.pdf, 11 de junio, 2013.
- [110] T. Kasza and J. Hancsok, "Investigation of Fuel Components Produced by The Isomerization of Bio-paraffin Mixtures," Hungarian Journal of Industrial Chemistry Veszprem, vol. 39, págs 121-126, 2011.
- 25

REIVINDICACIONES

1. Composición, que comprende:
 - 5 40% a 50% en peso de parafinas C14, respecto al peso total de la composición, y
35% a 45% en peso de parafinas C15, respecto al peso total de la composición,
en la que las parafinas C14 y C15 se producen a partir de una materia prima biológica.
- 10 2. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición comprende 45% a 50% en peso de parafinas C14 y 40% a 45% en peso de parafinas C15, respecto al peso total de la composición.
3. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición comprende menos de 9% en peso de parafinas C13 y parafinas más ligeras y menos de 7% en peso de parafinas C16 y parafinas más pesadas, respecto al peso total de la composición.
- 15 4. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición comprende menos de 5% en peso de parafinas C13 y parafinas más ligeras y menos de 3% en peso de parafinas C16 y parafinas más pesadas, respecto al peso total de la composición.
- 20 5. Composición según la reivindicación 1, en la que el contenido total de isoparafinas de la composición es superior a 93% en peso, respecto al peso total de la composición.
6. Composición según la reivindicación 1, en la que el contenido total de isoparafinas de la composición es superior a 97% en peso, respecto al peso total de la composición.
- 25 7. Composición según la reivindicación 1, en la que las parafinas C14 son isoparafinas y las parafinas C15 son isoparafinas.
8. Composición según la reivindicación 2, en la que las parafinas C14 son isoparafinas y las parafinas C15 son isoparafinas.
- 30 9. Composición según la reivindicación 1, en la que el contenido total de hidrocarburos aromáticos de la composición es inferior a 1.500 ppm en peso.
- 35 10. Composición según la reivindicación 1, en la que el contenido total de hidrocarburos aromáticos de la composición es inferior a 1300 ppm en peso.
- 40 11. Composición según la reivindicación 1, en la que el contenido total de hidrocarburos aromáticos de la composición es inferior a 500 ppm en peso.
12. Composición según la reivindicación 1, en la que las parafinas C14 y C15 son producidas mediante un procedimiento que comprende la hidrodesoxigenación e isomerización de una materia prima biológica.
- 45 13. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición presenta un punto de ebullición comprendido en el intervalo de entre 240°C y 260°C.
14. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición presenta un punto de ebullición comprendido en el intervalo de entre 245°C y 255°C.
- 50 15. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición resulta adecuada para la utilización como solvente o componente de solvente.
16. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición se encuentra en forma líquida.
- 55 17. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición es una emulsión.
18. Composición según la reivindicación 1, en la que la composición resulta adecuada para la utilización en un recubrimiento, pintura, laca, barniz, pulimento, tinta, adhesivo, sellante, resina, plástico, catalizador, composición limpiadora, desensibilizador peróxido, dispersión de pigmento, fluido portador para un ingrediente activo, antioxidante, biocida, insecticida, ambientador, composición de protección de los cultivos, detergente, composición desgrasante, composición de limpieza en seco, cosmético, composición de cuidado personal, farmacéutico, extensor en un material de impresión dental, vacuna, ingrediente alimentario, composición saborizante, fragancia, extracción de aceite natural, compuesto petroquímico, composición de fango de perforación, composición de procedimiento extractivo, plastificador para elastómero, compuesto químico de procesamiento del papel, lubricante, fluido funcional, aceite para transformadores, composición de trabajo del metal, fluido de laminación o de corte, composición de
- 60
- 65

tratamiento del agua, composición de tratamiento de la madera, compuesto químico para la construcción, material desmoldante, explosivo, producto químico para la minería, composición de extracción de solvente, componente combustible, combustible para calefacción, aceite para lámparas o una combinación de los mismos.

5
19. Procedimiento para la producción de la composición según la reivindicación 1, comprendiendo el procedimiento:

10 llevar a cabo reacciones de hidroxilación e isomerización de una materia prima biológica, y llevar a cabo un procedimiento de separación del material resultante, en el que el procedimiento de separación incluye la destilación.

15

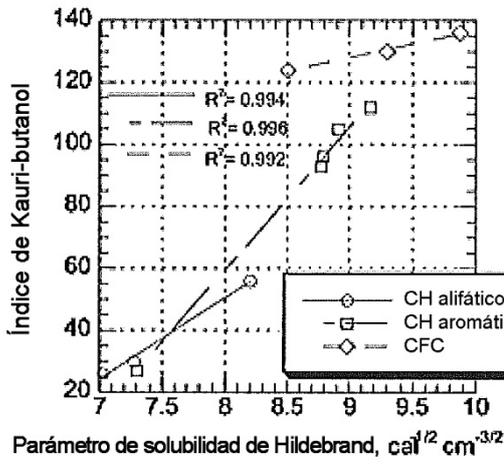


FIG. 1

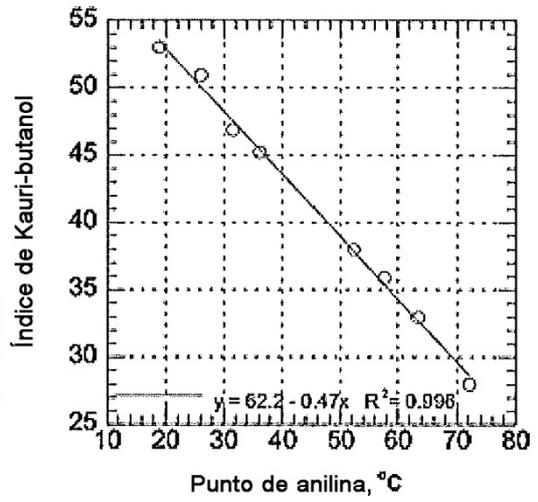


FIG. 2

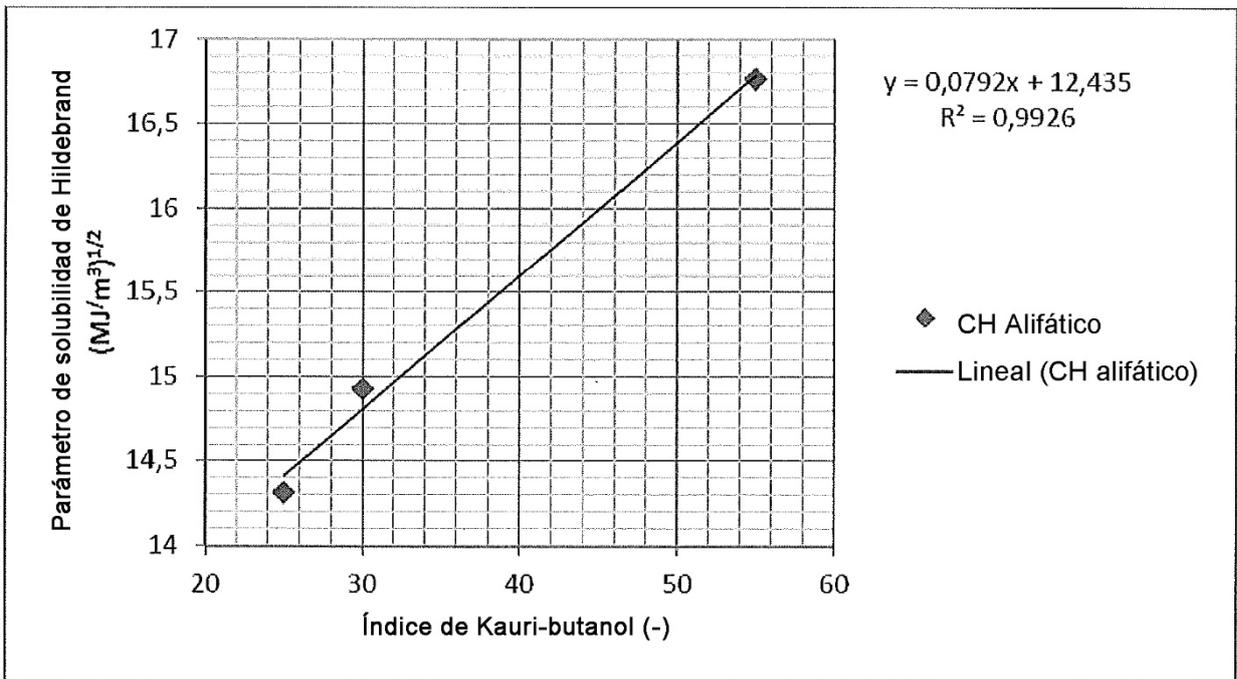


FIG. 3

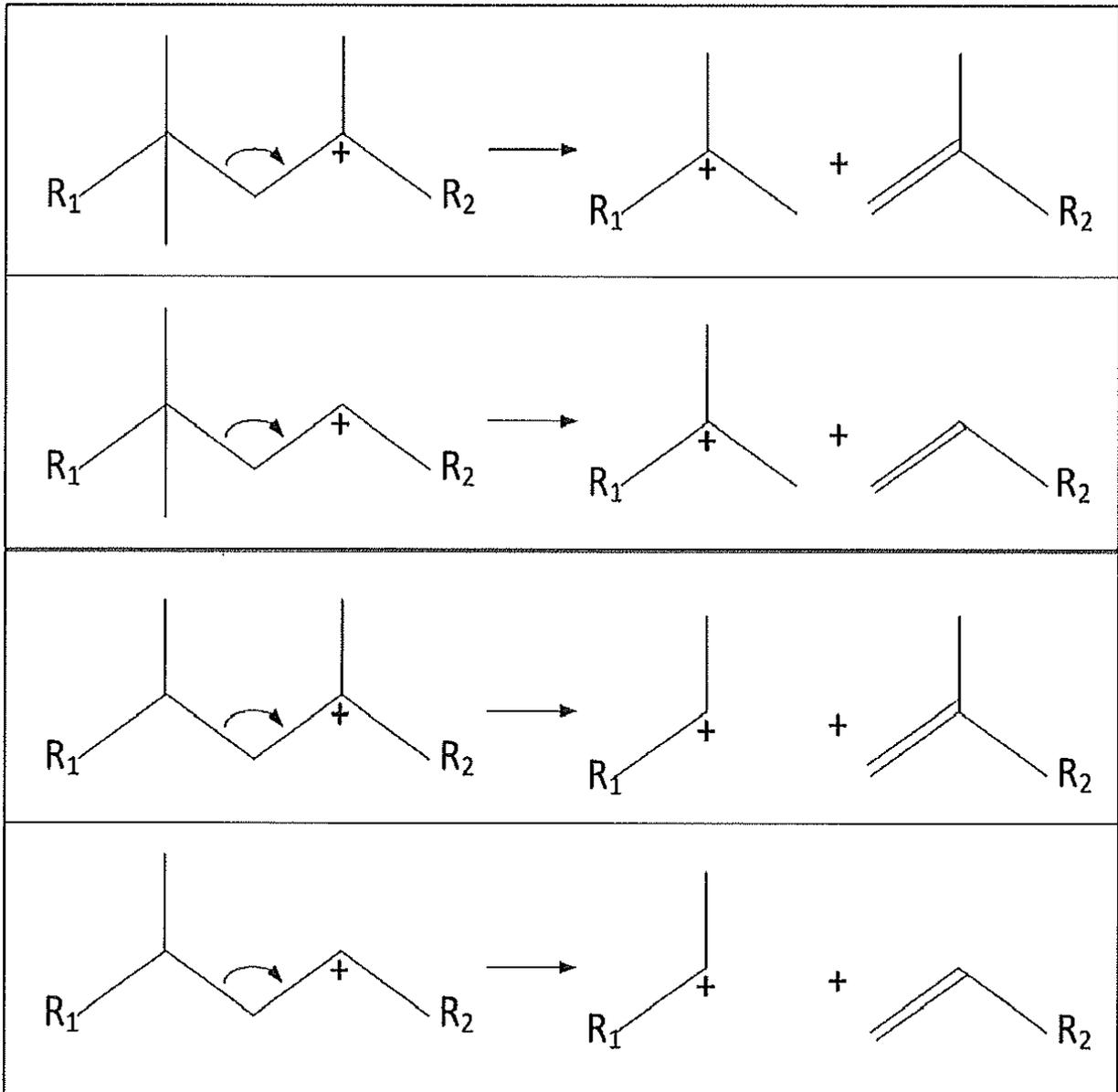


FIG. 4

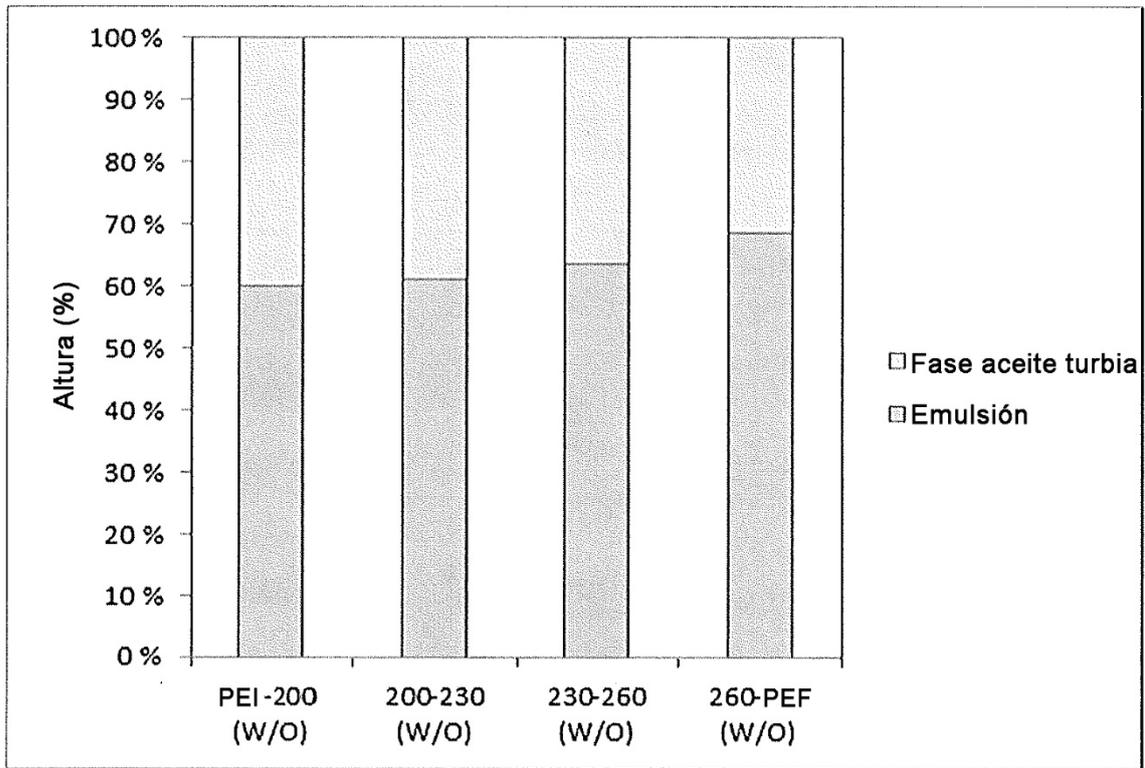


FIG. 5

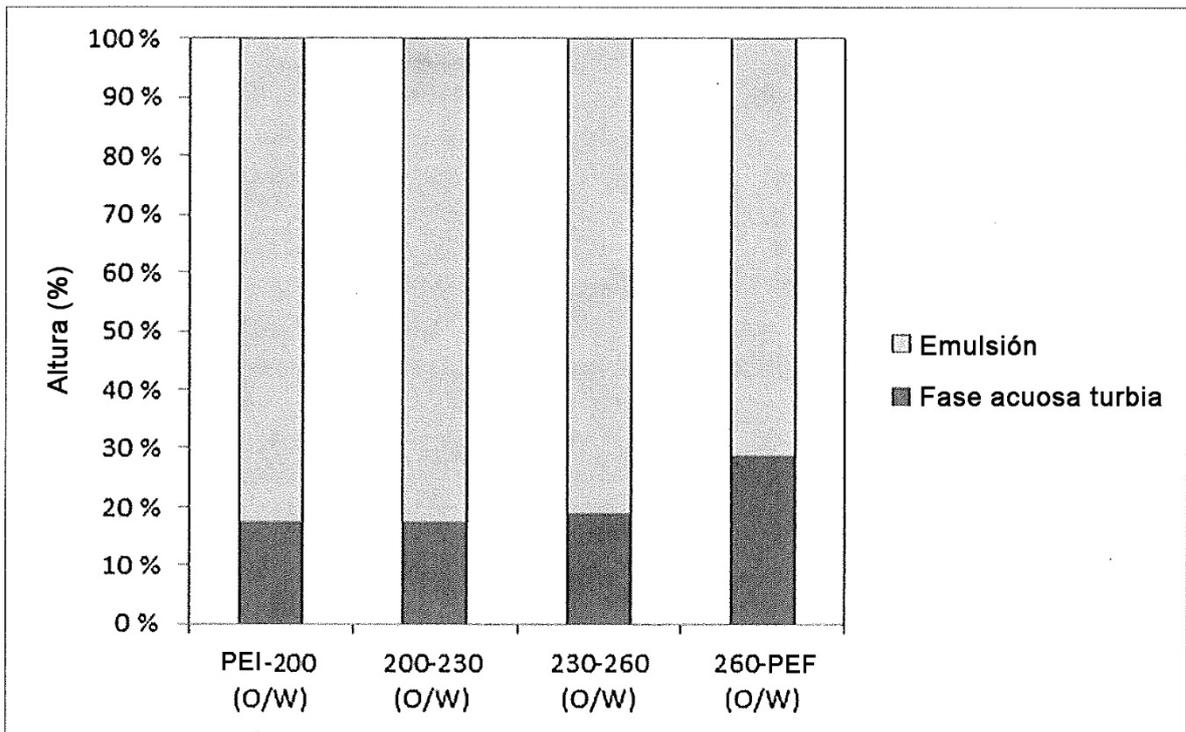


FIG. 6

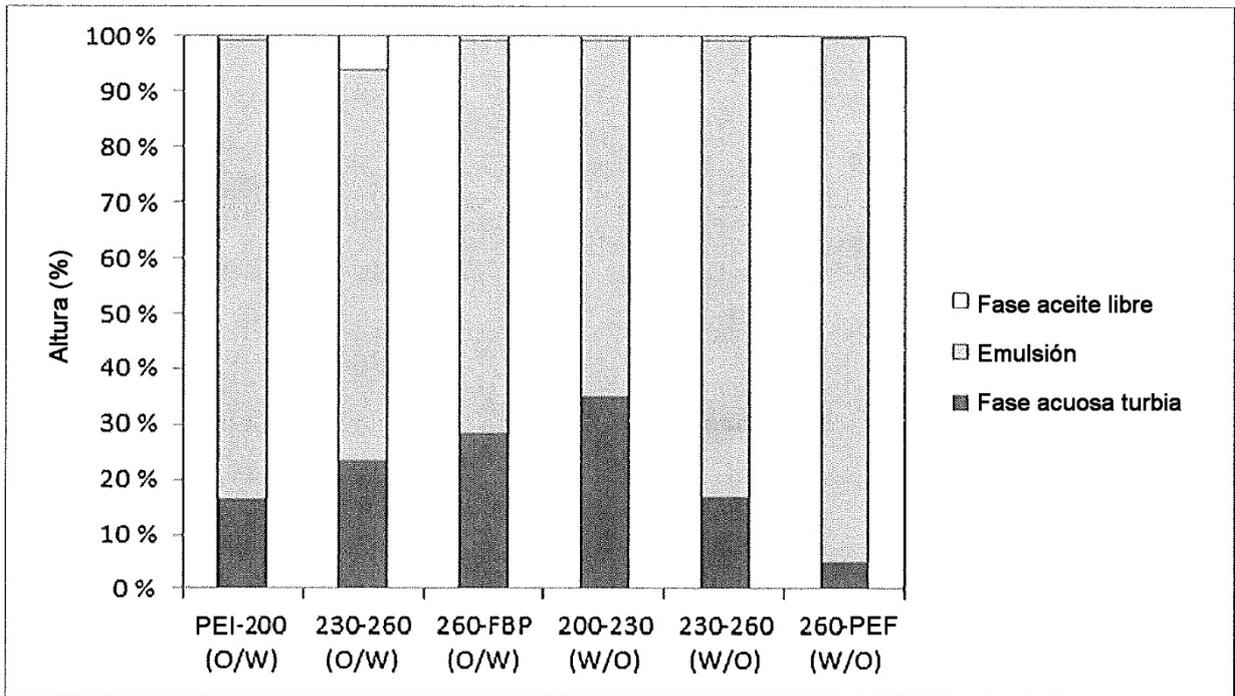


FIG. 7

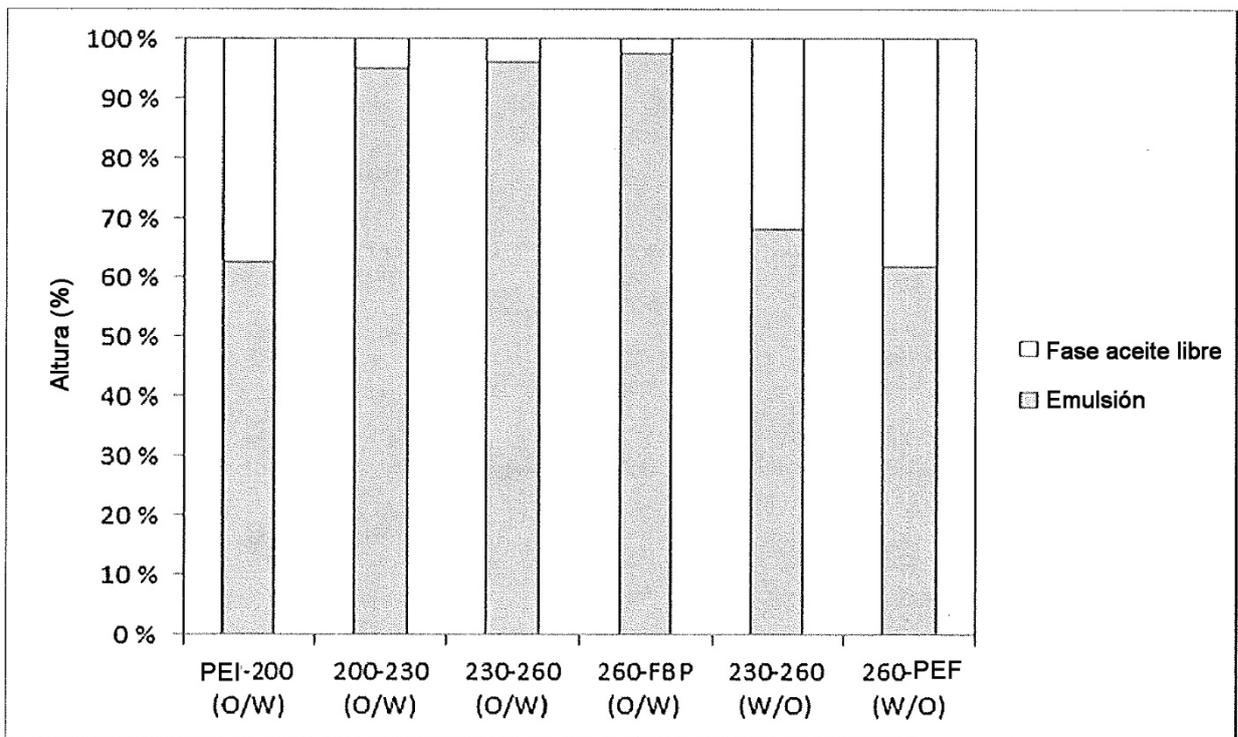


FIG. 8

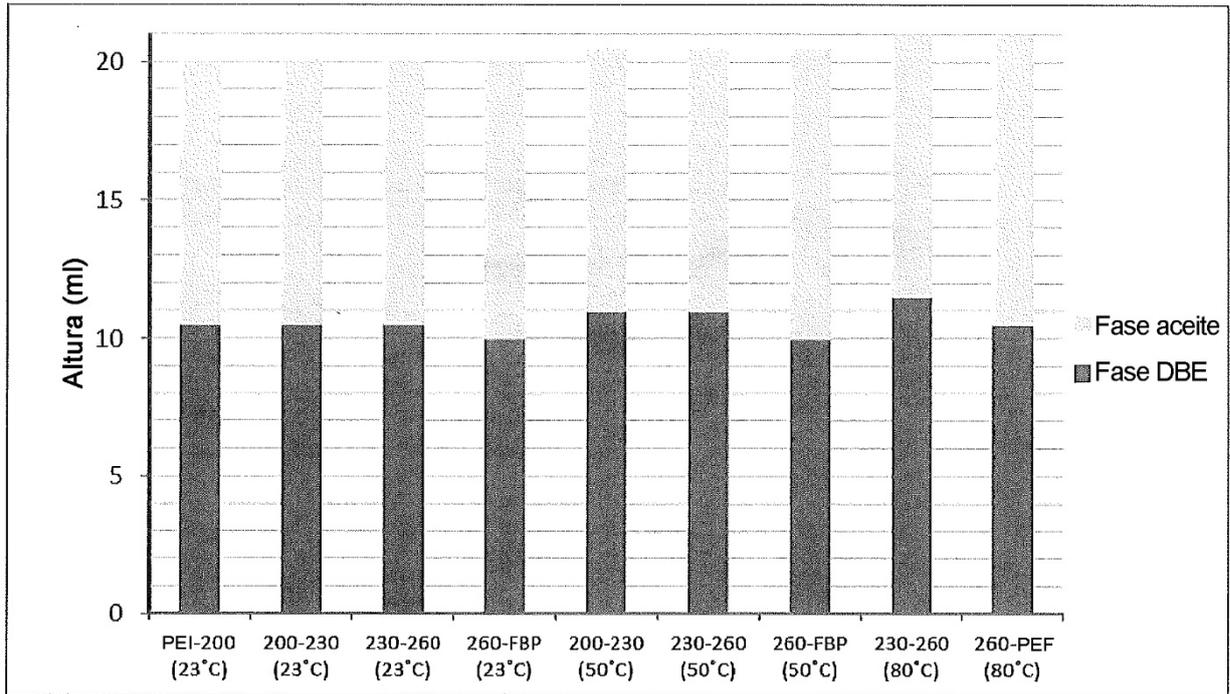


FIG. 9

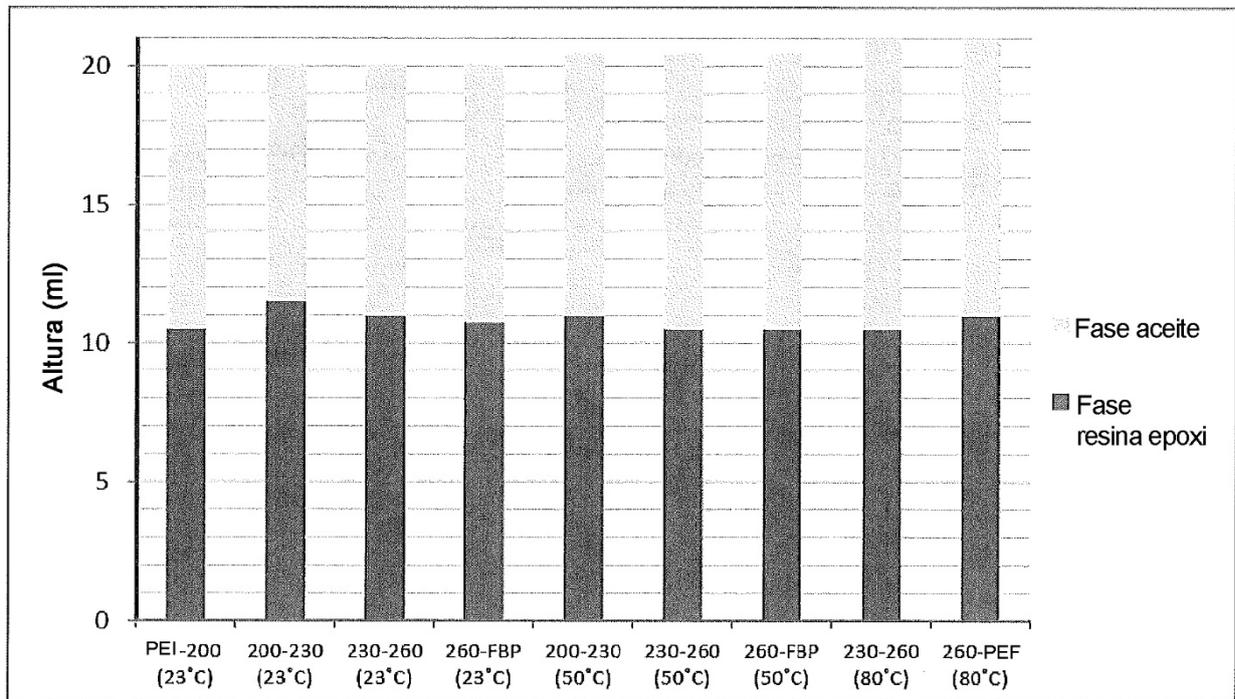


FIG. 10