

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERIA

**EFFECTO DEL TRATAMIENTO SECUNDARIO DE ADITIVOS
EN LAS PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE UN ACEITE PARA
MOTOR DIESEL GRADO 15W40**

TESIS

**PRESENTADA A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERIA**

**POR
ANA ISABEL GIRON PAZ**

**AL CONFERIRSELE EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO**

GUATEMALA, AGOSTO DE 1996.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

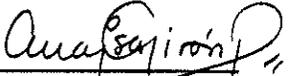
33
↑(3:4:32)
3.4

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de tesis titulado:

**EFFECTO DEL TRATAMIENTO SECUNDARIO DE ADITIVOS
EN LAS PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE UN ACEITE PARA
MOTOR DIESEL GRADO 15W40**

**tema que me fuera asignado por la Dirección
de la Escuela de Ingeniería Química**


Ana Isabel Girón Paz

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERIA

MIEMBROS DE LA JUNTA DIRECTIVA

DECANO:

VOCAL PRIMERO:

VOCAL SEGUNDO:

VOCAL TERCERO:

VOCAL CUARTO:

VOCAL QUINTO:

SECRETARIO:

Ing. Julio Ismael González Podszueck

Ing. Miguel Anguel Sánchez Guerra

Ing. Jack Douglas Ibarra Solórzano

Ing. Juan Adolfo Echeverría Méndez

Br. Fernando Waldemar de León Contreras

Br. Pedro Ignacio Escalante Pastor

Ing. Francisco Javier Gonzáles López

**TRIBUNAL QUE PRACTICO EL EXAMEN
GENERAL PRIVADO**

DECANO:

EXAMINADOR:

EXAMINADOR:

EXAMINADOR:

SECRETARIO:

Ing. Julio Ismael González Podszueck

Ing. William Alvarez

Ing. Otto Raúl De León De Paz

Ing. Julio Alberto Rivera Palacios

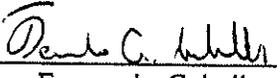
Ing. Francisco Javier González López

Guatemala, 25 de Julio de 1,996.

Doctor
Adolfo Gramajo
Director Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Universidad San Carlos de Guatemala
Presente.

Por medio de la presente hago de su conocimiento que he revisado el trabajo final de tesis de la estudiante Ana Isabel Girón Paz, titulado: **EFFECTO DEL TRATAMIENTO SECUNDARIO DE ADITIVOS EN LAS PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE UN ACEITE PARA MOTOR DE DIESEL GRADO 15W40**, del cual doy su aprobación para los efectos que convengan.

Agradeciendo la atención a la presente, le saluda atentamente,


Ing. Fernando Ceballos
Asesor



FACULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
y Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

Guatemala, 30 de julio de 1,996.

Doctor
Adolfo Gramajo
Director Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Doctor Gramajo.

Por medio de la presente hago de su conocimiento, que he revisado el Informe Final de Tesis de la estudiante Ana Isabel Girón Paz, carnet No. 89-12242, titulado: EFECTO DEL TRATAMIENTO SECUNDARIO DE ADITIVOS EN LAS PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE UN ACEITE PARA MOTOR DE DIESEL GRADO 15W40", de la cual dejo constancia de mi aprobación, para proceder a la autorización del respectivo trabajo.

Agradeciendo su atención me suscribo de usted.

Atentamente,

ID Y ENSEÑAD A TODOS


Ing. Julio Chávez Montúfar
REVISOR

JCHM/ga
c.c archivo

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

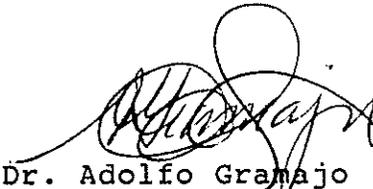


FACULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
y Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Director de la Escuela de Ingeniería Química, después de conocer el dictamen del Asesor con el Visto Bueno del Jefe de Departamento, al trabajo de la estudiante Ana Isabel Girón Paz titulado: **EFFECTO DEL TRATAMIENTO SECUNDARIO DE ADITIVOS EN LAS PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS DE UN ACEITE PARA MOTOR DE DIESEL GRADO 15W40**", procede a la autorización del mismo.


Dr. Adolfo Granajo
DIRECTOR
ESCUELA INGENIERIA QUIMICA


Guatemala, 14 de agosto de 1,996.



FACULTAD DE INGENIERIA

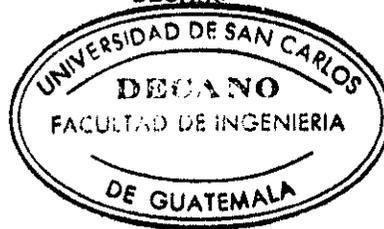
Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
y Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Decano de la Facultad de Ingeniería, luego de conocer la autorización por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de tesis titulado: **EFFECTO DEL TRATAMIENTO SECUNDARIO DE ADITIVOS EN LAS PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE UN ACEITE PARA MOTOR DIESEL GRADO 15W40**, de la estudiante **ANA ISABEL GIRON PAZ**, procede a la autorización del mismo.

IMPRIMASE:

ING. JULIO ISMAEL GONZALEZ PODSZUECK
DECANO



Guatemala, agosto de 1996

DEDICATORIA

- A DIOS Y MARIA:** Por haberme dado la vida, mi familia, y por todas sus bendiciones.
- A MIS PADRES:** Por su amor incondicional, por su ejemplo, y por haberme enseñado a luchar por lo que quiero.
- A MIS HERMANOS:** Angie, Mariel y Amadeo, por su cariño, apoyo y amistad.
- A MI FAMILIA:** En especial a Mama Noy y tío Lalo con todo mi amor.
- A MIS COMPAÑEROS:** En especial a Mario, Sandino, José, Ricardo, Roberto, Tono, Otto, Susana, Claudia, Brenda, Cristina y Ruth María.
- A MIS AMIGOS:** En especial a Chino, Ana Isabel, Concepción, Jorge, Phillip y Heidi.

AGRADECIMIENTO

Reciban mi sincero agradecimiento, todas aquellas personas que colaboraron de una u otra forma en la realización de este trabajo de investigación, especialmente:

Al Ing. Fernando Ceballos, por su valiosa asesoría, orientación y apoyo en la realización de este trabajo.

Al Ing. Julio Enrique Chávez Montúfar y Dr. Adolfo Gramajo, por la valiosa revisión de este trabajo.

A Esso Estándar Oil S.A., y su personal, por darme la oportunidad de empezar una nueva etapa profesional, y permitirme realizar el presente trabajo.

A la Universidad de San Carlos de Guatemala y Facultad de Ingeniería.

INDICE

1.	Resumen	1
2.	Introducción	2
3.	Antecedentes	4
4.	Justificaciones	14
5.	Objetivos	15
6.	Hipótesis	16
7.	Resultados	17
8.	Discusión de resultados	23
9.	Conclusiones	27
10.	Recomendaciones	28
11.	Anexo 1 - Tabla de viscosidades SAE -	29
	Anexo 2 - Métodos de análisis	31
12.	Referencias	42

RESUMEN

Este trabajo de investigación se realizó con el propósito de evaluar las propiedades físicas y químicas de un aceite grado 15W40 usado en un motor diésel, tratado con aditivo secundario, es decir, adicional al que posee el lubricante desde su fabricación. Se determinaron los efectos que pueda tener en un motor al seguir este procedimiento. Para esto, se realizaron análisis fisicoquímicos a un aceite nuevo grado 15W40, y a la mezcla aceite 15W40 más aditivo secundario (al 10% en volumen) . Luego se empleó el aceite nuevo grado 15W40 en un motor diésel, y se tomaron y analizaron muestras durante dos cambios de aceite consecutivos; lo mismo se hizo agregando aditivo secundario en la proporción recomendada por vendedores de este producto.

A todas las muestras de aceite usado se les revisó: viscosidad cinemática @ 40°C y 100°C, número total de base, presencia de agua, insolubles en tolueno y pentano y metales de desgaste; además, a las muestras de aceite sin usar se les revisó metales de composición, punto de fluidez, espuma y viscosidad a baja temperatura (Cold Cranking Simulator).

Se analizaron los resultados de acuerdo con la bibliografía investigada, y se concluyó que el uso de aditivos secundarios no disminuye el desgaste en el motor, por consiguiente, no mejora la calidad del aceite empleado.

INTRODUCCION

La selección del aceite de motor adecuado, los intervalos de cambios oportunos y el mantenimiento apropiado, son los tres factores críticos para obtener resultados óptimos del motor y una vida larga en servicio del mismo. Esto es muy importante sobre todo en los motores actuales (de automóviles de pasajeros y de vehículos pesados), que trabajan en condiciones más severas y a temperaturas más altas que antaño, y por tanto, exigen mayores prestaciones a un aceite de motor. La selección del aceite que mejor cumple los requerimientos del motor y de las condiciones de funcionamiento puede significar la diferencia entre un rendimiento sin problemas y un fallo costoso del motor.

Sin embargo, la elección del aceite adecuado no siempre es fácil; hay que tomar en cuenta ventajas en cuanto a consumo de aceite, economía de combustible, protección antidesgaste y facilidad de arranque.

API¹ en unión de SAE² y ASTM³, han establecido unas categorías de servicios API, anteriormente llamadas "Clasificaciones", las cuales describen varios grados de severidad en el funcionamiento de un motor.

La capacidad de un aceite para superar satisfactoriamente una o varias categorías API, se determina por medio de pruebas de motor desarrolladas por ASTM.

Las categorías API se subdividen en serie "S" que sirve para evaluar aceites utilizados en automóviles livianos, es decir, principalmente dirigidos a vehículos de gasolina y la serie "C", para vehículos industriales, tales como camiones, maquinaria de construcción y vehículos agrícolas.

Los fabricantes de automóviles, como E.E.U.U., normalmente establecen los requerimientos para sus motores en términos de categorías API de servicio para motor. Los fabricantes de motores pesados diésel tienen también sus propias especificaciones militares para decidir los niveles de calidad deseados para aceites usados en sus motores.

¹Instituto Americano del Petróleo

²Sociedad de Ingenieros Automotrices

³Asociación Americana de Testeo y Materiales

Es por esto que no es necesario añadir paquetes de aditivos a un aceite de motor de alta calidad. Los aditivos, ya presentes en el aceite, son los necesarios para una acción perfecta del mismo. Estos aditivos se han comprobado previamente en cuanto a compatibilidad mutua, y su formulación cuidadosamente equilibrada podría estropearse por la adición de nuevos aditivos de composición desconocida. Por lo tanto, la mayor parte de los fabricantes de autos no recomiendan la adición de paquetes de aditivos a lubricantes de calidad.

Este trabajo tiene como finalidad establecer el efecto al agregar un aditivo comercial a un aceite de calidad con una prueba de campo y análisis fisicoquímicos realizados a una mezcla de aceite de calidad usado con aditivo secundario.

ANTECEDENTES

La calidad y rendimiento de los aceites de motor ha sido clasificada por diferentes organismos alrededor del mundo. Varios factores inciden en el establecimiento de dichas calidades: el tipo de aceite base utilizado, la viscosidad del lubricante formulado, los aditivos y su comportamiento en diversas pruebas de laboratorio y ensayos de motor.

A continuación, se mencionarán brevemente algunos aspectos resaltantes sobre las calidades de los aceites lubricantes para motores:

- Aceite básico
- Aditivos de rendimiento (dispersante, detergente, antidesgaste, antioxidante, inhibidor de corrosión, etc.)
- Modificadores de viscosidad
- Modificadores de flujo.

La formulación de lubricantes de marca se basa en el uso de materiales de base de alta calidad y aditivos seleccionados para aplicaciones específicas. El porcentaje de aditivos puede variar de menos del 1% a más del 20%. El equilibrio de los aditivos es muy delicado, el desequilibrio degrada gravemente el rendimiento del lubricante. (2)

1. Aceite básico

- a. *Nafténico*: son hidrocarburos con átomos de carbón saturados en estructura anular. punto de fluidez bajo por contenido bajo de cera, y que tienen buena disolvencia.
- b. *Parafínico*: hidrocarburos con cadenas de carbono rectas o ramificadas. Relativamente alto contenido de cera y punto alto de fluidez, e índice elevado de viscosidad. Disolvencia generalmente más baja que nafténicos.

2. Aditivos de rendimiento

- a. *Dispersantes*: aunque algunas veces los términos dispersante y detergente han sido usados indistintamente, se seguirán las definiciones actuales de la industria en las que dispersante se refiere a materiales que solubilizan o inhiben la formación de lodos en el motor a bajas temperaturas, mientras que el detergente se aplica a

materiales que reducen, previenen o inclusive remueven depósitos formados a altas temperaturas.

Los dispersantes deben trabajar principalmente a temperaturas moderadas y bajas, disuelven depósitos e inhiben la formación de los precursores del lodo. En general, los dispersantes son aditivos libres de cenizas (no contienen metales). Como la mayoría de los otros aditivos de lubricantes, los dispersantes contienen una cabeza hidrófila polar y una larga cola hidrófoba no polar.

La necesidad de mejorar los controles de lodos y oxidación en los aceites para motores de hoy impone demandas más intensas a la industria para adoptar la clasificación de servicios más alta de aceite de motor. A fin de alcanzar este nivel de desempeño, la mayor parte de los dispersantes han tenido que ser usados en mayor proporción o reemplazados por materiales estructuralmente más sofisticados. Los dispersantes se preparan generalmente en concentraciones de 40-75% en peso y se usan en dosis de tratamiento entre 4% y 13% en peso, en la formulación final de los aceites.

- b. *Detergentes*: los detergentes fueron usados por primera vez en aceites para motor con el fin de prevenir la obstrucción de las válvulas. Los primeros detergentes eran muy similares a aquellos usados para limpieza comercial y residencial. Los detergentes sirven para reducir o remover depósitos y también brindar protección contra la herrumbre. Son, necesariamente, moléculas que poseen una cabeza polar relativamente pequeña y una cola larga, hidrófoba. La cabeza polar consiste de una sal metálica de un ácido orgánico. Las sales más comunes son de sodio, magnesio y calcio. En los casos en que las sales son simples y contienen la cantidad estequiométrica del metal, los productos se denominan "normales" o neutros, y tienen el número total de base (TBN: es expresado en términos del número equivalente de mg de KOH por cada gramo de muestra) desde 0 a 80.

La selección entre detergentes se determina por las condiciones particulares del motor y los otros aditivos usados en el aceite. Las dosis de tratamiento oscilan entre 1 y 2% de los concentrados nominales de 50% en peso. La mayoría de los detergentes para cárter se basan en sales de calcio, sin embargo, las sales de magnesio y especialmente las de sodio proveen mucho menos porcentaje en peso de ceniza por unidad de TBN.

- c. *Antioxidantes*: los tipos, las estructuras y el mecanismo de acción de los antioxidantes para lubricantes son más variados que cualquier otro tipo de aditivo

lubricante. Como uno podría imaginarse, la oxidación de un lubricante, particularmente un aceite para cárter, es bien compleja. La oxidación ocurre principalmente por la reacción del lubricante caliente con el aire, los residuos de la combustión y el combustible no quemado.

Los aceites básicos por sí mismos son bastante estables a la oxidación. Sin embargo, hay otros factores de por medio. Muchos aditivos, tales como los dispersantes y los detergentes, son pro-oxidantes, aunque necesarios, ya que brindan otras propiedades de desempeño.

La elección adecuada del antioxidante, o combinación de antioxidantes trabajan efectivamente al interrumpir la cadena de pasos de propagación de las reacciones de oxidación. Las dosis comunes de tratamiento usando concentrados del 90 al 100% en peso, oscilan entre 0.5 y 1.5% en peso del aceite final.

- d. *Agentes antidesgaste y de extrema presión*: obviamente, la principal función de un lubricante es la de lubricar. La lubricación se define como la aplicación de un material para hacer que algo sea resbaladizo para reducir la fricción; para nuestra discusión, se necesita ser más específicos; debe recordarse que a pesar de que dos superficies aparenten estar lisas microscópicamente, las superficies tienen numerosos picos, valles y deformaciones.

Comúnmente se reconocen dos tipos de lubricación en fluidos: la lubricación de capa límite y lubricación hidrodinámica involucra mantener una película multimolecular del lubricante entre las superficies en contacto; si las superficies no se tocan, no hay desgaste. La lubricación hidrodinámica, sin embargo, no siempre es posible. Cuando existe contacto en algunos puntos de las superficies metálicas lubricadas, se presenta el fenómeno de lubricación de capa límite.

En el caso de lubricación de capa límite, la reducción de la fricción se logra por medio de las adherencias del lubricante a la superficie metálica. Estas películas generalmente no son del lubricante en sí, sino especies particulares que resultan bajo la tensión aplicada.

Probablemente, con frecuencia, ocurren casos de lubricación mixta (hidrodinámica y de capa límite simultáneamente).

La gran mayoría de agentes contra el desgaste están basados en compuestos que contienen azufre y/o fósforo, capaces de depositar películas de polisulfuros sobre las superficies involucradas.

e. *Modificadores de fricción*: a través de su historia, los aceites lubricantes por sí mismos han servido como los principales agentes en la reducción de fricción. Solamente a partir de la crisis del petróleo en la década de los 70, ha surgido el ímpetu de preparar lubricantes para cárter con propiedades mejoradas de anti-fricción.

Los modificadores de fricción actualmente se están usando en dosis de tratamiento desde 0.5 hasta 1.0% en peso.

e. *Inhibidores de corrosión*: los inhibidores de corrosión actúan por reacción con las superficies del metal para formar capas protectoras sobre él, en forma muy similar a como se cree que trabajan los aditivos de extrema presión.

Los inhibidores de corrosión son de naturaleza polar y se adhieren fácilmente a las superficies metálicas, que previenen que el agua o los materiales corrosivos entren en contacto con las superficies. Los inhibidores de corrosión, que trabajan específicamente para prevenir la corrosión de metales ferrosos, se llaman frecuentemente inhibidores de herrumbre.

Las dosis de tratamiento para los inhibidores de corrosión varían desde 0.05 a 0.3% en peso.

f. *Antiespumantes*: la formación de espuma es muy indeseable en aceites para motor. Los aceites con espuma atrapan grandes cantidades de aire y agua, y a altas temperaturas promueven la oxidación del aceite. La espuma también puede reducir la presión del aceite e impedir la formación de películas de lubricantes resistentes. Por fortuna, existen antiespumantes disponibles que son bastante efectivos. Debido a que los materiales no son muy solubles en aceite, se separan del mismo en la superficie de las burbujas y provocan la ruptura de la espuma por reducción de la tensión superficial. Las dosis comunes de tratamiento para los antiespumantes están entre 100 y 300 ppm. La formación de espuma se mide por el método ASTM D892 (Ver Anexo 2).

3. Modificadores de viscosidad

Los mejoradores del índice de viscosidad (VI) son aditivos de desempeño que hacen posible la formulación de aceites multigrados. Un aceite multigrado es aquel que cumple al mismo tiempo con los requerimientos viscométricos a bajas y altas

temperaturas, según lo define el sistema de clasificación de viscosidad SAE (Ver anexo 1). El advenimiento de estos aditivos permitió el desarrollo de los aceites para motor adecuados para todos los climas y estaciones del año, que prevalecen en el mercado hoy en día.

El aceite ideal debe tener baja resistencia friccional a bajas temperaturas de encendido y la suficiente viscosidad para una efectiva lubricación a hidrodinámica a las temperaturas más elevadas de operación. Para cumplir mejor con estos requerimientos, se prefiere para la mayoría de las aplicaciones un lubricante multigrado del alto IV.

Los productos típicos van desde 10 hasta 50% en peso de polímero en el aceite, y depende del peso molecular y la estructura química del polímero.

4. Modificadores de flujo

El punto de fluidez es la temperatura más baja a la cual un aceite puede escurrirse o fluir cuando se enfría, sin perturbación, bajo ciertas condiciones específicas (ASTM D97, Anexo 2)). Los depresores del punto de fluidez actúan bajando el punto de fluidez de un aceite. Esto es particularmente importante para cumplir con muchas especificaciones de baja temperatura y para el desempeño apropiado del lubricante en climas fríos.

A pesar de que los procesos de desparafinación en la refinación remueven la mayor parte de la parafina, aún se encuentran presentes pequeñas cantidades de este material en la mayoría de las fracciones de aceites lubricantes. A bajas temperaturas, esta parafina se precipita en forma de cristales, y crece hasta formar una red tridimensional entrelazada. La red absorbe aceites y forma una voluminosa estructura gelatinosa que impide que el aceite fluya, particularmente durante el arranque en climas fríos. El resultado puede ser un excesivo desgaste o incluso una falla catastrófica del motor.

Los depresores del punto de fluidez no tienen ningún efecto en la temperatura de cristalización ni en el número de cristales formados. Sin embargo, ellos modifican la forma y el tamaño de las formaciones cristalinas que interfieren en su crecimiento.

La efectividad de los depresores del punto de fluidez depende del peso molecular, de la composición química y de otras características estructurales de la molécula del polímero. Los depresores de fluidez se agregan, por tanto, a los lubricantes, no para reducir la cantidad de cristales de parafina, sino para interferir en su crecimiento y alterar la formación en redes entrelazadas de cristales. Los depresores del punto de fluidez son aditivos extremadamente potentes. Las dosis comunes de tratamiento oscilan entre 0.1 y 0.5% en peso de los concentrados de aditivos.

Como se ha mencionado hasta ahora, el desempeño de un aceite terminado es producto de un balance cuidadoso de la tecnología de aditivos y las características de las bases lubricantes usadas. Para evaluar el desempeño de un lubricante, existen pruebas fisicoquímicas específicas y que son determinadas por ASTM (Anexo 2); algunas de ellas se aplican sólo a aceites nuevos y otras también a aceites usados, cuyos resultados en comparación con los de un aceite nuevo, puede determinar la condición de un aceite en uso o la condición del mismo motor.

A continuación, se describen las pruebas fisicoquímicas que se usaron para el presente trabajo (5):

1. Presencia de agua

La presencia de agua libre, ya sea en forma de burbujas o como una capa inferior separada no es aceptable. Si se detecta la presencia de agua en una muestra de drenaje, deberá tomarse otra muestra para verificar que en el primer caso se usó una botella limpia y seca. Si se confirma la presencia de agua, deberá cambiarse el aceite y el motor deberá inspeccionarse a fin de verificar si existen fallos en las juntas o una fractura en el bloque del motor. La presencia de agua puede detectarse fácilmente mediante una simple técnica. Si el aceite "chisporrotea" cuando se lo calienta sobre una superficie metálica, seguramente contendrá agua.

2. Apariencia

La presencia de grandes partículas metálicas brillantes puede indicar un desgaste excesivo y destructivo. Los aceites drenados de motores a gasolina y diésel pueden tener un amplio espectro de colores, desde amarillo claro hasta marrón rojizo o negro. El color del drenaje de motores diésel tiende a ser nítido y transparente mientras, que el del drenaje de motores a gasolina tiende a tener una apariencia turbia debido a la presencia de sales blancas de plomo; las evaluaciones de color no son particularmente confiables.

La separación del hollín de los drenajes de motores diésel en servicio por períodos cortos es indicativa de una falta de dispersión en el aceite. Los drenajes de motores diésel que contienen altos porcentajes de hollín, forman líquidos altamente viscosos. Debido a la naturaleza altamente viscosa de algunos de estos aceites drenados, se puede

evitar la sedimentación de las partículas, a pesar de que puede haber una deficiencia en la dispersión.

3. Viscosidad

Las viscosidades del aceite drenado normalmente se determinan a 40°C, ya que temperaturas superiores pueden reducir la viscosidad a un nivel tal, que el material insoluble se puede depositar en el viscosímetro e invalidar así la determinación.

Como regla general, el motor no debe continuar funcionando con un aceite cuya viscosidad se ha reducido a aproximadamente el 25% o al nivel del grado SAE inmediatamente inferior. Si el aceite se diluye excesivamente, no se desarrolla una película lubricante hidrodinámica adecuada entre las piezas móviles, y se produce en consecuencia el contacto entre las superficies metálicas. Si una amplia superficie se ve afectada, se pueden producir raspaduras y hasta la destrucción total.

No debe permitirse que la viscosidad aumente a más de aproximadamente el 35% del grado de viscosidad SAE. El drenaje del aceite espesado también ayudará a mantener la limpieza del motor. Los aceites de viscosidad muy elevada con frecuencia causan problemas de arranque a baja temperatura. Un nivel de viscosidad muy elevado es el resultado de la contaminación durante largos períodos de drenaje o del uso del producto incorrecto.

La contaminación producida por cualesquiera partículas sólidas en el aceite drenado hará aumentar la viscosidad del aceite.

Para medir la viscosidad cinemática se siguió el método ASTM D445, y los resultados se dan en centistokes (cSt).

4. Número básico total

El número básico es una medición artificial, efectuada en una solución no acuosa, que no puede relacionarse directamente con niveles absolutos de verdadera alcalinidad. El análisis generalmente depende de la demostración de que los valores experimentales varían de manera regular y uniforme, sin evidencia de valores anormalmente altos o bajos.

El número básico total (TBN) es una medición de la alcalinidad de reserva presente en el aceite drenado que es capaz de neutralizar cantidades adicionales de ácidos débiles y fuertes.

El TBN tiene unidades de medición en miligramos de hidróxido de sodio de potasio por gramo de muestra (mgKOH/g), y se usó el método ASTM D2896.

De acuerdo con estudios realizados en motores a gasolina y diésel, los aceites con valores de TBN más altos producen menos desgaste corrosivo de los aros y camisas internas de cilindros, y también producen menos depósitos de barniz en los componentes críticos del motor.

El TBN de un aceite nuevo de motor de automóvil puede variar entre 2 y 20. Durante el uso, el TBN disminuirá y se estabilizará a un determinado valor inferior. En motores que utilizan combustibles con un alto contenido de azufre o en aquellos con bajo consumo de aceite, el número básico puede, en última instancia, aproximarse a cero. El TBN de aceites drenados es muy susceptible a los efectos del agregado de aceite y a la toma de muestras antes o después del rellenado de aceite.

5. Elementos de composición

Los aditivos modernos contienen un número de metales provenientes del uso de ciertos detergentes e inhibidores. Estos metales incluyen: calcio, magnesio, zinc, fósforo y cobre

El contenido de fósforo frecuentemente no es confiable. Este tiende a aumentar durante el servicio, debido a la eliminación variable de fósforo de los cojinetes de bronce fosforoso presentes en algunos motores de diseño europeo.

6. Metales de desgaste

A medida que un motor es usado se desgasta y el aceite se contamina. Los metales siguientes ingresan al aceite usado debido al desgaste de algunas piezas del motor: aluminio, plomo, cromo, plata, cobre, estaño y hierro. El aluminio y silicio pueden ingresar al aceite del motor debido a la entrada de suciedad transportada por el aire, como arena, polvo, etc. Si se producen fugas en el sistema de enfriamiento del motor, los siguientes elementos pueden ingresar al aceite porque pueden estar contenidos en el sistema inhibidor de corrosión del refrigerante: boro, cromo, sodio y tal vez potasio.

La siguiente tabla es una pauta recomendada de los "límites de utilidad" de los aceites de motor usados, con base en el análisis espectrográfico de metales de desgaste.

Tabla No.A1

Límites de utilidad sugeridos para aceites lubricantes usados
basado en las cantidades de ppm de metales de desgaste

	Fe	Cr	Pb	Cu	Sn	Al	Ni	Sb	Mn	Si	B	Na
Motores diésel	100	25	40	50	25	30	10	5	5	20	20	75
Motores a gasolina (con Pb)	600	50	999	75	40	75	15	50	500	60	75	100
Motores a gasolina (sin Pb)	600	50	100	75	40	75	-	-	-	60	75	100
Transmisiones	500	10	300	300	20	100	20	10	10	40	20	75
Hidráulica	75	10	20	50	10	50	5	5	5	20	20	75
Diferenciales	750	10	100	400	30	50	10	25	10	75	10	50

Estos niveles o límites de utilidad no son límites absolutos. Debe considerarse la condición del vehículo, los antecedentes de reparaciones, los tipos de aceites, las lubricaciones anteriores y los antecedentes de reparaciones mecánicas.

Tanto para metales de desgaste como de composición se usó el método ASTM D5185.

7. Simulador de arranque en frío

La viscosidad aparente de aceites de motor a partir del simulador de arranque en frío se correlaciona con la baja temperatura en el arranque del motor. La viscosidad aparente CCS⁴ necesita no predecir exactamente el comportamiento de arranque en frío del motor de un aceite en un motor específico, sin embargo, la correlación de la viscosidad aparente CCS con los resultados de arranque en frío promedio es satisfactoria.

La correlación entre el equipo de simulación de arranque en frío, la viscosidad aparente y el arranque en frío del motor fue confirmado a temperaturas entre -1 y -40C trabajando en 17 aceites comerciales de motor (grado SAE 5W,10W,15W y 20W). Ambos productos basados en aceite mineral y sintético, fueron evaluados. Para esta prueba se corre el método ASTM D2896.

8. Solubles en tolueno y pentano

⁴CCS = Cold Cranking Simulator (simulador de arranque en frío).

Cuando el aceite es diluido suficientemente en pentano, éste pierde su poder solvente por la acción de ciertas resinas oxidantes, que por lo general se mantienen en solución. Estas resinas pueden ser precipitadas. Además, la dilución con pentano ayuda a sedimentar los materiales suspendidos en el aceite. Entre el aceite existen resinas de oxidación que no son solubles en el aceite, como también materias extrañas, polvo, partículas de metal desgastado y hollín. Todos los contaminantes, que pueden ser separados del aceite por precipitación y sedimentación, son asignados como *insolubles en pentano*.

Estos productos insolubles en pentano deben ser tratados con una solución de Tolueno, la cual disuelve las resinas de oxidación, y deja la materia extraña en su estado sólido. Esta cantidad final de precipitado será por consiguiente hollín, polvo y partículas de metal que se conocen como *insolubles en tolueno*. Obviamente, la diferencia entre las cantidades insolubles en pentano y tolueno es en realidad la cantidad de resinas de oxidación en el aceite. Esta diferencia es llamada *resinas insolubles*, e indica que son insolubles en pentano. Con esta prueba, se obtienen tres datos a saber:

- Insolubles en pentano: la cantidad de materiales insolubles en pentano; resinas de oxidación más materia extraña.
- Insolubles en tolueno: materia extraña
- Resinas insolubles: productos de oxidación; insolubles en pentano menos insolubles en tolueno.

9. Espuma y punto de fluidez

Estas pruebas se trataron anteriormente.

JUSTIFICACIONES

Debido al agotamiento de los recursos naturales, se hace cada vez más necesario el usarlos racional e inteligentemente, por otro lado debido a su agotamiento, el costo de los mismos va en aumento. Los intervalos de cambio de aceite de equipos generalmente se determinan o realizan con base en recomendaciones que no necesariamente se aplican a nuestras condiciones de trabajo o basado en recomendaciones empíricas, los consumidores tienden a "alargar" la vida útil del aceite agregando aditivos comerciales, los cuales no se sabe con exactitud los resultados o efectos que estos puedan tener tanto en el aceite como en el motor.

Muchos manuales para vehículos indican que el tratamiento secundario de aditivos no debe ser empleado, ya que los lubricantes han sido elaborados cuidadosamente para cumplir con especificaciones de la industria automotriz, pero debido al alto costo de un análisis fisicoquímico el consumidor no puede establecer si esto es efectivo, por lo que el presente trabajo de tesis se propone satisfacer esta necesidad.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Centro

OBJETIVOS

1. Determinar la influencia en diferentes intervalos de tiempo, de los aditivos comerciales (tratamiento secundario), en las principales propiedades fisicoquímicas de un aceite de motor diésel grado 15W40 usado.
2. Determinar en qué punto ésta influencia puede provocar consecuencias adversas en el equipo.

HIPOTESIS

El tratamiento secundario de aditivos puede tener consecuencias adversas en el funcionamiento de un aceite formulado de calidad. Al usar un aditivo secundario con un aceite formulado de calidad, en un motor de diésel, puede afectar y cambiar las propiedades fisicoquímicas, para las cuales fue formulado dicho aceite.

RESULTADOS

En las gráficas No. 1 a 5 y en las tablas No. 1 a 5, se presentan los resultados obtenidos de las características fisicoquímicas de las diferentes muestras de aceite usado, y aceite nuevo.

1. **Tabla No.1:** Propiedades fisicoquímicas de aceites nuevos usados en la prueba.

Prueba	15W40	15W40 + 10% vol aditivo secundario
Viscosidad @ 40°C	114.04 cSt	173.94 cSt
Viscosidad @ 100°C	15.49 cSt	21.92 cSt
Viscosidad CCS @ -15°C	3450 cP	3600 cP
Espuma @ 93.5°C	5 ml	10 ml
Punto de fluidez	-27 °C	-30 °C
Número total de base	10 mgKOH/g	9.69 mgKOH/g
Fóforo	0.137 %m	0.107 %m
Zinc	0.143 %m	0.108 %m
Magnesio	0.127 %m	0.099 %m
Calcio	0.067 %m	0.048 %m

2. **Tabla No.2:** Descripción de las muestras de aceite usada tomadas durante la prueba (la columna de cambio significa el kilometraje al que se le realizó cambio de aceite).

MUESTRA	TIPO	Cambio	km	Millas	Dif Millas
1	aceite 15W40		83296	51757.7	-
2	aceite 15W40		87710	54500.5	2742.7
		1	87717	54504.8	4.3
3	aceite 15W40		89480	55600.3	1095.5
4	aceite 15W40		92814	57671.9	2071.7
		2	92821	57676.3	4.3
5	15W40 con aditivo secundario		96031	59670.9	1994.6
6	15W40 con aditivo secundario		97090	60328.9	658.0
		3	97097	60333.3	4.3
7	15W40 con aditivo secundario		99788	62005.4	1672.1
8	15W40 con aditivo secundario		100307	62327.9	322.5

3. **Tabla No.3:** Viscosidad cinemática @ 40 y 100 °C y número total de base

MUESTRA	TIPO	Visc @ 40°C (cSt)	Visc @ 100°C (cSt)	T.B.N. (mgKOH/g)
1	aceite 15W40	127.76	17.63	8.32
2	aceite 15W40	153.68	20.09	7.75
3	aceite 15W40	127.72	16.02	8.77
4	aceite 15W40	143.07	22.24	8.40
5	15W40 con aditivo secundario	200.84	28.94	7.27
6	15W40 con aditivo secundario	232.07	37.01	7.00
7	15W40 con aditivo secundario	215.63	27.73	6.83
8	15W40 con aditivo secundario	235.65	38.94	6.51

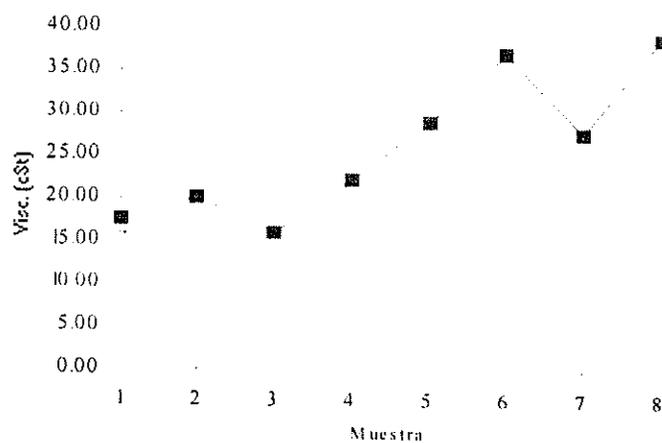
4. **Tabla No.4:** Metales de desgaste en muestras de aceite usado (en PPM)

MUESTRA	TIPO	Fe	Cr	Cu	Sn	Al	Si	Ni
1	aceite 15W40	8.95	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	aceite 15W40	23.21	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3	aceite 15W40	8.71	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
4	aceite 15W40	21.74	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	15W40 con aditivo secundario	9.28	0.00	0.00	0.00	0.00	1.33	0.00
6	15W40 con aditivo secundario	18.15	0.00	0.00	0.00	0.00	7.77	0.00
7	15W40 con aditivo secundario	10.55	0.00	0.00	0.00	0.00	2.43	0.00
8	15W40 con aditivo secundario	24.23	0.00	0.00	0.00	0.00	8.01	0.00

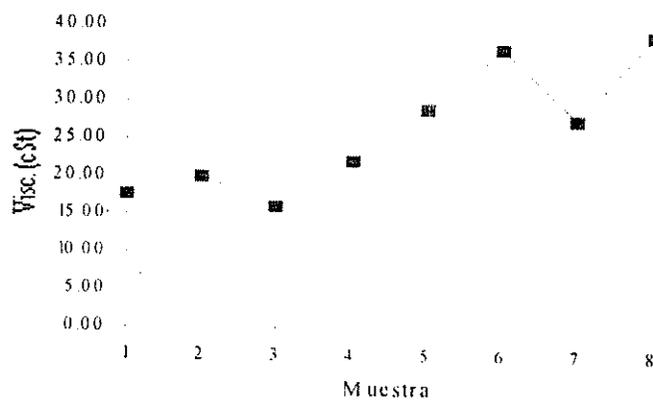
5. **Tabla No.5:** Insolubles en pentano y tolueno de muestras de aceite usado

MUESTRA	TIPO	Insolubles en pentano	Insolubles en tolueno	resinas insolubles
1	aceite 15W40	0.03	0.01	0.02
2	aceite 15W40	0.12	0.08	0.04
3	aceite 15W40	0.05	0.01	0.04
4	aceite 15W40	0.15	0.10	0.05
5	15W40 con aditivo secundario	1.35	1.15	0.20
6	15W40 con aditivo secundario	2.52	1.64	0.88
7	15W40 con aditivo secundario	1.55	1.30	0.25
8	15W40 con aditivo secundario	2.83	1.85	0.98

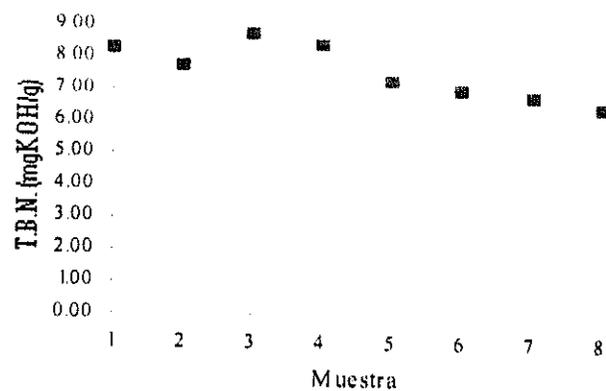
6. **Gráfica No.1:** Viscosidad cinemática @ 40°C de las muestras de aceite usado



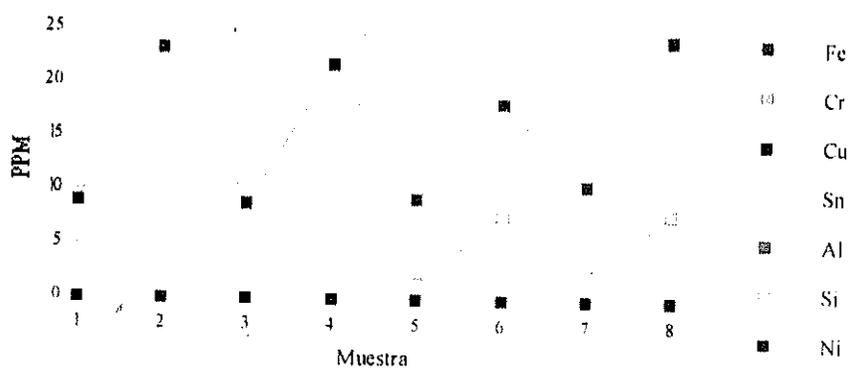
7. **Gráfica No.2:** Viscosidad cinemática @ 100°C de las muestras de aceite usado



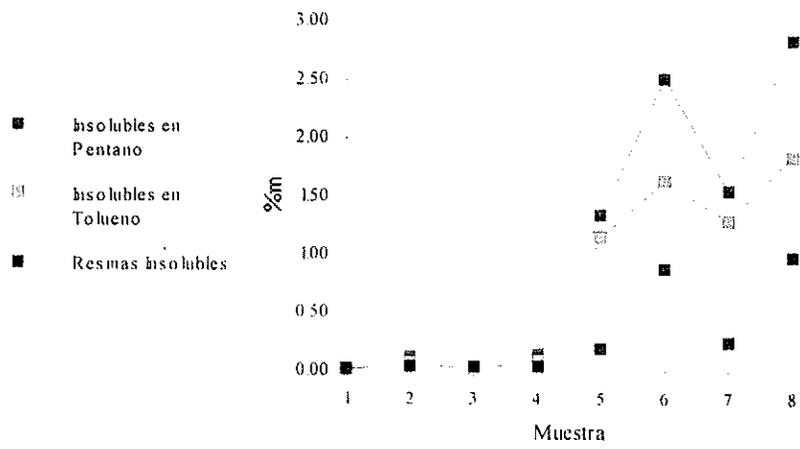
8. Gráfica No.3: Número total de base de muestras de aceite usado



9. Gráfica No.4: Metales de desgaste en muestras de aceite usado



10. Gráfica No.5: Insolubles en tolueno y pentano en muestras de aceite usado



DISCUSION DE RESULTADOS

Todas las industrias dependen en mayor o menor grado de los productos de petróleo en forma directa o indirecta; estas industrias obtienen su energía a partir de los combustibles de petróleo. En todas ellas, la maquinaria de producción, el equipo auxiliar y los vehículos de reparto, requieren lubricación con productos a base de petróleo. Es necesario mantener la calidad de estos productos, para que llenen todos los requisitos y evitar gastos innecesarios.

Un lubricante, como se mencionó en la evaluación bibliográfica, está compuesto de bases y aditivos, con porcentaje en su formulación determinados cuidadosamente para llenar los requerimientos del consumidor. El desempeño de un aceite terminado es producto de un balance cuidadoso de la tecnología de aditivo y las características de lubricantes usados.

Las bases son productos refinados extraídos del petróleo, están compuestas por miles de diferentes hidrocarburos, que tienen características antioxidantes, fluidez a bajas temperaturas, solvencia y son las que definen el grado de viscosidad del aceite y afecta las propiedades viscométricas de los aceites.

Un paquete de aditivos hace que las bases lubricantes sean apropiadas para cualquier aplicación desempeñan dos críticas funciones: (1)

- Minimizar los procesos destructivos.
- Generar propiedades beneficiosas.

Los procesos destructivos son oxidación, desgaste, herrumbre/corrosión, cizallamiento y combustión:

- La oxidación es un proceso de radical libre debido a la exposición al oxígeno a altas temperaturas. El proceso puede ser catalizado (acelerado) por la presencia de metales.
- El desgaste es causado por movimiento relativo entre superficies. Las áreas críticas:
 - motor
 - transmisiones
- diferenciales
- La herrumbre y corrosión es una forma de oxidación catalizada por agua y ácidos.
- La corrosión es un ataque químico a menudo asociado con metales amarillos (cobre, bronce, aleaciones).
- El esfuerzo de corte: pérdida de peso molecular de mejorador de viscosidad, dos posibles mecanismos mecánico y oxidación.

- combustión: El diésel contiene 0 -3% azufre que se convierte en ácidos durante el proceso de combustión, y pueden ser dañinos con la presencia de agua y otros contaminantes.

Como puede observarse en la Tabla No.1, se analizó el aceite grado 15W40 nuevo y por aparte el aceite grado 15W40 más 10% (éste es el porcentaje recomendado por los vendedores de este producto) en volumen de aditivo secundario, de acuerdo con la revisión bibliográfica y con la clasificación de aceites SAE (anexo 1), un aceite multigrado 15W40 debe cumplir con las especificaciones a baja temperatura de un 15W (3500 cP máx. @ -15°C) y al alta temperatura de un 40 (12.5 a menos de 16.3 cSt), el aceite nuevo 15W40 cumple con estas especificaciones, pero al agregarle aditivo secundario, se salen de especificaciones, lo que significa que se estaría usando un aceite de grado diferente al recomendado para este tipo de motor. Asimismo esto puede afectar la capacidad que tiene el aceite de fluir a bajas temperaturas, y puede ocasionar dificultades durante el arranque en frío, es decir, que el aceite no fluirá con rapidez suficiente para lubricar antes de que las piezas se estén movilizándose; esto queda demostrado con el aumento de la viscosidad a baja temperatura, cuando el 15W40 tiene un valor de 3450 cP, la mezcla con aditivo secundario tiene un valor de 3600 cP.

En cuanto al punto de fluidez, éste es un poco más bajo para la mezcla con aditivo secundario, lo que podría ser un indicio de que el aditivo secundario fuera, o contuviera un modificador de flujo.

En cuanto a los datos observados en las viscosidades de los aceites usados, puede observarse en la gráfica No.1 y 2 que los puntos bajos corresponden a las muestras después de un cambio de aceite, sin embargo, las muestras 5 a 8 presentan siempre valores más altos, debido a la adición del aditivo secundario.

La cantidad de espuma formada a alta temperatura también es un poco mayor en el caso de la mezcla aceite-aditivo secundario, esto como ya se mencionó antes, puede hacer que se atrapen cantidades de aire o agua, que son contaminantes para el motor; también se puede incrementar el grado de oxidación.

Si observamos, los valores del número total de base es menor para la mezcla de aceite-aditivo secundario; como se mencionó anteriormente, el número total de base es "la alcalinidad de reserva presenta en el aceite drenado que es capaz de neutralizar cantidades adicionales de ácidos débiles y fuertes, productos de contaminantes dañinos para el motor". Asimismo se puede observar en la gráfica No.3 que la disminución del TBN en las muestras 5 a 8, que son las que poseen el aditivo secundario, es mayor que las muestras 1 a 4. De acuerdo con esto, se puede determinar que al agregar aditivo

secundario, el aceite disminuirá su capacidad de neutralizar los ácidos que dañan y corroen al motor.

En cuanto a los metales de composición (P, Zn, Mg y Ca), también puede observarse que disminuyen con la adición del aditivo secundario, lo que nos indica que el aceite no posee metales de composición, o los posee en muy bajas cantidades. Esto hace que la mezcla aceite-aditivo secundario tenga menos propiedades de detergencia e inhibición de corrosión.

En cuanto a los metales de desgaste de las muestras de aceite usado, podemos observar en la gráfica 4, que todas las muestras no presentaron residuos de cromo, cobre, estaño, aluminio y níquel, mientras que sí presentaron residuos de Hierro y Silicio. En cuanto al hierro, las cantidades son bastante parecidas a las obtenidas con ambas muestras (aceite y aceite-aditivo secundario), por lo que puede decirse que el aditivo secundario no reduce los niveles de desgaste del motor.

En cuanto al silicio, éste proviene de suciedad que se atrapa con el aire; al respecto se puede relacionar con el aumento de espuma.

Por último en la gráfica No.5, se puede observar que los valores de insolubles en pentano, insolubles en tolueno y resinas insolubles son bastante más altos para las muestras 5 a 8 que son las que corresponden a la mezcla aceite-aditivo secundario. Los insolubles en pentano pueden incluir materiales insolubles en aceite, algunas resinas insolubles en aceite originarias del aceite en sí, degradación del aditivo, o ambas. Como se ha visto anteriormente, la formulación de un aceite es bastante delicada, un sobreaditamiento trae consecuencias adversas como este caso, puede ser que el aditivo secundario se degrade excesivamente o haga que otros componentes presentes en el aceite original lo hagan, y produzcan un porcentaje alto de insolubles en pentano.

Los materiales insolubles en tolueno pueden provenir de (5):

- a. Contaminación externa: esto lo comprobamos con los altos contenidos de silicio en las muestras con aditivo secundario.
- b. Carbón del combustible, materiales carbonizados de la degradación del combustible, aceite o aditivos: esto se puede deber al desbalance de la formulación del aceite o a una mala dispersión de los contaminantes provenientes de la combustión.
- c. La diferencia entre insolubles en pentano y tolueno son las resinas insolubles o productos oxigenados.

La formación de depósitos en el motor es el resultado natural de someter a un aceite lubricante a las condiciones de operación del motor. Los depósitos del motor son

material insoluble del aceite que puede aumentar hasta el punto que no pueda mantenerse en suspensión en el aceite (8).

La mayor parte de los depósitos son el resultado de la polimerización de combustible no quemado y de la oxidación que da temperaturas elevada. Los depósitos también pueden contener el producto de escape de la combustión, el polvo que lleva el aite, agua, óxido y metales corroidos.

Se han visto hasta aquí algunas pautas que pueden decir que el uso de aditivos secundarios no presenta ninguna ventaja a usar solamente el lubricante, por el contrario presenta principalmente una mala dispersión de los contaminantes en el aceite. El agotamiento inminente del motor solamente puede determinarse a través de un programa continuo de análisis de aceite, donde el cambio en los datos o la desviación de los datos básicos pueden utilizarse para interpretar cuál es el estado de las piezas del motor.

La confirmación de la necesidad de efectuar una reparación del motor debe basarse en datos operativos, un mayor consumo de aceite y la presión del cárter, así como la inspección física de las piezas.

Por último, cabe recalcar que hay variables que afectan la duración del aceite, a parte de la calidad del mismo, como (8):

- Tipo de servicio del motor (carga y medio ambiente).
- Calidad del aceite del motor.
- Calidad del combustible diésel.
- Prácticas de mantenimiento del motor.
- Índice del consumo de aceite del motor.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca

CONCLUSIONES

1. El tratamiento secundario de aditivos, en los aceites de motor diesel, mantiene el mismo nivel de desgaste que cuando no se usa, lo que implica un gasto innecesario.
2. El uso de aditivos secundarios en un aceite ya formulado grado 15W40 cambia sus propiedades cuando se trabaja a bajas temperaturas.
3. El uso de aditivos secundarios, en un motor diésel, disminuye la propiedad dispersante de contaminates y productos de la combustión del aceite de alta calidad grado 15W40.

RECOMENDACIONES

1. Se debe hacer la misma prueba usando el aditivo secundario en un motor de gasolina.
2. Es conveniente hacer la misma prueba disminuyendo el porcentaje de aditivo secundario empleado.
3. Se recomienda hacer una inspección física del motor luego de usar el aditivo secundario.

ANEXO 1
TABLA DE CLASIFICACION SAE

PHYSICAL REQUIREMENTS FOR CRANKCASE OILS

ENGINE OIL VISCOSITY CLASSIFICATION – SAE J300 MAR 93

SAE J300 MAR 93 BALLOTTED AND APPROVED TEXT

TABLE 1 — SAE Viscosity Grades for Engine Oils¹

SAE Viscosity Grade	Low-Temperature (°C) Cranking Viscosity ² , cP Max.	Low-Temperature (°C) Pumping Viscosity ³ , cP Max. with No Yield Stress	Kinematic Viscosity ⁴ (cSt) at 100°C		High-Shear Viscosity ⁵ , (cP) at 150°C and 10 ⁶ s ⁻¹ Min.
			Min.	Max.	
0W	3250 at - 30	30 000 at - 35	3.8	—	—
5W	3500 at - 25	30 000 at - 30	3.8	—	—
10W	3500 at - 20	30 000 at - 25	4.1	—	—
15W	3500 at - 15	30 000 at - 20	5.6	—	—
20W	4500 at - 10	30 000 at - 15	5.6	—	—
25W	6000 at - 5	30 000 at - 10	9.3	—	—
20	—	—	5.6	<9.3	2.6
30	—	—	9.3	<12.5	2.9
40	—	—	12.5	<16.3	2.9
40	—	—	12.5	<16.3	3.7 (15W-40, 20W-40, 25W-40, 40 grades)
50	—	—	16.3	<21.9	3.7
60	—	—	21.9	<26.1	3.7

NOTE: 1 cP = 1 mPa·s, 1 cSt = 1 mm²/s

All values are *critical specifications* as defined by ASTM D 3244 (see text, Section 3)

¹ASTM D 5293

²ASTM D 4684 (See also Appendix B and text, Section 4.1): Note that the presence of any yield stress detectable by this method constitutes a failure regardless of viscosity.

³ASTM D 445

⁴ASTM D 4683, CEC L-36-A-90 (ASTM D 4741)

PARAMINS

ANEXO 2
METODOS ASTM DE ANALISIS

1. VISCOSIDAD CINEMATICA @ 40 Y 100°C

Procedimiento general

1. Es conveniente que se ajuste y mantenga el baño del viscosímetro a la temperatura de prueba requerida dentro de los límites dados en las correcciones suministradas en los certificados de calibración para los termómetros.
 - 1.1 Los termómetros deben ser sostenidos en una posición vertical bajo las mismas condiciones de inmersión con que fueron calibrados .
 - 1.2. Para obtener la medida de temperatura más confiable, se recomienda que dos termómetros con certificados de calibración válidos sean usados.
 - 1.3. Estos deben ser vistos con un montaje de lente, que da aproximadamente cinco veces de aumento y deben arreglarse para eliminar errores de paralaje.
2. Seleccione un viscosímetro calibrado, seco y limpio que tenga un rango que cubra la viscosidad cinemática esperada (que es capilar ancho para líquido muy viscoso y un capilar angosto para líquido más fluido). El tiempo de flujo no debe ser menor de 200 s.
 - 2.1. Los detalles específicos de operación varían para los distintos tipos de viscosímetros listados.
 - 2.2. Cuando la temperatura de prueba está por debajo del punto de rocío , fije flojamente tubos de secado empacados a las puntas abiertas del viscosímetro. Los tubos de secado deben encajar el diseño del viscosímetro, y no deben restringir el flujo de la muestra por presiones creadas en el instrumento. Cuidadosamente evacúe el aire húmedo del viscosímetro aplicando vacío a uno de los tubos de secado. Finalmente, antes de poner el viscosímetro en el baño, introduzca la muestra dentro del capilar de trabajo y bulbo de tiempo, y permita que se drene de vuelta como un seguro adicional contra condensación de humedad o congelación en las paredes.
 - 2.3. Los viscosímetros usados para fluidos de silicona, fluorocarburos y otros líquidos, los cuales son difíciles de remover por el uso de un agente de limpieza, deben ser reservados para el uso exclusivo de aquellos fluidos, excepto durante la calibración. Someta tales viscosímetros a revisiones de calibración a intervalos frecuentes. Las lavadas de solvente para estos viscosímetros no deben ser usadas para la limpieza de otros viscosímetros.

Procedimiento para líquidos opacos

1. Para aceites de lubricación negro y aceites de cilindro de vapor refinado, proceda a 1.3. asegurando que una muestra completamente representativa es usada. La viscosidad cinemática de aceites de combustible residual y productos cerosos similares puede ser afectada por la

historia térmica previa, y el siguiente procedimiento descrito en 1.1. a 1.2. debe ser seguido para minimizar ésto.

1.1. En general, los viscosímetros usados para líquidos opacos son del tipo de flujo invertido.

1.2. Caliente en el contenedor original, en un horno, a $60 \pm 2^\circ\text{C}$ por 1 h.

1.3. Agite completamente la muestra con una varilla no metálica de suficiente longitud para alcanzar el fondo del contenedor. Continúe revolviendo hasta retirar el sedimento o cera adheridos a la barra.

1.4. Tape herméticamente el contenedor y agite vigorosamente durante 1 minuto para completar la mezcla.

1.4.1. Con muestras de naturaleza muy cerosa o aceites de alta viscosidad cinemática, puede ser necesario aumentar la temperatura de calentamiento por encima de 60°C para alcanzar un mezclado adecuado. La muestra debería estar suficientemente fluida para facilitar el mezclado y la agitación.

2. Inmediatamente después de completar 1.4, vacíe suficiente la muestra para llenar 2 viscosímetros dentro de un matraz de vidrio de 100 ml y tape suavemente.

2.1. Sumerja el matraz en un baño de agua hirviendo por 30 minutos.

Nota 3 : **Precaución:** tenga mucho cuidado, ya que un rebosamiento por ebullición vigorosa puede ocurrir cuando líquidos opacos que contengan altos niveles de agua son calentados a altas temperaturas.

2.2. Remueva el matraz del baño, tape suavemente, y agite por 60 s.

3. Cargue dos viscosímetros en la manera dictada por el diseño del instrumento.

3.1. Después de 10 minutos, ajuste el volumen de la muestra (donde el diseño del viscosímetro lo requiere) que coincida con las marcas de llenado como en las especificaciones de viscosímetros.

3.2. Permita a los viscosímetros cargados suficiente tiempo para alcanzar la temperatura de prueba (ver 3.1.). Donde un baño es usado para acomodar varios viscosímetros, nunca agregue o retire un viscosímetro mientras que otro se está usando para medir tiempo de flujo.

4. Con la muestra que fluye libremente, mida en segundos dentro de 0.1 s, el tiempo requerido para que el anillo de avance pase de la primera marca de tiempo hasta la segunda. Registre el resultado.

4.1. En el caso de muestras que requieren tratamiento térmico descrito de 1 hasta 2.1, complete las determinaciones dentro de 1 hora después de haber completado 2.2. Registre el resultado.

5. Calcule la viscosidad cinemática media, v , en (milímetros cuadrados por segundo) de las dos determinaciones.

5.1. Para los aceites combustibles, si las dos determinaciones concuerdan con la figura de determinabilidad establecida, use el promedio para calcular la viscosidad cinemática que va a

ser reportada. Si las medidas no concuerdan después de una completa limpieza y secado del viscosímetro y filtración de la muestra, registre el resultado.

5.2. Para otros líquidos opacos, ningún dato de precisión está disponible.

Cálculos

1. Calcule la viscosidad cinemática, v , del tiempo de flujo medido t y de la constante del viscosímetro, C , mediante la siguiente ecuación:

$$v = Ct$$

donde:

v = viscosidad cinemática, mm²/s

C = constante de calibración del viscosímetro, mm²/s, y

t = tiempo de flujo promedio, s.

2. VISCOSIDAD CCS (cold cranking simulator)

1 Establezca la ecuación o curva de calibración. Antes de cualquier serie de determinaciones, corra un mínimo de un aceite de calibración como una revisión general en el aparato y en la calibración a cada temperatura de interés. Cuando la corriente del impulsor, para el aceite que va a ser usado para la revisión de calibración, difiere por más de 0.005 A (amperio) de la determinada, y fije la corriente al valor previamente determinado; haga la observación y corrección después de 15 seg de corrida. Cuando la medida de viscosidad del aceite de calibración difiere en más +-2% de su valor certificado, recorra para confirmar esta observación.

Nota 5- El uso de tres muestras ciegas de referencia son recomendadas para una revisión general en todo desempeño, a intervalos de seis meses.

2 Introduzca una muestra de prueba de la pipeta de goteo(gotero) en el tubo de llenado. Asegúrese de que la muestra de prueba llena el espacio entre el rotor y el elemento estacionario con un exceso de líquido por encima del rotor para llenar la copa completamente. Haga girar el rotor a mano para asegurarse de que se moje completamente la superficie del elemento estacionario y del rotor, mientras que la muestra de prueba fluye entre el rotor y el elemento estacionario. Llene el tubo de llenado completamente e inserte un tapón de goma en la boca del tubo; para muestras viscoelásticas, este tapón debe ser presionado fuertemente mientras el

motor es encendido para prevenir que la muestra fuerce el tapón a ser expulsado de la boca del tubo y permita que la muestra se agote en el área de esfuerzo de la celda viscométrica.

Nota 6.- La viscosidad de algunos aceites puede ser suficientemente alta a la temperatura del cuarto, para impedir el flujo dentro de el anulo entre el rotor y el elemento estacionario. Para aceites cuya viscosidad cinemática a temperatura ambiente excede 100 mm²/s (cSt), caliente la muestra (sin exceder 50 °C) para llenar la celda viscométrica.

2.1 Encienda el control de temperatura y el flujo de refrigerante, y permita al elemento estacionario enfriarse. Anote el tiempo al cual el flujo de refrigerante se enciende (use un cronómetro u otro medio de conteo por segundos). La temperatura de control debe conseguirse dentro de 30 a 60 segundos para temperaturas de prueba hasta de -20 °C y dentro de 60 a 90 segundos para temperaturas de prueba hasta de -30 °C; si no está dentro de estos límites, reemplaze el metanol frío ó ajuste la temperatura del metanol frío. El indicador de temperatura y el controlador cíclico de flujo de refrigerante indican que la temperatura de prueba es alcanzada. Ajuste el botón de reseteo de nulidad de tal manera que el contador de nulidad lea ligeramente a la izquierda de cero, así que cuando el impulsor del rotor se encienda, la temperatura de prueba va a ser establecida con solamente mínimos ajustes adicionales.

2.1.1 Si la temperatura de control es alcanzada más lentamente que lo que se destaca arriba, reemplace el metanol frío o disminuya la temperatura del metanol frío.

2.1.2 Si la temperatura de control es alcanzada más rápidamente que lo que se destaca arriba, aumente la temperatura del metanol frío para poder obtener un control satisfactorio.

2.2 Encienda el impulsor del rotor 180 seg después de encender el flujo de refrigerante.

2.3 Con el tacómetro conectado en el enchufe CAL, anote la lectura del velocímetro inmediatamente después de encender el suiche del motor. Si el indicador sube y luego cae rápidamente a una posición al menos 5% menor que la lectura más alta, debe haber la posibilidad de presencia de un solvente residual en el área de esfuerzo. Este cambio anormal en el velocímetro digital ó deflección de la aguja analógica puede también ocurrir como un resultado de un pobre control de temperatura (como se indica en el contador de temperatura), que es más frecuentemente causado por un pobre contacto térmico entre el depósito térmico del elemento estacionario y el termistor. Termine la corrida. Remueva la muestra y limpie como se describe en 3. Repita el procedimiento con una muestra fresca comenzando con 2.

2.4 Anote la lectura del velocímetro a 60±5 seg de la puesta en marcha del rotor, y anote la lectura del medidor a lo más cercano de 1/10 de la más pequeña división del medidor para un medidor analógico, cuando el medidor digital no esté siendo usado. Apague el impulsor del rotor y del flujo de refrigerante.

3 Limpie el simulador de arranque en frío por los siguientes pasos:

3.1 Circule metanol tibio(35 a 45 °C)alrededor del elemento estacionario durante el tiempo de limpieza. Mantenga el flujo de metanol tibio hasta que 3.2 haya sido completado. 3.3 para un procedimiento alternativo.

3.2 Lave el montaje con nafta de petróleo y finalmente con acetona(con el debido cuidado por la inflamabilidad de estos solventes), usando vacío para secar el montaje. Haga girar el rotor varias revoluciones a mano durante el secado final con vacío para asegurar que el espacio entre el rotor y el elemento estacionario esté limpio y seco.

3.3 Como una alternativa al uso de solventes en 3.1 y 3.2, inyecte un exceso de 30 ml de la próxima muestra para drenar la muestra previa y llene la celda con la nueva muestra en 2.

4 Deje la última muestra de una serie de corridas en el instrumento. Esto va a prevenir daños en el instrumento si es encendido accidentalmente. Esta muestra final puede ser también usada como la muestra para la primera corrida después de un período de inactividad. Esto permite a los componentes electrónicos y al motor llegar a la temperatura operando con una muestra ya localizada. No anote datos del medidor de velocidad de esta muestra sino hasta un nuevo conjunto de muestras.

Reporte

1 Calcule la viscosidad aparente de la muestra de prueba en mPa s de la gráfica Para reportar , redondee este valor hasta el más cercano 10 mPa s.

3. ESPUMA

1. Secuencia I - Sin agitación mecánica o sin revolver. decante aproximadamente 200 ml de muestra en un vaso. Caliente a 49 ± 3 °C (120 ± 5 °F) y déjela enfriar hasta 24 ± 3 °C (75 ± 5 °F). Cada paso del procedimiento descrito de 2. a 4., respectivamente, se llevará a cabo dentro de tres horas después de haber completado el paso anterior. En 3 la prueba, se lleva a cabo tan pronto como sea compatible con la especificación de temperatura y no más de tres horas de la inmersión del cilindro en el baño de 93.5 °C (200 °F).

2. Vierta la muestra en el cilindro de 1000 ml. hasta que el nivel del líquido llegue a la marca de 190 ml. en el baño mantenido a 24 ± 0.5 °C (75 ± 1 °F). Cuando el aceite haya alcanzado la temperatura del baño, inserte el difusor de gas y el tubo de entrada de aire con el suministro de aire desconectado, y permita que el difusor de gas se empaque durante 5 min. Conecte el tubo de salida del aire al dispositivo de medir el volumen de aire. Al finalizar los cinco minutos, conecte el suministro de aire, ajuste el flujo de aire a 94 ± 5 ml/min, y haga pasar aire limpio y

seco á través del difusor de gas durante $5 \text{ min} \pm 3 \text{ seg}$, tomados desde la primera aparición de la burbuja de aire que suban del difusor de gas. Al final de este período, cierre el flujo de aire desconectando la manguera del medidor de flujo e inmediatamente anote el volumen de la espuma, que es, el volumen entre el nivel de aceite y la parte superior de la espuma. El volumen total de aire que haya pasado por el sistema será de $470 \pm 25 \text{ ml}$. Deje reposar el cilindro durante $10 \text{ min} \pm 10 \text{ seg}$ y registre otra vez el volumen de espuma.

3. Secuencia II - Vierta una segunda muestra en un cilindro de 1000 ml hasta que el nivel del líquido llegue a la marca de 180 ml. Sumerja el cilindro por lo menos hasta la marca de 900 ml en el baño mantenido a $93.5 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ ($200 \pm 1 \text{ }^\circ\text{F}$). Cuando el aceite haya alcanzado la temperatura de $93 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($199 \pm 2 \text{ }^\circ\text{F}$), inserte un difusor de gas limpio y el tubo de entrada de aire y proceda como se describe en 2. registrando el valor de la espuma al final de los períodos de flujo de aire y de asentamiento.

4. Secuencia III - Derrumbe cualquier espuma que quede después del ensayo a $93.5 \text{ }^\circ\text{C}$ ($200 \text{ }^\circ\text{F}$), revolviendo la mezcla. Enfríe la muestra hasta una temperatura por debajo de $43.5 \text{ }^\circ\text{C}$ ($110 \text{ }^\circ\text{F}$) y deje el cilindro del ensayo en el aire a la temperatura ambiente y luego coloque el cilindro en el baño mantenido a $24 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$ ($75 \pm 1 \text{ }^\circ\text{F}$). Después que el aceite haya adquirido la temperatura del baño, inserte un tubo limpio de entrada y el difusor de gas y proceda como se describe en 2., registre el valor de la espuma al final de los períodos de flujo de aire y de asentamiento.

4. PUNTO DE FLUIDEZ

1. Vierta el aceite en el tubo de ensayo hasta el nivel de la marca. Cuando sea necesario, caliente el aceite en un baño de agua hasta que se vuelva suficientemente fluido para verterlo en el tubo de ensayo.

Nota 7: Cuando se sepa que la muestra haya sido calentada a alguna temperatura por encima de $45 \text{ }^\circ\text{C}$ durante las 24 horas precedentes o cuando no se conozca la historia térmica, mantenga la muestra a la temperatura ambiente por 24 horas antes de efectuar el ensayo.

2. Tape el tubo de ensayo herméticamente con el corcho que lleva el termómetro de punto de fluidez alto o en el caso de puntos de fluidez por encima de $36 \text{ }^\circ\text{C}$. Use un termómetro de rango más alto como el IP 3C o ASTM 61C. Ajuste la posición del corcho y del termómetro de modo que el corcho encaje apretadamente y que el termómetro y el tubo de ensayo estén en el mismo eje, y que el bulbo del termómetro esté sumergido de modo que el comienzo del capilar este 3 mm por debajo de la superficie del aceite

3. Someta al aceite en el tubo de ensayo al siguiente tratamiento preliminar:

3.1. Aceites que tengan Puntos de Fluidez por encima de $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$ - Caliente el aceite, sin revolverlo, a $9\text{ }^{\circ}\text{C}$ por encima del punto de fluidez esperado, pero por lo menos $45\text{ }^{\circ}\text{C}$, en un baño mantenido a $12\text{ }^{\circ}\text{C}$ por encima del punto de fluidez esperado, pero por lo menos $48\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pase el tubo de prueba a un baño mantenido a $24\text{ }^{\circ}\text{C}$ y comience las observaciones para el punto de fluidez.

3.2. Aceites que tengan punto de fluidez de $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$ y más bajos - Caliente el aceite sin revolver a $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ en un baño mantenido a $48\text{ }^{\circ}\text{C}$ y enfrielo a $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ en un baño de agua mantenido a $6\text{ }^{\circ}\text{C}$, quite o remueva el termómetro de fluidez de nube alta y coloque el termómetro de fluidez de nube más baja y coloquelo en posición.

4. Vea que el disco, el empaque, y la parte interna de la chaqueta estén limpias y secas. Coloque el disco en el fondo de la chaqueta. Coloque el empaque de anillo alrededor del tubo de ensayo, a una distancia de 25 mm del fondo. Introduzca el tubo de ensayo en la chaqueta. Nunca coloque el tubo directamente dentro del medio frío.

5. Después de que el aceite se haya enfriado lo suficiente para permitir la formación de cristales de cera, tenga mucho cuidado de no perturbar la masa del aceite ni de permitir que el termómetro cambie de posición en el aceite; cualquier perturbación de la red esponjosa de cristales de cera conducirá a resultados bajos y erróneos.

6. Los puntos de fluidez son expresados en múltiplos internos de $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ positivos ó negativos. Empiece a examinar la apariencia del aceite cuando la temperatura del aceite está $9\text{ }^{\circ}\text{C}$ por encima del punto de fluidez esperado (estimado como un múltiplo de $3\text{ }^{\circ}\text{C}$). En cada lectura del termómetro de prueba que es un múltiplo de $3\text{ }^{\circ}\text{C}$, por debajo de la temperatura inicial, remueva el cilindro de prueba de la chaqueta. Para remover la humedad condensada que limita la visibilidad, limpie la superficie con un trapo limpio humedecido en alcohol (etanol o metanol), sacuda el cilindro lo suficiente para asegurarse que hay movimiento de aceite en el tubo de ensayo. La operación completa de quitar, limpiar y reemplazar no debe tomar más de 3 segundos.

6.1. Si el aceite no ha dejado de fluir cuando la temperatura ha alcanzado $27\text{ }^{\circ}\text{C}$, cambie el tubo de ensayo a un baño de la temperatura siguiente más baja, de acuerdo al siguiente programa:

El aceite está a $+27\text{ }^{\circ}\text{C}$. muevalo a un baño de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

El aceite está a $+9\text{ }^{\circ}\text{C}$. muevalo a un baño de $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$.

El aceite está a $-6\text{ }^{\circ}\text{C}$. muevalo a un baño de $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$.

El aceite está a $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$. muevalo a un baño de $-51\text{ }^{\circ}\text{C}$.

El aceite está a $-42\text{ }^{\circ}\text{C}$. muevalo a un baño de $-69\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.2. Tan pronto como el aceite en el tubo de ensayo no fluya cuando se incline el tubo de ensayo, mantenga el tubo en posición horizontal por 0.5 segundos observados en un cronómetro

u otro dispositivo exacto para medir el tiempo, y observe cuidadosamente. Si el aceite muestra cualquier movimiento bajo estas condiciones, coloque el tubo de ensayo nuevamente e inmediatamente en la chaqueta, y repita la prueba del flujo a la siguiente temperatura 3°C más baja.

7. Continúe el ensayo de esta manera, hasta que se alcance un punto en el cual el aceite en el tubo no muestre movimiento cuando se mantenga el tubo de ensayo en posición horizontal por 5.0 segundos. Anote la temperatura observada en el termómetro del ensayo.

Nota 7 - Para determinar el cumplimiento con especificaciones existentes que tengan los límites de punto de fluidez a temperaturas no divisibles por 3 °C, es una práctica aceptable conducir la medida del punto de fluidez de acuerdo con el siguiente programa: empiece a examinar la apariencia del aceite, cuando la temperatura del aceite es 9 °C por encima del punto de fluidez especificado. Continúe las observaciones en intervalos de 3 °C como se describe en 6 y 7 hasta que se alcance la temperatura de especificación. Reporte la muestra si pasa o falla el límite de especificación.

Cálculos y reporte

1. Agregue 3°C a la temperatura anotada en 7 y reporte el resultado como el punto de fluidez, ASTM D 97.

5. NUMERO TOTAL DE BASE

1. Calcule la cantidad de muestra requerida según el TBN (Numero total de Base) esperado, como sigue:

Peso aproximado de muestra, gramos = $10/\text{TBN}$ esperado

1.1. Pese la muestra en el vaso de titulación, aplicando los límites que se muestran a continuación. Un máximo de 20 gramos debe tomarse para análisis.

Peso de la Muestra, Gramos	Precisión de la Pesada, Gramos
5 a 10	0.02
1 a 5	0.005
0.25 a 1.0	0.001
0.1 a 0.25	0.0005

Nota 15: - Es especialmente importante para este procedimiento tener gran cuidado en el ejercicio de obtener pesos exactos particularmente para las muestras de número de base altos los cuales requieren pesos de muestras pequeños.

2. Agregue 60 ml. del solvente de titulación a la muestra.
3. Coloque el vaso en el estante de titulación y agite la solución hasta que se disuelva la muestra.

Nota 16: Si resulta difícil disolver la muestra, disuélvala en 40 ml. de clorobenceno en el vaso de titulación, luego agregue 20 ml. de ácido acético glacial.

4. Prepare los electrodos. Coloque los electrodos en la solución de modo que queden sumergidos lo más posible. Continúe la agitación durante toda la determinación a una velocidad suficiente para producir una agitación vigorosa pero sin salpicar y sin introducir aire en la solución ni producir espuma. Ajuste el potenciómetro para que indique en la parte superior de la escala de milivoltios (mv); por ejemplo, 700 mv. Para potenciómetros sencillos sin este ajuste, puede ser necesario incorporar una fuente de potencial en serie con el electrodo. Una pila seca de 1.5 V y un divisor de potencial es adecuado.
5. Llene la bureta con solución 0.1 N ácido perclórico (HClO_4) y colóquela en posición, en el ajuste de titulación, teniendo cuidado de que la punta esté sumergida por debajo del nivel de la superficie del líquido en el vaso. Anote las lecturas iniciales de la bureta y del potenciómetro (potencial de celda).
6. Titulación :
 - 6.1. Titulación manual: agregue pequeñas cantidades adecuadas de la solución tituladora (de ácido perclórico) y después de esperar hasta que se establezca un potencial constante, anote las lecturas de la bureta y del potenciómetro. Al comienzo de la titulación y en cualquiera de las regiones (inflexiones) subsiguientes donde 0.1 ml. de la solución tituladora produzca un cambio total de más de 0.03V (correspondiente a 0.5 pH) en el potencial de la celda, agregue porciones de 0.05 ml.. En las regiones intermedias (mesetas) donde la adición de 0.1 ml. cambia el potencial en menos de 0.03, agregue porciones mayores suficientes para producir un cambio total de potencial aproximadamente igual a, pero no mayor que 0.03 V. Titule de esta manera hasta que los cambios de potencial sean menores de 0.005 V (correspondiente a 0.1 unidades de pH en la escala) por 0.1 ml.
 - 6.2. Titulación con registrador automático - ajuste el instrumento de acuerdo con las instrucciones del fabricante y gradúe la velocidad de titulación a 1.0 ml/min.max.
 - 6.7. Al completar la titulación, quite el vaso y enjuague los electrodos y la punta de la bureta con solvente de titulación de Clorobenceno-Acido Acético, luego con agua, y luego nuevamente con disolvente. Cuando no estén en uso, mantenga los electrodos sumergidos en agua destilada.
 - 6.8. Para cada juego de muestras haga un blanco con 60 ml. de solvente de titulación. Para una titulación manual agregue solución 0.1N de ácido perclórico en porciones de 0.05 ml., esperando entre una adición y otra hasta que se establezca un potencial constante de celda.

Anote las lecturas del potenciómetro y de la bureta después de cada adición. Para titulación automática, siga el procedimiento explicado en 6.2.

Cálculos

1. Para titulación manual, haga un gráfico de los volúmenes de ácido agregados contra las lecturas correspondientes del potenciómetro.
2. Interprete el punto final del gráfico obtenido para la titulación manual o automática. El punto final es el punto medio de la inflexión, aquel punto en el cual la curva cambia de cóncava a convexa. Una guía útil pero no obligatoria es que el punto final debe estar precedido y seguido por una inflexión de por lo menos 50 mV/0.1 ml. de solución tituladora.
3. Calcule el número total de base como sigue:

$$\text{TBN, mgKOH/g} = \frac{(E-F) \times N_A \times 56.1}{S}$$

donde:

E = mililitros de la solución de ácido perclórico usados para titular la muestra hasta el punto de inflexión en la curva de titulación.

F = volumen correspondiente a E para la titulación del blanco hasta el mismo potencial de la muestra.

NA = normalidad de la solución de ácido perclórico.

S = gramos de muestra.

REFERENCIAS

1. García Escobedo, Carlos M. Control de parámetros fisicoquímicos en aceites lubricantes., s.l.i.: s.p.i, noviembre 1989.
2. N. Benfaremo y C.S. Liu Lubricación. s.l.i.: s.p.i., 1990.
3. Perez Masilla, Rodrigo E. Los aditivos y su influencia en las propiedades fisicoquímicas de los aceites automotrices, Guatemala: s.p.i., 1994.
4. Seminario de lubricantes y aditivos, Paramins, México: s.p.i., enero 1996.
5. Control de calidad, su aplicación a productos derivados del petróleo, ESSO, s.l.i.: s.p.i., traducción Grupo Técnico de Esso Inter-Americana, s.f..
6. Encyclopedia. for the user of petroleum products, EXXON, U.S.A.: s.p.i., 1993.
7. Aceites de motor, Esso Española S.A. Esso Inter-Americana. Technical Services, España: s.p.i., s.f..
8. Análisis de aceite usado. Artículo publicado por ESSO, U.S.A.: s.p.i., s.f..