

Técnicas y metodologías para la cuantificación de hollín en aceites lubricantes de motor

Antonio García Barberá

Doctorado en Sistemas Propulsivos en Medios de Transporte

Director: Bernardo Tormos

OBJETIVOS

- Estudio de las **técnicas analíticas** capaces de **cuantificar hollín** en aceite lubricante de motor y, especialmente, cuando estos **niveles son bajos**.
- Análisis de la **rapidez** del análisis y **precisión** de las diferentes técnicas analíticas consideradas en el estudio.
- Selección** de las técnicas a desarrollar acorde con: calidad de la respuesta y tiempo de análisis requerido.

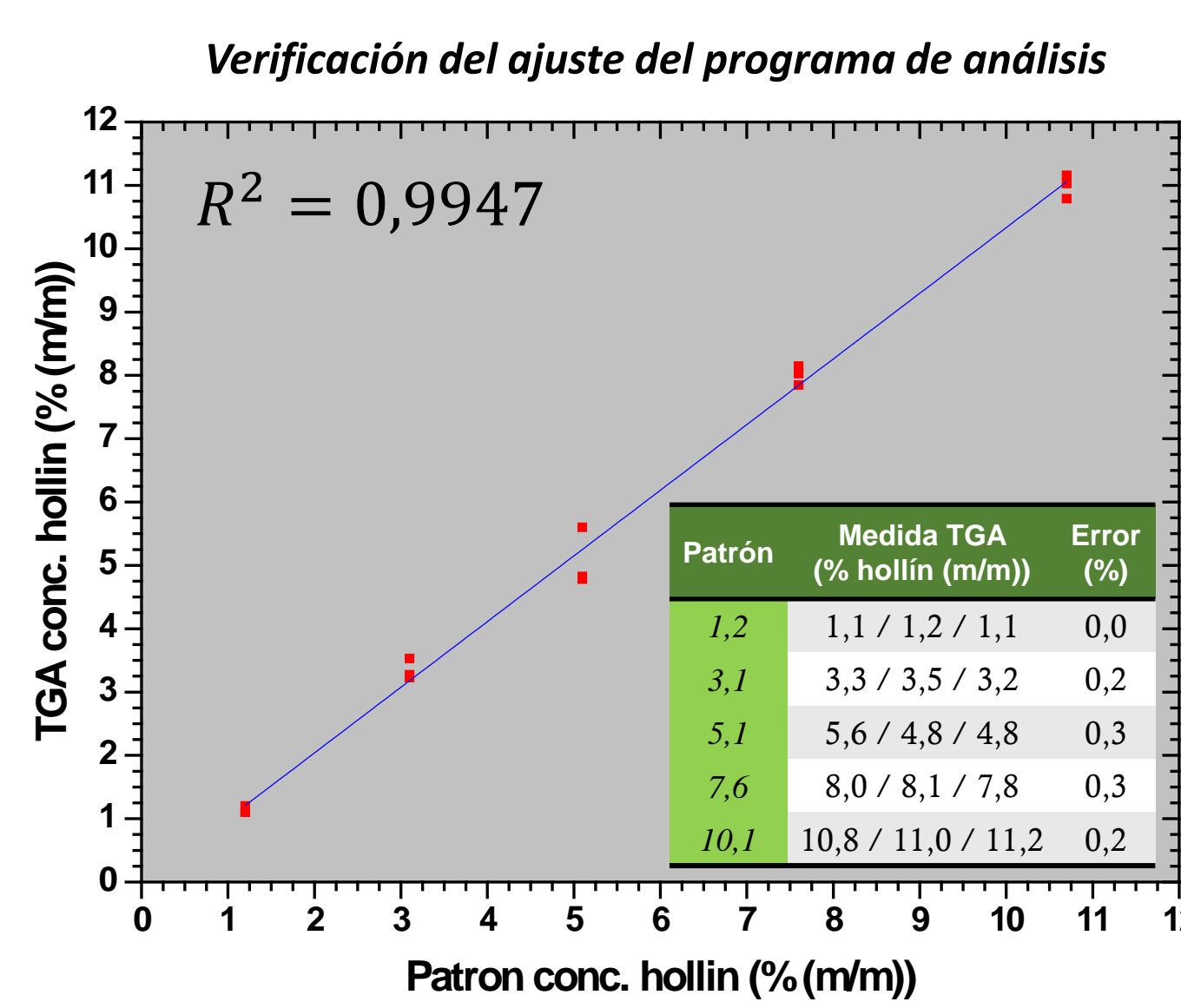
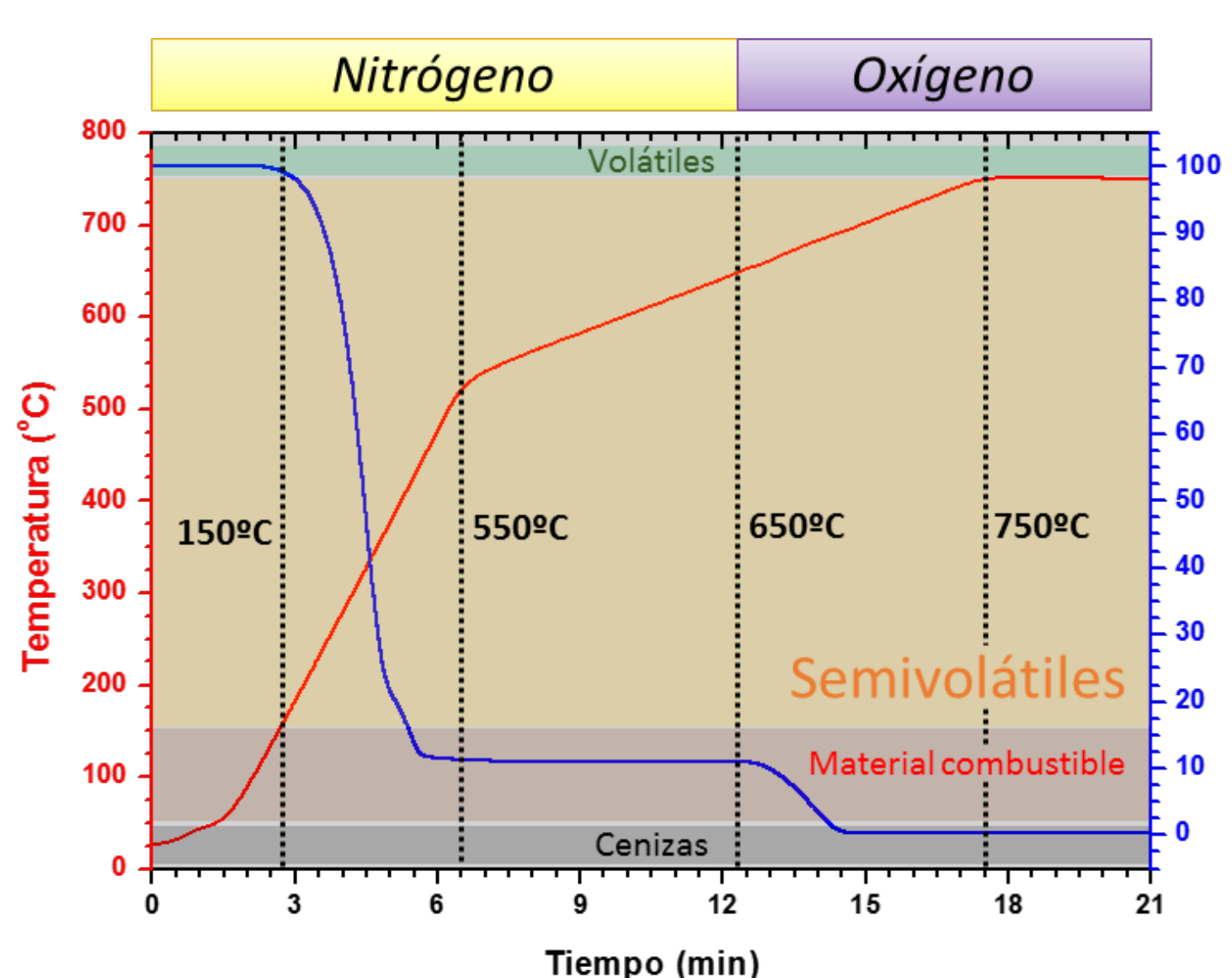
MOTIVACIÓN

REDUCCIÓN DE EMISIONES CONTAMINANTES

NUEVAS TECNOLOGÍAS PARA EL CONTROL DE EMISIONES

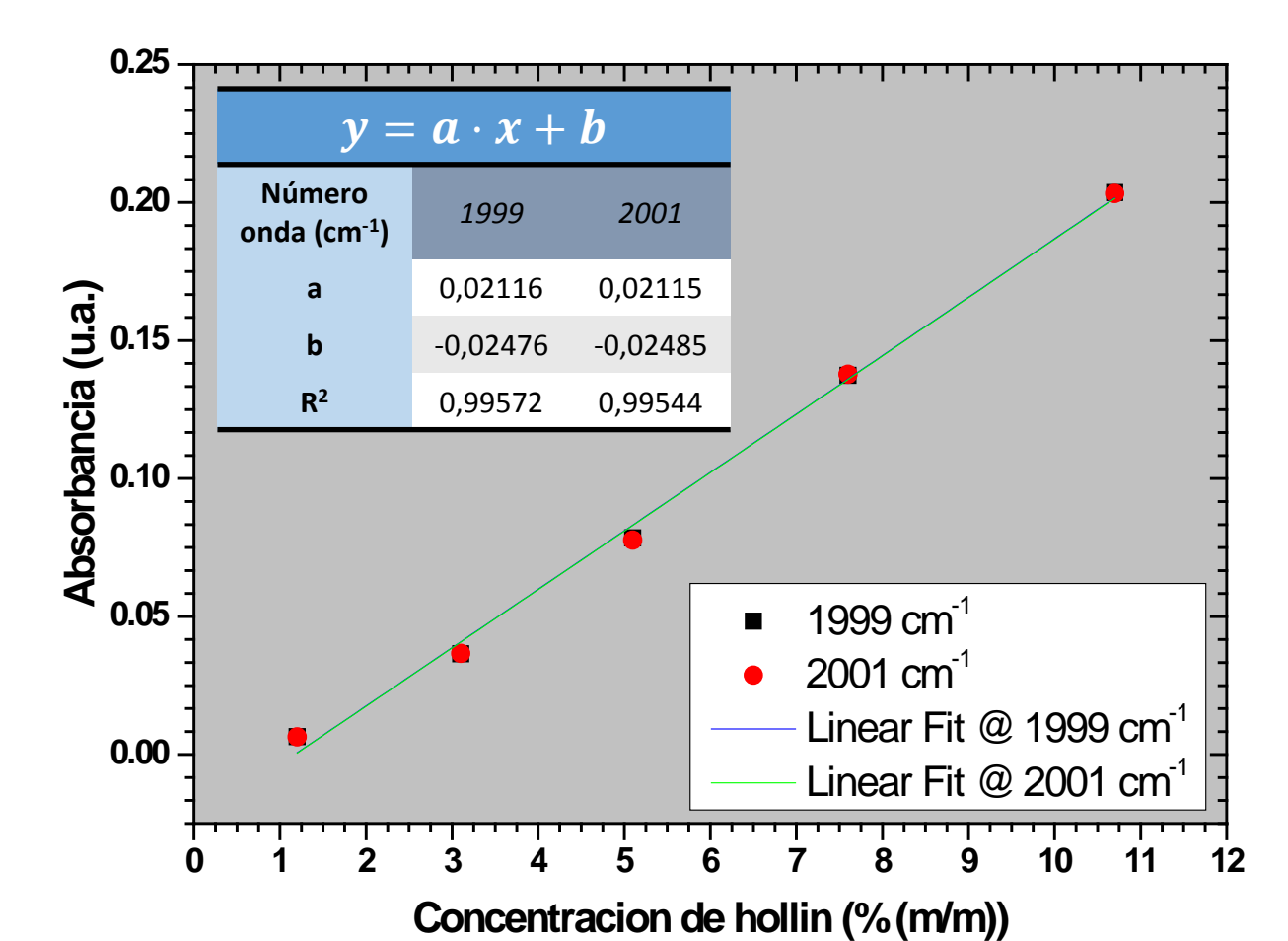
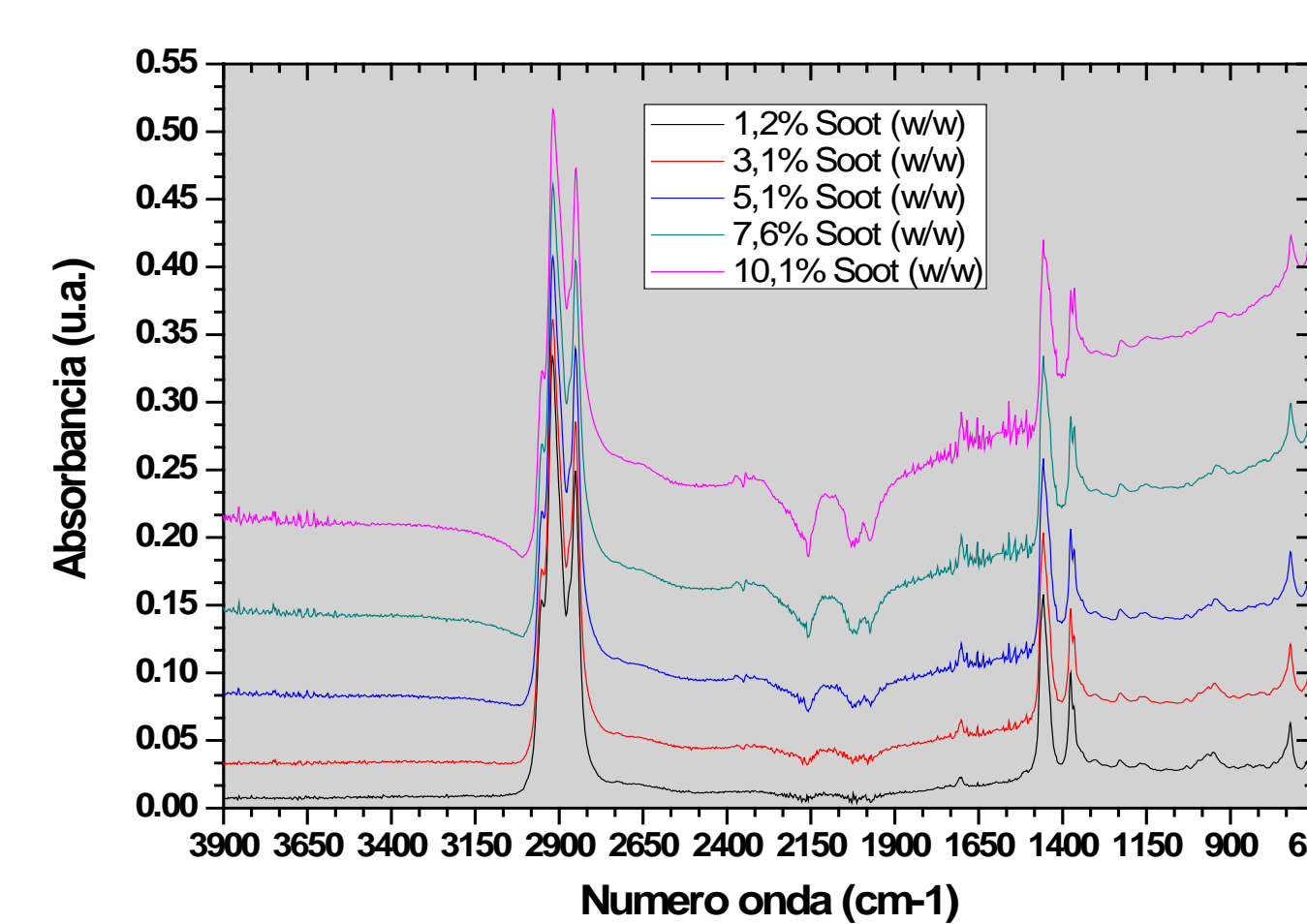
MAYOR EXIGENCIA AL ACEITE LUBRICANTE

TERMOGRAVIMETRÍA ANALÍTICA



Para emplear el análisis termogravimétrico, técnica referente para la cuantificación de hollín, se debe seguir las pautas indicadas en la norma **ASTM D5967 – Anexo 4**. Además, la técnica resulta muy útil cuando se analizan muestras de aceite lubricante con niveles de hollín altos.

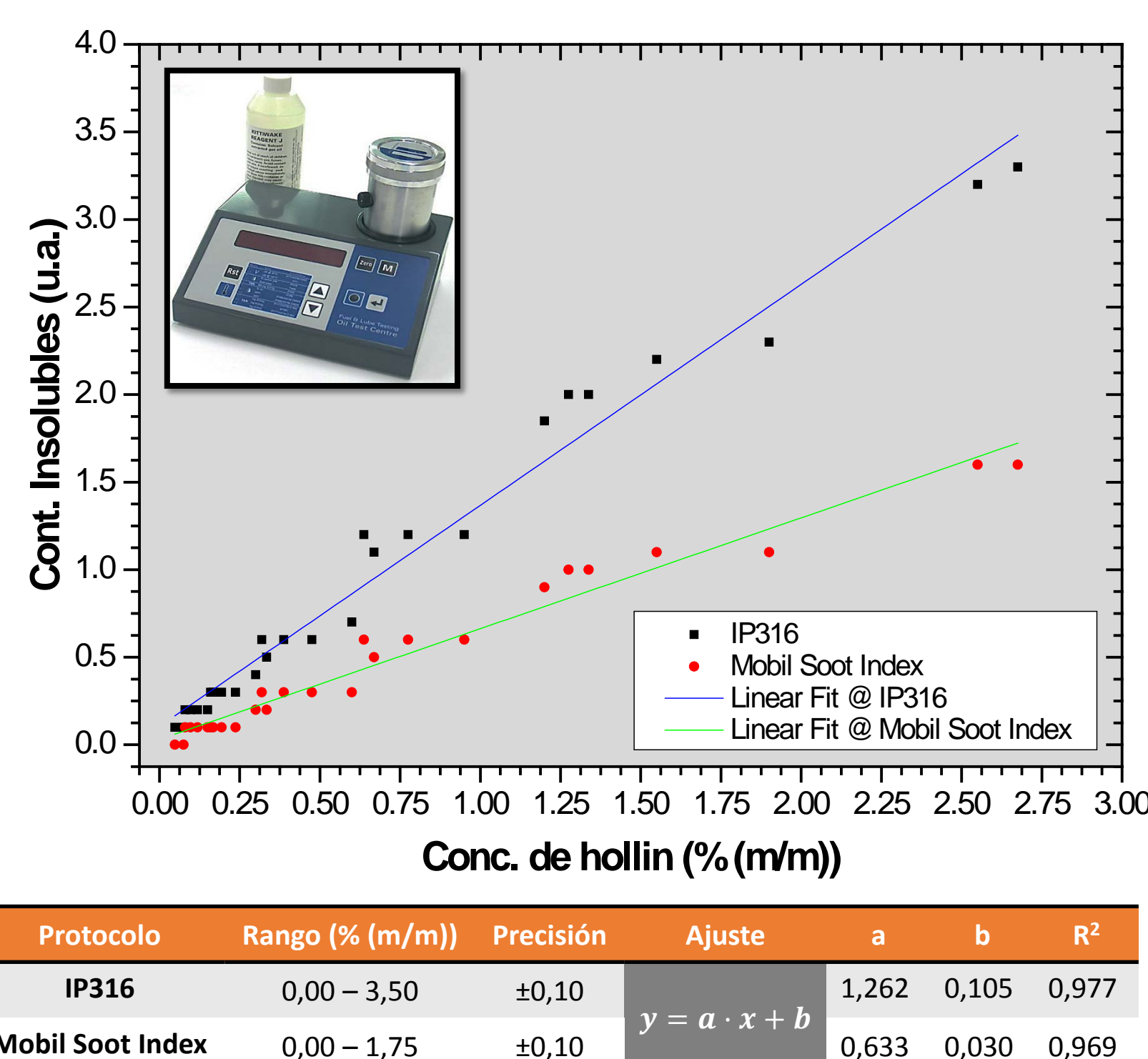
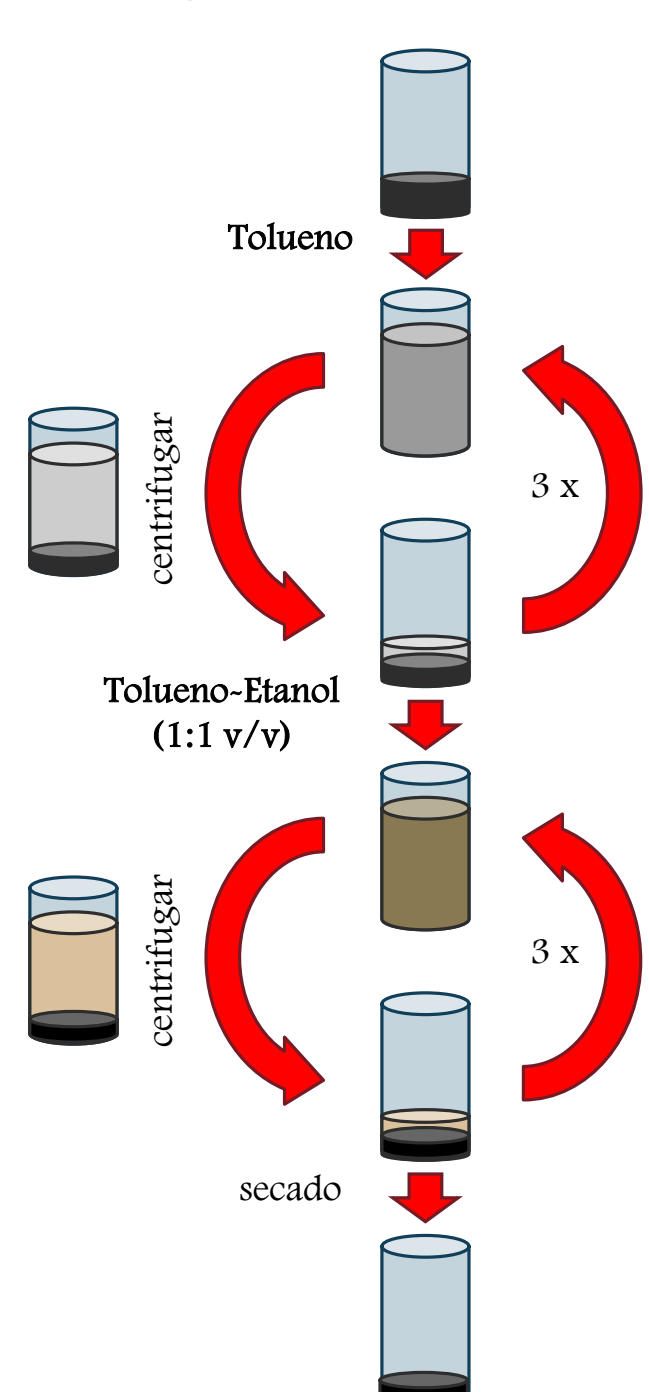
ESPECTROSCOPIA FTIR-ATR



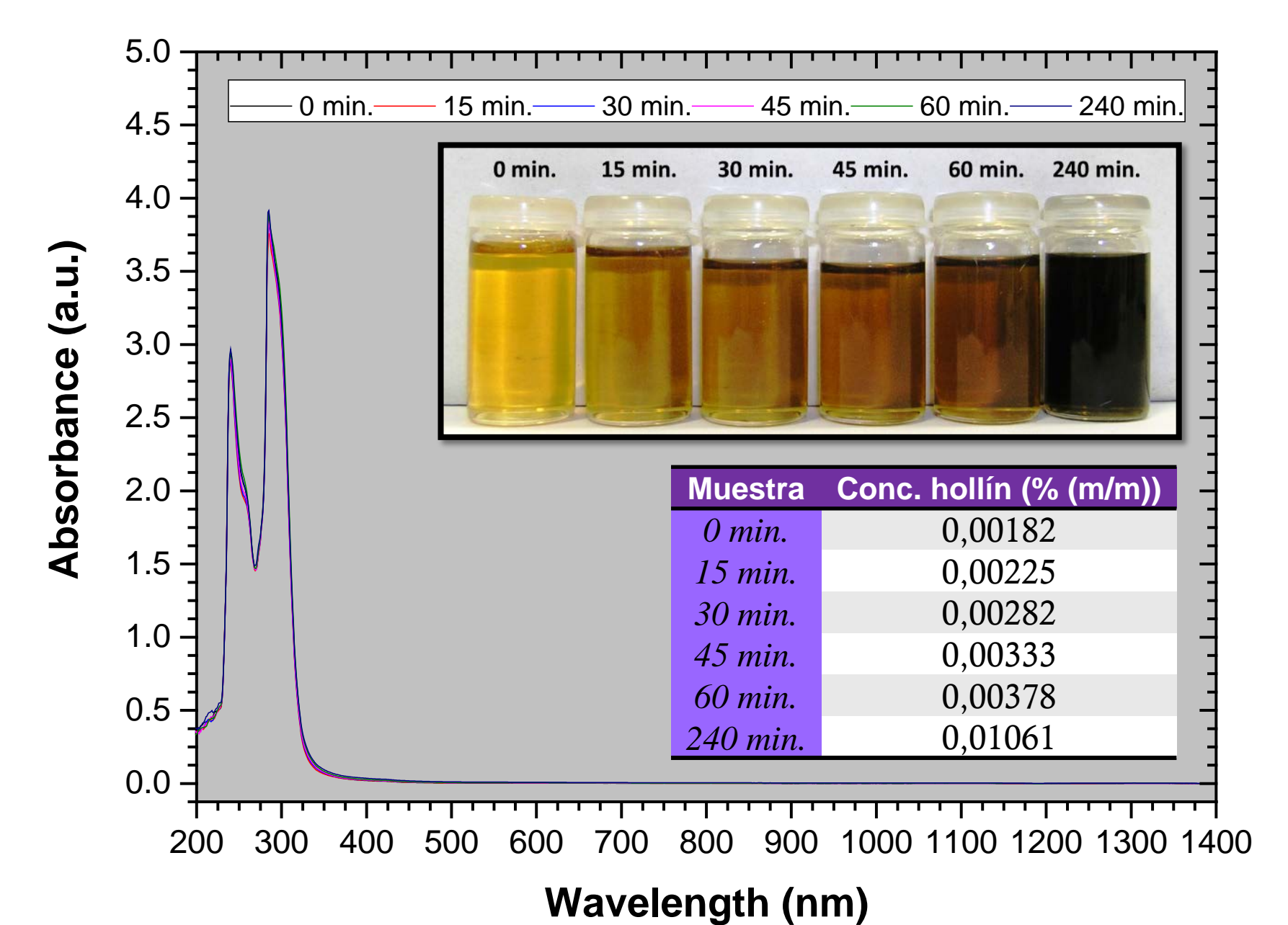
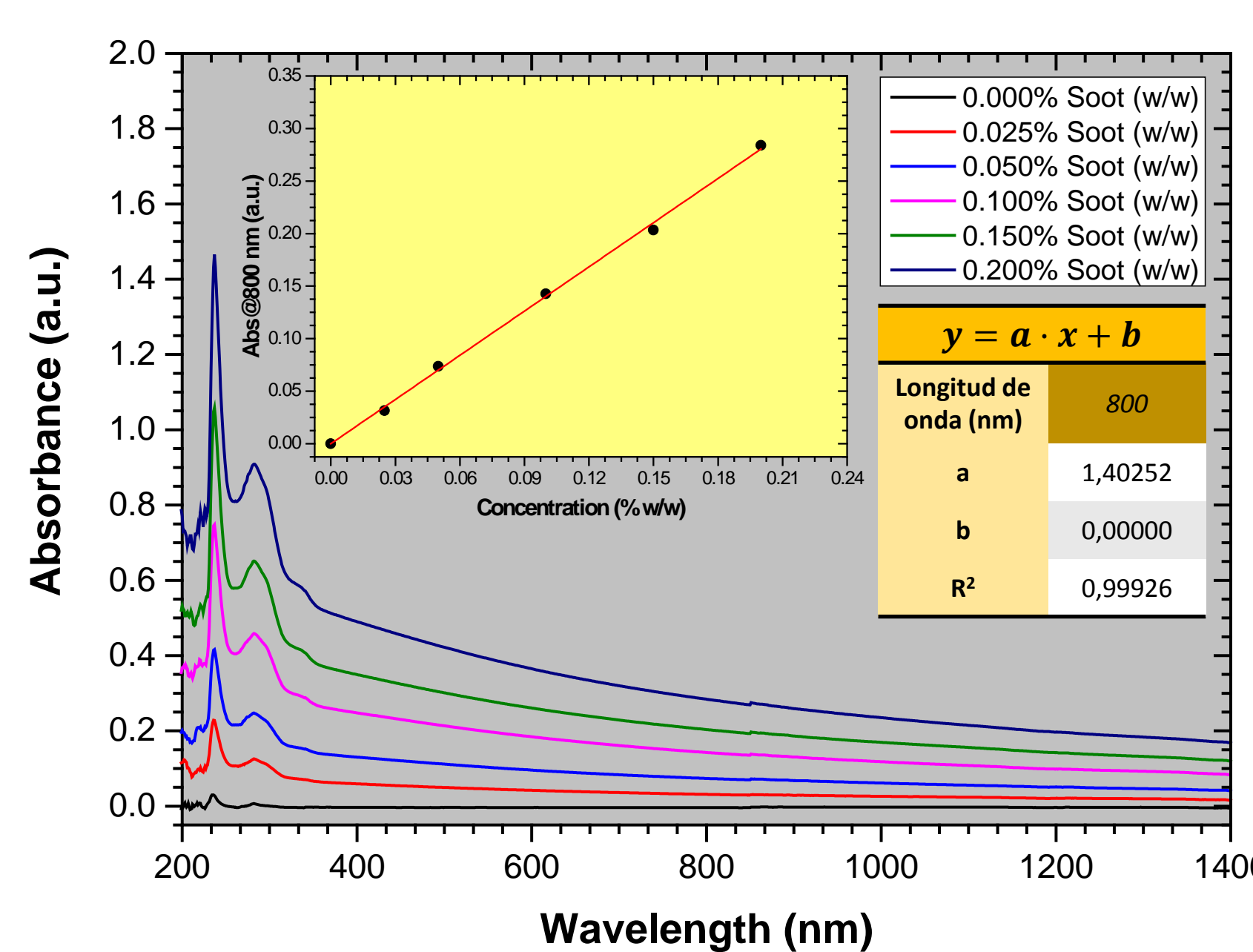
- ASTM D7418:** Practice for Set-Up and Operation of Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectrometers for In-Service Oil Condition Monitoring.
- ASTM E2412:** Practice for Condition Monitoring of In-Service Lubricants by Trend Analysis Using Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectrometry.
- ASTM D7844:** Standard Test Method for Condition Monitoring of Soot in In-Service Lubricants by Trend Analysis using Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectrometry.

CONT. INSOLUBLES

Precipitación del hollín



ESPECTROSCOPIA UV-VIS



Esta técnica, característica para los procedimientos de cuantificación de analitos, aún no ha sido desarrollada completamente, pero los primeros resultados muestran el buen comportamiento de la metodología diseñada para la cuantificación de pequeñas cantidades de hollín.

APLICABILIDAD DE LAS TÉCNICAS

Técnica	Rango (% (m/m))	Resolución (%)	Error (%)	Tiempo de análisis	Tratamiento de la muestra
TGA	0,00 – < 100	0,1	< 10	20 – 30 minutos	No requerido
Cont. Insolubles IP316	0,00 – 3,50	0,10	≤ 3	2 minutos	Si
Cont. Insolubles Mobil Soot Index	0,00 – 1,75	0,05	≤ 3	2 minutos	Si
UV-Vis	0,00 – 1,00	0,01	< 10	5 minutos	Si
FTIR-ATR	0,00 – 15,00	0,05	< 10	5 minutos	No requerido

CONCLUSIONES

- La **TGA**, técnica referencia, ha demostrado ser **muy precisa** pero requiere de unas **condiciones de trabajo muy controladas**.
- La determinación del **contenido de insolubles** mediante precipitación es un **proceso laborioso**, por lo que se estudiaron alternativas que permitían reducir el proceso de precipitación. No obstante, dichas alternativas experimentaban pérdidas de precisión y resolución.
- Las **técnicas espectroscópicas** ofrecen: **rapidez, sencillez, robustez y resolución**. De entre ellas, la combinación de la espectroscopia FTIR y la UV-Vis permiten la cuantificación de hollín en un amplio rango (entre 0,001 hasta 3,000 % (m/m)).
- El siguiente paso será estudiar la aplicación de **técnicas electroquímicas** para determinar su aplicabilidad en el problema de la cuantificación de hollín en aceite lubricante de motor.