

2  
2ej.



**Universidad Nacional Autónoma de México**

Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán

**Determinación de Calcio y Zinc por  
Espectrofotometría de Absorción Atómica en  
Lubricantes Automotrices Elaborados por  
Petróleos Mexicanos**



**Tesis Profesional**

Que para obtener el título de:

**Q U I M I C O**

**P r e s e n t a :**

**Carlos Elías Contreras Gutiérrez**

Director de Tesis: M.C. Arnulfo G. Romero Uzcanga



V N A M

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx.

1986



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# I N D I C E

	PAG.
INTRODUCCION.	1
OBJETIVO.	5
CAP. I.- GENERALIDADES	7
I.1 METODOS TRADICIONALES	8
I.1.1 Métodos de cenizas al oxalato	8
I.1.2 Oxidación de pirofosfato	10
I.1.3 Método de la A.S.T.M.	12
I.1.4 Determinación de Ca y Zn por Absorción Atómica	15
CAP. II.- PARTE EXPERIMENTAL	17
II.1 DEFINICION	18
II.2 PREPARACION DE ESTANDARES Y MUESTRAS	19
II.2.1 Estándares	19
II.2.2 Muestras de Ca y Zn en <u>lubri</u> cantes	20
II.3 PROCEDENCIA DE LAS MUESTRAS	20
II.4 PREPARACION DE LUBRICANTES CON DIFERENTES - PORCENTAJES DE ADITIVOS	21
II.5 VENTAJAS DE LA ABSORCION ATOMICA	22
II.6 CONDICIONES DE OPERACION PARA Ca	23
II.7 CONDICIONES DE OPERACION PARA Zn	23
II.8 LECTURA DE ESTANDARES	23
II.9 CONSTRUCCION DE GRAFICAS	24
II.10 LECTURA DE MUESTRAS	24
II.10.1 Lecturas de Ca para muestras de PEMEX SOL	26
II.10.2 Lecturas de Ca para muestras de PEMEX DIS	26
II.10.3 Lecturas de Ca para muestras de PEMEX DEX	26
II.10.4 Lecturas de Ca para muestras de PEMEX LUB	26
II.10.5 Lecturas de Ca para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 10W	27
II.10.6 Lecturas de Ca para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 20W	27

II.10.7	Lecturas de Ca para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 30	27
II.10.8	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX SOL	28
II.10.9	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX DIS	28
II.10.10	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX DEX	28
II.10.11	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX LUB	28
II.10.12	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 20W	29
II.10.13	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 30	29
II.10.14	Lecturas de Zn para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 40	29
II.10.15	Lectura de viscosidades para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 10W	30
II.10.16	Lectura de viscosidades para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 20W	30
II.10.17	Lectura de viscosidades para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 20W	30
II.10.18	Lectura de viscosidades para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 30	31
II.10.19	Lectura de viscosidades para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 30	31
II.10.20	Lectura de viscosidades para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 40	31
<b>CAP.III.- RESULTADOS Y DISCUSION</b>		<b>32</b>
<b>III.1 RESULTADOS</b>		<b>33</b>
III.1.1	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX SOL	33
III.1.2	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX DIS	34
III.1.3	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX DEX	34
III.1.4	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX LUB	34

III.1.5	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 10W	34
III.1.6	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 20W	35
III.1.7	Por ciento de Ca para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 30	35
III.1.8	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX SOL	35
III.1.9	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX DIS	36
III.1.10	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX DEX	36
III.1.11	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX LUB	36
III.1.12	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 20W	36
III.1.13	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 30	37
III.1.14	Por ciento de Zn para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 40	37
III.2	INDICE DE VISCOSIDAD PARA ACEITES MODIFICADOS	37
III.2.1	Indice de viscosidad para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 10 W	38
III.2.2	Indice de viscosidad para muestras de PEMEX SOL S.A.E. 20 W	38
III.2.3	Indice de viscosidad para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 20 W	38
III.2.4	Indice de viscosidad para muestras de PEMEX DIS S.A.E. 30	39
III.2.5	Indice de viscosidad para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 30	39
III.2.6	Indice de viscosidad para muestras de PEMEX DEX S.A.E. 40	39
III.3.	DISCUSION	40
	CONCLUSIONES	48
	ANEXOS	
	BIBLIOGRAFIA	

## I N T R O D U C C I O N

Antes de que existieran los motores y máquinas industriales de alta velocidad, los aceites y grasas de origen vegetal o animal servían muy bien para reducir la fricción y desgaste de dos superficies entre sí, gracias a su gran capacidad de adherencia con los metales. Con la revolución industrial y los grandes avances tecnológicos estos lubricantes se fueron haciendo obsoletos, debido a su baja resistencia a la temperatura y a la oxidación, siendo incapaces de hacer una buena lubricación en la maquinaria moderna. Esto dió paso a que la industria petrolera se fuera a la vanguardia en cuestión de aceites lubricantes, los cuales eran obtenidos con relativa facilidad a partir de la destilación del crudo, principalmente de las bases parafínicas, nafténicas y mixtas, las cuales provienen de residuos serosos, asfálticos y de mezclas de ambos, respectivamente. (-- fig. 1 ).

Se entiende por lubricante a toda substancia, ( aceite, grasa y diversas materias químicas sintéticas ) que se utiliza para reducir el roce entre las piezas de una maquinaria en movimiento y por consiguiente favoreciendo un menor desgaste y una disminución en la temperatura. La acción lubricante eficaz es la -- que forma una película viscosa entre dos superficies que ruedan, resbalan o se frotan una contra otra.

Hace algunos años los lubricantes fueron clasificados por las asociaciones especializadas en esta rama, de la siguiente manera:

- a) Aceites comerciales
- b) Aceites para estaciones de servicio
- c) Aceites industriales

Este trabajo está enfocado a la segunda clase de lubricantes y muy especialmente a aquellos que desempeñan su función en los motores de vehículos de combustión interna.

En los últimos años se ha avanzado mucho en los diseños de las máquinas modernas, siendo capaces de trabajar a revoluciones y velocidades muy altas, a mayores presiones, con tolerancias estrechas y precisas, por lo que es de vital importancia una buena lubricación que dependerá del uso correcto del lubricante adecuado, aplicado en la cantidad necesaria en el tiempo preciso y en el lugar

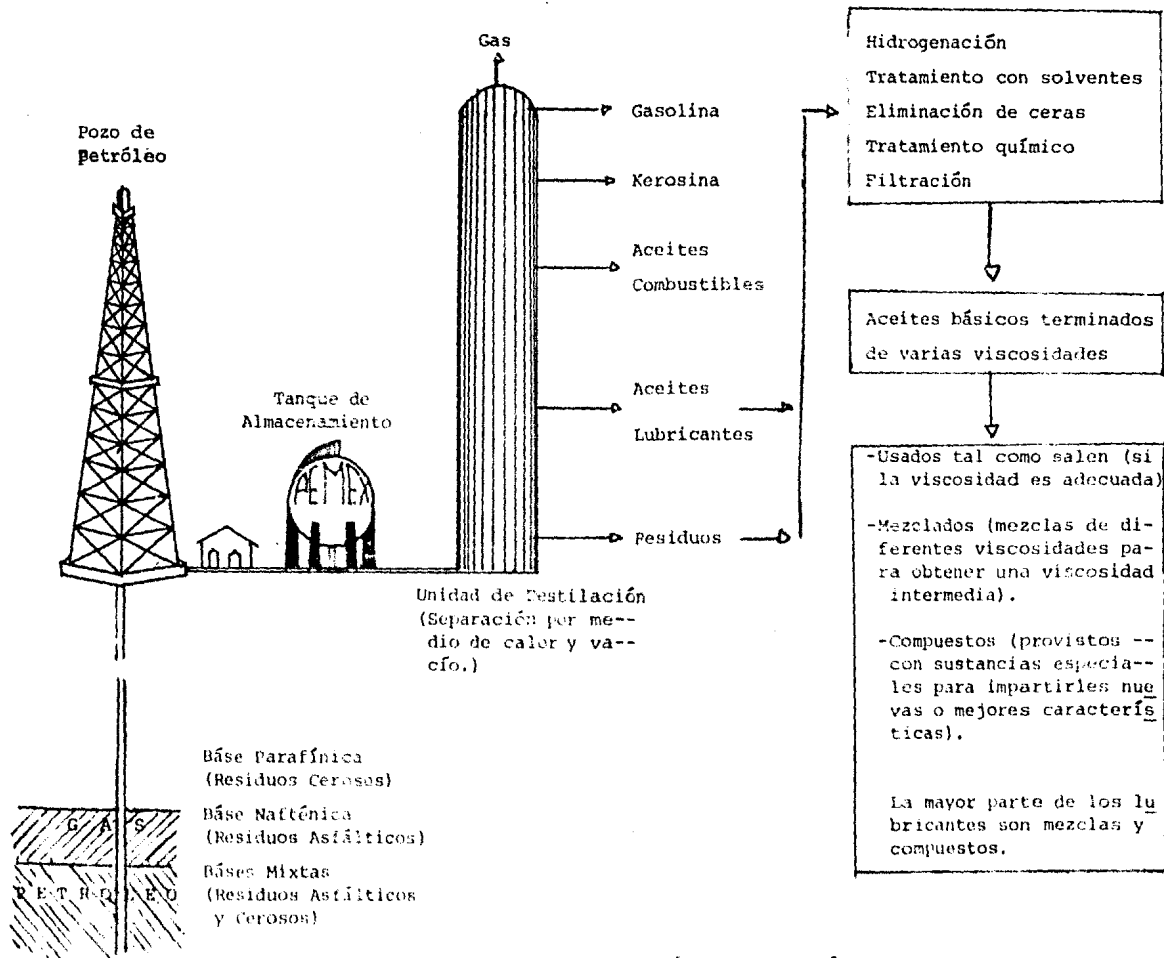


figura 1. Aceite Refinación y Elaboración.

requerido para las partes de las máquinas en movimiento. Por todo esto, deberán utilizarse lubricantes de buena calidad que trabajen en el mayor tiempo posible sin cambios apreciables tanto en sus características físicas como químicas; de esta manera y sólo cumpliendo con lo anterior, se logrará una excelente lubricación. Todo esto encauza a que los aceites se mejoren con la misma velocidad con la que la tecnología automotriz avanza.

Los últimos 35 años han visto un marcado mejoramiento en las características de los aceites lubricantes para motores de combustión interna.

Estos avances pueden ser atribuidos en gran parte al uso de los aditivos, a tal grado que se puede decir que las funciones de un aceite lubricante moderno son:

1. Lubricar el motor previniendo el contacto de metal-metal de las partes en movimiento.
2. Alta resistencia a diferencias de temperaturas.
3. Reducción de la pérdida de potencia por fricción.
4. Protección contra depósitos de sedimentos y gomas.
5. Servir como receptor de contaminantes.
6. Protección contra la herrumbre y corrosión.
7. Protección contra el desgaste.

Y por lo tanto deben de poseer:

1. Gran estabilidad química y resistencia a la oxidación.
2. Poca tendencia a la formación de espuma
3. Alto índice de viscosidad.

Es de gran importancia en este trabajo, el cuantificar la cantidad de aditivo, ya que éste actúa como mejorador de las propiedades de los lubricantes. Dentro de las características favorecidas podemos citar:

- La prevención de la oxidación del aceite.
- La prevención a la formación de gomas, sedimentos y compuestos corrosivos.
- Favorece el aumento de la viscosidad.
- Neutraliza los ácidos formados.
- Previene la corrosión por el ataque de los ácidos.
- Forma una película protectora en las piezas del motor de tal manera que la superficie del metal no actúa como catalizador en la oxidación del aceite.



Las citadas cualidades son proporcionadas por los siguientes componentes de los aditivos (mejoradores) :

- Dialkilitio-fosfatos de zinc.
- Tricresil fosfatos de zinc.
- Fosfatos orgánicos de zinc.
- Cloruros
- Metal-fenatos
- Ácidos o ésteres orgánicos y aminas de zinc.
- Sulfatos de calcio.
- Fenatos de calcio.

Estos nuevos mejoradores son producto de la tecnología moderna en respuesta a la demanda de las nuevas máquinas. De igual manera el aparato que se utiliza para el estudio de los lubricantes, debe proporcionar rapidez en el análisis, facilidad de manejo, confianza en los resultados (repetibilidad) y fácil interpretación. Todos estos beneficios para el estudio de los aceites lubricantes nos los proporciona, un espectrofotómetro de absorción atómica.

O B J E T I V O

Determinar las cantidades de aditivo, a través de la valoración de Ca y Zn en los aceites lubricantes automotivos elaborados por Petróleos Mexicanos, con el fin de proporcionar la información necesaria para detectar los efectos que producen pequeñas variaciones de los aditivos citados en la viscosidad del lubricante terminado.

El análisis de calcio y zinc dentro de este contexto, está enfocado a los aceites elaborados en la Terminal de Especialidades y Lubricantes de la empresa citada y especialmente para aquellos que funcionan como aceites lubricantes para motor ( carter ), los cuales son:

Pemex Sol S.A.E. 10W  
Pemex Sol S.A.E. 20W  
Pemex Sol S.A.E. 30  
Pemex Sol S.A.E. 40  
Pemex Sol S.A.E. 50

Pemex Dis S.A.E. 10W  
Pemex Dis S.A.E. 20W  
Pemex Dis S.A.E. 30  
Pemex Dis S.A.E. 40  
Pemex Dis S.A.E. 50

Pemex Dex S.A.E. 10W  
Pemex Dex S.A.E. 20  
Pemex Dex S.A.E. 30  
Pemex Dex S.A.E. 40  
Pemex Dex S.A.E. 50

Pemex Lub S.A.E. 10W/40

El problema principal se deriva en la producción de lubricantes, los cuales deben ser verificados por el Departamento de Control de Calidad de la Gerencia de Ventas de la Paraestatal ya citada, para emitir su dictamen sobre si está o no aprobado el producto, con respecto a las normas de calidad de Petróleos Mexicanos.

Este problema tiene origen en la recepción de la materia prima, ya que los aditivos para la elaboración de los aceites lubricantes son empleados por el Departamento de Producción antes de que éstos hayan sido analizados en el Laboratorio de Control de Calidad.

Tanto en el Departamento de Producción como en el de Control de Calidad se ha detectado en diversas ocasiones que el producto debe ser ajustado dos o hasta tres veces en su viscosidad o en su contenido de metales con los aceites básicos o con aditivos según sea el caso.

Los citados ajustes repercuten en primera instancia en pérdida de tiempo, por lo que hace que el producto tenga un mayor costo de producción, debido a que se consumen más materias primas y se emplea mayor mano de obra, lo que ocasiona pérdidas económicas para la empresa.

En el mercado actual de aceites lubricantes para motor, existen una gran cantidad de marcas comerciales, así como también, los elaborados por Petróleos Mexicanos. Entre unos y otros hay una gran similitud en cuanto a las propiedades que ofrecen, ya que todos deben cumplir con las especificaciones dictadas por las asociaciones de lubricantes que los rigen y éstas son:

- A.P.I. ( American Petroleum Institute ).
- A.S.T.M. ( American Society for Testing Materials )
- S.A.E. ( Society of Automotive Engineers ).

Sin embargo, entre unos y otros existe una gran diferencia en cuanto a precio se refiere.

Este problema tiene origen en la recepción de la materia prima, ya que los aditivos para la elaboración de los aceites lubricantes son empleados por el Departamento de Producción antes de que éstos hayan sido analizados en el Laboratorio de Control de Calidad.

Tanto en el Departamento de Producción como en el de Control de Calidad se ha detectado en diversas ocasiones que el producto debe ser ajustado dos o hasta tres veces en su viscosidad o en su contenido de metales con los aceites básicos o con aditivos según sea el caso.

Los citados ajustes repercuten en primera instancia en pérdida de tiempo, por lo que hace que el producto tenga un mayor costo de producción, debido a que se consumen más materias primas y se emplea mayor mano de obra, lo que ocasiona pérdidas económicas para la empresa.

En el mercado actual de aceites lubricantes para motor, existen una gran cantidad de marcas comerciales, así como también, los elaborados por Petróleos Mexicanos. Entre unos y otros hay una gran similitud en cuanto a las propiedades que ofrecen, ya que todos deben cumplir con las especificaciones dictadas por las asociaciones de lubricantes que los rigen y éstas son:

- A.P.I. ( American Petroleum Institute ).
- A.S.T.M. ( American Society for Testing Materials )
- S.A.E. ( Society of Automotive Engineers ).

Sin embargo, entre unos y otros existe una gran diferencia en cuanto a precio se refiere.

**CAPITULO I**  
**GENERALIDADES**

## I.1 Métodos tradicionales para la determinación de calcio y zinc en -- aceites lubricantes.

Existen diversos métodos para la determinación de cationes, entre los cuales podemos citar:

- Gravimétricos
- Volumétricos
- Potenciométricos

### I.1.1. Método de cenizas al oxalato para la detreminación de calcio en aditivos y aceites lubricantes utilizados por Chevron Chemical Company.

Este método involucra tres procedimientos, el primero consiste en una precipitación simple, el segundo en una precipitación doble para eliminar - cualquier interferencia y el tercero, se utiliza cuando el residuo de igni- ción de los procedimientos 1 y 2 dejan un residuo que no es fácilmente solu- ble con HCl.

#### Procedimiento 1.

##### Precipitación simple de cenizas al oxalato.

Este procedimiento consiste en quemar con un mechero Bunsen una mues- tra del aceite lubricante por analizar, para carbonizar toda la materia or- gánica hasta obtener un depósito de cenizas, las cuales se transfieren a una mufla, la cual debe de ser capaz de alcanzar y mantener 870°C. con la fi- nalidad de oxidar totalmente los residuos carbónicos.

El depósito remanente, se acidula con HCl 1:1 y se calienta para que - éste se solubilize, se diluye y se le agrega una solución alcohólica de in- dicador rojo de metilo, se neutraliza con  $\text{NH}_4\text{OH}$ , se adiciona gota a gota --  $\text{CH}_3\text{COOH}$  hasta obtener un pH=3 ( este valor de pH es el óptimo para la preci- pitación ).

Se calienta la solución a ebullición y se agrega oxalato de amonio -- ( 0.5 M. ) y se calienta en una parilla hasta que se obtenga el precipitado. Se enfría, se filtra y se acidula con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1. Se transfiere el precipi- tado ya como oxalato de calcio a un vaso de p.p. y se calienta de 85 a 96°C. se titula como  $\text{KMnO}_4$  ( 0.1 N. ) hasta obtener un color rosa permanente du- rante 20 segundos,

Cálculos.

$$\% \text{ de Ca} = \frac{(\text{KMnO}_4) (\text{N.}) (8.02004) (100)}{\text{g. de mtra.}}$$

Procedimiento 2.

Precipitación doble de cenizas al oxalato.

a) Determinación volumétrica.

Se siguen las indicaciones directamente como en el procedimiento 1 hasta la precipitación del oxalato de calcio, se enfría 2 h. antes de filtrar. Diluir el p.p. con 25 ml. de HCl 1:1, se lava el filtro con H<sub>2</sub>O y se agrega más ácido. Se continúa lavando hasta que el papel esté neutro al indicador rojo de metilo.

Se diluye con 150 ml. de agua, se agregan 5 gotas de indicador rojo de metilo y 10 ml. de oxalato de amonio. Se ebulle y se agrega NH<sub>4</sub>OH con agitación vigorosa hasta el vire del indicador a amarillo, se continúa la ebullición por 2 minutos, se deja reposar con calentamiento hasta que la solución esté clara y se deja enfriar a temperatura ambiente por 2 h.

Se filtra, se lava, se titula y se calcula como en el procedimiento 1.

b) Determinación gravimétrica.

Se procede igual que en el inciso anterior hasta la segunda filtración, el p.p. se calcina en un crisol de Pt. a 980°C. y se lleva a peso constante. Se enfría y se pesa como CaO.

Cálculos.

$$\% \text{ de Ca} = \frac{(\text{peso del CaO}) (0.7147) (100)}{\text{g. de mtra.}}$$

Procedimiento 3.

Para muestras que dan una ceniza insoluble.

Este procedimiento involucra la destrucción de materia orgánica por medio de temperatura y una oxidación de las cenizas con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y HNO<sub>3</sub>, se lleva casi a sequedad y se disuelve con 200 ml. de agua acidulada con 2 ml. de HCl. y se determina el Ca directamente como en los procedimientos 1 ó 2.

I.1.2. Oxidación de pirofosfato vía húmeda para la determinación de -- zinc en aditivos y aceites lubricantes, utilizado por Chevron - Chemical Company.

Existen dos métodos involucrados en la citada oxidación, el primero -- gravimétrico y el segundo potenciométrico. Ambos métodos parten de la oxidación húmeda de cenizas suaves. Tal oxidación consiste en la destrucción de la materia orgánica existente en la muestra del lubricante por medio de temperatura y  $H_2SO_4$  y si aún existe materia orgánica remanente ésta se ataca con  $HNO_3$  .

Procedimiento 1.

Determinación de zinc por el método de pirofosfato gravimétrico.

Se adicionan 150 ml. de agua a las sales obtenidas en la destrucción - de la materia orgánica y se calientan hasta que todas éstas estén disueltas. Se enfría, se filtra y si las sales se calentaron a temperatura muy alta o por mucho tiempo, agregue 10 ml. de HCl 1:1, se ebulle por dos o tres minu- tos. Se diluye la solución a 200 ml. con agua, se adicionan 50 ml. de solu- ción de  $HNO_3$  al 20%. Se agregan 5 gotas de indicador anaranjado de metilo y se aplica lentamente hidróxido de amonio, agitando vigorosamente hasta -- que la solución esté neutra al indicador, entonces se adicionan 50 ml. de - mezcla fórmica ( sulfato de amonio + ácido fórmico + hidróxido de amonio ). Se calienta la solución a ebullición y se retira del calor, se aplica un -- burbujeo rápido de  $H_2S$ . Se filtra a través de un papel whatman No. 42, se lava el vaso, el filtro y se precipita totalmente con la solución de lavado ( ácido fórmico al 90% saturada con  $H_2S$  justo antes de usarse ). Se calien- ta el filtrado a ebullición y se vuelve a aplicar un burbujeo rápido de  $H_2S$ . Si se separa algo de sulfuro de zinc, se filtra y se lava como se describió anteriormente.

Se transfiere el papel y el precipitado al vaso de lavado y se calien- ta la solución hasta obtener vapores de  $H_2SO_4$ , se destruye el papel con la adición de unas gotas de  $HNO_3$  .

Se diluye o se evapora la solución preparada, según el caso, a un volú- men tal que ésta contenga 0.1 g. de zinc en 100 ml., se adicionan unas got- tas de indicador rojo de metilo, se agrega cuidadosamente  $NH_4OH$  hasta que - el indicador haya virado a amarillo ( el pH deseado debe de estar dentro de 5.5 a 7.0 de preferencia 6.0 ).



Se calienta la solución casi a ebullición y se adicionan agitando vigorosamente, gota a gota, 10ml. de fosfato de diamonio, por cada 0.1 g. de zinc estimados en la solución ( un exceso de aproximadamente 15 veces la cantidad del reactivo necesario precipita el Zn que esté presente ). Se calienta la solución cuidadosamente con agitación hasta que el precipitado empiece a cristalizarse, entonces se transfiere el vaso a una parrilla. Se agrega más hidróxido de amonio sí es necesario, para mantener el pH deseado, se deja el vaso en la parrilla hasta que el precipitado se haya asentado, se deja que la solución se enfríe a temperatura ambiente y se deja reposar por dos horas antes de filtrar.

Sí es necesario se ajusta nuevamente el pH, se filtra la solución a través de un crisol de porcelana que haya sido puesto a peso constante. Se lava el precipitado cuatro veces con solución fría de fosfato de diamonio neutro al 1% y finalmente con tres porciones de 10 ml. de alcohol etílico frío al 50%.

Se seca el crisol en una estufa a 105°C. por 15 ó 20 minutos; se coloca en una mufla y se eleva lentamente la temperatura a 870°C. se quema y se lleva a peso constante. Se enfría el crisol en un desecador a temperatura ambiente, y se pesa éste.

Cálculos:

$$\% \text{ de Zn} = \frac{(\text{ peso del } \text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7) (0,4290) (100)}{\text{ peso de la muestra en g.}}$$

Procedimiento 2.

Determinación de zinc por titulación potenciométrica.

Se agregan aproximadamente 100 ml. de agua a las sales obtenidas en la oxidación húmeda de cenizas suaves, éstas se calientan hasta que hayan sido disueltas. Entonces se enfría la solución y se filtra sí hay sulfato de plomo<sup>1</sup>.

Se diluye con agua a 100 ml., se ajusta el pH a 2.0 ± 0.5 con ácido sulfúrico diluido o hidróxido de amonio diluido según se requiera, y se adicionan 100 ml. de solución buffer ( la cual contenga 75 g. de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 55 g. de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> por litro. ).

<sup>1</sup> Sí se sospecha o se conoce que existe Fe, éste puede ser controlado en la titulación adicionando unas décimas de g. de fluoruro de sodio o amonio a la solución.

Se calienta la solución a ebullición, se adiciona 1 ml. de solución de ferricianuro de potasio al 1% recién preparada y se coloca esta solución en el potenciómetro para ser titulada, se deja que la celda alcance el equilibrio y se titula inmediatamente con solución de ferrocianuro de potasio. Si el potenciómetro usado fué un Beckman, la titulación empezará generalmente entre +700 y + 800 mv., y caerá lentamente conforme se acerque el punto final, el cual cae entre + 500 y + 350 mv.

Cálculos:

$$\% \text{ de Zn} = \frac{(\text{ml. K}_4\text{Fe(CN)}_6) (\text{N.}) (3.269)}{\text{peso de la muestra en g.}}$$

I.1.3. Método estándar de análisis químicos para metales en aceites lubricantes nuevos y usados.

Este método cubre la determinación de calcio y zinc en aceites lubricantes nuevos y usados, recomendado por la A.S.T.M.

Destrucción de materia orgánica

Se colocan 10 g. de muestra en un crisol de Pt y se calientan con un mechero bunsen hasta que el contenido se incendie y se queme fácilmente, de tal manera que sólo queden cenizas y carbón, se retira el mechero hasta que deje de humear. Se quema en una mufla a no más de 660°C., se enfría, se agrega al residuo de 1 a 2 gotas de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 18 N., se evapora el ácido y se quema otra vez, pero ahora a 700°C. hasta que la oxidación del carbón sea completa.

El residuo se trata con 20 ml. de HCl 6 N. y se evapora casi a sequedad. Se adicionan 30 ml. de agua al residuo, se transfieren a un vaso de 300 ml. y se diluye a 100 ml. con agua.

Se agrega NH<sub>4</sub>OH 7 N., hasta que la solución este neutra al rojo de metilo, se agregan de 6 a 8 ml. de HCl 12 N. y 1 g. de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Se calienta a ebullición y se pasa un flujo vigoroso de H<sub>2</sub>S se agregan 200 ml. de agua y se saturan nuevamente con H<sub>2</sub>S. Se filtra dentro de un vaso de 600 ml. y se lava con solución de lavado de H<sub>2</sub>S. (HCl 0.3 N. saturado con H<sub>2</sub>S). El filtrado se reserva para las determinaciones de zinc y calcio.

### Procedimiento 1.

#### Separación de zinc de calcio.

Se pone a ebullición por 4 ó 5 minutos el filtrado de la precipitación con sulfuro, se adicionan de 1 a 2 ml. de  $H_2O_2$  ( 30% ) y se deja que ebullla por 4 ó 5 minutos. Se enfría la solución a  $50^\circ C.$  y se adicionan 20 ml. de 8-hidroxiquinolina ( para eliminar interferencias de fosfatos ). Se agrega solución de acetato de amonio 2 N., mientras se agita constantemente, hasta que se haya formado un precipitado agregando un exceso de solución de acetato de amonio 2 N. Se calienta la solución a  $80^\circ C.$  hasta que el precipitado coagule, se deja enfriar. Se filtra y se lava muy bien con agua y se guarda el filtrado para la determinación de calcio.

El precipitado del hidroxiquinolato de zinc se transfiere junto con el papel de p.p. a un crisol de Pt. Se quema a  $500^\circ C.$  o hasta que todo el carbón esté oxidado. Se agregan de 5 a 7 g. de  $K_2S_2O_7$  al crisol, se funde la mezcla hasta que ya no haya material sólido, se enfría a temperatura ambiente y se diluye en 250 ml. de agua la mezcla fundida. Se agregan 5 g. de  $NH_4Cl$  y solución de hidróxido de amonio 7 N. gota a gota hasta que la solución esté ligeramente básica, se calienta la solución hasta que los hidróxidos de fierro o aluminio hayan precipitado o coagulado. Se filtra, se lava el papel y el precipitado con solución de  $NH_4Cl$  0.4 N.

#### Determinación de zinc.

Se adiciona HCl 6 N. a los filtrados justo hasta que estén neutros al anaranjado de metilo. Se agregan 5 ml. de ácido cítrico 1 M. y 20 ml. de solución de  $(NH_4)_2SO_4$  1.5 N., se ajusta el volumen a 225 ml., se calienta casi a ebullición y se pasa un burbujeo de  $H_2S$  hasta que la solución se enfríe a temperatura ambiente. Se filtra en un papel de cenizas conocidas, se lava con solución de lavado de ácido cítrico frío ( ácido cítrico saturado con  $H_2S$  ). Se transfiere el papel y el precipitado a un crisol que esté a peso constante, se quema a  $500^\circ C.$  y se lleva gradualmente a  $1000 \pm 30^\circ C.$  y se lleva a peso constante. Se enfría y se pesa el crisol con el residuo de ZnO.

Caículos:

$$\% \text{ de zinc} = E \times \frac{0.8034}{W} \times 100$$

donde:

E= Peso del ZnO precipitado y

W= Peso de la muestra en g.

#### Procedimiento 2.

Separación de calcio, de magnesio, sodio y potasio.

Se evapora el filtrado de la precipitación de la hidroxiquinolina hasta que se hayan formado las sales. Se agregan de 15 a 20 ml. de  $\text{HNO}_3$  16 N. para ayudar a la eliminación de las sales de amonio y se lleva casi a sequedad. Toda la materia orgánica debe de ser oxidada hasta que las sales remanentes sean de color blanco. Se enfría el vaso, se humedece el residuo con agua, y se adicionan 10 ml. de  $\text{HCl}$  6 N., se calienta hasta que el residuo se haya disuelto y se diluye a 225 ml. Se agregan 2 g. de cloruro de amonio y 2 g. de oxalato de amonio, se calienta casi a ebullición, se agrega hidróxido de amonio 14 N. hasta que la solución cambie a básica con el indicador rojo de metilo. Se calienta sin ebullición hasta que aparezca el precipitado; se deja reposar la solución por toda la noche, se filtra, se lava también con agua caliente y se reserva el precipitado para la determinación de calcio.

Determinación de calcio.

a) Determinación volumétrica de Ca.

Se calientan 150 ml. de agua y 15 ml. de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  18 N. a  $90^\circ\text{C}$ . Se transfieren el papel filtro que contiene el precipitado de oxalato de calcio a la solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , se calienta y se agita. se deja que el ácido reaccione con el precipitado, entonces se retira parcialmente el papel y se deja sobre el borde del vaso. Inmediatamente se titula la solución con  $\text{KMnO}_4$  0.1 N. Se coloca el papel en la solución y se continúa la titulación hasta obtener un color rosa permanente por 15 segs.

Blanco.- Se hace una determinación con un blanco siguiendo el mismo procedimiento y usando el mismo volumen de la solución de ácido caliente.

Cálculos:

$$\% \text{ de Ca} = \frac{(L-P) (N.) (0.020) (100)}{W}$$

donde:

L= Mililitros de solución de  $\text{KMnO}_4$  requeridos para la titulación de muestra.

P= Mililitros de solución de  $\text{KMnO}_4$  requeridos para la titulación del blanco.

N= Normalidad de la solución de  $\text{KMnO}_4$ , y

W= Gramos de muestra.

b) Determinación Gravimétrica de Ca.

Se transfiere el precipitado y el papel a un crisol de platino que esté a peso constante, se calienta por 5 minutos a  $1200^\circ\text{C}$ . , se enfría el crisol en un desecador que contenga sulfato de calcio anhidro o  $\text{P}_2\text{O}_5$  ( pero no  $\text{CaCl}_2$  ), y se pesa tan pronto como se enfríe.

Cálculos:

$$\% \text{ de Ca} = \frac{(R) (0.7147) (100)}{W}$$

donde:

R= Gramos de  $\text{CaO}$ , y

W= Gramos de muestra

I.1.4. Determinación de calcio y zinc en aceites lubricantes por Espectrofotometría de Absorción Atómica.

Este método proporciona un coeficiente de variación de alrededor de 0.5 a 2.0 %, dependiendo del instrumento usado y de la absorbancia de las muestras. El intervalo analítico óptimo está dentro de 0.1 a 0.5 unidades de absorbancia.

Procedimiento.

La muestra debe ser solubilizada en xileno, el cual es fácilmente aspirado a través del nebulizador. La concentración del metal a determinar podría ser estipulado entre 0.1 y 0.5 unidades de absorbancia. La concentración requerida puede ser estimada de las sensibilidades dadas en la sección de condiciones estándar. Poco más o menos 2.0 ml. de solución son necesarios para cada medición.

Se preparan las soluciones estándar a partir de concentraciones conocidas del metal por determinar, en el mismo disolvente que en el de la muestra, de acuerdo con las especificaciones estipuladas por la Oficina Nacional de Procedimientos Estándares; las concentraciones estándar podrían tener la concentración esperada en la muestra. Si las soluciones están muy diluídas ( 5 a 30  $\mu\text{g./ml.}$  )

son adecuadas para períodos no más largos de 3 días; las soluciones para almacenamiento con concentraciones arriba de 500 µg./ml. se recomiendan para tres meses. Estas últimas soluciones pueden almacenarse y posteriormente diluirse cuando se requiera. Esto evita cambios en las concentraciones (tales como 4 ó 5 % en tres días) que ocurren cuando las soluciones son muy diluídas o se dejan almacenadas.

Cuando han sido preparadas las soluciones estándar y las muestras, se determinan los valores de absorbancia de éstas. Normalmente, los estándares son analizados al principio y al final de una corrida, y periódicamente durante corridas prolongadas. El blanco o disolvente se corre por rutina entre cada muestra o estándar para verificar la estabilidad de la línea base.

El método de determinación de la concentración depende del instrumento usado. Con los instrumentos de lectura directa en absorbancia o concentración, el contador de lectura puede ser calibrado directamente a la lectura en concentración, si las concentraciones de las muestras estándares están dentro del intervalo de la línea de trabajo. La calibración debe hacerse solamente con un reactivo blanco y un estándar superior al final del intervalo de la concentración lineal.

CAPITULO II

PARTE EXPERIMENTAL

II.1. La detección por Absorción Atómica es la cantidad de luz absorbida a la longitud de onda resonante, cuando el haz pasa a través de una nube atómica y conforme se incrementa el número de átomos en el haz de luz, la cantidad que de ésta será absorbida se incrementará en una forma predecible; es decir, se puede efectuar una determinación cuantitativa del analito presente, midiendo la cantidad de luz absorbida, usando fuentes especiales de radiación y seleccionando la longitud de onda específica del elemento individual aún en presencia de otros.

En el modelo 303 de Perkin-Elmer, el cual lee en % de absorción ( %A ), -- las lecturas de cada muestra, estándar y blanco, pueden ser convertidas a absorbancia neta usando la tabla II.1 ( Anexo I ).

Una vez convertidas las lecturas de absorción a unidades de absorbancia neta, se traza una curva de calibración, delineando absorbancia contra concentración como se muestra en la fig. II.1.

Para determinaciones donde las concentraciones de las muestras y las soluciones estándares están dentro del intervalo de la concentración lineal, se usa solamente un estándar y un reactivo blanco, aunque la linealidad de la curva debe ser confrontada periódicamente con estándares intermedios. " La línea de -- trabajo puede cambiar día a día, por lo que debe de ser verificada con cada serie de muestras ".

Si las concentraciones de las muestras y de los estándares caen en el intervalo de trabajo lineal, la concentración del elemento de interés en la solución muestra puede calcularse con la siguiente fórmula:

$$( \mu\text{g./ml.} ) E = \frac{ ( A^* \text{ neta de la M} ) ( \text{Conc. estándar en } \mu\text{g./ml.} )}{A^* \text{ neta del estándar}}$$

Donde:

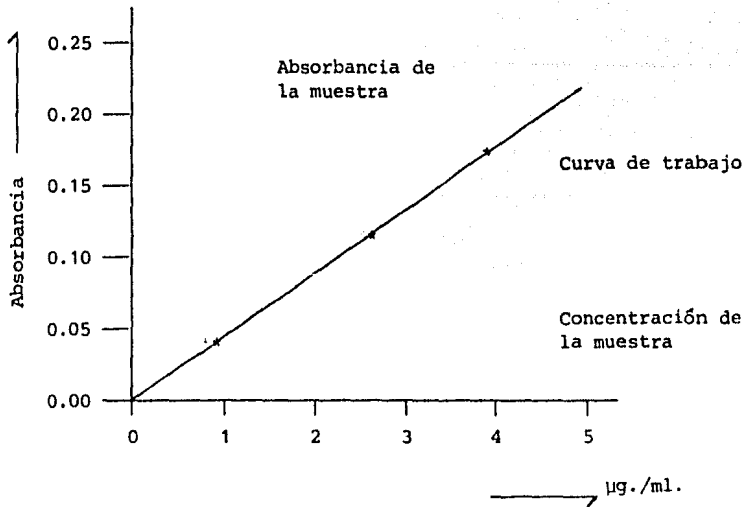
M = Muestra

E = Elemento de interés

A\* = Absorbancia

Conc = Concentración





\* Puntos obtenidos a partir de las soluciones estándar de concentraciones conocidas.

Fig. II.1 Ejemplo de la curva de trabajo. Relacionando la absorbancia con la concentración.

## II.2. Preparación de Estándares y Muestras.

Para los aceites lubricantes así como para los estándares fué utilizado como disolvente el xileno, este disolvente es totalmente compatible con las técnicas de absorción atómica, por tal motivo fué seleccionado para el presente trabajo.

### II.2.1.a) Estándares.

Estándares de calcio<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Estándares. Analytical Standard; for Laboratory use only. CONOSTAN (Metallo-Organic Compound); Conostan Division Continental Oil Company; Ponca City, Oklahoma U.S.A.

Se preparan soluciones de 50 ml. que contengan 0.00, 0.025, 0.50, 1.00, - 2.00, 3.00, 4.00 y 5.00  $\mu\text{g.}/\text{ml}$  de calcio; todas adicionadas con 3.0 ml. de solución de potasio al 1% para eliminar el potencial de ionización.

Estándares de zinc<sup>2</sup>.

Se preparan soluciones de 50 ml. que contengan 0.00, 0.125, 0.250, 0.500 0.750, 1.00, 1.25 y 1.50  $\mu\text{g.}/\text{ml}$ . de zinc.

#### II.2.2. b) Muestras de calcio y zinc de los aceites lubricantes por analizar.

La preparación de las muestras para las lecturas de Ca y Zn en los diferentes tipos de lubricantes, se pueden realizar de las siguientes formas:

1) Pesar cuidadosamente en una balanza analítica 1.0000 g. del tipo de lubricante por analizar. o

2) Medir exactamente al aforo de una pipeta volumétrica de 1.0 ml. del tipo de lubricante por analizar.

Ya sea en una u otra forma, las cantidades medidas, se diluyen las veces necesarias hasta que la elusión esté dentro del intervalo de trabajo lineal de absorción. Quedando cada muestra en función del peso o volumen medido.

En el caso de medir 1.00 ml. la muestra quedará en función del peso específico de la misma.

Para calcio se peso 1.0000 g. de cada tipo de lubricante y para zinc se midió 1.00 ml.

II.3. Para la determinación de calcio las muestras de aceite lubricante fueron tomadas al azar de la bodega de productos terminados de la terminal de especialidades de Petróleos Mexicanos, y se diluyeron de la siguiente forma:

Muestras	PEMEX SOL	S.A.E.	10w, 20w, 30, 40 y 50	dilución	1: 400
Muestras	PEMEX DIS	S.A.E.	10w, 20w, 30, 40 y 50	dilución	1:1200
Muestras	PEMEX DEX	S.A.E.	10w, 20, 30, 40 y 50	dilución	1:1300
Muestras	PEMEX LUB	S.A.E.	10w/40	dilución	1:1000

<sup>2</sup> IDEM hoja - -

En la determinación de zinc, las soluciones de los aceites lubricantes fueron:

Muestras PEMEX SOL S.A.E. 10w,20w,30,40 y 50 dilución 1: 500  
Muestras PEMEX DIS S.A.E. 10w,20w,30,40 y 50 dilución 1: 500  
Muestras PEMEX DEX S.A.E. 10w,20 ,30,40 y 50 dilución 1:1300  
Muestras PEMEX LUB S.A.E. 10w/40 dilución 1:1000

II.4. Con el fin de observar alguna variación en las propiedades de viscosidad y poder referirlas directamente con el porcentaje de metales que contenga el aceite lubricante, se eligieron arbitrariamente muestras de:

Para determinación de calcio.

PEMEX SOL S.A.E. 10w

PEMEX DIS S.A.E. 20w

PEMEX DEX S.A.E. 30

Para determinación de zinc.

PEMEX SOL S.A.E. 20w

PEMEX DIS S.A.E. 30

PEMEX DEX S.A.E. 40

Las citadas muestras fueron preparadas con diferentes porcentajes de aditivos de la siguiente manera:

Con 0.3% menos de la cantidad requerida

Con 0.2% menos de la cantidad requerida

Con 0.1% menos de la cantidad requerida

Con la cantidad requerida en las especificaciones ( 0.0% ).

Con 0.1% más de la cantidad requerida

Con 0.2% más de la cantidad requerida

Con 0.3% más de la cantidad requerida

Utilizándose el aditivo "A" para las muestras de PEMEX SOL el aditivo "B" para las muestras de PEMEX DIS y el aditivo "C" para las muestras de PEMEX DEX.

Las diluciones empleadas en éstas últimas muestras, son las mismas que se utilizaron para las muestras normales.

Una vez preparadas los estándares y las muestras, se procedió a correr en primera instancia las soluciones con concentraciones conocidas, para --

poer trazar curvas de valoración y posteriormente las diluciones desconocidas.

II.5. Las ventajas del uso de la absorción atómica para el análisis de metales en aceites lubricantes supera en mucho a los métodos tradicionales, y éstas son:

- a) Fácil preparación de las muestras.
- b) Respuesta inmediata.
- c) Repetibilidad.

a) La preparación de las muestras para su estudio es un proceso muy sencillo ( en este caso ), el cual consiste en diluir los aceites en cuestión en el disolvente adecuado. Como disolvente para aceites lubricantes, se usa el xileno, que resulta totalmente compatible con las técnicas de absorción atómica.

b) La rápida obtención de resultados. Una vez preparadas las muestras se corren en el aparato, el cual con anterioridad debió de haber sido ajustado, de acuerdo con las condiciones de operación dadas en el manual técnico del aparato para el elemento en turno. La corrida de la muestra no tardará más de dos minutos siendo más que suficientes de 2 a 3 ml. de muestra preparada, para obtener los resultados requeridos.

c) La exactitud de los resultados. Este método proporciona un coeficiente de variación de 0.5 a 2% con un intervalo óptimo de trabajo de 01 a 1.5  $\mu\text{g./ml.}$  para el zinc y de 0.5 a 5.0  $\mu\text{g./ml.}$  para calcio.

Ajuste del aparato.

Fue usado un espectrofotómetro de absorción atómica modelo "303 de Perkin Elmer", equipado con un quemador de óxido-nitroso de titanio. Se usaron dos lámparas de elemento simple, una para calcio y otra para zinc, ambas de marca "INTENSITRON

Todos los puntos referentes al ajuste del aparato, son de suma importancia, ya que cada uno contribuye al resultado final, estos puntos son:

- a) Alineación de la lámpara
- b) Ajuste de la longitud de onda.
- c) Ajuste de succión de la muestra.
- d) Ajuste del cero.

II.6. Condiciones de operación para Ca en el modelo 303 de Perkin-Elmer.

Longitud de onda.-  $4227 \overset{\circ}{\text{Å}}$  ( en el aparato 211) región visible.

Abertura ( Slit ).- ( 1 mm.,  $13 \overset{\circ}{\text{Å}}$  ).

Fuente de cátodo hueco.- Corriente, use la indicada en la lámpara.

Combustible.- acetileno, flujo<sup>1</sup>, 9.0 .

Oxidante.- aire, flujo<sup>2</sup>, 7.5 .

II.7. Condiciones de operación para Zn en el modelo 303 de Perkin-Elmer.

Longitud de onda.-  $2138 \overset{\circ}{\text{Å}}$  ( en el aparato 214 ) rango ultravioleta (uv).

Abertura ( Slit ).- ( 3 mm.,  $20 \overset{\circ}{\text{Å}}$  ).

Fuente de cátodo hueco.- Corriente, use la indicada en la lámpara.

Combustible.- acetileno, flujo<sup>1</sup>, 9.0 .

Oxidante.- aire, flujo<sup>2</sup>, 7.5 .

#### II.8 Lectura de Estándares.

Una vez preparados los estándares de calcio así como los de zinc, se procedió a leer sus porcentajes de absorción respectivos en el Espectrofotómetro, posteriormente se transforman mediante la tabla II.1. ( ver Anexo I ) a unidades de absorbancia. Mediante la recopilación de todos los datos se construyeron las tablas II.2.y II.3.

#### NOTA:

Los datos recopilados en este trabajo resultan del promedio de 5 lecturas para cada muestra.

<sup>1</sup> Para los medidores de flujo que tienen dos flotadores ( bolas ), el flujo es indicado por la parte superior de la bola de plástico cuando el oxidante es aire.

<sup>2</sup> El flujo del oxidante es la suma de los dos flujos, el del nebulizador y el del orificio auxiliar.

Tabla II.2. Lectura de estándares de calcio

Concentración en g/l.	% Absorción ( % A )	Unidades de Absorbancia ( A* )
0.000	00.00	0.0000
0.250	03.80	0.0168
0.500	07.50	0.0339
1.000	13.80	0.0645
2.000	25.80	0.1269
3.000	36.80	0.1993
4.000	45.70	0.2652
5.000	52.70	0.3251

Tabla II.3. Lectura de estándares de zinc

Concentración en g/ml.	% Absorción ( % A )	Unidades de Absorbancia ( A* )
0.000	00.00	0.0000
0.125	07.40	0.0334
0.250	14.90	0.0701
0.500	25.60	0.1284
0.750	36.50	0.1972
1.000	45.10	0.2604
1.250	51.10	0.3107
1.500	58.30	0.3799

NOTA: Para obtener una concentración de 0.0000 g/ml. tanto de calcio como de zinc se utiliza el disolvente matriz ( xileno ).

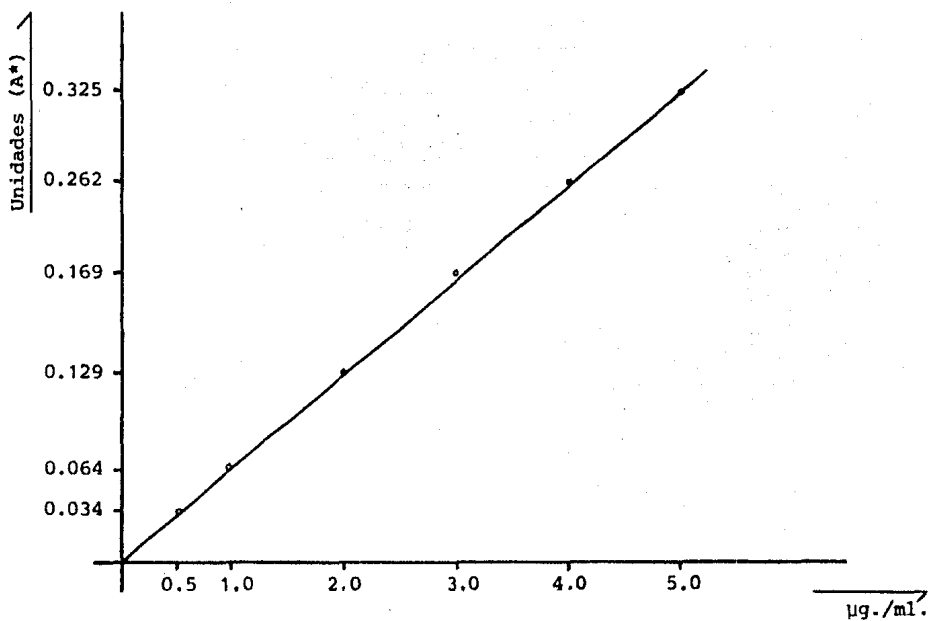
#### II.9. Construcción de Gráficas.

Las tablas anteriores son de suma importancia, ya que éstas son la base para la construcción respectiva de las gráficas de valoración de calcio y zinc, las cuales se presentan a continuación ( ver página 25 ).

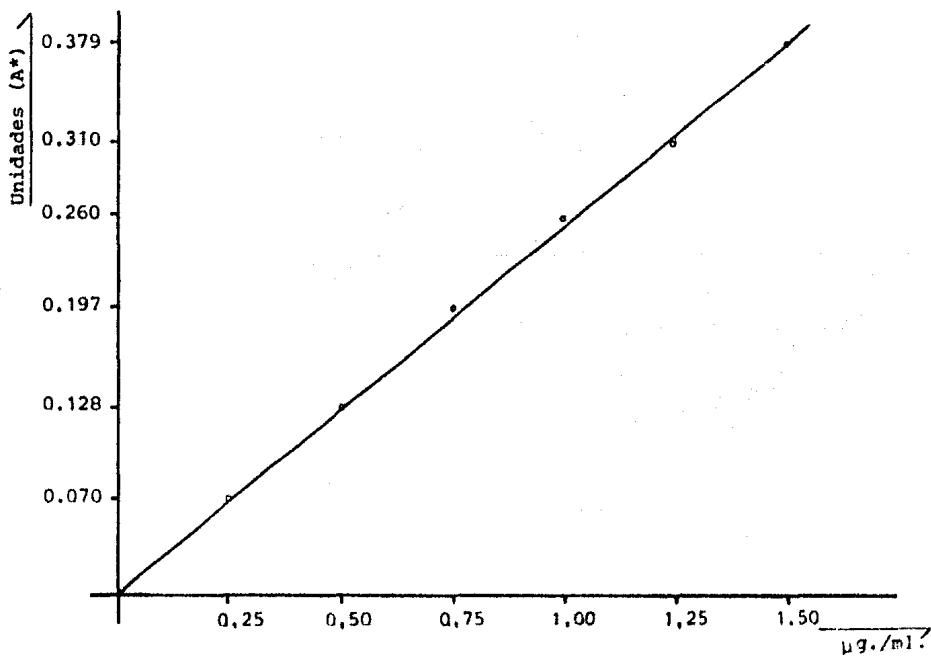
Las gráficas II.1. y II.2. son respectivamente para la valoración de calcio y de zinc.

#### II.10. Lectura de muestras.

Como se hace notar en el punto tocante a muestras de calcio y zinc de este capítulo, cada serie de muestras por analizar se prepararon por dilución, se leyeron en el aparato y los porcentajes de absorción obtenidos se transformaron en unidades de absorbancia (A\*), como se muestra a continua-



Gráfica II.1. Para valoración de calcio.



Gráfica II.2. Para valoración de zinc.

ción en las siguientes tablas.

II.10.1. Lecturas de calcio para las muestras de PEMEX SOL S.A.E.

Tabla II.4.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W	1:400	30.40	0.1574
20W	1:400	29.10	0.1494
30	1:400	31.30	0.1630
40	1:400	28.70	0.1469
50	1:400	29.60	0.1524

II.10.2. Lecturas de calcio para las muestras de PEMEX DIS S.A.E.

Tabla II.5.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W	1:1200	34.30	0.1824
20W	1:1200	33.00	0.1739
30	1:1200	33.70	0.1785
40	1:1200	34.60	0.1844
50	1:1200	33.30	0.1759

II.10.3. Lecturas de calcio para las muestras PEMEX DEX S.A.E.

Tabla II.6.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W	1:1300	39.70	0.2197
20	1:1300	40.90	0.2284
30	1:1300	40.20	0.2233
40	1:1300	39.60	0.2190
50	1:1300	40.00	0.2218

II.10.4 Lectura de calcio para la muestra de PEMEX LUB S.A.E.

Tabla II.7

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W/40	1:1000	39.60	0.2190



II.10.5. Lecturas de calcio para las muestras modificadas de PEMEX SOL  
S.A.E. 10W

Tabla II.8.

% de Aditivo Modificado	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
-0.3	1:400	23.30	0.1152
-0.2	1:400	25.90	0.1296
-0.1	1:400	28.10	0.1433
0.0	1:400	30.40	0.1574
+0.1	1:400	32.70	0.1720
+0.2	1:400	34.90	0.1864
+0.3	1:400	37.00	0.2007

II.10.6. Lecturas de calcio para las muestras modificadas de PEMEX DIS  
S.A.E. 20 W.

Tabla II.9.

% de Aditivo Modificado	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
-0.3	1:1200	25.90	0.1302
-0.2	1:1200	28.70	0.1469
-0.1	1:1200	30.80	0.1599
0.0	1:1200	33.00	0.1739
+0.1	1:1200	35.30	0.1891
+0.2	1:1200	37.10	0.2013
+0.3	1:1200	39.50	0.2182

II.10.7. Lecturas de calcio para las muestras modificadas de PEMEX DEX  
S.A.E. 30

Tabla II.10.

% de Aditivo Modificado	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
-0.3	1:1300	34.10	0.1811
-0.2	1:1300	36.20	0.1952
-0.1	1:1300	38.00	0.2076
0.0	1:1300	40.20	0.2233
+0.1	1:1300	42.20	0.2381
+0.2	1:1300	44.10	0.2526
+0.3	1:1300	46.10	0.2684

II.10.8. Lecturas de zinc para las muestras de PEMEX SOL S.A.E.

Tabla II.11.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W	1:500	44.80	0.2581
20W	1:500	45.70	0.2652
30	1:500	46.70	0.2733
40	1:500	45.10	0.2604
50	1:500	46.30	0.2700

II.10.9 Lecturas de zinc para las muestras de PEMEX DIS S.A.E.

Tabla II.12.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W	1:500	45.20	0.2612
20W	1:500	45.10	0.2604
30	1:500	46.10	0.2684
40	1:500	46.30	0.2700
50	1:500	47.60	0.2807

II.10.10 Lecturas de zinc para las muestras de PEMEX DEX S.A.E.

Tabla II.13.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W	1:800	40.30	0.2240
20	1:800	41.80	0.2351
30	1:800	41.50	0.2328
40	1:800	41.20	0.2306
50	1:800	41.00	0.2291

II.10.11. Lectura de zinc para las muestras de PEMEX LUB S.A.E.

Tabla II.14.

Tipo	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
10W/40	1:1000	47.50	0.2798

II.10.12. Lecturas de zinc para las muestras modificadas de PEMEX SOL S.A.E. 20W

Tabla II.15.

% de Aditivo Modificado	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
-0.3	1:500	43.10	0.2449
-0.2	1:500	44.00	0.2518
-0.1	1:500	44.90	0.2588
0.0	1:500	45.70	0.2652
+0.1	1:500	46.60	0.2725
+0.2	1:500	47.60	0.2807
+0.3	1:500	48.30	0.2865

II.10.13. Lecturas de zinc para las muestras modificadas de PEMEX DIS S.A.E. 30

Tabla II.16.

% de Aditivo Modificado	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
-0.3	1:500	43.40	0.2472
-0.2	1:500	44.20	0.2534
-0.1	1:500	45.10	0.2604
0.0	1:500	46.10	0.2684
+0.1	1:500	47.00	0.2757
+0.2	1:500	47.90	0.2832
+0.3	1:500	48.70	0.2899

II.10.14 Lecturas de zinc para las muestras modificadas de PEMEX DEX S.A.E. 40

Tabla II.17.

% de Aditivo Modificado	Dilución	% Absorción	Unidades (A*)
-0.3	1:800	38.20	0.2090
-0.2	1:800	39.20	0.2161
-0.1	1:800	40.10	0.2226
0.0	1:800	41.20	0.2306
+0.1	1:800	42.20	0.2381
+0.2	1:800	43.10	0.2432
+0.3	1:800	48.70	0.2899

A las muestras preparadas con diferentes cantidades de aditivos, se les corrieron pruebas de viscosidad cinemática en centistokes (cSt) a 37.8 y 98.9°C. obteniéndose una serie de datos, los cuales se encuentran

tabulados en las tablas II.18. a la II.23.

II.10.15. Aceite lubricante modificado PEMEX SOL S.A.E. 10W

Tabla II.18.

% de Aditivo Modificado	Viscosidad en cSt a 37.8°C.	Viscosidad en cSt a 98.9°C.
-0.3	37.25	5.42
-0.2	37.65	5.73
-0.1	38.05	5.74
0.0	38.55	6.05
+0.1	38.95	6.35
+0.2	39.45	6.96
+0.3	40.00	7.27

II.10.16. Aceite lubricante modificado PEMEX SOL S.A.E. 20W

Tabla II.19.

% de Aditivo Modificado	Viscosidad en cSt a 37.8°C.	Viscosidad en cSt a 98.9°C.
-0.3	69.8	7.88
-0.2	70.0	8.21
-0.1	70.4	8.60
0.0	70.5	8.86
+0.1	70.5	9.18
+0.2	70.9	9.45
+0.3	71.0	9.82

II.10.17. Aceite lubricante modificado PEMEX DIS S.A.E. 20W

Tabla II.20.

% de Aditivo Modificado	Viscosidad en cSt a 37.8°C.	Viscosidad en cSt a 98.9°C.
-0.3	75.4	8.33
-0.2	76.1	8.48
-0.1	76.3	8.65
0.0	76.4	8.77
+0.1	76.5	8.92
+0.2	76.6	9.48
+0.3	76.7	9.86

II.10.18. Aceite lubricante modificado PEMEX DIS S.A.E. 30

Tabla II.21.

% de Aditivo Modificado	Viscosidad en cSt a 37.8°C.	Viscosidad en cSt a 98.9°C.
-0.3	124.0	11.66
-0.2	124.2	12.00
-0.1	125.0	12.18
0.0	125.2	12.42
+0.1	125.2	12.56
+0.2	125.4	12.86
+0.3	125.8	13.08

II.10.19. Aceite lubricante modificado PEMEX DEX S.A.E. 30

Tabla II.22.

% de Aditivo Modificado	Viscosidad en cSt a 37.8°C.	Viscosidad en cSt a 98.9°C.
-0.3	118.2	11.80
-0.2	118.6	12.10
-0.1	119.4	12.32
0.0	119.4	12.54
+0.1	119.6	12.62
+0.2	119.8	12.82
+0.3	119.8	13.06

II.10.20 Aceite lubricante modificado PEMEX DEX S.A.E. 40

Tabla II.23.

% de Aditivo Modificado	Viscosidad en cSt a 37.8°C.	Viscosidad en cSt a 98.9°C.
-0.3	172.0	15.42
-0.2	172.4	15.66
-0.1	173.2	15.98
0.0	173.2	16.28
+0.1	173.2	17.54
+0.2	173.6	16.86
+0.3	173.6	17.08

### CAPITULO III

### RESULTADOS Y DISCUSION

### III.1. Resultados

Un número de muestras de aceites lubricantes, otro de estándares y uno de aceites lubricantes modificados en cuanto a su porcentaje de aditivos, - fueron analizados por el procedimiento de absorción atómica, el cual involucra la comparación directa de los aceites con las concentraciones conocidas de los estándares. Observándose un intervalo óptimo de trabajo entre 2.09 y 3.50 g/ml. para el calcio y entre 0.85 y 1.05 µg./ml. para el zinc.

Para conocer la cantidad exacta de metal contenido en las muestras, es necesario transformar los datos de absorbancia enlistados en las tablas de lecturas de muestras del Capítulo II a µg./ml. Por medio de las gráficas de valoración del capítulo anterior y con ayuda de la siguiente ecuación:

$$\% M = \frac{(\mu\text{g./ml.})_a (\text{Dilución})_a \times 100}{\text{Muestra en g./ml.}} \quad \text{Ec. III.1.}$$

Donde:

%M= Por ciento del metal en cuestión

(µg./ml.)<sub>a</sub>= Microgramos por mililitro del analito en cuestión

(Dilución)<sub>a</sub>= Las veces que fué diluída la muestra por analizar

Se obtienen los siguientes resultados, los cuales son tabulados a continuación:

#### III.1.1. Cantidad en µg./ml. y % de calcio en las muestras PEMEX SOL S.A.E.

Tabla III.1.

Tipo	µg./ml.	% de Metal
10W	2.3740	94.960 x 10 <sup>-3</sup>
20W	2.2533	90.132 x "
30	2.4585	98.340 x "
40	2.2156	88.624 x "
50	2.2986	91.944 x "

III.1.2. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de calcio en las muestras de PEMEX DIS S.A.E.

Tabla III.2.

Tipo	$\mu\text{g./ml.}$	% de Metal
10W	2.7511	$330.132 \times 10^{-3}$
20W	2.6229	$314.748 \times "$
30	2.6923	$323.076 \times "$
40	2.7812	$333.744 \times "$
50	2.6530	$318.360 \times "$

III.1.3. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de calcio en las muestras de PEMEX DEX S.A.E.

Tabla III.3.

Tipo	$\mu\text{g./ml.}$	% de Metal
10W	3.3137	$430.781 \times 10^{-3}$
20	3.4449	$447.837 \times "$
30	3.3680	$437.840 \times "$
40	3.3031	$429.403 \times "$
50	3.3453	$434.889 \times "$

III.1.4. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de calcio en las muestras de PEMEX LUB S.A.E.

Tabla III.4.

Tipo	$\text{g./ml.}$	% de Metal
10W	3.3031	$396.372 \times 10^{-3}$

III.1.5. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de calcio en las muestras modificadas de PEMEX SOL S.A.E. 10W

Tabla III.5.

% de Aditivo Modificado	$\mu\text{g./ml.}$	% de Ca
-0.3	1.7375	$69.500 \times 10^{-3}$
-0.2	1.9547	$78.188 \times "$
-0.1	2.1613	$86.452 \times "$
0.0	2.3740	$96.960 \times "$
+0.1	2.5942	$103.768 \times "$
+0.2	2.8114	$112.456 \times "$
+0.3	3.0271	$121.084 \times "$



III.1.6. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de calcio en las muestras modificadas de PEMEX DIS S.A.E. 20W

Tabla III.6.

% de Aditivo Modificado	$\mu\text{g./ml.}$	% de Ca
-0.3	1.9638	235.656 x $10^{-3}$
-0.2	2.2156	265.872 x "
-0.1	2.4117	289.404 x "
0.0	2.6229	314.748 x "
+0.1	2.8521	342.252 x "
+0.2	3.0361	364.332 x "
+0.1	3.2911	394.932 x "

III.1.7. Cantidad  $\mu\text{g./ml.}$  y % de calcio en las muestras modificadas de PEMEX DEX S.A.E. 30

Tabla III.7.

% de Aditivo Modificado	$\mu\text{g./ml.}$	% de Ca
-0.3	2.7315	355.095 x $10^{-3}$
-0.2	2.9441	382.733 x "
-0.1	3.1312	407.056 x "
0.0	3.3680	437.840 x "
+0.1	3.5912	466.856 x "
+0.2	3.8099	495.287 x "
+0.3	4.0482	526.266 x "

III.1.8. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de zinc en las muestras de PEMEX SOL S.A.E.

Tabla III.8.

Tipo	$\mu\text{g./ml.}$	% de Metal
10W	0.9911	56.634 x $10^{-3}$
20W	1.0184	57.863 x "
30	1.0495	59.293 x "
40	1.0000	56.369 x "
50	1.0368	58.378 x "

III.1.9. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de zinc en las muestras de PEMEX DIS S.A.E.

Tabla III.9.

Tipo	$\mu\text{g./ml.}$	% de Metal
10W	1.0030	$57.511 \times 10^{-3}$
20W	1.0000	$56.818 \times "$
30	1.0307	$58.100 \times "$
40	1.0368	$58.244 \times "$
50	1.0779	$60.083 \times "$

III.1.10. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de zinc en las muestras de PEMEX DEX S.A.E.

Tabla III.10.

Tipo	$\mu\text{g./ml.}$	% de Metal
10W	0.8662	$78.022 \times 10^{-3}$
20	0.9028	$81.333 \times "$
30	0.8940	$80.449 \times "$
40	0.8855	$79.328 \times "$
50	0.8798	$78.729 \times "$

III.1.11. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de zinc en las muestras de PEMEX LUB S.A.E.

Tabla III.11.

Tipo	$\mu\text{g./ml.}$	% de Metal
10W/40	1.0745	$120.866 \times 10^{-3}$

III.1.12. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de zinc en las muestras modificadas de PEMEX SOL S.A.E. 20W.

Tabla III.12.

% de Aditivo Modificado	$\mu\text{g./ml.}$	% de Zn
-0.3	0.9404	$53.431 \times 10^{-3}$
-0.2	0.9669	$54.937 \times "$
-0.1	0.9938	$56.465 \times "$
0.0	1.0184	$57.863 \times "$
+0.1	1.0464	$59.454 \times "$
+0.2	1.0779	$61.244 \times "$
+0.3	1.1002	$62.511 \times "$

III.1.13. Cantidad en  $\mu\text{g./ml}$  y % de zinc en las muestras modificadas de PEMEX DIS S.A.E. 30

Tabla III.13.

% de Aditivo Modificado	$\mu\text{g./ml.}$	% de Zn
-0.3	0.9493	53.511 x $10^{-3}$
-0.2	0.9731	54.853 x "
-0.1	1.0000	56.369 x "
0.0	1.0307	58.100 x "
+0.1	1.0587	59.678 x "
+0.2	1.0875	61.302 x "
+0.3	1.1132	62.750 x "

III.1.14. Cantidad en  $\mu\text{g./ml.}$  y % de zinc en las muestras modificadas de PEMEX DEX S.A.E. 40

Tabla III.14.

% de Aditivo Modificado	$\mu\text{g./ml.}$	% de Zn
-0.3	0.8026	71.901 x $10^{-3}$
-0.2	0.8298	74.338 x "
-0.1	0.8548	76.557 x "
0.0	0.8865	79.328 x "
+0.1	0.9143	81.908 x "
+0.2	0.9404	84.246 x "
+0.3	0.9669	86.620 x "

III.2. Obtención del índice de viscosidad para los aceites modificados.

Las muestras de aceites lubricantes modificados en cuanto a su porcentaje de aditivos, también fueron analizadas en lo tocante a viscosidades en cSt. a 37.8 y 98.9°C. ( ver Capítulo II, tablas de la II.18 a la II.23 ). Los citados resultados son de suma importancia para conocer el índice de -- viscosidad ( I.V. ) de cada muestra, el cual se obtiene por medio de ta-- blas de conversión. <sup>1,2</sup> Los cuales se presentan en las siguientes tablas:

<sup>1</sup> A.S.T.M. Standards; Part 24 pps. 202-223; EASTON, Md U.S.A.

<sup>2</sup> A.S.T.M. Viscosity Index Calculated from Kinematic Viscosity, June 1979; Baltimore U.S.A.

III.2.1. Indice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX  
SOL S.A.E. 10W

Tabla III.15.

% de Aditivo Modificado	I.V.
-0.3	84.0
-0.2	101.0
-0.1	100.0
0.0	112.0
+0.1	122.0
+0.2	138.0
+0.3	141.0

III.2.2. Indice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX  
SOL S.A.E. 20W

Tabla III.16.

% de Aditivo Modificado	I.V.
-0.3	83.0
-0.2	93.0
-0.1	102.0
0.0	107.0
+0.1	113.0
+0.2	117.0
+0.3	123.0

III.2.3. Indice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX  
DIS S.A.E. 20W

Tabla III.17.

% de Aditivo Modificado	I.V.
-0.3	85.0
-0.2	88.0
-0.1	92.0
0.0	95.0
+0.1	98.0
+0.2	109.0
+0.3	115.0

III.2.4. Índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX  
DIS S.A.E. 30

Tabla III.18.

% de Aditivo Modificado	I.V.
-0.3	88.0
-0.2	93.0
-0.1	95.0
0.0	98.0
+0.1	100.0
+0.2	103.0
+0.3	105.0

III.2.5. Índice de viscosidad para las muestras de PEMEX DEX S.A.E.30

Tabla III.19.

% de Aditivo Modificado	I.V.
-0.3	147.0
-0.2	147.0
-0.1	148.0
0.0	148.0
+0.1	148.0
+0.2	148.0
+0.3	149.0

III.2.6. Índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX  
DEX S.A.E. 40

% de Aditivo Modificado	I.V.
-0.3	98.0
-0.2	100.0
-0.1	102.0
0.0	105.0
+0.1	107.0
+0.2	107.0
+0.3	111.0

Aunando a estos últimos resultados los obtenidos para las muestras modificadas de calcio y zinc en  $\mu\text{g./ml.}$  ( ver tablas III.5 a III.7. y III.12 a III.14. ) conjuntamente con los datos de viscosidad ( ver tablas II.18. a II.27. ) se pueden construir gráficas para comparación directa entre la cantidad de metal contenido en el aceite lubricante y su comportamiento de viscosidad respecto a los cambios de temperatura y los efectos que dichos cambios causan en el índice de viscosidad ( I.V. ), ver gráficas III.1. a III.6 ( pags. 42-47 ).

### III.3. Discusión

De acuerdo con los resultados citados en las tablas III.1 a III.4. y - III.8. a III.11. encontramos coherencia en lo que se refiere a la cantidad de metales que deben contener los diferentes aceites lubricantes fabricados por Petróleos Mexicanos, sí es que éstos se comparan con sus respectivas especificaciones en cuanto a Ca y Zn se refiere. Más en estas tablas, no encontramos algo que relacione a la viscosidad o al índice de viscosidad de los lubricantes, por lo que se tuvo que recurrir a la elaboración de aceites lubricantes con porcentajes de aditivos modificados con respecto a las formulaciones indicadas por Petróleos Mexicanos. En estos aceites que se elaboraron especialmente para este trabajo, podemos hacer las observaciones necesarias, que en los productos "normales" ( los elaborados de acuerdo con la formulación de Petróleos Mexicanos ) no pueden hacerse, como son:

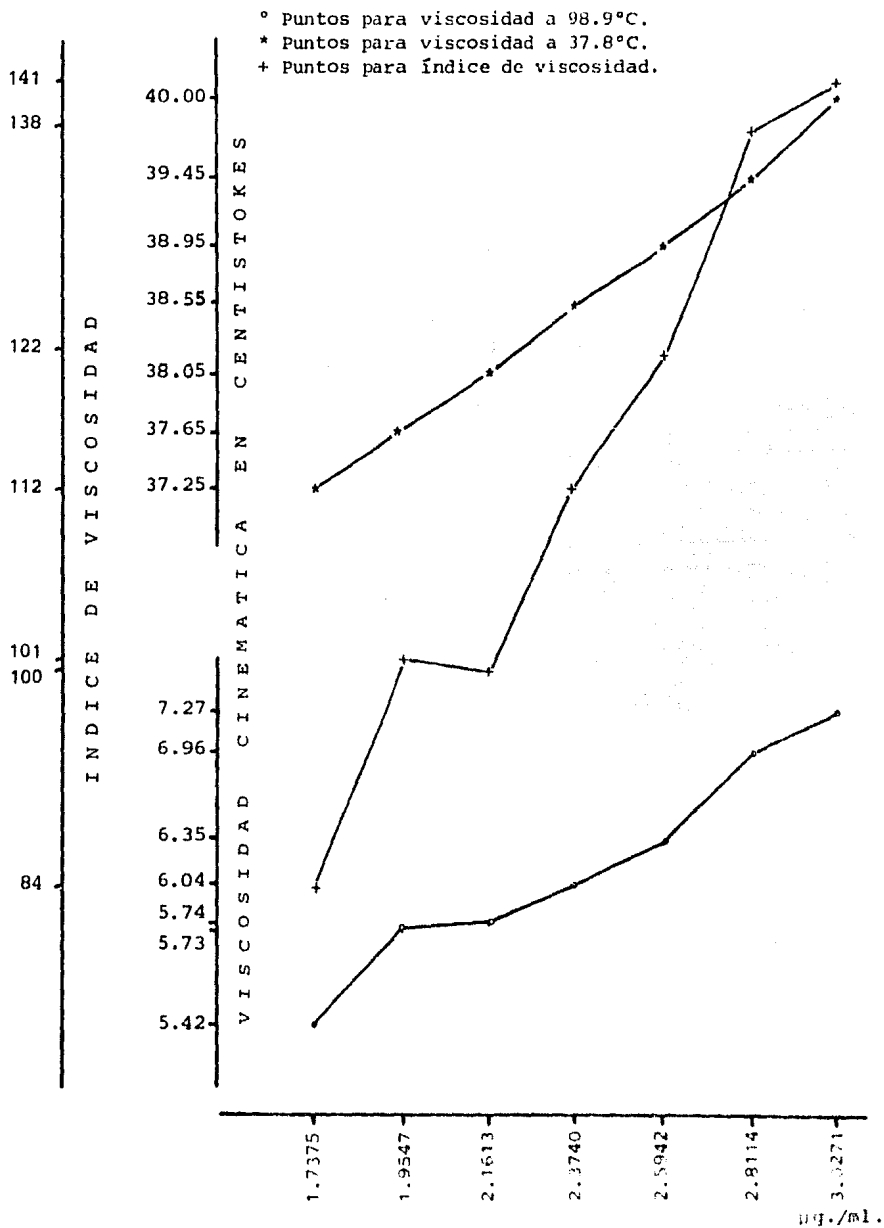
Comparar la cantidad de calcio y zinc contra la viscosidad a 37.8 y - 98.9°C., así como el observar la variación del I.V. con respecto a los mismos metales.

Esta nueva serie de elaboración especial, tiene como referencia al aceite que normalmente elabora Petróleos Mexicanos, la cual tomamos como -- "blanco " indicado en cada serie con un porcentaje de aditivo modificado igual a 0.0 ( ver tablas III.5 a III.7 y III.12. a III.14. ).

En las gráficas III.1. a la III.6., se observa que a pequeñas variaciones en la concentración de aditivo, la cantidad de metal se ve afectada, lo cual repercute en forma importante en la elaboración de los aceites, ya que en las formulaciones para los productos se indica la cantidad de mejorador en por ciento de volúmen. Esto no acarrearía ningún problema sí el --

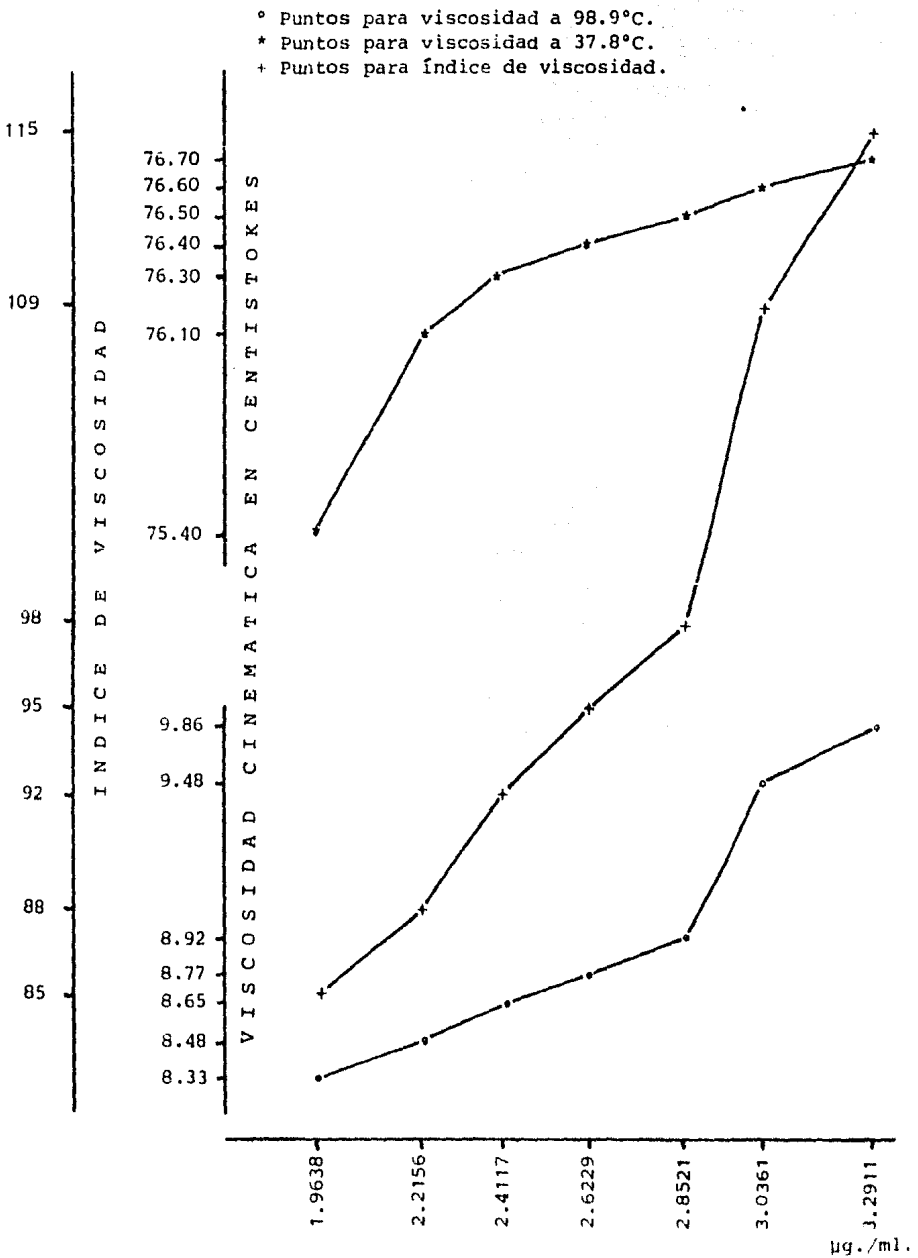
aditivo siempre tuviera la misma concentración de metal, pero la realidad no es así, por lo que es necesario realizar ajustes al producto terminado, para que éste a su vez quede dentro de las especificaciones dictadas por las normas de Petróleos Mexicanos.

En las gráficas mostradas (pags. 42 - 47), se observa con claridad el comportamiento de la viscosidad de los aceites lubricantes modificados, con respecto a los cambios de temperatura que indican las normas (37.8 y 98.9 - °C.), apreciándose un aumento progresivo en la viscosidad conforme aumenta la concentración de los metales. Con respecto al I.V. se comprueba que a mayor cantidad de aditivo, el aceite adquiere mayor cuerpo, lo que implica que el índice de viscosidad aumenta y por lo tanto, el lubricante varía menos con los cambios de temperatura.

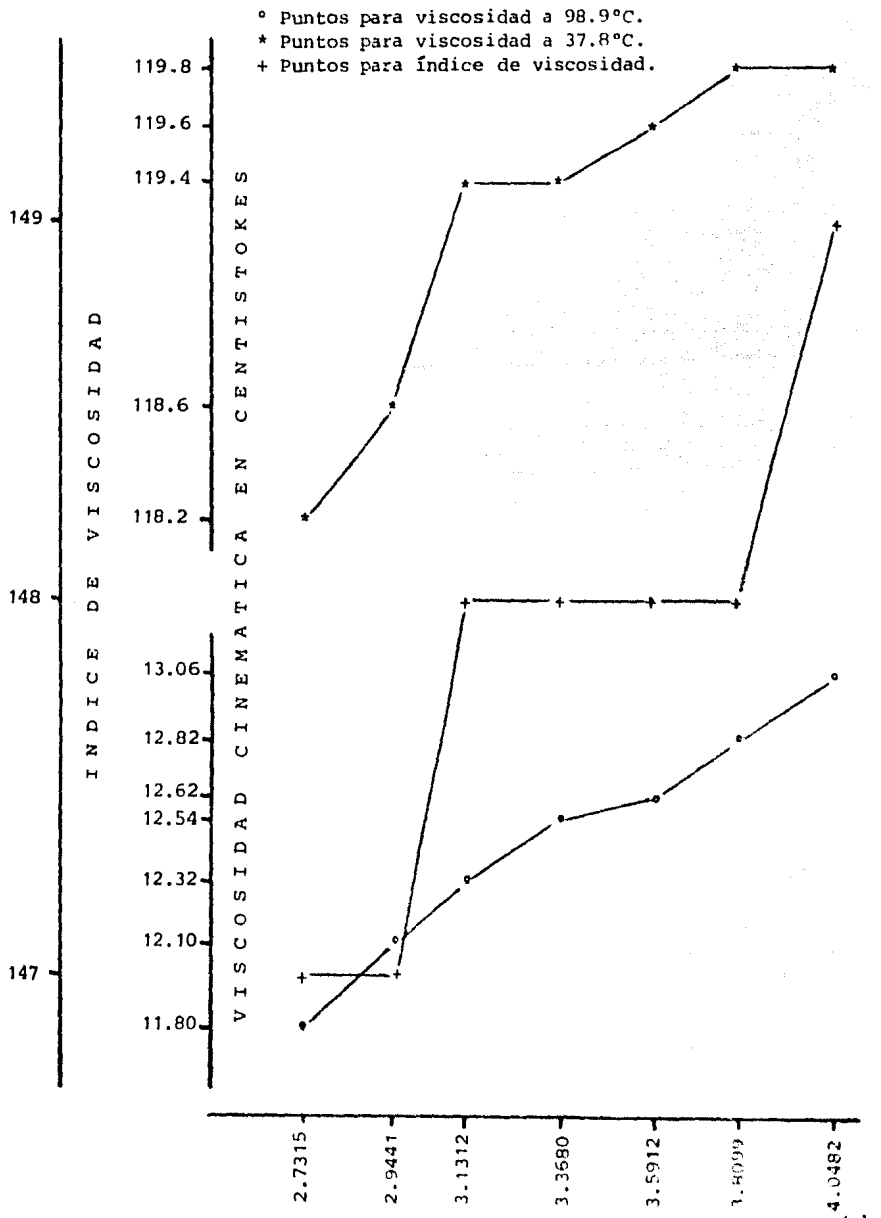


Gráfica III.1.- Relación entre µg./ml. de calcio, viscosidad a 37.8 y 98.9 °C e índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX SOL S.A.E. 10W.

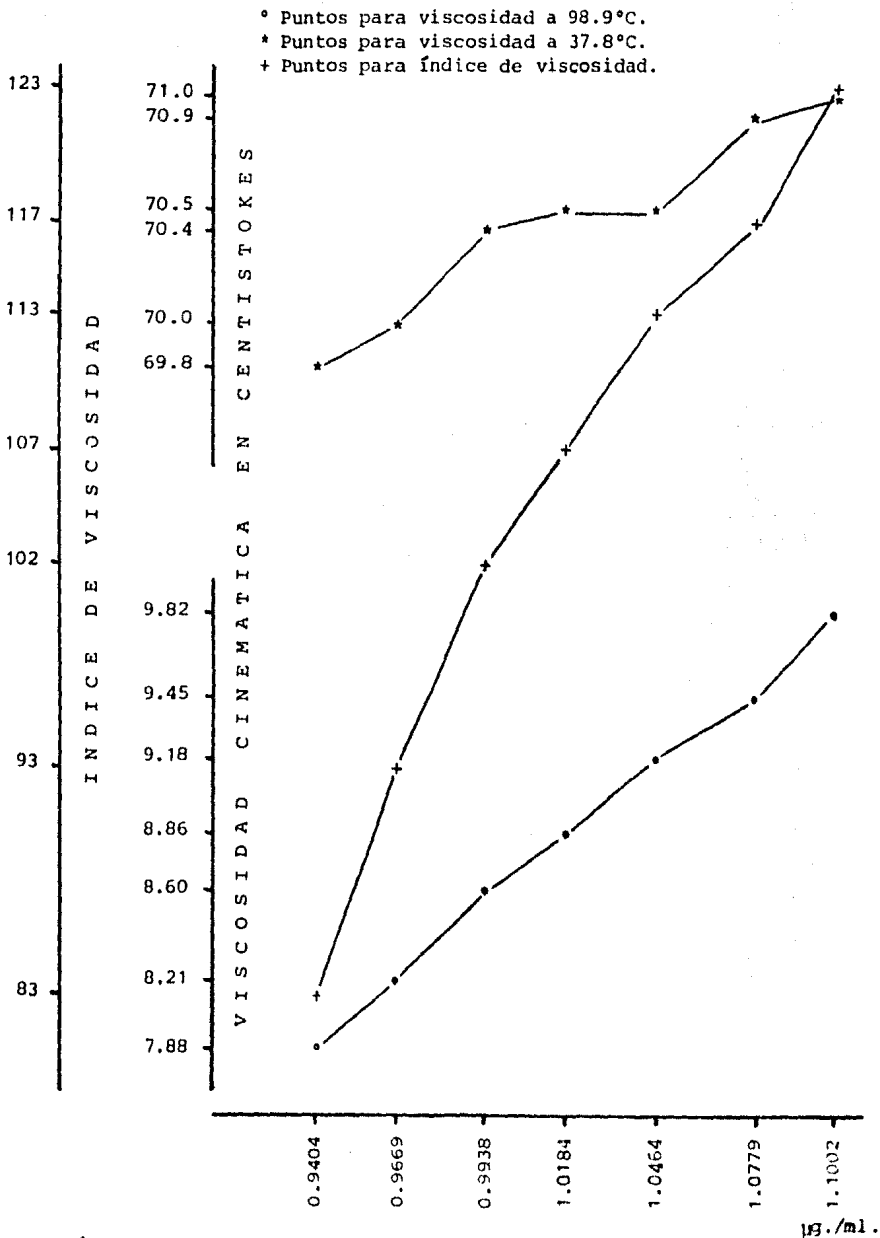




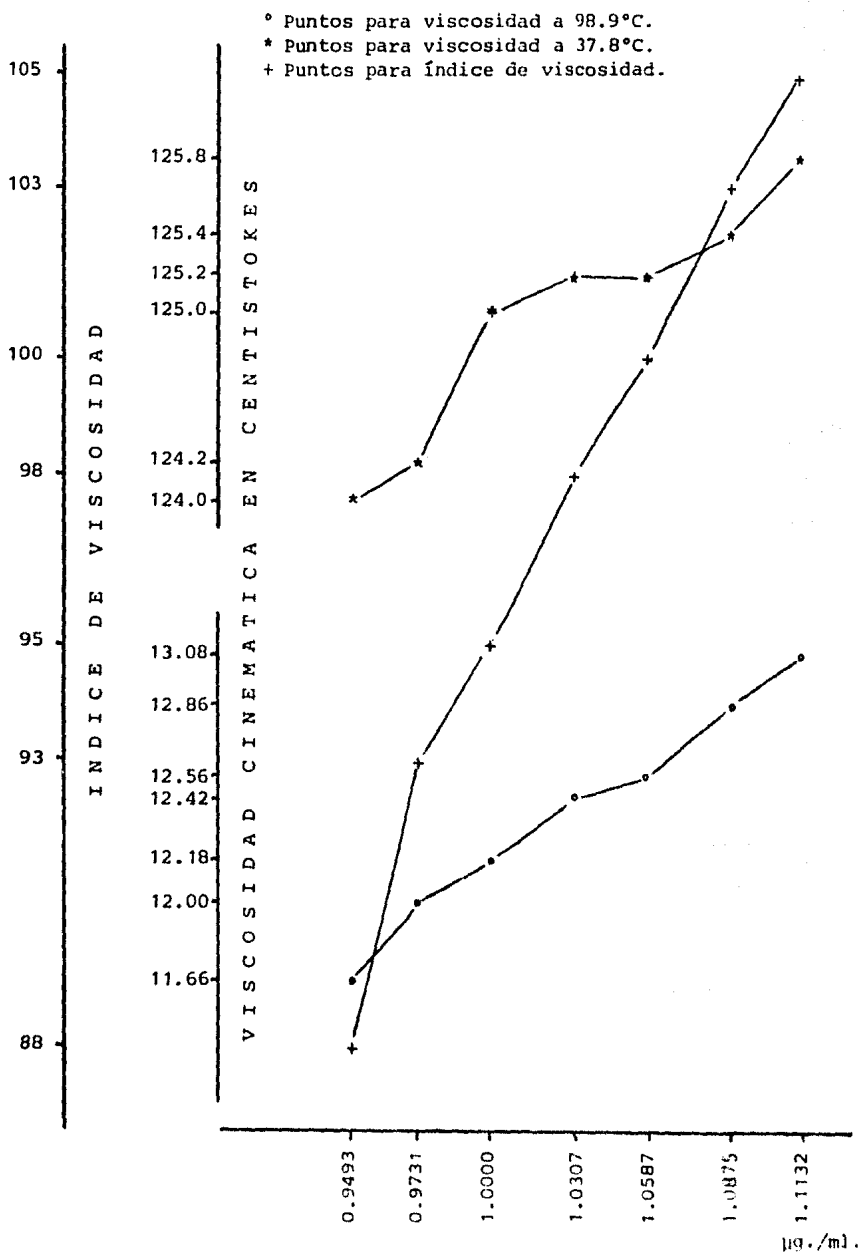
Gráfica III.2.- Relación entre µg./ml. de calcio, viscosidad a 37.8 y 98.9 °C e índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX DIS S.A.E. 20W.



Gráfica III.3.- Relación entre µg./ml. de calcio, viscosidad a 37.8 y 98.9 °C e índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX DEX S.A.E. 30.

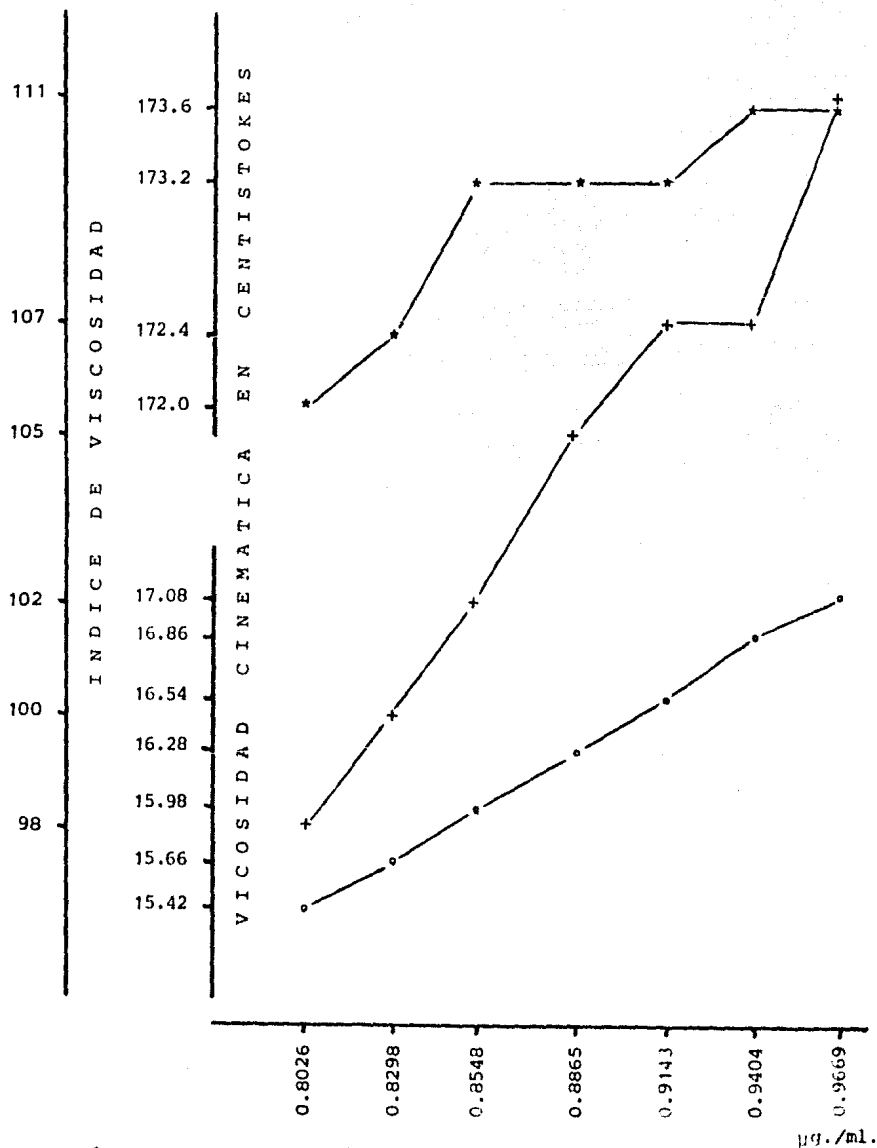


Gráfica III.4.- Relación entre µg./ml. de zinc, viscosidad a 37.8 y 98.9 °C e índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX SOL S.A.E. 20W.



Gráfica III.5.- Relación entre µg./ml. de zinc, viscosidad a 37.8 y 98.9 °C e índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX DIS S.A.E. 30.

- ° Puntos para viscosidad a 98.9°C.
- \* Puntos para viscosidad a 37.8°C.
- + Puntos para índice de viscosidad.



Gráfica III.6.- Relación entre µg./ml. de zinc, viscosidad a 37.8 y 98.9 °C e índice de viscosidad para las muestras modificadas de PEMEX DEX S.A.E. 40.

## Conclusiones.

Se ha determinado la cantidad de calcio y zinc en los aceites automotrices elaborados por Petróleos Mexicanos, así como en una serie de aceites lubricantes preparados con modificaciones en su composición de aditivos, por el método de Absorción Atómica.

Demostrando que pequeñas variaciones en la concentración del aditivo, repercuten notablemente en la cantidad de metal del aceite lubricante y -- por lo tanto en la viscosidad del mismo, así como en su índice de viscosidad. Por lo que se recomienda que antes de proceder a la elaboración de un aceite lubricante, sean analizados no solamente los básicos para la formulación, sino también se corrobore la cantidad de metales en los aditivos que se van a agregar, ya que éstos últimos son adicionados al producto por elaborar, en por ciento en volúmen, y pueden alterar al producto terminado como se ha citado con anterioridad. Con este análisis precedente a la elaboración, se conocerá exactamente la cantidad de metales que contienen los aditivos y de esta manera se podrá determinar la cantidad que hay que agregar a los básicos de formulación para elaborar un producto de excelente calidad, al cual no habrá que hacérsele ajustes de ningún tipo, con lo que la empresa estará ahorrándose tiempos de espera inútiles y contraproducentes.

Con esta recomendación se cumple el objetivo marcado en este trabajo.

A N E X O I

Tabla II.1 Valores de Absorbancia para Porcentajes de Absorción.

Para convertir el porcentaje de absorción (%A) a Absorbancia (A\*), encuentre el por ciento de absorción lo más cercano al dígito entero en la columna del lado izquierdo; busque a través de la columna localizada por debajo de las décimas del porcentaje deseado, y lea el valor de la absorbancia. Por ejemplo, el valor de - absorbancia correspondiente a 26.8 de absorción es de 0.1355.

%A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
0.0	.0000	.0004	.0009	.0013	.0017	.0022	.0026	.0031	.0035	.0039
1.0	.0044	.0048	.0052	.0057	.0061	.0066	.0070	.0074	.0079	.0083
2.0	.0088	.0092	.0097	.0101	.0106	.0110	.0114	.0119	.0123	.0128
3.0	.0132	.0137	.0141	.0146	.0150	.0155	.0159	.0164	.0168	.0173
4.0	.0177	.0182	.0186	.0191	.0195	.0200	.0205	.0209	.0214	.0218
5.0	.0223	.0227	.0232	.0236	.0241	.0246	.0250	.0255	.0259	.0264
6.0	.0269	.0273	.0278	.0283	.0287	.0292	.0297	.0301	.0306	.0311
7.0	.0315	.0320	.0325	.0329	.0334	.0339	.0342	.0348	.0353	.0357
8.0	.0362	.0367	.0372	.0376	.0381	.0386	.0391	.0395	.0400	.0405
9.0	.0410	.0414	.0419	.0424	.0429	.0434	.0438	.0443	.0448	.0453
10.0	.0458	.0462	.0467	.0472	.0477	.0482	.0487	.0491	.0496	.0501
11.0	.0506	.0511	.0516	.0521	.0526	.0531	.0535	.0540	.0545	.0550
12.0	.0555	.0560	.0565	.0570	.0575	.0580	.0585	.0590	.0595	.0600
13.0	.0605	.0610	.0615	.0620	.0625	.0630	.0635	.0640	.0645	.0650
14.0	.0655	.0660	.0665	.0670	.0675	.0680	.0685	.0691	.0696	.0701
15.0	.0706	.0711	.0716	.0721	.0726	.0731	.0737	.0742	.0747	.0752
16.0	.0757	.0762	.0768	.0773	.0778	.0783	.0788	.0794	.0799	.0804
17.0	.0809	.0814	.0820	.0825	.0830	.0835	.0841	.0846	.0851	.0857
18.0	.0862	.0867	.0872	.0878	.0883	.0888	.0894	.0899	.0904	.0910
19.0	.0915	.0921	.0926	.0931	.0937	.0942	.0947	.0953	.0958	.0964
20.0	.0969	.0975	.0980	.0985	.0991	.0996	.1001	.1007	.1013	.1019
21.0	.1024	.1029	.1035	.1040	.1046	.1051	.1057	.1062	.1068	.1073
22.0	.1079	.1085	.1090	.1096	.1101	.1107	.1113	.1118	.1124	.1129
23.0	.1135	.1141	.1146	.1152	.1158	.1163	.1169	.1175	.1180	.1186
24.0	.1192	.1198	.1203	.1209	.1215	.1221	.1226	.1232	.1238	.1244
25.0	.1249	.1255	.1261	.1267	.1273	.1278	.1284	.1290	.1296	.1302
26.0	.1308	.1314	.1319	.1325	.1331	.1337	.1343	.1349	.1355	.1361
27.0	.1367	.1373	.1379	.1385	.1391	.1397	.1403	.1409	.1415	.1421
28.0	.1427	.1433	.1439	.1445	.1451	.1457	.1463	.1469	.1475	.1481
29.0	.1487	.1494	.1500	.1506	.1512	.1518	.1524	.1530	.1537	.1543
30.0	.1549	.1555	.1561	.1568	.1574	.1580	.1586	.1593	.1599	.1605
31.0	.1612	.1618	.1624	.1630	.1637	.1643	.1649	.1656	.1662	.1669
32.0	.1675	.1681	.1688	.1694	.1701	.1707	.1713	.1720	.1726	.1733
33.0	.1739	.1746	.1752	.1759	.1765	.1772	.1778	.1785	.1791	.1798
34.0	.1805	.1811	.1818	.1824	.1831	.1838	.1844	.1851	.1858	.1864
35.0	.1871	.1878	.1884	.1891	.1898	.1904	.1911	.1918	.1925	.1931
36.0	.1938	.1945	.1952	.1959	.1965	.1972	.1979	.1986	.1993	.2000
37.0	.2007	.2013	.2020	.2027	.2034	.2041	.2048	.2055	.2062	.2069
38.0	.2076	.2083	.2090	.2097	.2104	.2111	.2118	.2125	.2132	.2140
39.0	.2147	.2154	.2161	.2168	.2175	.2182	.2190	.2197	.2204	.2211
40.0	.2218	.2226	.2233	.2240	.2248	.2255	.2262	.2269	.2277	.2284
41.0	.2291	.2299	.2306	.2314	.2321	.2328	.2336	.2343	.2351	.2358

.8A	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
42.0	.2366	.2373	.2381	.2388	.2396	.2403	.2411	.2418	.2426	.2434
43.0	.2441	.2449	.2457	.2464	.2472	.2480	.2487	.2495	.2503	.2510
44.0	.2518	.2526	.2534	.2541	.2549	.2557	.2565	.2573	.2581	.2588
45.0	.2596	.2604	.2612	.2620	.2628	.2636	.2644	.2652	.2660	.2668
46.0	.2676	.2684	.2692	.2700	.2708	.2716	.2725	.2733	.2741	.2749
47.0	.2757	.2765	.2774	.2782	.2790	.2798	.2807	.2815	.2823	.2832
48.0	.2840	.2848	.2857	.2865	.2874	.2882	.2890	.2899	.2907	.2916
49.0	.2933	.2941	.2950	.2958	.2958	.2967	.2976	.2984	.2993	.3002
50.0	.3010	.3019	.3028	.3036	.3045	.3054	.3063	.3072	.3080	.3089
51.0	.3098	.3107	.3116	.3125	.3134	.3143	.3152	.3161	.3170	.3179
52.0	.3188	.3197	.3206	.3215	.3224	.3233	.3242	.3251	.3261	.3270
53.0	.3279	.3288	.3298	.3307	.3316	.3325	.3335	.3344	.3354	.3363
54.0	.3372	.3382	.3391	.3401	.3410	.3420	.3429	.3439	.3449	.3458
55.0	.3468	.3478	.3487	.3497	.3507	.3516	.3526	.3536	.3546	.3556
56.0	.3565	.3575	.3585	.3595	.3605	.3615	.3625	.3635	.3645	.3655
57.0	.3665	.3675	.3686	.3696	.3706	.3716	.3726	.3737	.3747	.3757
58.0	.3768	.3778	.3788	.3799	.3809	.3820	.3830	.3840	.3851	.3862
59.0	.3872	.3883	.3893	.3904	.3915	.3925	.3936	.3947	.3958	.3969
60.0	.3979	.3990	.4001	.4012	.4023	.4034	.4045	.4056	.4067	.4078
61.0	.4089	.4101	.4112	.4123	.4134	.4145	.4157	.4168	.4179	.4191
62.0	.4202	.4214	.4225	.4237	.4248	.4260	.4271	.4283	.4295	.4306
63.0	.4318	.4330	.4342	.4353	.4365	.4377	.4389	.4401	.4413	.4425
64.0	.4437	.4449	.4461	.4473	.4485	.4498	.4510	.4522	.4535	.4547
65.0	.4559	.4572	.4584	.4597	.4609	.4622	.4634	.4647	.4660	.4672
66.0	.4685	.4698	.4711	.4724	.4737	.4750	.4763	.4776	.4789	.4802
67.0	.4815	.4828	.4841	.4855	.4868	.4881	.4895	.4908	.4921	.4935
68.0	.4948	.4962	.4976	.4989	.5003	.5017	.5031	.5045	.5058	.5072
69.0	.5086	.5100	.5114	.5129	.5143	.5157	.5171	.5186	.5200	.5214
70.0	.5229	.5243	.5258	.5272	.5287	.5302	.5317	.5331	.5346	.5361
71.0	.5376	.5391	.5406	.5421	.5436	.5452	.5467	.5482	.5498	.5513
72.0	.5528	.5544	.5560	.5575	.5591	.5607	.5622	.5638	.5654	.5670
73.0	.5686	.5702	.5719	.5735	.5751	.5768	.5784	.5800	.5817	.5834
74.0	.5850	.5867	.5884	.5901	.5918	.5935	.5952	.5969	.5986	.6003
75.0	.6021	.6038	.6055	.6073	.6091	.6108	.6126	.6144	.6162	.6180
76.0	.6198	.6216	.6234	.6253	.6271	.6289	.6308	.6326	.6345	.6364
77.0	.6383	.6402	.6421	.6440	.6459	.6478	.6498	.6517	.6536	.6556
78.0	.6576	.6596	.6615	.6635	.6655	.6676	.6696	.6716	.6737	.6757
79.0	.6778	.6799	.6819	.6840	.6861	.6882	.6904	.6925	.6946	.6968
80.0	.6990	.7011	.7033	.7055	.7077	.7100	.7122	.7144	.7167	.7190
81.0	.7212	.7235	.7258	.7282	.7305	.7328	.7352	.7375	.7399	.7423
82.0	.7447	.7471	.7496	.7520	.7545	.7570	.7595	.7620	.7645	.7670
83.0	.7696	.7721	.7747	.7773	.7799	.7825	.7852	.7878	.7905	.7932
84.0	.7959	.7986	.8013	.8041	.8069	.8097	.8125	.8153	.8182	.8210
85.0	.8239	.8268	.8297	.8327	.8356	.8386	.8416	.8447	.8477	.8506
86.0	.8539	.8570	.8601	.8633	.8665	.8697	.8729	.8761	.8794	.8827
87.0	.8861	.8894	.8928	.8962	.8996	.9031	.9066	.9101	.9136	.9172
88.0	.9208	.9245	.9281	.9318	.9355	.9393	.9431	.9469	.9508	.9547
89.0	.9586	.9626	.9666	.9706	.9747	.9788	.9830	.9872	.9914	.9957



ANEXO II

ESPECIFICACIONES PARA ACEITES LUBRICANTES P E M E X S O L S . A . E .

	Unidades	10 W		20 W		30	
Apariencia	--	BRILLANTE		BRILLANTE		BRILLANTE	
Color A.S.T.M.	--	3.5	máx.	4.5	máx.	4.5	máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	0.872	aprox.	0.880	aprox.	0.885	aprox.
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	37.45/40.7		70.0		101.4	
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	5.72	aprox.	7.87/9.36		10.78/12.15	
Indice de Viscosidad	--	95	mín.	95	mín.	95	mín.
C A L C I O	% en peso	0.087	mín.	0.086	mín.	0.085	mín.
Z I N C	% en peso	0.056	mín.	0.055	mín.	0.055	mín.

		40		50	
Apariencia	--	BRILLANTE		BRILLANTE	
Color A.S.T.M.	--	5.0	máx.	6.0	máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	0.887	aprox.	0.890	aprox.
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	166.2		237.0	
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	14.26/15.52		19.05/20.35	
Indice de Viscosidad	--	95	mín.	95	mín.
C A L C I O	% en peso	0.085	mín.	0.083	mín.
Z I N C	% en peso	0.055	mín.	0.051	mín.

E S P E C I F I C A C I O N E S   P A R A   A C E I T E S   L U B R I C A N T E S   P E M E X   D I S   S . A . E .

	Unidades	10 W		20 W		30	
Apariencia	--	BRILLANTE		BRILLANTE		BRILLANTE	
Color A.S.T.M.	--	5.0	máx.	5.0	máx.	5.5	máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	0.872	aprox.	0.880	aprox.	0.887	aprox.
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	37.45/40.70		75.5	aprox.	124.2    aprox.	
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	5.73	aprox.	8.18/9.65		11.88/12.96	
Indice de Viscosidad	--	95	mín.	95	mín.	95	mín.
C A L C I O	% en peso	0.158	mín.	0.157	mín.	0.156	mín.
Z I N C	% en peso	0.102	mín.	0.101	mín.	0.101	mín.

		40		50	
Apariencia	--	BRILLANTE		BRILLANTE	
Color A.S.T.M.	--	6.0	máx.	6,5	máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	0.890	aprox.	0.891	aprox.
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	188.8	aprox.	241,5    aprox.	
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	15.78/16,76		20.35/22.70	
Indice de Viscosidad	--	95	mín.	95	mín.
C A L C I O	% en peso	0.156	mín.	0.155	mín.
Z I N C	% en peso	0.100	mín.	0.100	mín.

ESPECIFICACIONES PARA ACEITES LUBRICANTES P E M E X D E X S . A . E .

	Unidades	10 W	20	30
Apariencia	--	BRILLANTE	BRILLANTE	BRILLANTE
Color A.S.T.M.	--	6.0 máx.	7.0 máx.	7.0 máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	0.882 aprox.	0.880 aprox.	0.889 aprox.
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	37.45/35.7	82.0 aprox.	118.7 aprox.
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	5.74 aprox.	8.48/9.66	11.88/12.96
Indice de Viscosidad	--	95 mín.	95 mín.	95 mín.
C A L C I O	% en peso	0.414 mín.	0.415 mín.	0.414 mín.
Z I N C	% en peso	0.078 mín.	0.078 mín.	0.078 mín.

		40	50
Apariencia	--	BRILLANTE	BRILLANTE
Color A.S.T.M.	--	7.0 máx.	7.0 máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	0.893 aprox.	0.894 aprox.
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	172.6 aprox.	292.5 aprox.
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	15.78/16.76	20.35/22.70
Indice de Viscosidad	--	95 mín.	95 mín.
C A L C I O	% en peso	0.414 mín.	0.414 mín.
Z I N C	% en peso	0.078 mín.	0.078 mín.

A N E X O V

ESPECIFICACIONES PARA LUBRICANTE P E M E X L U B S . A . E .

	Unidades	10 W / 40	
Apariencia	--	BRILLANTE	
Color A.S.T.M.	--	6.0	máx.
Peso Específico a 20/4 °C	--	---	
Viscosidad a 37.8 °C	cSt.	*	
Viscosidad a 98.9 °C	cSt.	14.26/16.28	
Indice de Viscosidad	--	176.0	mín.
C A L C I O	% en peso	0.354	mín.
Z I N C	% en peso	0.107	mín.

\* No se encuentra como especificación, se utiliza para obtener el Índice de Viscosidad.

ANEXO VI

CARTA COMPARATIVA DE LUBRICANTES

PETROLEOS MEXICANOS	ESSO	MOBIL OIL	QUAQUER STATE	TEXACO	VALVOLINE
PEMEX SOL SAE 20W 30 40 50	ESSO MOTOR OIL SAE 20W 30 40 50	MOBIL HEAVY DUTY SAE 20W 30 40 50	QUAQUER STATE HD SAE 20W 30 40 50	HAVOLINE M - 0 SAE 20W 30 40 50	SUPER HPO HD SAE 20W 30 40 50
PEMEX DIS SAE 20W 30 40 50	ESSOLUBLE HDX SAE 20W 30 40	DEVAC SERIE 1200 SAE 1220 1230 1240	QUAQUER STATE HD SERIE - 2 20W 30 40	URSA EXTRA DUTY SAE 20W 30 40	VAVO DIESEL S-3 6 VAL - LUBE HDB SAE 30 40
PEMEX DEX SAE 20W 30 40 50	ESSOLUBLE D-3 SERIE 3 SAE 20W 30 40	DELVAC S-1300 1310 1320 1330 1340	QUAQUER STATE HDX SERIE 3 SAE 20W 30 40	URSA OIL SUPER DUTY S-3 SAE 20W 30 40	SUPERVALVOLINE 1000 SERIE SAE 30 40
PEMEX LUB SAE 10W/40	ESSO EXTRA SAE 10W/30	MOBIL OIL SPECIAL SAE 10W/30 SAE 20W/40	SUPERBLEND SAE 10W/30	HAVOLINE PREMIUM SAE 10W/30 SAE 20W/40	ALL CLIMATE HD SAE 10W/30 SAE 20W/40

## B I B L I O G R A F I A

- MANUAL DE LUBRICANTES DE PEMEX  
PETROLEOS MEXICANOS  
SUBDIRECCION COMERCIAL (GERENCIA DE VENTAS)  
MEXICO 1980.
  
- ANNUAL BOOK OF A.S.T.M. ESTANDARDS  
PART 23 AND 24  
PETROLEUM PRODUCTS AND LUBRICANTS  
PRINTED IN EASTON, MD.  
U.S.A. 1982
  
- ANNUAL BOOK OF A.S.T.M.  
VISCOSITY INDEX CALCULATED FROM KINEMATIC VISCOSITY  
PRINTED IN BALTIMORE.  
U.S.A. 1979
  
- ANALYTICAL METHODS FOR ATOMIC ABSORPTION SPECTROFOTOMETRY  
PERKIN ELMER  
U.S.A. 1973
  
- ATOMIC ABSORPTION NEWSLETTER  
VOL 9 No. 3 MAY-JUNE 1970  
U.S.A.
  
- ORONITE CHEMICAL COMPANY  
DETERMINATION OF CALCIUM, PHOSPHORUS AND ZINC IN ORONITE  
LUBRICATING OIL ADITIVES AND COMPOUNDED MOTOR OILS  
U.S.A. 1977
  
- CHEVRON CHEMICAL COMPANY  
ORONITE ADITIVES DIVISION  
GASOLINE AND DIESEL ENGINE LUBRICANT SPECIFICATIONS AND TESTS  
PEMEX  
MEXICO 1974

- INFORMACION TECNICA  
ADITIVOS MEXICANOS S.A.  
IMPRESION 1978
  
- INFORMACION TECNICA  
THE LUBRIZOL CORPQRATION  
IMPRESION 1978
  
- APUNTES DE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA  
CURSO IMPARTIDO EN S.E.C.I.L.  
1984