

2016

Investigación de la Fórmula para Fabricar
Grasas Lubricantes Base Jabón Complejo de
Calcio Mediante Diseño de Experimentos.

T E S I S

Que para obtener el título de:
INGENIERO QUIMICO
p r e s e n t a:
LUIS HIDALGO GUERRERO



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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 esta 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.

Con veneración y cariño a mis padres:
Ing. Luis Hidalgo y Castro
y
Rosa María G. de Hidalgo

Con todo cariño a mis hermanos:

Francisco
Sara María
Armando
Antonio
Gregorio
Rosa María
Carlos Enrique

A Irene cariñosamente

110861

A la memoria de mis abuelitos

Al Sr. I. Q. Othon Canales Valverde

A mi escuela, maestros y compañeros.

A la Administración de Petróleos Mexicanos
por las facilidades que me otorgó para la
ejecución de este trabajo, por conducto
de sus funcionarios en las Refinerías de
Cd. Madero, Tam., ex - Ref. Arbol Grande,
Tam.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

ESCUELA NACIONAL DE ---
CIENCIAS QUÍMICAS, C.U.
DEPTO. DE PASANTES.

Sr. Director Gral. de Servicios Escolares
Universidad Nacional Autónoma de México
P r e s e n t e .

Me permito comunicar a usted, que la tesis titulada:

" INVESTIGACION DE LA FORMULA PARA FABRICAR GRASAS LUBRICANTES BASE
JABON COMPLEJO DE CALCIO MEDIANTE DISEÑO DE EXPERIMENTOS "

que presenta: el SR. LUIS HIDALGO GUERRERO

Pasante de la Carrera de: INGENIERO QUIMICO

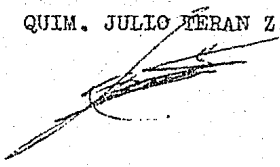
fué aceptada por el jurado nombrado para dicho examen, el cual quedó
integrado en la siguiente forma:

Presidente	Prof:	OTHON CANALES V.
1/er. Vocal	"	MANUEL GAVALDON M.
2/o . Vocal	"	MARIO GUEVARA V.
3/er. Vocal	"	HECTOR M. LOPEZ H.
Secretario	"	JUAN BOSCO BOUE
Suplente	"	VLADIMIR ESTIVIL R.
Suplente	"	GABRIEL GEREZ G.

A t e n t a m e n t e .
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"
Cd. Universitaria, D.F., a de de 196 5.

EL JEFE DEL DEPTO. DE PASANTES.

QUIM. JULIO TERAN Z.



I N D I C E.

- 1.- INTRODUCCION.
- 2.- GENERALIDADES.
- 3.- PRUEBAS FISICAS Y QUIMICAS DE CONTROL EN EL LABORATORIO.
- 4.- METODOS DE FABRICACION DE GRASAS LUBRICANTES.
- 5.- VARIABLES Y DISEÑO DE EXPERIMENTOS.
- 6.- ANALISIS DE VARIANCIA.
- 7.- CONCLUSIONES.
- 8.- BIBLIOGRAFIA.

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

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

El propósito del presente trabajo es encontrar una fórmula adecuada para fabricar grasas complejas base de calcio que vendrán a sustituir a muchas grasas de jabones metálicos que se fabrican actualmente, esta sustitución es debida a sus grandes propiedades proporcionadas con la formación del jabón complejo.

En estas grasas complejas la misión es incrementar sus propiedades para diversos usos y no solamente encaminarla por un solo servicio ya que de esta manera resultarían incosteables en caso de no requerirse grandes cantidades, dichos incrementos pueden ser en la temperatura de fusión, mayor estabilidad mecánica al trabajo, mayor consistencia, etc.

Antiguamente en la Refinería de "Arbol Grande", Tamps., se fabricaban grasas relativamente simples, las cuales eran obtenidas por dispersión de un jabón de calcio o de sodio en un aceite mineral. Debido a la base del jabón a estas grasas se les llamó de calcio o de sodio respectivamente.

Sin embargo y a pesar de que tienen gran demanda estas grasas, su campo de operación es muy limitado y tienen un reducido número de aplicaciones.

Al pasar el tiempo y de acuerdo a los adelantos avanzados de la industria, la lubricación a grasa fué aumentando entre los constructores de maquinaria a tal grado que actualmente es dicha lubricación una necesidad en una gran variedad de equipo que tiene que funcionar entre vastos límites de temperatura, humedad, velocidad y otras condiciones.

Petróleos Mexicanos atendiendo a las necesidades de servicio siempre en aumento pidiendo grasas que lubriquen de una manera -

más satisfactoria bajo condiciones de trabajo cada vez más severas, ha mejorado las grasas existentes y ha elaborado nuevas grasas.

Inducido por estas necesidades y demandas se ha desarrollado este trabajo no solo con el propósito de fabricar grasas que contribuyan al mejoramiento de la lubricación, sino también con la idea de disminuir a lo mínimo la importación de las mismas.

Este tipo de grasas todavía no se producen en escala comercial en nuestro País, así que todas las pruebas que se hicieron fueron a productos fabricados en el laboratorio con el material disponible en él.

G E N E R A L I D A D E S .

GENERALIDADES

Se le llama *grasa lubricante*, a un sólido semifluido producto de la dispersión de un agente espesante en un líquido lubricante. Pueden incluirse otros ingredientes que le imparten propiedades especiales.

Tomando en consideración el origen del agente espesante para la elaboración de grasas lubricantes, éstas se pueden dividir en la siguiente forma:

- 1o. Grasas que emplean jabones metálicos.
- 2o. Grasas que utilizan tierras tratadas químicamente.
- 3o. Grasas que usan espesantes sintéticos para ser elaboradas.
- 4o. Grasas que se sirven de jabones complejos.

Concerniente a los líquidos lubricantes utilizados se concreta, principalmente a los siguientes:

- 1o. Aceites lubricantes de origen mineral.
- 2o. Aceites lubricantes sintéticos.

Aplicaciones: Las grasas se emplean en ciertas partes de la maquinaria, en las cuales por su diseño no es posible usar aceite lubricante, normalmente se utilizan en aquellas partes en movimiento, donde existe fricción, para impedir el desgaste prematuro de las piezas en contacto. Al escoger una grasa lubricante es necesario conocer las condiciones de trabajo a que será sometida, tales como temperatura, velocidad, humedad ambiente, presión so-

portada por las partes lubricadas; en cojinetes de bolas o rodillos, en chumaceras, engranes, juntas universales o lubricación de chasis, para así determinar la más conveniente. Además es indispensable saber la consistencia que mejor se adapte a las condiciones anteriores. Por consistencia se entiende el grado de endurecimiento que tiene cada grasa en particular, y se mide por la resistencia que presenta ésta cuando se encuentra en un recipiente cilíndrico de dimensiones conocidas ya especificadas a la introducción en su seno de un cono de peso y tamaño conocidos, - la distancia que penetra dicho cono dentro de la grasa se mide en décimas de milímetro y viene dado en grados o número NLGI, relacionado con la penetración trabajada en 60 golpes a 25°C, método ASTM D 217. Los grados NLGI citados son los siguientes:

GRADO:			PENETRACION TRABAJADA ASTM:
NLGI	No.	000	445 - 475
"	"	00	400 - 430
"	"	0	355 - 385
"	"	1	310 - 340
"	"	2	265 - 295
"	"	3	220 - 250
"	"	4	175 - 205
"	"	5	130 - 160
"	"	6	85 - 115
"	"	7	40 - 70

MATERIAS PRIMAS QUE INTERVIENEN EN LA FABRICACION DE GRASAS LUBRICANTES EN GENERAL, MANUFACTURADAS EN LA PLANTA DE GRASAS DE LA EX-REFINERIA DE "ARBOL GRANDE", TAMAULIPAS.

MATERIAS PRIMAS NACIONALES

*Hidróxido de Sodio, Hidróxido de Potasio, Cal, Sebo de Res, - Acidos Grasos del Sebo, Acido Esteárico, Lanolina, Grafito, Zinc en polvo, Plomo en polvo, Estearato de Aluminio, Brea, Citrone-
la, Mirbana, Asfalto No. 12, Aceites Lubricantes Derivados del -
Petróleo.*

MATERIAS PRIMAS DE IMPORTACION

*Acete de Ricino Hidrogenado, Sulfuro de Molibdeno, Acido 12
Hidroxiesteárico, Hidróxido de Litio, Carbonato de Propileno, Pa-
ratac, Dalpac, LM, Elco S.C.L., Bentona 38, Baraguel 24, Aceite-
de Pescado, Anilina Anaranjada, Anilina Amarilla y Silicón-*

TIPOS DE GRASA LUBRICANTES FABRICADAS

*De acuerdo a la división hecha anteriormente de las grasas -
lubricantes, 2 son los tipos que se elaboran:*

*1o.- Grasas manufacturadas a partir del jabón metálico, como
son las de Na, K, Al, Li, Ca. Cabe hacer notar que para estas --
grasas el jabón puede ser hecho de uno o dos metales (mixto) y -
también de un jabón prefabricado.*

20.- Grasas fabricadas con tierras tratadas químicamente, como lo son ciertas Arcillas Bentonitas, entre las cuales contamos con las Bentona 38 y el Baragual 24.

Al Grupo No. 1 pertenecen las siguientes grasas:

a) GRASAS DE CALCIO.- Fueron las primeras fabricadas en escala industrial, se utilizan en chumaceras planas y curvas que trabajan a mediana y baja velocidad con moderada temperatura, la más comúnmente conocida es la llamada "copas", la consistencia en que se elaboran son desde el Grado NLGI No. 00 hasta el Grado NLGI No. 5. También se usan en baleros donde no hay calentamientos fuertes, ya que su temperatura normal de trabajo no debe exceder de 65.5°C . Estas grasas sirven de base para un sinnúmero de materiales que entran como relleno, entre ellos contamos al Grafito, Zinc en polvo y Plomo en polvo. Las principales características de las Grasas de Calcio son: Resistencia al Agua, Estabilidad Mecánica Buena y un Punto de Goteo aproximado de 100°C . En cuanto a la producción total de los tipos de grasas fabricados, el de ésta es equivalente al de todos los demás juntos.

b) GRASAS DE ALUMINIO.- Se forman por la dispersión de jabones de Aluminio preformados principalmente derivados del Ácido Estéarico, en aceites minerales bajo condiciones controladas de temperatura y presión. Son grasas brillantes de buena apariencia, de uso muy generalizado sobre todo en la lubricación del chasis de los automóviles y camiones, substituye a las Grasas de Calcio en engranes a presión, es una grasa muy resistente al agua, siendo su principal inconveniente el bajo punto de goteo entre 90° y 100°C .

c) GRASAS DE SODIO.— Las Grasas de Sodio tienen algunas propiedades que las hacen superiores en ciertos casos a las de Aluminio y Calcio, principalmente en lo que se refiere a su temperatura de goteo, la cual es mayor de 150°C . La apariencia de estas grasas es fibrosa y opaca, esto es contrarrestado con la adición de potasa resultando así una grasa mixta. El inconveniente principal de estas grasas es su sensibilidad al agua.

d) GRASAS DE LITIO.— Las grasas de este metal han tenido muy buena aceptación en el Mercado Nacional, pues su introducción reciente supera a las de Calcio, Aluminio y Sodio en muchas de sus aplicaciones; como lo es su empleo a bajas y altas temperaturas, tienen un punto de goteo mayor de 180°C , son resistentes a la humedad, poseen buena estabilidad mecánica y soportan perfectamente todos los materiales de relleno que se les quieran añadir en los porcentajes adecuados.

Grupo No. 2. Grasas fabricadas con tierras tratadas químicamente.

Ultimamente ha salido al mercado otro tipo de grasas, en las cuales la substancia gelificante no es un jabón, sino compuestos orgánicos e inorgánicos que tienen las mismas propiedades gelificantes, las más importantes son ciertas tierras tratadas químicamente y denominadas Bentonitas. Los productos elaborados con estos compuestos tienen todas las propiedades de una buena grasa lubricante, habiendo algunas en que sencillamente se desconoce su punto de fusión; por esa característica son recomendables para emplearse en aquellos lugares cuyas temperaturas sean muy altas. Entre estos tipos de grasas contamos con la de Bentonita y Baraguel.

GRASAS PROXIMAS A FABRICARSE

Hasta el momento se ha progresado bastante en la investigación de las grasas hechas a partir de jabones complejos, particularmente por ahora se concreta a los jabones complejos de Calcio cuyas grasas tienen la particularidad muy especial de poseer cualidades de extrema presión, es decir, que sin la ayuda de aditivo alguno resisten grandes presiones, además la peculiaridad de mantener su consistencia aún a elevadas temperaturas, de ser muy resistentes al agua y poseedoras de un punto de goteo superior a 250°C.

NATURALEZA DE COMPLEJOS DE ACETATO EN GRASAS.

El término "Grasas de Jabón Complejo" es generalmente usado ahora para referirse a aquellas grasas en que el espesante se hace mezclando un jabón con una sal de bajo peso molecular o compuesto polar (como ácido o base). Esta clase de grasas han sido adicionalmente subdivididas en dos grupos:

a) Grasas en que el jabón y los aditivos pueden ser mezclados en cualquier proporción y cuya "asociación es un procedimiento de adsorción o un procedimiento similar a la solubilización de compuestos polares".

b) Grasas cuyo comportamiento sugiere que el espesante es una combinación química de jabón y aditivo.

La literatura indica que grasas hechas con jabones y sales de ácidos de bajo peso molecular, particularmente ácido acético, caen en el segundo grupo, entonces ellas serán complejos químicos. Debido a que éstas grasas tienen excelentes propiedades lubricantes, han recibido considerable atención durante los últimos años. Se creyó ser de importancia dilucidar la naturaleza de los complejos para desarrollar un mejor entendimiento de su eficiencia.

Los resultados de estos estudios revelan que la anterior evidencia defendiendo el concepto de complejos químicos ha sido mal interpretada y que el espesante de jabón-acetato parece ser la asociación de complejos anteriormente mencionados, en que el jabón es probablemente adsorbido sobre la superficie de las partículas de acetato.

La evidencia que ha sido utilizada en el pasado para establecer estos complejos como compuestos químicos fué de dos clases:

10.- Cuando una mezcla de jabón y acetato fué calentada en aceite a una temperatura determinada, las propiedades de la grasa resultante difirieron marcadamente de aquellas de una grasa de la misma composición en donde los componentes fueron mezclados a temperatura ambiente. Además, los componentes de la mezcla hecha a temperatura ambiente fueron fácilmente separados -- por tratamiento con solventes, mientras que el espesante de la grasa calentada apareció completamente homogéneo y no se pudo -- separar en sus múltiples componentes excepto por descomposición química.

20.- Los modelos de difracción por rayos X de los complejos fueron bastante diferentes de aquellos de jabón y acetato usados para hacerlos y también fueron diferentes de los modelos de difracción conocidos de las otras formas del acetato. Esto fué interpretado como que nuevas especies cristalinas (no mezclas) se habían formado.

Considerando los primeros resultados obtenidos en los laboratorios, se llegó a la especulación de que los complejos jabón-acetato quizás no eran compuestos químicos sino complejos de adsorción. Si en el calentamiento de la grasa de un jabón-acetato, el jabón parcialmente se funde, aparece finamente dispersado y es adsorbido en la superficie de las partículas de acetato, es concebible entonces porqué dicho sistema presenta diferencias de una simple mezcla hecha a temperatura ambiente. Dependiendo de que tan estrictamente ligado pueda estar el jabón con el acetato, es lo difícil de distinguir tal fenómeno de adsorción de un compuesto de formación. El proceso de calentamiento pudo también producir cambios en la composición del acetato mismo o del jabón mismo que podía intervenir no solamente en los cambios de las propiedades de la grasa sino también en el modelo de difracción de rayos X. Aún el espesante en dicha situación podía ser solamente una mezcla y no un complejo químico.

Como se pensó que era deseable entender más claramente el comportamiento de los componentes individuales de las grasas an

tes de estudiar los complejos, los esfuerzos iniciales fueron dirigidos hacia los cambios que en estos componentes pudieran ocurrir bajo las condiciones encontradas al hacer grasas complejas. Este trabajo concerniente a complejos de Acetato de Calcio mostró que los cambios que tenían lugar en los modelos de difracción de rayos X durante la formación del complejo, podían presentarse por completo en los acetatos salos. Aunque no ha sido establecido concluyentemente que los complejos son del tipo de adsorción, el comportamiento de las grasas sugiere firmemente que sí lo son.

La siguiente discusión trata de probar experimentalmente las conclusiones anteriores. Los complejos de Calcio son tratados separadamente, y los detalles experimentales son reportados.

COMPLEJOS DE ACETATO DE CALCIO.

Hay varios reportes en la literatura ofreciendo la evidencia que fué interpretada como prueba para el concepto de que los espesantes en grasas de jabón-acetato de Calcio podían ser complejos químicos. Amott y Mc. Glennan mostraron que, cuando el Acetato de Calcio y Oleato de Calcio se calentaban en aceite a 175.0°C , se forma una grasa cuyo modelo de difracción de rayos X aparentemente era bastante diferente del modelo del Oleato de Calcio y Acetato de Calcio.

Si el espesante complejo era simplemente una mezcla de acetato y jabón, sería lógico pensar que todos los espacios-D calculados de un modelo de rayos X del complejo podían ser atribuidos a los materiales iniciales. Sin embargo, Amott y Mc. Glennan encontraron que varias de las reflexiones de rayos X producidos por el Acetato y Oleato estaban ausentes en el modelo del complejo, mientras varias reflexiones nuevas de rayos X habían aparecido.

Cuando el acetato y el oleato fueron calentados en tolueno, se formó un segundo complejo con un nuevo modelo de difracción.

Todavía fueron formados complejos diferentes cuando la mezcla acetato-jabón fué calentada arriba de 210°C . Vames y Guba revisaron la literatura de las Patentes y reportaron sus propias observaciones de dichos complejos, se vió primeramente que había marcados cambios en las propiedades de la grasa arriba de 210°C . Kolfenbach y Norway también citaron como evidencia para la formación de complejos arriba de 210°C . los cambios en la difracción de rayos X.

Antes de examinar los complejos mismos, se intentó caracterizar los componentes primarios (el Oleato de Calcio y Acetato de Calcio) tan bien como sea posible. Una muestra de Oleato de Calcio fué observada después de haber sido calentada a diferentes temperaturas hasta 230°C . Aunque el oleato se ablandó durante el proceso de calentamiento, su modelo de difracción de rayos X después de enfriada no cambió.

El Acetato de Calcio se comportó algo diferente. Ha sido mostrado durante los últimos años que el Acetato de Calcio puede formar cuando menos dos hidratos, tres modificaciones anhidras, dos compuestos químicos y un compuesto con ácido acético y agua, de los cuales todos tienen diferentes modelos de difracción de rayos X (una forma anhidra es amorfa). Se mostró que el Acetato de Calcio Monohidratado al ser calentado puede formar el mediohidrato y las tres formas anhidras, dependiendo de la temperatura.

La investigación de los datos publicados de rayos X para los complejos de jabón-acetato de calcio muestra que cada espacio-D puede ocurrir por la presencia ya sea de los componentes iniciales o los hidratos, formas anhidras y compuestos de Acetato de Calcio de ácido acético. En la Tabla I se muestra el modelo de rayos X de un complejo de acetato-oleato en aceite, hecho en el laboratorio de acuerdo con los procedimientos descritos por Amott y Mc.Clennan (fué usado un difractorómetro Norelco). Cada es

pacio-D puede ser atribuido a un compuesto específico que puede estar presente en la grasa.

TABLA I

MODELO DE RAYOS X DE COMPLEJO DE ACETATO-OLEATO DE CALCIO
EN ACEITE CALENTADO A 175°C.

Principal Espacio-D en Å ^o (Intensidad Relativa)	Materia Fundamental
16.7 (VS) ²	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
15.5 (W) ²	Oleato de Calcio.
11.7 (H)	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
8.6 (W)	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
8.4 (W)	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
7.5 (F)	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
5.57 (M) ²	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
4.48 (M)	Oleato de Calcio.
3.87 (F)	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
3.52 (F)	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato
3.35 (W)	Oleato de Calcio, Acetato de -- Calcio Mitad-Hidrato.
3.28 (W) ²	Acetato de Calcio Mitad-Hidrato

1. VS-Muy fuerte. S-Fuerte. HS-Moderadamente fuerte. M-Moderado-
W-Débil. F-Tenue. VF-Muy tenue.

2. Ausente en el Modelo de Amott y Mc.Clennan.

Estas mediciones de rayos X produjeron varios resultados que fueron reportados ausentes por Amott y Mc.Clennan, posiblemente porque sus observaciones fueron hechas por una cámara Powder, en la cual algunas veces es difícil medir reflexiones de bajo ángulo. El modelo de rayos X del acetato anhidro-usado por Amott y Mc.Clennan como una referencia en su estudio de los complejos parece haber sido el modelo publicado en la "ASTM X-ray Powder File" el cual ahora se cree sea incorrecto. Se piensa que los re-

cientes modelos de difracción de rayos X reportados de Acetato de Calcio Anhidro son correctos, porque fueron obtenidos con material adecuado, en contraste al modelo reportado por ASTM y obtenido por Hanawalt aparentemente con Acetato de Calcio no propio.

El modelo de difracción de rayos X que fué obtenido en una muestra de Amott y Mc. Glennan "Complejo de Calcio 2" el cual ellos hicieron al calentar Oleato de Calcio, Acetato de Calcio, Agua y Tolueno, es mostrado en la Tabla II con los compuestos utilizados, los cuales se consideran para cada Espacio-D.

TABLA II

MODELO DE RAYOS X DE COMPLEJO DE ACETATO-OLEATO DE CALCIO
EN TOLUENO CALENTADO A 175°C.

Principal Espacio-D en Å ⁰		
(Intensidad Relativa)		Material Utilizado
12.7	(W)	Acetato de Calcio-Acido Acético-agua
9.8	(H)	Acetato de Calcio-Acido Acético
8.23	(VF)	Acetato de Calcio-Acido Acético-agua
4.44	(H)	Oleato de Calcio
4.04	(F)	Acetato de Calcio-Acido Acético-agua
3.34	(F)	Acetato de Calcio-Acido Acético-agua
3.17	(F)	Oleato de Calcio
2.29	(VF)	Acetato de Calcio-Acido Acético-agua
2.03	(F)	Acetato de Calcio-Acido Acético-agua

La formación de los compuestos Acetato de Calcio-Acido Acético Agua y el Acetato-Acido Acético, pueden ser explicados por el efecto del Acido Oleico que no reaccionó en la formación del-Oleato de Calcio.

Si hubiera estado presente cualquier cantidad de Acido Oleico, el Acetato de Calcio podía reaccionar para formar Acido Acético ll

bre el cual podría entonces formar complejo con el Acetato de Calcio. La presencia de un exceso de ácido en el complejo terminado (como el reportado por Amett y Mc. Glannan) parece sostener la hipótesis anterior.

Los modelos de rayos X de complejos de alta temperatura pueden ser la explicación de la presencia de Acetato de Calcio Anhidro. La Tabla III compendia las observaciones hechas para un complejo de Oleato de Calcio y Acetato de Calcio calentado a 215°C.

TABLA III

MODELO DE RAYOS X DE COMPLEJO DE ACETATO-OLEATO DE CALCIO
CALENTADO A 215°C.

Principal Espacio-D en Å^o

(Intensidad Relativa)

Material Fundamental

15.5	(M)	Oleato de Calcio.
9.6	(S)	β-Acetato de Calcio Anhidro
9.2	(M)	β-Acetato de Calcio Anhidro
3.47	(W)	β-Acetato de Calcio Anhidro
3.35	(W)	β-Acetato de Calcio Anhidro

Algunas veces las características de Espacios-D del jabón están ausentes en el modelo de rayos X del complejo, especialmente si el complejo es calentado arriba de 200°C. Este fenómeno es probablemente debido a la fusión parcial de los jabones y su magnífica dispersión en la grasa, seguida por la adsorción sobre las partículas de acetato. Los pequeños cristales así formados pueden producir amplias reflexiones de rayos X de baja intensidad y ellos pueden aparecer ausentes al compararse a las reflexiones de Acetato de Calcio. Se ha observado este fenómeno con varios jabones diferentes. Cuando el acetato y el jabón son mezclados y calentados en el estado seco, ninguna dispersión se

tiene y el modelo característico de difracción de rayos X del jabón sobrepasa al del Acetato de Calcio mitad hidrato o β -oleato-anhidro dependiendo de la temperatura de calentamiento.

Pruebas más amplias indicando que los jabones de Calcio y Acetato de Calcio no han formado compuestos químicos fué obtenida de observaciones de los complejos bajo diferentes condiciones, si los complejos fueran ciertamente compuestos químicos, entonces combinado el jabón produciría cambios en el modelo de difracción de rayos X distintas a aquellas características de Espacios-D del jabón. Es un hecho actual que cuando otros jabones, tales como Caprilato de Calcio son usados, el modelo de rayos X del complejo permanece igual para un método dado en la preparación de grasa. Cambiando la relación mol de jabón a acetato debería cambiar la estructura cristalina del complejo si es un compuesto químico. El experimento muestra que variando la relación de 1.1 a 1.6 no cambia la estructura cristalina, sino produce el mismo Espacio-D de los modelos de rayos X.

Hay otras observaciones experimentales adicionales, las cuales muestran que el comportamiento de los complejos particularmente los cambios en los modelos de difracción de rayos X, es paralelo al comportamiento de Acetato de Calcio. La transformación de Acetato de Calcio mitad hidrato a la forma anhidra requiere la eliminación de agua, usualmente por calentamiento. Si un complejo de acetato-jabón de calcio hecho a 175°C y conteniendo el acetato mitad hidrato es calentado arriba de 200°C al descubierto, un nuevo complejo es formado cuyo modelo de rayos X se parece a aquel del acetato anhidro. Si el complejo mitad anhidro es calentado, sin embargo, en un recipiente cerrado para que el agua no pueda ser eliminada, el calentamiento arriba de 200°C no efectúa cambio en el modelo de rayos X.

Algo del trabajo experimental sostiene firmemente la sugestión de que, aunque los complejos no son compuestos químicos hay fuertes inter-reacciones entre el acetato y los jabones. El acetato anhidro en el estado aislado rápidamente absorbe agua cuando -

se expone al aire y retrocede a la mitad hidrato.

En el complejo de alta temperatura sin embargo el jabón es -- aparentemente adsorbido en el acetato evitando que absorba hume-- dad prontamente.

Es necesario calentar la grasa de alta temperatura con agua-- en un recipiente sellado para suministrar suficiente energía para disociar el complejo y hacer reaccionar el β -acetato-anhidro y -- formar el medio hidrato. Las comparaciones de los complejos con-- los comportamientos de sus componentes individuales indican que-- los complejos no son ni compuestos químicos ni mezclas simples, - sino son probablemente asociaciones complejas en las cuales el ja-- bón es adsorbido sobre las partículas de acetato.

CARACTERISTICAS DE COMPLEJOS JABÓN-SAL.

Las características principales que hacen a los complejos jabón-sal valiosos para la fabricación de grasas lubricantes son:

- 1.- Sus características de solubilidad.
- 2.- Su inmunidad al cambio de estado por una elevación de la temperatura.
- 3.- Su estabilidad en cuanto a la disociación de jabón y sal.

La mayoría de los jabones para fluidos lubricantes deben ser solubles o dispersables en el fluido a altas temperaturas, y cuando la temperatura decrece, cristalice en cristales fibrosos los cuales sirven para inmovilizar el fluido. Sin embargo, no todos los jabones complejos formados de jabones metálicos y sales demostrarán esta característica. Algunos serán tan solubles que fallarán al cristalizar y consecuentemente ningún cuerpo plástico se formará. Otros complejos pueden ser demasiado insolubles y no dispersan o si dispersan, se separarán del fluido lubricante. Sin embargo, con una elección propia de metal, de los más altos ácidos grasos y ácidos de bajo peso molecular, jabones complejos satisfactorios pueden ser encontrados para la fabricación de grasas lubricantes. Para la formación de dichos lubricantes, no es necesario que el proceso deba ser llevado al punto donde el jabón de hecho se disuelva en el aceite.

La razón principal para el uso de jabón-sal en la formación de grasas lubricantes es su inmunidad al cambio de estado por una elevación considerable de temperatura. Esto es, que las sales son utilizadas para aumentar el punto de suavidad en jabones normales, en tonces en muchas grasas lubricantes no habrá ningún punto de fusión diferente y tal vez ningún cambio brusco en la viscosidad con cambios en la temperatura. Esta falta de cambio brusco con la tem-

peratura se demuestra en la gráfica No. 1 en donde la presión en psi es graficada contra la temperatura. La curva "A" representa una grasa lubricante espesada con acetato de calcio-sulfato de calcio la cual es comparada con otros lubricantes convencionales.

CARACTERISTICAS Y APLICACION DE LAS GRASAS DE JABON COMPLEJO.

Una de las razones principales para el uso de jabón complejo en espesar los aceites lubricantes es obtener productos que tengan puntos más altos de suavidad o reblandecimiento que los lubricantes similares hechos de jabones normales. Esta característica es de particular importancia en aplicaciones industriales y muchas grasas lubricantes de jabón complejo son formuladas teniendo esto en cuenta.

Sin embargo, el hecho no debe pasarse por alto pues dicha propiedad es también ventajosa en lubricación de automóviles. Por ejemplo, grasas lubricantes de baleros son sometidas a temperaturas tan altas como 120 y aún 130°C en algunos vehículos comerciales.

De acuerdo a los resultados obtenidos el motivo de que muchos jabones complejos en aceite no manifiestan distinto punto de fusión y ningún otro cambio precipitado de viscosidad al elevar y caer la temperatura ha interesado a la mayoría de los fabricantes en este campo.

Salas de ácido de bajo peso molecular, cuando son empleadas como modificantes de estructura para jabones normales, tienen la ventaja de no ser volátiles a la temperatura de aplicación. En efecto, algunas grasas lubricantes específicas hechas de complejos de jabón son reversibles, es decir, que puedan fundirse y luego regresar a una estructura grasosa sobre enfriamiento.

Muchas de las grasas lubricantes conteniendo complejos de jabón, en donde una sal de ácido de bajo peso molecular es el agen-

te complejo, también tienen una buena estabilidad estructural para esfuerzo o trabajo.

Parte de esta estabilidad para trabajo puede ser debida al tipo de fibras que constituyen la estructura, pero no debe pasarse por alto que algunos de dichos productos, por ejemplo las grasas lubricantes de base bario que han sido puestas al mercado, tienen una proporción mayor de agente complejante que otras grasas lubricantes de consistencia similar.

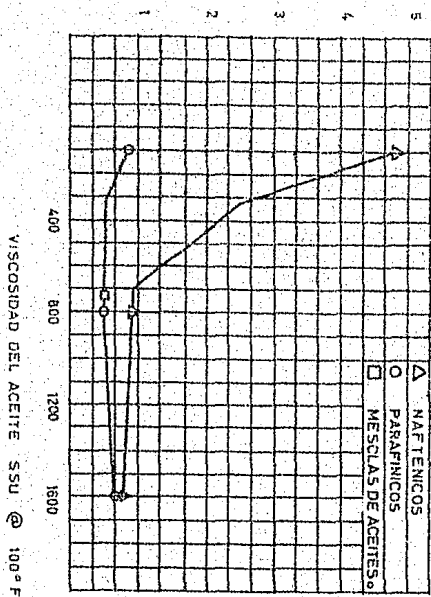
La resistencia para el lavado por agua de grasas lubricantes de base sodio es frecuentemente mejorada por la adición de agente-complejo en el sistema.

Son citados los ejemplos de grasas lubricantes de jabón complejo que tienen una resistencia poco común para la oxidación. Una razón para esto puede ser la falta de glicerol en la mayoría de estos productos. El tipo de aceite lubricante empleado y también los inhibidores específicos de oxidación añadidos, tienen sin duda una influencia similar a aquella que ellos tienen en las grasas lubricantes hechas de jabones normales. (Ver gráfica No. 2).

Las deseadas características anteriores son probablemente la razón de que algunas de estas grasas lubricantes de jabón complejo sean usadas para diversos propósitos como lubricantes. En efecto, una grasa lubricante de base complejo de calcio fué el primer tipo empleado para este propósito, no solamente en estaciones de almacenamiento sino también en algunas plantas industriales.

También dichas grasas lubricantes no son necesariamente compatibles con los otros tipos de productos de jabón complejo o productos de jabones normales. Por ejemplo, una grasa lubricante compleja de jabón sodio, cuando al mezclarse se le añade ya sea calcio o una grasa lubricante de base de litio, resulta una mezcla fluida-líquida. Este punto es particularmente importante cuando un nuevo tipo de grasa lubricante se ha introducido en baleros para servicio anti-friccionante.

% PERDIDA POR EVAPORACIÓN 22 HORAS @ 210° F



VISCOSIDAD DEL ACEITE SSU @ 100° F

FUTURO DE LAS GRASAS LUBRICANTES DE JABÓN COMPLEJO.

La concepción moderna de la existencia de jabones complejos en las grasas lubricantes es solamente de hace pocos años. Había ejemplos de la aplicación de jabones de este tipo previamente, tal como aquellos descritos por Diggs y Campbell, Carmichael y Hain, pero la idea del tema, como la sugerida por Mc.Clennan faltaba.

Esta concepción no solamente ha abierto nuevos campos de estudio para aquellos que estén interesados en la fabricación de grasas lubricantes, pero ha sido de valor para aquellos que emplean sistemas de jabón para otros propósitos, como aceites lubricantes para máquinas de combustión interna, productos metálicos cortantes y materiales para prevenir el moho.

Sin duda una gran cantidad de trabajo no revelada aún, ha sido hecha en sistemas de jabón complejo por personas interesadas en grasas lubricantes. Cuarenta patentes en los Estados Unidos, registradas durante los últimos cinco años, indican el interés en esta materia. Este es un campo muy fértil para investigación y mucho del progreso y perfeccionamiento futuro de las grasas lubricantes podrá ser el tronco de dicha investigación.

El hecho es que no debe perderse o pasarse desapercibido que las grasas lubricantes de jabón complejo son frecuentemente más caras que los lubricantes hechos de jabones normales. El procedimiento del proceso es frecuentemente más complicado que los procedimientos para la fabricación de otros tipos de grasas lubricantes. También, la fabricación no siempre se comprobará ser tan simple como se ha descrito en algunas literaturas.

ADITIVOS UTILIZADOS EN LAS GRASAS.

Los aditivos son sustancias que imparten o mejoran las propiedades necesarias a un lubricante o reducen las indeseables.

A continuación se enumeran algunos tipos de los principales aditivos que son utilizados en nuestras grasas, mencionándose su razón de uso y mecanismo de acción en particular.

a) ANTIOXIDANTES O INHIBIDORES DE LA OXIDACION.

Son compuestos orgánicos conteniendo Azufre, Fósforo, Nitrógeno, tales como Aminas Orgánicas, Sulfatos, Hidrosulfatos, Fenoles.

Como ejemplo tenemos el Delpac.

Para prevenir el barniz y formación de incrustaciones en las partes metálicas, previene la corrosión de las aleaciones en los baleros.

Disminuye la cantidad de oxígeno que reaccionaría con el aceite reduciendo la formación de cuerpos ácidos. Interviene en las reacciones de oxidación por formación de compuestos solubles inactivos o combinándose con el oxígeno se oxida de preferencia el aditivo que el aceite.

b) INCREMENTADORES DE PELICULA EXTREMA PRESION O ANTIDESGASTANTES.

Son compuestos orgánicos que contienen: Cloro, Plomo, Azufre, Ceras Clorinadas, Fosfatos Orgánicos y Fosfitos, Ditio Fosfato de-

Zinc, Tricresil Fosfato, Naftenatos de Plomo.

Ejemplo: SCL, ELCO.

Reducen la fricción, impiden escoriaciones y ataque.

Por reacción se forma la película en las superficies en contacto, la cual tiene menor coeficiente de fricción, reduciéndola impide el ataque de las mismas cuando la película se rompe.

c) AGENTES FIBRANTES Y ADHESIVOS.

Ciertos polímeros de alto peso molecular, jabones de aluminio de los ácidos grasos no saturados.

Ejemplo: PARAFAC y L.M.

Incrementa la adherencia de lubricante a la superficie metálica para formar un recubrimiento protector.

Aumentan la viscosidad de lubricante e imparten características adherentes.

d) INHIBIDORES DE ESPUMA.

Siliconas polímeros

Ejemplo: Silicón.

Evita la formación estable de espuma.

Reduce la tensión interfacial al mínimo, las burbujas menores forman burbujas mayores fáciles de separar rápidamente.

e) COLORANTES.

Compuestos orgánicos solubles en aceite, con alta fuerza colorante.

Ejemplo: Anilinas.

Imparten distinción de atractivos colores.

Los compuestos orgánicos con alta fuerza colorante se disuelven e imparten color.

f) AGENTES AROMATIZANTES.

Perfumes sintéticos solubles en aceite.

Ejemplo: Nitrobenceno y Citronela.

Elimina olores indeseables e imparte olor característico.

Pequeñas cantidades de sustancia altamente odoríferas proporcionan fragancia o aroma agradable cuando se mezclan con lubricantes.

g) AGENTES DISPERSANTES.

Substancias Polares como Nitroalcanos, Alcoholes, Carbonatos de Alkeno, Dimetil Cetona, etc.

Ejemplo: Carbonato de Propileno.

Facilita la formación del gel en menor tiempo de reacción.

PRUEBAS FÍSICAS Y QUÍMICAS DE CONTROL EN EL LABORATORIO.

EXAMINACION SENSORIAL DE LAS GRASAS LUBRICANTES.

Los clientes a menudo juzgan a las grasas lubricantes al menos de una forma preliminar, por lo que ellos pueden ver, sentir, oler y posiblemente gustar cuando abren un recipiente.

Esta primera impresión de la grasa, como las primeras impresiones de la gente es a menudo difícil de olvidar y puede influenciar adversamente en la opinión del cliente a pesar del excelente comportamiento en el servicio actual.

Cuando se quita la cubierta a una cubeta o tambor de grasa, el cliente observa la superficie de la grasa y forma una opinión general por el color y apariencia de la misma. El notará algún aceite libre en la superficie o en depresiones, puede utilizar una espátula para untar una película delgada en alguna superficie brillante y observar si contiene partículas visibles de materia sólida. Si la grasa no es similar en color y en apariencia general a recibos anteriores del mismo producto, él inmediatamente desconfiará y puede ser rehusada.

Casi universalmente los clientes de grasas colocan una pequeña porción de ella entre los dedos índice y pulgar, separándolos varias veces.

De esto, puede notar la textura y se forma una opinión general de si es demasiado dura o suave para su uso. Esta prueba nos muestra la textura de la grasa lubricante tan bien como cualquier prueba formal de laboratorio disponible. Aunque no sustituye a la penetración para determinar su consistencia.

El usuario no puede evitar oler la grasa cuando abre el recipiente y por supuesto le puede desagradar algún olor raro, por ello son ampliamente utilizados perfumes para cubrir los olores desfavorables en el producto, aunque esta práctica casi ha desaparecido. En el pasado muchos fabricantes de grasas y algunos clien-

tes gustaban una grasa para determinar si era alcalina o ácida. -- Ello no es recomendable y se dispone de métodos de laboratorio más precisos para determinar la acidez y la alcalinidad.

A continuación se mencionarán las pruebas de control químico-analítico que se efectúan en el laboratorio, así como los beneficios prácticos obtenidos por medio de la dispersión mecánica que ayudan al mejoramiento de la grasa final, tanto en calidad como en apariencia.

CONTROL QUIMICO ANALITICO DE LAS GRASAS.

Pruebas de rutina verificadas a las grasas en el laboratorio.

- 1o. Alcalinidad
- 2o. Agua por Destilación
- 3o. Penetración T a 60 golpes o sin Trabajar
- 4o. Estabilidad Mecánica
- 5o. Prueba del Rodillo (Shell Roller Test)
- 6o. Estabilidad a la Oxidación
- 7o. Punto de Goteo
- 8o. Resistencia al Lavado con Agua (Water Washout)
- 9o. Estabilidad al Sangrado y Evaporación
- 10o. Prueba de Baleros (Wheel Bearing)
- 11o. Resistencia a cargas de Extrema Presión
- 12o. Prueba de Retención.

1o. ALCALINIDAD.- Siempre se recomienda que las grasas tengan un cierto porcentaje de álcali libre, esto va de acuerdo y varía con el tipo de catión empleado para formar el jabón o espesante.- El método empleado es el de titulación por diferencia.

2o. AGUA POR DESTILACION.- El agua desempeña un papel muy importante en las grasas lubricantes, actúa como modificador de estructura sobre las grasas de Calcio encontrándose hasta en un ----

2.5 %. Por otra parte un porcentaje mayor de 0.4 %, ocasiona a las grasas de Sodio y Potasio consistencia más suave originando resultados desfavorables. Esta prueba es llevada a cabo según el método ASTM D95-58 proporcionando los datos necesarios requeridos en cada una de ellas.

3o. PENETRACION.- Método ASTM 217-60T. Es la consistencia o duresa de una grasa, medida por la distancia que penetra un cono estándar que cae libremente sobre la superficie de una grasa contenida en un recipiente de dimensiones prescritas bajo condiciones específicas de peso, tiempo y temperatura. Teniendo por objeto determinar su plasticidad. Hay dos clases de penetración, trabajada manualmente o en el aparato Motormatic a 60 golpes dobles y sin trabajar, relacionándose el resultado con los grados NLGI.

4o. ESTABILIDAD MECANICA.- Método ASTM 217-A. Determina la habilidad presente en una grasa para resistir el trabajo mecánico repedido con un cambio mínimo en su estructura o consistencia. El procedimiento empleado para valorar esta prueba es el siguiente: - Se llena la copa del "trabajador de grasas" más un pequeño exceso, eligiendo primero al trabajador de grasas cuya cubierta esté horadada con agujeros de 1/4 de pulgada, después se le practican 60 golpes determinados por el contador mecánico de la máquina trabajadora de grasas Motormatic, llevándose enseguida al penetrómetro donde con un cono estándar se hace la penetración anotándose la lectura, hecho esto se vuelve a llenar la copa escogiendo ahora el trabajador que tiene orificios de 1/16 de pulgada, siendo la cubierta en ambos casos móvil, dándosele 1,000 golpes dobles equivalentes a 10,000 con el primer trabajador, terminado esto la muestra es enfriada a $25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ (Condición específica), repitiéndose se los pasos verificados para obtener la penetración inicial.

VALORIZACION

$$\frac{\text{LECTURA FINAL} - \text{LECTURA INICIAL}}{\text{LECTURA INICIAL}} = \% \text{ EN CAMBIO}$$

TABLA

De	0	a	5 %	Excelente
"	5.1	a	15 %	Buena
"	15.1	a	30 %	Regular
"	30.1	en adelante		Mala

50. PRUEBA DEL RODILLO.- Denominada también *Shell Roller Test*, produce una evaluación numérica del cambio en consistencia causado por el amasado o trabajado que la acción del rodillo le imparte a una grasa, ya que son simuladas las condiciones de operación de los cojinetes que lubrica.

PROCEDIMIENTO: Primeramente la grasa es trabajada a 60 golpes-dobles, se le hace la penetración usando para ello el shell microcono y copa adecuada, enseguida aproximadamente 100 gr. de muestra se colocan en el cilindro hueco introduciendo después el rodillo de dimensiones específicas con un peso de 5 Kls., se tapa y ayudado por los aparatos necesarios es puesto en marcha durante 4 horas a 160 R.P.M., terminado esto, se penetra la grasa siguiendo las condiciones requeridas.

TABLA DE RESULTADOS.

	CAMBIO EN %	CLASIFICACION
De	0 a 10	Excelente
"	10.1 a 25	Bueno
"	25.1 a 60	Regular
"	60.1 en adelante	Pobre o Mala

6o. ESTABILIDAD A LA OXIDACION.-- En esta prueba se determina la resistencia a oxidarse de las grasas lubricantes bajo condiciones estáticas, y tiene por objeto valorar dicha resistencia por medio de la cantidad de oxígeno absorbido.

PROCEDIMIENTO: Mediante la bomba de oxígeno tipo norma -- Hoffman, método ASTM - D - 942, cada uno de los 5 platos con que cuenta la bomba se llenan con 4 g. de grasa. La bomba es entonces sometida a una presión de 100 Psig. de oxígeno y después de 24 -- hrs. de prueba libre de escapes, es colocada en un baño de aceite a una temperatura de 100^oC ajustando la presión a 110 Psig. Los resultados son reportados como caída de presión en Psig. después de 100 hrs.

RESULTADOS TÍPICOS

Caida de presión de 0 a 5 Psig.	EXCELENTE
" " " " 5 " 10 "	BUENO

7o. PUNTO DE GOTEO.-- El punto de goteo de una grasa lubricante es la temperatura en la cual una grasa pasa de un estado semi-sólido a un estado líquido, indicándonos sus cualidades respecto al calor en aplicaciones donde se requiera un lubricante semi-sólido.

PROCEDIMIENTO: Método ASTM D-566, consiste en un baño de aceite con un agitador y termómetro correspondiente, la muestra de -- grasa es colocada en una copita la cual tiene un orificio en su parte inferior, introduciéndole también el bulbo de un termómetro cuidando de no tocar la grasa que se encuentra distribuída en la periferia de la copa, ésta a su vez es colocada dentro de un tubo especial que la sostiene. El promedio de las lecturas de los termómetros en que la primera gota de grasa se desprende de la parte inferior de la copa es el punto de goteo.

8o. RESISTENCIA AL LAVADO CON AGUA.- Esta prueba es un método para conocer las características que las grasas lubricantes presentan al lavado con agua, y se lleva a cabo bajo condiciones prescritas de laboratorio.

PROCEDIMIENTO: Método ASTM D-1260-53 T. Una cantidad fija de grasa es empacada en un cojinete de bolas previamente tarada el cual se coloca en un hogar con claros específicos, enseguida se arma y es puesto en marcha en el aparato adecuado y a una velocidad de 600 ± 30 R.P.M. El agua es controlada a una temperatura de 37.5°C impulsada sobre el plato del cojinete, a 5 ± 0.5 mi/seg. La cantidad de grasa en por ciento perdida en una hora nos indica su resistencia. La prueba también se verifica con agua a una temperatura de 80°C .

9o. ESTABILIDAD AL SANGRADO Y EVAPORACION.- Las pruebas de sangrado y evaporación determinan las pérdidas por separación y evaporación del aceite contenido en una grasa bajo condiciones estáticas fijas.

PROCEDIMIENTO: Una cantidad medida de grasa es colocada en un pequeño cono cuya pantalla es de 60 mallas, el cual es soportado por un vaso de precipitados tarado. El conjunto es puesto en un horno manteniendo la temperatura a 100°C durante 50 horas. Después es sacado y enfriado en un desecador, la pérdida en peso de la unidad combinada indica la cantidad evaporada y el aumento de peso en el vaso de precipitados la separación del aceite que ha tenido lugar. Métodos desarrollados C-75 T y C-77 T NDRC.

10o. PRUEBA DE BALBROS.- Denominada también Wheel Bearing. Es una modificación de las ruedas de un automóvil armado y operado a una velocidad equivalente de 60 Millas/hr., igual a 96 Km./hr. en condiciones controladas de temperatura. Esta colocación provee un campo simulado para probar las grasas a las condiciones de trabajo de los cojinetes o baleros.

PROCEDIMIENTO: Método ASTM D-1263-61. El cubo de la rueda es empacado con 90 gramos de la muestra lubricante, usando 2 gr. para el cojinete pequeño y 3 gr. para el mayor. El recipiente recolector de fugas y el tapón del cubo son pesados con aproximación de 0.1 gr. antes y después de la prueba reportando los resultados en % de pérdida. El aparato es puesto en marcha a 660 ± 30 R.P.M. por un período de 6 horas variando la temperatura de operación con el tipo de grasa de que se trate.

11o. **RESISTENCIA DE GRASAS DE EXTREMA PRESION.**-- Por medio del aparato Timken se simula la transmisión de carga sobre cojinetes más allá de los límites que no son de extrema presión de los aditivos lubricantes, y mide esta propiedad relacionando la máxima carga que la muestra haya soportado antes de que la película lubricante se rompa.

PROCEDIMIENTO: La prueba es corrida a una velocidad de 800 R.P.M. durante 10 minutos, aumentando sucesivamente las cargas hasta encontrar la máxima resistida, determinándose por consiguiente también la carga en que falla, el peso máximo que puede ser aplicado sobre el brazo de palanca sin producir marcas irregulares en el bloque de prueba es la mayor carga soportada.

12o. **PRUEBA DE RETENCION.**-- Evalúa la falla de una película lubricante simulando la lubricación en engranes abiertos que operan por largos períodos sin la renovación de lubricante.

PROCEDIMIENTO: Usando el aparato Timken, se colocan 4 gr. sobre una copa de prueba empezando con 43 lbs. En el brazo de palanca hasta que ocurra la falla. Dos corridas de 30 minutos son verificadas reportándose la que haya durado más tiempo antes de fallar, siendo ésta la medida de la habilidad de retención.

BENEFICIOS PRACTICOS OBTENIDOS POR LA DISPERSION MECANICA.

El orden en el cual se presentan no es por su importancia sino por el orden en que se observan.

10. Mejora la apariencia:- Es el primer beneficio observado -- por el fabricante y el consumidor cuando abre el recipiente del producto. El consumidor puede remover una muestra-- para sentir y hacer una nota mental de su consistencia pero se interesa primeramente en lo que vé, si es tersa, homogénea, libre de grumos o espesante no combinado.

20. Incremento de absorción:- Es posible disminuir el contenido de espesante de 1.0 a 1.5% del contenido original para una buena dispersión.

30. Incremento en la producción:- Esta es obvia a partir de la segunda ventaja si se considera que la materia más cara es el espesante (jabón) con ligeros incrementos de tiempo necesario para bombear y añadir el aceite adicional.

40. Repetibilidad de la penetración de la muestra y enfriamiento rápido:- Después de obtenido el producto y envasado, comienza un cuarto beneficio aparente, la penetración y enfriamiento rápido es de confianza con un mínimo cambio en la muestra.

50. Como consecuencia de la penetración final se observa el incremento de estabilidad al esfuerzo cortante, obtenido de la penetración de una muestra trabajada a 10,000 golpes.

60. Uniformidad del producto:- Como antecedente de igual fórmula y abertura de molido óptimo determinado por la experien

cia, obtendremos aparentemente uniformidad del producto, que en lotes mal dispersados es difícil de obtener.

- 7o. Aumento de estabilidad al almacenamiento:— Es evidente por las penetraciones hechas 3 meses después de su manufactura. Habiendo un cambio en las muestras dispersadas mecánicamente pero no del grado experimentado en las muestras que no lo fueron.
- 8o. Disminuyen la tendencia al goteo:— Como lo demuestra la máquina de prueba de rodillos ASTM que es una observación particular en un procedimiento modificado usado para demostrar la tendencia al goteo.
- 9o. Incremento a la bombeabilidad:— Determinado por la facilidad con que pasa la grasa por un equipo de bombeo.
- 10o. Aumento de las características anti-sangrantes:— Por penetraciones y observaciones a muestras almacenadas durante varios períodos, este es un beneficio observado no comprobable pero valioso en los datos del laboratorio. Muy raramente se observó aceite libre o superficie irregular en el recipiente contentiendo grasa óptimamente con dispersamiento mecánico.
- 11o. Utilización de agentes espesantes inorgánicos:— No es realmente un beneficio, pero la dispersión mecánica es absolutamente necesaria para obtener resultados satisfactorios. Es interesante notar que en una muestra que no fue mecánicamente dispersada se convirtió en más pesada progresivamente a medida que se trabajaba. Probablemente si se trabaja suficientemente podía alcanzar el rendimiento pero ésto sería un proceso lento.

MÉTODOS DE FABRICACION DE GRASAS LUBRICANTES.

PRODUCCION DE GRASAS LUBRICANTES

Para la elaboración de grasas lubricantes se siguen dos métodos principales que son el de Batch o Lote y el Continuo.

Para obtener una grasa completamente terminada es necesario que después de haberse ultimado su procedimiento en la paila, pasarla a un homogenizador o bien deaerearla y molerla en un molino coloidal, continuando finalmente al sistema de envasado.

MÉTODOS DE LOTE (BATCH)

1.- SISTEMA CONTACTOR. (ver fig. No. 3)

La saponificación se efectúa en un recipiente denominado "contactor" cerrado a presión y vacío, favorecido por una agitación energética lograda por una propela de alta velocidad (1650 - 3500 R.P.M.) localizada en el fondo del recipiente, al mismo tiempo hay un calentamiento de la masa con la circulación del aceite caliente en la chaqueta del recipiente. Al terminarse la reacción este concentrado con aproximadamente $1/2 - 1/3$ de la cantidad total de aceite se transfiere a una o varias pailas para su dilución final y adición de aditivos, estas pueden ser diseñadas para presión pero no necesariamente.

Este sistema tiene como centro el llamado saponificador, como paso secundario las pailas, equipo de molido u homogenizador, deaereador, llenado y almacenaje.

2.- DE RECIPIENTE CERRADO. (ver fig. No. 2)

Consiste de uno o varios recipientes cerrados a presión donde se pueda efectuar la reacción, ayudada con calentamiento a chaqueta de vapor y por agitación a alta velocidad en doble sentido, estas aspas están dotadas de raspadores de pared para incrementar el

coeficiente total de transmisión de calor. Una vez efectuada la reacción sin necesidad de transferir la carga se puede diluir y agregar aditivos, con el consiguiente ahorro de tiempo.

Es sin duda este el diseño que más se acomoda a las necesidades actuales de fabricación de grasas, por su fácil adaptación a la capacidad necesaria, por la alta agitación que se puede obtener en el mezclador, por introducción de modernos diseños de aspas y altas velocidades, por el alto coeficiente de transmisión de calor obtenible, se le puede adaptar fácilmente accesorios de recirculación para disminuir el tiempo de mezclado y mejorar éste, se le puede adaptar sistema de vacío y efectuar el mezclado bajo estas condiciones ahorrándose el paso de deaerado o presión para reaccionar cualquier jabón y en esta forma contar con un equipo pequeño y de múltiples usos.

En realidad para conocer con precisión la influencia del método, es necesario hacer pruebas en pailas piloto de diseño similar al del proceso en consideración.

Los métodos que complementan el proceso de BATCH pueden dividirse de la siguiente manera:

1.- FABRICACION EN RECIPIENTE ABIERTO.

- a) Saponificación y terminación llevada a cabo en el recipiente.
- b) Dispersión del jabón preformado y terminación del producto preformado en el mismo recipiente.
- c) Saponificación y dispersión del jabón llevada a cabo en un recipiente, seguido de enfriamiento en equipo auxiliar.
- d) Dispersión de jabón preformado en un recipiente.
- e) Terminación de la saponificación en un recipiente y terminar de hacerlo en otro.

f) Jabón preformado dispersado en un recipiente y llevar a cabo la terminación en un segundo recipiente.

g) Material graso, preferiblemente ácidos grasos o ácidos de resina, mezclados con una porción del aceite total en un recipiente y el alkali mezclado con el resto del aceite en otro recipiente. Las dos mezclas son luego incorporadas al envase donde se lleva a cabo la saponificación.

2.- FABRICACION EN RECIPIENTE CERRADO.

a) Saponificación llevada a cabo bajo presión y terminar en un segundo recipiente.

b) La saponificación llevada a cabo en un recipiente de presión, dispersión de jabón en un segundo recipiente y enfriar en equipo auxiliar.

PROCESO EN RECIPIENTE ABIERTO.

Probablemente el proceso más sencillo para la fabricación de grasa lubricante es aquél en el que el jabón es hecho en el mismo recipiente en el cual el producto terminado se completa. Esto impone el uso de un solo recipiente para la hechura completa de la grasa y no requiere equipo auxiliar, ya sea para transferir la grasa lubricante parcialmente terminada o para enfriar o moler el lubricante completamente compuesto.

Diferentes procesos pueden ser divididos en etapas y es requerido solamente el equipo más simple cuando todas las etapas son realizadas en los mismos aparatos. Esta es la situación en el uso de un solo recipiente. Las etapas en el caso de fabricación de una grasa lubricante de base de calcio son:

- 1.- Pesar o medir los materiales para la formación de jabón.
- 2.- Mezclar y calentar dicha mezcla de ingredientes para formar jabón.
- 3.- Dispersión del jabón resultante en una porción del aceite total.
(Parte del aceite puede estar presente durante el "paso 2" así que el paso 3 pueda consistir en añadir aceite mientras continúa la agitación y el calentamiento).
- 4.- Hixatación de la mezcla jabón-aceite.
- 5.- Introducción del aceite adicional, cuyo aceite puede actuar como un enfriador o servir para reducir la mezcla a la consistencia deseada. Aditivos o modificantes pueden también ser introducidos en este caso.
- 6.- El enfriamiento, el cual puede ser consumado en el paso 5 o después de ese paso.
- 7.- El llenado de envases o distribución de almacenaje. Este paso incluirá la protección del producto terminado.

Es evidente que todos estos pasos que se han descrito pueden llevarse a cabo en un recipiente. Dicho proceso no es aplicable a todos los tipos de grasas lubricantes, pero este método permitirá la prefabricación de la mayoría de las grasas lubricantes de base de calcio. Sin duda que las grasas lubricantes de otras bases han sido producidas con procedimiento y equipo similar.

El proceso en cuestión está aún más simplificado si se emplea jabón preformado o preparado. Con lo cual el paso 2 es eliminado.

En cualquiera de los dos pasos se puede encontrar favorable -- el enfriamiento de la mezcla final en otro equipo que en el mismo recipiente. Algunos tipos de grasas lubricantes obtendrán la mejor estructura si la cristalización del jabón toma lugar mientras que la masa esté inactiva.

El uso de más de un recipiente en el proceso de grasa lubricante es la práctica más común y es probablemente el método más económico de operación. Los dos recipientes probablemente no serán idénticos en estructura, así que el abastecimiento puede ser hecho por un recipiente, el cual conducirá la saponificación más económicamente y otra que permitirá la dispersión e hidratación de la mejor manera. Así que el recipiente de saponificación puede tener una capacidad mucho más pequeña que la del recipiente en que se termina. Dos etapas en el proceso de fabricación permiten mayor flexibilidad que procedimientos de una sola etapa.

Cuando es usado jabón preformado, uno de los pasos que consumen mayor tiempo en el proceso a presión atmosférica como es la saponificación es eliminado, así que el proceso de jabones prefabricados es generalmente efectuado en un solo recipiente y sin equipo auxiliar.

El proceso por el cual la formación de jabón toma lugar en un recipiente es empleado con limitaciones. Una desventaja de dicho proceso es que ninguna humedad presente en las mezclas reaccionantes o formadas por reacción de ácidos y alkali, permanece en el producto final.

Con muchos tipos de grasas lubricantes dos pasos o más pueden ser requeridos. El primero de estos es el "molido" y el segundo la "deaereación".

Habiendo señalado los diferentes procesos posibles con fabricación en recipiente abierto, sería bueno detallar el procedimiento de fabricación y como dichos procedimientos varían algo con los diferentes tipos de grasas lubricantes.

Primero, sin embargo, como los fabricantes de grasas lubricantes producen una gran proporción de los jabones empleados para espesar los aceites lubricantes, se considerará la saponificación en general.

SAPONIFICACION.

Una gran parte de la uniformidad y economía de la fabricación de grasas lubricantes depende de la reacción de saponificación--- siendo substancialmente completa entre un período razonable de --- tiempo. Las variables que afectan dicha reacción se mencionan más adelante.

La saponificación es una hidrólisis alcalina de ésteres, los--- cuales en este caso son mezclados con triglicéridos de ácidos grasos de alto peso molecular. Mientras que el agua ha sido considerada un pre-requisito para dicha reacción, es muy probable que este compuesto pueda simplemente provocar un contacto más íntimo de los ingredientes reaccionantes, como en los jabones formados en sistemas anhidros para la reacción de sebo o ácidos grasos con dispersiones finamente divididas de varios alcalis en aceite mineral. Como el agua sola, bajo propias condiciones, hidrolizará el sebo, es posible que durante la saponificación una hidrólisis tenga lugar--- principalmente para la combinación de los ácidos grasos resultantes con la base.

Dicha reacción puede tomar lugar en varios pasos, así que el--- primer producto formado es diglicérido, seguido por otra reacción--- posterior para producir un monoglicérido. Finalmente, el monoglicérido reacciona aún con más alcalí así que con la consumación de la saponificación, glycerol y jabón son los productos.

La formación del jabón, por combinación de un ácido greso y un compuesto básico, mientras actúa una neutralización, es también --- considerada como saponificación por la gente en la industria de la

grasa. Dicha reacción resulta en la formación de agua en adición - al jabón. Como casi todos los sebos y aceites grasos ineludiblemente contienen algo de ácidos grasos libres, la neutralización de dichos ácidos grasos sin duda precede la hidrólisis de los sebos, -- así que el resto de la reacción continúa en presencia de ambos, -- agua adicional y algo de jabón. Esto sin duda ayuda a eliminar los ingredientes restantes y así proporciona un contacto más íntimo de los materiales reaccionantes.

Ciertos metales reaccionarán con ácidos grasos para formar jabones, en este caso hidrógeno es producido en adición al jabón. Como el jabón así formado puede ser depositado en la superficie de partículas metálicas, la reacción será impedida. Dicho método de fabricación de jabones para uso en fabricación de grasas lubricantes ha tenido poca aplicación hasta la fecha.

FACTORES QUE AFECTAN LA SAPONIFICACION.

La velocidad y terminación de la saponificación son influenciadas por los siguientes factores:

- a) Temperatura
- b) Concentración de los Ingredientes Reaccionantes
- c) Contacto Íntimo de los Ingredientes Reaccionantes
- d) Fuerza de la Base
- e) Composición de los Sebos y Ácidos Grasos.

La velocidad de la saponificación, como en casi todas las reacciones químicas, aumenta con elevación de la temperatura. Es muy probable que dicha velocidad de reacción no se duplique para cada 10°C . Como se establece que algunas reacciones lo hacen, pero altas temperaturas aceleran la saponificación.

Una vez que la reacción es iniciada, el calor de la reacción - ayudará a promover la terminación. Cuando el agua es introducida con los ingredientes o formada por la reacción, el calor no solamente es usado para volatilizar dicha agua, sino que todo el tiempo que esté presente la mayor parte de humedad la temperatura se elevará muy poco sobre el punto de ebullición del agua. Para retener el agua en el sistema y aún obtener la mayor temperatura desea da los recipientes a presión están previstos para saponificación.

En cualquier reacción química la velocidad es proporcional a la primera potencia o alguna mayor de la concentración molar. Por consiguiente, como la concentración de ambos, sebo y alkali, es reducida al proceder la saponificación, la velocidad de reacción disminuirá. Para mantener tan alta como sea posible una concentración de los ingredientes reaccionantes, se usa la menor cantidad que sea posible de diluyente y también es empleado normalmente exceso de alkali. La concentración que es probablemente el factor más variable de los ya nombrados, tiene una gran influencia sobre la terminación de la reacción.

METODO CONTINUO.

Por medio del método continuo, representado por el conocido "sistema votator" se fabrica en nuestra planta exclusivamente la grasa super chassis. Debido a su sistema de calentamiento y diseño es necesario la introducción del jabón metálico ya formado, en este caso Estearato de Aluminio, encareciendo en esta forma los costos de manufactura.

Descripción del Proceso (ver fig. No. 1)

El Estearato de Aluminio es puesto en unas tolvas colocadas en un nivel superior a los tanques de mezclado donde cae por gravedad y por el vacío que se mantiene dentro de ellas.

Previamente se han cargado con la cantidad y calidad de aceite lubricante filtrado, aquí ocurre la formación del pregel a temperatura ambiente.

Los tanques son descargados por una bomba de engranes a otra de sobrecarga de 24 Kg./cm^2 , presión con la cual entra al calentador votator, éste es de diseño horizontal con raspadores interiores con el objeto de alcanzar altos coeficientes de transmisión de calor. Su sistema de calentamiento es con vapor de agua, aquí el gel adquiere una temperatura entre 160° y 170°C óptimas para su formación. Inseguida el gel es pasado al enfriador votator donde efectúa esta operación con agua a 25°C , hasta alcanzar una temperatura de 60°C aproximadamente, con la cual llega a los tanques de gelación donde es mantenida esta temperatura, quedándose el gel en reposo durante 12 horas, después se pasa por un molino coloidal, se le añade el aditivo requerido y por último se envasa el producto obtenido.

La combinación de los tanques mezcladores y cuatro tanques de gelación, permiten la producción continua.

COMPARACION DE METODOS.

Desafortunadamente muchas personas tienen la falsa idea de que el proceso de Batch es ineficiente, anticuado y pasado de moda. El proceso de Batch todavía tiene su lugar en la industria química y seguirá teniéndolo en el futuro. Generalmente es el primer paso en el desarrollo de procesos, y frecuentemente sigue siendo el preferido si la demanda del producto no es demasiado elevada. En suma -- es más económico para proporciones bajas de producción, teniendo las siguientes ventajas en comparación al sistema continuo:

1o.- Cada operación es separada y no eslabonada, ya que en el sistema continuo acontece lo contrario. Consecuentemente trastornos accidentales o interrupciones no son tan graves.

2o.- El equipo para el proceso de Batch generalmente es más versátil que el equipo continuo. Por lo tanto es más fácilmente alterado y sujeto al cambio de las condiciones del proceso o a un cambio completo en producto si se desea.

3o.- Control preciso en las operaciones por Batch generalmente no es tan importante como el control de las operaciones continuas. Si el proceso se desvía temporalmente de las temperaturas, presiones requeridas, etc., pueden usualmente corregirse sin mucho perjuicio. Sin embargo, en un proceso continuo pueden producirse bastantes cantidades de materiales de calidad inferior bajo las mismas circunstancias.

En oposición a estos argumentos, hay a veces buenas razones para adoptar un proceso continuo, aún cuando el equipo necesario pueda ser complicado o costoso.

Algunas de estas razones comprenden:

1o.- En casos donde productos inestables o intermedios existen, usualmente el proceso continuo dará mejor rendimiento y cali-

dad debido a que su exposición a las condiciones críticas es menor.

20.- Un proceso continuo puede proporcionar apreciable ahorro del equipo en el caso de una reacción invariable la cual despiden o absorbe considerable calor. Bajo estas circunstancias una reacción completa casi puede obtenerse en uno o dos recipientes pequeños operados continuamente con la adición de intercambiadores de calor si es necesario. La relación mayor de superficie a volumen la cual se obtiene en recipientes chicos en comparación con un reactor más grande para sistemas de lote permiten que una cantidad mayor de calor sea transferida por unidad de volumen, incrementándose la velocidad de producción.

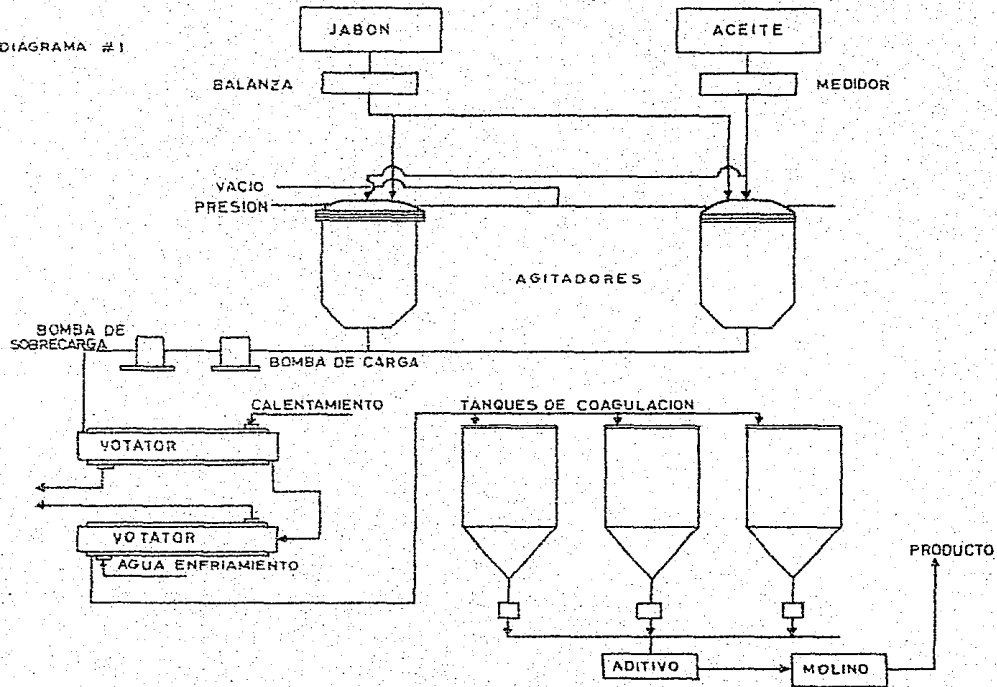
Además, la proporción de calor liberado o absorbido en un proceso de lote es generalmente mucho mayor en el comienzo de la reacción que al final. Consecuentemente en los sistemas por lote los intercambiadores de calor deberán ser dispuestos para operar con la carga mayor, en vez de término medio, como en el proceso continuo.

30.- El control automático del sistema continuo es realizado totalmente con instrumentos estandarizados, mientras que el control en el proceso por el lote es más difícil. El control automático nos proporciona la ventaja de obtener costos de elaboración reducidos y un producto más uniforme.

La diferencia en el caso de instrumentación surge porque cada recipiente o punto de control en un proceso continuo normalmente tiene algún valor variable de procesamiento, tal como pH, temperatura, presión o nivel el cual es mantenido en todo tiempo. Esta es una tarea que usualmente pueda atenderse por instrumentación relativamente simple. Sin embargo, las condiciones en el sistema por lote son diferentes de un momento a otro, no obstante algunas veces se utiliza el control automático, pero normalmente no puede ser equivalente para desviaciones imprevistas de las condiciones deseadas.

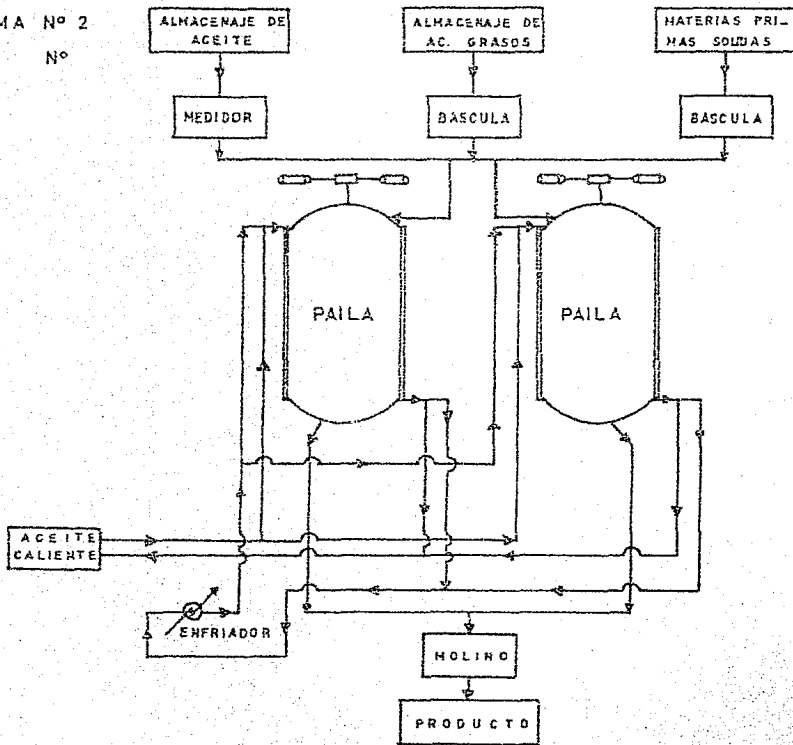
METODO CONTINUO "VOTATOR" PARA LA PRODUCCION DE GRASA.

DIÁGRAMA # 1



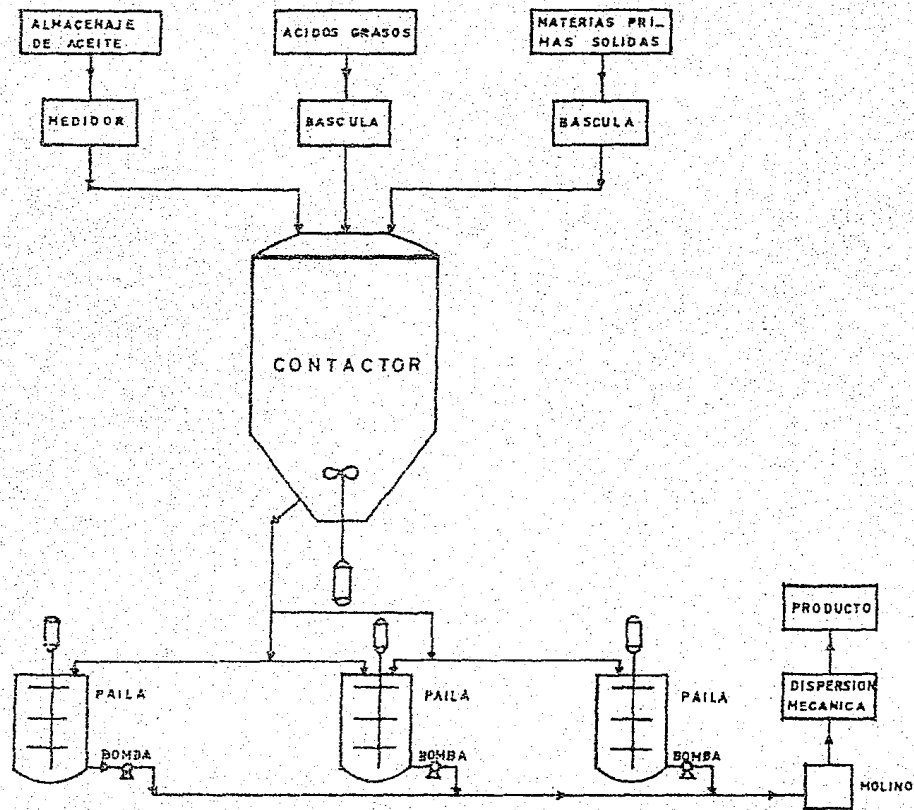
SAPONIFICACION A PRESION Y MEZCLA EN EL MISMO RECIPIENTE

DIAGRAMA Nº 2
FIGURA Nº



COMBINACION DE SAPONIFICACION A PRESION Y PAILAS ATMOSFERICAS

DIAGRAMA N° 3
FIGURA N°



U. N. A. M.

E. N. C. O.

TESIS PROFESIONAL.

LUIS HIDALGO GUERRERO.

VARIABLES Y DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

INVESTIGACION DE GRASAS COMPLEJAS DE CALCIO

Programa que se propone para investigar Grasas Complejas de Calcio.

- 1.- Revisar y seleccionar información disponible existente en libros y revistas Técnicas que posea PEMEX en Ref.- Madero y Arbol Grande.
- 2.- Analizar y seleccionar reactivos.
- 3.- Se determinó hacer un ciclo de pruebas con la finalidad de obtener una grasa compleja con los constituyentes más adecuados para una penetración de - - - - - (296 - 310) (NLGI - 2.5)
- 4.- Se harán pruebas en el laboratorio para comprobar la efectividad aproximada de los reactivos.
- 5.- Con la fórmula encontrada se intentará hacer un lote experimental en escala industrial.
- 6.- Termina investigación preliminar.

AFINACION Y COMPROBACION DE LA FORMULA.

- 7.- Tomando como base las mejores grasas obtenidas en el primer ciclo de pruebas se propone diseñar los experimentos con objeto de determinar las cantidades óptimas de calidad de las grasas investigadas.
- 8.- Se propone diseño estadístico con objeto de poder ejecutar pruebas con fracciones del propio diseño y así abatir el número de pruebas.
- 9.- Selección de las variables de investigación.
- 10.- Análisis de variancia.

11.- Se rechazarán todas las variables que se puedan controlar por la refinación de la técnica experimental confundiendo dentro del ciclo experimental.

12.- Se determinará el error experimental.

13.- Se informará un progreso práctico para observar todas las posibles fallas en la elaboración de una grasa compleja de calcio.

14.- Pruebas físicas que se consideran:

I.- PT_{60}

II.- $PT_{10\ 000 + 60}$

III.- EM_{mm}

IV.- EM_{SR}

V.- EQ_{NH}

VI.- E Lavado_{ww}

VII.- Punto de Goteo

VIII.- Sangrado y Evaporación

IX.- Alcalinidad o Acidez

X.- % de Agua

XI.- Prueba TIMKEN.

15.- Se tomaron 3 fórmulas de resúmenes de patentes de la revista NLGI SPOKESMAN:

a) MATERIAS PRIMAS PRIMER CASO

Acete Mineral.

Acidos grasos de acete de coco.

Cal Hidratada $Ca(OH)_2$

Acido Acético Glacial.
Fenil alfa Naftil amina.

Una grasa elaborada con los ingredientes anteriores debe dar las siguientes propiedades:

Penetración Trabajada a 60 golpes = 380 1/10 mm.
Punto de Fusión = 500°F (260°C)
Pérdida en Water Washout = 3.5 g.
Prueba Timken = 75 lbs.

b) MATERIAS PRIMAS SEGUNDO CASO

Acete Mineral.
Acetato de Calcio.
Cal Hidratada.
Etilido del Acido 12-OH-Esteárico.
Acete de Coco.
Fenil alfa Naftil amina.

Propiedades de la Grasa:

Penetración Trabajada a 60 golpes = 322
Prueba Timken = 75 lbs.

c) MATERIAS PRIMAS TERCER CASO

Acete Mineral.
Acidos grasos de acete de coco.
Etilido del Acido 12-OH-Esteárico.
Cal Hidratada.
Acido Acético Glacial.
Fenil alfa Naftil amina.

Propiedades:

Penetración Trabajada a 60 golpes = 319

16.- Forma en que se llevó a cabo la primera parte del programa.

17.- Propiedades de las materias primas:

Materia Grasa	I de Yodo	I de Sap.	Gravedad Específica.
Acido 12-OH-Estéarico	(1 - 4)	165 - 192	- - - -
Aceite de Ricino H.	(3)	176 - 182	- - - -
Acidos Grasos de Sebo	(30 - 58)	200	- - - -
Sebo de Res	(55)	190	- - - -
Acido Estéarico	(15)	- - -	- - - -
Lanolina	(18 - 36)	90 - 110	- - - -
Brea o Colofonia	(0)	160	- - - -
Aceite de Coco	(6.2 - 10)	253 - 262	- - - -
Acido Oleico	(80)	198.6	.890

Cal Hidratada con una pureza de 90%

Acido Acético Glacial.

Calor de formación del $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 = 358$ Kilo calorías.

Moles de $\text{H}_2\text{O} = 440$

Calor de Solución = + 6.93 a 16°C

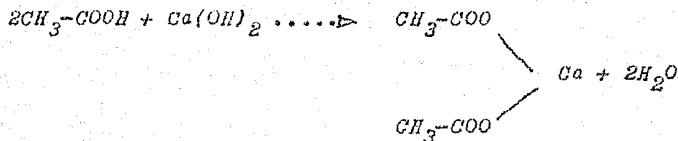
Toxicidad = corresponde al No. 5 en Toxicología Industrial.

CH_3-COOH 5 nivel de toxicidad 17 mg/m^3

NOTA: Debe manipularse con extremo cuidado y de preferencia en recipientes cerrados con extracción de vapores por medio de vacío.

18.- Fórmulas importantes que se deben considerar para el objeto de esta investigación:

2.- Acido Acético + Cal Hidratada



Peso Molecular Acetato de Calcio = 158

Peso Equivalente = 79

19.- Hay 2 teorías para el estudio de las grasas complejas:

a) Teoría de Ammott y Mc. Glennan

Presume la formación de una coordinación.

b) J. Panzer supone haber encontrado que las partículas de jabón se adsorben en los cristales de Acetato de Calcio.

NOTA: Las 2 teorías se intentaron comprobar habiendo demostrado por medio de un análisis estadístico que la reacción química en la que se forma la coordinación es la más probable ya que de otra manera no sería posible obtener una grasa compleja a temperaturas abajo de 200°C.

Sin embargo, con temperaturas mayores de 200 a 250°C se promueve mejor la formación del complejo y el rendimiento se mejora. Se recomienda hacer estudios por difracción con rayos X con un difractómetro Norelco, con lo cual se comprobará la existencia del H₂O que se encuentra en los intersticios del jabón complejo.

INVESTIGACION DE GRASAS COMPLEJAS

FORMULA USADA

Aceite Mineral	38%
Aceite Mineral	39%
Fenil alfa Naftil amina	
Se usará DALPAC	0.3%
Acido Acético	12.50%
Acido 12-OH-Estéarico	6.46%
Cal (80% pureza)	3.64%

ACEITES USADOS

Tanque 151 (Básico Neutro) Nal. 300 Salamanca (Parafínico) 80 IV
 Tanque 148 (Base Nafténica) Nal. Minatitlán.
 Tanque 308 (Base Superchasis) (90-100) Parafínico Salamanca.
 Tanque 152 (Base Superchasis) Nafténico Minatitlán.

INDICE DE SAPONIFICACION

Acido 12-OH-Estéarico	= 192 mg. de KOH/g. de muestra
Temperatura de Fusión	= de 70 a 80°C
Acidos Grasos	= de 221 a 227 mg. KOH/g. de muestra
Aceite de Ricino Hidrogenado	= 180 mg. de KOH/g. de muestra
Sebo de Res	= 195.0 mg. de KOH/g. de muestra
Cal (de 80% de pureza)	

PROPIEDADES DE LOS ACEITES.

	No. 1 Tque. (151)	No. 2 Tque. (148)	No. 3 Tque. (308)	No. 4 Tque. (152)
Gravedad Específica	.696	.697	.907	.941
Flash (Temp. de Inflamación)	238	254	266	246
Temp. de Ignición	278	298	306	368
Viscosidad Saybolt U.				
37.8°C	328	348	1490	1120
54.4°C	150	170	602	410
98.9°C	51	55	96	74
Calor	3	3.5	6.5	5.5

FORMULA USADA.

Acetite Mineral	= 38% Bdsico Neutro
Acetite Mineral	= 39% Nal.300 Salananca (Parafintop) (151)
Fenil alfa Naftil amina (DALPAC)	= 0.3%
Acido 12-OH-Estedrico	= 6.46%
Acido Acético	= 12.6%
Cal (80% Pureza)	= 3.64% + 10% exceso.

CONDICIONES DE OPERACION.

- 1.- Mezclar Acido 12-OH-E + 38% Acetite Mineral + Cal y agitar - 1/2 h.
- 2.- Se calienta la mezcla hasta $T + 130^{\circ}F = 54.44^{\circ}C$ + Acético.
- 3.- Se calienta hasta $T = 310^{\circ}F = 154.44^{\circ}C$ (Mantener 2 hrs. hasta eliminar el agua).
- 4.- Enfriar agregando acetite de tal modo que la temperatura baje a $121.11^{\circ}C = 250^{\circ}F$ velocidad 2° por minuto.
- 5.- Poner 0.3% de DALPAC.
- 6.- Se trabajó a 12 000 golpes por no ser suficiente para moler.

PROPIEDADES

Penetración sin trabajar	= 286
Penetración Trabajada	= 295
Punto de Fusión	= $117^{\circ}C$
% Acidez libre	= 2.8% Oleico
Olor	= Fuertemente acético
Acetite usado	= Tanque 151 Nal.300 Parafínico

NOTA: Se presume que no se formó el complejo por el bajo -- punto de goteo probablemente debido a la acidez.

Lote No. 2 750 g de Grasa Compleja

FORMULA USADA.

Acete Mineral	=	38% Básico Neutro Nal. 300 Salamanca Parafínico.
Acete Mineral	=	39% Tanque 151.
DALPAC	=	0.3%
Acido 12-OH-E	=	6.46%
Acido Acético	=	12.6%
Cal (80% Pureza)	=	3.64% + 10% + 10% Exceso.

CONDICIONES DE OPERACION.

Se siguieron las condiciones de los Incisos 1 al 6.

PROPIEDADES

Penetración sin trabajar	=	258
Penetración Trabajada	=	No sirve
Punto de Fusión	=	138 ^o C
% de álcali	=	0.1%
Olor	=	ligeramente acético
Agua por destilación	=	0

NOTA 1.- Una pequeña alcalinidad no favorece la formación -- del complejo y la estabilidad se destruye.

NOTA 2.- Se agregó agua a la dispersión.

Lote No. 3 750 g de Grasa Compleja

FORMULA USADA.

Acete Mineral	=	38%	Tanque 148 Nal. 300 Minatitlán Narténtico.
Acete Mineral	=	39%	
Fenil alfa Naftil amina (DALPAC)	=	0.3%	
Acido 12-OH-Estérrico	=	6.46%	
Acido Acético	=	12.6%	

Cal (80% Pureza) = 3.64% + 10% Exceso.

CONDICIONES DE OPERACION.

- 1.- Las mismas condiciones de los Incisos 1 al 6.
- 2.- Se modificó la temperatura final de proceso $T = 260^{\circ}\text{C} = 500^{\circ}\text{F}$.
- 3.- Se agregó balance de aceite caliente $T = 80^{\circ}\text{C}$.
- 4.- Se agregó 1.5% de agua.

PROPIEDADES.

Penetración sin trabajar = 321
Penetración Trabajada = 350
Punto de Fusión = mayor que 250°C
% Acidez = 0.564 y 0.588 12-OH-E.

NOTA: Se obtuvo una masa infusible.

Lote No. 4 750 g de Grasa Compleja

FORMULA USADA.

Aceite Mineral = 38%
(308) Base superchasis (90-100) Parafí
Aceite Mineral = 39% nica Salamanca.
Fenil alfa Naftil amina (DALPAC) = 0.3%
Acido 12-OH-Estedrico = 6.46%
Acido Acético = 12.6%
Cal (80% Pureza) = 3.64 sola + 3 g de agua.

CONDICIONES DE OPERACION.

- 1.- Las mismas condiciones de los Incisos 1 al 6, sólo se cambia el Inciso (3) $T = 200^{\circ}\text{C}$.

PROPIEDADES

Penetración sin trabajar	250
Penetración Trabajada (12,000)	= 356
Punto de Fusión	= mayor que 210°C
% Acidez	= 1.55

NOTA: Se formó el complejo sólo que la grasa obtenida fue poco estable al trabajado (Motor Mattc), apariencia grumosa.

Lote No. 5 750 g de Grasa Compleja

FORMULA USADA.

Aceite Mineral = 38%	(308) Base Superchasis Parafínico Salamanca.
Aceite Mineral = 39%	
Fenil alfa Naftil amina (DALPAC) = 0.3%	
Acido 12-OH-Esteárico = 6.46%	
Acido Acético = 12.6%	
Cal (80% Pureza) = 3.64% + 10% + 10% Exceso.	

CONDICIONES DE OPERACION

- 1.- Incisos (1) al (6) igual sólo que se cambia Inciso (3) - - -
 $T = 230^{\circ}\text{C}$.
- 2.- El balance aceite se calienta = 80° llevó a $T = 130^{\circ}\text{C}$.

PROPIEDADES

Penetración sin trabajar	= No geló
Penetración Trabajada	= " "
Punto de Fusión	= " "
% de álcali	= 0.04

NOTA 1.- El 10% (2) se agregó cuando ya se tenía la temperatura $T = 54.44$ habiendo encontrado que no geló.

NOTA 2.- Presenta pequeños gránulos sensibles al tacto.

Lote No. 6 750 g de Grasa Compleja

FORMULA USADA.

Acete Mineral = 38%
(308) Base Superchasis Parafínico Salamanca.
Acete Mineral = 39%
Fenil alfa Naftil amina (DALPAC) = 0.3%
Acido 12-OH-Esteárico = 6.46%
Acido Acético = 12.6%
Cal (80% Pureza) = 3.64% + 10% Exceso.

CONDICIONES DE OPERACION.

- 1.- De los Incisos 1 al 6 igual. El Inciso 5 se calentó acete = 80°C + DALPAC.
- 2.- Termina agitando 1/2 hr.

PROPIEDADES.

Penetración sin trabajar = 339
Penetración Trabajada = Pasada
Punto de Fusión = 120°C
% Alkali = 0 = Neutras
% de agua destilada = 0

Lote No. 7 750 g de Grasa Compleja

FORMULA USADA.

Acete Mineral = 38%
(308) Base Superchasis Parafínico Salamanca.
Acete Mineral = 39%
Fenil alfa Naftil amina (DALPAC) = 0.3%
Acido 12-OH-Esteárico = 6.46%

Acido Acético = 12.6%
Cal (80% de Pureza) = 3.64% + 10% + 10% Exceso.

CONDICIONES DE OPERACION.

1.- Del Inciso 1 al 6 igual.

PROPIEDADES.

Penetración sin trabajar = 262
Penetración Trabajada = 376
Punto de Fusión = 235°C
% de acidez = 0.42

NOTA: Se observa que la estabilidad mecánica es mala, sin en
bargo, el complejo se formó bien.

PARA 750 g DE GRASA COMPLEJA

(BASE CALCIO)

No. de Prueba	PST	PT	Acidez	Alca li	Punto Fusión	Form. de Complejo	Tem. de Proceso
1	286	295	2.8%	-	117°C	N. F. C.	154°C
2	258	pasa da.	-	0.1	138°C	N. F. C.	154°C
3	321	350	0.564	-	250°C	S. F. C.	260°C
4	250	352	1.55	-	210°C	S. F. C.	200°C
5	No geló	No geló	-	0.04	No geló	N. F. C.	230°C
6	339	pasa da.	Neu tra.	Neu- tra.	120°C	N. F. C.	154.44°C
7	262	376	0.42	-	235°C	S. F. C.	154.44°C

P. S. T. = Penetración sin Trabajar.

P. T. = Penetración Trabajada.

N. F. C. = No se formó Complejo.

S. F. C. = Se formó Complejo.

NOTA:- En todos los Lotes, el tiempo total de operación
fué de 10 hrs. 20 mins.

A N A L I S I S D E V A R I A N C I A .

ORDEN DE EXPERIMENTACION.

$a_0 b_0 c_0 d_0 e_0$

$a_0 b_0 c_0 d_0 e_1$

$a_0 b_0 c_0 d_1 e_0$

$a_0 b_0 c_0 d_1 e_1$

$a_0 b_0 c_1 d_0 e_0$

$a_0 b_0 c_1 d_0 e_1$

$a_0 b_0 c_1 d_1 e_0$

$a_0 b_0 c_1 d_1 e_1$

$a_0 b_1 c_0 d_0 e_0$

$a_0 b_1 c_0 d_0 e_1$

$a_0 b_1 c_0 d_1 e_0$

$a_0 b_1 c_0 d_1 e_1$

$a_0 b_1 c_1 d_0 e_0$

$a_0 b_1 c_1 d_0 e_1$

$a_0 b_1 c_1 d_1 e_0$

$a_0 b_1 c_1 d_1 e_1$

$a_1 b_0 c_0 d_0 e_0$

$a_1 b_0 c_0 d_0 e_1$

$a_1 b_0 c_0 d_1 e_0$

$a_1 b_0 c_0 d_1 e_1$

$a_1 b_0 c_1 d_0 e_0$

$a_1 b_0 c_1 d_0 e_1$

$a_1 b_0 c_1 d_1 e_0$

$a_1 b_0 c_1 d_1 e_1$

$a_1 b_1 c_0 d_0 e_0$

$a_1 b_1 c_0 d_0 e_1$

$a_1 b_1 c_0 d_1 e_0$

$a_1 b_1 c_0 d_1 e_1$

$a_1 b_1 c_1 d_0 e_0$

$a_1 b_1 c_1 d_0 e_1$

$a_1 b_1 c_1 d_1 e_0$

$a_1 b_1 c_1 d_1 e_1$

CUADROS DE RESPUESTA DE DATOS EXPERIMENTALES.
PENETRACION EN 1/10 mm. A O 60 Y 10000 + 60 GOLPES.

a_0	b_0	c_0	0	60	10000 + 60	a_1	b_0	c_0	0	60	10000 + 60
	d_0	e_0	213	234	316		d_0	e_0	215	235	304
	d_0	e_1	233	256	314		d_0	e_1	218	257	324
	d_1	e_0	224	247	316		d_1	e_0	233	238	310
	d_1	e_1	234	249	310		d_1	e_1	245	269	322
a_0	b_0	c_1				a_1	b_0	c_1			
	d_0	e_0	213	225	307		d_0	e_0	207	225	264
	d_0	e_1	214	229	320		d_0	e_1	215	231	311
	d_1	e_0	240	259	318		d_1	e_0	220	249	315
	d_1	e_1	224	251	322		d_1	e_1	266	273	328
a_0	b_1	c_0				a_1	b_1	c_0			
	d_0	e_0	172	193	284		d_0	e_0	167	193	269
	d_0	e_1	184	189	270		d_0	e_1	178	198	284
	d_1	e_0	182	191	264		d_1	e_0	176	200	267
	d_1	e_1	177	203	262		d_1	e_1	163	196	261
a_0	b_1	c_1				a_1	b_1	c_1			
	d_0	e_0	165	200	260		d_0	e_0	223	247	309
	d_0	e_1	187	202	273		d_0	e_1	193	247	304
	d_1	e_0	191	199	266		d_1	e_0	193	215	264
	d_1	e_1	184	209	269		d_1	e_1	193	235	298

TABLA No. 1. PENETRACION EN 1/10 mm. A 0 GOLPES.

	a_0		a_1	
	c_0	c_1	c_0	c_1
b_0	227 (1)	222.7 c	225.2 a	227.2 ac
b	178.7 b	186.7 bc	171.0 ab	200.2 abc

$P = \frac{1}{10}$ mm. 0 golpes.	(1)	(1)	(2)	(3)	S.C.	D.C.	
1	()	227	452.2	801.9	1638.7	-	-
2	a	225.2	349.7	836.8	8.5	74.25	9.03
3	b	178.7	449.9	-9.5	-165.5	27,390.	3423.8
4	ab	171.0	386.9	18.0	3.1	9.61	1.20
5	c	222.7	-1.8	-102.5	34.9	1218.01	152.25
6	ac	227.2	-7.7	-63.0	27.5	756.25	94.53
7	bc	186.7	4.5	-5.5	39.5	1560.25	195.63
8	abc	200.2	13.5	-9.0	14.9	222.01	27.75

ANALISIS DE VARIANCIA DE LA TABLA No. 1

EFECTO	DIF. CUADRADO	g.l.	VARIANCIA	F	PROBEMIO DE SEGURIDAD
A	9.03	1	9.03	0.62	$\alpha > 0.5$ — 100%
B	3423.82	1	3423.82	239.00	$0.005 > \alpha$ — 99.5%
C	152.25	1	152.25	10.50	$0.05 < \alpha < 0.1$ — 95%
AB	1.20	1	1.20	—	—
AC	94.53	1	94.53	6.60	$0.10 < \alpha < 0.25$ — 90%
BC	195.63	1	195.63	13.30	$0.10 < \alpha < 0.25$ — 95%
ABC	27.75	1	27.75	—	—

ERROR = 14.35 2 g.l.

TABLA No. 2 PENETRACION EN 1/10 mm. A 60 GOLPES.

	a_0		a_1	
	c_0	c_1	c_0	c_1
b_0	246.5 (1)	241.0 c	249.7 a	244.5 ac
b	194.0 b	202.5 bc	196.7 ab	236.0 abc

$\frac{1}{10}$ mm.

		(1)	(2)	(3)	S.C.	C.D.	
1	(1)	246.5	496.2	886.9	1810.9	-	-
2	a	249.7	390.7	924.0	42.9	1840.41	230.05
3	b	194.0	485.5	5.9	-152.5	23,256.25	2967.05
4	ab	196.7	438.5	37.0	29.5	870.25	108.08
5	c	241.0	3.2	-105.5	37.1	1376.41	172.05
6	ac	244.5	2.7	-47.0	31.1	567.21	126.90
7	bc	202.5	3.5	-0.5	55.5	3422.25	427.78
8	abc	236.0	33.5	30.0	30.5	930.25	116.28

ANALISIS DE VARIANCIA DE LA TABLA No. 2.

EFEECTO	DIF. CUADRADO	g.l.	F	PROMEDIO DE SEGURIDAD
A	230.05	1	2.06	$0.5 > \alpha > 0.25$
B	2967.05	1	26.40	$0.05 > \alpha > 0.025$
C	172.05	1	1.53	$0.5 > \alpha > 0.25$
AB	108.08	1	—	
AC	126.90	1	1.12	$0.5 > \alpha > 0.25$
BC	427.78	1	3.81	$0.25 > \alpha > 0.1$
ABC	116.28	1	—	

ERROR = 112.18 2 g.l.

TABLA No. 3

ESTABILIDAD MECANICA EN %

	a_0		a_1		S.C.	C.D.	
	c_0	c_1	c_0	c_1			
b_0	27.3 (1)	29.8 (c)	26.3 a	26.8 ac			
b	38.9 b	31.9 bc	37.9 ad	24.7 abc			
	% E	(1)	(2)	(3)			
1	(1)	27.3	53.6	130.4	243.6	-	-
2	a	26.3	76.8	113.2	-12.2	148.84	18.60
3	b	38.9	56.6	-2.0	23.2	538.24	67.28
4	ab	37.9	56.6	-10.0	-4.2	17.64	2.20
5	c	29.8	-1.0	23.2	-17.2	295.84	36.98
6	ac	26.8	-1.0	0	-8.2	67.24	8.40
7	bc	31.9	-3.0	0	-23.2	538.24	67.28
8	abc	24.7	-7.2	-4.2	-4.2	17.64	2.20

ANALISIS DE VARIANCIA DE LA TABLA No. 3.

EFEECTO	DIF. CUADRADO	g.l.	F	
A	18.6	1	8.45	$0.25 > \alpha > 0.1$
B	67.28	1	30.50	$0.05 > \alpha > 0.025$
C	36.98	1	16.70	$0.1 > \alpha > 0.05$
AB	2.20	1	---	
AC	8.40	1	3.82	$0.25 > \alpha > 0.1$
BC	67.28	1	30.50	$0.05 > \alpha > 0.025$
ABC	2.20	1	---	
ERROR = 2.2		2 g.l.		

TABLA No. 4 PRUEBA DE BALEROS % DE SEPARACION.

	a_0	a_1		
	c_0	c_1	c_0	c_1
b_0	7.27 (1)	3.25 c	11.05 a	8.84 ac
b	0.80 b	2.85 bc	0.97 ab	1.20 abc

		% S	(1)	(2)	(3)	S.C.	G.D.
1	(1)	7.27	18.32	20.09	36.23	-	-
2	a	11.05	1.77	16.14	7.89	62.25	7.70
3	b	0.80	12.09	3.95	-24.59	645.16	80.64
4	ab	0.97	4.05	3.94	-10.85	127.69	15.96
5	c	3.25	3.78	-16.55	-3.95	15.60	1.95
6	ac	8.84	0.17	-8.04	-0.01	0	0
7	bc	2.85	5.59	-3.61	8.51	72.42	9.05
8	abc	1.20	-1.65	-7.24	-3.63	13.17	1.64

ANALISIS DE VARIANCIA DE LA TABLA No. 4.

EFECTO	DIF. CUADRADO	g.l.	F	
A	7.70	1	9.36	$0.05 < \alpha < 0.1$
B	80.64	1	97.80	$0.01 < \alpha < 0.05$
C	1.95	1	2.36	$0.1 < \alpha < 0.25$
AB	15.96	1	19.30	$0.05 < \alpha < 0.025$
AC	0	1	—	
BC	9.05	1	11.00	$0.05 < \alpha < 0.1$
ABC	1.64			

ERROR = 0.8235 2 g.l.

TABLA No. 5

ESTABILIDAD AL SANGRADO A 100 Y 50 HORAS EN %.

	a_c		a_1	
	c_0	c_1	c_0	c_1
b_0	12.2 (1)	30.2 c	20.6 a	26.46 ac
b	1.07 b	1.69 bc	18.3 ab	12.7 abc

ANALISIS DE VARIANCIA DE LA TABLA No. 5.

EFEECTO	DIF. CUADRADO	g.l.	F	
A	135.36	1	13.7	$0.1 > \alpha > 0.05$
B	488.18	1	49.5	$0.025 > \alpha > 0.01$
C	23.86	1	2.35	$0.5 > \alpha > 0.25$
AB	85.07	1	8.61	$0.25 < \alpha < 0.1$
AC	46.60	1	4.72	$0.25 < \alpha < 0.1$
BC	15.39	1	1.5	$0.5 > \alpha > 0.25$
ABC	4.38	1	—	

$E = ERROR = 9.889 \quad 2 \text{ g.l.}$

$$E = \text{ERROR} = 9.689 \quad 2 \text{ g.l.}$$

Se escogen las interacciones más pequeñas para encontrar nuestro error. En este caso:

$$BC + ABC = 15.39 + 4.38 = 19.77$$

este error se basa en 2 g.l., de donde tenemos:

$$\frac{19.77}{2} = 9.88 = E.$$

A.- F calculada se obtiene dividiendo Diferencia de Cuadrado entre Error.

$$\frac{135.26}{9.88} = 13.7$$

B.-

$$\frac{488.18}{9.88} = 49.5$$

C.-

$$\frac{23.86}{9.88} = 2.35$$

PRUEBA DE SIGNIFICACION.

para:

0.1

A 1 y 2 g.l. se obtiene F tabulada en tabla de distribución.

$$F_{\text{tab.}} = 8.53$$

$$\text{si } 13.7 = \alpha$$

0.05

$$A 1 \text{ y } 2 \text{ g.l. } F_{\text{tab.}} = 18.5$$

De donde:

$$95 > \alpha > 90$$

$$18.5 > 13.7 > 8.53$$

TABLA COMPARATIVA DE SIGNIFICACION (α en %)

FACTOR	P. A 1/10 mm O GOLPES	P. A 1/10 mm 60 GOLPES	ESTABILIDAD MECANICA EN %	PRUEBA BALEROS % DE SEPARACION	ESTABILIDAD AL SANGRADO EN %
A	70%	75 > α > 50	90 > α > 75	95 > α > 90	95 > α > 90
B	99.5%	97.5 > α > 95	97.5 > α > 95	99 > α > 97.5	99 > α > 97.5
C	95 > α > 90	75 > α > 50	95 > α > 90	90 > α > 75	75 > α > 50
AB	—	—	—	97.5 > α > 95	95 > α > 90
AC	90 > α > 75	75 > α > 50	90 > α > 75	—	90 > α > 75
BC	95 > α > 90	90 > α > 75	97.5 > α > 95	95 > α > 90	—
ABC	—	—	—	—	—
	TABLA 1	TABLA 2	TABLA 3	TABLA 4	TABLA 5

C O N C L U S I O N E S .

CONCLUSIONES DE LA TABLA I

- 1.- Del análisis de variancia se obtiene una comprobación de la hipótesis de que el ácido acético es el que ejerce mayor acción en la obtención de una Grasa Compleja, confirmando con 99.5% de seguridad.
- 2.- Se nota que el porcentaje de ácido acético marca la diferencia en consistencia con 99.5% de seguridad. La penetración a 0 golpes es igual a 178.7; es decir, se obtienen grasas más consistentes.
- 3.- El ácido acético cuando se usa con 9% de ácido graso, tiene mayor efecto en el punto de goteo de las grasas lubricantes.
- 4.- La temperatura de proceso se encontró que es de 220°C para obtener el complejo anhidro.
- 5.- Se demostró la hipótesis de la formación de un jabón complejo por una coordinación, habiendo obtenido una grasa de características adecuadas dentro del diseño, a una temperatura de proceso de 180°C. Sin embargo, esto significó aumentar el tiempo de elaboración de la grasa.
- 6.- El aceite Base Parafínico demostró actuar mejor con 9% de ácido graso y 10% de ácido acético. Con 95% de seguridad se afirma que se obtienen grasas complejas de mejor estabilidad que usando aceite Base Nafténico.
- 7.- El ácido acético se interacciona con el aceite Base Parafínico con 95% de seguridad y $P = 186$ a 1/10 mm. Se afirma que es un medio dispersante mejor.
- 8.- La prueba de Estabilidad al Sangrado depende de la relación de ácido graso a ácido acético. Con 95% de seguridad-

se afirma que el 10% de ácido acético y el 9% de ácido graso producen grasas complejas que tienen menor sangrado.

- 9.- La prueba de Balsros comprueba tienen importancia para su configuración más efectiva A, B y C. Predominando B con 97.5% de seguridad; A con 95% y C con 90%.
- 10.- El aceite Base Nafténico da grasas menos consistentes aunque la diferencia solo es de 29 a 1/10 mm. Por este motivo se concluye que el mejor aceite es el Base Parafínico Salamanca para obtener grasas complejas de excelente calidad.
- 11.- La Penetración está en relación inversa del por ciento de ácido graso; es decir, la consistencia mejora con el por ciento de ácido graso. Ver tablas 1, 4 y 5.
- 12.- A Penetraciones menores de 240 a 1/10 mm., da lo mismo usar aceite Base Parafínico que Base Nafténico.
- 13.- La Estabilidad Mecánica es función inversa del por ciento de ácidos grasos y del ácido acético.
- 14.- El aceite Base Nafténico da una mejor Estabilidad Mecánica para 10% de ácido acético. Ver tabla No. 3.
- 15.- La mejor Estabilidad al Trabajo es Balsros la da el aceite de Base Parafínico. Ver tabla No. 4.
- 16.- Las grasas complejas tienen Punto de Fusión mayor a 250°C y en Estabilidad al Sangrado las de Base Parafínico con 10% de ácido acético sangran menos. Ver tabla No. 5.
- 17.- Se adjunta cuadro comparativo de significación.
- 18.- Las Temperaturas de Proceso más importantes son:
Temperatura de formación del acetato de calcio 40 a 60°C; a 62°C se efectúa evaporación instantánea del ácido acético.

Temperatura de digestión de los cristales de acetato - de 75°C.

Temperatura de Saponificación 110 - 120°C.

Temperatura de eliminación de agua de 120 - 176°C.

Temperatura de promoción de complejo de 176°C, se obtiene el complejo con acetato de calcio monohidratado.

Temperatura de 200°C, se obtiene el complejo con acetato de calcio 1/2 hidratado.

Temperatura de 220 - 250°C, se obtiene el complejo con acetato de calcio anhidro.

Algunos investigadores indican que para lograr el complejo anhidro, se debe trabajar a 250°C y a temperaturas más altas.

19.- Se formaron 3 tipos diferentes de complejos:

1/2 Hidrato, Monohidrato y Anhidro.

20.- Por refinación de la Técnica Experimental se determinaron las mejores condiciones de proceso de acuerdo con el diseño.

21.- Se programó investigación futura para mejorar las condiciones de Extremá Presión de las Grasas Complejas para usos especializados en Altos Hornos e Industria Vidriera.

22.- Grasas recomendadas:

	Sebo de Res Regional.		Ac. 12-OH-E.	
% de jabón	= 15%	16.7%	16%	19.2%
Aceite	= B.Parajínico	B.Nafténico	B.Para.	B.Naft.
Penetración a 60 golpes y 25°C	= 384	377	330	293
Penet. a 10000 + 60 y 25°C	= 308	350	343	309
Estabilidad Mecánica.	= 1.04	-7.2	3.95	-5.4

Apariencia	= Tersa Bte. Tersa opaca Tersa Bte. T.Bte.			
Color	= Café Café verdosa Café Café			
Olor	= Ligero acet. Ligero Acet. Lig.Acet. Lig.Ac.			
Sangrado 50 -- hrs a 100°C	= 13.816	7.744%	10.173	6.921
Volatilidad -- 50 hrs a 100°C	= 0.557	1.806%	0.297	.542
Punto de Fusión	= 250°C	250°C	250°C	266°C
Prueba TIMKEN	= no pasa	no pasa	pasa 30	pasa 45

CONSUMO NACIONAL DE LAS GRASAS LUBRICANTES.

En la gráfica No. 3 se muestra gráficamente la cantidad de grasas lubricantes que nuestro País consume, relacionando también la Producción Nacional y el consumo global de las grasas lubricantes que México importa.

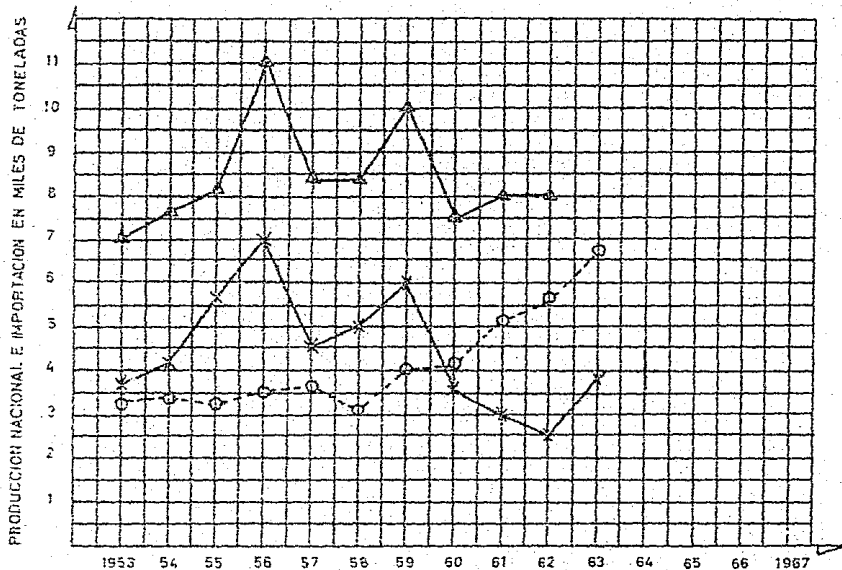
GRAFICA N°_3

DEMANDA DE GRASAS LUBRICANTES.

- PRODUCCION NACIONAL (1)
- x---x---x IMPORTACION (2)
- △---△---△ PRODUCCION NACIONAL + IMPORTACION.

1- DATOS TOMADOS DE LOS REPORTES DE PRODUCCION DE LA REFINERIA "ARBOLE GRANDE" Y GUAFANCIA DE REFINERIAS DE "PEMEX"

2- DATOS TOMADOS DEL ANUARIO ESTADISTICO DE COMERCIO EXTERIOR DE LA SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO.



TABULACION DE RESULTADOS. (GRAFICA No. 4)

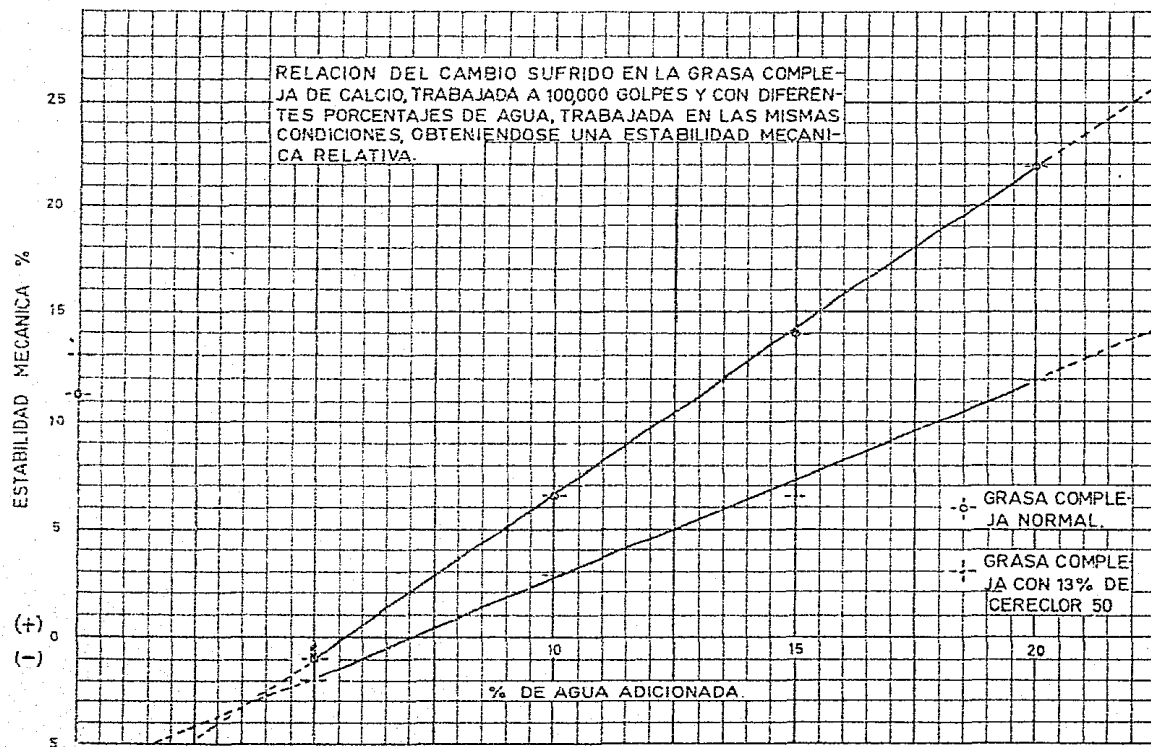
GRASA COMPLEJA DE CALCIO:

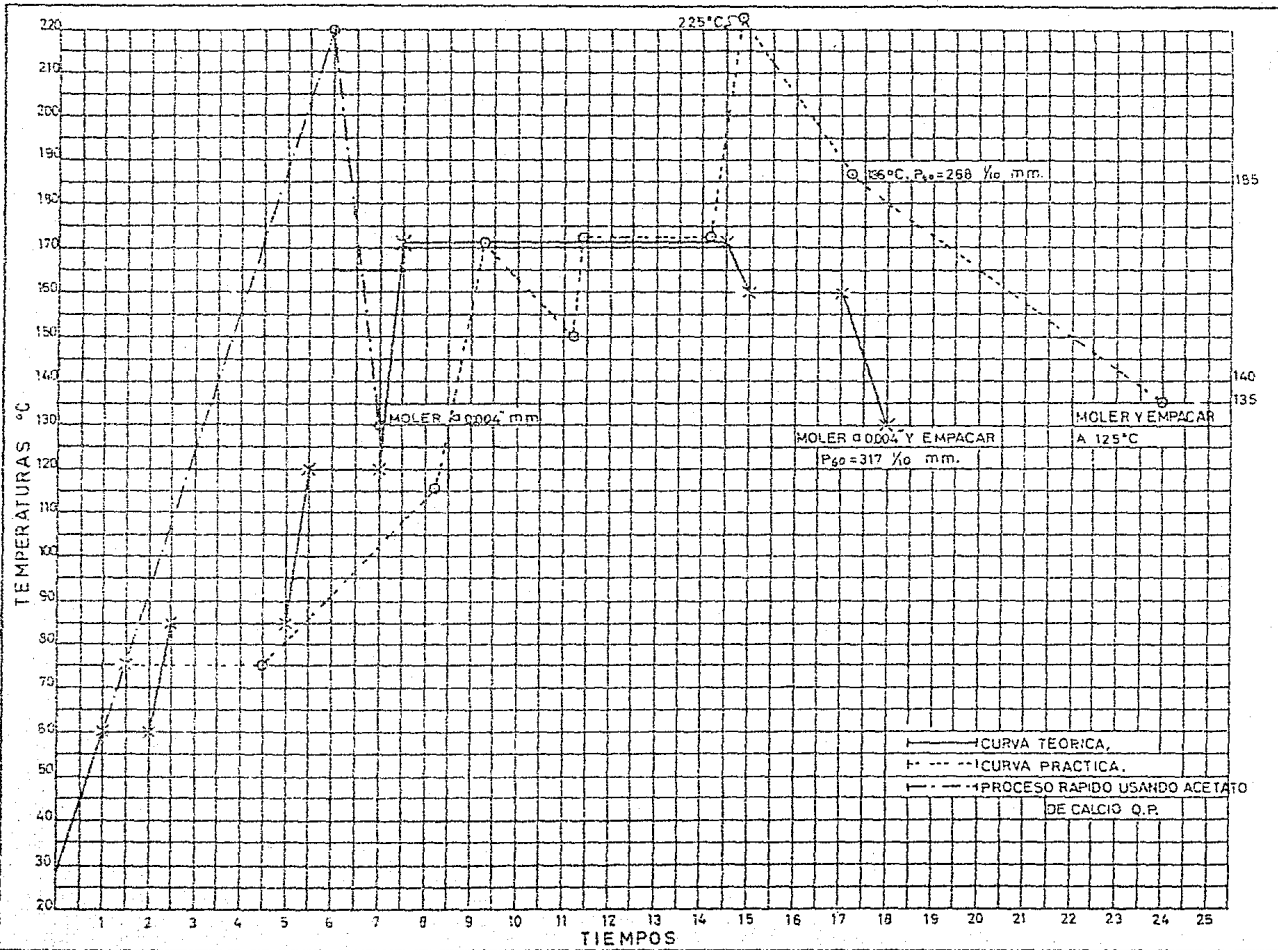
PENETR.	60	P. @ 10 ⁵	% EST. MEC.	% H ₂ O ADIC.	P. @ 10 ⁵	EST. MEC. ₂	P. TIMKEN
259		288	11.2	0	288		PASA 20 LBS.
				5	285	-1.04	
				10	307	6.6	
				15	328	13.8	
				20	351	21.8	NO PASA 20 LBS.

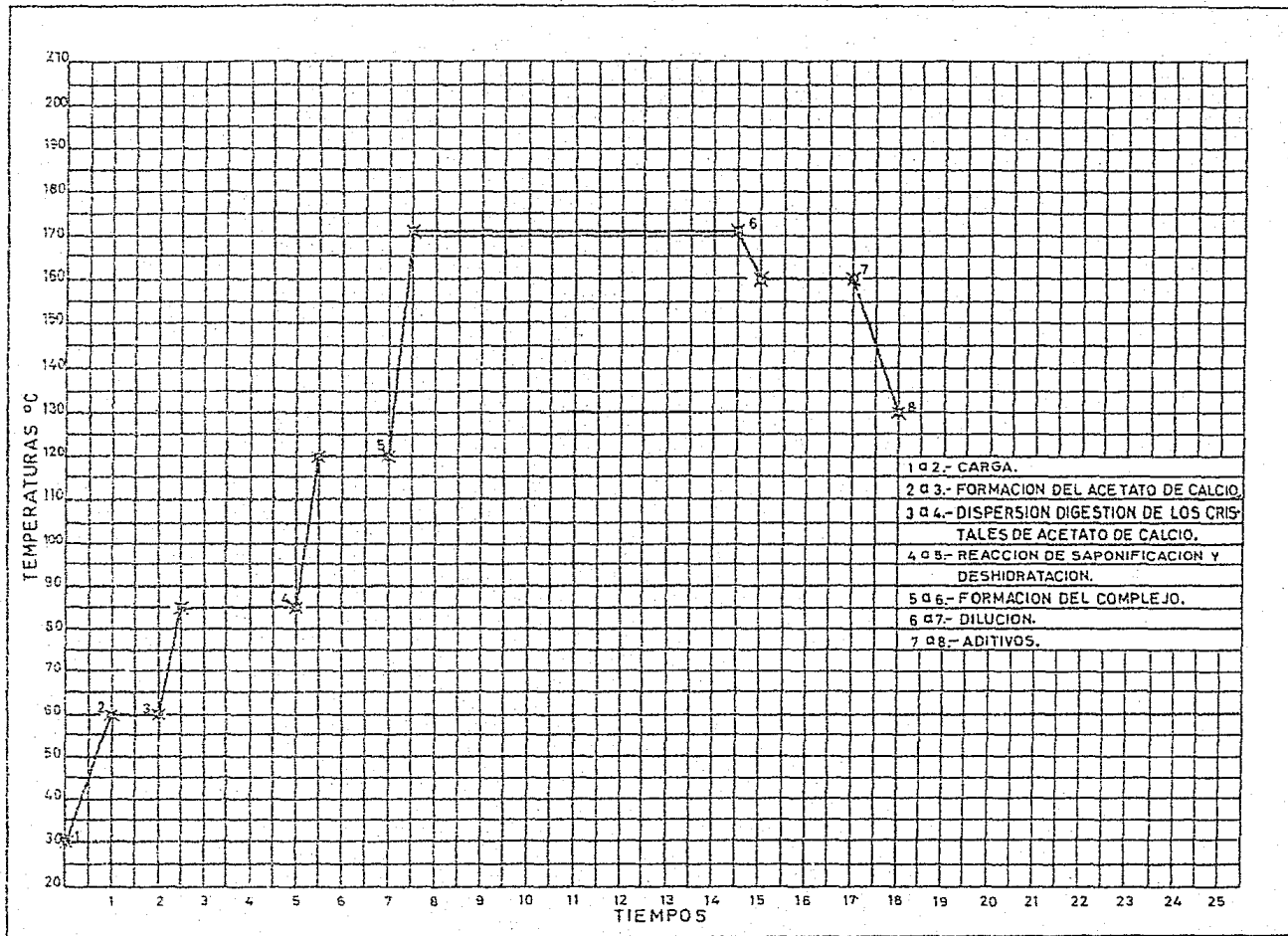
GRASA COMPLEJA DE CALCIO + 13% CERECLOR 50.

284		321	13.0	0	321		PASA 40 LBS.
				5	315	-1.87	
				10	330	2.8	
				15	342	6.5	
				20	359	11.8	NO PASA 40 LBS.

GRAFICA N°. 4

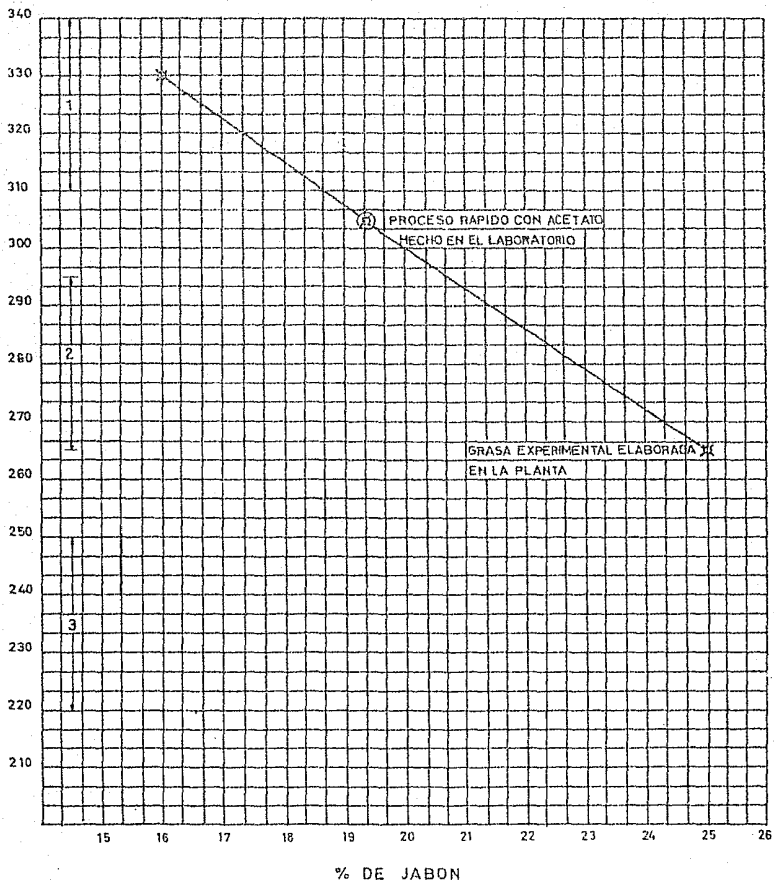


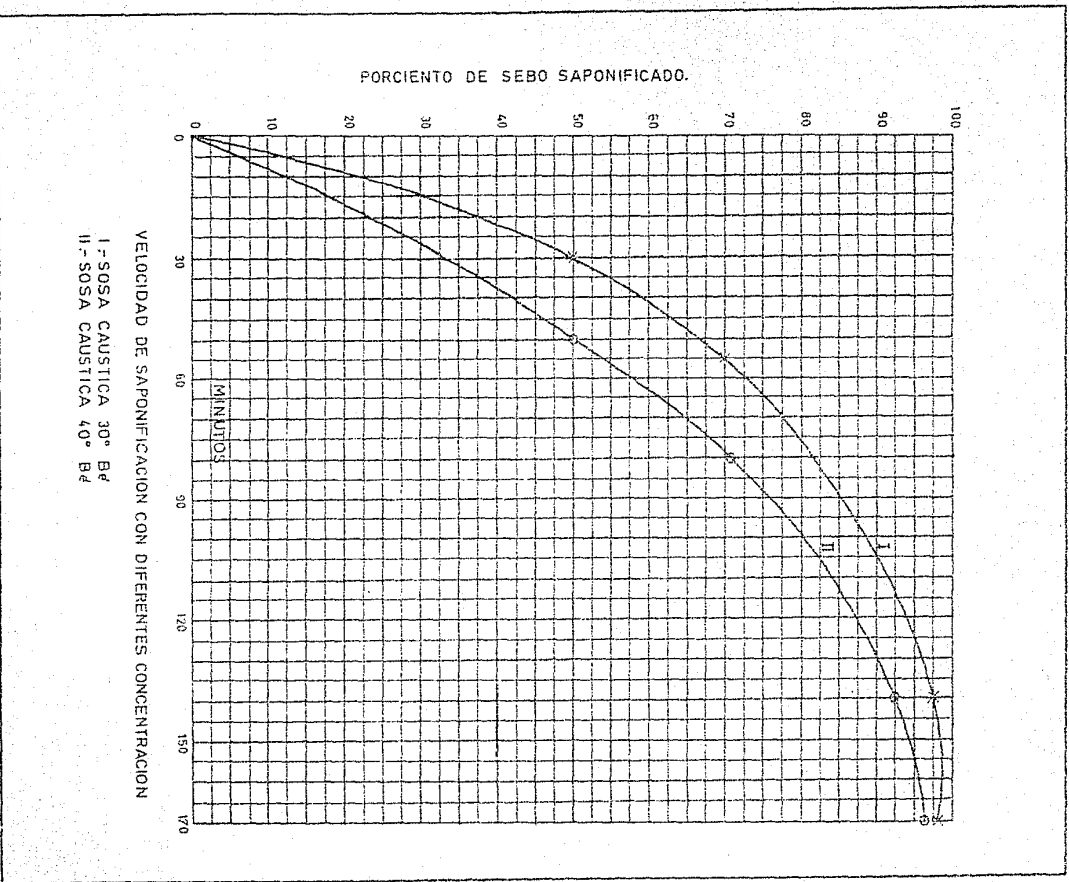


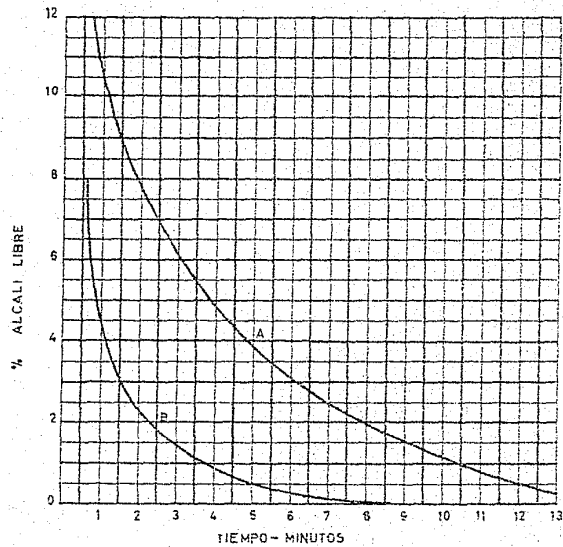


◇ 384 SEBO DE RES 15 % JABON

◇ 377 SEBO DE RES 16.3 % JABON







EFFECTO DEL TIPO DE SOSA EN TIEMPO DE SAPONIFICACION (Ind. Eng. Chem.)

A.- SOSA EN POLVO.

B.- SOSA CRISTALIZADA.

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

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

- 1.- THE DESIGN AND ANALYSIS OF INDUSTRIAL EXPERIMENTS.
DAVIES L. O.
Oliver and Boyd Hafner Publishing Company, Inc.

- 2.- THE DESIGN OF EXPERIMENTS.
R. A. FISHER F. R. S.
Oliver and Boyd.

- 3.- TABLES FOR STATISTICIANS.
ARKIN H. COLTON R.
Barnes and Noble, Inc.

- 4.- METODOS ESTADISTICOS APLICADOS A LA INVESTIGACION Y
A LA PRODUCCION.
OWEN L. DAVIES.
Aguilar, Madrid.

- 5.- AN INTRODUCTION TO THE THEORY OF EXPERIMENTAL DESIGN.
D. S. FINNEY.
The University of Chicago Press.

- 6.- STATISTICAL ANALYSIS IN CHEMISTRY AND THE CHEMICAL
INDUSTRY.
CARL A. BENNETT Y NORMAN L. FRANKLIN.
John Wiley and Sons, Inc. New York.

- 7.- THEORY AND PROBLEMS OF STATISTICS.
MURRAY R. SPIEGEL.
Schaum Publishing Co. New York.

- 8.- MATHEMATICS FOR PHYSICS AND MODERN ENGINEERING.
SOKOLNIKOFF I.S., RED HEMPER R.H.
Mc Graw-Hill Book Co.
- 9.- MANUFACTURE AND APPLICATION OF LUBRICATING GREASES.
C.J. BONER.
Reinhold Publishing Corp.
- 10.- LUBRICATING GREASES THEIR MANUFACTURE AND USE.
E.H. KLEMGARD.
Reinhold Publishing Corp.
- 11.- REVISTAS DEL "NATIONAL LUBRICATING GREASE INSTITUTE"
(NLGI) 1950 - 1964.
- 12.- ADDITIVES IN LUBRICANTS.
P. KALLIL.
Texaco, Inc.
- 13.- MANUALES DE "A.S.M.E." Y "A.S.T.M."
- 14.- MANUAL DEL INGENIERO QUIMICO
JOHN H. PERRY.
U.T.E.N.A. México.