

J. H. Capaccioli, E. A. Douce
y L. H. Erlijman

ANALISIS DE METALES EN ACEITES LUBRICANTES

Determinación de estaño por espectroscopía
de absorción atómica

DICIEMBRE 1975

ANALISIS DE METALES EN ACEITES LUBRICANTES

Determinación de estaño por espectroscopía de absorción atómica

1. Introducción

La determinación de metales en aceites lubricantes se utiliza como criterio sobre la condición de la máquina y para prevenir daños a motores y mecanismos; permite un conocimiento anticipado del desgaste de piezas u otras fallas. Para este propósito se han aplicado métodos de espectrografía o de espectrometría de lectura directa y, más recientemente, de espectroscopía de absorción atómica. En este informe se indica la utilización de esta última técnica para la determinación de estaño; con una llama de óxido nitroso-acetileno el límite de detección es de 10 ppm (base aceite) en las condiciones que se indican.

2. Reactivos

Dibutilestaño - bis (2 - hexanoato de etilo), National Bureau of Standards, patrón 1057 b.

Aceite lubricante (no usado) similar al de las muestras que se analizarán.

Xileno, puro.

2 - metil - 4 - pentanona (metil isobutil cetona), pura.

Pentóxido de fósforo.

3. Equipos

Espectrómetro de absorción atómica - emisión en llama, Jarrell-Ash MVAA 82-529, equipado con lámpara de cátodo hueco de Sn (-Ne) 45-463, mechero de flujo laminar 82-374 de 5 cm (para $N_2O - C_2H_2$) y registrador Leeds & Northrup "Speedomax W". Se utilizó la red de difracción 980-28-20-17 (1180 líneas mm^{-1}) con máxima intensidad en 2500 Å.

4. Procedimiento

4.1. Preparación de la solución patrón de estaño

Secar unos 0,3 g de dibutilestaño - bis (2- hexanoato de etilo) durante 2 horas en desecador cargado con pentóxido de fósforo. Pesar 0,218 g de ese producto en un recipiente tarado de 200 ml. Agregar 5,0 ml de xileno y calentar sobre placa calefactora (evitar la carbonización) con agitación hasta obtener

solución límpida. Agregar 80-90 ml de aceite lubricante a la solución caliente y agitar suavemente para mezclar. Enfriar hasta temperatura ambiente, agregar aceite lubricante hasta que el peso del contenido del recipiente sea de $100 \pm 0,5$ g y homogeneizar. Esta solución contiene 500 ppm de Sn.

4.2. Preparación de las soluciones para calibración

En 5 matraces volumétricos de 50 ml pesar 0 - 0,50 - 1,00 - 2,00 - 5,00 g de solución patrón de estaño y 5,00 - 4,50 - 4,00 - 3,00 - 0,00 g de aceite lubricante no usado respectivamente.

Llevar a volumen con metil isobutil cetona y homogeneizar.

Estas soluciones corresponden a 0 - 50 - 100 - 200 - 500 - ppm de estaño (base aceite lubricante); no deben conservarse más de dos días.

4.3. Preparación de la solución de la muestra.

Pesar 5,00 g de muestra en matraz volumétrico de 50 ml, llevar a volumen con metil isobutil cetona y homogeneizar.

4.4. Medición

Medir la transmitancia de las soluciones para calibración y de las soluciones de las muestras con las siguientes condiciones instrumentales :

Lámpara Sn; intensidad : 12 mA.

Quemador : flujo N_2O : 8 - 10 scfh

" C_2H_2 : 8 - 9 scfh

aire auxiliar : posición 13

altura : 17 mm.

Monocromador : ranura entrada : 100 μm

ranura salida : 150 μm

longitud de onda : 2.839 Å.

Lectura : Ganancia : 6 - 7

Amortiguación : 2

Registrador : posición "fast".

4.5. Cálculos

Obtener los valores de concentración para las muestras a partir de una curva de calibración (absorbancia vs. concentración). En caso necesario puede usarse el método del agregado patrón.

5. Discusión

En esta aplicación se siguieron, en líneas generales, las indicaciones dadas en (1).

En esta referencia se menciona que se hace algún uso de compuestos de estaño como aditivos para aceites; ésto debe tenerse presente en caso de resultados aparentemente anómalos.

Se comprobó empíricamente que el xileno resultó adecuado para la disolución del patrón.

Para las diluciones se utilizó 2 - metil - 4 - pentanona, preferible al heptano o kerosene según (2). El factor de dilución elegido (1 + 9) resultó adecuado desde el punto de vista de la viscosidad de la solución resultante - compatible con el capilar del mechero - y mantiene un valor apropiado de la sensibilidad.

Para la preparación de las soluciones para calibración y muestras resultó muy conveniente el uso de una balanza Mettler P 160 N.

La posible absorción molecular (que puede eventualmente medirse con la línea $2809 \text{ \AA}$) no pareció importante: la absorbancia de los blancos (aceite en metil isobutil cetona) fué aproximadamente igual a la de la metil isobutil cetona pura para la línea analítica de $2839 \text{ \AA}$ y, de todos modos, varias de las muestras analizadas dieron valores inferiores al del límite de detección.

La intensidad de operación de la lámpara espectral resultó una variable importante para lograr la mayor sensibilidad; ésta se obtuvo con 12 mA.

La operación del mechero influye también sobre el valor de la sensibilidad; las condiciones indicadas en 4.4 fueron encontradas experimentalmente como las más favorables.

Los anchos de ranura y la línea de resonancia utilizadas son las recomendadas en (1); las condiciones de lectura están dentro de las habituales en este laboratorio.

En estas condiciones la curva de calibración es lineal por lo menos hasta 500 ppM y el límite de detección es del orden de 10 ppM.

6. Referencias

- (1) Jarrell-Ash Atomic Absorption Methods Manual (1967) Vol. II p. 69.
- (2) J.A. Burrows, J.C. Heerdt, J.B. Willis, Anal. Chem. 37 (4), 579-82 (1965).