



La revista de química útil

Edición 16



Método para análisis de gasolina diluida en aceite
lubricante usado, por Cromatografía de gases
Laboratorio sin papeles
Comparaciones interlaboratorios

Método para Análisis de gasolina Diluida en Aceite Lubricante usado, por Cromatografía de Gases.

Gustavo García Guevara
Khymós S. A. C2E
Bogotá D.C. Colombia

Resumen

Este método por cromatografía de gases, basado en la norma ASTM D 3525 – 04, está diseñado para determinar la concentración de gasolina diluida en aceite lubricante usado para motor. Se hicieron pruebas con muestras reales, provenientes de un motor en regular estado.

Introducción

Los motores a gasolina en buena condición y operando a temperaturas adecuadas, pueden tener un cierto porcentaje de combustible disuelto que puede estar entre un 1 y un 1.5%. se encuentran diluciones altas por: temperaturas de operación bajas, mala condición del motor, inadecuada ventilación del Carter. La presencia de diluciones muy altas de combustible en lubricante indican la necesidad de hacer mantenimiento al motor, porcentajes de combustible en el aceite disminuyen la viscosidad del aceite, aceleran el desgaste promueven la formación de lodo, barniz y hollín.

Algunos de los métodos que se usan para hacer esta medición son: ASTM D 3524, D3525, D 2887, D 322, D 3607, flashpoint, espectrofotometría infrarroja y viscosidad.

Equipo utilizado:

Cromatógrafo de gases HP 5890. Detector de ionización de llama, Puerto de inyección Split / Splitless, Para mejorar la precisión se uso un Inyector Automático HP 7673, con automuestreador para 100 muestras. Se uso una columna con fase metil fenil silicona de 0.2 mm de diámetro interno, 0.33 μ m de espesor de película y 1 metro de longitud tal que cumple los requisitos de la norma.

ChemStation. Rev B.03.02 (341).

Columna

La norma requiere que la columna tenga una resolución mayor que 3 entre n-Tetradecano y n-Hexadecano, Se selecciono una columna con fase metil fenil silicona de 0.2 mm de diámetro interno, 0.33 μ m de espesor de película y 1 metro de longitud, que presenta muy buen comportamiento a temperaturas como las que se requiere para eluir completamente el aceite lubricante. Para calcular la Resolución de la columna, se uso un patrón de parafinas normales por SUPELCO®.

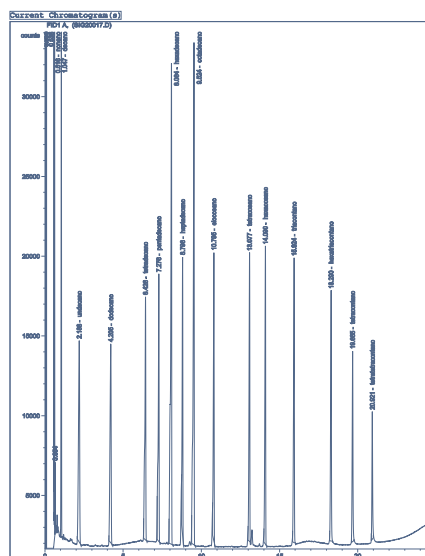


Fig. 1 Cromatograma de parafinas Normales

Resumen del método

Se usa una técnica Cromatográfica para analizar las muestras, adicionando una cantidad conocida de n-Tetradecano como estándar interno para determinar el peso de la gasolina en el aceite lubricante.

Se prepararon 3 niveles de calibración con concentraciones entre el 4 y el 12%, utilizando como estándar interno n-Tetradecano.

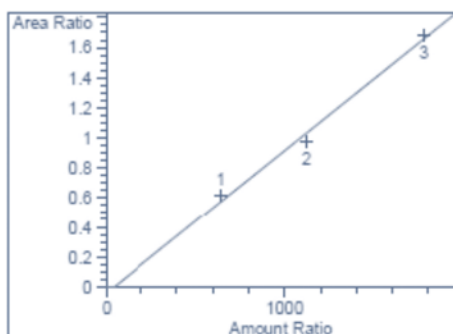


Fig. 2 Curva de calibración

Estas soluciones se inyectaron, y se obtuvieron cromatogramas como el que se ilustra en la figura 3. donde el área bajo la curva desde $t = 0$ hasta el pico de estándar interno corresponde a área debida a la gasolina, se selecciona la opción de suma de áreas para obtener el área total desde 0 hasta la elución del estándar interno.

Con el método, calibrado se hizo el análisis de una muestra real proveniente del motor en regular estado de un Vehículo Renault 9, modelo 1986.

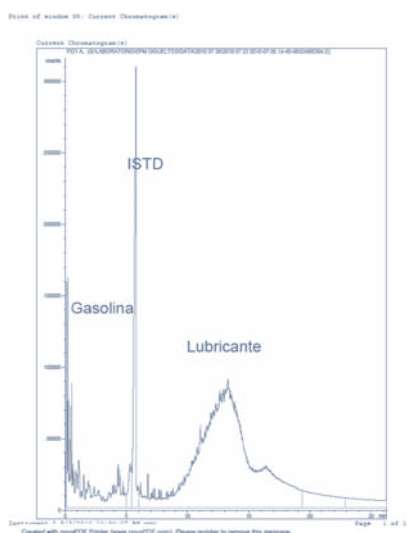


Fig. 3 Cromatograma de estándar de Gasolina en lubricante

Preparación de la muestra

Se procedió de manera análoga a la preparación de estándares agregando una cantidad conocida e igual que en los estándares de *n*-tetradecano como estándar interno y se diluyo esta mezcla en una proporción 1/10 en Disulfuro de carbono.

Se encontró una concentración de la Gasolina en el aceite usado es de 7.2 %.

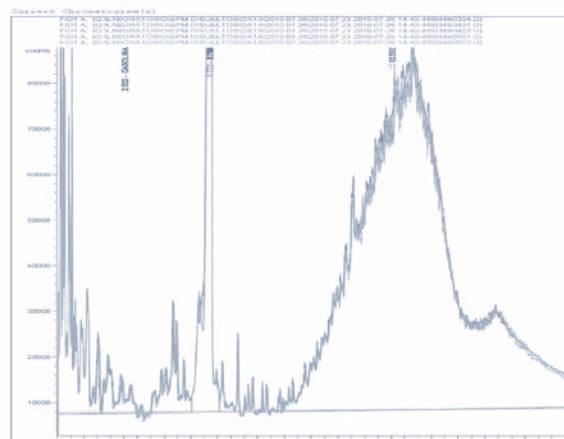


Fig. 4 Cinco inyecciones consecutivas de muestra

Resultados y discusión

El método propuesto para hacer los análisis de gasolina disuelta en aceite lubricante de acuerdo a la norma ASTM D 3525—04 de , cumple los requisitos, como se puede corroborar en los resultados obtenidos, para una muestra real de aceite usado.

Referencia

Designation: D 3525—04
Standard Test Method for Gasoline Diluent in Used Gasoline Engine Oils by Gas Chromatography.
Designation: D 3524—04
Standard Test Method for Diesel Fuel Diluent in Used Diesel Engine Oils by Gas Chromatography.

Condiciones Cromatograficas

Inl. B	350 oC.
Det. A	350 oC.
H2	35 ml/min
Air	350 ml/min
Make up N2	5 ml/min
Oven Zone:	
Oven max	450 oC.
Equib Time	0.00 Min.
Initial Temp.:	35 oC
Initial Time:	3.00 Min.
Rate	20.0 oC/min.
Final Temp	300 oC/min.
Final Time	10 min.
Data rate	5.000 Hz.
Peakwidth	0.053 min.
Injector Automático	
Sample Washes	6
Sample Pumps	6
Injection Volume	1.00 microlitros
Syringe Size	10.0 microlitros
Plunger Speed	Fast
Columna	
Flujo H2	4 ml/min
Flujo Split vent	30 ml/min
Flujo de purga de septum	3 ml/min.