



ESTUDIO DE SEPARACION DE PARTICULAS METALICAS POR ULTRASONIDO A PARTIR DE ACEITES LUBRICANTES

Wilson Reyes Lázaro¹ y Juan Arroyo Cuyubamba²

¹Universidad Nacional de Trujillo, Departamento de Química,
Sección Química Física

Av. Juan Pablo II s/n, Trujillo, Perú.

²Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Química e Ingeniería
Química, Ciudad Universitaria. Av. Venezuela s/n, Lima 100, Perú.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tuvo por finalidad investigar la posibilidad de separar partículas metálicas suspendidas en solventes orgánicos sobre películas de polietileno mediante el uso de ultrasonido.

Para lograr este propósito, se llevó a cabo pruebas de separación de partículas metálicas suspendidas en solventes orgánicos, tales como mesitileno, querosene y gasolina de 84 octanos, con el propósito de establecer las condiciones experimentales más adecuadas para la separación de partículas de cobre y hierro inducidas por energía ultrasónica de alta intensidad. Posteriormente se estudió la separación de partículas metálicas en aceites lubricantes usados de cárter SAE 30 y SAE 40 con el propósito de determinar la naturaleza y concentración de cobre y hierro respectivamente.

La caracterización de las propiedades fisicoquímicas de las partículas metálicas separadas por ultrasonido a partir de aceites lubricantes usados, se llevó a cabo usando microscopía óptica de luz incidente y microscopía electrónica de barrido (SEM). La determinación del contenido de cobre y hierro presente en las muestras metálicas separadas se hizo mediante análisis por espectrofotometría visible. Las pruebas experimentales llevadas a cabo demostraron que el solvente más adecuado para la dilución y separación de partículas metálicas a partir de aceites lubricantes ha sido querosene, siendo las mejores condiciones de separación, distancia sonicator-película, 8 mm; diámetro de película, 10 mm; potencia sónica, 270 W; temperatura, 50°C, tiempo de irradiación 15 min y amplitud de onda sónica 96 mm.

Las pruebas finales se separación metálica demostraron porcentajes de recuperación en querosene del 98,0% para el hierro y del [97,0 %] para el cobre respectivamente.

Investigación

INTRODUCCION

En la actualidad se está prestando mucha atención respecto al mejoramiento de las técnicas de separación de partículas suspendidas en líquidos orgánicos o acuosos, cuya complejidad o costo de separación dependen fundamentalmente de las propiedades de las partículas y del medio en el cual se encuentran suspendidas, ya sea como material valioso o de desecho. En el caso de micropartículas dispersadas o emulsificadas (1-100 nm), estas se pueden separar por medios fisicoquímicos tales como coagulación, floculación y ultracentrifugación. Sin embargo, cuando las partículas son sólidos muy pequeños, debido a las pocas diferencias de densidades entre ellas y las fases líquidas que las contienen, su separación por los métodos convencionales se ven dificultados debido a que poseen tamaños muy pequeños para poder ser separados inclusive por filtros y no son afectados por precipitadores eléctricos, magnéticos o en todo caso la separación resulta muy costosa.

Asimismo, en el área de investigación, muchas veces es preciso la separación de partículas sólidas suspendidas en medio líquido con el objeto de determinar sus propiedades y comportamiento en el medio estudiado, tales como tratamiento de lodos provenientes de minerales, impregnación metálica en procesos tecnológicos de grabado [1], preparación y caracterización de catalizadores metálicos y/o soportados [2,3], separación de partículas suspendidas en aceites lubricantes usados, etc. [4].

Esto conlleva a la búsqueda de otras técnicas de separación no convencionales tales como el uso de ultrasonido de alta intensidad, el cual durante los últimos años está teniendo mucha importancia en el tratamiento de sistemas heterogéneos sólido-líquido originando dramáticos cambios en las propiedades fisicoquímicas del sistema debido a las extremas condiciones energéticas producidas, tales como colapso

implosivo de burbujas asociado con el choque de ondas debido al fenómeno conocido como **cavitación acústica** (formación, crecimiento y colapso implosivo de burbujas) [5], que se produce al someter un líquido al ser sometido a interacción acústica ultrasónica.

El objetivo principal del presente trabajo ha sido establecer una nueva técnica para separar partículas metálicas suspendidas en aceites lubricantes usados de cárter mediante el uso de ultrasonido como medio energético de separación ya que con el conocimiento de la dinámica de variación de la naturaleza y concentración de partículas metálicas de los aceites lubricantes de cárter en uso permite evaluar el estado técnico del motor de combustión interna [6,7].

PARTE EXPERIMENTAL

Las pruebas experimentales preliminares consistieron en hacer incidir ondas ultrasónicas de 20 kHz a través de solventes orgánicos tales como mesitileno, querosene y gasolina de 84 octanos conteniendo partículas de cobre (63mm) y hierro (10mm) en suspensión con el propósito de establecer las condiciones más adecuadas para su separación sobre superficies planas circulares de platino recubiertas con una película delgada de polietileno, colocada en la parte inferior de la celda de prueba construida para tal propósito. La temperatura del sistema se controló con la ayuda de un termostato de recirculación externa usando agua como medio de refrigeración, ya que la interacción de las ondas con la fase líquida origina liberación de calor [8]. En las pruebas se tuvo en cuenta la influencia de la temperatura, potencia de sónica, tiempo de irradiación, distancia cabezal-película y tamaño de película en el proceso de separación de partículas. Los resultados que proporcionaron mejores eficiencias de separación se muestran en las Tablas 1 y 2. En la Tabla 3 se observan los máximos porcentajes de separación de cobre y hierro suspendidas en solventes orgánicos.

Tabla 1. Condiciones experimentales para la separación de partículas de **Hierro** suspendidas en solventes orgánicos sometidos a irradiación ultrasónica de 20 kHz.

| Parámetro | Gasolina de 84 octanos | Querosene | Mesitileno |
|----------------------------|------------------------|-----------|------------|
| Temperatura, °C | 40 | 50 | 50 |
| Diámetro de película, mm | 10 | 10 | 12 |
| Distancia Tip-película, mm | 5 | 8 | 8 |
| Volumen de solvente, mL | 40 | 40 | 40 |
| Potencia ultrasónica, W | 270 | 270 | 270 |
| Amplitud, mm | 96 | 96 | 96 |
| Tiempo, min | 15 | 15 | 20 |

Tabla 2. Condiciones experimentales para la separación de partículas de **Cobre** suspendidas en solventes orgánicos sometidos a irradiación ultrasónica de 20 kHz.

| Parámetro | Gasolina de 84 octanos | Querosene | Mesitileno |
|----------------------------|------------------------|-----------|------------|
| Temperatura, °C | 40 | 50 | 50 |
| Diámetro de película, mm | 10 | 10 | 10 |
| Distancia Tip-película, mm | 5 | 8 | 5 |
| Volumen de solvente, mL | 40 | 40 | 40 |
| Potencia ultrasónica, W | 270 | 270 | 270 |
| Amplitud, mm | 96 | 96 | 96 |
| Tiempo, min | 15 | 15 | 10 |

Tabla 3. Porcentaje de separación de Cobre y Hierro suspendidos en solventes orgánicos sometidos a irradiación ultrasónica de 20 kHz.

| Porcentaje de Separación | | | |
|--------------------------|------------------------|-----------|------------|
| Partícula Metálica | Gasolina de 84 octanos | Querosene | Mesitileno |
| Hierro | 97,5 | 98,0 | 80,0 |
| Cobre | 82,5 | 97,0 | 77,5 |

Logrado establecer las condiciones de separación de cobre y hierro en solventes orgánicos, se procedió a la separación de partículas de cobre y hierro contenidas en aceites lubricantes de cárter sin uso y usados SAE 30 y SAE 40, diluidos en querosene como el mejor solvente para la separación (Tabla 3) y (Tablas 4 y 5). A los aceites lubricantes sin uso se les añadió las mismas partículas de cobre y hierro usadas en los solventes orgánicos, mientras que con los aceites lubricantes usados se sometieron a irradiación ultrasónica sin ningún tratamiento adicional de las muestras.

Tabla 4. Separación y determinación de cobre y hierro en aceite lubricante sin uso SAE 30. Relación Aceite lubricante/ solvente

| Prueba | Relación Aceite lubricante/Querosene | COBRE % Recuperación | HIERRO % Recuperación |
|--------|---|----------------------------|-----------------------------|
| 1 | Aceite puro | 0 | 0 |
| 2 | 1:1 | 36,0 | 44,0 |
| 3 | 1:3 | 76,0 | 75,0 |
| 4 | 1:5 | 84,0 | 83,0 |
| 5 | 1:7 | 96,0 | 93,0 |
| 6 | 1:9 | 96,5 | 93,0 |

Solvente : Querosene
 Temperatura, °C : 50
 Diámetro de película, mm : 10
 Distancia Tip-película, mm : 8
 Volumen de solvente, mL : 40
 Potencia ultrasónica, W : 270
 Amplitud, mm : 96
 Tiempo de irradiación, min : 15

Tabla 5. Separación y determinación de cobre y hierro en aceite lubricante sin uso SAE 40. Relación aceite lubricante/solvente

| Prueba | Relación Aceite lubricante/Querosene | COBRE % Recuperación | HIERRO % Recuperación |
|--------|---|----------------------------|-----------------------------|
| 1 | Aceite puro | 0 | 0 |
| 2 | 1:1 | 32,0 | 36,0 |
| 3 | 1:3 | 72,0 | 64,0 |
| 4 | 1:5 | 82,0 | 80,0 |
| 5 | 1:7 | 97,0 | 96,0 |
| 6 | 1:9 | 98,0 | 97,5 |

Solvente : Querosene
 Temperatura, °C : 50
 Diámetro de película, mm : 10
 Distancia Tip-película, mm : 8
 Volumen de solvente, mL : 40
 Potencia ultrasónica, W. : 270
 Amplitud, mm : 96
 Tiempo de irradiación, min : 15

En la Figura 1, se representa el esquema del proceso llevado a cabo para la separación de partículas metálicas suspendidas en solventes orgánicos y en aceites lubricantes.

Las características fisicoquímicas de las partículas metálicas separadas por efecto del ultrasonido en los solventes orgánicos y en los aceites lubricantes, se llevó a cabo mediante microscopía óptica de luz incidente. En las Figuras 2 y 3, se observan microfotografías de partículas metálicas separadas sobre películas de polietileno.

La determinación de la naturaleza y tamaño de las partículas metálicas separadas por ultrasonido a partir de aceites lubricantes de cárter SAE 30 y SAE 40, se llevaron a cabo mediante microanálisis dispersivo de rayos X y microscopía electrónica de barrido (SEM)[9].

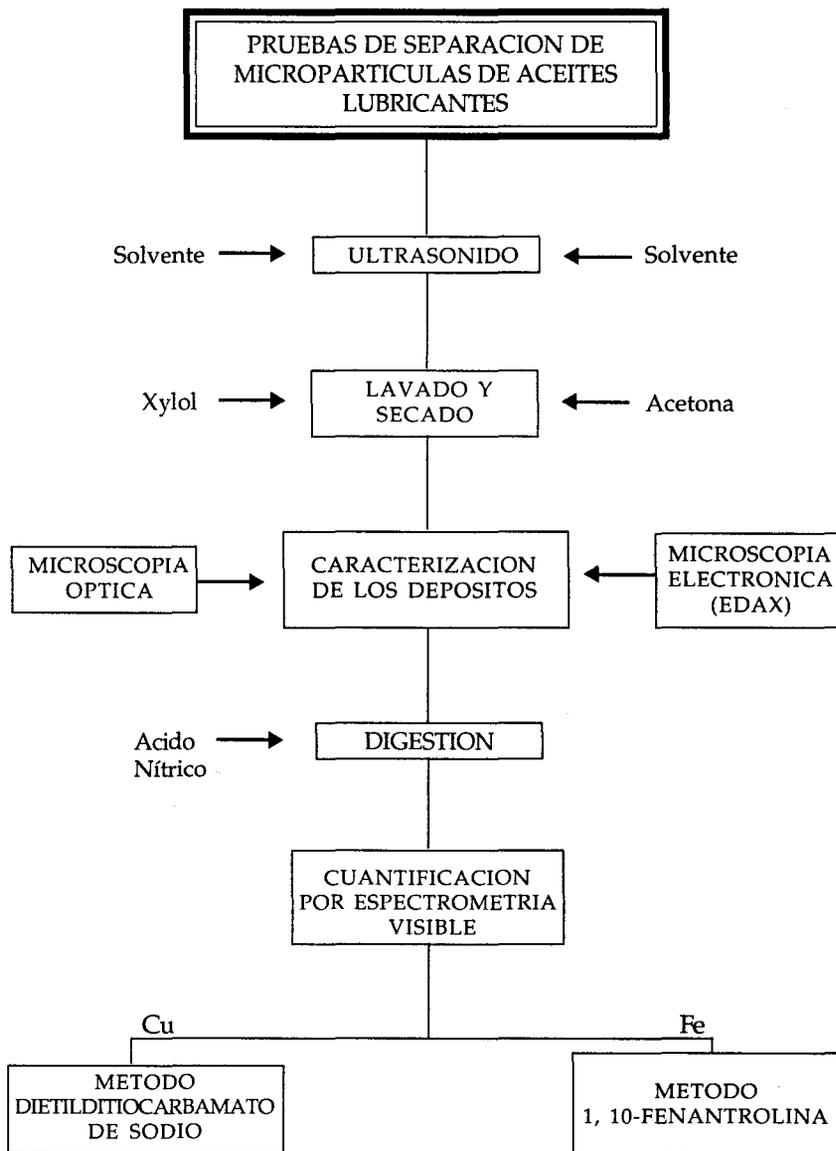


Figura 1. Esquema para separar partículas metálicas por ultrasonido suspendidas en fases orgánicas

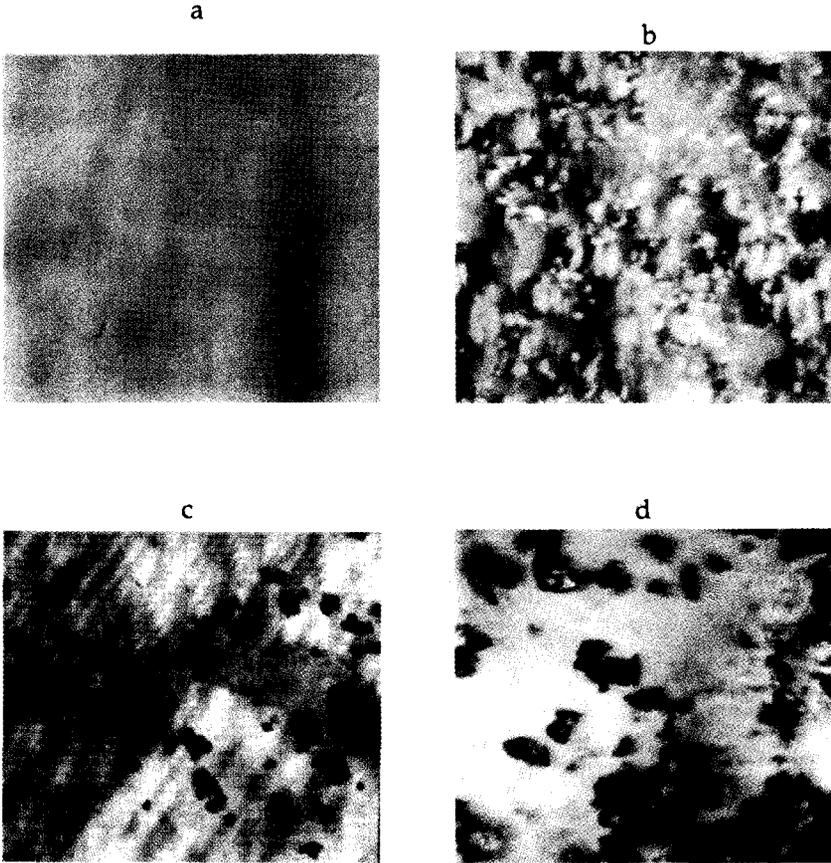


Figura 2. Microfotografías mostrando las deposiciones metálicas inducidas por ultrasonido. En (a) película de polietileno en blanco, 200X, (b) deposiciones metálicas de hierro en querosene, 200X (c) Deposiciones de cobre en querosene, 200X, (d) depósitos de cobre y hierro en aceite lubricante sin uso SAE 30, 200X.

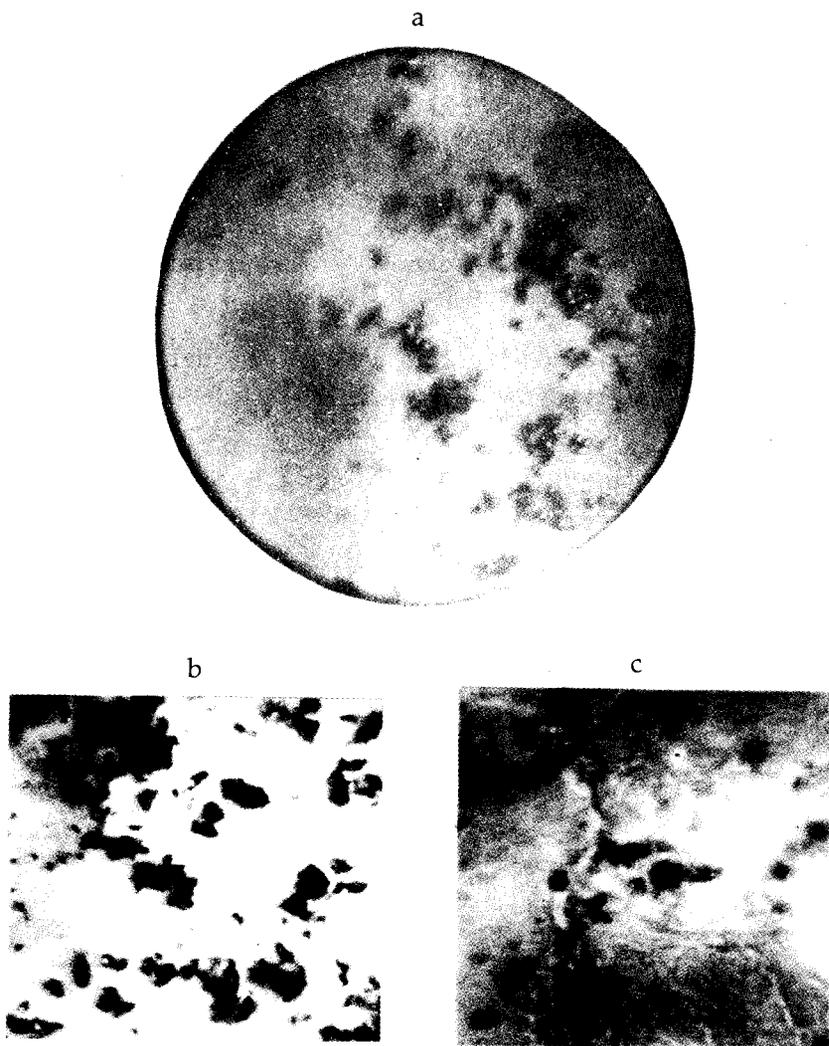


Figura 3. Microfotografías mostrando las deposiciones metálicas inducidas por ultrasonido. En (a) deposiciones de partículas metálicas separadas de aceite lubricante sin uso SAE 40, 200X (b) Deposiciones de partículas metálicas separadas de aceite lubricante usado SAE 30, 200X, (c) Deposición de partículas metálicas separadas de aceite lubricante usado SAE 40, 200X

En las Figuras 4 y 5, se observan los espectros EDAX de muestras de partículas metálicas separadas por ultrasonido a partir de Aceites lubricantes SAE 30 y SAE 40 respectivamente. Las condiciones de separación fueron, tiempo 15 minutos, intensidad ultrasónica 270 Watts/cm² con una relación aceite lubricante/ solvente de 1:7 para aceite SAE 30 y de 1:9 para aceite SAE 40. Los picos característicos indican la presencia de hierro, cobre y aluminio en aceite lubricante SAE 30, mientras que en aceite SAE 40, se ven picos característicos correspondientes a hierro, cobre, aluminio y manganeso.

Asimismo, con ayuda de microscopía electrónica de barrido se pudo determinar el tamaño promedio de partículas separadas de aceites lubricantes usados, resultando tamaños de 0,50mm para cobre con una desviación estándar de 0,13 y de 3,5 mm para el hierro y una desviación estándar de 0,67 a una magnificación de 3200X.

En las Tablas 6 y 7, se reportan la comparación de los contenidos de cobre y hierro separados de aceites lubricantes usados SAE 30 y SAE 40 por espectroscopía visible y por absorción atómica [10].

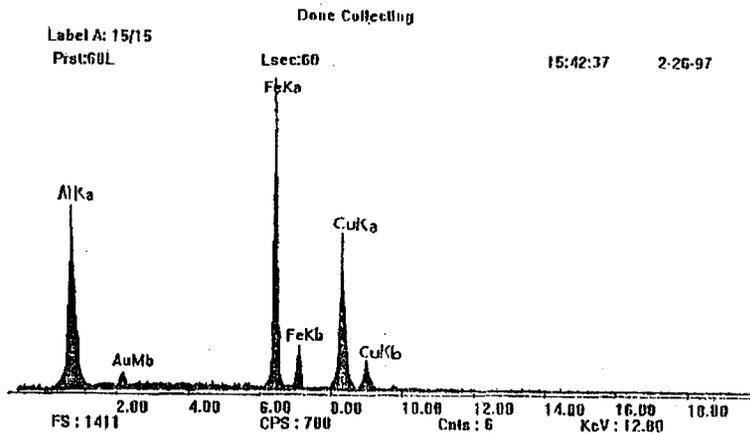


Figura 4. Espectro EDAX de partículas metálicas separadas de aceite lubricante usado SAE 30, 3200X

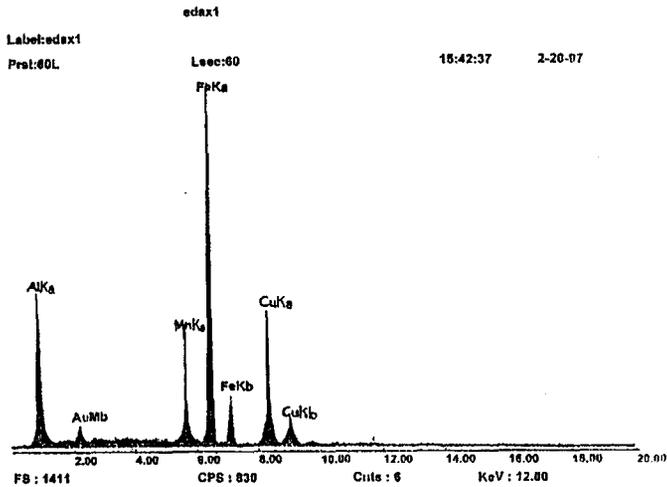


Figura 5. Espectro EDAX de partículas metálicas separadas de aceite lubricante usado SAE 40, 3220X.

Tabla 6. Comparación del contenido de cobre y hierro en aceite lubricante usado SAE 30 por espectroscopía visible y por absorción atómica.

| Prueba | Espectroscopía visible | | Espectroscopía atómica | |
|--------|------------------------|---------|------------------------|---------|
| | Cu(ppm) | Fe(ppm) | Cu(ppm) | Fe(ppm) |
| 1 | 23,6 | 28,8 | 24,6 | 29,5 |
| 2 | 21,4 | 28,1 | 22,7 | 27,6 |
| 3 | 26,3 | 29,7 | 24,1 | 30,2 |
| 4 | 22,6 | 28,1 | 23,9 | 28,8 |
| 5 | 26,5 | 28,8 | 27,2 | 29,6 |

Los valores de los contenidos metálicos de cobre y hierro encontrados por espectrofotometría visible (separados por ultrasonido de 20 kHz) difieren ligeramente de aquellos valores determinados por espectrofotometría atómica, esto demuestra que la técnica de separación de partículas metálicas contenidos en aceites lubricantes utilizando irradiación ultrasónica de 20 kHz, puede servir como una herramienta

Tabla 7. Comparación del contenido de cobre y hierro en aceite lubricante usado SAE 40 por espectroscopía visible y por absorción atómica.

| Prueba | Espectroscopía visible | | Espectroscopía atómica | |
|--------|------------------------|---------|------------------------|---------|
| | Cu(ppm) | Fe(ppm) | Cu(ppm) | Fe(ppm) |
| 1 | 11,76 | 17,8 | 12,6 | 18,3 |
| 2 | 10,6 | 15,7 | 11,2 | 16,6 |
| 3 | 10,6 | 17,8 | 10,7 | 17,5 |
| 4 | 11,7 | 15,7 | 12,8 | 16,4 |
| 5 | 10,6 | 18,1 | 11,5 | 18,8 |

muy importante en la separación de otros tipos de micropartículas suspendidas en diferentes solventes orgánicos de interés científico-técnico.

AGRADECIMIENTO

Agradecemos al Profesor Msc. Elvar Quezada Castillo de la Universidad Nacional de La Libertad y al Instituto de Tecnología de la Universidad Nacional General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, Buenos Aires Argentina, por sus aportes al presente trabajo en microscopía electrónica de barrido y microanálisis dispersivo de rayos X.

BIBLIOGRAFIA

1. Vergand, F. y D. Farges., 1983. *J. Phys. Chem.* **87**, 2373-2376
2. Suslick, K.S. y J.D. Steplen. 1989. *J. Am. Chem. Soc.* **111**, 2342-2344
3. Suslick, K.S. y D.J. Casadonte. 1987. *J. Am. Chem. Soc.* **109**, 3459-3461
4. Suslick, K.S. 1991. *Nature.* **353**, 414
5. Suslick, K.S. 1980. **Ultrasound: Its Chemical, Physical and Biological Effects**, 1ra Edición, Editorial VCH Publishers. New York. pp. 4-128.

6. Keler, K.A. 1977. **Diagnóstico del Motor Automotriz**, Editorial MIR. Moscú. pp. 63-85
7. Shadrichev, V.A. 1976. **Fundamentos de la Tecnología de la Construcción y Reparación de Automotores**, Editorial Construcción de Máquinas. Leningrado, URRS.
8. Mason, T.J. 1990. **Sonochemistry: The Uses of Ultrasound in Chemistry**. The Royal Society of Chemistry. Cambridge. pp. 2-28.
9. Ipohorski, M. y N.J. Marcone. 1995. **Microanálisis Dispersivo en Energía en el Microscopio Electrónico de Barrido**. Instituto de Tecnología. Universidad Nacional General San Martín. Comisión Nacional de Energía Atómica. Buenos Aires, Argentina. pp. 1-21.
10. Annual Book of ASTM Standars-Designation: 1990. E46-87. pp. 138-139.