

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA Y MANUFACTURERA



TESIS

**INVESTIGACIÓN DEL COMPORTAMIENTO FISICO-QUIMICO DE
LA EMULSION EN EL PROCESO DE TREFILADO DEL ALAMBRE
DE COBRE**

PRESENTADO POR:

FUDRINI OLIVENCIA, AZUCENA LUCÍA

GONZALES VILLAGRA, SHARMELY

LIMA-PERU

2003

AGRADECIMIENTOS

La presente investigación no hubiera sido posible realizarla sin el apoyo de la empresa INDECO S.A, quien nos concedió sus instalaciones para realizar las actividades destinadas a nuestra investigación. Además agradecemos la colaboración del personal de Planta de Trefilación : Sr. Francisco Cuba, Sr. Edwin Espinoza, Sr. Mauricio Purizaga, Sr. Merardo Robles y al Sr. Bernabé Serna, quienes nos compartieron sus experiencias, su entusiasmo y sugerencias que fueron útiles para nuestra tesis. Asimismo, agradecemos el apoyo para la viabilidad de la investigación al Ing. Miguel Román Caballero e Ing. Gilberto Barreda Carmona y la supervisión y asesoramiento de los Ing. Mario Olaechea, Ing. Sigfrido Nano e Ing. Luis Solis.

De manera especial hacemos llegar nuestra gratitud al Dr. Abel Gutarra y Lic. Juan Carlos Morales por permitimos realizar ensayos instrumentales en el Laboratorio de Catálisis y Medio Ambiente de la Facultad de Ciencias - UNI y por compartir sus opiniones y sugerencias sobre nuestra investigación.

Finalmente Gracias por la amistad y constante enseñanza, a nuestro asesor de tesis el Ing. Gilberto García con quien hemos compartido todo el desarrollo de la tesis.

INDICE

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1. PROCESO DE TREFILADO

- 1.1. DESCRIPCIÓN , 8
- 1.2. MATERIAS PRIMAS: CARACTERÍSTICAS PRINCIPALES , 13
- 1.3. LUBRICACIÓN EN EL TREFILADO , 15
 - 1.3.1. Tipos de Lubricación y Fricción , 16
 - 1.3.2. Mecanismos de Lubricación , 17
 - 1.3.3. Lubricantes para el Trefilado , 18

CAPÍTULO 2. TEORÍA DE EMULSIONES

- 2.1. DEFINICIÓN , 22
- 2.2. TIPOS DE EMULSIONES , 23
- 2.3. MÉTODOS PARA DETERMINAR EL TIPO DE EMULSIÓN , 24
- 2.4. PROPIEDADES DE LAS EMULSIONES , 26
- 2.5. PREPARACIÓN DE EMULSIONES , 28
 - 2.5.1. Emulsificación Espontánea , 29
- 2.6. AGENTE EMULSIVO , 31
 - 2.6.1. Constitución Química y Propiedades , 32
 - 2.6.2. Clasificación , 33
 - 2.6.3. Mecanismo de Acción , 35
 - 2.6.4. Eficacia de un Emulsivo en la Estabilidad , 37

CAPÍTULO 3. EMULSIONES PARA EL TREFILADO

- 3.1. COMPONENTES, 38
- 3.2. FUNCIONES PRINCIPALES , 40
- 3.3. FACTORES DE DEGRADACIÓN , 42
 - 3.3.1. Temperatura , 42
 - 3.3.2. Presencia de un exceso de Aire , 43
 - 3.3.3. Presencia de polvillo / viruta de Cobre , 44
 - 3.3.4. Composición de Agua , 45
 - 3.3.5. Bacterias , 46
 - 3.3.6. Acidez y Alcalinidad , 47

CAPÍTULO 4. TREFILADO INDUSTRIAL DEL COBRE

- 4.1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO , 49
- 4.2. EMULSIÓN , 51
 - 4.2.1. Componentes , 51
 - 4.2.2. Método de Mezclado , 52
 - 4.2.3. Control , 54

CAPÍTULO 5. ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LA EMULSIÓN DURANTE EL PROCESO DE TREFILADO

- 5.1. ACTIVIDADES EN PLANTA , 55
 - 5.1.1 Observaciones sobre las Condiciones de Operación de la Emulsión , 55
 - 5.1.2 Seguimiento y Control , 62
 - 5.1.3 Evaluación del Polvillo de Cobre , 70
 - 5.1.3.1 Incremento del Cobre Soluble , 71
 - 5.1.3.2 Cobre Total en el Proceso de Trefilado , 73

- 5.1.3.3 Tamaño de la Partícula de Cobre , 76
- 5.1.3.4 Conclusiones , 80
- 5.1.4 Evaluación de Bacterias , 81
- 5.1.5 Evaluación de la Película Lubricante en el Tiempo , 84
- 5.1.6 Estabilidad de la Emulsión , 86

- 5.2. ACTIVIDADES EN LABORATORIO , 88
 - 5.2.1. Influencia de la Dureza del Agua , 89
 - 5.2.2. Influencia del Polvillo de Cobre , 96
 - 5.2.3. Variación de la Composición Química de Algunos Componentes de la Emulsión , 103
 - 5.2.3.1 Componentes del Aceite Emulsivo , 104
 - 5.2.3.2 Efectos de la Temperatura , 108
 - 5.2.3.3 Cambios por el Tiempo de Uso , 113
 - 5.2.3.4 Conclusiones , 116
 - 5.2.4. Efectos del Tiempo en Reposo , 116

CAPÍTULO 6. CONTROL Y MANTENIMIENTO DE EMULSIONES ,117

- 6.1 DURANTE EL TIEMPO DE VIDA DE LA EMULSIÓN , 128
- 6.2 REEMPLAZO DE UNA EMULSIÓN USADA , 129

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

INTRODUCCIÓN

En las operaciones industriales de formado de materiales, se utilizan líquidos o sólidos que faciliten la deformación de los materiales. En el Trefilado de alambre de cobre se suele usar un líquido que lubrique y a la vez refrigere, para cumplir estas dos principales funciones se utilizan emulsiones de aceite en agua .

Durante el proceso de trabajo del metal, el calor de la operación, la reactividad química de las virutas/polvillo del metal, las bacterias, tiempo en reposo, entre otros afectan el buen funcionamiento de la emulsión e inician su degradación

Por el elevado costo de este tipo de lubricantes, se hace necesario aplicar un plan de mantenimiento de la emulsión con el objetivo de maximizar sus funciones y ampliar su tiempo de vida útil.

El control y mantenimiento permanente de estas emulsiones, es muy poco tratado a nivel industrial y muchas veces se dispone prematuramente de éstas tan pronto como muestren signos de ensuciamiento y disminución de su eficacia.

Un buen control se basa en el conocimiento del comportamiento de la emulsión, el cual depende de la emulsión en sí y de las variables y condiciones del proceso. Es por ello que hemos dedicado esta obra a la Investigación del Comportamiento Físico-Químico de la Emulsión en el Proceso de Trefilado del Alambre de Cobre .

La presente tesis abarca dos fases de estudio, la primera es a nivel de planta con el objeto de conocer las condiciones de trabajo de la emulsión y el estado en que se encuentra. La segunda fase es a nivel de laboratorio, donde se estudian los principales factores que afectan el buen funcionamiento de la emulsión. Finalizamos todas estas actividades con Conclusiones y Recomendaciones

Generales, no obstante sugerimos la lectura de las conclusiones específicas que hemos anotado en cada actividad.

Sobre la base de la experiencia adquirida, en el Capítulo 6 estamos anotando cuales son las características de la emulsión que deben ser consideradas en un plan de mantenimiento y control, así como también una tabulación de las principales acciones a considerar frente a problemas que se pudieran presentar.

Esperando que este aporte al conocimiento le sea útil, lo invitamos a sumergirse en el complejo mundo de las emulsiones para el trefilado.

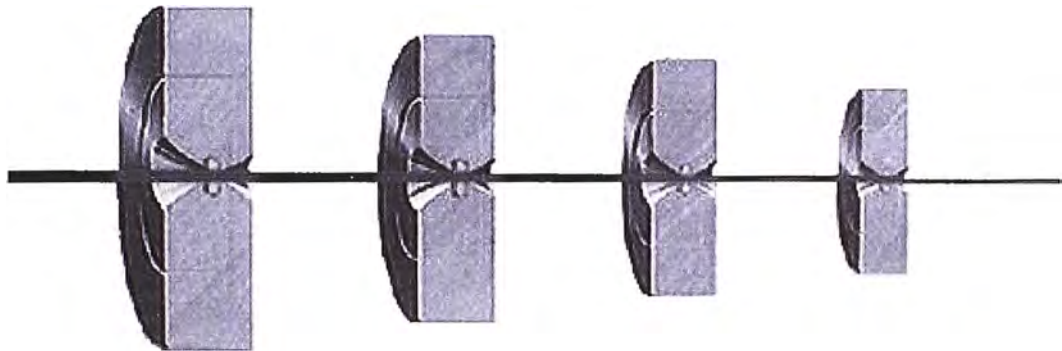
Las Autoras

CAPÍTULO 1. PROCESO DE TREFILADO

1.1. DESCRIPCIÓN

El trefilado es un proceso de conformado en frío destinado a reducir sucesivamente la sección de materiales dúctiles, estirándolos a través de orificios calibrados llamados hileras en varias pasadas. Figura N° 1.1.1

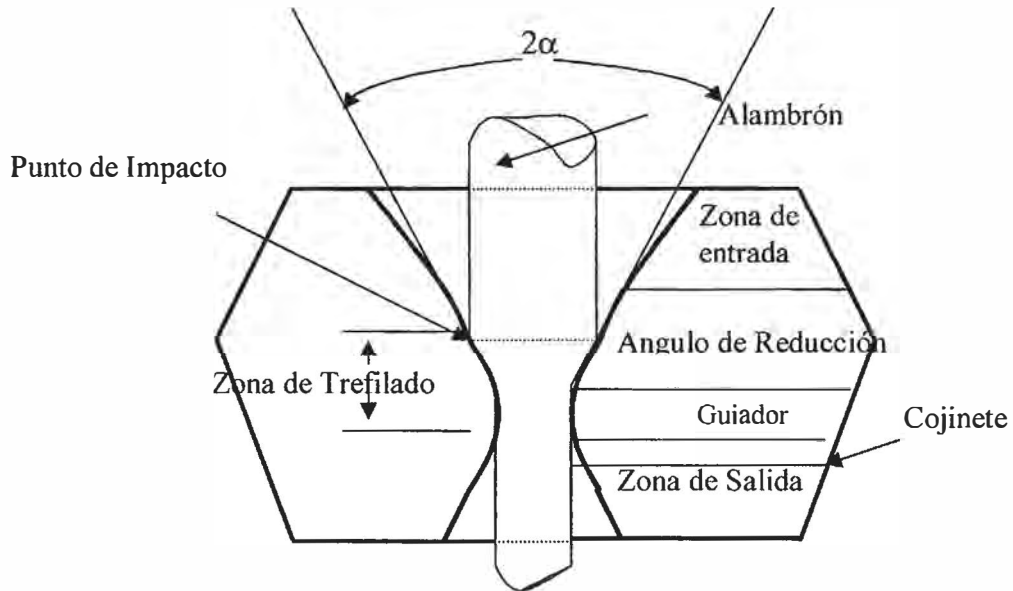
Figura N° 1.1.1



En las hileras llamadas también dados, es en donde se da la reducción y estiramiento del alambre. La acción de la hiler y por lo tanto su efecto en el comportamiento de todo el sistema de trefilado, depende de varios factores como: el material de la hiler, la manera en que el material de la hiler es montado, la forma de la hiler y el acabado de su superficie trabajada. Además, la acción de la hiler puede ser afectada por algunos factores como lubricante, calidad de la superficie del alambre, regulaje de la máquina, etc.

En las hileras se distinguen diferentes zonas (Figura N° 1.1.2), cada una de las cuales tiene una función específica:

Figura N° 1.1.2



. **Zona de entrada:** Llamada a veces la campana, provee acceso al lubricante y al alambre a las zonas de trabajo de la hilera.

. **Angulo de Reducción:** El ángulo de reducción es el área donde la deformación del alambre tiene lugar. Esto está especificado como los grados del ángulo y se suele denominar 2α .

Cojinete : Esta sección determina la dimensión del alambre de salida, su longitud está especificada como un porcentaje del diámetro de salida.

. **Guiador (Back Relief) :** Es un área altamente pulida, la cual permite al alambre salir desde el calibrado fácilmente para reducir la generación de finos metálicos y minimizar las raspaduras del alambre mal alineado.

- . **Zona de Salida:** La zona de salida proporciona un soporte metálico para el resto de la hilera.
- . **Zona de Trefilado:** Es la zona que es tocada por el alambre durante el trefilado.
- . **Punto de Impacto:** Es la primera superficie de contacto entre el alambre y la hilera. El primer anillo gastado será justo en esta zona.

Entre los materiales de hileras comúnmente usados para el trefilado, se encuentran:

- . Carburo de Tungsteno
- . Diamante Natural monocristalino
- . Diamante Sintético monocristalino
- . Diamante Policristalino

El Trefilado tiene por objeto la fabricación de alambres por adelgazamiento de alambrones, también llamados redondos de metales, y aleaciones dúctiles. El alambroón del que se parte para la fabricación de los alambres tiene un diámetro menor a los 10mm y generalmente se presenta enrollado. Figura N° 1.1.3

Figura N° 1.1.3



El trefilado se realiza en máquinas de trefilar compuestas de tres elementos principales:

- a). Una devanadera, donde se coloca el rollo de alambrón.
- b). Una hilera o serie de ellas, siendo el ángulo del cono de reducción de 8 a 16 °, según los metales y lubricantes empleados. Normalmente la hilera está colocada en un soporte refrigerado con agua fría y provisto de un dispositivo para lubricación continua del alambre.
- c). Una bobina de arrastre o capstan que tira del alambre (produce la tracción).

La velocidad del trefilado depende del material y de la reducción impuesta, y puede llegar hasta los 1500 metros por minuto.

Hay dos clases de máquinas de trefilar: las simples y las múltiples:

Máquinas Simples, están compuestas por una sola hilera, con una devanadera y una bobina de arrastre, dicha hilera debe cambiarse y reemplazarse por otra de menor diámetro después de cada pasada.

Máquinas Múltiples, están compuestas de varias hileras de diámetro decreciente, por las que pasa el alambre sucesivamente, arrastrado por un número igual de bobinas de arrastre, colocadas entre hilera e hilera.

Puesto que el diámetro del alambre disminuye de hilera a hilera, la velocidad y longitud aumentarán proporcionalmente. Por estas razones la velocidad periférica de las bobinas de arrastre debe aumentarse a lo largo de la línea. Esto puede lograrse de tres maneras, las cuales darán lugar a tres tipos de máquinas múltiples:

Las múltiples continuas, en las cuales las velocidades periféricas de las bobinas de arrastre intermedias están calculadas para absorber el aumento de la longitud del hilo al adelgazar. En estas máquinas el número de vueltas del alambre que se enrolla en cada bobina de arrastre se mantiene constante durante toda la operación.

Las múltiples de acumulación, en estas máquinas las bobinas de arrastre son también del mismo diámetro, pero sus velocidades periféricas no están calculadas para compensar el aumento de longitud del hilo de alambre, sino que son algo inferiores, por lo que se produce una acumulación de alambre en cada bobina, para que pueda enfriarse antes de pasar a la hilera siguiente.

Además esta reserva de alambre permite continuar el trefilado en las demás hileras de la máquina en caso de que sea necesario interrumpir la operación en una de ellas por rotura del alambre para reafilarlo o soldarlo.

Las múltiples compensadas, en estas máquinas las bobinas de arrastre son conos con gargantas en número igual al de hileras. De esta manera, el aumento de longitud del alambre es absorbido por el aumento progresivo del desarrollo de las poleas.

No es posible lograr una relación precisa entre los diámetros de las hileras y de las bobinas que es esencial, pero el trefilado puede llevarse a cabo satisfactoriamente si la diferencia no es muy grande. La diferencia da como resultado que el material estirado se deslice hacia adelante o hacia atrás en las bobinas mientras giran. Esto resulta en fricción y generación de calor, el cual se disipa sumergiendo el arreglo completo de conos escalonados en un baño de aceite. Por esta razón se denominan Máquinas de Inmersión o de Deslizamiento, mientras que las que no están sumergidas se denominan Máquinas Sin Deslizamiento.

El trefilado es una de las operaciones de más amplia aplicación en la industria, por la extensa aplicación que tiene el alambre y los productos de él derivados. Entre ellos podemos citar los siguientes: alambres conductores de cobre, bronce, aluminio y hierro galvanizado, cables trenzados, alambres de espino, clavos y tornillos, telas metálicas, agujas, ejes para aparatos de medidas, ejes de pequeñas dimensiones para aparatos de relojería, radios de bicicletas, accesorios diversos de joyería y bisutería, filamentos de lámparas eléctricas, etc.

1.2. MATERIAS PRIMAS: CARACTERÍSTICAS PRINCIPALES

Los materiales generalmente trefilados son el acero dulce al carbono, para la fabricación de toda clase de alambres, para ataduras, telas metálicas etc; los aceros duros para la fabricación de puntas, muelles, etc; los aceros aleados para la fabricación de muelles especiales, pequeños ejes, el cobre, el bronce y el aluminio. Los filamentos de las lámparas eléctricas se obtienen de wolframio trefilado.

Los materiales y aleaciones que se someten a conformación por trefilado deben tenerlas características siguientes:

Suficientemente dúctiles

De suficiente resistencia a la tracción, para que no se rompan al estirar.

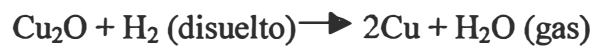
De excelente calidad en cuanto a uniformidad de composición y estructura, ya que cualquier defecto puede provocar la rotura del material.

En el trefilado de cobre, el alambrón debe cumplir las características siguientes:

Contenido de Oxígeno. Debe ser entre 0.02% y 0.06%. Pequeñas cantidades de oxígeno mejoran la conductividad eléctrica formando óxidos con ciertas impurezas. Sin embargo, el oxígeno en cantidades por encima de 0.05 % o

0.06% tiende a bajar la conductividad eléctrica y hace que el cobre se vuelva quebradizo, ésta reducción de la ductibilidad contribuye a incrementar las roturas de alambre.

Hidrógeno. Puesto que el cobre contiene oxígeno en la forma de óxido de cobre eutéctico, hay peligro de quebrarse cuando aumenta su temperatura. Si el hidrógeno es el agente reductor, la siguiente reacción tiene lugar:



El gas es vapor de agua y la presión en el borde de grano causa separaciones, las cuales pueden ser críticas para resistir operaciones de soldadura. Debajo de 0.06% de oxígeno, la reacción decrece marcadamente. El cobre libre de oxígeno no es susceptible a quebrarse en atmósferas con hidrógeno, al menos que sea primero calentado en una atmósfera oxidante.

Otros Óxidos. Los efectos de las impurezas varían considerablemente. El resquebrajamiento, puede ser el resultado de la reducción de hidrógeno de óxidos de manganeso, níquel, fósforo, estaño y zinc. De menor efecto son los óxidos de aluminio, arsénico, berilio, bismuto, bario, calcio, cromo, hierro, plomo, antimonio y titanio. La plata, estaño y antimonio-plomo aumentan el reblandecimiento del cobre a temperatura. El estaño también decrece la conductividad eléctrica del cobre libre de oxígeno pero no tiene un efecto sobre la dureza del cobre.

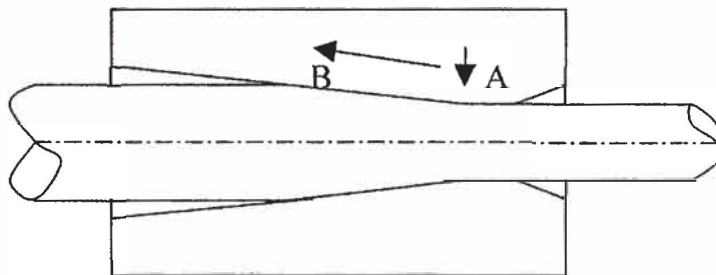
- Superficie. Las impurezas tienden a migrar a la superficie, la cual es el área a refrigerar. Siempre que hay un exceso de estas impurezas, ellas tenderán a crear líneas de ductilidad reducida. Los rompimientos del quebradizo-alambre normalmente son el resultado de esta condición.

Inclusiones. Las inclusiones de materiales extraños son muchas y variadas. Como un resultado de una inconveniente práctica de trefilado, las inclusiones son probablemente la mayor causa de la ruptura de alambres.

1.3. LUBRICACIÓN EN EL TREFILADO

Es conocido que la hilera es un cono que «prensa» o «estruje» al alambre hasta llevarlo al calibre deseado. Figura N° 1.3

Figura N° 1.3



Como se observa en la Figura 1.3, hay dos fuerzas que envuelven al alambre. Una es la fuerza normal (A) que está actuando en la deformación del alambre y la otra es la tangencial (B) que es la fricción. Las dos fuerzas actúan siempre para resistir el movimiento del alambre a través de la hilera, es decir estas son las fuerzas que necesitan ser vencidas por el tiro de la hilera. La energía para vencer las fuerzas del trefilado produce calor. Estudios han demostrado que la deformación plástica produce desde el 93 al 94 % del calor, mientras que la fricción sólo contribuye con un 6 o 7 % del calor (1).

Existen 3 rutas del calor generado: una es al mismo alambre, otra es directamente al lubricante, y la tercera es a la hilera y luego al lubricante o a la estructura de la máquina.

El paso del alambre por las hileras eleva rápidamente su temperatura debido a la fricción entre el alambre y las hileras y por el trabajo interno producido por la deformación del alambre. Esta elevación de temperatura y fricción son completamente indeseables y para reducirlas todo lo posible se lubrican los alambres.

El propósito de la lubricación durante el proceso de trefilado es proveer una película continua entre el alambre y la superficie de la hilera cuando las dos superficies entren en contacto. Si la lubricación falla para controlar la fricción creada por deformación, las dos superficies entrarán en contacto y una o ambas pueden erosionar y el metal romperse, este es el inicio del deterioramiento del alambre y de la hilera.

1.3.1 Tipos de Lubricación y Fricción

El Trefilado es gobernado por dos tipos de lubricación, lubricación hidrodinámica y lubricación boundary o la combinación de ambas. La lubricación hidrodinámica es el modo más común y es obtenida separando superficies con una película de lubricante que es tan gruesa como la altura de la superficie áspera del alambre; esta película separará las superficies opuestas dando un decrecimiento de la fricción entre las dos superficies. La lubricación boundary es aquella donde no va existir dicha película de lubricante y las piezas están en contacto.

En algunos casos la elevada resistencia, baja velocidades o el movimiento irregular de algunos procesos de transformación, evitan la formación de una “gruesa película” que caracteriza a la lubricación hidrodinámica. Esta película puede empezar a adelgazar como la altura de las superficies ásperas. En este punto una efectiva lubricación boundary provee protección oponiéndose al deslizamiento de las superficies actuando para prevenir o reducir la unión de las asperezas en ausencia de la película gruesa hidrodinámica. La lubricación boundary puede ser lograda por un número de diferentes aditivos. Hay varias condiciones que existen entre la lubricación boundary y la hidrodinámica. Estas condiciones son llamadas “lubricación mixta”, donde parte de la película hidrodinámica y de la película boundary juegan un rol proveyendo protección al deslizamiento de las superficies separadas.

En la lubricación boundary hay contacto metal con metal y por tanto el coeficiente de fricción es elevado. Recíprocamente hay puntos donde la película formada es completamente fluida y el coeficiente de fricción baja

1.3.2 Mecanismos de Lubricación

Diversos factores, influyen en la interfase alambre / hilera, los cuales determinan el mecanismo de lubricación.

En la interfase del alambre y la hilera, el lubricante podría estar expuesto a altas presiones y temperaturas. Las altas temperaturas generadas en el proceso de trefilado afectan al comportamiento del lubricante, vida de la hilera y acabado del producto.

Investigaciones relativas al trefilado de cobre indican que el flujo de calor se divide un 50- 50 % entre el alambre y la hilera. La cantidad de calor que permanece en el alambre depende del calor específico del lubricante, la conductividad térmica del alambre y la hilera y la velocidad de trefilado.

La velocidad del trefilado, también influye en el comportamiento del lubricante. Cuando la velocidad se incrementa el alambre pasa más rápido y el calor y presión en la interfase aumenta. El espesor de la película de lubricante decrece con el incremento de la temperatura y de la presión.

En el caso del trefilado de cobre, el lubricante generalmente encuentra muy severas condiciones y la película lubricante no puede ser mantenido fácilmente. Para prevenir la ruptura entre metal-metal el lubricante debe adherirse fuertemente en la superficie del metal y ser capaz de adelgazarse sin quebrarse bajo la alta presión.

Los aditivos tensoactivos polares son adicionados en la formulación de un fluido emulsivo en agua para la humectación y penetración en la interfase alambre/hilera. Estos agentes polares reducen la tensión interfacial entre el agua, lubricante y el metal. Los aditivos polares tienen una afinidad por el sustrato metal y forma un film organo-metálico el cual provee lubricación por reducción de la fricción en la interfase alambre/hilera. Hay una variedad de aceites, grasas, ceras y aditivos sintéticos polares tal como ésteres o compuestos de alcoholes usados agentes tensoactivos.

La lubricación hidrodinámica también ocurre en la interfase del alambre/hilera debido al lubricante llevado hacia el ángulo de acercamiento, por las imperfecciones de la superficie en el alambre, las cuales actuarían para llevar al lubricante dentro de la hilera y por la reacción de la lubricación con la superficie del alambre.

1.3.3. Lubricantes para el Trefilado

1. Funciones

Estos productos, llamados generalmente como "líquido refrigerador" y "líquidos de trabajo" etc, deben cumplir principalmente las siguientes funciones:

- Lubricación; Reducir el coeficiente de fricción entre la herramienta y la pieza y entre la herramienta y la viruta que está siendo eliminada.

Enfriamiento; El fluido debe eliminar el calor que se produce en la operación de trefilado.

Eliminación de viruta; El fluido debe retirar eficientemente la viruta lejos de la zona de operación para no interferir en el proceso y permitir la calidad superficial requerida.

Protección frente a la corrosión; El fluido acuoso podría oxidar y corroer la pieza, la herramienta o la máquina, para evitarlo las formulaciones incorporan protectores frente a la corrosión.

2. Clasificación

a. Lubricantes a Base de Grasas:

Industrialmente las grasas para trefilado de alambres son mezclas de aceites, los cuales son espesados con adición de sodio, calcio o litio, reaccionados con ácidos grasos. En algunos casos, varios materiales de relleno como las arcillas bentonita son adicionados para impartir mejores propiedades de lubricación límite. Algunas grasas encuentran uso en el trefilado de alambre de cobre.

b. Lubricantes de Base Aceite (Oil based lubricants):

En la evolución de los lubricantes para trefilado de alambre de cobre se han visto muchos cambios desde las pastas de jabón hasta las modernas soluciones sintéticas. El primer avance sensacional fue el desarrollo de lubricantes de base aceite. Los lubricantes de base aceite, están generalmente compuestos por:

Aceites minerales, los cuales pueden ser de grado nafténico que tienen un anillo saturado en su estructura, o aceites parafínicos, los cuales tienen una cadena recta o ramificada en su estructura.

Estos aceites son mezclados con aditivos polares, debido a que los aceites son no polares. La función del aditivo polar es para influir en la humectación de la superficie del metal en la interfase alambre/hilera, por reducción de la tensión interfacial entre el portador del aceite mineral y el alambre. Un aditivo polar tiene una clase de magnetismo para el metal, debido a su estructura molecular. Los añadidos activos polares se derivan principalmente de grasas y aceites animales, vegetales y marinos.

Hay un problema significativo relacionado al uso de lubricantes a base de aceite en el trefilado de alambre de cobre, porque estos aceites no proveen adecuada refrigeración y los finos de cobre tienden a ser retenidos rápidamente en el aceite. Estos finos de cobre causan ensuciamiento de máquinas, excesivo desgaste de la hilera y otros problemas referente a la estabilización de la emulsión, como veremos más adelante.

c. Lubricantes Tipo: Emulsiones (water-emulsifiable lubricants):

En este caso, estos lubricantes están definidos como aquellos en donde el agua es la fase continua. Básicamente, los fluidos a base de agua combinan la propiedad de refrigeración del agua con las propiedades de lubricación del aceite.

Estas emulsiones están disponibles en muchas formas y pueden ser clasificados en : Compuestos jabón -grasa, aceites solubles en agua, soluciones semi-sintéticas y soluciones sintéticas.

Compuestos jabón- grasa, Por muchos años, el lubricante usado por la industria de trefilado de alambre de cobre fueron los compuestos jabón-grasa. El producto fue típicamente una pasta con alto contenido de grasa y poco en jabón. La porción de jabón soluble actúa para mantener las grasas y aceites suspendidas o emulsificadas en el agua y actúa como detergente par mantener la entrada de los dados y capstan limpios. La porción de grasa provee la lubricidad, mientras la fase agua actúa para refrigerar los dados. Los compuestos jabón-grasa han sido usados por muchos años pero ellos tienen inconvenientes inherentes.

Ellos tienden a formar jabones de cobre insolubles rápidamente, debido a los ácidos grasos libres usados en su formulación. Los jabones de cobre insolubles se acumulan en el reservorio, líneas de alimentación y en el interior de la máquina. Estos jabones insolubles pueden también obstruir la entrada de los dados, lo cual minimiza la efectividad de lubricación.

Aceites solubles en agua, algunas veces llamados emulsiones o fluidos miscibles en agua, son obtenidos por la mezcla de aceite parafínico o nafténico, con agentes emulsivos, así el aceite forma pequeñas gotas llamadas micelas, en un tamaño desde 0.0002 a 0.00008 pulgadas de diámetro cuando son mezclados con agua. La emulsión se presenta lechosa porque las partículas de aceite reflejan casi toda la luz incidente haciéndola opaca. Un típico aceite soluble contiene de 45% a 70% de aceite mineral.

Fluidos semi-sintéticos, los cuales son mezclas de emulsionantes y agentes tensoactivos químicos que tienen un bajo contenido de aceite, de 10% a 25%. Debido a que un semi-sintético contiene menos aceite que un aceite soluble en agua, éste puede variar desde translúcido hasta ser completamente claro, porque las micelas tienen un tamaño de 0.000004 y 0.000001 pulgadas de diámetro. Las micelas de fluidos semi-sintéticos pueden ser vistas solo a través de un microscopio electrónico.

- **Soluciones sintéticas**, son casi siempre claras porque el tamaño de partícula de los agentes tensoactivos y químicos usados en la formulación del producto son suficientemente pequeñas para transmitir casi toda la luz incidente. Los verdaderos sintéticos contienen aceite no mineral, y cada componente usado en la formulación es soluble en agua. Las partículas son más pequeñas que $0.4 \cdot 10^{-7}$ pulgadas de diámetro y no pueden ser vistas por algún microscopio.

CAPÍTULO 2. TEORÍA DE EMULSIONES

2.1. DEFINICIÓN

Se puede definir la emulsión, como un sistema termodinámicamente inestable constituido por una suspensión de partículas líquidas en el seno de otra fase líquida no miscible. Tal disposición habría de resultar difícilmente estable, de no ser por la presencia indispensable del agente estabilizador (agente emulsivo) en la interfase o límite entre los dos líquidos. De tal agente depende principalmente las propiedades esenciales de la emulsión. Una emulsión puede llegar a mantenerse por tiempo indefinido cuando las gotitas tienen el tamaño preciso para alojar exactamente, en la totalidad de la interfase, algún agente estabilizador.

Las partículas de líquido dividido constituyen la fase dispersa o interna de la emulsión; el líquido en el seno del cual las gotas están dispersas, representa la fase continua o externa. Una de las fases de la emulsión está constituida por una fase acuosa, que puede contener un cierto número de sustancias hidrófilas (alcoholes, glicoles, sales minerales y orgánicas, etc) y la otra por una fase oleosa que puede contener sustancias lipófilas (ácidos grasos, alcoholes grasos, principios activos liposolubles).

Cabe resaltar que una suspensión es un sistema de dos fases muy semejante a la emulsión, cuya fase dispersa es un sólido. La espuma es un sistema de dos fases similar a la emulsión, en el que la fase dispersa es un gas. El aerosol es lo contrario de la espuma: el aire es la fase continua y el líquido la fase dispersa.

2.2. TIPOS DE EMULSIONES

Las emulsiones se clasifican ordinariamente en dos grupos: Aceite en agua (O/W) u oleoacuosa, donde la fase continua es el agua, o Agua en aceite (W/O) o hidrooleosa, donde la fase continua es el aceite. La manteca es un ejemplo del primer tipo, y algunas margarinas, del segundo.

La teoría comúnmente aceptada, en relación con el tipo de emulsión, es que la película de moléculas tenso-activas orientadas entre las dos fases de la emulsión se considera como una tercera fase, que presenta distintas tensiones superficiales con cada uno de los dos líquidos que forman la emulsión. En el caso de las emulsiones aceite-agua, si la película tiene una mayor afinidad por el agua que por el aceite, su tensión superficial será más baja del lado del agua, que del lado del aceite. La película tenderá entonces a curvarse de forma tal que reduzca la tensión superficial total; es decir, formará una curva con la cara de baja tensión superficial en el lado exterior y la de alta tensión superficial en el interior, o lo que es lo mismo, se formarán glóbulos de aceite en el agua. Si la película tiene mayor afinidad por el aceite que por el agua, el efecto será inverso y se tendrá una emulsión agua en aceite.

El tipo de la emulsión depende de la naturaleza de los constituyentes, del modo de preparación de la emulsión y de las proporciones relativas de los constituyentes.

Hay ocasiones en que no está claramente definido el tipo de emulsión, pues la fase interna y externa, en lugar de ser homogénea, contiene porciones de la fase contraria; una emulsión de esta clase se llama emulsión dual.

En muchos casos, se puede transformar una emulsión aceite-agua y agua-aceite, o viceversa, por pequeñas modificaciones en el sistema. Este fenómeno se llama "inversión". La relación de volúmenes respectivos de las dos fases líquidas es una

característica importante en una emulsión dada. Se puede a veces realizar la inversión cambiando simplemente esta relación.

En la mayor parte de los casos de inversión de fase, se puede demostrar que ésta va acompañada por un tratamiento que, o altera la constitución química del agente emulsivo, o introduce un segundo agente tenso-activo.

Se ha encontrado que la combinación de dos agentes emulsivos, uno de los cuales es soluble en agua y el otro soluble en aceite, da emulsiones de aceite en agua más estables que un solo agente tenso-activo de cualquiera de los tipos. Puede suponerse que los dos agentes se interpenetran en la interfase, formando una película de mayor robustez y plasticidad que la que forma una sola especie molecular. Por otra parte, la estabilidad de una emulsión de agua en aceite es normalmente disminuida por la adición de un segundo agente emulsivo soluble en agua.

2.3. MÉTODOS PARA DETERMINAR EL TIPO DE EMULSIÓN

A continuación se describirán los principales métodos para determinar el tipo de emulsión;:

- **Observación en el Microscopio (2).**- Consiste en examinar en el microscopio una extensión de la muestra, que se ha espolvoreado previamente con un colorante oleosoluble, por ejemplo, el rojo Sudán III. Si la emulsión es del tipo aceite en agua, se verá al aceite formar círculos rojos brillantes sobre el fondo sin teñir. En el caso contrario, aparecerá una película roja continua salpicada de manchas circulares blancas.

- **Solubilidad de colorantes (web 1).**- La emulsión es tratada con colorantes para ver la posibilidad de su tinción. Si el colorante es soluble en agua, la emulsión será aceite en agua, si es soluble en aceite la emulsión será agua en aceite.
- **Método del papel filtro (2).**- Adicionar una gota de la emulsión a un pedazo de papel filtro. Dependiendo del líquido que se evapora se puede deducir el tipo de emulsión (si prácticamente toda la gota se evapora se trata de aceite en agua).
- **Conductividad.**- Ensayar la conductividad eléctrica con corriente continua o alterna y una lámpara o altavoz, aprovechando la circunstancia de que la conductividad de un líquido acuoso es de un orden de magnitud muy superior a la del aceite y así determinar que el tipo de emulsión es aceite en agua.
- **Viscosidad.**- Basado en la observación del notable cambio en viscosidad (o tensión superficial) que se produce cuando el tipo de emulsión pasa de aceite en agua a agua en aceite, o viceversa.
Por investigaciones recientes (1) se ha demostrado que, durante la inversión de fases, la viscosidad pasa por un máximo súbito, muy pronunciado, debido a la aparición de una emulsión de naturaleza múltiple o compleja, en la que pueden existir grandes gotas de un líquido englobando gotas menores del otro, y éstas incluir otras más pequeñas del primero, quedando así una cantidad muy reducida de alguno de los dos líquidos como medio continuo.
- **Índice de Refracción.**- Se funda en el hecho que las gotitas, por su índice de refracción distinto al del medio, actúan a modo de lentes, y aparecen sólo iluminadas por una lado.

- **Método del índice de agua (web 1).**- Los procedimientos, son los siguientes:

Para una emulsión agua en aceite :

- colocar en un vaso de precipitado 58% de la fase oleosa.
- adicionar 2% en peso del emulsivo seleccionado.
- agitar en parrilla con agitación magnética.
- durante la agitación gotear con pipeta 40 % de peso en agua. Deberá formarse la emulsión.

Para una emulsión aceite en agua:

- colocar en un vaso de precipitado 40% en peso de agua
- adicionar 2% en peso del emulsivo seleccionado.
- agitar en parrilla con agitación magnética
- durante la agitación gotear con pipeta 58% de la fase oleosa. Observar la formación de la emulsión.

2.4. PROPIEDADES DE LAS EMULSIONES

Las propiedades más importantes son: facilidad de dilución (de ordinario con agua, aunque sea con algún disolvente selectivo), viscosidad, estabilidad y si se forma la emulsión en el lugar donde se usa finalmente, su facilidad de formación. Estas propiedades, las cuales se describen más adelante, dependen de lo siguiente:

- Las propiedades de la fase continua.
- La relación entre la fase interna y la externa.
- El tamaño de partícula de la emulsión
- La relación entre la fase continua y las partículas (incluso las cargas iónicas)
- Las propiedades de la fase discontinua.

- **Facilidad de Dilución** .- Es determinada por la fase continua. Si la fase continua es hidrosoluble, la emulsión puede ser diluida con agua, si la fase continua es oleosoluble, la emulsión se puede disolver en aceite. La facilidad con que se puede disolver una emulsión se puede aumentar si se reduce la viscosidad de la emulsión.
- **Viscosidad** .- Cuando hay exceso de fase continua la viscosidad está dada virtualmente por de dicha fase. Al aumentar la proporción de la fase interna aumenta la viscosidad de la emulsión hasta un punto en que la emulsión deja de ser fluida. La regulación de la viscosidad de las emulsiones tiene aplicación en la preparación de lociones cosméticas.
- **Estabilidad** .- Es evidente que el emulsionante juega un papel importante. Debe distinguirse entre la estabilidad de una emulsión protegiéndola de toda perturbación, y la estabilidad cuando se haya sometida a agitación, vibración, cambios de temperatura o a tensiones de cualquier otra naturaleza. La estabilidad de una emulsión es la propiedad más importante, y el sistema no será clasificado como emulsión sino cumple con un mínimo de estabilidad. La estabilidad depende de los siguientes factores: el tamaño de partícula, la diferencia de densidad de ambas fases, la viscosidad de la fase continua y de la emulsión acabada, las cargas de las partículas, la naturaleza, la eficacia y cantidad del emulsivo, y las circunstancias de almacenamiento, o sea, las temperaturas altas y bajas, la agitación y vibración, la dilución o evaporación durante el almacenamiento o el uso.

Para que una emulsión sea estable debe existir:

Una película interfacial que se puede considerar como una envoltura alrededor de cada glóbulo dispersado.

Una débil tensión interfacial gracias a agentes tenso-activos que se adsorben positivamente en la interfase.

Para muchos fines industriales la definición de estabilidad incluye forzosamente la no coalescencia de las partículas de la emulsión y la no sedimentación. La incorporación de aire en una emulsión puede tener como consecuencia la reducción notable de la estabilidad.

El tamaño y la distribución de tamaños de las partículas de una emulsión son gobernados por la cantidad y la eficacia del emulsivo, el orden de la mezclado y la clase de agitación que se haga. Si se reduce poco a poco el tamaño de las partículas de la emulsión, varía el color y el aspecto de ésta. Se presentan excepciones respecto al aspecto y el color de las emulsiones cuando se agregan colorantes y pigmentos y cuando ambas fases tienen índices de refracción similares. En este último caso se forma una emulsión transparente sea cual fuera el tamaño de la partícula.

En general, se representa la estabilidad por el tiempo de conservación sin ruptura de una emulsión en condiciones normales de almacenaje; aunque también hay pruebas aceleradas de estabilidad, aumentando el efecto gravitacional (centrifugación), y determinando la velocidad de separación de las dos fases. La estabilidad a temperaturas elevadas, a los agentes químicos, y la resistencia a la acción mecánica son otras pruebas importantes.

- **Facilidad de formación**, es modificada en mayor grado por la eficiencia y la cantidad del emulsivo y por las propiedades inherentes de ambas fases.

2.5. PREPARACIÓN DE EMULSIONES

Para la preparación de emulsiones es necesario subdividir un líquido en el seno del otro líquido y estabilizar los glóbulos formados para que no coalezcan. A menudo para conseguir resultados óptimos hace falta una gran experiencia, pues,

con un tratamiento mecánico inadecuado, se corre fácilmente el peligro de subdividir el verdadero líquido o dañar la película protectora, y facilitar así su coalescencia.

En la preparación de emulsiones es común añadir gradualmente a la fase continua el líquido que hay que dispersar, el cual se extiende primero formando una película fina, inestable que luego se quiebra en gotitas bajo la influencia de la tensión superficial. La formación de una tal película puede verse facilitada por burbujeo, ebullición, pulverización o, más frecuentemente, por desintegración mecánica o por haberse obligado a la mezcla a atravesar un estrecho espacio entre un rotor que gira a gran número de revoluciones y una pared fija.

Las emulsiones se forman con facilidad en presencia de algún agente que reduzca lo suficiente la tensión superficial, o cuando la fase oleosa, disuelta antes en alcohol u otro solvente miscible con agua, se vierte bruscamente sobre un gran volumen de ésta; el aceite se separa en glóbulos finos que no tienen ocasión de coalescer antes de quedar estabilizados por los agentes presentes o por el alcohol.

2.5.1 Emulsificación Espontánea

La emulsión puede producirse en forma completamente espontánea, aún sin ninguna agitación mecánica. Este fenómeno lo descubrió Johannes Gad en 1878, y puede explicarse por tres mecanismos diferentes.

- El primer mecanismo supone una localización de la caída de tensión superficial producida por el soluto, gracias a lo cual se origina una violenta extensión, y la turbulencia resultante arranca glóbulos del líquido superior. Si se omite el agente estabilizador, la emulsificación es efímera, seguida al poco tiempo por la coalescencia de las gotitas.

El segundo mecanismo es para explicar la formación, de emulsiones espontáneas de aceites de petróleo que contienen ácido nafténico en solución alcalina, se produce la difusión de estos aceites a través de la interfase, con arrastre de moléculas del solvente. Concluyendo que la difusión por sí sola puede dar origen a una emulsión.

La posibilidad de emulsificación espontánea en uno de los dos líquidos o en ambos depende de la concentración de las sustancias que se difunden. Es evidente que las columnas de difusión arrastran otras sustancias por colisión molecular. Así es fácil que se transporte exceso de algún constituyente hacia otra región o líquido en contra de la corriente natural de su movimiento, o rebasando el estado de equilibrio, que se restaura luego lentamente.

Puede sobrevenir una emulsificación espontánea cuando se forma jabón en la interfase o cuando se difunde de un líquido a otro, cuando el jabón se encuentra ya formado y en su solvente. La emulsificación espontánea es de gran importancia en el uso de aceites "solubles" y en la formación de asfalto bituminoso para pavimentación de carreteras.

El tercer mecanismo es para dar razón de muchos casos en los que un líquido orgánico puro, se fracciona espontáneamente en innumerables pequeños glóbulos al hallarse sobre la solución acuosa de un agente tensoactivo. Las gotas emulsificadas consisten del líquido puro, estabilizado por una capa del agente tenso-activo. La energía de este tipo de emulsificación procede únicamente de la energía de adsorción del agente tensoactivo en la interfase, también como la energía de solubilización del hidrocarburo en el material acuoso tensoactivo. Se han observado numerosos ejemplos de éstos en estudios sobre la polimerización en emulsión, por ejemplo caucho sintético

2.6. AGENTE EMULSIVO

Con frecuencia se usa incorrectamente el término "emulsivo". Los emulsivos forman un grupo de la clase general de agentes tenso-activos.

Existe una diversidad de derivados de los aceites y las grasas cuya importancia industrial es debida a su capacidad para modificar las propiedades de los líquidos en su superficie, cuando están disueltos en ellos, dichos productos se pueden clasificar bajo la amplia designación de materiales tenso-activos. Los tenso-activos de acuerdo con sus diferentes usos, se clasifican como: agentes emulsivos, agentes detergentes, agentes humectantes, agentes dispersantes, agentes espumantes, etc. Otras sustancias derivadas de las grasas y aceites son ciertos detergentes diferentes de los jabones, aceites sulfonados para el tratamiento de cueros y tejidos, y gran cantidad de agentes emulsivos y humectantes, que encuentran aplicaciones especiales en diferentes industrias.

Las propiedades de los tenso-activos derivan de su influencia sobre la tensión interfacial o superficial, su efecto sobre la humectabilidad de las superficies sólidas y su capacidad de agregación en solución formando micelas, micro-emulsiones, mini-emulsiones, dispersiones, espumas y otros. Otro efecto importante es su capacidad para formar micelas que solubilizan complejos orgánicos no muy solubles en agua.

Los emulsivos se emplean en la formulación de emulsiones para facilitar la emulsificación y dar estabilidad a la emulsión. Estos efectos se producen por la reproducción de la tensión interfacial entre las dos fases y por acción coloidal protectora, respectivamente. De ordinario, los emulsivos son sustancias muy complejas y parecen que cuanto más complejas, funcionan con mayor eficiencia. Esto se tiene en cuenta en la práctica de formulación y con frecuencia se usan combinaciones de dos o más emulsivos.

2.6.1 Constitución Química y Propiedades

Todos los agentes de superficie activa o tenso-activos contienen en su molécula, uno o varios grupos hidrófilos, de tipo iónico, no iónico y generalmente una estructura hidrocarbonada lipófila no polar. Los dos extremos de la molécula están lo suficientemente separados para que actúen, según su afinidad, simultánea o independientemente.

la doble actividad descrita es condición esencial para las sustancias que han de tener actividad superficial.

En la mayor parte de los casos, el tamaño o longitud de las moléculas es también crítico, pues hay que considerar una de las propiedades más importantes de los emulsivos, el equilibrio hidrófilo-lipófilo en la molécula. Este es una expresión de atracción simultánea relativa de un emulsivo con respecto al agua y al aceite.

El equilibrio hidrófilo-lipófilo de un emulsivo determina el tipo de emulsión que tiende a ser formada. Si la cadena es demasiado grande, habrá desequilibrio, en el sentido de una gran afinidad por las sustancias grasas y una insuficiente afinidad por el agua, acompañada de una solubilidad limitada en la última; mientras que, si la cadena es demasiado corta, el compuesto estará relativamente carente de actividad superficial, por insuficiencia de sus propiedades lipófilas.

La solubilidad de un emulsivo es de suma importancia en la preparación de concentrados emulsionables. Es preciso que el emulsivo permanezca disuelto en cualquier condición de almacenamiento. Con frecuencia es posible aumentar la solubilidad de un emulsivo con algún coemulsivo. También son usuales diversos disolventes como conjugadores o codisolventes.

La tensión interfacial es la fuerza que se requiere para romper la superficie entre los líquidos no miscibles ; es de interés en la emulsificación en virtud de que cuanto menor es la tensión interfacial entre las dos fases de una emulsión, tanto mas fácil es la emulsificación.

2.6.2 Clasificación

La clasificación se fundamenta en el poder de disociación del tenso-activo en presencia de un electrolito y de sus propiedades fisicoquímicas, pueden ser: iónicos o no iónicos; y dentro de los iónicos según la carga que posea la parte que presenta la actividad de superficie serán: aniónicos, catiónicos y anfóteros.

Como es de suponer, no son mutuamente compatibles los agentes tenso-activos aniónicos y catiónicos, pues en virtud de las cargas iónicas tienden a neutralizarse entre sí y se nulifica su actividad superficial.

Los emulsivos no iónicos son totalmente covalentes y no tienen ninguna tendencia a la ionización. Por consiguiente, puede asociarse con otros agentes no iónicos de actividad superficial y con agentes aniónicos o catiónicos. Los emulsivos no iónicos son más inmunes contra la acción de electrolitos que los agentes tenso-activos aniónicos .

Los iónicos, con fuerte afinidad por el agua, motivada por su atracción electroestática hacia dipolos del agua, pueden arrastrar consigo a las soluciones de cadenas de hidrocarburos, por ejemplo el ácido palmítico prácticamente no ionizable es insoluble, mientras que el palmitato sódico es soluble completamente ionizado. Dentro de los tensoactivos que se ionizan en agua, se encuentran:

- **Tenso-activos Aniónicos**, se ionizan en solución pero considerando el comportamiento de sus grupos en solución, el grupo hidrófobo queda cargado negativamente.

Están constituidos por una cadena lineal o ramificada que va de 10 a 14 átomos de carbono, y en su extremo polar de la molécula se encuentra un anión. Están caracterizados por la existencia en su molécula de cationes orgánicos e inorgánicos (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+) y una parte hidrofílica que contiene los grupos aniónicos ($-\text{COO}^-$, $-\text{SO}_3^-$, $-\text{O-PO}_3^{2-}$, etc.) unido a la fracción orgánica.

- **Tenso-activos Catiónicos**, son aquellos que en solución forman iones, resultando cargado positivamente el grupo hidrófobo de la molécula.

Contiene por lo menos una cadena de 8 a 25 átomos de carbono, derivada de un ácido graso o de un derivado petroquímico y un nitrógeno cargado positivamente, el anión suele ser un Cl^- , Br^- , OH^- , SO_4^{2-} .

La mayoría esta constituido por una cadena larga de sales de amonio cuaternarios o sales alquilaminas. La cadena larga constituye el grupo hidrofóbico, en tanto que el pequeño el grupo hidrófilo y altamente ionizado, lo constituye el nitrógeno tetravalente en forma de sales de amonio cuaternario. Estos agentes son de menor interés que los agentes aniónicos y no iónicos, pero su importancia radica en su eficiencia bactericida, germicida, alguicida, etc.

Tenso-activos Anfóteros, presentan en su molécula a grupos aniónicos y catiónicos, constituidos por una cadena grasa y un nitrógeno cuaternario conteniendo un radical aniónico, como su nombre lo indica, actúan dependiendo del medio en que se encuentren, en medio básico son aniónicos y en medio ácido son catiónicos y son estable en ambos medios.

Los no iónicos, son aquellos que al ionizarse se solubilizan mediante un efecto combinado de un cierto número de grupos solubilizantes débiles (hidrófilos) tales como enlace tipo éter o grupos hidroxilos en su molécula. Se refiere principalmente a los derivados polioxietilenados y polioxipropiménados.

Estos tenso-activos tienen la ventaja de que son estables con la mayoría de los productos químicos y son igualmente efectivos en aguas blandas y duras. Su naturaleza química los hace compatible con otros tenso-activos aniónicos, catiónicos y coloides cargados positiva o negativamente.

2.6.3 Mecanismo de Acción

Actuando independientemente, ni una tensión interfacial pequeña, ni una alta viscosidad, ni las inevitables cargas eléctricas, bastan para estabilizar una emulsión. Es mejor una envoltura sólida, un compuesto polar o una película. A veces el agente emulsivo queda formando una película tenaz, coherente o plástica. McBain (2) hace observar que es evidentemente mucho más difícil que dos gotas coalezcan cuando tropiezan una con otra sumergidas en una solución del agente emulsivo que cuando se encuentran en un medio indiferente y en circunstancias tales que una ligera reordenación o modificación de las moléculas de la superficie pueda conducir a la coalescencia.

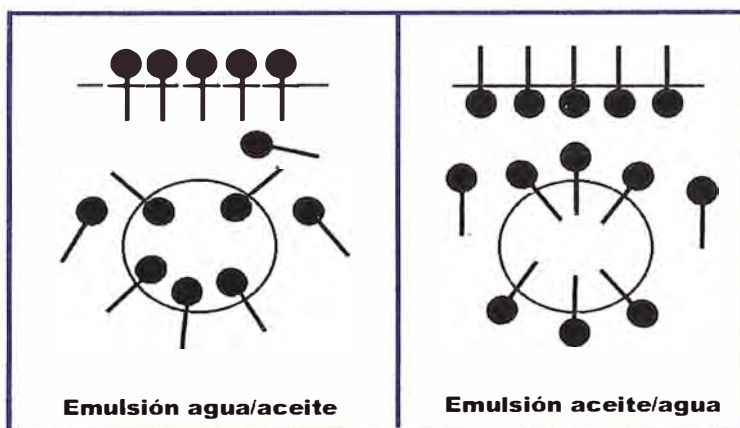
Las propiedades generales y comportamiento de los agentes emulsivos se deben al carácter dual de sus moléculas (hidrófilo y lipófilo); es así como el antagonismo entre estas dos secciones de su molécula y el equilibrio entre ellas es la que da al compuesto sus propiedades activas de superficie.

El grupo hidrófilo ejerce un efecto solubilizante y tiende a llevar a la molécula a disolución completa. El grupo hidrófobo, en cambio, debido a su insolubilidad, tiende a contrarrestar la tendencia del otro. Si se logra el equilibrio adecuado entre los dos grupos se ve que la sustancia no se disuelve por completo, concentrándose en la interfase con su cadena hidrófoba orientada hacia el aceite y el grupo hidrófilo orientado hacia el agua.

La formación de la emulsión, va acompañada por un tremendo aumento del área de la interfase líquido-líquido. En consecuencia, la formación de la emulsión vendrá favorecida por la presencia en el líquido de cualquier sustancia que disminuya su tensión superficial y disminuya el trabajo necesario para aumentar la interfase. En otras palabras, la disminución de la tensión superficial favorece, tanto la formación de emulsiones, como su estabilización. Aunque una baja tensión interfasial es un factor indudablemente importante en la preparación de emulsiones estables, no se cree que es el único factor que debe ser tenido en cuenta. Se sabe que no se puede predecir la utilidad de un agente emulsivo, en la práctica industrial, por la sola medida de la disminución de la tensión interfacial producida por el agente en cuestión. Su eficacia está influida también por el tamaño y movilidad de las moléculas tenso-activas y por el grado de plasticidad o rigidez que presentan, cuando están estrechamente empaquetadas en las películas interfaciales.

Para el caso de una emulsión agua en aceite, el grupo hidrófilo está dirigido hacia el interior de los glóbulos acuosos, mientras que la parte hidrófoba hacia la fase continua. Ver Figura N° 2.6.1

Figura N° 2.6.1



Una regla general es que la fase donde el emulsionante es más soluble constituirá la fase continua o externa (regla de Bancroft), de aquí que si la relación de solubilidades cambia al variar la temperatura, o la concentración, o al añadir sales, ácidos o álcalis, se pueda esperar la inversión de fases.

2.6.4 Eficacia de un Emulsivo en la Estabilidad

La eficacia de un emulsivo depende, entre otros factores del modo de agitación y de su intensidad y la forma en que el emulsivo ha sido introducido. El papel de la agitación es ante todo de dividir las dos fases, de tal forma que una de las fases se convierta en pequeñas gotículas. La energía mecánica necesaria que hay que aplicar en esta operación es tanto menor, cuanto la tensión interfacial sea más pequeña. Los diferentes molinos coloidales y homogenizadores son aparatos concebidos para obtener la máxima desintegración sobre los fluidos, en el sentido de la formación de glóbulos finos y uniformes. En algunos sistemas si la tensión superficial es muy pequeña, la emulsificación se producirá espontáneamente sin agitación.

CAPÍTULO 3. EMULSIONES PARA EL TREFILADO

Mucha gente en la industria de trefilado de alambre de cobre usa algunos tipos de emulsiones o fluidos miscibles en agua, compuestos de un aceite nafténico hecho soluble a través del uso de agentes tenso-activos (emulsivos).

3.1. COMPONENTES

Las mayoría de las emulsiones para el trefilado son del tipo aceite en agua y están compuestas por:

- Base
- Aditivos
- Emulsivos
- Agua

La base constituye la fase dispersa que puede ser aceite nafténico, sintético o semi-sintético, muchas veces se suelen incluir grasas. Su función es la de lubricar.

Los aditivos, varían según las condiciones de cada trefilado. Se utilizan aditivos para proteger el metal de la corrosión, para mejorar la humectabilidad, para aumentar la estabilidad, etc. Los aditivos usados en la emulsión sujeta a estudio se encuentran en el capítulo 4.

Los otros dos componentes se detallan a continuación:

Emulsivos, crean una carga negativa en la superficie de cada gota de aceite. La repulsión entre cargas iguales causan la dispersión de las gotas en el sistema. Los agentes emulsivos generalmente empleados son nafta-sulfonatos (Alquil aril sulfonatos) y ácidos grasos sulfonados.

Los sulfonatos son los productos de neutralización de un ácido sulfónico cuyo radical orgánico actúa como grupo soluble ($R-SO_3H$) con una base metálica (MOH ó MO). Los sulfonatos comercialmente disponibles son de dos tipos: sulfonatos de petróleo y sintéticos.

Para emulsionar son preferibles en general, productos de bajo o medio peso molecular (más hidrófilos). Los nafta-sulfonatos sódicos (derivados del ácido nafténico) poseen ciertas propiedades detergentes, no se hidrolizan fácilmente por los ácidos o álcalis y tiene buenas propiedades espumosas, su mayor uso radica como emulsivo.

Los sulfonatos solubles en aceite que contienen una cantidad de metal en exceso por sobre la estequiometría se llaman sulfonatos básicos. Entre las ventajas de los sulfonatos básicos está una gran habilidad para neutralizar sustancias ácidas, además de servir como dispersantes de los contaminantes.

Agua, que constituye la fase continua, es el medio en el cual el aceite está suspendido en forma de gotas.

Las aguas son blandas o duras según su comportamiento con el jabón. Se dice que es blanda si da espuma con una pequeña cantidad de jabón, y dura si la espuma se obtiene sólo después de un agregado mayor. La dureza se debe casi totalmente a la presencia de iones calcio y magnesio, estos iones se combinan con los aniones del jabón (sales de sodio o potasio de ácidos grasos) dando compuestos insolubles de calcio y magnesio. Las sales presentes en el agua dura son los bicarbonatos, cloruros (causantes de la corrosión), sulfatos de calcio y magnesio.

La Tabla 3.1 muestra el tipo de agua según su dureza.

Tabla N° 3.1

Grados Alemanes (°GH)	ppm (mg CaCO₃/L)	Tipo de Agua
0-4	0-71	muy blanda
4-8	71-142	blanda
8-18	142-214	semi-dura
18-30	320-534	dura
+ 30	+ 534	muy dura

3.2. FUNCIONES PRINCIPALES

Las principales funciones de una emulsión en un proceso de trefilado son :

- Lubricidad - Enfriamiento - Detergencia - Estabilidad

- **Lubricidad**, reduce el rozamiento entre el alambre y las hileras, de modo que los desgastes disminuyen.
- **Enfriamiento**, la emulsión debe ser capaz de disipar el calor generado en el trabajo de trefilado y reducir las temperaturas, es decir, debe tener gran poder de refrigeración.
- **Detergencia**, poseer un alto nivel de detergencia y ser capaz de arrastrar la viruta, evitando los entorpecimientos en el trabajo, además de mantener limpia la máquina, las líneas de circulación y el alambre. Además, contener una alta reserva alcalina para neutralizar los ácidos que se forman en las emulsiones, con el uso. La reserva alcalina también mejora la resistencia de la emulsión contra la degradación por bacterias, y por lo tanto prolonga su vida.

- **Estabilidad**, la estabilidad de una emulsión es una propiedad, pero también puede decirse que se trata de una función que debe cumplir toda emulsión para el trefilado. Cuando la estabilidad es afectada se distinguen las siguientes fases:

Formación de Nata, debido al afloramiento de partículas de la fase dispersa. Se observa por una diferencia de color entre la superficie de la emulsión y el resto de ella. Cuanto más fino sea el tamaño de la fase dispersa, menos rápida y completa será la formación de nata.

Cuando una emulsión forma nata, las partículas de la fase dispersa, se vuelven más cercanas y se incrementa la tendencia a coalescer que termina con la separación de fases. A mayor carga eléctrica de partículas y mayor viscosidad de la fase dispersante, menor será la separación y cuanto mayor sea la diferencia de las gravedades mas rápida y completa será la separación.

Separación de Fases, resulta de la aglomeración y coalescencia de la fase dispersa. La coalescencia se produce por el rompimiento de la película interfacial en el punto de unión de dos partículas de la fase interna. Este rompimiento de la emulsión puede ser reversible o irreversible, en el último caso usualmente se encuentran las emulsiones que han sido preparadas con un considerable esfuerzo mecánico. Será reversible si se tiene emulsivo en exceso y si éste tiene la propiedad de facilitar la emulsificación.

Otras funciones que deben cumplir las emulsiones para el trefilado son:

- Humectabilidad
- Separación de finos
- Resistencia biológica
- Baja formación de espuma

3.3. FACTORES DE DEGRADACIÓN

Durante el trefilado, la emulsión está sujeta a diversas condiciones que facilitan su degradación. Los principales factores son:

3.3.1 Temperatura

A temperaturas elevadas se puede causar la degradación de emulsivos afectando la estabilidad y promoviendo el rompimiento de la emulsión. También las altas temperaturas no permiten una eficiente transferencia de calor en la interfase alambre / hilera, lo que resulta en una disminución del tiempo de vida de la hilera, posible decoloración del alambre y oxidación de la fase aceite (interna) en la emulsión. Además empieza a incrementarse la velocidad de las reacciones químicas, principalmente la formación de jabones de cobre insolubles.

Está claro que temperaturas de baño muy elevadas, causan la vaporización de la emulsión en la interfase alambre / hilera. El vapor que se forma minimiza la lubricación, resultando en el rayado y rompimiento del alambre. Además se tienen pérdidas por evaporación más grandes y aditamentos de agua más fuertes. Si se juntan los dos factores –agua dura y temperatura de baño elevada- se llega a valores altos de dureza en un tiempo considerablemente más corto.

Por otra parte, se debe tener en cuenta que una emulsión de trefilado demasiado refrigerada es sensiblemente peor en relación al poder lubricante, porque la emulsión no será lo suficientemente fluida como para ser bombeada y llegar a la interfase alambre / hilera, para lubricar.

La refrigeración de una emulsión de trefilado no es importante únicamente en relación a la estabilidad del baño. Un factor muy importante que influyó de forma

considerable en la utilización general de emulsiones oleosas en el trefilado, es la buena refrigeración de las herramientas, hileras y alambre. Únicamente una buena refrigeración del baño permite la buena refrigeración de máquinas que se desea.

3.3.2 Presencia de un exceso de Aire

Desde el punto de vista práctico, en la oxidación espontánea de las grasas se debe distinguir entre la que ocurre con las altamente insaturadas y la que ocurre con otras menos insaturadas en la que conduce al “enranciamiento”, que es fuente de grandes perjuicios en grasas y aceites comestibles.

El primer paso en la oxidación de una grasa, es la adición de oxígeno al enlace doble de la cadena de un ácido graso para formar compuestos inestables que se designan, generalmente, con el nombre de peróxidos.

Las modernas teorías suponen que el oxígeno ataca a la grasa, en relativamente pocos puntos; después de esto la reacción prosigue por un mecanismo en cadena con radicales libres activados. Como que la adición se produce mucho más fácilmente en los ácidos grasos que contienen un grupo de metileno activo, por ejemplo, los ácidos linólico y linolénico, se considera que en las grasas comerciales, estos ácidos constituyen el foco del que parte la oxidación general.

Los ácidos grasos en forma libre se oxidan más fácilmente que cuando están combinados formando glicéridos u otros ésteres; sin embargo, el desarrollo de una moderada concentración de ácidos libres de una grasa, no afecta a su estabilidad en un grado muy marcado.

3.3.3 Presencia de polvillo / viruta de Cobre

Las operaciones de trefilado producen finos de cobre los cuales están suspendidos en la emulsión. Ellos pueden estar en la forma de óxidos de cobre o cobre puro cubiertos con óxido. El polvillo de cobre y los óxidos están solubilizados en la fase acuosa, como sales de cobre. La principal reacción con el cobre presente es la formación de jabones de cobre.

Las grasas en la solución están compuestas de una molécula de glicerol con tres moléculas de ácido grasos, conocidos químicamente como triglicéridos. La excesiva hidrólisis (descomposición química de los triglicéridos o grasas por acción del agua, reacción 1) causadas por altas temperaturas en la emulsión (entre 29 °C y 52°C), puede crear un exceso de ácidos grasos libres.



La reacción hidrolítica es catalizada por los ácidos, por los compuestos que forman jabones de ácidos grasos y por otras sustancias, tales como enzimas lipolíticas, que permiten efectuar una fuerte hidrólisis, en las condiciones normales de temperatura y presión.

Los ácidos grasos libres producidos por la reacción 1, reaccionan con los óxidos y sales de cobre produciendo jabones de cobre insolubles en agua (reacción 2).



Los jabones de cobre, algunos de los cuales se disuelven en las gotas de aceite de la emulsión, pueden dar una coloración verdosa a la emulsión. La acumulación de estos jabones producen la formación de lodos que se convierten en soporte de partículas de cobre, tanto que se fijan en las superficies y ellos no pueden ser removidos fácilmente. Si el lodo está presente en cantidades suficientes, es el

responsable de la obstrucción de tuberías, engomado de las superficies de las hileras y capstan, se depositan en el interior de la máquina, del reservorio, en la entrada de las hileras, minimizando la lubricación. La tendencia del alambre para enrollarse sobre los capstans engomados es grande, especialmente si se trefila alambre fino. El problema de la gomosis indica que la emulsión está gastada. A pH por debajo de 7.5, también se acelera la formación de jabones de cobre.

3.3.4. Composición del Agua

El agua es el mayor componente en la emulsión, y su calidad juega un papel fundamental en la efectividad del proceso de trefilado. Los compuestos del agua que influyen en el comportamiento de la emulsión son:

1. Presencia de Electrolitos

El agua puede contener niveles de magnesio, calcio, sodio y hierro, estos elementos tienden a romper el equilibrio entre las fases interior y exterior de la emulsión, porque tienen carga eléctrica “positiva” que debilitan la carga negativa de las gotas de aceite, necesarios para el efecto de repulsión entre las gotas. Entonces, con una elevada concentración de electrolitos, las gotitas de aceite finamente repartidas de la fase interna se juntan en gotas grandes. Las gotas de aceite grandes se separan de la emulsión y se colocan en el tope del reservorio, resultando una separación o “rotura” de la emulsión. La emulsión residual queda entonces pobre en aceite al ingresar en las partes de trabajo del sistema. Es importante resaltar, que este mismo efecto se puede tener por la presencia de cobre en forma de iones.

Los iones de calcio y magnesio, pueden reaccionar con los ácidos grasos libres para producir jabones de agua dura (reacción 3), insolubles en agua y que no tienen poder limpiador, ocasionando una considerable disminución de la cantidad del agente emulsivo, que producen efectos adversos en la estabilidad de la

emulsión y la lubricidad, los efectos son los mismos que ocasionan los jabones de cobre.



Además los iones de Ca y Mg, presentes en el agua dura, pueden reaccionar con el emulsificante de la emulsión (reacción 4). Este consumo del emulsificante afectará a la estabilidad de la emulsión.



Normalmente los reservorios son calientes y aireados, los cuales causan la evaporación del agua. Al evaporarse el agua las sales disueltas y minerales aumentan en concentración y de este modo la evaporación acelera la formación de jabones de agua dura.

2. Contenido de Cloruros

Un alto contenido de cloruros en el agua y la presencia de iones cobre, producen la formación de cloruros de cobre (reacción 5) que pueden causar problemas de corrosión en el circuito debido al cambio de valencia de Cu^+ a Cu^{2+} .



3.3.5 Bacterias

Es posible encontrar centenares de diferentes especies de bacterias aptas para una degradación determinada en ciertas condiciones físicas. La microbiología de cualquier sistema dependerá, de una serie de factores, como la aireación (presencia de suficiente oxígeno), temperatura, pH, disponibilidad de elementos nutritivos y de la efectividad de los inhibidores.

Las bacterias tienen un hábitat próspero cuando existe ácidos grasos libres y otras grasas usadas para la lubricación, en una emulsión. Éstas agotan algunos componentes del paquete de aditivos (principalmente emulsificantes) y promueven el rompimiento de la emulsión para producir un exceso de ácidos grasos (consumo de grasas), que causan una caída del pH. Normalmente en los sistemas con presencia bacteriana hay una caída típica del pH que va desde un nivel alcalino hasta otro neutro, pudiendo llegar incluso a niveles muy bajos, sin embargo muchas veces esta caída de pH se ve enmascarada por los productos alcalinos del metabolismo de las bacterias.

Altos niveles de bacterias son capaces de desestabilizar una emulsión, en términos de lubricidad y detergencia hasta el punto en que es imposible un trefilado satisfactorio.

Dentro de los efectos generados por el crecimiento microbiano, se encuentran: acortamiento de la vida de la emulsión, desgaste de las hileras, rápida corrosión de las piezas, olores desagradables, excesivo depósito de sustancias en los filtros, decoloración del alambre de cobre.

3.3.6 Acidez y Alcalinidad

Las emulsiones para trefilado son, con pocas excepciones, siempre alcalinas, es decir, presentan un pH por encima de 7, generalmente entre 8 y 9. Esto es importante porque dentro de este alcance el cobre prácticamente no se ve atacado.

Los componentes del aceite emulsivo son siempre seleccionados para actuar en medio alcalino y mantener a los componentes formando una emulsión estable. Los cambios en la alcalinidad también tienen efectos en la vida de la emulsión.

Cuando la velocidad de producción de alambre trefilado es relativamente más grande que la cantidad de lubricante presente, el normal equilibrio de la reacción química es perturbado y el pH comienza a aumentar.

Por otro lado, el pH puede disminuir por tres razones, principalmente:

- A causa del aire que llega a la emulsión, se provoca la reacción de la emulsión con el dióxido de carbono del aire para formar carbonatos y bicarbonatos , con ello el valor del pH baja.
- Presencia excesiva de ácidos grasos libres, producto de la hidrólisis de grasas.
- Presencia de bacterias, que se identifica cuando hay una caída súbita en el pH.

Cuando el valor del pH baja, el cobre se disuelve con mayor intensidad, aumentando así la presencia de iones de cobre. Si el valor de pH disminuye a 8 o un valor inferior, pelagra además la estabilidad de la emulsión. Si el pH está por debajo de 7.5 se acelera la formación de jabones de cobre, que pueden causar la separación del aceite y la emulsión comienza a hacerse más densa, dificultando la dispersión y filtración de los finos de cobre. Un rango óptimo de pH puede ser entre 8.0 y 9.5, dependiendo de las condiciones.

También pueden ocurrir cambios significantes en la tensión superficial (la capacidad de la emulsión para humedecer uniformemente la superficie) de la emulsión. Esto puede incrementarse para valores mayores que 40 dinas/ cm, de este modo se produce una deficiente acción de humedecimiento sobre la superficie del alambre y en consecuencia una deficiente lubricación.

CAPÍTULO 4. TREFILADO INDUSTRIAL DEL COBRE

El desarrollo de la presente tesis se llevó a cabo en las instalaciones de la Planta de Trefilación-Planta1, perteneciente a la empresa INDECO S.A.

Todo el estudio del comportamiento de la emulsión durante el proceso de trefilado se efectuaron en la Máquina Trefiladora F13-I, la cual fue seleccionada por las siguientes razones:

- Realiza un mayor nivel de trabajo, pues en ella se llevan a cabo los mayores volúmenes de producción.
- Por su diseño se puede observar completamente el circuito de la emulsión desde el reservorio hasta la máquina trefiladora, lo cual permitió la medición de los parámetros seleccionados para controlar y conocer las condiciones a las que se encontraba la emulsión durante el proceso.
- El reservorio posee un mayor volumen de emulsión, lo que facilitó observar con claridad la presencia de polvillo del cobre y su proceso de eliminación.

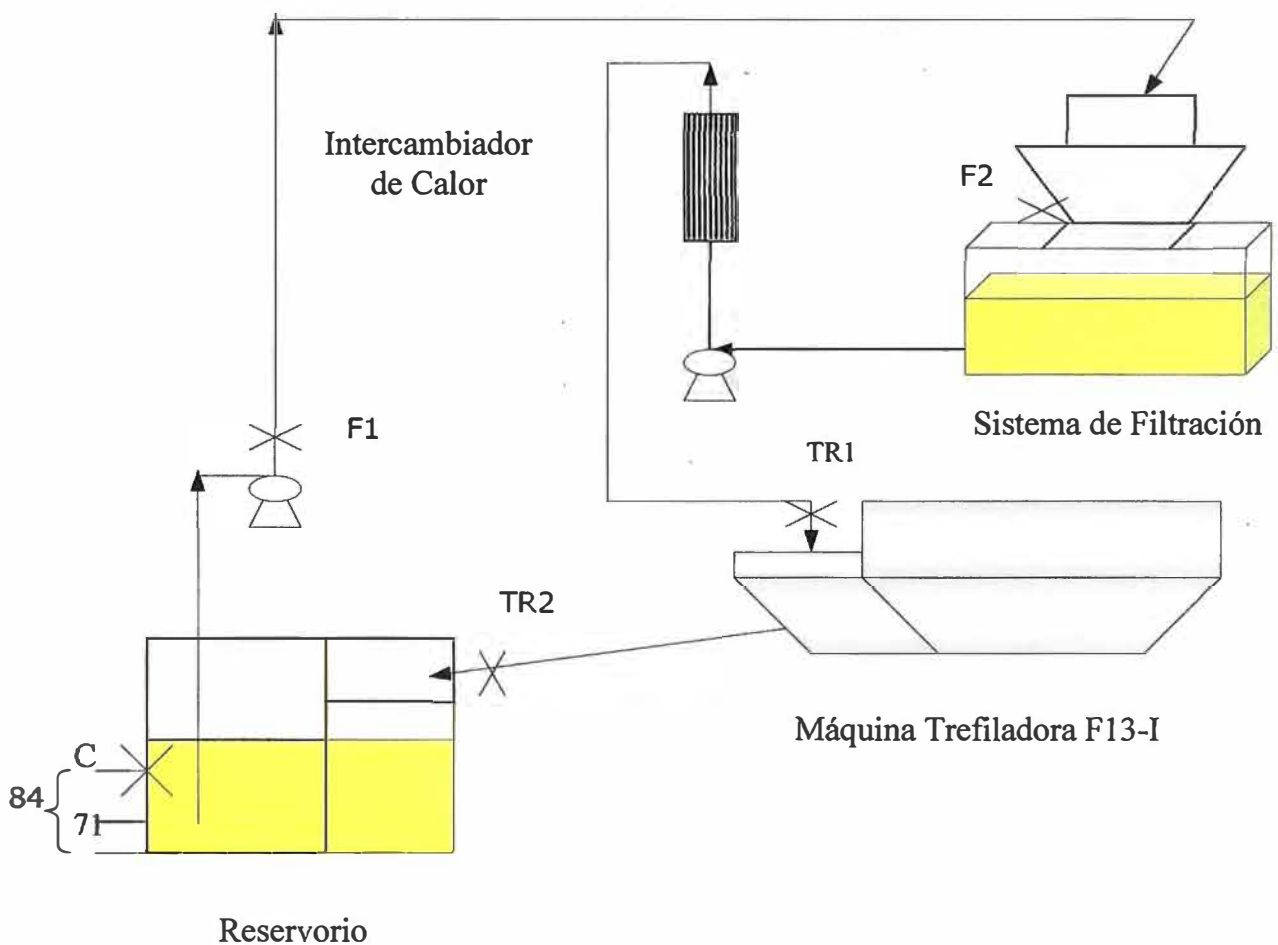
4.1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Para fines del estudio, el proceso de trefilado es el circuito mostrado en la Diagrama N° 4.1.

La emulsión ingresa a la máquina trefiladora, donde el alambre es bañado tal como indica la Figura N° 5.1.1.a, luego sale e ingresa al reservorio por la parte superior, en el reservorio se va a dar la sedimentación del polvillo/viruta de cobre. La emulsión es bombeada desde el reservorio, a una altura de 71 cm del fondo, hasta el sistema de filtración donde se limpia la emulsión, separando los finos de cobre. Luego la emulsión ingresa a un intercambiador de calor de placas para

disminuir su temperatura y regresa a la máquina trefiladora. Las características de cada unidad se encuentran en el ANEXO N° 1.

Diagrama N° 4.1



La materia prima es cobre del tipo a1 (Electrolic Tough Pitch 99.90% de Cu) y a2 (Fire Refined High Conductivity, mayor en impurezas que el a1 en Se, Te y Pb).

El alambroón de cobre ingresa con un diámetro de 8 mm y según con la secuencia de las hileras se obtienen alambres de 1.70mm, 1.61mm y 1.38 mm.

4.2. EMULSIÓN

4.2.1. Componentes

La emulsión de trefilado es del tipo aceite en agua. La fase acuosa, proviene de un ablandador de intercambio iónico que posee INDECO S.A.. La fase aceite, es adquirida a un proveedor especializado, industrialmente se le denomina aceite emulsivo HSDL-24MW, cuyos componentes se detallan en la Tabla N° 4.2.1 y su Hoja Técnica se encuentra en el ANEXO N° 2.

Tabla N° 4.2.1: Componentes del Aceite Emulsivo HSDL-24MW

BASE	<p>Severely Hydrotreated Heavy Naphtehnic Petroleum Oil</p> <p>Aceite Base derivado del petróleo. De carácter no polar. Cumple la función de lubricación.</p>
	<p>Fatty Oils, Fatty Esters</p> <p>Mejora las propiedades lubricantes, dando el carácter polar. Su función es influir en la humectación de la superficie del metal en la interfase alambre/hilera. Tiene una clase de magnetismo para el metal, debido a su estructura molecular.</p>
EMULSIO- NANTE	<p>Oil Soluble Sodium Sulfonate - Tenso-activo Aniónico</p> <p>Agente emulsivo, juega un papel importante en la estabilidad de un emulsión. Son los más usados por su eficiencia en los procesos de detergencia, humectación y dispersión.</p>

ADITIVOS	<p>Alkylphenol Ethoxylate - Tenso-activo No iónico</p> <p>Es un co-emulsivo. Cuanto más prolongada es la cadena etoxilica, mayor es la solubilidad en agua y más elevada su temperatura de uso.</p>
	<p>2, 4 – Pentanodiol, 2-Methyl – Tenso-activo No iónico</p> <p>Provee un sinergismo de elevada eficiencia. Su poder detergente es superior al de los tenso-activos aniónicos a baja y mediana temperatura.</p>
	<p>Glycol Ethers - Tenso-activo No iónico</p> <p>Es compatible con todo tipo de tenso-activo. Son poderosos humectantes y emulsificantes.</p>

4.2.2. Método de Mezclado

El aceite soluble usado para la mezcla es del tipo emulsificación espontánea, pues no requiere de algún equipo de agitación, sólo basta con adicionar el aceite soluble sobre el agua y ayudar al mezclado con una agitación suave. La Tabla N° 4.2.2 muestra las proporciones en que se mezcla el aceite emulsivo y el agua

Tabla N° 4.2.2: Tabla de Mezcla

Concentración	Volumen Total	Lubricante Total	Agua			
			Total	Pre-mezcla	Cisterna	
(%)	m ³	(Cilindros)	(Gal)	(Gal)	(m ³)	Altura (cm)
10	10	5.9	2319.68	55	8.57	174.62
	12	7.0	2783.62	55	10.33	210.40
11	10	6.4	2287.98	55	8.45	172.18
	12	7.7	2745.57	55	10.18	207.46

Notas:

Para el número de cilindros de aceite lubricante, se redondea por exceso.

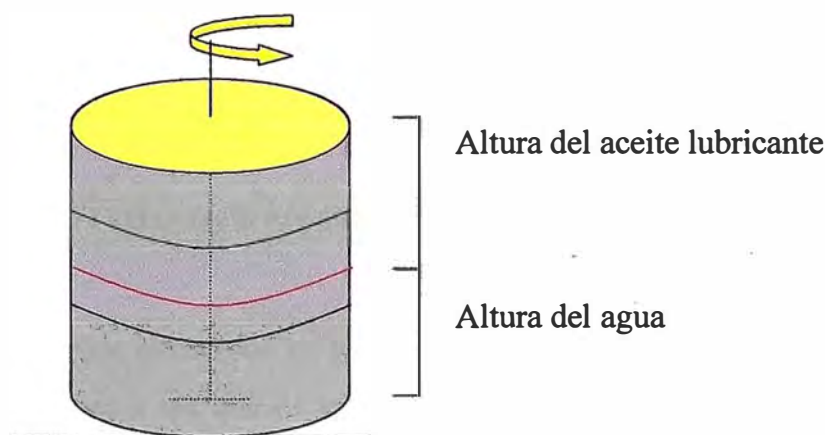
Las primeras preparaciones se realizan con una concentración máxima y con el máximo volúmen.

Procedimiento:

- 1) Se llena el reservorio con agua hasta la altura especificada.
- 2) Se realiza una pre-mezcla (el agua y aceite lubricante pueden estar a temperatura ambiente). Ver Figura N° 4.2.2.
 - En cilindros vacíos y limpios (preferentemente cilindros que contenían el aceite lubricante), para evitar contaminación.
 - El agua es vertida hasta la mitad del cilindro (55 Gal.) y se vierte el aceite lubricante sobre el agua, hasta completar el cilindro.
 - Se agita con una paleta de madera limpia, hasta observar una mezcla homogénea sin grumos y de apariencia lechosa (el aceite lubricante se tiene que disolver en el agua).
- 3) La pre-mezcla se vierte en el reservorio
- 4) Si el volumen es el suficiente, entonces se hace recircular la mezcla por el sistema, y si se observa generación de espuma, se espera que disminuya y se sigue adicionando las premezclas.
- 5) Los pasos 3) y 4) son repetidos hasta completar el número de cilindros de aceite lubricante requeridos, para la preparación.
- 6) Finalmente, se hace recircular por todo el sistema la mezcla durante unas 2 a 3 horas según convenga, hasta obtener una mezcla homogénea.

Si la generación de espuma es excesiva se tiene que realizar paradas, con el objetivo que la espuma disminuya, y continuar recirculando en caso extremo se adiciona antiespumante.

Figura N° 4.2.2: Pre-mezcla



4.2.3. Control

El control se realiza según la especificación de parámetros hallada en la Tabla N° 4.2.3

Tabla N° 4.2.3

Trefiladora	Porcentaje de grasa (%)		pH	Conductividad (uS)
	Máx.	Mín.	Máx.	Máx.
F13	11	9	9.3	5000

Quincenalmente, en el laboratorio, se realizan los siguientes ensayos:

- Porcentaje de grasa (%):** Para realizar las adiciones de agua o pre-mezcla (emulsión nueva). Se utiliza el método Babcock (ANEXO N° 3)
- pH:** Para el control del desgaste de la materia grasa o posible contaminación por bacterias.
- Conductividad (uS):** Para el control de iones de cobre, cloruros, calcio, magnesio, sodio, etc., presentes en la emulsión. Su aumento es por una contaminación de polvillo de cobre y por posibles reposiciones con agua dura.

CAPÍTULO 5. ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO DE LA EMULSIÓN DURANTE EL PROCESO DE TREFILADO INDUSTRIAL

5.1. ACTIVIDADES EN PLANTA

Los trabajos realizados en la planta de trefilación tuvieron por objetivo anotar las condiciones a las que es sometida la emulsión durante su recorrido por todo el circuito, así como identificar cuales son los factores que inciden en la degradación de la emulsión.

Las actividades realizadas fueron:

- 5.1.1. Observaciones sobre las Condiciones de Operación de la Emulsión
- 5.1.2. Seguimiento y Control
- 5.1.3. Evaluación del Polvillo de Cobre
- 5.1.4. Evaluación de Bacterias
- 5.1.5. Evaluación de la Película Lubricante en el Tiempo
- 5.1.6. Estabilidad de la Emulsión

5.1.1. Observaciones sobre las Condiciones de Operación de la Emulsión

1. Baño y Temperatura en las Hileras

Las funciones de lubricación, enfriamiento y limpieza que debe cumplir la emulsión se consiguen asegurando un “baño completo” de las hileras. Para ello será necesario que la emulsión penetre al espacio existente entre la superficie interna de la hilera y el alambre, este “baño completo” minimiza el posible

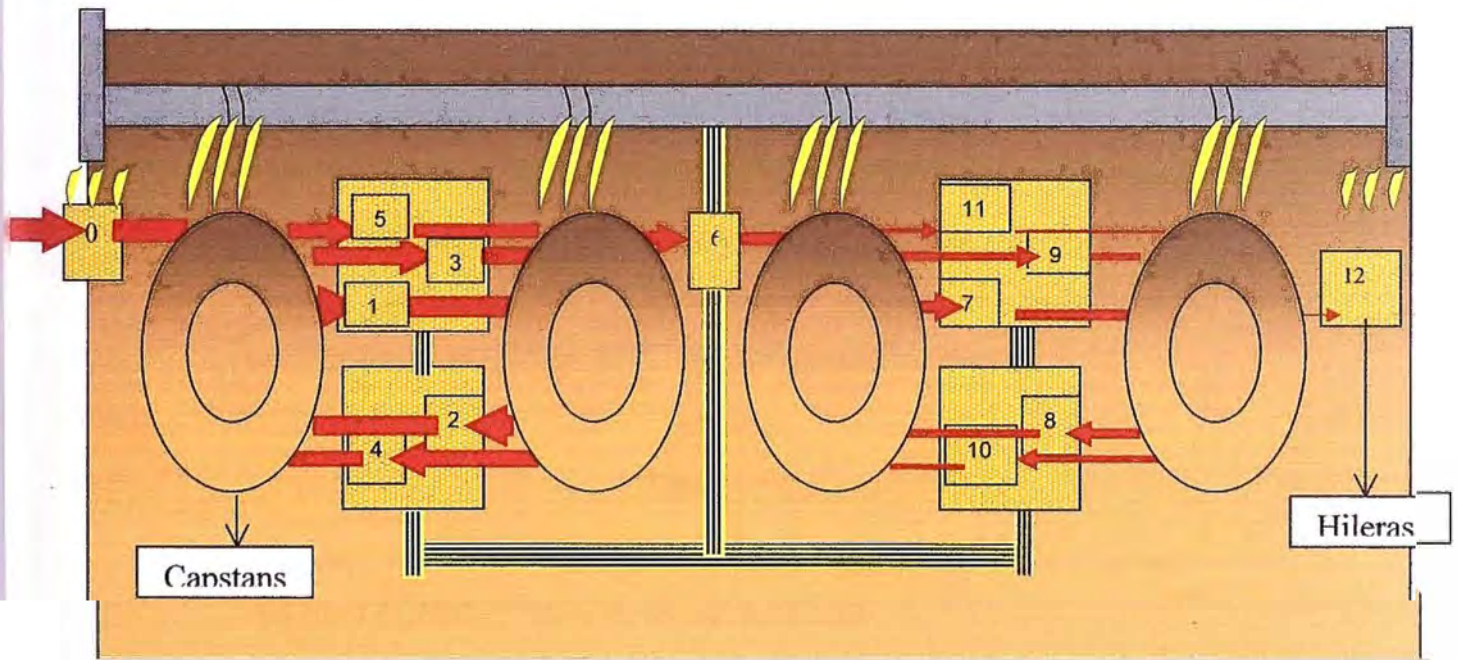
contacto de las superficies, disminuyéndose la fricción, el desgaste de las hileras, el rompimiento y el rayado del alambre.

Las hileras observadas de la máquina trefiladora F13 -I se encuentran en la Figura N° 5.1.1.1.a. Los trabajos efectuados son los siguientes:

a. Inspección del baño.

Como resultado de estas observaciones se constató que en algunas hileras no se daba el baño completo, ello era por la obstrucción, con polvillo de cobre, de la salida del jet. Esta obstrucción originaba o bien una caída de presión del jet emulsión ó una desviación de la dirección.

Figura N° 5.1.1.1.a



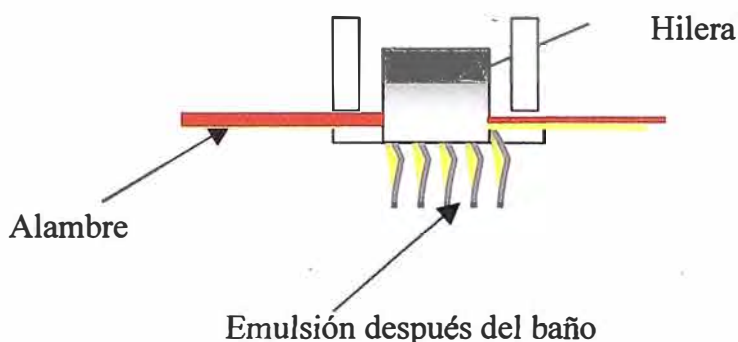
||| (líneas amarillas onduladas) Emulsión

→ (línea roja) Alambre de cobre

b. Tomas de temperaturas de la emulsión.

Estas temperaturas se midieron con intervalos de 30 minutos en el punto (Emulsión después del baño) que indica la Figura N° 5.1.1.1.b

Figura N° 5.1.1.1.b



La medición en el punto Emulsión después del baño, nos indica el aumento de temperatura que sufre la emulsión al pasar por la hilera.

Las medidas en las hileras se realizaron en aquellas cuya medición física era posible. La Tabla N° 5.1.1.1 muestra las temperaturas registradas (en grados centígrados) y la Gráfica N° 5.1.1.1 las respectivas curvas.

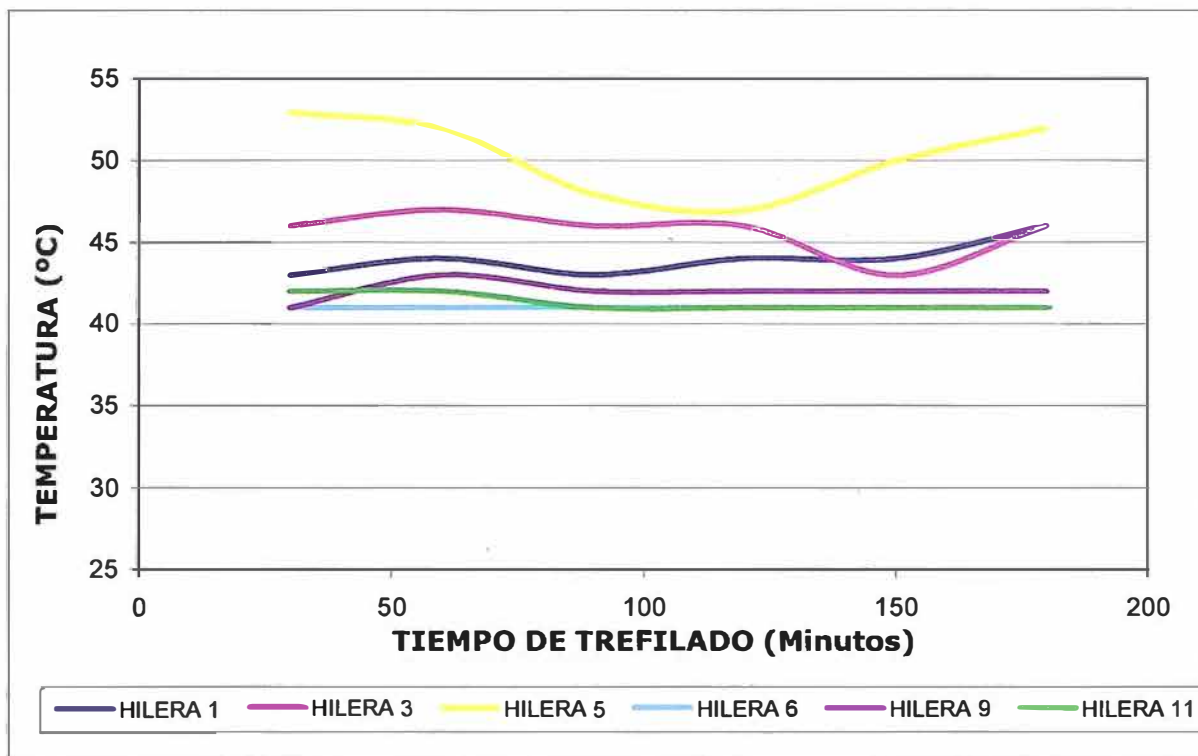
Tabla N° 5.1.1.1

Calibre: 14 AWG Presión: 12-14 Psi Velocidad fijada: 17.8 m/s

Fecha: 17/01/03 Hora de inicio: 8:43 AM

Hileras \ Tiempo (min)	1	3	4	5	6	9	11
	Temperaturas (°C)						
30	43	46	43	53	41	41	42
60	44	47	43	52	41	43	42
90	43	46	39	48	41	42	41

Gráfica N° 5.1.1.1



Comentarios:

- En la Gráfica N° 5.1.1.a se observa que las hileras en posición 3 y 5 presentan las mayores temperaturas, ello puede ser porque en estas hileras no se daba un baño completo y las mediciones de temperatura corresponden al metal (hilera) mas no a la emulsión de baño.
- El perfil de la hilera 6 muestra una temperatura constante y es menor al de las otras hileras; ya que las temperaturas medidas fueron las de la emulsión antes de bañar a la hilera (es decir aquella que no sufrió un incremento en su temperatura) debido a la mala dirección del jet.

- Se verificó que las temperaturas en la hilera 1 son mayores que en las hileras 9 y 11 ello puede ser porque al inicio de la reducción de diámetro del alambre, se da la mayor liberación de calor por la deformación plástica y posible fricción entre el alambre y la hilera, y al final de la reducción de diámetro este calor liberado es menor.

Conclusiones:

Se puede concluir que por efecto de baños incompletos y mal direccionados (hileras 3, 5 y 6), la emulsión no se encuentre en condiciones de cumplir sus funciones de enfriamiento, lubricación y limpieza.

Las temperaturas al inicio del proceso son mayores que al final, debido al calor producido durante la reducción del diámetro del alambre de mayor a menor.

Las temperaturas de la emulsión se encuentran entre un mínimo de 39°C y un máximo de 53°C.

2. Perfil de Temperaturas de la Emulsión en el Circuito de TR1-TR2.

Uno de los parámetros a controlar de la emulsión para el trefilado es la temperatura ya que tiene influencia en el comportamiento y vida útil de la emulsión. Por ello es fundamental conocer las temperaturas de la emulsión durante su recorrido por el circuito. Ver Diagrama N° 4.1.

Se estimó que se obtenían resultados muy indicativos, respecto a la temperatura de la emulsión en el circuito, si se tomaba el tramo comprendido entre el ingreso a la F13-I (punto TR1) y el ingreso al reservorio (punto TR2) por las siguientes razones:

TR1 indica en que condiciones ingresa la emulsión, luego de pasar por las demás unidades de operación (intercambiador de calor, sistema de filtración y reservorio).

TR2, indica en que condiciones esta saliendo la emulsión, luego de su aplicación en el trefilado.

La medición se realizó cada 30 minutos y los valores se hallan en la Tabla N° 5.1.1.2 y el gráfico de éstos en la Gráfica N° 5.1.1.2

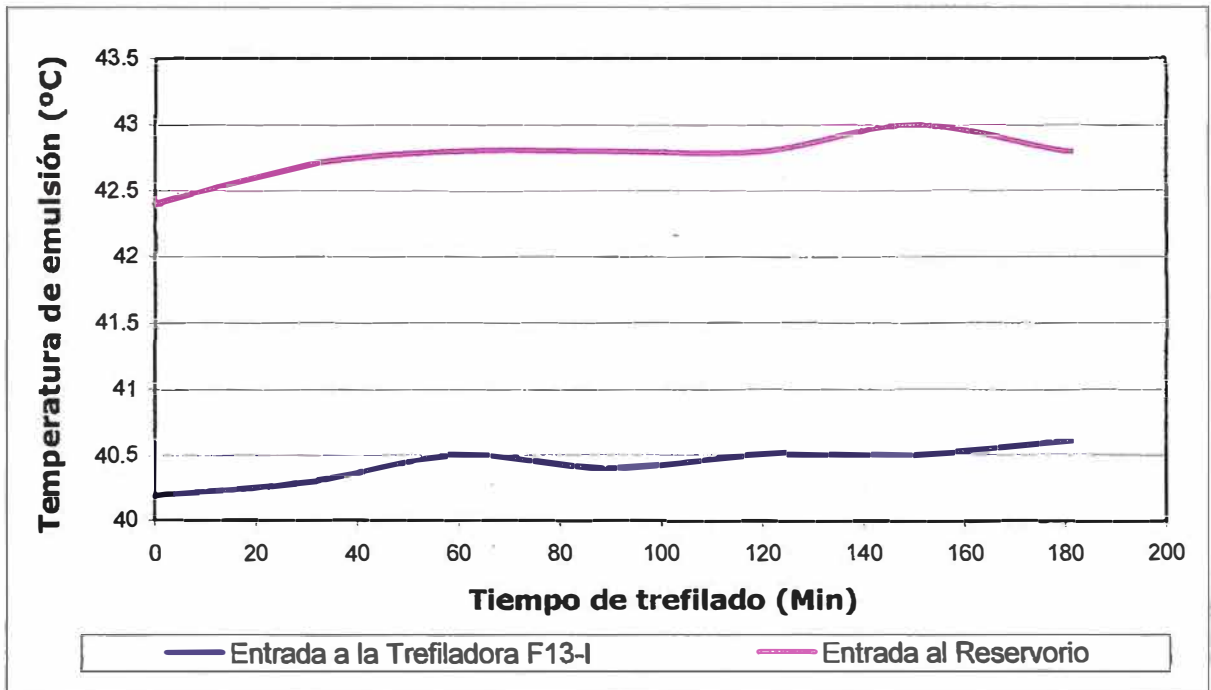
Tabla N° 5.1.1.2

Calibre: 14 AWG Presión: 12-14 Psi Velocidad fijada: 17.8 m/s

Tiempo (min)	0	30	60	90	120	150	180
Puntos							
Entrada a la F13-I (TR1)	40.2	40.3	40.5	40.4	40.5	40.5	40.6
Entrada al Reservorio (TR2)	42.4	42.7	42.8	42.8	42.8	43	42.8
Incremento (°C) (TR2-TR1)	2.2	2.4	2.3	2.4	2.3	3.5	2.2

*Estos valores son el promedio encontrado en 5 días de medición.

Gráfica N° 5.1.1.2



Comentarios:

- El incremento de temperatura que la emulsión sufre al pasar por la trefiladora F13-I es en promedio 2.3 °C.
- Estas temperaturas, durante el tiempo de medición, crecieron con el tiempo sin llegar a un valor constante.
- La temperatura de ingreso a la F13-I (TR1), la cual pasa por un intercambiador de calor, no disminuye su temperatura en el tiempo, esto indicaría que el intercambiador de calor no está operando apropiadamente.

Conclusiones:

- Se verifica el incremento de la temperatura de la emulsión, al pasar por la zona del trefilado, debido a la absorción del calor generado por las fricciones entre el alambre-hilera y la deformación plástica del alambre.
- Los rangos de las temperaturas de la emulsión, tanto a la entrada como a la salida de la máquina trefiladora, son aquellos a los cuales se llevan a cabo reacciones como la formación de jabones, formación óxidos e hidrólisis y también se dan las pérdidas de agua por vaporización.

5.1.2. Seguimiento y Control

Con el objetivo de conocer el comportamiento de la emulsión y observar los factores que podrían afectarla, se realizó diariamente el monitoreo de la emulsión.

La emulsión ya se encontraba con 5 meses de uso, antes de empezar el estudio; y estaba afectada por los factores degradantes como: polvillo de cobre, adiciones de agua insuficientemente ablandada y distorsiones por efecto del agregado de emulsión nueva e hileras gastadas.

El monitoreo de esta emulsión se hizo por cuatro meses (ANEXO N° 4), al cabo de ellos se realizó el cambio de emulsión, a la cual también se le dio un seguimiento. Por lo expuesto, esta sección presenta dos etapas:

1. Emulsión Antigua

2. Emulsión Nueva

En base a los resultados de estos trabajos, al final de esta sección se encuentran las conclusiones.

1. Emulsión Antigua

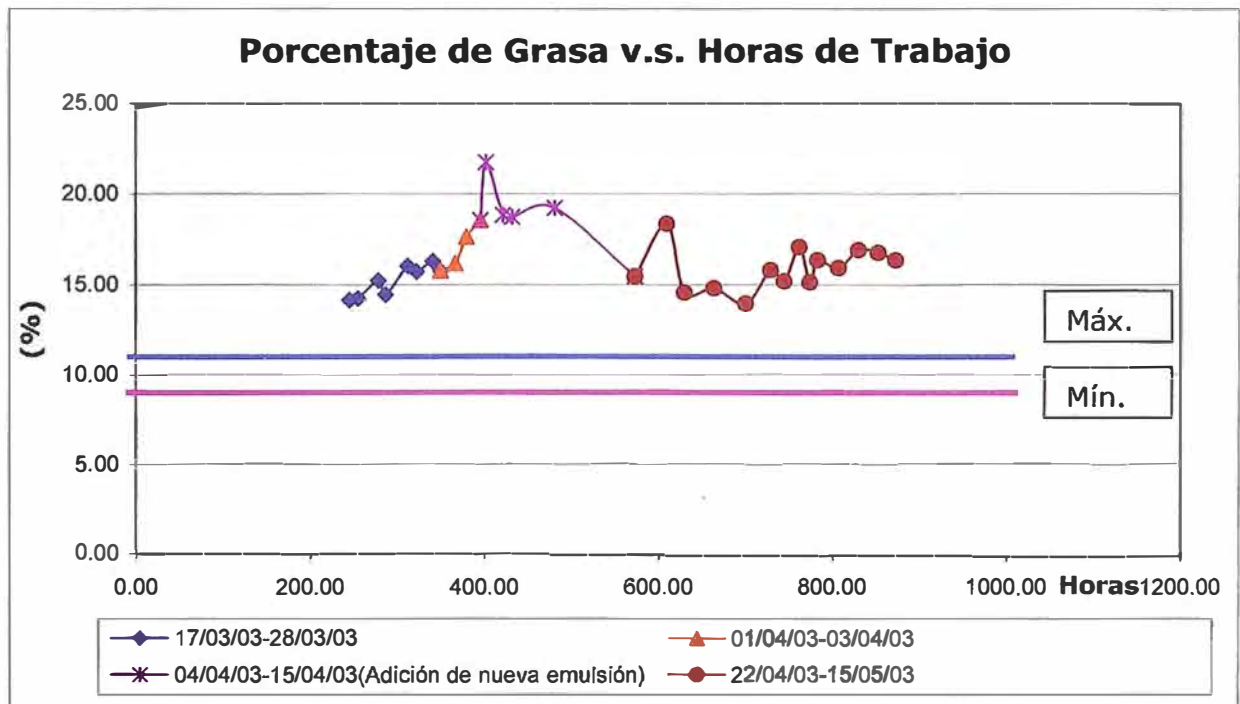
La toma de muestra se hizo en la entrada de la máquina trefiladora F13-I anotando la fecha, hora y temperatura (°C). En el laboratorio se realizaron los ensayos siguientes: porcentaje de grasa por el método de HCl/NaCl (ANEXO N° 3), pH (a 25°C) y conductividad (a 25°C). Los resultados se encuentran graficados en: Gráfica N° 5.1.2.1.a, 5.1.2.1.b, 5.1.2.1.c, respectivamente.

Las especificaciones que debe cumplir la emulsión para cada ensayo, tal como lo indica la Tabla N° 4.2.3 , son las siguientes:

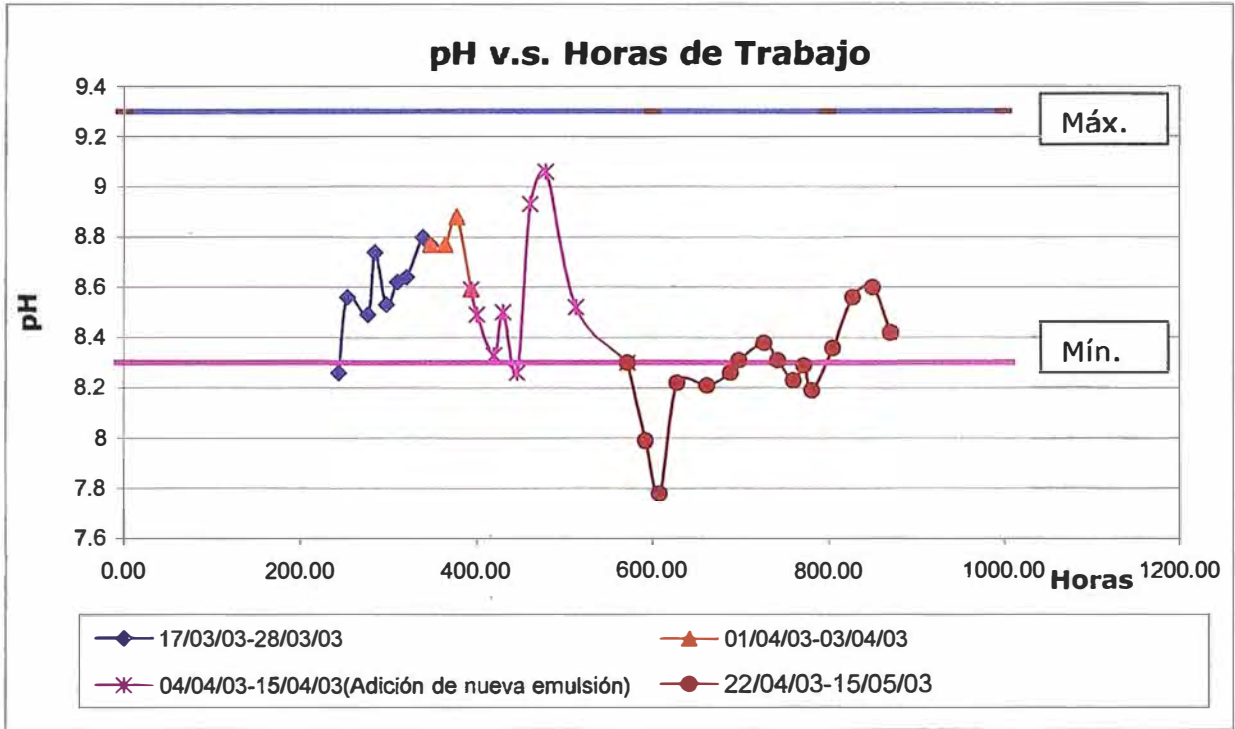
Tabla N° 4.2.3

Porcentaje de Grasa (%)		pH	Conductividad (uS)
Máx.	Mín.	Máx.	Máx.
11	9	9.3	5000

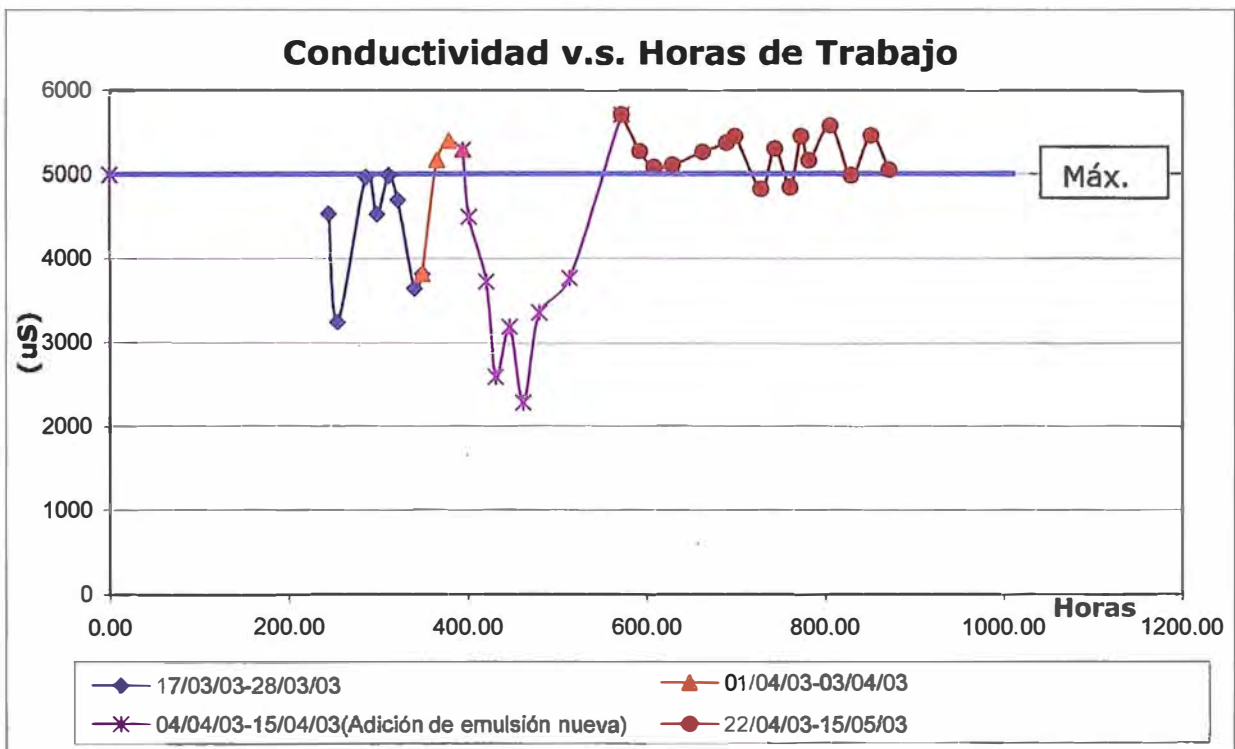
Gráfica N° 5.1.2.1.a



Gráfica N° 5.1.2.1.b



Gráfica N° 5.1.2.1.c



Comentarios:

- La curva de porcentaje de grasa (Gráfica N° 5.1.2.1.a) en todo el periodo de seguimiento, se encuentra por encima del límite superior (11%), es un reflejo de la continua vaporización del agua que hace que la emulsión se concentre más y más.
- En la Gráfica N° 5.1.2.1.b. El aumento del pH se debe a la formación de carboxilatos (RCOO-), formación de jabones grasos (con los iones calcio, magnesio, cobre) y el posible efecto del metabolismo de las bacterias que se alimentarían de los ácidos grasos libres. La disminución del pH es el resultado de la formación de ácidos grasos libres, generados por la degradación de las grasas ya sea por las bacterias y reacciones de hidrólisis a las condiciones dadas.
- La curva de conductividad en la Gráfica N° 5.1.2.1.c, en un inicio se encuentra por debajo del valor máximo, pero a partir del 22 de abril se observa un crecimiento y se encuentra por encima del valor máximo, ello es reflejo de la constante contaminación de iones producidos por la presencia de polvillo y/o virutas de cobre que no son retenidas por el sistema de filtración, por las adiciones de agua cargadas de iones calcio, magnesio, cloruros principalmente, pudiendo ocasionar la inestabilidad de la emulsión.

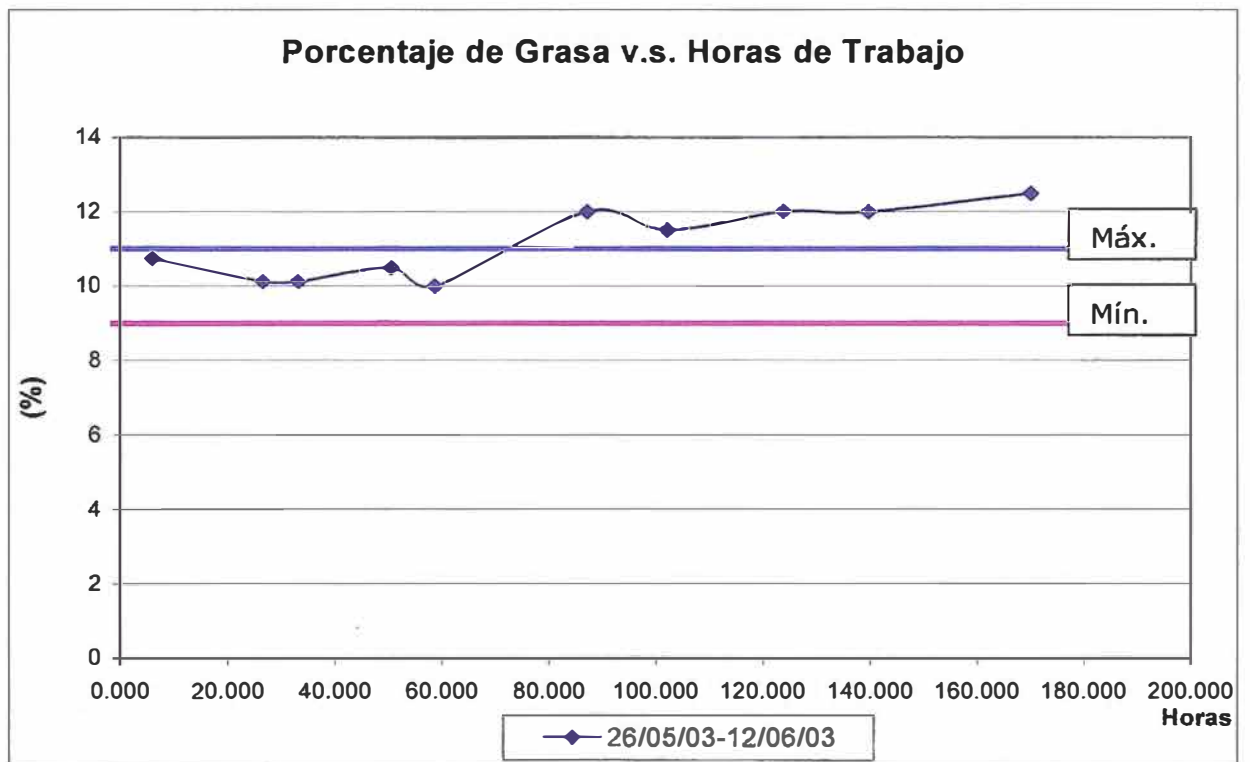
2. Emulsión Nueva

Durante el estudio la empresa decidió efectuar el cambio de la emulsión y para ello se efectuó la limpieza del circuito (reservorio, tanque de filtración y máquina trefiladora). Se siguió el método de preparación que se indica en el Capítulo 4.

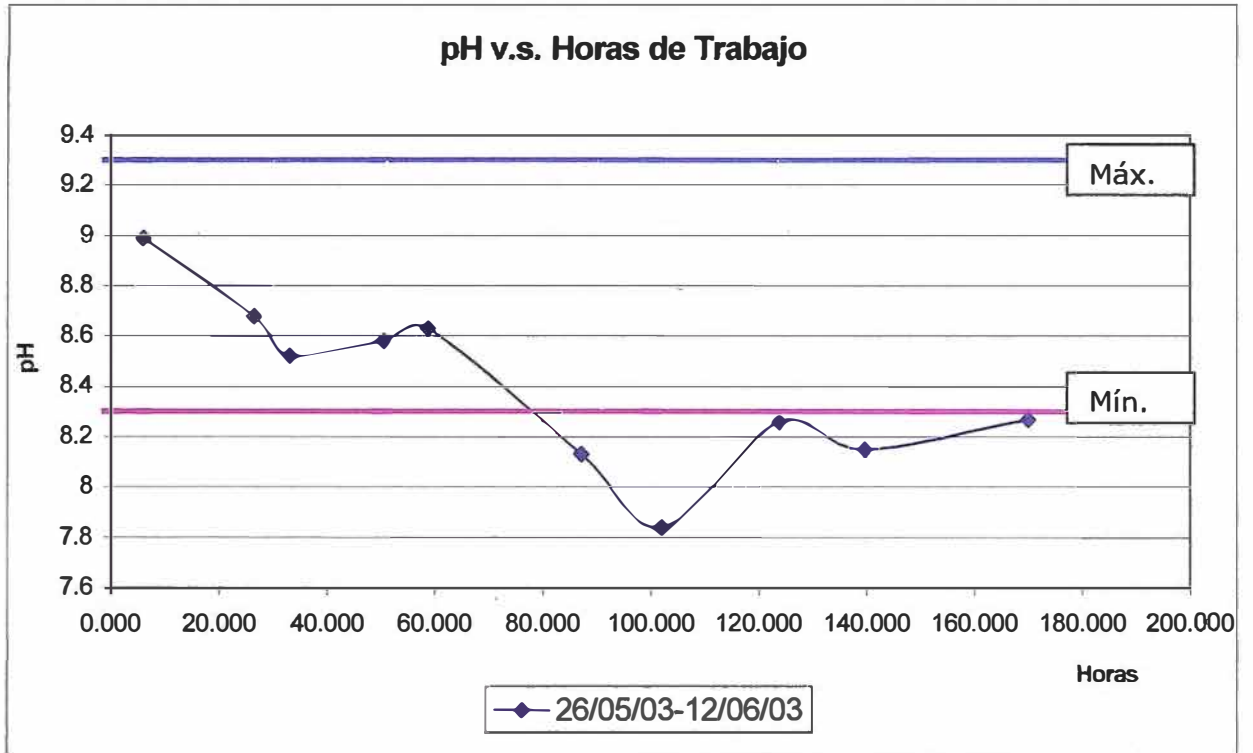
La toma de muestra se efectuó a la entrada de la máquina trefiladora y además se vio por conveniente adicionar al monitoreo los ensayos de ácidos grasos libres y alcalinidad (ANEXO N° 3), a fin de conocer los cambios que la emulsión experimentaba con el uso (sección 3.3).

Los resultados se encuentran en: Gráfica 5.1.2.2.a, 5.1.2.2.b, 5.1.2.2.c, 5.1.2.2.d, 5.1.2.2.e.

Gráfica N° 5.1.2.2.a



Gráfica N° 5.1.2.2.b



Gráfica N° 5.1.2.2.c

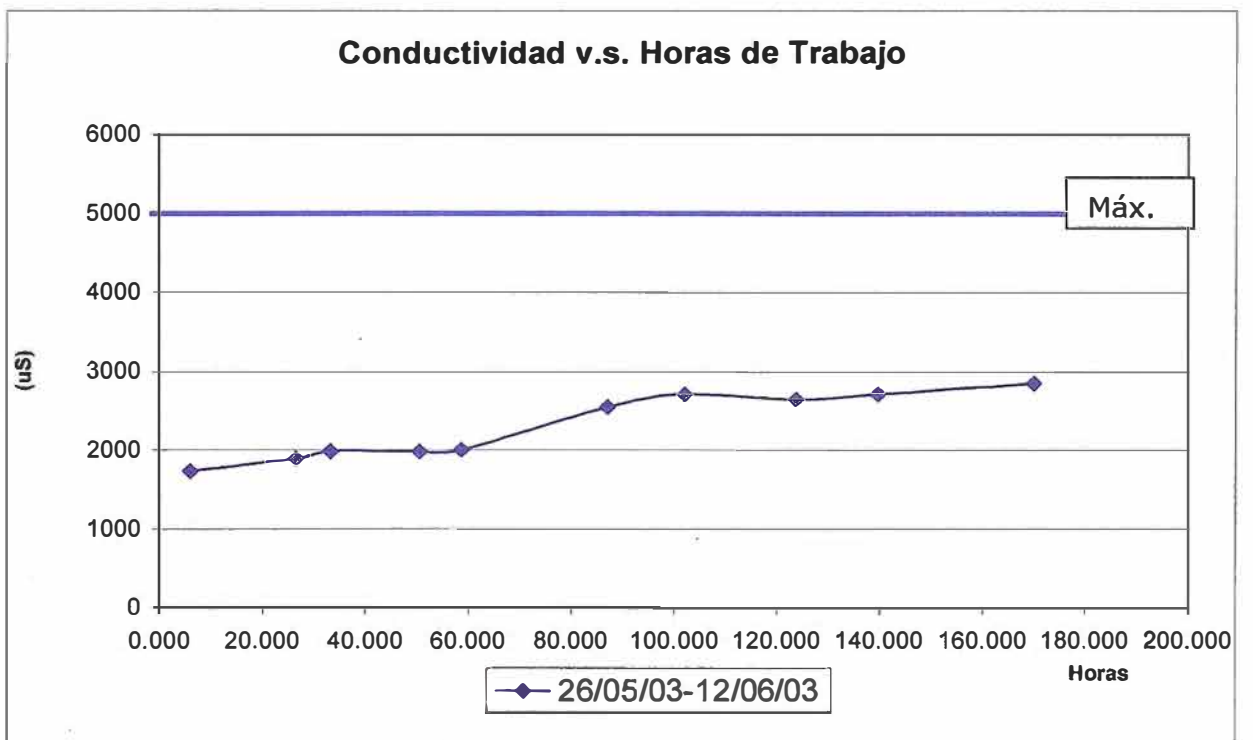


Gráfico N° 5.1.2.2.d

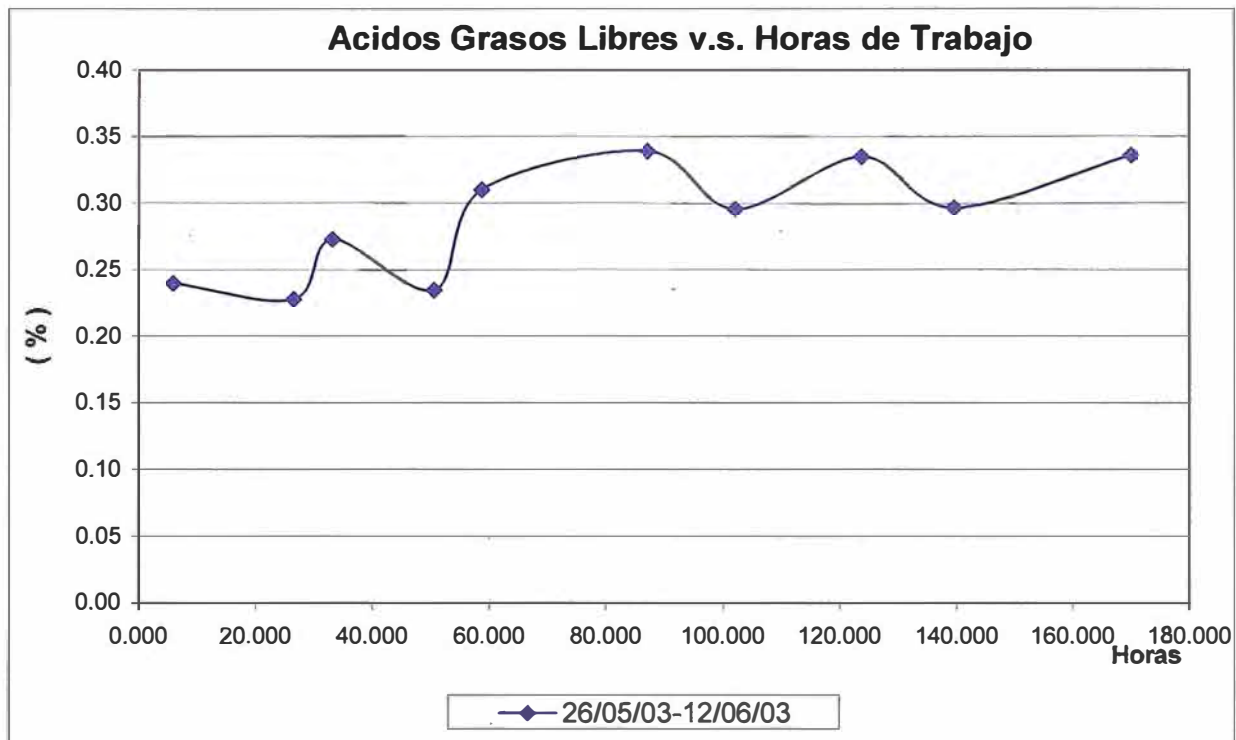
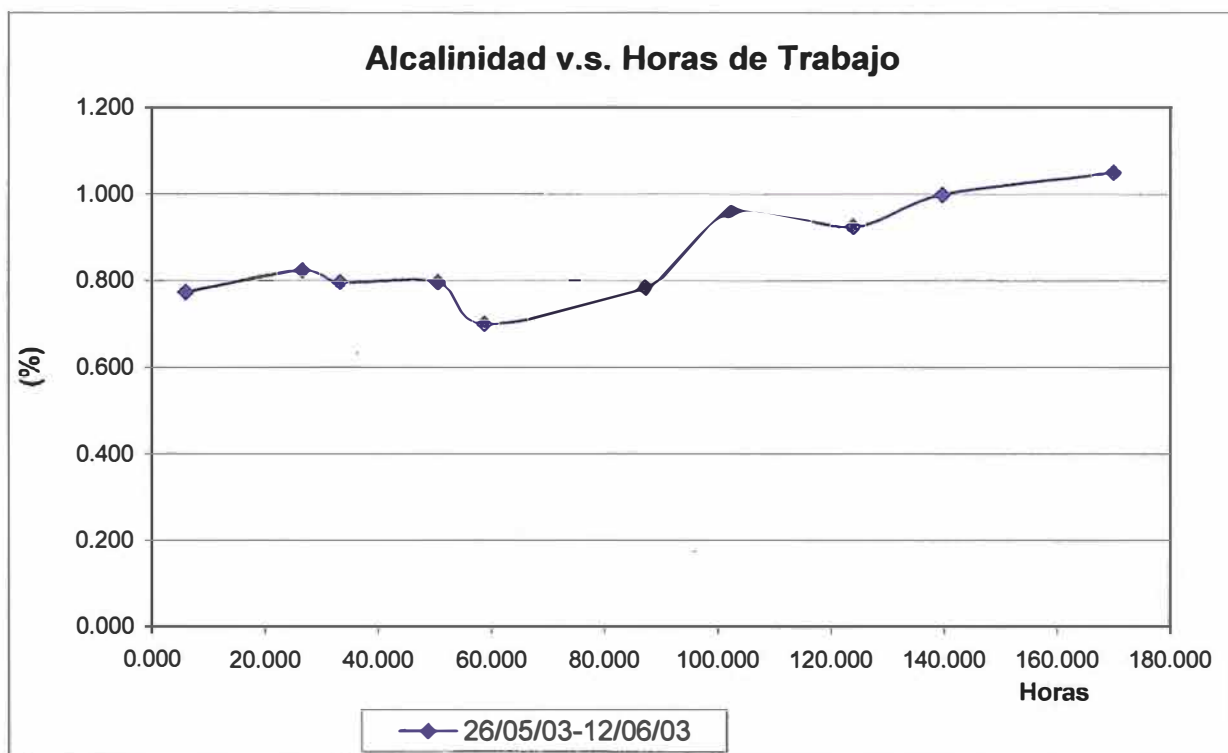


Gráfico N° 5.1.2.2.e



Comentarios:

- En el Gráfico N° 5.1.2.2.a, se verifica que el porcentaje de grasa aumenta con el número de horas de trabajo, llegando a sobrepasar el límite superior a las 90 horas aproximadamente. Dicho aumento del porcentaje de grasa se debe a la constante vaporización del agua .
- Del Gráfico N° 5.1.2.2.b, se observa que el pH disminuye, pero luego aumenta lo cual puede deberse a que ácidos grasos libres producidos en un inicio, fueron arrastrados para cumplir la función de lubricación y para formar una serie de compuestos (jabones, cloruros, etc) disminuyendo así el pH de la emulsión.
- En la Gráfica N° 5.1.2.2.c se comprueba una vez mas la tendencia de la conductividad a aumentar con el tiempo de uso, debido a los iones carboxilatos de los ácidos grasos libres, cationes del cobre, etc.
- Las curvas de las Gráficas N° 5.1.2.2.d y 5.1.2.2.e, muestran una tendencia a aumentar. Los ácidos grasos libres aumentan por efecto de la hidrólisis de las grasas y degradación de la grasa por la presencia de bacterias. La alcalinidad aumenta debido a la formación de jabones de cobre.

Conclusiones:

- Ningún parámetro por si sólo nos indica como se encuentra la emulsión. Es necesario relacionarlos y así tener un buen conocimiento del estado de la emulsión así como de su desempeño.
- Los resultados obtenidos, en la emulsión antigua, no muestran una tendencia definida del sistema, ello se debe al efecto de diferentes factores que actúan en la emulsión como la presencia de iones carboxilatos (hidrólisis de las grasas), el cobre (polvillo/viruta), calcio, cloruros (provenientes del agua dura), presencia

de ácidos grasos libres que son los principales reactantes para la producción de jabones de calcio y de cobre y además a la posible presencia de bacterias; todo ello contribuye a una reducción del tiempo de vida de la emulsión. También se debe a la falta de limpieza del reservorio, tanque de filtración, trefiladora (portadados, capstans, mangueras, etc.), bombas y tuberías. Dicha limpieza es un factor importante para la durabilidad de una emulsión.

- En la emulsión nueva, las tendencias de las curvas de porcentaje de grasa, conductividad, ácidos grasos libres y alcalinidad incrementan con el tiempo de uso. Esto no se logra observar en la emulsión antigua ya que el nivel de contaminación era elevado debido al mayor tiempo de uso.

- En la emulsión nueva el pH muestra una tendencia inicial a disminuir, pero luego presenta un aumento debido a la formación de jabones que cobre, que consumen los ácidos grasos libres, debido a la presencia de compuestos de cobre. Entonces se encuentra que el pH es más sensible cuando la emulsión es afectada por la presencia de polvillo de cobre.

5.1.3. Evaluación del Polvillo de Cobre:

La presencia del polvillo de cobre va a dar lugar a una serie de reacciones adversas (sección 3.3) que afectan a las propiedades de la emulsión constituyendo una fuente importante de contaminación, por tanto se consideró la evaluación de este factor.

Los trabajos fueron:

- 5.1.3.1 Incremento del Cobre Soluble.
- 5.1.3.2 Cobre Total en el Proceso de Trefilado.
- 5.1.3.3 Tamaño de la Partícula de Cobre.

Al final de estos trabajos se encuentran las conclusiones correspondientes.

5.1.3.1. Incremento del Cobre Soluble.

El polvillo / viruta de cobre se encuentra en la emulsión y proviene del desprendimiento de la superficie del alambre a trefilar o de las roturas de éste. Las reacciones adversas como la formación de cloruros, jabones grasos, bicarbonatos, carbonatos, etc, se dan con el cobre como catión.

Es por ello que se estimó conveniente determinar el incremento del catión de cobre soluble, es decir aquel que esta listo para reaccionar, en el tiempo.

Procedimiento:

Se tomaron muestras de la emulsión a la entrada de la máquina trefiladora, en diversas fechas y mediante absorción atómica se midió el contenido de cobre soluble en cada muestra en ppm. Los datos se encuentra en el ANEXO N° 5.

Los valores se encuentran en la Tabla 5.1.3.1, y representados en la Gráfica N° 5.1.3.1.

Tabla 5.1.3.1

Muestra	ppm (C.calibración)	Peso de Cu (mg)	ppm
17/02/03	0.916	0.046	110.186
11/03/03	0.748	0.037	91.246
28/03/03	1.643	0.082	366.788
09/04/03	2.161	0.108	513.263
Se realizó el cambio de emulsión por decisión de la empresa.			
29/05/03	0.853	0.043	98.950
30/05/03	1.028	0.051	124.211

Gráfica N° 5.1.3.1



Comentarios:

- De la Gráfica 5.1.3.1, la curva comprendida entre los dos primeros puntos muestra un decremento del contenido de cobre soluble en el tiempo. Esto podría deberse a la formación de compuestos de cobre como jabones, cloruros, carbonatos, bicarbonatos, etc, los cuales disminuirían la cantidad de cobre soluble.
- El % de Cu soluble aumenta en el tiempo, esto se debe a una acumulación del polvillo de cobre en la emulsión, lo cual nos está indicando que las operaciones unitarias (filtrado y sedimentación) que tienen como objeto controlar el contenido de cobre en la emulsión no están trabajando correctamente.
- En la Tabla 5.1.3.1, se observa que a los tres días después de realizar la nueva emulsión, ya existe una cantidad de cobre soluble en la emulsión y que en tan sólo un día el contenido de cobre soluble pasa de 9.81 % a 12.42%, es decir el paso de cobre metálico a catión es rápido, en las condiciones del trefilado.

- Debido a lo expuesto, se programó la experiencia 5.1.3.2. Cobre Total en el Proceso de Trefilado, con la finalidad de evaluar el contenido de cobre en el proceso de trefilado y observar el funcionamiento de las operaciones destinadas para su control.

5.1.3.2. Cobre Total en el Proceso de Trefilado.

El paso del cobre metálico a catión es rápido (5.1.3.1. Incremento del Cobre Soluble), por tal es conveniente eliminar el polvillo de cobre antes que pase a catión y se den las reacciones adversas. Es conveniente evaluar las operaciones que tienen por objeto controlar el contenido de cobre en la emulsión.

Este ensayo consiste en determinar el contenido de cobre total en diferentes puntos del proceso con el fin de poder tener una evaluación de las operaciones unitarias destinadas a separar el polvillo de cobre de la emulsión.

Como las operaciones actúan controlando la presencia de cobre metálico, como es en el caso del filtrado y sedimentación, se optó por realizar las mediciones de cobre total, que viene a ser el cobre metálico más el cobre soluble y el que se encuentra formando compuestos.

Procedimiento:

- Se eligieron cinco puntos en el proceso, llamémoslos puntos críticos, los cuales abarcan las entradas y salidas de cada operación pudiendo así realizar su evaluación.

Se eligieron los siguientes puntos críticos para la toma de muestras: Ver Diagrama 4.1.

- . TR1, entrada a la máquina trefiladora.
- . TR2, entrada al reservorio proveniente de la salida de la máquina trefiladora.

- . TR1, entrada a la máquina trefiladora.
 - . TR2, entrada al reservorio proveniente de la salida de la máquina trefiladora.
 - . F2, emulsión que ingresa al sistema de filtración, se optó por realizar el muestreo a la salida de la bomba que envía la emulsión desde el fondo del reservorio hacia el filtro, ya que no era posible tomarla a la entrada del filtro.
 - . F1, salida del filtro
 - . C, emulsión tomada a 85 cm del fondo del reservorio
- Las muestras fueron analizadas en el laboratorio de la Facultad de Ingeniería de Petróleo y Petroquímica, mediante un equipo de absorción atómica y los resultados se encuentran en la Tabla 5.1.3.2

Tabla N° 5.1.3.2

Muestra	ppm de Cobre Total
TR1	159
TR2	159
F2	162
F1	185
C	165

Comentarios:

- Si bien los valores de ppm en los puntos críticos no superan el valor máximo de 3000 ppm que especifica el proveedor, es importante indicar que la emulsión que circula en el sistema arrastra el cobre que se encuentra como catión soluble, el que está formando diversos compuestos y el cobre metálico muy fino, mas no el cobre de mayor tamaño, ya que estas partículas quedarán sedimentadas en el fondo del reservorio formando un colchón. Por tanto se debe considerar que los valores hallados no reflejan el alto contenido de cobre que tiene el sistema, ya

que se realizaron mediciones de la altura de cobre depositado en el reservorio y se halló que dicho colchón de cobre representa el 20 % del volumen total de la emulsión, es decir el sistema se encontraba en un alto grado de contaminación por polvillo/ viruta de cobre.

- La cantidad de polvillo de cobre que sale de la trefiladora pareciera ser la misma que reingresa a la máquina (Tabla N° 5.1.3.2), pero esto no quiere decir que no existe generación de polvillo durante el trefilado, si no que la cantidad que se genera es pequeña y no puede ser detectada en el ensayo., sin embargo por los resultados obtenidos en 5.1.3.1. Incremento del Cobre Soluble, se conoce que va a existir un incremento del contenido de cobre en el tiempo.
- Como se observa en la Tabla N° 5.1.3.2 la cantidad de cobre hallado en el punto F1 es mayor al del punto F2. Esto se debe a que la succión de la emulsión en el reservorio (para bombearla hasta la entrada del filtro) se realiza a una altura de 71 cm desde el fondo, la cual esta cerca del colchón de cobre que tiene una altura promedio de 30 cm, medido también desde el fondo del reservorio.
- El contenido de cobre en la emulsión a la entrada del filtro es de 185 ppm y a la salida de 162 ppm, entonces se puede decir que en el filtro se da una separación del 12 % del contenido total de cobre que ingresa, lo cual representa una mala filtración. Es importante mencionar que durante la limpieza que se realizó a la máquina trefiladora, se encontraron fibras de la tela del filtro taponeando la salida de la emulsión por la hilera, este hecho indica que el filtro no es el adecuado o que se degrada por algún factor.
- El motivo por el cual el contenido de cobre de la emulsión que sale del filtro (F2) es ligeramente mayor al que entra a la trefiladora (TR1), es porque antes de llegar la emulsión a la trefiladora ésta atraviesa el intercambiador de placas donde quedan atrapados algunos finos de cobre.

- La emulsión ingresa al reservorio (salida de la máquina trefiladora), con 159 ppm (Tabla 5.1.3.2) mientras que sale de éste (F1) con 185 ppm, es decir no existe una disminución del contenido de cobre, esto puede deberse a que el bombeo de la emulsión del reservorio al filtro se realiza muy cerca del colchón de cobre y se estaría succionando la porción de emulsión con mayor contenido de cobre.
- El contenido de cobre en el punto C es menor que el hallado en el punto F1, esto muestra que la sedimentación se está dando, pero como ya se explicó en el punto anterior, si se analiza en forma global (entrada y salida) la sedimentación no es eficaz al no poder disminuir el contenido de cobre en la emulsión.
- El trabajo de las operaciones de filtración y sedimentación se dificultan por la presencia de polvillo de cobre muy fino que se encuentra flotando en la superficie de la emulsión y no puede ser sedimentado ni filtrado, por lo tanto es importante evaluar el tamaño del cobre presente en la emulsión.

5.1.3.3. Tamaño de la Partícula de Cobre.

Como se mencionó en 5.1.3.2. Cobre Total en el Proceso de Trefilado, el tamaño del polvillo de cobre va a incidir en la eficiencia de las operaciones de sedimentación y filtración, además también se sabe que el paso de cobre metálico a catión se favorece cuando el tamaño de partícula es pequeño.

También las partículas de pequeño tamaño representan un gran problema para la estabilidad de la emulsión ya que al ser eléctricamente positivas son atraídas por la carga negativa de las gotículas de aceite aumentando su tamaño, de esta manera estas cargas negativas se reducen y las gotículas empiezan a coalescer pudiendo llegar la emulsión a separarse.

Debido a lo expuesto es importante conocer los tamaños de cobre que se encuentran en la emulsión.

Procedimiento:

- Se tomaron muestras de emulsión en los puntos siguientes:
 - . **a**, cobre flotando en el tanque de filtración (que no pudo ser filtrado)
 - . **b**, cobre retenido por el filtro.(que es filtrado)
 - . **c**, cobre flotando en el reservorio (que no pudo sedimentar)
 - . **d**, cobre encontrado en la máquina trefiladora

- Las muestras 1, 2, 3 y 4 se analizaron en un microscopio electrónico de barrido y se obtuvieron las Fotos 5.1.3.3.a, 5.1.3.3.b, 5.1.3.3.c y 5.1.3.3.d, respectivamente.

Foto 5.1.3.3.a



Foto 5.1.3.3.b

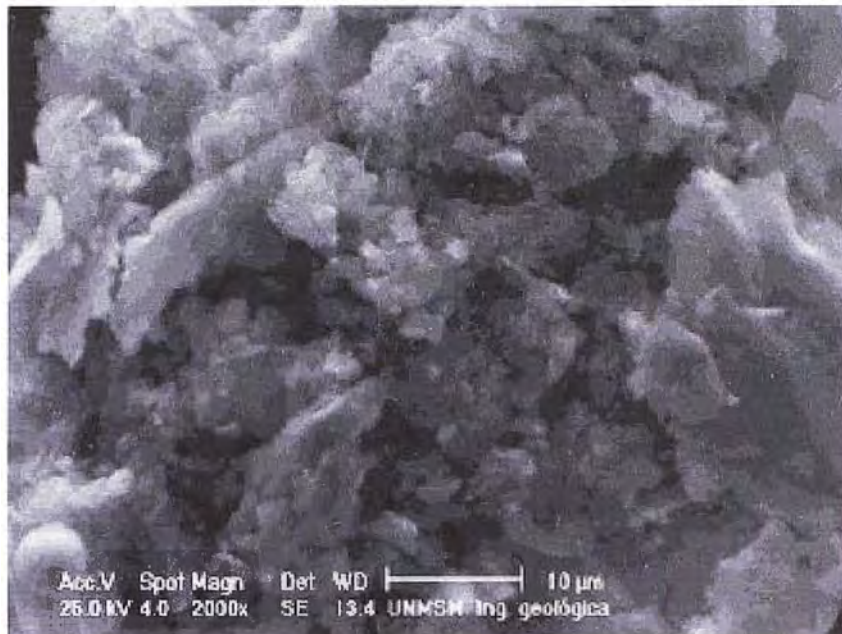


Foto 5.1.3.3.c

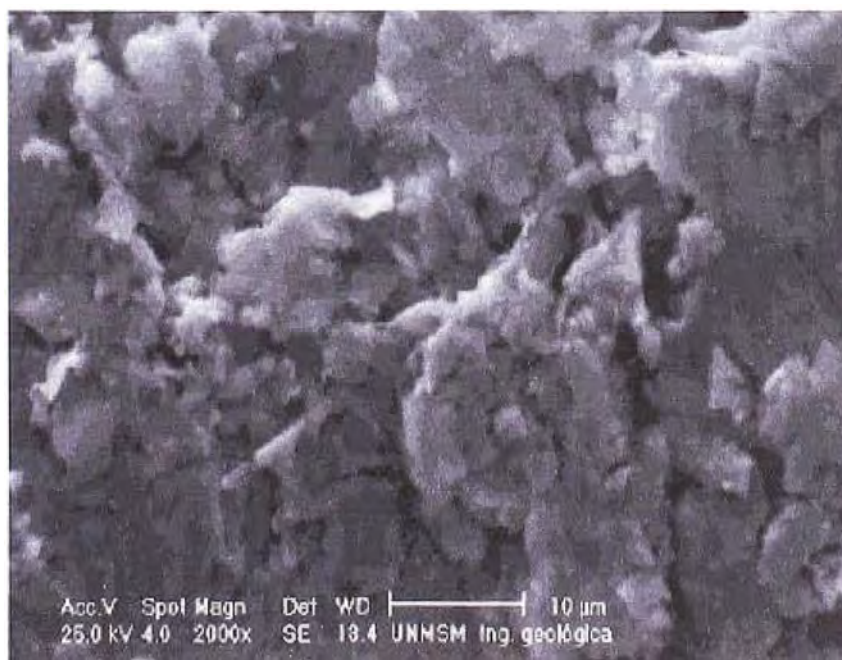


Foto 5.1.3.3.d



Comentarios:

- Las partículas de cobre no tienen una forma definida y son de pequeño espesor , al tacto son semejantes al lodo. Ver ANEXO 6 .

- En las muestras d y b existe mayor diferencia de tamaños. En d, porque se trata del cobre muestreado en la máquina trefiladora, es decir aquel que se desprende al pasar el alambre por las hileras y puede ser de diferentes tamaños. En el punto b, porque es el cobre que retiene el filtro , y como se trata de un filtro por profundidad retiene primero las partículas de mayor tamaño que luego sirven de medio filtrante para las partículas mas pequeñas.

- Se observa que la muestra c, cobre que flota en el reservorio, se tienen las partículas de menor tamaño las cuales no llegan al filtro. Estas partículas están aglomeradas debido a la espuma, que se encuentra en la superficie del reservorio, Ver Foto 5.1.3.3.c.

- Las partículas de cobre no retenido por el filtro (muestra a) tienen un tamaño promedio de 0.14 micras y las no sedimentadas (muestra c) de 0.10 micras.

5.1.3.4. Conclusiones:

- El contenido de cobre soluble se incrementa rápidamente con el tiempo de trabajo constituyendo una fuente importante de contaminación de la emulsión, ya que reaccionará dando una serie de productos que perjudican el buen funcionamiento de la emulsión, entre ellos cabe resaltar la formación de jabones de cobre, los cloruros de cobre, etc (sección 3.3).
- Las operaciones que tienen como fin disminuir el contenido de cobre que se encuentra en la emulsión no están trabajando correctamente. En el caso de la filtración se tiene un pobre rendimiento de 12 % y en la sedimentación, no se obtiene ningún beneficio al no poder disminuir el contenido de cobre en la emulsión.
- El tamaño de polvillo de cobre es pequeño y esto perjudicará a las operaciones (sedimentación y filtración) y a la estabilidad de la emulsión, es conveniente eliminarlo antes que pase a cation.
- La forma del polvillo de cobre (parecido al lodo), facilita que se almacene en las entradas de las hileras obstruyéndolas y perjudicando el ingreso del alambre a ser trefilado, de esta manera el desgaste de la hilera aumenta , no permite que se forme la película lubricante aumentando la fricción con lo cual se tiene un mayor desprendimiento de partículas de cobre.

5.1.4 Evaluación de Bacterias

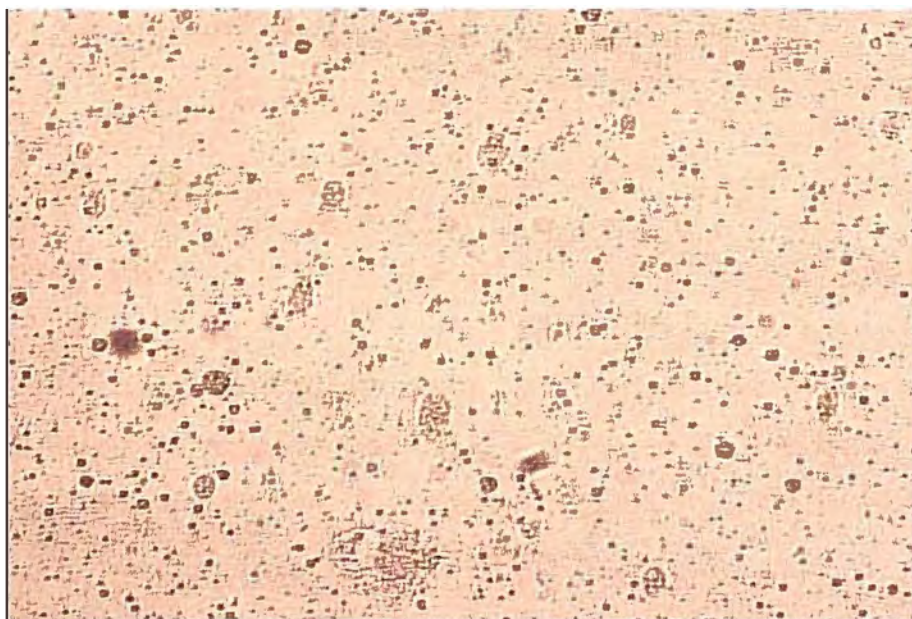
Los aceites y emulsiones pueden ser atacados por diversos microorganismos como: bacterias, algas, hongos, etc; disminuyendo la eficiencia de sus funciones debido al consumo de algunos de sus componentes.

Existen indicios de la presencia de microorganismos como son:

- Olor desagradable.
- Aceite libre en la superficie de la emulsión, que pudiera ser producido por el consumo del emulsificante que llevaría a la inestabilidad de la emulsión o en todo caso el aceite libre proporcionaría el alimento para las bacterias .
- Variación del pH de la emulsión.
- Periodos de reposo en donde el crecimiento bacteriano se vería favorecido.
- La limalla también facilita el crecimiento de las bacterias y de los hongos que alimentan en el líquido refrigerador proporcionando un substrato para ellos para crecer encendido.

En vista que existían dichos indicios se observó una muestra de emulsión en un microscopio electrónico de barrido (Foto 5.1.4)

Foto 5.1.4



Se verificó la presencia de bacterias, las cuales tenían un movimiento vibracional.

Para determinar si existe un crecimiento de bacterias se realizó un recuento de las bacterias lipolíticas, ya que este tipo de bacterias es la que se alimenta de grasas y aceites y su acción degradaría a la emulsión.

En la Tabla N° 5.1.4, se encuentran los valores del recuento de bacterias en las diferentes muestras, las cuales fueron tomadas a la entrada de la máquina trefiladora. La gráfica de dichos valores se encuentra en la Gráfica N° 5.1.4.

Tabla N° 5.1.4

Fecha de las Muestras	B.Lipolíticas (ufc/g)
07/05/03	6.3E+06
13/05/03	2.0E+07
Se cambió la emulsión	(26 de mayo)
27/05/03	2.2E+03
03/06/03	9.0E+05
10/06/03	5.3E+07

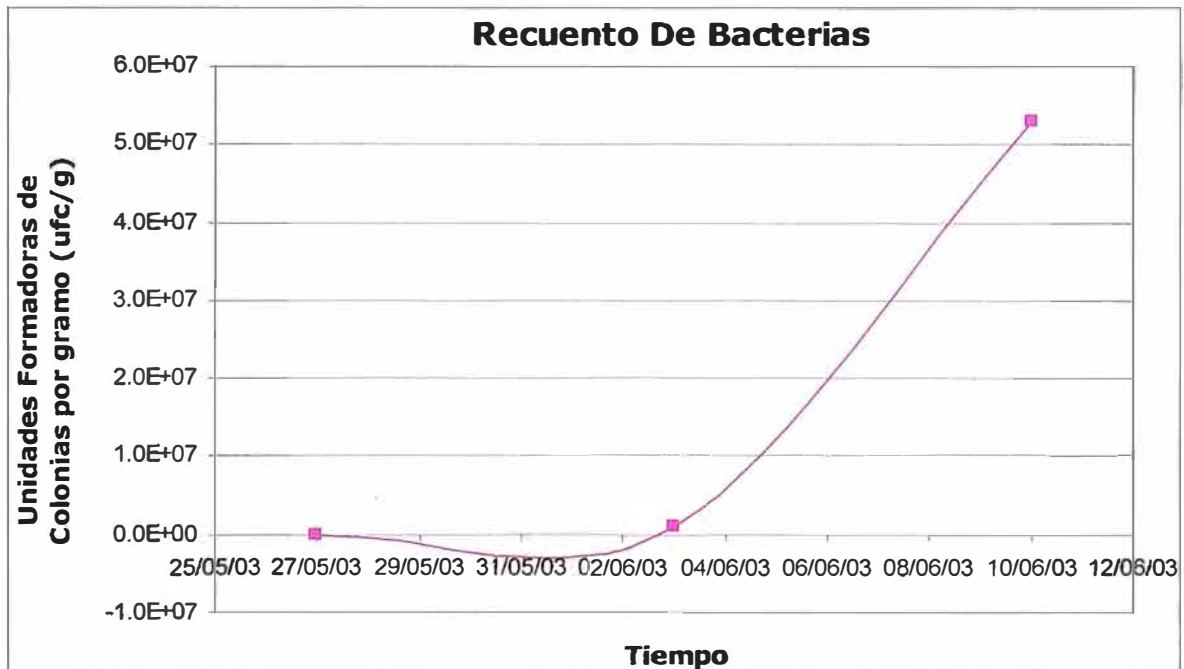
*ufc/g, unidades formadoras de colonias por gramo de muestra.

Comentarios:

- En la Tabla 5.1.4 se observa que existió un crecimiento bacteriológico en la emulsión antigua, es así como en 13 días el contenido de bacterias lipolíticas aumentó más que el doble. (ver valores de las fechas del 7 y 13 de mayo).

- Se observa que un día después del cambio de emulsión ya existía una carga bacteriana (Tabla 5.1.4), lo cual indica que la limpieza del circuito antes del cambio de emulsión, no se realizó correctamente.
- La emulsión nueva presenta mayor contaminación por bacterias que la antigua.
- Existe también un incremento del contenido de bacterias en la emulsión nueva (Gráfica N° 5.1.4) y este aumento es mayor que el presentado en la emulsión antigua, observar el incremento en 14 días (ver valores de las fechas del 27 de mayo y del 10 de junio).

Gráfica N° 5.1.4



Conclusiones:

- El contenido de bacterias es considerado alto y constituye una fuente importante de contaminación. Es necesario evaluar que cambios en la composición producirán dichas bacterias. (sección 5.2.4).
- No se realizó una buena limpieza del sistema de trefilado es decir, reservorio, tanque de filtración, intercambiador de calor , máquina trefiladora y tuberías, por eso se presenta una carga microbiana al día siguiente del cambio.

5.1.5 Evaluación de la Película Lubricante en el Tiempo

Se puede verificar la posible disminución del film de aceite lubricante, formado en la superficie del alambre de cobre durante el trefilado, con el paso del tiempo.

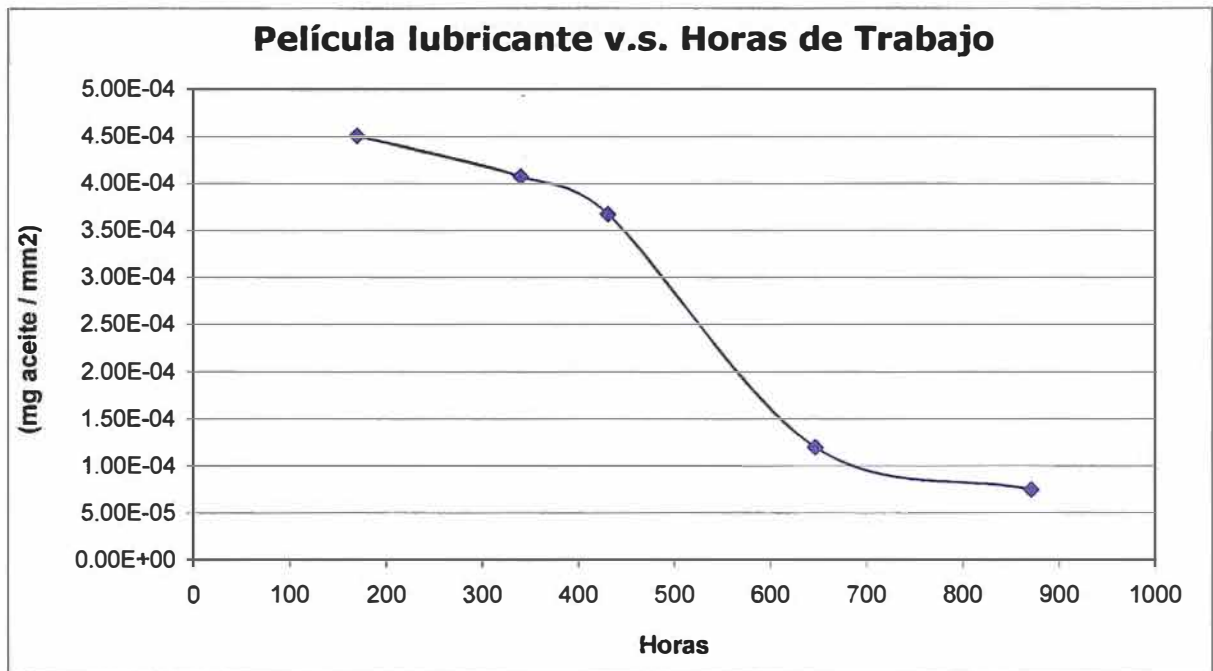
Ello se puede observar, mediante los resultados obtenidos al trefilar alambre de cobre duro, el cual no pasa por el proceso de recocido (ablandamiento del alambre) que limpia el posible film formado en la superficie del alambre.

Procedimiento:

- Se procedió a trefilar alambre de cobre duro en la trefiladora F13-1 de la Planta de Trefilación, en unas seis oportunidades, debido a que este producto no tiene una producción continua. Ver Anexo N° 7.
- Se cortó cuidadosamente tramos de 11 a 15 cm de alambre de cobre duro, los cuales fueron pesados en una balanza analítica anotamos el primer peso (peso de alambre + film de lubricante).

- Se limpió el film formado en cada muestra anterior, y se vuelve a pesar en la balanza, anotamos el segundo peso (peso de alambre).
- Se midió los diámetros de cada muestra con un micrómetro marca Mitutoyo.
- Con la diferencia de pesos y el área superficial se procedió a realizar los cálculos. (Ver Anexo N° 7)

Gráfica N° 5.1.5



Comentarios:

- Se observa que los valores de peso de la película de lubricante disminuyen a medida que aumenta el tiempo de uso u horas de trabajo.
- Si observamos los valores de porcentaje de grasa de los puntos, se nota que el tercer punto presenta un porcentaje de 18% mientras que los otros puntos se

encuentran entre 15 – 16 %. Pero a pesar de ello se observa la tendencia de disminución de la película lubricante, en todo el tiempo de uso.

Conclusión:

- Con el tiempo de uso, la película de lubricante formada sobre el área superficial del alambre de cobre disminuye, debido a la degradación de las grasas.

5.1.6 Estabilidad de la Emulsión

Por la formación de natas marrones, en la superficie del tanque de filtración y reservorio (Foto N° 5.1.6.1 y 5.1.6.2) , se puede asegurar que durante el tiempo del presente estudio, la emulsión se encontraba en estado inestable. La nata se observaba cuando por el cambio de turno o por paradas de máquina, la emulsión era dejada en reposo (aproximadamente 2 horas).

A medida que aumentaba el tiempo en reposo, la nata se hacia mas espesa y pegajosa. Ver Foto N° 5.1.6.3

Foto N° 5.1.6.1

Tanque de Filtración



Foto N° 5.1.6.2

Tanque Reservorio



Foto N° 5.1.6.3

Tanque Reservorio



5.2. ACTIVIDADES EN LABORATORIO

Los resultados obtenidos y que se han analizado en la sección 5.1, no permiten determinar la tendencia de las características de la emulsión, pues los estados estacionarios eran interrumpidos por cambios operativos que la Empresa consideraba realizar, por ejemplo: adición de emulsión, adición de agua, cambio de filtro, etc.

Por lo anteriormente expuesto los trabajos realizados en planta nos dan a conocer el comportamiento de las características y propiedades de la emulsión en las condiciones de operación del proceso de trefilado, por tanto dichos resultados son muy variables y no permiten definir la tendencia del comportamiento de la emulsión. Por tal motivo se vió por conveniente realizar trabajos experimentales a nivel de laboratorio.

Todas las actividades realizadas en el laboratorio se efectuaron tratando en lo posible de reproducir las condiciones operatorias del proceso industrial, tales como: temperatura, movimiento constante, presencia de virutas y/o polvillo de cobre. Se programaron los siguientes trabajos en laboratorio:

- 5.2.1. Influencia de la Dureza del Agua.
- 5.2.2. Influencia del Polvillo de Cobre.
- 5.2.3. Variación de la Composición Química de Algunos Componentes de la Emulsión, por efecto del tiempo de uso, de reposo y la temperatura.
- 5.2.4. Efectos del Tiempo en Reposo

Como se explicó anteriormente, existen diversos factores que influyen en el comportamiento de una emulsión para el trefilado; sin embargo se ha decidido abarcar los cuatro puntos, arriba mencionados, ya que se ha identificado que éstos constituyen el mayor problema que afronta la emulsión y además representan las

variables que pueden ser controladas en el proceso para mejorar el funcionamiento de la emulsión.

5.2.1 Influencia de la Dureza del Agua

En la emulsión para trefilado, el agua que constituye la fase externa de la emulsión es el componente que se encuentra en mayor porcentaje y es una fuente segura de iones que afectarían el sistema, por ello es importante evaluar los efectos que tiene cada tipo de agua (dureza) en las características de la emulsión y así poder realizar una correcta preparación de la emulsión y su reposición en el sistema debido a las constantes pérdidas por vaporización.

Procedimiento:

- Se prepararon emulsiones con el mismo aceite emulsivo y agua de diferentes durezas, a una concentración de 11% (según las especificaciones. Ver Tabla N° 4.2.2). Las características del agua y de la emulsión preparada se muestran en las Tablas 5.2.1.1 y 5.2.1.2
- Se adicionó una cantidad constante de polvillo de cobre (187ppm), resultado máximo encontrado en la evaluación del polvillo de cobre (5.1.3.2)
- Se sometieron a agitación y a temperatura constante de 42 °C.
- Se realizaron mediciones de pH (25 °C), conductividad (25 °C), ácidos grasos libres y alcalinidad (ANEXO N ° 3), aproximadamente después de cada 12 horas de trabajo. Los resultados están representados en las Gráficas N ° 5.2.1.1, 5.2.1.2, 5.2.1.3 y 5.2.1.4.

Tabla N° 5.2.1.1
Características del Agua

Tipo de Agua *	Fecha	Dureza (D.A)	Alcalinidad (mol/L)		Cloruros (mg/L)	Oxígeno Disuelto (mg/L)	Conductividad (uS)	PH
			M	P				
Muy Blanda	16/04/03	0	1,6	0	25	7,2	5250	7,91
Blanda	14/04/03	4	0	0	100	6,9	8510	8,06
Semi-dura	15/04/03	10,6	1,5	0	25	7,2	4470	7,89
Dura	15/04/03	27,6	0,8	0	400	7,1	2410	7,83

D.A, dureza alemana

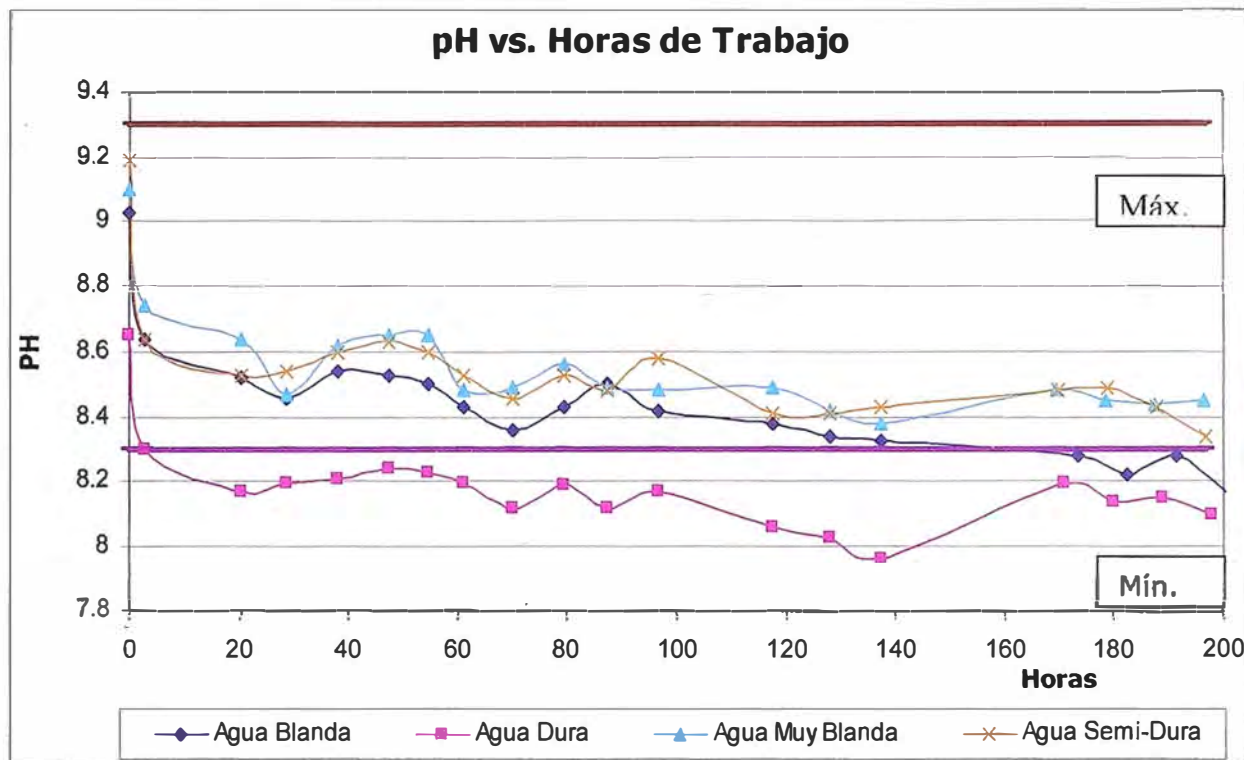
M, dureza temporal y P, dureza permanente

* La caracterización del agua se hizo con los kits de la empresa Aquamerck Environmental S.A

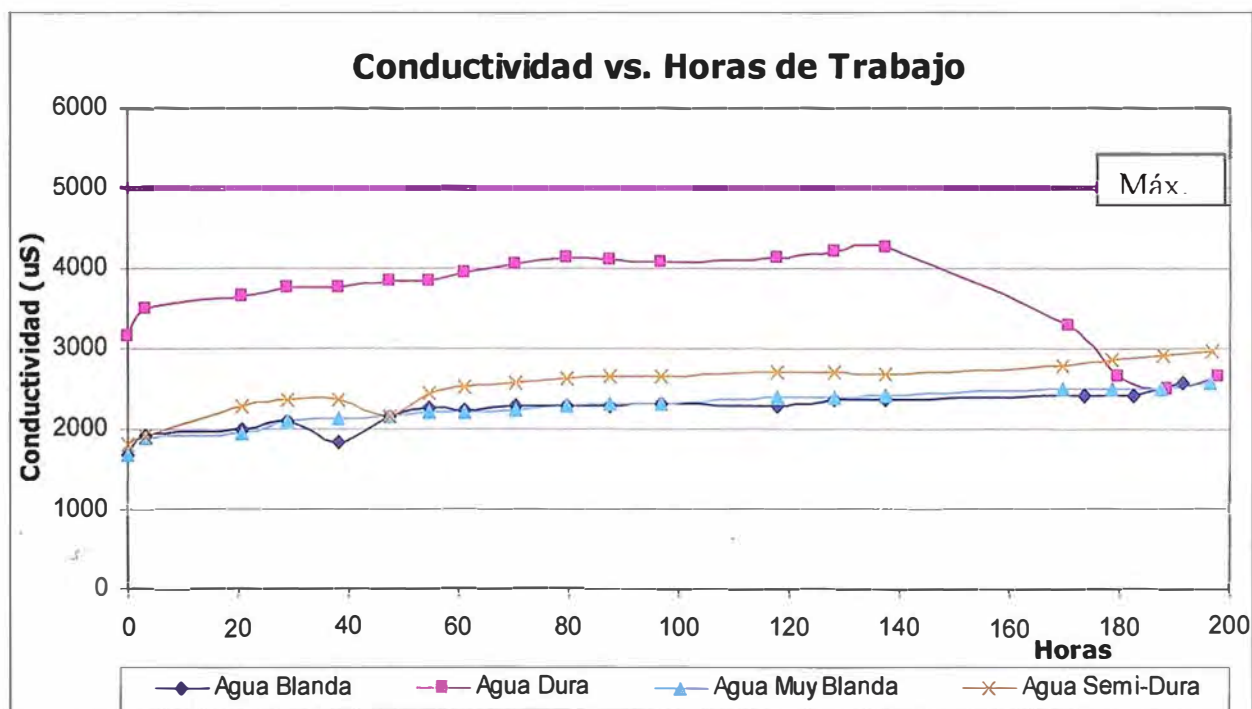
Tabla N° 5.2.1.2
Características de las Emulsiones

Emulsión por tipo de Agua	Fecha	Conductividad (uS)	PH	Ácidos Grasos Libres (%)	Alcalinidad (%)
Muy Blanda	16/04/03	1691	9,10	0,238	0,856
Blanda	16/04/03	1818	9,19	0,26	0,826
Semi-dura	16/04/03	1673	9,03	0,285	0,871
Dura	16/04/03	3150	8,65	0,445	0,75

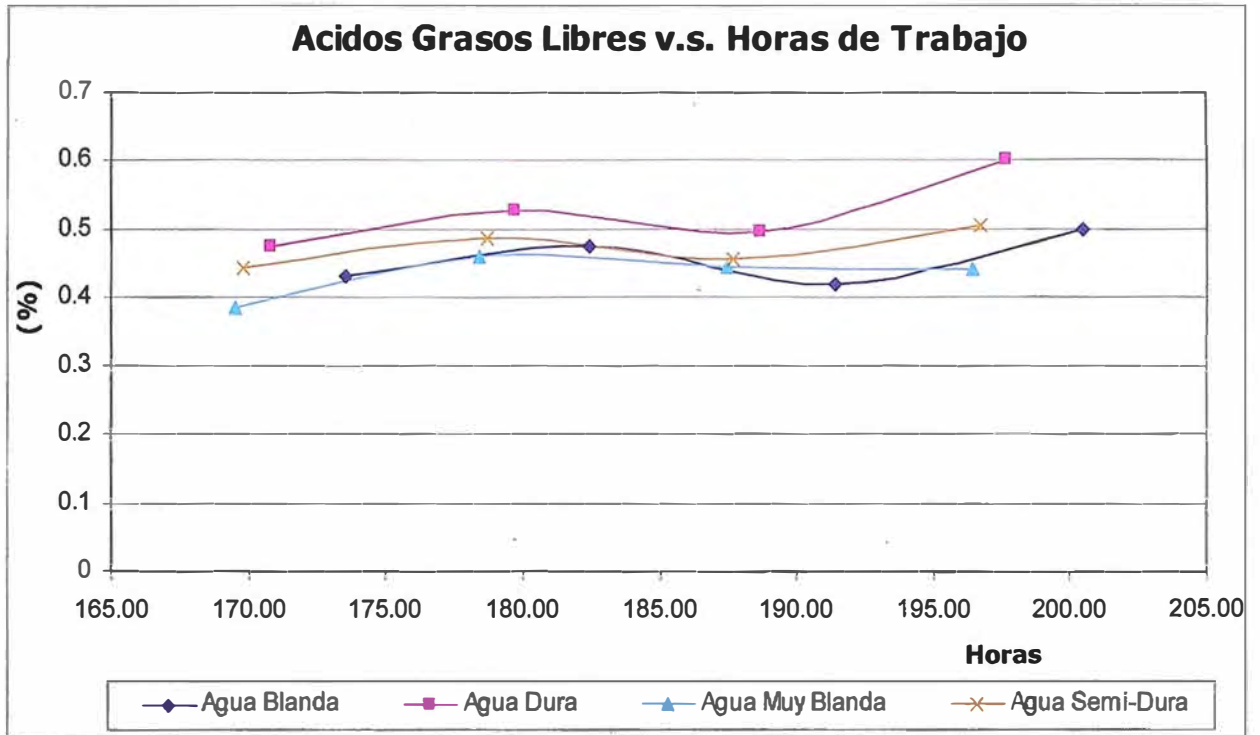
Gráfica N° 5.2.1.1



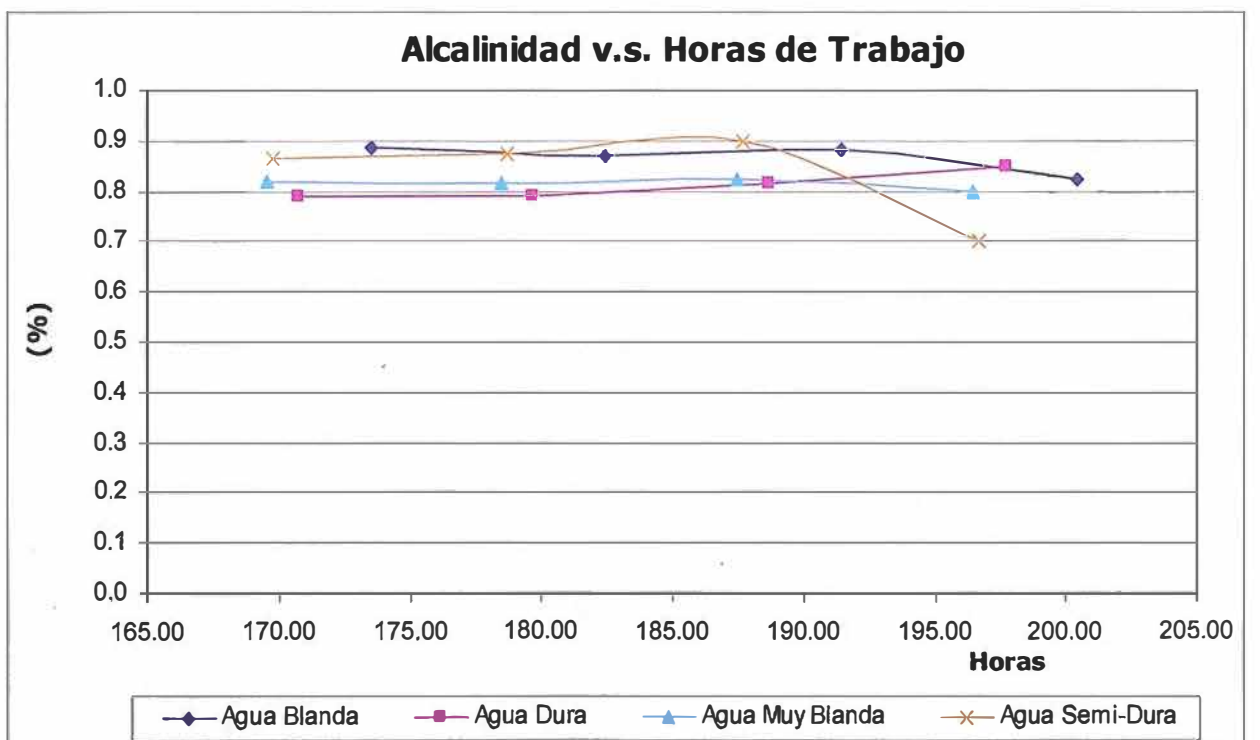
Gráfica N° 5.2.1.2



Gráfica N° 5.2.1.3



Gráfica N° 5.2.1.4



Las emulsiones en un inicio presentaban una coloración amarillenta (Foto N° 5.2.1.1) y después de unas horas de trabajo se tornaron verdosas (Foto N° 5.2.1.2), notándose esta coloración primero en la emulsión con agua dura.

Foto N° 5.2.1.1



Foto N° 5.2.1.2



Comentarios:

- Las curvas de pH Gráfica N° 5.2.1.1, decrecen con el tiempo de trabajo, esto se debe a la hidrólisis de las grasas que producen ácidos grasos libres, y al consumo de los aditivos detergentes del aceite lubricante.
- La curva de pH preparada con agua dura se mantiene por debajo del límite inferior de control (pH=8.3), seguido por la curva correspondiente al agua semi-dura.
- Las curvas de pH de las emulsiones con agua dura y agua semi-dura, llegan con mayor rapidez al límite inferior de control, mientras que las curvas con agua muy blanda y blanda, se mantienen dentro del rango óptimo.
- La conductividad (Gráfica N° 5.2.1.2), se incrementa con el tiempo de trabajo debido a la presencia de iones de cobre, cloruros, calcio y magnesio, presentes en la emulsión que aceleran la formación de jabones y complejos de cobre. La formación de complejos de cobre se observa con el cambio en la coloración de las emulsiones de amarillenta a verdosa lechosa.
- La curva de conductividad preparada con agua dura se mantiene siempre, por encima del valor máximo de conductividad establecido, y después de unas 137 horas de trabajo presenta una declinación, ello se puede deber al consumo de los iones presentes (cobre, calcio, magnesio) que están en cantidad constante y que forman jabones, ello se observa al formarse una capa blanquecina y luego la emulsión se torna de lechosa verdosa a blanquecina. Las demás curvas se mantienen por encima de la curva preparada con agua muy blanda, en todo el periodo de trabajo.

- Los ácidos grasos libres (Gráfica N° 5.2.1.3) presentan una tendencia creciente, la curva con agua dura se encuentra por encima de las otras curvas, llegando más rápido al valor máximo.
- La formación de jabones, productos de la reacción de los óxidos de cobre y ácidos grasos libres, se observa con la formación de compuestos insolubles y no sedimentables que luego van dar a la emulsión una coloración blanquecina, esto se demuestra con la medición del % de alcalinidad (Gráfica N° 5.2.1.4)

Conclusiones:

- El agua principalmente produce dos reacciones:
 - . Formación de jabones de agua (reacción de los iones Ca^{2+} y Mg^{2+} con los ácidos grasos libres).
 - Hidrólisis de las grasas cuyo producto son los ácidos grasos libres, compuestos necesarios para la formación de la película de lubricante.
- Con los resultados obtenidos a nivel de laboratorio se puede observar que las propiedades de pH y conductividad dependen del tipo de agua usada observándose que con el agua de dureza 27.6 D°.A (491.8 ppm), se alcanzan más rápidamente los límites.

5.2.2 Influencia del Polvillo de Cobre

En todo proceso de trefilado es inevitable la generación de polvillo de cobre, por tanto es importante conocer los efectos que causará sobre las características de la emulsión.

El objetivo de este ensayo es conocer la variación del pH y conductividad de la emulsión por la presencia del polvillo de cobre, así como la influencia de éste en la producción de ácidos grasos libres y en la alcalinidad de la emulsión.

Procedimiento:

- Se prepararon dos muestras de emulsión de dos litros cada una en un vaso precipitado:
 - . Emulsión al 11 % (según las especificaciones. Ver Capítulo 4), con agua blanda y con contenido de polvillo de cobre de 187 ppm.
 - . Emulsión al 11 %, con agua blanda y sin polvillo de cobre

- Las características del agua de emulsión para cada muestra, así como la caracterización de las emulsiones se encuentran en la Tablas N° 5.2.2.1 y 5.2.2.2. Las medidas de pH, conductividad y densidad se realizaron a 25 °C.

Tabla 5.2.2.1
Características del Agua

Tipo de Agua *	Dureza (D. A)	Alcalinidad (mol/L)		Cloruros (mg/L)	Conductividad (uS)	pH
		M	P			
Emulsión sin polvillo	0	1.6	0	25	5250	7.9
Emulsión con polvillo	0	1.25	0	50	4300	8.1

D. A, dureza alemana

M, dureza temporal y P dureza permanente

* La caracterización del agua se hizo con los kits de la empresa Aquamerck Environmental S.A

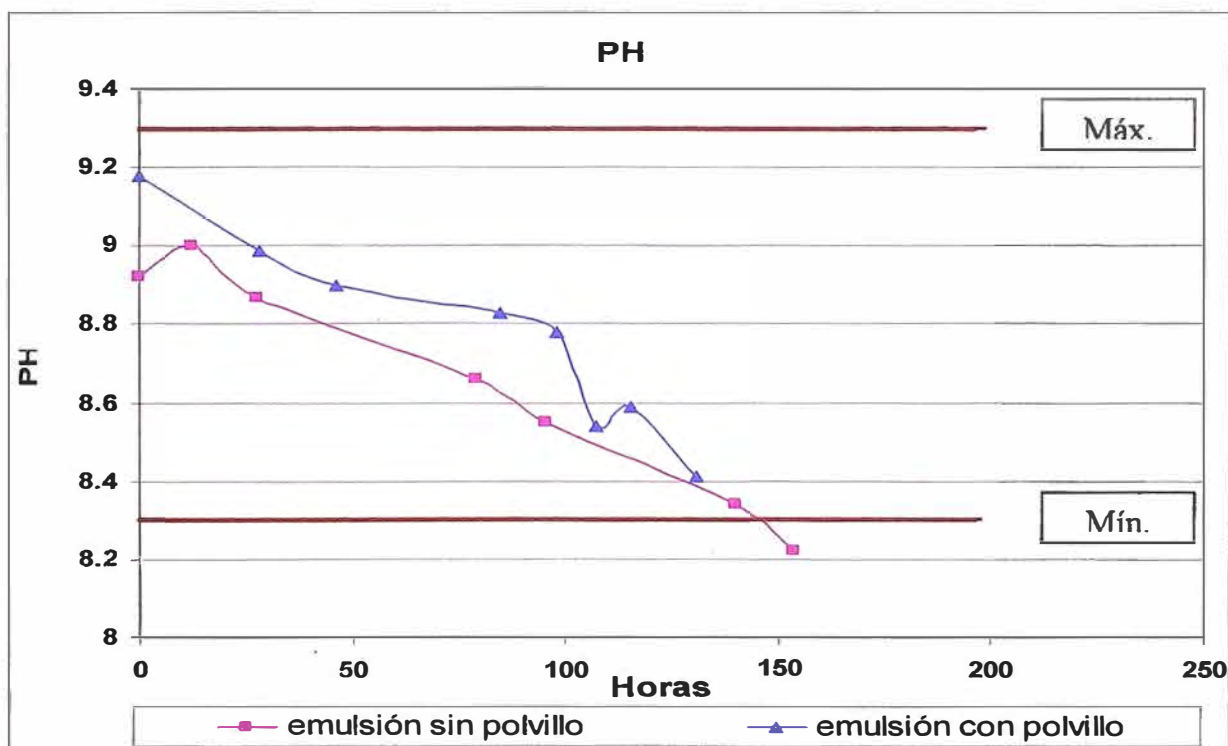
Tabla 5.2.2.2
Características de las Emulsiones *

Muestras	Densidad (g/ml)	PH	Conductividad (uS)	%Alcalinidad	% Ácidos Grasos Libres
Emulsión sin polvillo	0.991	8.92	2110	0.951	0.310
Emulsión con polvillo	0.991	9.18	1760	0.73	0.310

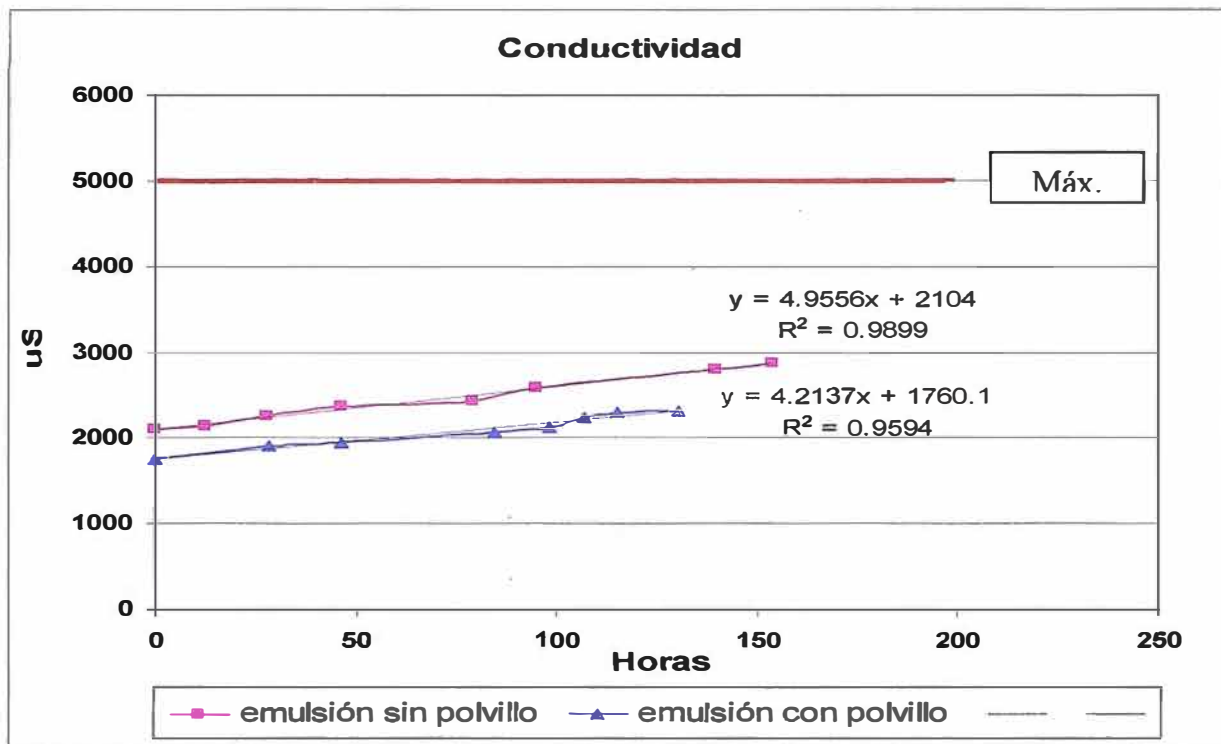
* La caracterización de la emulsión con polvillo se realizó antes que se agregaran los 187ppm de cobre metálico.

- Las emulsiones preparadas fueron sometidas a agitación y calentamiento, tratando de simular las condiciones de trabajo de trefilado encontradas en planta. Así las muestras de emulsión eran agitadas y calentadas en un agitador / calentador eléctrico donde se fijó una temperatura de 42°C y la agitación se dio con una pastilla magnética. A fin de evitar la evaporación del agua de emulsión y la consecuente variación del porcentaje de contenido de grasa, las muestras fueron tapadas.
- La agitación y el calentamiento se hizo por un promedio de doce horas diarias de trabajo al cabo de las cuales se midió pH, conductividad, %de Grasa , ácidos grasos libres y alcalinidad (ANEXO N° 3). Estas mediciones se realizaron a 25 grados centígrados. Los valores de las mediciones fueron graficados y las curvas resultantes de estas mediciones se encuentran en las Gráficas N° 5.2.2.1, 5.2.2.2, 5.2.2.3 y 5.2.2.4.

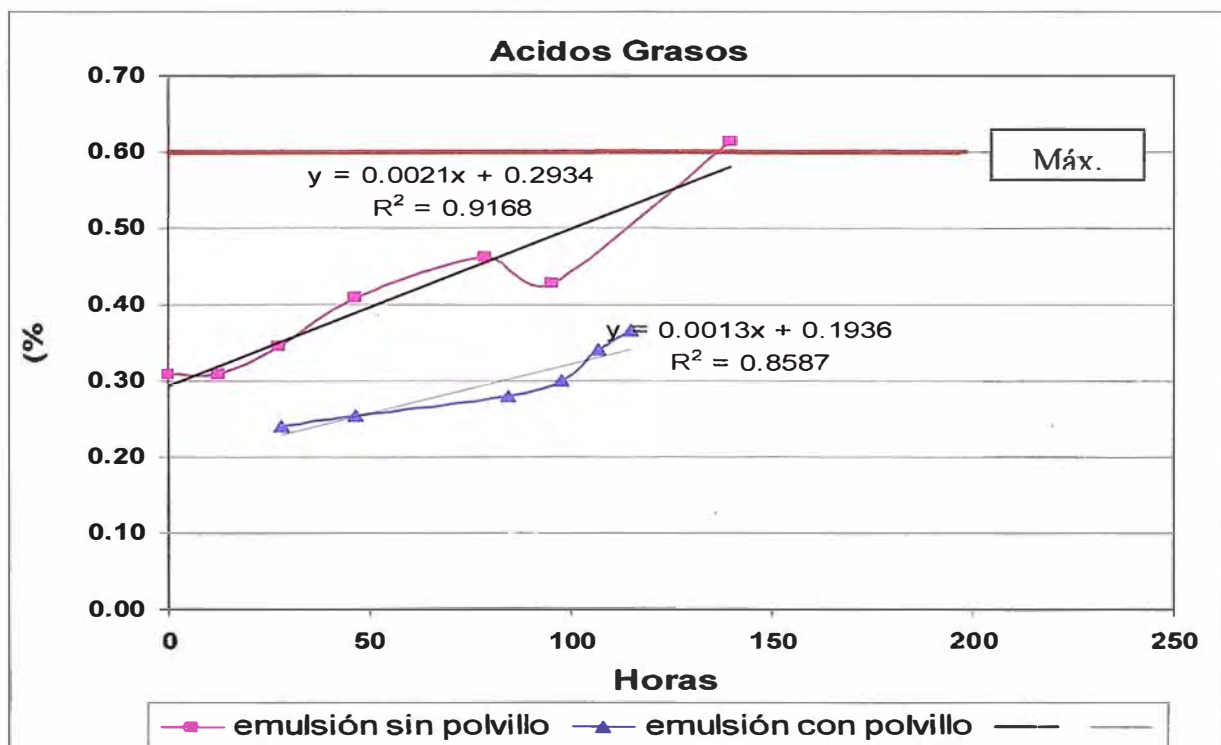
Gráfica N° 5.2.2.1



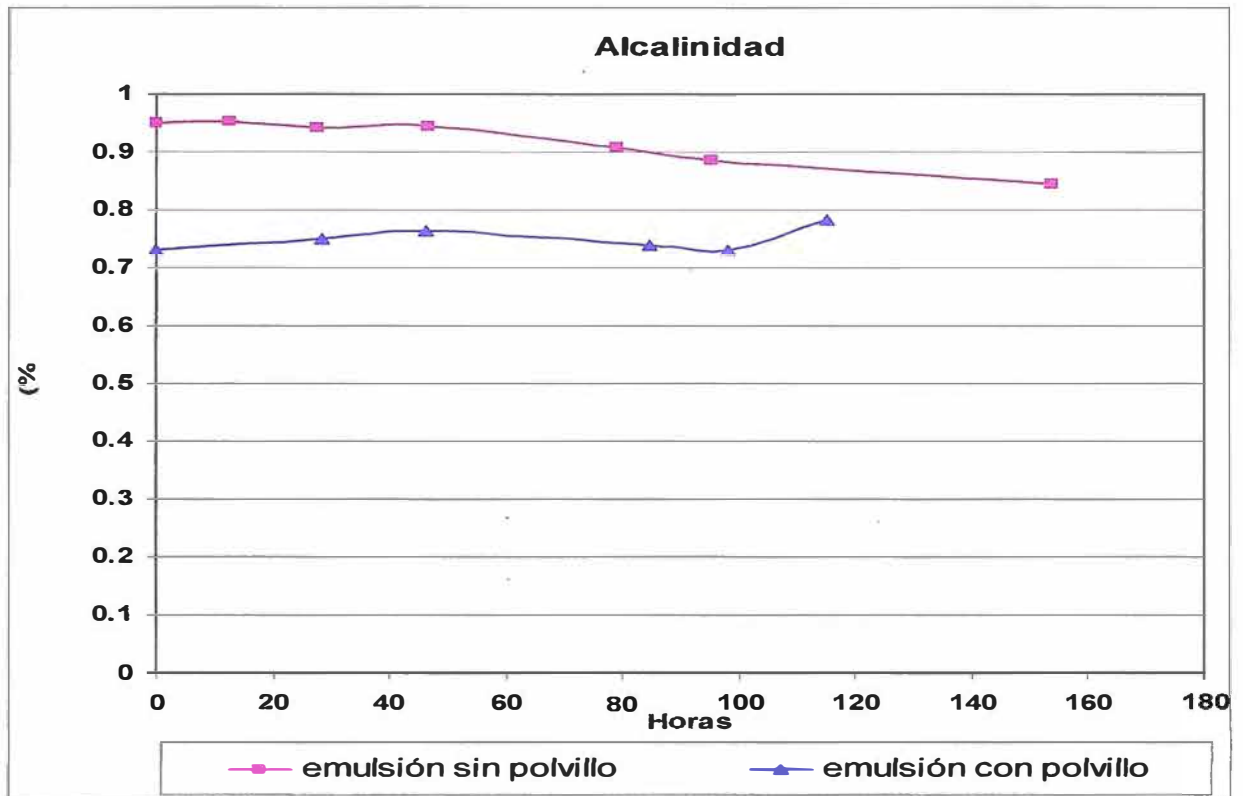
Gráfica N° 5.2.2.2



Gráfica N° 5.2.2.3



Gráfica N° 5.2.2.4



Comentarios:

- Cabe resaltar que a pesar que se prepararon las muestras con el mismo lubricante y que el agua de ambas emulsiones provenía del mismo equipo ablandador, los valores en el inicio (Caracterización de las Emulsiones Tabla N° 5.2.2.2) difieren; esto se debería a que si bien las dos aguas de emulsión son blandas difieren en otros parámetros como contenido de cloruros y alcalinidad. Debido a estas diferencias, el análisis de las curvas debe hacerse sobre sus tendencias, así como su velocidad de crecimiento o decremento; en ningún caso se debe comparar los valores puntuales.
- En la gráfica de ácidos grasos libres (Gráfica N° 5.2.2.3) se observa que su crecimiento en la emulsión sin polvillo es mayor que en la emulsión con polvillo, así podría decirse que la producción de ácidos grasos libres incrementa

cuando la emulsión esta libre de polvillo de cobre. Sin embargo esto no es del todo cierto porque podría ser que ambas emulsiones producen ácidos grasos libres con igual rapidez, pero como en la muestra con polvillo de cobre los ácidos grasos libres reaccionan con los iones cobre para formar jabones grasos de cobre, se estarían consumiendo los ácidos grasos libres producidos.

- La alcalinidad es una medida de los jabones, carbonatos alcalinos y bicarbonatos. Como se observa en la gráfica (Gráfica N° 5.2.2.4), la alcalinidad decrece en la muestra de emulsión sin polvillo; mientras que para la emulsión con polvillo la curva tiene una tendencia a crecer. Sin embargo el rango de variación de los valores para ambas gráficas es pequeño, con lo cual no se podría afirmar que la tendencia de estas curvas es decrecer y crecer respectivamente. Podría esperarse de acuerdo a lo explicado en el párrafo anterior que en la emulsión con polvillo de cobre los ácidos grasos libres con los cationes de cobre (provenientes de los complejos de cobre y otros compuestos que formaría el cobre), reaccionen para dar jabones de cobre incrementándose así la alcalinidad.
- En el análisis cualitativo se observó la presencia de dichos jabones como compuestos insolubles que dieron luego la formación de un lodo que enmarañó las partículas de cobre.
- Las curvas de pH (Gráfica 5.2.2.1) decrecen con el tiempo, debido al aumento de los ácidos grasos libres.
- Con respecto a la curva de conductividad (Gráfica 5.2.2.2) se observa que tiene una pequeña tendencia a crecer con el tiempo. En el caso de la emulsión con polvillo de cobre, la conductividad se incrementa por los ácidos grasos libres y los cationes de cobre provenientes de los compuestos formados (complejos, óxidos, cloruros, etc); sin embargo estos cationes libres estarían por poco tiempo en la emulsión ya que estarían luego pasando a reaccionar con los ácidos grasos

libres dando lugar a los jabones insolubles de cobre. En el caso de la emulsión sin polvillo de cobre, la tendencia creciente de la curva obedecería netamente a la producción de ácidos grasos libres.

- Los cambios que la emulsión sufriría en su composición no se reflejan con la medida de la conductividad. Esto se debería a que la tasa de producción de los jabones no es representativa en comparación con la de los ácidos grasos libres. Observar que el crecimiento de la conductividad en las curvas sin y con polvillo es casi igual (ver las pendientes de las curvas en la Gráfica N° 5.2.2.2).

Conclusiones:

- Es conveniente tener una emulsión libre de polvillo de cobre porque permite una mayor presencia de ácidos grasos libres, los cuales sirven de ancla para la formación de la película de lubricación que envuelve al alambre.
- El polvillo de cobre reaccionará con los ácidos grasos libres, formando jabones de cobre los cuales tienen doble acción negativa, por una parte esta reacción consume los ácidos grasos libres necesarios para la formación de la película de lubricación y además los jabones de cobre insolubles, que se presentan como un lodo, obstaculizarán la entrada de las hileras de trefilación, es decir la propiedad de detergencia se vería afectada.
- La valoración de la alcalinidad no indica claramente la presencia de jabones de cobre; es preferible observar la formación de compuestos insolubles que al tacto son grasos.
- La medida de la conductividad no es relevante para determinar el contenido de contaminación por polvillo de una emulsión.

5.2.3. Variación de la Composición Química de Algunos Componentes de la Emulsión

Como se ha descrito anteriormente, los componentes de la emulsión pueden sufrir cambios en su composición debido a diversas reacciones (sección 3.3), cambios por efecto de la temperatura, por la presencia de microorganismos, etc. Dichos cambios van a incidir en las propiedades de la emulsión, ya que implicarían el desgaste de algunos de los componentes de la emulsión, por tanto es importante conocerlos.

A fin de conocer los cambios en la composición química que puede experimentar los componentes de la emulsión en estudio, se hizo uso de un espectrofotómetro infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), Shimadzu, serie 8300 (ANEXO N° 8).

Se optó por este análisis instrumental por las siguientes razones:

Disponibilidad del equipo, se utilizó el equipo del Laboratorio de Catálisis y Medio Ambiente de la Facultad de Ciencias -UNI.

Como no se conoce la composición exacta de los componentes del lubricante, un ensayo más preciso como por ejemplo cromatografía líquida no podría llevarse a cabo al no poder realizar el seguimiento de los componentes; por tal el FTIR, se considera una buena alternativa para identificar los grupos funcionales.

En el ensayo por espectrometría infrarroja, las muestras no pueden ser acuosas debido a que la constante de solubilidad en agua de las celdas de seleniuro (KRS-5) es muy alta; es por esto que en algunos ensayos se realizó un tratamiento previo con el objeto de separar las fases y analizar la fase orgánica. Este hecho no permitió identificar aquellos productos de las diversas reacciones, que por su naturaleza pasarían a la fase acuosa como suele suceder por ejemplo con los

productos polares del metabolismo de los microorganismos presentes en la emulsión.

Como sólo se conocen las familias químicas de los componentes del aceite emulsivo (ANEXO N° 2), mas no la estructura exacta ni la proporción en la que se encuentran, se decidió analizar los espectros cualitativamente comparando la relación entre los picos característicos.

Se realizaron las siguientes experiencias

5.2.3.1 Componentes del Aceite Emulsivo.

5.2.3.2 Efectos de la Temperatura.

5.2.3.3 Cambios por el Tiempo de Uso.

Al final en la sección 5.2.3.4, se encuentran las conclusiones correspondientes a estas experiencias.

5.2.3.1 Componentes del Aceite Emulsivo.

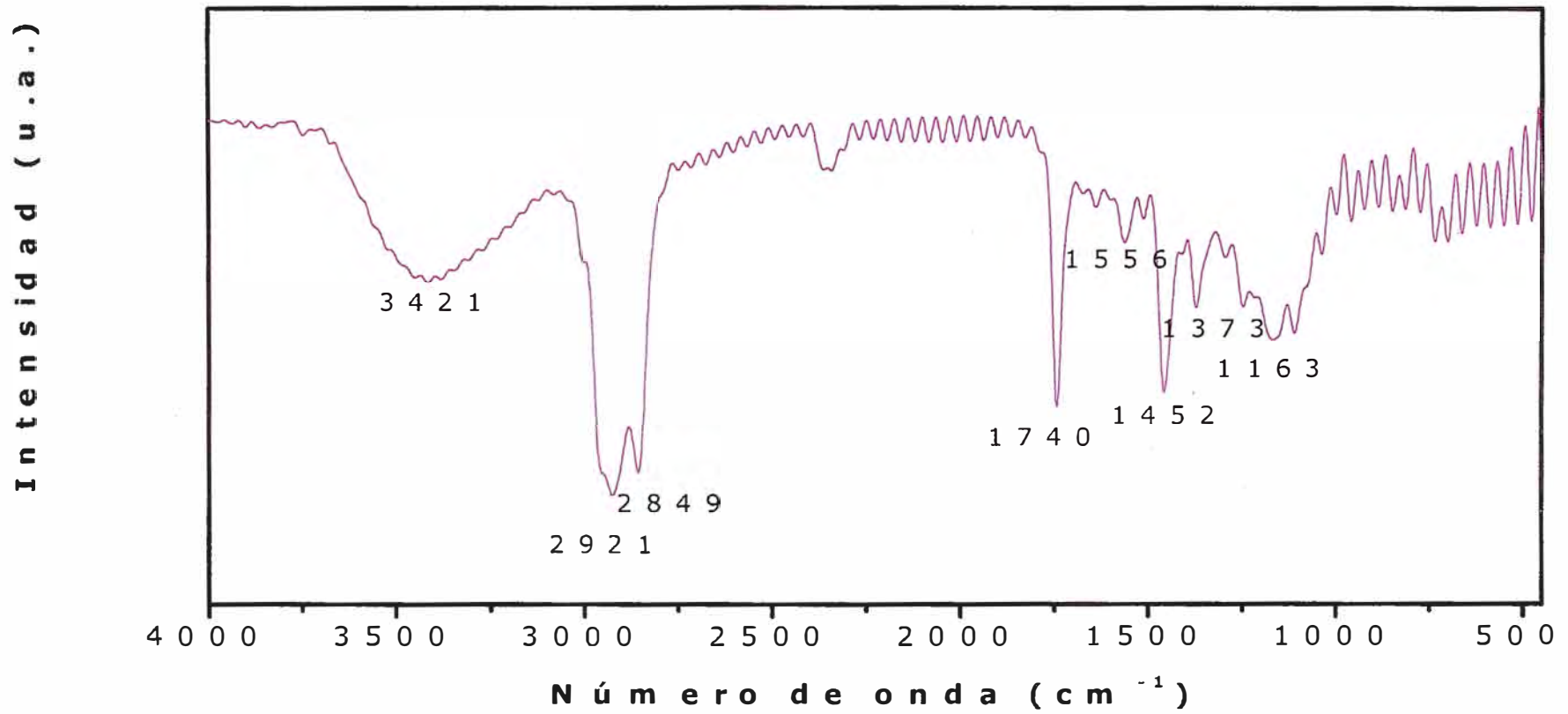
El objetivo del ensayo fue verificar la presencia de los principales componentes del aceite lubricante emulsivo, según lo indicado en la hoja técnica del producto (ANEXO 2) y también obtener el espectro que sirvió para comparar los picos característicos hallados con los espectros de las demás experiencias.

Procedimiento:

Se tomó una muestra del aceite emulsivo y se realizó el ensayo de espectrometría infrarroja cuyo alcance se encuentra en el ANEXO N° 8.

De la gráfica de los valores de número de onda versus transmisión en unidades arbitrarias (u.a), se obtuvo el espectro (Gráfica N° 5.2.3.1).

Gráfica N° 5.2.3.1
Espectro Infrarrojo del Aceite Emulsivo



Comentarios:

- En la Gráfica N° 5.2.3.1, se observa entre 3000 y 3750 la banda característica del agua, lo cual indica que el aceite emulsivo lleva un cierto contenido de ésta y debido a la intensidad de la banda respecto a los demás picos, la cantidad de agua es pequeña.
- Las informaciones del proveedor indican que la base del aceite emulsivo HSDL-24MW son los aceites nafténicos, esto se verifica en el espectro donde se observan los tres picos correspondientes a las vibraciones del ciclo hexano, en los números de onda de 2921, 2849 y 1452 cm^{-1} .

- En 1740 cm^{-1} se tiene el pico característico de la vibración del carbonilo $\text{C} = \text{O}$, este carbonilo podría provenir de cetonas, aldehídos, ácidos carboxílicos o ésteres.

Para los ácidos carboxílicos además del pico del carbonilo debe existir arriba de los 3000 cm^{-1} un pico de fuerte intensidad correspondiente a la vibración del oxidrilo $-\text{OH}$, el cual no se observa en el espectro. De igual modo no se encuentra el pico de la vibración $\text{C}-\text{H}$ propia de los aldehídos, en el rango de 2695-2830 cm^{-1} . En el caso de las cetonas se debe presentar entre los 1100-1300 cm^{-1} el pico de la vibración $\text{C}-\text{CO}-\text{C}$, el cual tampoco se observa en la Gráfica N° 5.2.3.1. Para los ésteres debe haber otro pico entre los 1210-1163 cm^{-1} correspondiente a $\text{C}-\text{C}(-\text{O})-\text{O}$, en el espectro es el pico a 1163 cm^{-1} , por lo tanto se confirma la presencia de ésteres, que son los que se hidrolizan para formar los ácidos grasos libres.

- También del espectro se observan las vibraciones propias del sulfonato, en 1373 y 1163 cm^{-1} , el último pico como se dijo en el párrafo anterior es también el de un éster, esto se debe a una superposición de picos de diferentes vibraciones.

- El pico de 1556 cm^{-1} , es el correspondiente al ion carboxilato, proveniente de los ácidos carboxílicos hidrolizados.
- Algunos compuestos del aceite lubricante emulsivo, según la hoja técnica del producto (ANEXO 2), no se lograron identificar en el espectro posiblemente porque se encuentran en cantidades pequeñas y sus bandas o picos se encuentran ocultas bajo las de los otros compuestos identificados; es decir existe un acoplamiento con las otras vibraciones del aceite.

En base a lo dicho en los puntos de arriba se tiene un resumen de las vibraciones asignadas para dicho espectro (Tabla N° 5.2.3.1)

TABLA N° 5.2.3.1

Picos y/o Bandas $\nu(\text{cm}^{-1})$	Vibración Asignada
2921	Ciclohexano
2849	Ciclohexano
1740	Ester
1556	Ion carboxilato
1452	Ciclohexano
1373	Sulfonato
1163	Sulfonato

5.2.3.2 Efectos de la Temperatura

Los aceites, grasas y emulsionantes sufren reacciones de oxidación, hidrólisis, etc, las cuales se aceleran por efecto de las temperaturas alcanzadas durante el proceso de trefilando.

El siguiente ensayo tiene como fin indicar los cambios en la composición química de los componentes del aceite lubricante emulsivo presente en la emulsión, cuando ésta es sometida a diferentes temperaturas; es decir el objetivo es analizar la degradación térmica.

Procedimiento:

- De una muestra de emulsión tomada a la entrada de la trefiladora, se separaron cinco muestras de aproximadamente 70 gramos cada una en vasos precipitados.
- Cada muestra se llevó a un horno, que se encontraba a determinada temperatura (Tabla 5.2.3.2), por un tiempo de 45 minutos. La temperatura que se indica para la muestra 1 (32 °C) es la temperatura que la emulsión tenía en planta, es decir esta muestra no fue sometida a calentamiento.
- Luego se colocaron las muestras en el desecador durante 2 horas.

El análisis por espectrometría infrarroja, como ya se dijo, no puede realizarse en fase acuosa por consecuencia se separaron las fases de las emulsiones mediante HCl/NaCl (ANEXO 3), de esta forma se ensayaron las fases orgánicas de cada muestra, que son las que contienen al aceite lubricante de la emulsión. Las características de cada fase orgánica se encuentran en la Tabla N° 5.2.3.2.

Tabla N° 5.2.3.2

Muestra	Temperatura del Horno (°C)	Conductividad (uS)	PH	% Grasa
1	32	4180	7,99	12,658
2	47	4180	8,03	12,025
3	65	4110	8,21	12,658
4	73	4130	8,24	12,025
5	93	4140	8,34	12,738

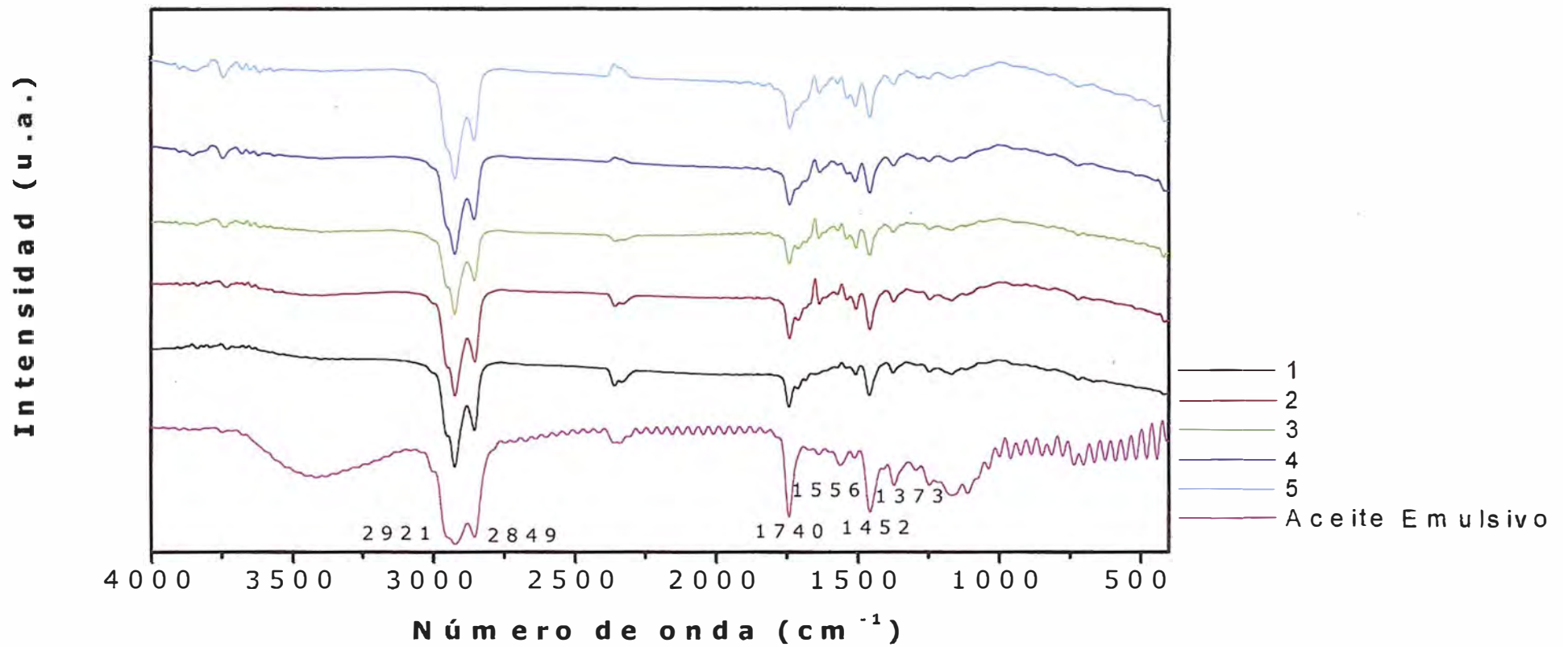
* Las mediciones de conductividad y pH se realizaron a 25 °C.

Los espectros de cada muestra se encuentran en la Gráfica N° 5.2.3.2.a, el espectro del aceite lubricante emulsivo fue tomado de la experiencia 5.2.3.1.

Comentarios:

- Las dos primeras temperaturas (32 y 47 °C), son aquellas que se encuentran en el proceso de trefilado, las otras 3 temperaturas son superiores a las halladas en el proceso, pero fueron consideradas para tener un mayor rango de análisis de los cambios por efecto de la temperatura.
- Las emulsiones al ser sometidas a calentamiento pierden agua, es decir el % de grasa aumenta, sin embargo en la Tabla 5.2.3.2 no se observa que los valores de % de Grasa aumenten con la temperatura, esto podría deberse a la baja sensibilidad del método de % de Grasa (ANEXO N° 3).
- Los valores de conductividad en la Tabla 5.2.3.2, no muestran una tendencia, mientras que el pH de las emulsiones aumenta a mayor temperatura de exposición. Esto sucede porque el CO₂ disuelto en el agua da H₂CO₃ y al calentarse éste disminuye aumentando el pH de las emulsiones.

Gráfica N° 5.2.3.2.a
Efecto por la Temperatura



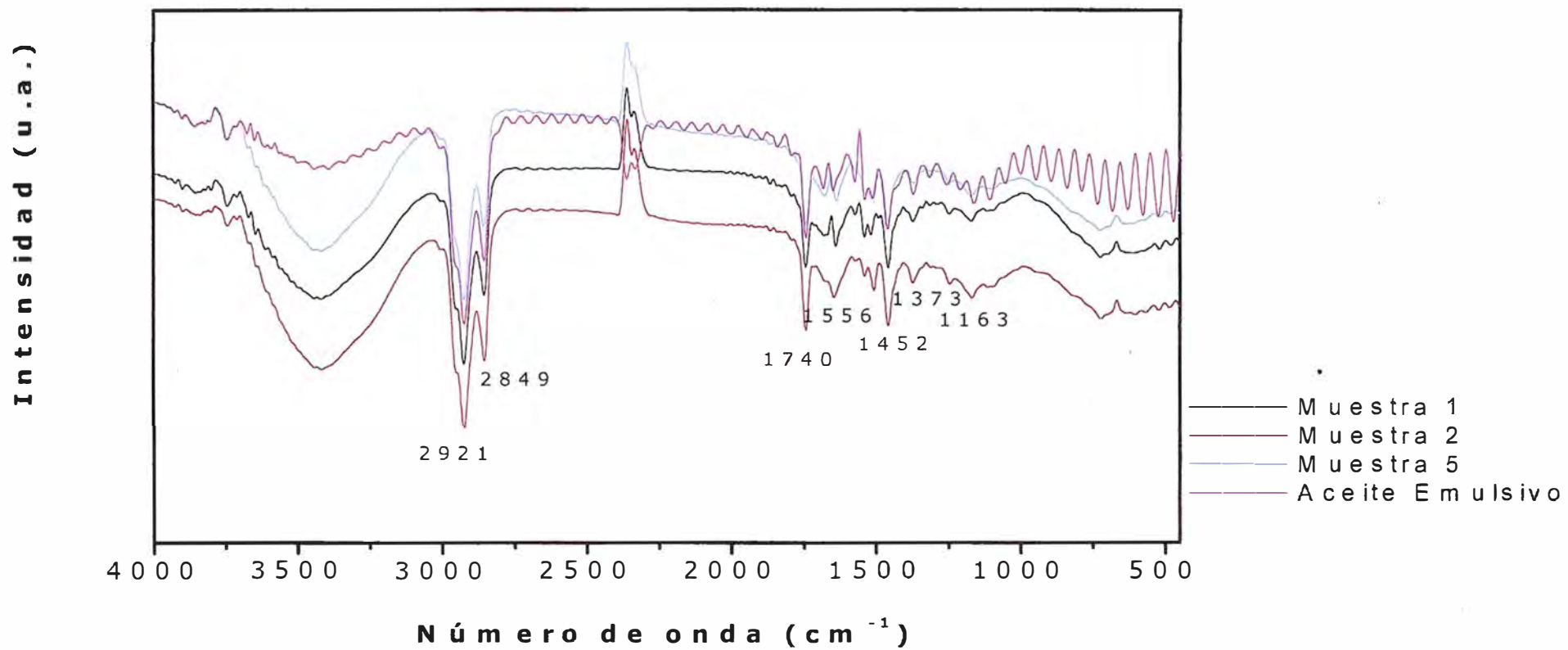
- En la Gráfica N° 5.2.3.2.a, la banda del agua disminuye en los espectros del 1 al 5 a diferencia del aceite lubricante emulsivo, ya que las emulsiones fueron tratadas con HCl (ANEXO N° 3), separándose así el agua proveniente de dicho aceite.
- Los picos correspondientes a la vibración de sulfonato (emulsificante) a 1373 cm^{-1} y 1163 cm^{-1} , disminuyen a medida que la temperatura aumenta.
- La emulsiones sometidas a diferentes temperaturas formaban una nata y el grosor de dicha nata aumentaba a medida que la temperatura a la que se sometía la emulsión, también aumentaba. Estas natas tenían la apariencia de aceite libre flotando en la superficie de la emulsión.

Con el objeto de conocer la composición de dichas natas se analizaron algunas de ellas (muestra 1, muestra 2 y muestra 5) por espectrofotometría infrarroja y sus espectros se encuentran en la Gráfica N° 5.2.3.2.b

Comentarios:

- Gráfica N° 5.2.3.2.b: se observa que las natas presentan los mismos picos característicos que el aceite lubricante emulsivo, es decir se trata de una desestabilización de la emulsión (sección 3.2.4) por efecto de la temperatura.
- Gráfica N° 5.2.3.2.b: Relacionando las intensidades de cada pico con los picos del ciclo hexano (2921 , 2849 y 1452 cm^{-1}), se observa que los picos a 1373 cm^{-1} y a 1740 cm^{-1} son de menor intensidad. Es decir la nata tiene los mismos compuestos del aceite lubricante emulsivo pero con menor cantidad de sulfonato y de esterres, esto se debe a que la separación de las fases esta empezando y el sulfonato tiende a estar en la emulsión donde cumple su función de agente emulsivo.

Gráfica N° 5.2.3.2.b
Espectros de las Natas formadas por la Temperatura



- Cabe resaltar que al cabo de seis semanas en reposo en el laboratorio, las muestras de emulsión (provenientes de planta) se separaron completamente, mientras que esa misma emulsión en la planta se mantenía emulsionada, probablemente por efecto de la agitación. Ver 5.2.4 Efectos del Tiempo en Reposo.

5.2.3.3 Cambios por el Tiempo de Uso.

Un factor muy importante a considerar es el tiempo de uso que tenga la emulsión, ya que con el uso se puede llegar a una producción excesiva de ácidos grasos que consumen las bases grasas del aceite emulsivo o la excesiva generación de productos indeseables es decir jabones de cobre (debido al polvillo/viruta de cobre) y jabones de calcio o magnesio (debido a los iones calcio y magnesio del agua de la emulsión). Ver sección 3.3.

El objetivo de este ensayo es conocer la composición química de una emulsión después de un tiempo de uso de aproximadamente 11 meses, al cabo del cual se realiza normalmente el cambio de la emulsión.

Procedimiento:

- Se tomó una muestra de emulsión de planta a la entrada de la máquina trefiladora, dicha emulsión se encontraba a una concentración volumétrica de grasa del 12.2% (ANEXO N° 3), luego se analizó por espectrometría infrarroja la fase orgánica (ANEXO N° 8).
- Se preparó una emulsión en el laboratorio a la misma cantidad hallada en planta (12.2% en volumen), agregando el aceite lubricante emulsivo sobre el agua y luego mezclándolos. Después se procedió a separar la emulsión por el método

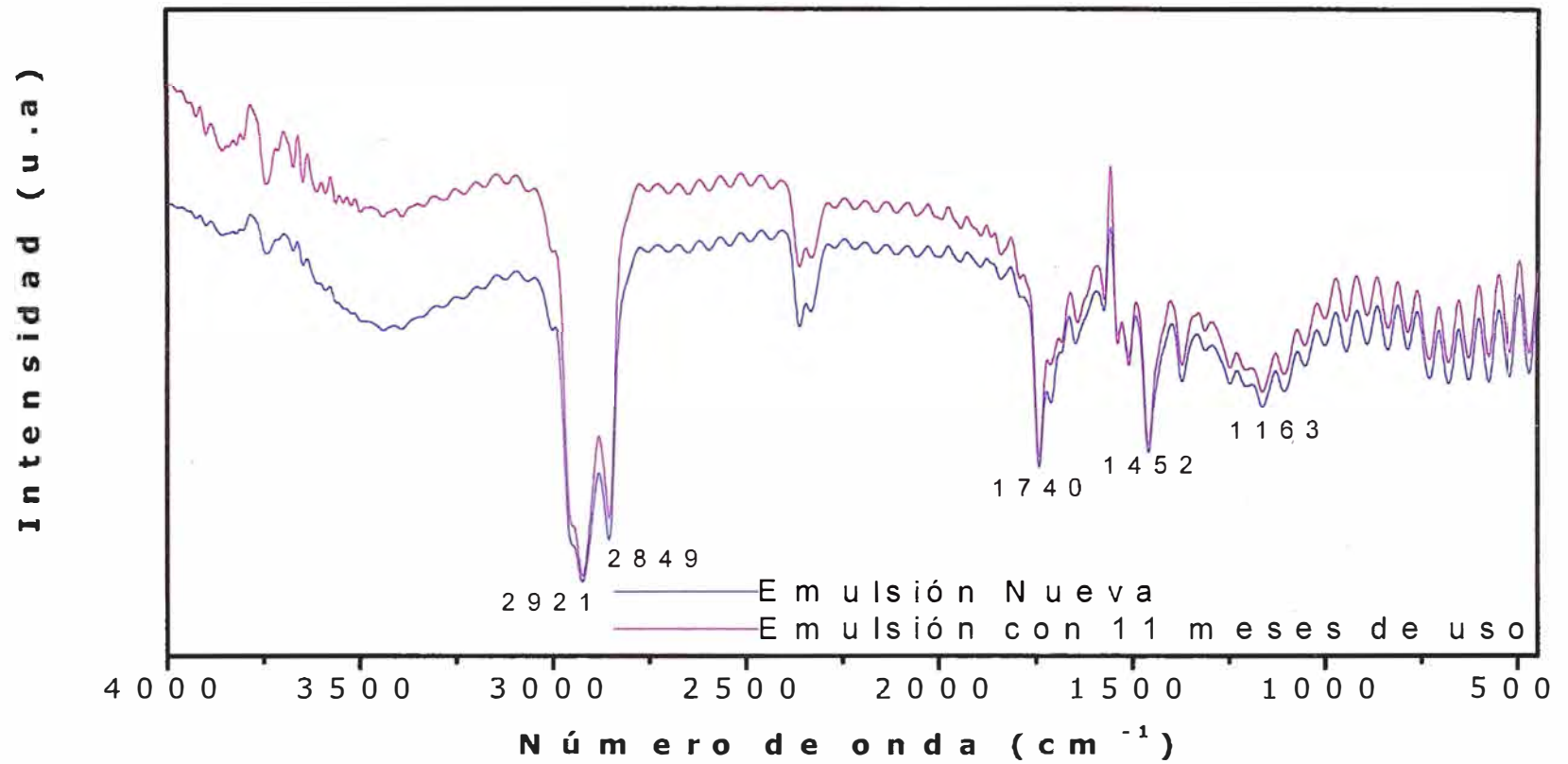
HCl/NaCl y de igual forma se analizó la fase orgánica por espectrometría infrarroja.

Los resultados de los ensayos , se encuentran en la Gráfica N° 5.2.3.3

Comentarios:

- Se observa que ambos espectros presentan los mismos picos característicos, pero varían las proporciones entre ellos.
- Tomando los picos del ciclo hexano como base de comparación (2921, 2849 y 1452 cm^{-1}) existe en la emulsión de 11 meses un incremento en la intensidad del pico correspondiente al ion carboxilato (1556 cm^{-1}) y un decremento en el pico a 1740 cm^{-1} que corresponde a los esteres.
- Como se sabe (Gráfica N° 5.1.2.2.d) en el tiempo aumenta la producción de ácidos grasos libres y de jabones, esto se estaría verificando en el espectro de la emulsión con 11 meses de uso (Gráfica N° 5.2.3.3), ya que los ácidos grasos libres provienen de la hidrólisis de los esteres , es decir en el tiempo existe un consumo de esteres (decremento del pico a 170 cm^{-1}) y el aumento de los iones carboxilatos se debe a que al separar las fases de la emulsión con HCl/NaCl para ser analizadas por espectrofotometría infrarroja, los jabones se disocian pasando los cationes a la fase acuosa y los iones carboxilatos a la fase orgánica, aumentando así la cantidad de éstos.

Gráfica N° 5.2.3.3
Cambios por el Tiempo de Uso



5.2.3.4 Conclusiones

- Se verifica la presencia de los principales componentes del aceite emulsivo como son: el aceite nafténico (vibraciones del hexano), las grasas (vibraciones de ésteres) y el sulfonato de sodio (vibraciones de sulfonato).
- A las temperaturas del proceso, se tiene una degradación del emulsionante (sulfonato), la cual aumenta con la temperatura, dicha degradación es inherente y no se puede indicar que las temperaturas del proceso no son las adecuadas ya que a estas temperaturas se da la producción de ácidos grasos libres, necesarios para la función de lubricación.
- El aceite libre producto de la desestabilización de la emulsión contiene una cantidad de sulfonato, lo cual hace posible que con agitación el aceite vuelva a emulsificarse y en los periodos de reposo, como los fines de semana o cuando no se trabajan todos los turnos, la emulsión tiende a volverse inestable. Ver 5.1.6.
- El envejecimiento de una emulsión se observa por el incremento de los iones carboxilatos y el decremento de los ésteres en el espectro característico.

5.2.4. Efectos del Tiempo en Reposo

Como se sabe los tiempos de reposo influyen en el comportamiento de las bacterias y en la estabilidad de la emulsión (sección 3.3), por tanto es importante estudiar que cambios experimentará la emulsión cuando se encuentre en reposo.

Procedimiento:

- Se tomaron muestras de emulsión de planta a la entrada de la máquina trefiladora en diversos días (cada muestra fue caracterizada).
- Las muestras se dejaron reposando en el laboratorio a una temperatura de 25 °C y luego de unos días de reposo, se le midió pH a 25 °C y % de grasa por el método de HCl/NaCl (ANEXO N° 3).

En la Tabla N° 5.2.4 se encuentran los valores de PH y de % Grasa, de las muestras de planta en diferentes fechas:

Tabla N° 5.2.4

Muestra	Fecha de la Muestra	PH₁	% Grasa₁	Días de Reposo	PH₂	% Grasa₂
1	11/03/03	8.08	13.13	1	7.67	13.13
2	05/03/03	8.24	12.65	7	7.45	11.55
3	26/02/03	8.53	12.57	14	7.14	11.52
4	14/02/03	8.54	12.00	26	6.77	10.76
5	12/02/03	8.4	11.46	28	6.96	10.56
6	29/01/03	8.5	9.84	42	7.31	8.59
7	23/01/03	7.99	10.19	48	7.14	8.59
8	15/01/03	8.25	8.25	56	6.85	6.895

PH₁= valor medido el día que se tomó la muestra, a 25 °C.

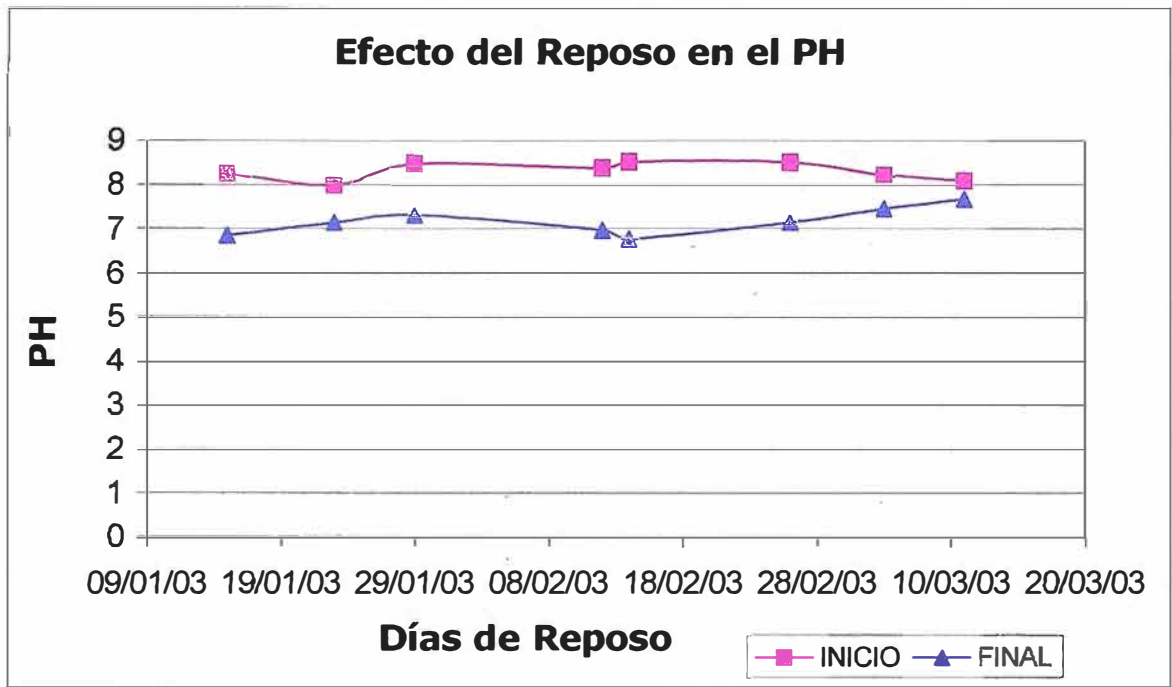
PH₂= valor medido luego de los días de reposo a 25°C.

% Grasa₁ = valor medido el día que se tomó la muestra.

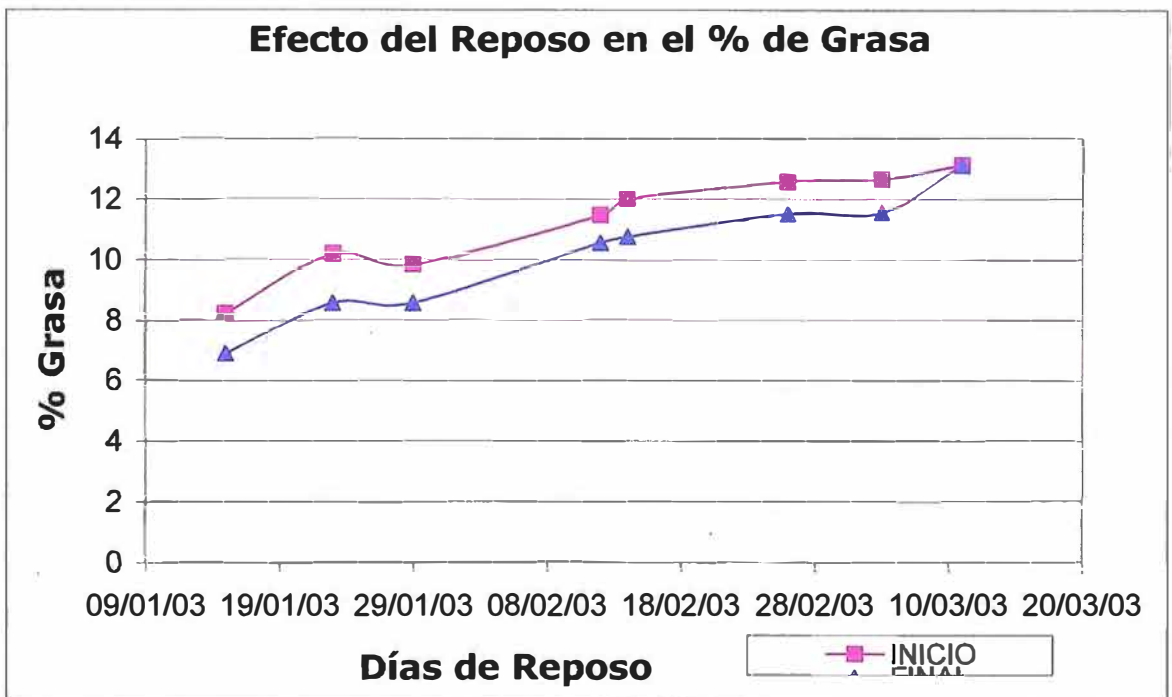
% Grasa₂ = valor medido luego de los días de reposo.

De los valores de pH y de % de grasa se tienen las curvas de la Gráfica N° 5.2.4.1 y Gráfica N° 5.2.4.2

Gráfica N° 5.2.4.1



Gráfica N° 5.2.4.2

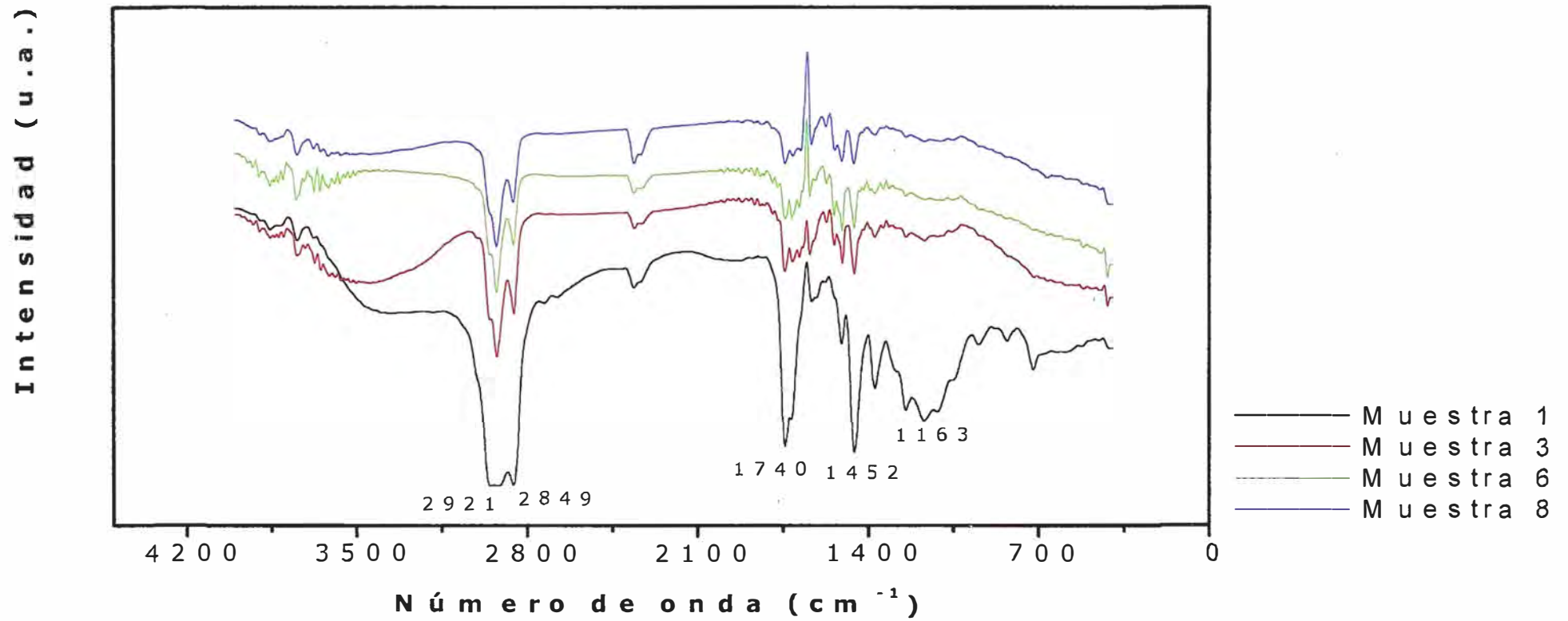


Comentarios:

- Como se observa en la Gráfica N° 5.2.4.1, el pH disminuye en los días de reposo, esto puede deberse a la presencia de bacterias lipolíticas (sección 5.1.4) cuyo crecimiento se favorece en el reposo.
- Las curvas de % Grasa (Gráfica N° 5.2.4.2) disminuyen con los días de reposo, es decir a mayor tiempo de reposo la diferencia de %de Grasa del inicio respecto al final es mayor. Este hecho puede explicarse por la presencia de las bacterias lipolíticas que se alimentan de la grasa (esteres) de la emulsión.
- Como el método de HCl/NaCl (ANEXO N° 3) para hallar el %de Grasa separa la fase acuosa de la orgánica, esta última fase no sólo estará compuesta por la grasa (esteres) y el aceite mineral, sino que también los ácidos grasos libres y el sulfonato. Es por esta razón que no se puede especificar que la disminución del %de grasa sea un efecto sólo del consumo de los esterres (alimento de las bacterias lipolíticas) por eso se realizó un ensayo de espectrofotometría infrarroja a fin de determinar cuales son los cambios químicos que se están produciendo en el reposo y que se traducen en una disminución del % de Grasa y una disminución del pH de la emulsión. Las muestras analizadas fueron 1, 3, 6, 8.

Las fases orgánicas de dichas muestras (ANEXO N° 3) se ensayaron por espectrofotometría infrarroja (ANEXO N° 8) y sus espectros se encuentran en la Gráfica N° 5.2.4.3

Gráfica N° 5.2.4.3
Efectos del Tiempo en Reposo



Comentario:

- Como se observa en la Gráfica N° 5.2.4.3, el pico a 1740 cm^{-1} , que corresponde a las vibraciones de los esteres, disminuye con los días de reposo, es decir existe un consumo de las grasas por parte de las bacterias lipolíticas.
- De igual forma en los días de reposo, el pico correspondiente a las vibraciones del sulfonato (1373 cm^{-1}) disminuye; es decir existe un consumo del sulfonato que reduce la estabilidad de la emulsión al no existir el suficiente emulsionante (sulfonato).

Conclusiones:

- El efecto de las bacterias aumenta en los periodos de reposo respecto a los periodos de trabajo. Ya que en reposo el pH disminuye y el % de Grasa también, debido al consumo de los esteres del aceite emulsivo.
- El consumo de los esteres por parte de las bacterias genera ácidos grasos libres que por estar en medio acuoso se detectan en el espectro como iones carboxilatos. Esto justifica la disminución del pH de la emulsión.
- En el reposo se da la inestabilidad, producto del consumo del sulfonato, posiblemente las bacterias se estarían alimentando de las cadenas hidrocarbonadas del sulfonato.
- Las variaciones del % de Grasa en planta (Gráfica N° 5.1.2.1.a), se deben a los periodos de reposo y de uso. En los de reposo como se ve en esta experiencia se da una disminución del %de Grasa, mientras que en periodos de trabajo debido a la evaporación del agua el % de Grasa se incrementa.

CAPÍTULO 6. CONTROL Y MANTENIMIENTO DE EMULSIONES

En base a los trabajos realizados en la presente investigación y con el fin de maximizar los beneficios de desempeño de las emulsiones, lograr aumentar su tiempo de vida útil y mantener máquinas, hileras y reservorios en condiciones adecuadas se propone realizar el monitoreo, registro y control de los siguientes aspectos :

- **Manejo y Almacenaje**

Una buena emulsión empieza con adecuadas condiciones de almacenaje de preferencia a temperatura ambiente.

- **Temperatura**

Es importante mantener la temperatura de la emulsión, para el trefilado de alambre de cobre entre 40 y 55 grados centígrados a pesar de la degradación inherente del agente emulsivo (sección 5.2.3.2) ya que a este rango de temperatura se tiene una máxima humectación del lubricante sobre el alambre, con lo cual se facilita la formación de la película de lubricante. Es necesario considerar las recomendaciones del proveedor, en lo referente a la temperatura de trabajo de la emulsión.

- **Composición del Agua**

El agua debería ser lo más pura posible (destilada o desionizada) para evitar una carga demasiado elevada de electrolitos, junto con la formación de sales cálcicas (jabones calcáreos) y separación de aceite.

El agua dura, esta cargada de minerales y sales disueltas, que tienen efectos adversos en la emulsión.

También la evaporación del agua acelera la formación de jabones de agua dura por tal motivo, la compensación del agua perdida, debe hacerse con agua blanda o desionizada. Y se debe mantener un volumen adecuado porque un volumen

pequeño de emulsión, puede hacer mas difícil el control de temperatura y causar el arrastre de mas ácidos grasos libres que los que se forman.

El control de los jabones de agua dura es lograda por el mantenimiento del pH y detergencia a través de la adición de componentes frescos o álcalis. También se puede contar con la adición de un agente quelante al aceite emulsivo durante su formulación.

Es recomendable analizar el agua a usar registrando características como: dureza, cloruros, pH y conductividad.

- **Contenido de Sólidos**

El nivel de sólidos puede ser controlado a través de la filtración para remover los óxidos antes que empiecen a solubilizarse. Un fluido limpio es esencial para mantener la emulsión, vida de la hilera y calidad del producto.

Se disminuiría la presencia de polvillo de cobre y por consiguiente iones de Cu que aceleran la formación de jabones de cobre.

El control de los jabones de cobre es logrado manteniendo el pH entre 8.5-9.0 y su detergencia por la adición de componentes frescos. También pueden incluirse aditivos para el control de jabones de cobre en la formulación del aceite emulsivo, mediante la adición de agentes quelantes.

- **Concentración de la Emulsión**

Las cantidades adecuadas de agua y/o aceite emulsivo, deberán ser añadidas al sistema cada vez que se compruebe en laboratorio que el % de grasa esta fuera de las especificaciones, así se logrará mantener la fortaleza de la emulsión de acuerdo a la naturaleza del proceso.

El valor de la concentración de la emulsión a la cual debe trabajar la trefiladora esta basado en la relación entre el diámetro del alambre, la velocidad de trefilación y el material de las hileras. Mientras que el volumen de la emulsión dependerá de la carga (peso) de alambre a trefilar, si se trabaja con menos volumen del indicado la evaporación aumenta.

A niveles excesivos de aceite, se produce una adherencia importante de éste sobre la superficie del alambre difícil de remover, causando problemas a operaciones posteriores (aislamiento, enchaquetado o esmaltado).

Igualmente, altas concentraciones de aceite pueden causar caídas en el pH, impedir el enfriamiento de hileras, aumentando el desgaste y el calor en el sistema que acelera la evaporación del agua.

A concentraciones bajas causa problemas de herrumbre y corrosión, deficiencia de lubricidad dando como resultado roturas del alambre y desgaste de hileras y capstans, además del crecimiento de bacterias.

Un refractómetro manual es recomendable para revisar la intensidad de la emulsión diariamente o al menos dos veces por semana, en laboratorio se pueden realizar ensayos como el método de Babcock, y el de HCl/NaCl (ANEXO N° 4)

- **PH**

Cuando el pH desciende sensiblemente por debajo de 8 pueden presentarse fenómenos de corrosión. Si esta por debajo de 7.5, se acelera la formación de jabones de cobre, que pueden causar separación de aceite y la vida de la emulsión se ve afectada.

Si el pH es alto mayor que 9.3, es un indicio que no existen ácidos grasos libres (desgaste de la grasa), entonces el efecto de lubricación de la emulsión se reduce sustancialmente y provocan la formación de suspensiones de finos de cobre, que producen excesivo desgaste de las hileras, por abrasión.

El pH es controlado por el contenido de aditivos polares tal como los ácidos grasos, los cuales son los responsables de la lubricidad. Desde que el nivel de ácidos grasos afecta el pH es importante medirlos y mantener el pH entre 8.0 y 9.5 para trefilar alambre de cobre. Es mejor mantener el pH con pequeñas y regulares adiciones de aceite emulsivo para estabilizar la distribución de aditivos polares (ácidos grasos).

- **Ácidos Grasos Libres**

En la emulsión el número de ácidos se denota por el nivel de componentes ácidos, que influyen en el comportamiento de la emulsión. Debe estar presente en pequeñas cantidades (menos que 1%). Su presencia es necesaria porque actúan para unir el lubricante al alambre y formar así una película de lubricación.

Las adiciones de aceite emulsivo nuevo y regulaciones de la alcalinidad de la emulsión o pH mantendrán la cantidad de ácidos grasos libres en un nivel correcto.

Pero la excesiva formación de ácidos grasos libres que causan un descenso en el pH y aceleran la formación de jabones de cobre, pueden ser inhibidos de tres maneras:

- Bajando la temperatura de operación para detener la hidrólisis de la grasa.
- Reduciendo el volumen de la emulsión de modo que los ácidos producidos son los suficientes para lubricar la cantidad de alambre que esta siendo trefilado.
- Reduciendo la concentración de la emulsión.

Se debe realizar el ensayo de ácidos grasos libres al menos dos veces al mes.

- **Alcalinidad Total**

La alcalinidad es la suma de los jabones alcalinos mas los carbonatos y bicarbonatos alcalinos presentes en una emulsión. El conocimiento de la alcalinidad total de la emulsión es útil para saberle contenido de jabones de agua dura y de cobre que posee la emulsión. Su procedimiento se encuentra en el ANEXO N° 3.

- **Olor/ Desempeño/ Corrosión**

Un monitoreo a conciencia de la emulsión, incluye una revisión de parámetros subjetivos como olores inusuales, acabado del alambre, vida de la herramienta, etc. y cualquier signo notable de fácil formación de herrumbre y corrosión.

Una causa de las corrosiones se basa en la formación de elementos galvánicos entre el cobre y el hierro (material de tuberías, reservorio, tanques, etc). Debido a que el cobre, en relación al hierro o al acero es un metal considerablemente mas

noble y que el metal menos noble, elimina al noble de la solución, el hierro pasa a la solución y forma los mencionados agujeros de corrosión. Elementos galvánicos entre el cobre y el hierro solo se forman en medio ácido.

- **Aceite en la Superficie**

El aceite suelto en la superficie de la emulsión, deberá ser removido inmediatamente. Este es usualmente un indicativo de fugas de lubricante en la emulsión, pero también puede ser causado por una separación de la emulsión o emulsión inestable causada por un pH bajo o contaminantes (la remoción de aceite libre debe hacerse acompañada con la adición de emulsión nueva, para mantener el nivel adecuado). Habrá que revisar adicionalmente la formación de lodos o sedimentos en los lados y en el fondo del reservorio y tanques o flotando en la superficie.

Anotar los resultados de las inspecciones. La adición de bactericida / fungicida podrá ser requerida para elevar los niveles de pH y reducir la cantidad de bacterias y organismos para que la emulsión vuelva a estabilizarse y se mantenga dentro de los niveles de concentración necesarios.

El aceite libre en la superficie, proporciona alimento para las bacterias y por lo tanto estas crecerán en número.

- **Bacterias**

Los sistemas de emulsión deben ser revisados periódicamente en cuanto al crecimiento de bacterias (esta revisión, debe estar en función de la frecuencia con la que se presentan olores y el crecimiento de las bacterias, presencia de aceite suelto en la superficie, observación de lodo y fango en los depósitos y cuando el pH es menor a 8).

Aditivos comerciales Biocidas, pueden ser utilizados para controlar el crecimiento de bacterias en función de las condiciones particulares de cada aplicación. Debido a que las bacterias mutan, y a su diferente resistencia, es recomendable el uso de dosis mínimas de diferentes bactericidas en vez de grandes dosis de un solo tipo.

Los indicadores de bacterias (dip slides) ayudarán a determinar cuando es conveniente cambiar.

Los niveles de contaminación por bacterias, se clasifican de la manera siguiente:

10 000 organismos/ml (10^4) Contaminación débil (normal)

100 000 organismos/ml (10^5) Contaminación moderada (comenzar tratamiento)

1 000 000 organismos/ml (10^6) Contaminación fuerte (requiere acción)

- **Espuma**

Los aceites minerales puros no tienen propensión por sí mismos a la formación de espumas, sin embargo, la presencia de aceites vegetales, grasas animales y aditivos incorporados para mejorar las propiedades del lubricante hacen que éste tenga tendencia a la formación de burbujas de aire o de gas en su seno.

La presencia de espuma en cantidades muy moderadas, indica una buena detergencia de la emulsión. Cuando se tiene una excesiva espuma se reduce la lubricidad, porque el aire es arrastrado hacia el dado en lugar que el lubricante, incrementándose el calor en el sistema y desgaste de los dados al entrar en contacto directo con el alambre, así también el desgaste en los capstans.

Si bien la formación de espuma se debe a la química de los emulsivos y detergentes en el agua, este factor solo representa el 10% de la propensión a generar espuma, el tener un flujo turbulento contribuye con un 15% y el ingreso de aire al sistema es el mas relevante contribuyendo con el 75%.

Se puede controlar preparando la emulsión con agua que no sea muy blanda o en casos extremos por la adición de antiespumantes.

6.1. Durante el tiempo de vida de la emulsión

a) Control en laboratorio

Realizar los ensayos que se encuentran en la Tabla N° 6.1, donde además se indica la importancia de cada ensayo así como su periodicidad. El procedimiento de los ensayos esta en ANEXO N° 3.

Tabla N° 6.1

Ensayos de Control	Periodicidad	Importancia
Ácidos Grasos Libres (%)	Quincenal	Para el control del desgaste de la materia grasa, se debe tener un balance de éstos para un buena lubricación
Alcalinidad (%)	Mensual	Conocer el incremento de la formación de jabones, compuestos que afectan la lubricación.
Bacterias	Semanal	Su presencia causa un desbalance del sistema y parámetros como pH y ácidos grasos libres no tienen la tendencia esperada.
Conductividad	Semanal	Para el control de iones de cobre, cloruros, calcio, magnesio, sodio, etc, presentes en la emulsión. Su aumento es por un contaminación de polvillo de cobre y por posibles reposiciones con agua dura.
Materia Grasa (%)	Dos veces por semana	Para realizar las adiciones de agua o emulsiones frescas.
pH	Quincenal	Para el control del desgaste de la materia grasa o posible contaminación por bacterias.

b) Control en Planta

En planta, los trabajadores deben observar lo expuesto a continuación e informar al responsable para aplicar las acciones correctivas y registrarlos en la Hoja de registros (Anexo N° 9). Los criterios de observación son:

Olor

Frecuencia de roturas y superficie del producto final como son las ralladuras.

Presencia de polvillo de cobre o generación de virutas, que se quedan en la entrada de las hileras o en la máquina trefiladora.

Formación de lodos, que sobrenadan en la espuma formada, depositados en el fondo del tanque de filtración, trefiladora, en las entradas de las hileras, etc.

Volumen , observar que el nivel de volumen en el reservorio se mantenga constante y capaz de abastecer a la trefiladora para evitar problemas por bombeo o retorno.

Poder detergente (lavado de manos), limpieza del sistema como el tanque de filtración, máquina trefiladora y reservorio.

6.2. Reemplazo de una emulsión usada

La limpieza completa del reservorio, tanque de filtración, maquina trefiladora (portahileras, capstans, mangueras, etc), bombas y tuberías es un factor importante para la durabilidad de una emulsión. Es conveniente realizarla un día antes del cambio de emulsión.

Residuos de la emulsión a reemplazar (emulsión contaminada) o biofilms sobre las paredes, los cuales no han sido completamente destruidos, tienen un efecto inmediato y de considerable debilitamiento de las «fuerzas de resistencia» en una emulsión fresca. Una cantidad residual pequeña de 20 litros de emulsión a reemplazar, la cual esta altamente contaminada con microorganismos (que dan una

cantidad microbiana de 10^7 microbios por mililitro) dan en un inicio una cantidad microbiana de 10^4 microbios por mililitro en la emulsión fresca.

La emulsión usada, lista para ser reemplazada debe ser recirculada por todo el circuito para: arrastrar partes del cobre sedimentado en los tanques y en las tuberías así como el cobre suspendido en la emulsión, que no ha sido retenido por el filtro pero es depositado cada vez mas y mas dentro de todo el circuito. Adicionalmente hay bacterias y hongos dentro de partes inaccesibles que probablemente causan una reducción de la durabilidad de la emulsión.

Procedimiento:

Empezar con una recirculación por todo el sistema con una masa fluida, puede ser la misma emulsión a reemplazar o con agua potable. LA recirculación puede ser aproximadamente durante 3 – 4 horas.

Si para la recirculación se usa la emulsión a reemplazar, ésta tiene que tratarse con una solución de limpieza (indicaciones del proveedor) o con una solución acuosa de *hidróxido de sodio, en una cantidad de $1.0 - 4.0 \text{ Kg/m}^3$ (del volumen total de la emulsión a reemplazar). La finalidad de éste pre-tratamiento es neutralizar dicha emulsión usada.

Luego, retirar toda la emulsión y el lodo de cobre sedimentado en el reservorio.

Realizar no menos de 2 enjuagues (4 horas de duración c/u), con una solución alcalina de soda cáustica en agua de concentración de 1 mg/L .

Realizar otro enjuague con detergente (2 – 3 horas de duración) de 0.5 mg/L , para limpiar restos de masa grasa en las superficies. Este enjuague es necesario

si las superficies no están totalmente limpias en caso contrario obviar éste paso.

El enjuague final se realiza con agua potable hasta observar en el reservorio el agua clara y limpia. Es recomendable que se obtenga un pH neutro (pH=7), y así evitar formación de excesiva espuma al recircular la emulsión fresca. Entonces, medir el pH del agua de enjuague final.

Nota: Llenar la Hoja de registro de preparación-planta, después de la limpieza (Anexo N° 10)

*Hidróxido de sodio (corrosivo): es un excelente limpiador y tiene un buen efecto dispersante. El óptimo efecto limpiador puede lograrse usando una combinación de hidróxido de sodio (soda cáustica) y soda. Cuando grandes cantidades de soda éste puede resultar en una considerable formación de espuma y los sellos de goma pueden ser atacados. No hay peligro de que esto suceda si la soda está en la concentración indicada. Si se maneja hidróxido de sodio es adecuado usar guantes protectores y gafas/mascarillas de seguridad.

A continuación, en la Tabla N ° 6.2, se detallan algunas soluciones frente a los posibles problemas que se pueden presentar en la emulsión.

Tabla N° 6.2

Algunas alteraciones de las características de la emulsión de trefilado

PROBLEMA	PROBABLE CAUSA	SOLUCIÓN
Ácidos Grasos Libres (Elevado %)	<ul style="list-style-type: none"> • Tiempo de uso de la emulsión. 	Adiciones de emulsiones frescas, determinando el volumen a adicionar con el fin mantener el porcentaje de grasa especificado.
Ácidos Grasos Libres (Bajo %)	<ul style="list-style-type: none"> • Alta cantidad de cobre e iones Ca y Mg. • Presencia elevada de bacterias 	<ul style="list-style-type: none"> • Revisar y verificar el funcionamiento del equipo ablandador de agua y el sistema de filtración. • Verificar el contenido de bacterias.
Alcalinidad (Elevado %)	<ul style="list-style-type: none"> • Alto contenido de iones Mg., Ca , en el agua. <p>Elevado contenido de cobre.</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Analizar el agua a usar en la preparación de la emulsión y en las posibles reposiciones. • Revisar el sistema de filtración.
Bacterias (Elevado Contenido)	<ul style="list-style-type: none"> • Calidad del agua. • Aceite flotando en la superficie de la emulsión. 	<ul style="list-style-type: none"> • Analizar el agua de mezcla inicial y el agua de las reposiciones en cuanto al contenido bacteriano. • Retirar el aceite que flota en la superficie (alimento para las bacterias) • Previo a realizar la mezcla de una emulsión inicial, se debe

	<ul style="list-style-type: none"> • Contaminación por residuos de emulsión antigua. 	<p>realizar la limpieza de todo el circuito de proceso, con el fin de eliminar residuos de emulsión antigua que contaminarían a la nueva emulsión.</p>
Conductividad (*) (Elevada)	<ul style="list-style-type: none"> • Alto contenido de iones de cobre. 	<ul style="list-style-type: none"> • Revisar el sistema de filtración.
Materia Grasa (Elevado %)	<ul style="list-style-type: none"> • Evaporación del agua 	<ul style="list-style-type: none"> • Reponer con agua blanda, en el reservorio y mezclar con la emulsión, haciendo circular la mezcla por el circuito, antes de ser usada. • Revisar el intercambiador de calor.
Materia Grasa (Bajo %)	<ul style="list-style-type: none"> • Elevado contenido de bacterias 	<ul style="list-style-type: none"> • Adicionar un biocidas y verificar el contenido de bacteria luego adicionar aceite emulsivo o emulsiones frescas hasta conseguir el %de grasa deseado.
pH, alto	<ul style="list-style-type: none"> • Elevado contenido de alcalinidad 	<ul style="list-style-type: none"> • Problema de alta alcalinidad.

<p style="text-align: center;">pH, bajo</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Elevado contenido de ácidos grasos libres. • Alto contenido de bacterias. • Decoloración del alambre terminado 	<ul style="list-style-type: none"> • Mantener la temperatura de la emulsión según lo indicado por el proveedor. Revisar el intercambiador de calor. • Adicionar aceite emulsivo o emulsiones frescas manteniendo el porcentaje de grasa especificado es preferible adiciones pequeñas y regulares. • Hacer una medición del contenido de bacterias, y si este supera los límites, observar la posibilidad de adicionar algún biocida.
--	--	--

(*)Es conveniente medir la conductividad de la emulsión en la mezcla inicial a fin de determinar si se ha producido un incremento considerable de ella. Esto se facilita observando el incremento del cobre presente en la emulsión.

Para llevar un mejor control de la emulsión:

Se deben llenar las siguientes hojas de registro

1. Observaciones-Planta-Trabajador. ANEXO N° 9
2. Seguimiento de Parámetros a Controlar-Laboratorio. ANEXON° 10.
3. Preparación de Emulsiones. ANEXO N° 11

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Sintetizando las conclusiones parciales que se han anotado como resultado de las actividades desarrolladas, las cuales se recomienda su lectura, se puede anotar las siguientes conclusiones generales:

1. En todo el tiempo de proceso se da un incremento de temperatura en la emulsión de salida de la máquina trefiladora con respecto al de entrada. Ello es un claro reflejo del incremento en la velocidad de trabajo que se realiza en la hilera así como la habilidad del aceite emulsivo y el material de la hilera para remover el calor generado.
2. Las temperaturas elevadas, se dan en las primeras hileras donde el material trabajado (alambre de cobre) tiene mayores diámetros. Ello se debe al mayor contacto que puede existir entre el metal y la hilera (lubricación boundary), dando como consecuencia un mayor desgaste de hileras por la fricción producida y una degradación de la emulsión por el calor generado.
3. Los factores que afectan al comportamiento de la emulsión de trefilado son: presencia del polvillo de cobre, bacterias, tiempo en reposo, dureza del agua, baño de las hileras y temperatura.
4. La degradación de la emulsión se refleja por la disminución del pH, incremento de la conductividad, alcalinidad y número de bacterias, que son el resultado de las diferentes reacciones químicas por la presencia de ácidos grasos libres (por hidrólisis, efecto de bacterias, etc.), polvillo de cobre (iones cobre), y agua dura (iones calcio y magnesio).
5. Las tendencias de las curvas obtenidas de pH y conductividad, se observan en los primeros días de vida de la emulsión pero cuando esta es continuamente contaminada por polvillo/viruta de cobre, adiciones con agua

dura y/o cuando existen bacterias, no se logra distinguir ninguna tendencia impidiéndose su control y su tiempo de vida disminuye.

6. El analizar el % de grasa nos esta indicando la cantidad de materia orgánica presente en la emulsión, pero no indica si esta se encuentra degradada.
7. Al consumirse las grasas (agregados en la preparación de la emulsión) por la formación de ácidos grasos libres, que sirven de anclaje sobre el alambre para la formación del film de lubricante, éste debe encontrarse en las cantidades necesarias para cumplir su papel de atracción por el metal y no ser consumido para la formación de jabones, perturbando de este modo el cumplimiento de la función de lubricación que debe proveer la emulsión.
8. La emulsión se desestabiliza por efecto del tiempo en reposo y a las temperaturas del proceso de trefilado. La desestabilización se observa por la aparición de la capa de aceite flotando sobre la superficie de la emulsión, la cual lleva un contenido de agente emulsivo (sulfonato) facilitándose la re-emulsificación en agitación.
9. Es conveniente tener una emulsión libre de polvillo de cobre porque permite una mayor presencia de ácidos grasos libres, los cuales sirven de ancla para la formación de la película de lubricación que envuelve al alambre .
10. El contenido de cobre soluble se incrementa rápidamente con el tiempo de trabajo constituyendo una fuente importante de contaminación de la emulsión.
11. El polvillo de cobre de fino tamaño afecta a la estabilidad de la emulsión, dificulta el trabajo de las operaciones de sedimentación y filtración, obstruye la entrada a las hileras aumentando la fricción y generándose mas polvillo de cobre, además facilita el paso de metal a catión de cobre dando lugar a las reacciones de formación de jabones, cloruros, óxidos, etc.

Se han propuesto las siguientes recomendaciones:

1. En el proceso de envejecimiento, los constituyentes ácidos se separan de la emulsión, disminuyendo lentamente el pH. Para retardar dicho envejecimiento se puede realizar una buena refrigeración o un buen control de la temperatura del baño.
2. Los parámetros de concentración (% de grasa), pH y conductividad no son los suficientes para reflejar el comportamiento de la emulsión. Es recomendable incluir en el control, el ensayo de ácidos grasos libres y el de alcalinidad como una medida del envejecimiento de la emulsión (desgaste de las grasas).
3. Para que se pueda realizar un buen control de la emulsión, las curvas de las tendencias de las características encontradas en laboratorio, deben apreciarse a nivel planta y, esto se lograría:
 - Realizando una limpieza completa del sistema antes del reemplazo de la emulsión, para evitar la contaminación.
Disminuyendo la generación de polvillo o virutas contando con hileras en buenas condiciones, una buena filtración y sedimentación.
Realizando las reposiciones con agua blanda (Máx. 5 D°A o 89 ppm).
4. Antes de realizar el cambio es necesario hacer una valoración de las características del agua como la dureza, cloruros, demanda bioquímica, alcalinidad; a fin de conocer la potenciabilidad del agua para formar jabones de agua dura, cloruros y si es fuente de microorganismos.
5. Se debe realizar una buena limpieza del sistema (filtro, reservorio, máquina trefiladora), antes de cada cambio de emulsión, a fin de disminuir la

contaminación inicial por el contenido de cobre y presencia de bacterias (la mayoría proviene del residuo de la emulsión antigua) evitándose el envejecimiento prematuro de la emulsión.

6. El paso del cobre metálico a catión es rápido, por tal es conveniente eliminar al polvillo de cobre antes que pase a catión y se den las reacciones adversas. Es conveniente evaluar las operaciones que tienen por objeto controlar el contenido de cobre en la emulsión.
7. Se debe realizar un estudio a fin de establecer cual debe ser el filtro a usar en el trefilado, ya que el actual presenta una baja eficiencia.
8. Evaluar la posibilidad de realizar la succión de la emulsión en el reservorio a mayor altura y así evitar una recirculación del polvillo/viruta de cobre por el circuito de trefilado.
9. Realizar una revisión periódica del estado de las hileras debido a que su superficies presentaban anillos, rajaduras, roturas del material policristalino, etc originadas por el desgaste. El alambre al pasar a través de estas hileras entra en contacto con ellas produciendo un mayor desprendimiento del polvillo de cobre.
10. Verificar el buen funcionamiento del sistema de ablandamiento, en algunas ocasiones se encontraron a la salida del ablandador, los resultados siguientes:

Fecha	03/04/03	14/04/03	26/05/03	05/06/03
Dureza (D°A)	10.4	11.2	16	15.4

BIBLIOGRAFÍA

1. Nonferrous Wire Handbook. The Wire Association International. Editor-in-Chief Horace Pops. Volume 3: Principles and Practice. Connecticut, USA 1995.
2. Sanromá, Nicolau. Ciencia de los Coloides - Física, Química y Técnica,, Editorial Gustavo Gili S.A., Capítulo II, Págs. 18-23.
3. Nonferrous Wire Handbook. The Wire Association International. Editor-in-Chief Horace Guilford Volume 2: Bare Wire Processing. Connecticut, USA 1981.
4. Vidal, Benito. Aceites de Corte y Aditivos Industriales. Editorial Gustavo Gili S.A., 1974.
5. Modern Petroleum Technology, The Institute of Petroleum, Editorial REVERTE S.A., Pág. 151-159, 550-551,565.
6. V. C. Mehlenbacher. Análisis de Grasas y Aceites, Enciclopedia Química Industrial, Tomo 6, , URMO S.A. de Ediciones, 1979, Págs. 61-75, 114-121.
7. F. C. Webb, Ph, D. Ingeniería Bioquímica. Editorial Acribia Zaragoza 1986. Págs: 22-73, 124-160.
8. Bailey, Alton E . Aceites y Grasas Industriales. Editorial REVERTE. Cap. I. 4-17, Cap. II. 33-37, 41-45, 260-270.

9. Dr. Ing. Fuchs, Otto. Enciclopedia de la Tecnología Química, Técnica de Procesos de la Industrias y Derivadas, Tomo V: La Química Física como Introducción a la Tecnología Química. URMO S.A, 1976. Págs. 238, 239.
10. R. Houwink, G. Salomón. Enciclopedia de la Química Industrial. Vol. I: Aherencia y Adhesivos, Ediciones URMO S.A
11. Becher, Paul Emulsions: Theory and Practice, Second Edition. Reinhold Publishing Corporation. New York, USA 1957. Págs: 209- 223, 292-301.
12. J.L.E. Groff. L' A.B.C. Du Graissage. Éditions Publications de l'Institut Français du Pétrole. Paris 1961. Págs: 99-103, 114-123, 403-413
13. Morrinson. Boyd. Química Orgánica. Fondo Educativo Interamericano S.A. New York, USA 1982. Pág: 777

Páginas web:

1. <http://members.tripod.com/fotografia/textos/emulsion.htm>
2. www.conama.cl/htm/informacion-portada/guias-tecnicas-rm.htm
3. www.metalunivers.com/tecnica/hemeroteca/articulos/1600.htm
4. www.portal-ambiental.com.ar
5. www.abacovital.com/fichastecnicas/tensoactivos/noionicos/esters.htm
6. www.colorsil.com.mx/tensoactivos

ANEXO N° 1

Especificaciones de los Equipos del Proceso de Trefilado

1. Máquina Trefiladora



2. Reservorio., llamado Cisterna de Lubricante.



3. Sistema de Filtración e Intercambiador de Calor.





INDECO S.A.

IDENTIFICACION Y CONTROL DE MAQUINAS TREFILADORA SYNCRO F-13

N°

IM. 110102

PLANTA : TREFILACION - CABLEADO

LINEA / MAQUINA : TREFILADORA GRUESA N° 1 CODIGO : 110102

MARCA / SERIE : WINGET - SYNCRO LTD MODELO : F - 13 AÑO FAB : 1967

DESCRIPCION : MAQUINA TREFILADORA DE ALAMBRES GRUESOS CON DOBLE CAPSTAN DE SALIDA CON RECOCEDOR, DOBLE SPOOLER, CON RECEPTOR DE COBRE EN COILER MARCA NIEHOFF

CARACTERÍSTICAS :

Material :	<u>COBRE</u>	Sistema de :	Tipo	Capacidad
Diámetro Ingreso max :	<u>8.00 mm</u>	Alimentación :	<u>Jumbo Carr</u>	<u>4500 - 500 kg</u>
Rango de Salida :		Recepción :	<u>Carrete</u>	<u>250 - 500 kg</u>
Alambres con Recoedor :	<u>4.11 - 1.29 mm</u>	Coiler :		<u>1700 kg</u>
Alambres sin Recoedor :	<u>5.18 - 1.29 mm</u>	% Reduc. Area :	<u>20.5 %</u>	<u>por Dado</u>
Velocidad :	<u>10.15, 14.00, 17.75, 11.40</u>	N° Dados Máx. :	<u>13</u>	
	<u>9.15, 6.60 m/s</u>	Req. Soluc. Lubricante :	<u>946.25 lt/min</u>	
Dimensión de montura de Dado máx :	<u>38.1mm diam x 25.4mm h</u>	Potencia Motor :	<u>200</u>	<u>HP</u>

TIPOS DE MEDICION Y ENSAYO INSTALADOS EN MAQUINA

N°	DESCRIPCION	CODIGO	FR E CALIBR	REGISTROS
1	Voltmetro del Recoedor		Segun programa	
2	Voltmetro de Precalentador # 1		"	RE.11.1.05 " Servicio Equipos de Medicion y ensayo "
3	Voltmetro de Precalentador # 2		"	

LISTA TAREAS PREVIAS AL ARRANQUE :

1. Verificar funcionamiento de bomba de aceite de la caja de engranajes
2. Verificar nivel del aceite de lubricante
3. Verificar funcionamiento de bomba de lubricante - refrigerante.
4. Colocar serie de dados adecuados según calibre requerido
5. Fijar el voltaje e instalar papeles emprens de temple blanco
6. Pasar el alambre por las poleas adecuadas según temple

ELEMENTOS DE MAQUINA, ACCESORIOS Y LUBRICANTES A CONTROLAR :

N°	DESCRIPCION	FREC. REVISION	REGISTROS
1	Lubricación y engrase general	De acuerdo a Programa	
2	Revisar sistema de recoedor	"	
3	Revisar poleas y papeles emprens de alambre	"	RE.09.1.01 " Mantenimiento de Mantenimiento "
4	Revisar estado de los dados	"	
5	Revisar niveles de aceite de engrase	"	
6	Medición del aceite de engrase	"	

CISTERNAS DE LUBRICANTE

DIMENSIONES DEL CISTERNA DE LUBRICANTE PLANTA TELEFONIA

Largo	=	3,000	m	
Ancho	=	1,520	m	
Altura	=	1,820	m	
Capacidad de Volumen	=	8,299	m ³	6,34

DIMENSIONES DEL TANQUE DE LUBRICANTE

Diametro	=	2,000	m
Altura	=	1,200	m
Capacidad de Volumen	=	3,770	m ³

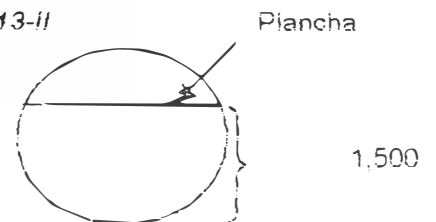
PLANTA DE TREFILACION

DIMENSIONES DEL CISTERNA DE LUBRICANTE TREFILADORA F-13-I

Diametro	=	2,500	m
Altura	=	3,000	m
Capacidad de Volumen	=	14,726	m ³

DIMENSIONES DEL CISTERNA DE LUBRICANTE TREFILADORA F-13-II

Diametro	=	2,500	m
Altura	=	3,000	m
Capacidad de Volumen	=	14,726	m ³
Pared de división	=	2,000	alto
		2,100	largo
Ventana Plancha	=	0,500	aito
		0,600	largo



DIMENSIONES DEL CISTERNA DE LUBRICANTE TREFILADORA BG-16 Y B-16

Largo	=	4,500	m
Ancho	=	1,660	m
Altura	=	1,645	m
Capacidad de Volumen	=	12,288	m ³

DIMENSIONES DEL CISTERNA DE LUBRICANTE TREFILADORA C-13

Diametro	=	2,800	m
Altura	=	2,800	m
Capacidad de Volumen	=	17,241	m ³

DIMENSIONES DEL CISTERNA DE LUBRICANTE TREF. ALUMINIO F-13

Diametro	=	2,800	m
Altura	=	2,800	m
Capacidad de Volumen	=	17,241	m ³

CISTERNA GENERAL DE REFRIGERANTE

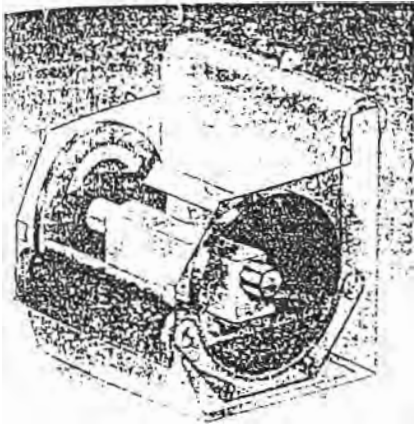
Largo	=	3,000	m
Ancho	=	1,500	m
Altura	=	2,500	m
Capacidad de Volumen Neto	=	11,250	m ³
*Altura	=	2,000	m
Capacidad de Volumen Util	=	9,000	m ³

CISTERNA GENERAL DE REFRIGERANTE

Largo	=	3,500	m
Ancho	=	1,400	m

VOLLAUTOMATISIERTE FILTRATION System RESY KBF über Filtervlies

Fully automatic filtration system for RESY KBF over filter paper



Das weltweit
flexibelste Filtrationssystem.

Durch die Möglichkeit, unterschiedliche Filtereinstellungen einzusetzen, kann der Effekt den Bedürfnissen angepaßt werden.

Die Filtration erfolgt in einer halbkreisförmigen Filtrationswanne mit einem hydrostatischen Druck von ca. 400 mm.

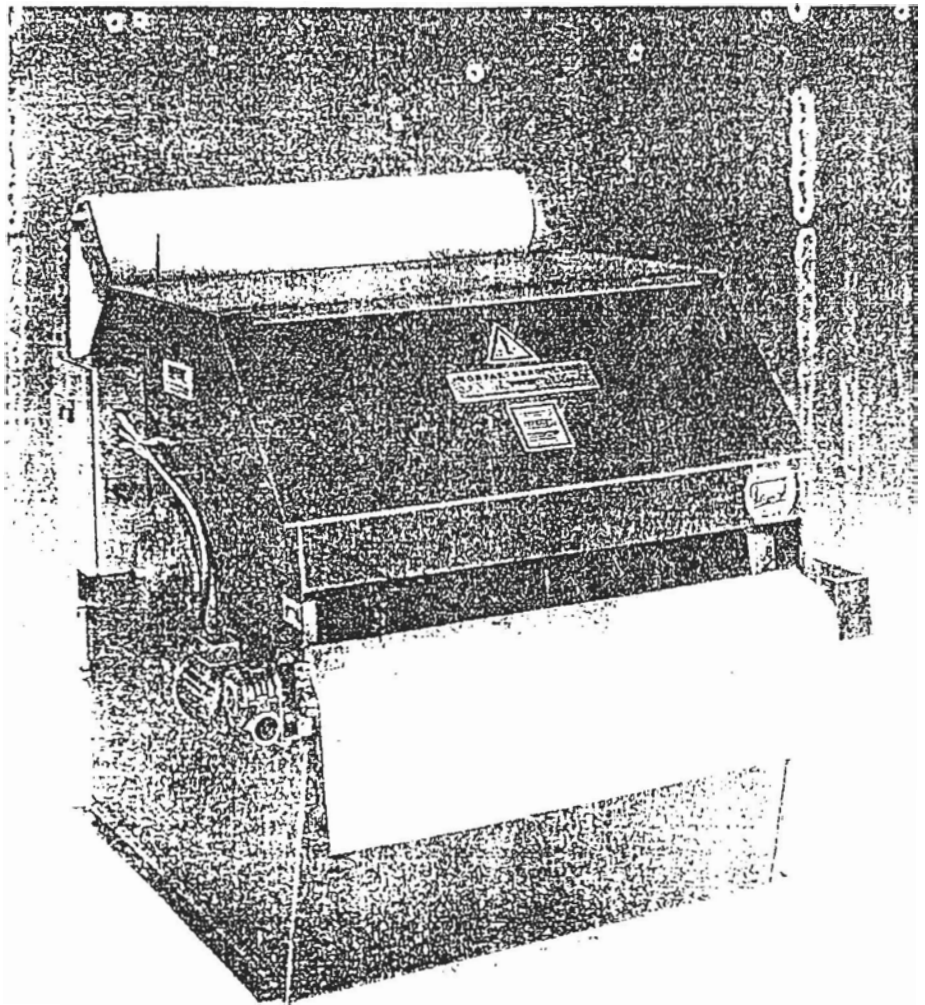
Zwei Filterräder bewirken die seitliche Abdeckung der Filtrationswanne. Zwischen den Räderpaar sind mehrere Schlammabnehmer angebracht, die sämtlichen Schlamm auswerfen.

Der Filtereinlauf ist zentrisch. Der Filtratauslauf erfolgt über die gesamte Stellfläche radial nach unten.

Das Filtermaterial und Filterkuchenabstreifer zur Reinigung des Filtermediums sind als Option lieferbar.

Die angegebene Filtrationsleistung ist als Mittelwert anzusehen. Die endgültige Auslegung des Filters erfolgt nach Kenntnis aller Gegebenheiten durch uns.

Benötigt sind:
Zufließmenge, Medium, Filterfeinheit, Zulaufkonzentration, Werkstoff und Form der abzuscheidenden Partikel.



World-wide the most flexible filtration system.

Because of the possibility of using different filter paper, the desired effects can be achieved.

The filtration procedure takes place in a semi-circular tray basin, with hydrostatic pressure of ca. 400 mm.

Two filter wheels from the lateral sides of the tray basin cover the filtration area.

Between the filter wheels several sludge scrapers are arranged, which remove all the sludge.

The filter inlet is centric. The filtrate outlet is radial downwards over the whole area.

The filter material and filter cake scraper are available as an option.

The filter is centric - the outlet occurs throughout the whole area in a vertical downward direction.

Dirty paper takes up a lot of space for the separation of the waste.

The given filter efficiencies are to be seen only as a guide. Actual requirements of filter specifications are calculated after taking into consideration all provided data.

Of importance are:
Throughput, medium, filter fineness, inflow concentration, intake concentration, type of waste particles.

Plate Heat Exchanger



Technical Specification

Customer : INDECO
 Model : M6-FG
 Project : Enfriamiento de EMULSIÓN
 Item : 01

Date : 2/24/2003

Fluid		Hot side Emulsion	Cold side Water
Density	kg/m ³	992.1	993.9
Specific heat capacity	kJ/(kg*K)	4.18	4.18
Thermal conductivity	W/(m*K)	0.628	0.619
Viscosity inlet	cP	0.654	0.836
Viscosity outlet	cP	0.752	0.721
Volume flow rate	m ³ /h	57.00	56.72
Inlet temperature	°C	40.0	28.0
Outlet temperature	°C	33.0	35.0
Pressure drop	kPa	98.1	98.5
Heat exchanged	kW	458.8	
L.M.T.D.	K	5.0	
O.H.T.C clean conditions	W/(m ² *K)	7523	
O.H.T.C service	W/(m ² *K)	7165	
Heat transfer area	m ²	12.8	
Fouling resistance * 10000	m ² *KW	0.066	
Duty margin	%	5.0	
Rel. directions of fluids		Countercurrent	
Number of plates		87	
Effective plates		85	
Number of passes		1	1
Extension capacity		20	
Plate material / thickness		AISI 316 / 0.40 mm	
Sealing material		NBRB CLIP-ON	NBRB CLIP-ON
Connection material		Carbon steel	Carbon steel
Connection diameter	mm	50	50
Nozzle orientation		S1 -> S2	S4 <- S3
Pressure vessel code		PED	
Flange rating		DIN	
Overall length x width x height	mm	795 x 320 x 920	
Liquid volume	dm ³	12.9	12.9
Net weight, empty / operating	kg	177 / 203	
Packed weight (BOX)	kg	197	
volume	m ³	0.4	
length x width x height	mm	960 x 420 x 880	

Performance is conditioned on the accuracy of customer's data and customer's ability to supply equipment and products in conformity therewith.

ANEXO N° 2

Hoja Técnica del HSDL-24 MW



INCORPORATED

4202-24 Main Street
Philadelphia, PA. 19127-1698 USA
Phone: 215.487.1100 Fax: 215.487.3090
Email: TechInfo@RichardsApex.com

MATERIAL SAFETY
DATA SHEET

IDENTITY (As Used on Label and List) HSDL-24MW CPD

(formerly) LUBRO HSDL #24-MW

HMIS:	HEALTH: <u>1</u>	FLAMMABILITY: <u>1</u>	REACTIVITY: <u>0</u>	PERSONAL PROTECTION: <u>B</u>
NFPA:	HEALTH: <u>1</u>	FIRE: <u>1</u>	REACTIVITY: <u>0</u>	SPECIFIC HAZARD:

Section I

Manufacturer's Name and Address (Number, Street, City, State, Zip)
RICHARDSAPEX, INCORPORATED
4202-24 MAIN STREET
PHILADELPHIA, PA. 19127-1698 USA

Emergency Telephone Number 1-800-633-8253

Telephone Number for Information 215-487-1100

Date Prepared: 1/17/2001

Section II - Hazardous Ingredients / Identity Information

Components (Specific Chemical Identity, Common Names)	OSHA PEL	ACGIH TLV	CAS NO	%
SOLVENT REFINED NAPHTHENIC DISTILLATE	NONE EST.	NONE EST.	64741-96-4	>25
Oil Soluble Sodium Sulfonate	NONE EST.	NONE EST.	Trade Secret	<10
ALKYLPHENOL ETHOXYLATE	NONE EST.	NONE EST.	9016-45-9	>5
2,4-PENTANEDIOL, 2-METHYL	C 25 ppm	C 25 ppm	107-41-5	<3
GLYCOL ETHERS	NONE EST.	NONE EST.	Not Established	<3

Regulatory Information

Components	CAS NO	SARA 313	PA	MA	NJ	NY	FL	IL	CT	RI	WFMIS	Other:
SOLVENT REFINED NAPHTHENIC DISTILL.	64741-96-4	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	SEE SECTION IX
Oil Soluble Sodium Sulfonate	Trade Secret	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	TS# 136411-5109P
2,4-PENTANEDIOL, 2-METHYL	107-41-5	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	C = Ceiling, See IX
GLYCOL ETHERS	Not Established	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

Section III - Physical / Chemical Characteristics

Boiling Point	NOT AVAILABLE	Specific Gravity (H ₂ O=1)	0.940
Vapor Pressure (mm Hg.)	NOT AVAILABLE	Melting Point	NOT APPLICABLE
Vapor Density (AIP=1)	NOT AVAILABLE	Evaporation Rate (Butyl Acetate=1)	NOT AVAILABLE
Solubility in Water	COMPLETE	pH	9.1
Appearance and Odor	CLEAR, AMBER LIQUID, MILD OIL ODOR		
	% Solution		5

Section IV - Fire and Explosion Hazard Data

Flash Point (Method Used)	>300 DEGREES F (C.O.C.)	>143.9°C	Flammable Limits:	LEL: NOT AVAILABLE
Extinguishing Media	CARBON DIOXIDE OR FOAM			UEL: NOT AVAILABLE

Special Fire Fighting Procedures

TREAT AS AN OIL FIRE. WEAR SELF-CONTAINED BREATHING APPARATUS TO PROTECT FROM DECOMPOSITION PRODUCTS.

Unusual Fire and Explosion Hazards

NONE KNOWN

ANEXO N° 3

Ensayo: Total de Materias Grasa por el Método de HCl/NaCl

1.- En una probeta graduada adicionar 100 ml de emulsión, medir la altura que alcanza o el volumen que ocupa V_1 o H_1 .

2.- Luego de la medición se adicionan 2.5 ml de ácido clorhídrico y finalmente 20 gramos de cloruro de sodio Na Cl.

Estas cantidades son directamente proporcionales entre si.

3.- Mezclar completamente la emulsión y llevar al horno a 90 °C por una hora.

4.- Una vez fría la emulsión, medir la altura (H_2) o el volumen (V_2) que ocupa la grasa.

5.- Hallar el % de grasa = $V_2 * 100 / V_1 = H_2 * 100 / H_1$

Ensayo: Total de Materias Grasa por el Método Babcock

1.- Pesar una alícuota de 20.0 gramos de la emulsión dentro de una botella para leche tipo Babcock de 8%. Si se espera que el total de materias grasas sea mayor al 8 %, tomar la mitad de la alícuota (en este caso el verdadero calor es el valor leído por 2). En el caso de usar botellas Babcock de 50%, la alícuota es de 10.0 gramos, de igual forma si se espera que sea más de 50%, se toma la mitad de la alícuota y el resultado sería el doble de la lectura. También si se desea facilitar la lectura se podría tomar el doble de la alícuota, es decir 20.0 gramos y el resultado sería la mitad de la lectura.

2.- Añadir 5 ml de ácido sulfúrico concentrada para una alícuota de 20.0 gramos. La cantidad de ácido a usar es directamente proporcional a la cantidad de la alícuota, pero puede usarse más o menos dependiendo de la facilidad con que la emulsión se separe. Luego agitar bien la solución, observar la separación. Se recomienda calentar en un baño maría por 20 minutos para lograr la separación de la emulsión.

3.- Preparar una solución al 40 % de sales Epson (sulfato de magnesio) en agua. Añadir a la botella hasta que la sección grande este casi llena. Agite para mezclar completamente , dejar hervir por 20 minutos luego se añade sales Epson hasta llenar cuello casi hasta el tope.

4.- Centrifugar por 3 a 5 minutos a una velocidad de 2000 rpm, hasta una clara separación . Por efecto del calor de la emulsión, podría ocurrir una variación en el volumen (disminuye) impidiendo que se realice la lectura, en este caso se añade más solución de sales Epson y centrifugar otra vez. La lectura de la columna se realiza desde la parte inferior de la columna hasta la zona superior.

Ensayo: Determinación de los Ácidos Grasos Libres

1.-Pesar 28.2 gramos (apuntar el peso real) de la emulsión en un vaso de precipitado de 250 ml.

2.-Añadir isopropanol (anhidro), un volumen de 50 ml .

3.-Usando un medidor de pH estándar con agitador magnético en la solución, titule con hidróxido de sodio al 0.1 N, hasta llevar al pH al valor de 11. Llevar a la emulsión a 10 y luego adicionar gota a gota hasta los 11.

4.-Apuntar los mililitros gastados. El porcentaje de ácidos grasos libres se halla de la forma siguiente:

$$\% \text{ de Ácido Oleico} = \text{ml. NaCl} * 282 * N / (\text{Peso de la muestra} * 10)$$

Ensayo: Determinación de la Alcalinidad

1.-Pesar 32.2 gramos (apuntar el peso real) de la emulsión en un vaso de precipitado de 250 ml.

2.-Añadir agua destilada, un volumen de 100 ml .

3.-Usando un medidor de pH estándar con agitador magnético en la solución, titule con ácido clorhídrico al 0.1 N, hasta llevar al pH al valor de 4. Llevar a la emulsión a 5 y luego adicionar gota a gota hasta los 11.

4.-Apuntar los mililitros gastados. El porcentaje de la alcalinidad se halla de la forma siguiente:

$$\% \text{ de Estearato de Potasio} = \text{ml HCl} * 322 * N / (\text{Peso de la muestra} * 10)$$

ANEXO N° 4
Seguimiento y Control

1. Emulsión Antigua

Fecha	Horas de Trefilado	%Aceite Total	PH valor	Conductividad (uS)	Viscosidad tiempo / °C	Densidad a 27°C (g/ml)	Acidos Grasos Libres (%)	Alcalinidad (%)	Observaciones
17-03-03	244.52	14.15	8.26	4540		0.9930			
18-03-03	254.52	14.24	8.56	3250		0.9930			
20-03-03	277.937	15.23	8.49			0.9935			
21-03-03	285.937	14.46	8.74	4970		0.9930			
24-03-03	298.603		8.53	4530		0.9930			
25-03-03	311.520	16.03	8.62	4990		0.9930			
26-03-03	321.770	15.72	8.64	4700		0.9930			
28-03-03	340.520	16.3	8.8	3650	15'33"60/31.03	0.9930			
31-03-03		16.66	8.8	4100		0.9930			
01-04-03	349.020	15.77	8.77	3820	13'39"02	0.9930			
02-04-03	365.687	16.19	8.77	5170	13'11"09	0.9930			
03-04-03	378.687	17.64	8.88	5400		0.9930			
04-04-03	394.603	18.55	8.59	5290	17'50"28	0.9930			Adición de emulsión nueva
05-04-03	401.187	21.76	8.49	4500					
07-04-03	420.770	18.84	8.33	3730	13'45"77	0.9915	0.35		
08-04-03	431.270	18.73	8.5	2600	15'12"66	0.9915	0.33		
09-04-03	446.770		8.26	3190		0.9915	0.325		
10-04-03	462.103		8.93	2290	11'25"52	0.9915	0.34		
11-04-03	479.937	19.23	9.06	3360	14'19"64	0.9910	0.385		
15-04-03	513.770		8.52	3770		0.9915			
22-04-03	572.187	15.46	8.3	5710	11'19"20/27.1	0.9915	0.325		
23-04-03	592.770		7.99	5270	11'43"37/25	0.9920	0.375		
24-04-03	608.603	18.35	7.78	5080	9'32"81/25	0.9925	0.3		
25-04-03	629.020	14.56	8.22	5110	9'43"16/25	0.9930			

26-04-03	647.000	15.82	8.02	4490		0.9925			
28-04-03	662.853	14.8	8.21	5260	9'40"88/24,9	0.9930			
30-04-03	689.437		8.26	5370	10'44"11/25				
02-05-03	699.103	13.96	8.31	5450	10'10"19/25	0.9925			
05-05-03	727.937	15.82	8.38	4830		0.9925			
06-05-03	743.437	15.19	8.31	5300	10'54"56/25,0	0.9920	0.294	1.485	sin filtro
07-07-03	760.687	17.09	8.23	4850		0.9925	0.279		sin filtro
08-05-03	772.687	15.14	8.29	5450		0.9920	0.29		sin filtro
09-05-03	781.687	16.35	8.19	5160		0.9925	0.32		sin filtro
12-05-03	805.687	15.923	8.36	5580	10'07"13/25	0.9920		1.43	sin filtro
13-05-03	828.603	16.92	8.56	4990	10'21"40	0.9925	0.265	1.5495	sin filtro
14-05-03	851.270	16.77	8.6	5460		0.9925	0.284		sin filtro
15-05-03	871.437	16.35	8.42	5050		0.9925	0.329	1.4795	sin filtro

2. Emulsión Nueva

Fecha	Horas de Trefilado	PH	Conductividad	%Aceite		Acidos Grasos Libres (%)	Alcalinidad %	Observaciones
		valor	uS	Total	Capa intermedia			
26-05-03	6.000	8.99	1734	10.75		0.240	0.775	
27/05/03	26.583	8.68	1895	10.127		0.228	0.824	Se observa polvillo de Cu
28/05/03	33.250	8.52	1990	10.127		0.273	0.796	en grandes cantidades,
29/05/03	50.583	8.58	1980	10.5		0.235	0.796	no es retenido por el filtro
30/05/03	58.750	8.63	2000	10		0.310	0.701	
05/06/03	87.167	8.13	2550	12		0.339	0.785	
06/06/03	102.167	7.84	2710	11.5	0.5	0.296	0.958	Formación de capa verde-blanquesino
09/06/03	123.833	8.26	2650	12	1.5	0.335	0.926	Verde lechoso
10/06/03	139.667	8.15	2710	12	2.05	0.297	0.999	el % no se ve bien
12/06/03	170.000	8.27	2850	12.5	2	0.336	1.050	
14/06/03		8.12	2900	12.75	3.5	0.338	1.050	
17/06/03		8.18	2940	13.25	6	0.495	1.120	
19/06/03		7.21	3090	13.5	5.5	0.497	0.910	

ANEXO N° 5

Determinación de cobre por Absorción Atómica.

Equipo Utilizado:

- Equipo de absorción Atómica Perkin Elmer, serie Analyst 100, consistente de una fuente de emisión de la línea espectral de cobre (lámpara de cátodo hueco de cobre), filtro monocromador, rendija, detector fotoeléctrico con fotomultiplicador.
- Quemador: Tipo de quemador premix, que introduce el rociado en una cámara de condensación para separar las gotas grandes; la cabeza del quemador puede ser adaptada con una sola ranura y ser usada directamente con la aspiración de una flama de aire-acetileno.
- Sistema de Registro de datos: El equipo de AAS Perkin Elmer serie Analyst 100 dispone de un sistema de recopilación de datos manual, mediante una pantalla digital.
- Válvulas y manómetros para regular la presión, incorporadas tanto al compresor de aire y al balón de acetileno.

Reactivos:

- Aire, obtenido mediante un compresor con filtro adecuado para remover aceite, agua y otras especies extrañas.
- Acetileno, de grado comercial estándar contenidas en un balón cuya presión al momento de uso debe ser mayor a 60 psi.
- Agua desionizada y destilada, esta agua debe estar libre en su totalidad de metales y sustancias orgánicas reductoras.
- Solución Patrón de cobre: Disolver 0.1000 g de cobre en 2 mL de ácido nítrico concentrado, una vez disuelto, adicionar 5 mL de ácido nítrico diluido y llevarlo a un volumen de 1 L con agua desionizada-destilada. 1.00 mL de esta solución contiene 100µg de Cu.

- Soluciones estándar de cobre: tomar por separado 0, 1 , 2 y 3 mL de la solución patrón y llevar el volumen a una fiola de 100 mL , enrasar con alcohol isopropílico.
- Muestras: Se pesaron 0.5 g de las muestras de emulsión en fiolas de 25 mL y fueron diluidas y enrasadas con alcohol isopropílico.

Procedimiento Experimental

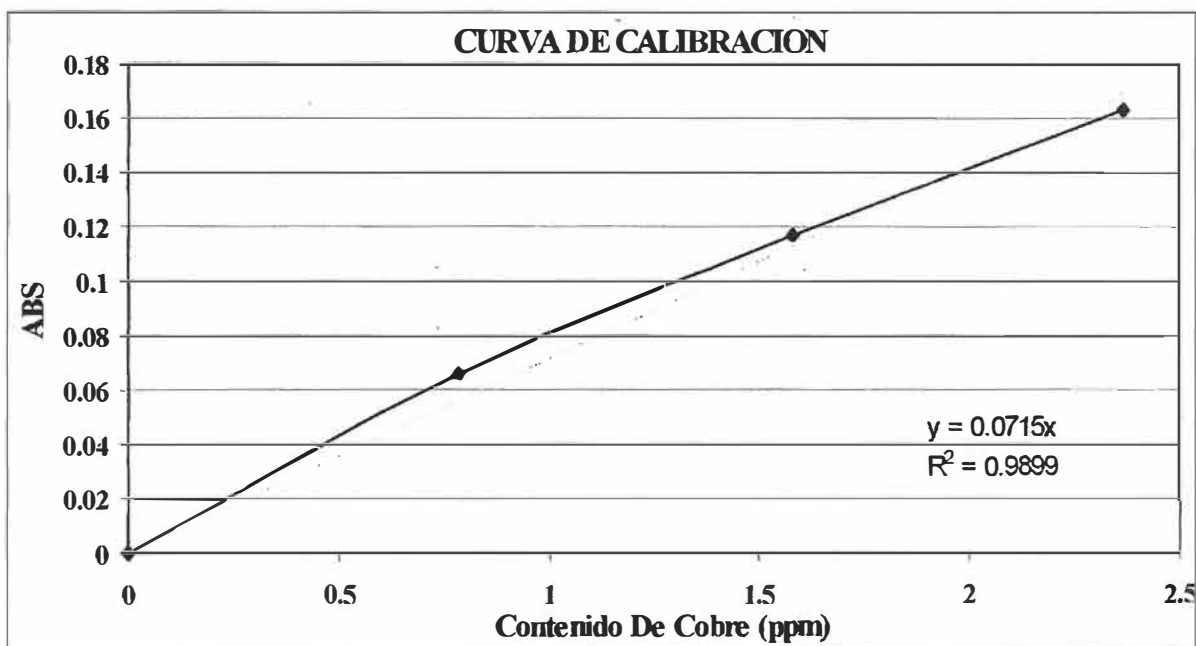
Calibración del Equipo de AAS.

Se enciende el equipo de AAS enseguida se enciende la compresora de aire, seguido de ubicar el valor de la corriente en aproximadamente 15 mA para calentar la lámpara. Para el calibrado del equipo se empieza alineando la lámpara para asegurar el paso completo del haz por la rendija. Se utiliza un ancho de rendija de 5 nm. Se abren las válvulas de aire y posteriormente la de acetileno para encender el quemador inmediatamente, se regula la proporción del gas combustible y oxidante para obtener una llama azul. Se aspira la solución patrón de 2 ppm y se alinea la posición del quemador a fin de obtener la máxima absorbancia.

Curva de calibrado.

Antes de realizar cada medida es necesario limpiar la vía de aspiración hacia el quemador con agua desionizada-destilada. Después se leen las soluciones estándares de 0, 1 , 2 y 3 ppm, y se elabora la curva de calibración. Los resultados fueron:

Estándares	ppm	ABS
1	0	0
2	0.78848	0.066
3	1.57696	0.117
4	2.36544	0.163



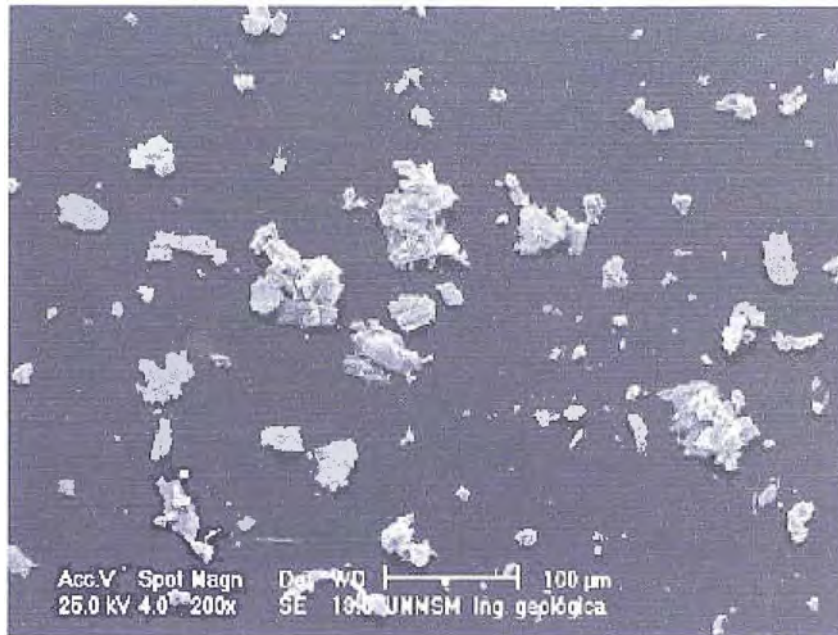
Para determinar el cobre en las muestras. Las muestras de las emulsiones, el valor de absorbancia obtenido se correlaciona con la curva de calibración a fin de determinar su concentración

Para ensayar la muestras de planta:

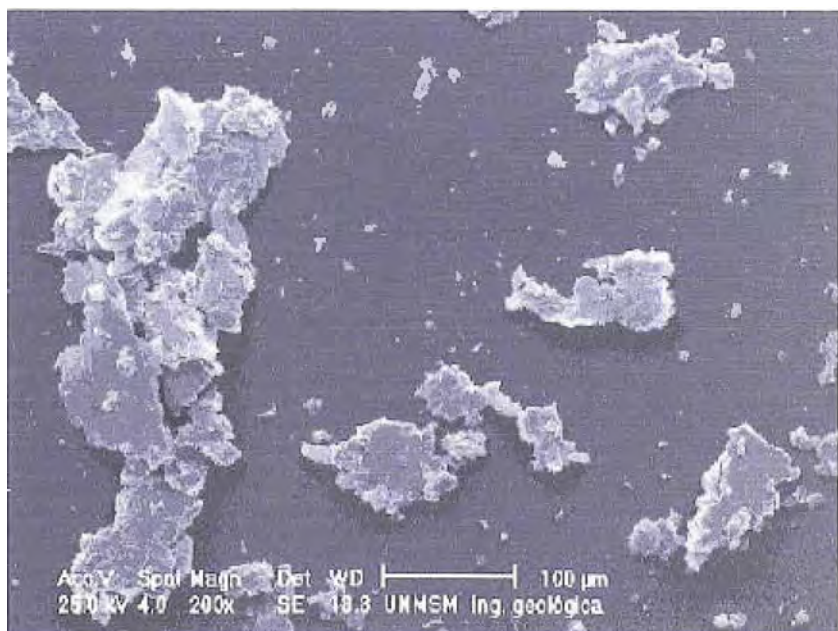
- Se tomó una cantidad entre 0.2 y 0.44 gramos de cada emulsión.
- Luego se agregó cada muestra tomada en fiolas de 50 ml y se enrasó con isopropanol, finalmente las soluciones se agitaron vigorosamente y se midieron en el equipo de absorción atómica.

ANEXO N° 6

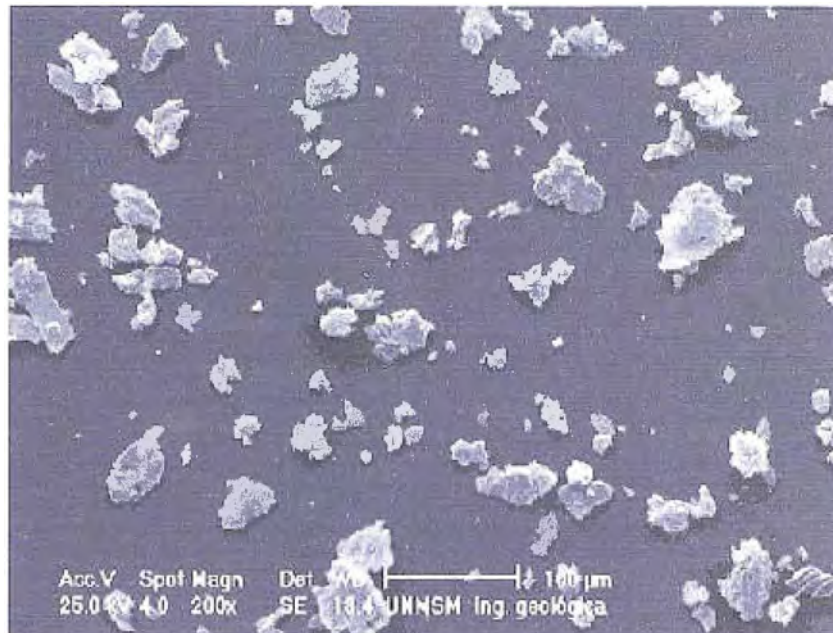
1. Cobre flotando en el tanque de filtración



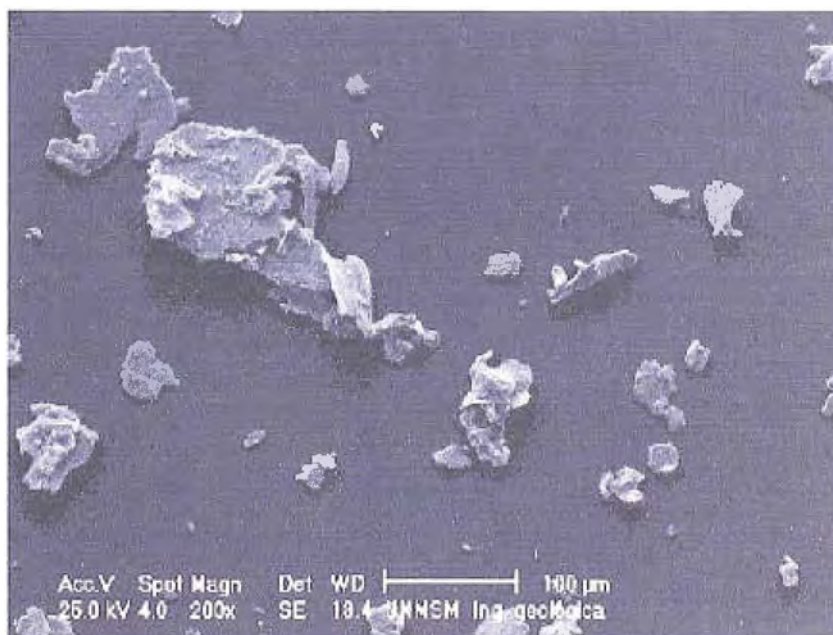
2. Cobre retenido por el filtro



3. Cobre flotando en el reservorio



4. Cobre encontrado en la máquina trefiladora



ANEXO N° 8

Ensayos por Espectrofotometría Infrarroja

Medición de las vibraciones en muestras líquidas de emulsión:

Hay que tener presente que para muestras líquidas debe usarse un soporte o celda de un material cuyas vibraciones características no interfieran en el rango de barrido espectral, las más óptimas para estas mediciones son las celdas de KBr (bromuro de potasio) y las celdas de KRS-5 (seleniuros).

Las muestras no pueden ser líquidas acuosas ya que la constante de solubilidad en agua de estos materiales es muy alta.

Materiales:

- Espectrofotómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier, Shimadzu, serie 8300
- Celdas rómbicas para líquidos tipo KRS-5
- Portacelda
- Separadores de plomo de 0.2 y 0.1 mm de espesor y con ranura para el paso de luz.
- Jeringa de inyección.

Reactivos:

- Acetona o alcohol etílico absoluto
- Éter etílico
- Tetracloruro de carbono.
- Muestras de emulsión.

Procedimiento

Preparar las celdas con separadores e inyectar las muestras más fluidas hacia la celda. En el caso de las muestras más viscosas hacer contacto de una pequeñísima cantidad de la muestra con la celda en la zona del paso de luz .

Colocar el portacelda en el equipo, Previamente habiendo registrado como blanco la celda de KRS-5 en aire.

Parámetros de medida

Rango de barrido: 400 a 4000 cm^{-1} (unidades de frecuencia)

Resolución: 4

Registro en Unidades de transmisión

Técnica utilizada transmisión

Detector: estándar

Luego de cada medida es necesario limpiar la celda de KRS-5 con acetona o etanol y dejar evaporar el solvente.

ANEXO N° 11
Hoja de Registro para la Preparación de Emulsiones

Planta:	Máquina Trefiladora:
Fecha:	Hora:

Limpieza del Sistema					
	Agua del último enjuague	Tanque de filtración Paredes y base	Boyas, en el Tanque de Filtración	Trefiladora Portahileras, paredes y base	Reservorio Paredes y base
Observaciones					

Mezcla Inicial					
Análisis del Agua	Dureza (D°A)	Cloruros (mg/L)	pH	Conductividad (uS)	Observaciones

Materia Grasa (%)	Volumen Total (m ³)	Lubricante		Agua			*Altura inicial en el reservorio (cm)	
		Cilindros	Total (m ³)	Pre-mezcla	Reservorio			Total (m ³)
				Volumen (m ³)	Altura (cm)	Volumen (m ³)		

Observaciones:

*Altura a controlar para las reposiciones, por pérdidas de agua y aceite emulsivo.
 La altura tiene que ser medida desde el nivel del líquido hasta la parte superior del reservorio.
 Toda la emulsión debe estar en el reservorio, vaciar la emulsión del tanque de filtración, trefiladoras, etc.