

“ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES”

BAJO LA OPCIÓN:
TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
MAESTRA EN INGENIERÍA MECÁNICA

PRESENTA:
NORMA ANGÉLICA SÁNCHEZ CALVA

ASESOR:
DRA. MARISA MORENO RÍOS

SINODALES:
DR. ARMANDO IRVIN MARTÍNEZ PÉREZ
DR. J. GABRIEL LUNA BÁRCENAS

Pachuca de Soto, Hgo. Octubre 2022
169 páginas





Pachuca, Hidalgo, 9/Septiembre/2022
OFICIO No. DEPI-0134-22

**C. ING. NORMA ANGÉLICA SÁNCHEZ CALVA
PRESENTE**

La que suscribe, jefa de la División de Estudios de Posgrado e Investigación, le comunica que los miembros de la Comisión Revisora, designada por el Consejo de Posgrado de la Maestría en Ingeniería Mecánica para examinar su Tesis:

**Estudio de las propiedades tribológicas de
nanopartículas de Al₂O₃ para su aplicación como
aditivos en lubricantes**

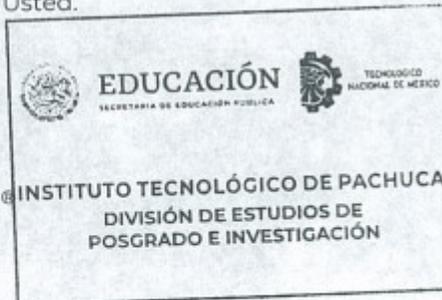
se han reunido, y después de intercambiar opiniones manifiestan su aprobación de la Tesis, en virtud que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes y, en consecuencia, se autoriza su impresión.

Sin otro particular por el momento, quedo de Usted.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®

"El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia"®



**M. A. C. ELODIA CLAUDIA GUERRERO ORTIZ
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**

C.p. Archivo
ECGO/LMPP



Instituto Tecnológico de Pachuca
ISO 9001:2015
Registro: RSCC-1002
Vigencia: 2022.07.28
Alcance: Proceso educativo, comprende desde la inscripción hasta la entrega del título profesional.

Carretera México – Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta C.P. 42083 Pachuca de Soto, Hidalgo.
Tels. 771 7113073, 771 7113596, 771 7113140, 771 7115119 y 771 7113399
e-mail: depi@pachuca.tecnm.mx | tecnm.mx | pachuca.tecnm.mx



2022 Flores
Año de Magón
PRELUDIO DE LA REVOLUCIÓN MEXICANA



Consejo de Posgrado de la Maestría en Ingeniería Mecánica ACTA

Siendo las 13:00 horas del 19 de febrero de 2022, el Consejo de Posgrado de la Maestría en Ingeniería Mecánica manifiesta la APROBACIÓN del tema de Tesis: *Estudio de las propiedades tribológicas de nanopartículas de Al2O3 para su aplicación como aditivos en lubricantes, con el siguiente contenido:*

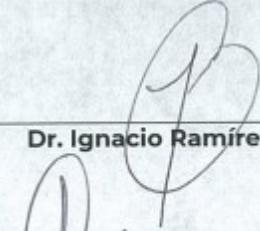
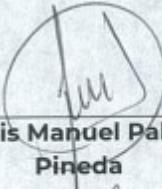
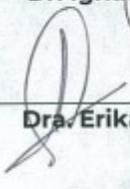
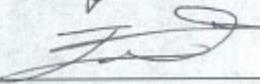
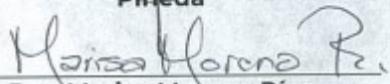
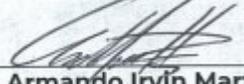
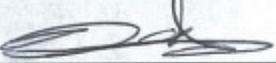
- Resumen/Abstract
- Nomenclatura
- Contenido
- Índice de cuadros, gráficas y figuras.
- 1- Antecedentes
- 2- Marco teórico
- 3- Metodología y materiales
- 4- Resultados
- Discusión y conclusiones
- Bibliografía
- Apéndices

Para cubrir el requisito correspondiente a la Tesis para que la Ing. Norma Angélica Sánchez Calva obtenga el grado de Maestría en Ingeniería Mecánica, bajo la dirección de la Dra. Marisa Moreno Ríos.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®

"El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia"®

 Dr. Ignacio Ramírez Vargas	 Dr. Juan Serrano Arellano	 Dr. Luis Manuel Palacios Pineda
 Dra. Erika Osiris Ávila Dávila	 Dr. Edgar Ernesto Vera Cárdenas	 Dra. Marisa Moreno Ríos
 Dr. Armando Irvín Martínez Pérez	 Dr. Francisco Noe Demesa	 Dr. Hugo Francisco Abundis Fong



Instituto Tecnológico de Pachuca
ISO 9001:2015
Registro: RSCC-1002
Vigencia: 2022-07-28
Alcance: Proceso educativo, comprende desde la inscripción hasta la entrega del título profesional.



ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE TABLAS.....	VI
ÍNDICE DE FIGURAS.....	VII
LISTA DE SÍMBOLOS Y NOMENCLATURAS.....	VII
LISTA DE ABREVIACIONES.....	XVII

INTRODUCCIÓN.....	- 1 -
-------------------	-------

CAPÍTULO I

ANTECEDENTES	- 7 -
1.1 Uso de nanopartículas como aditivos	- 7 -
1.2 Aceites bio-base.....	- 11 -
1.2.2 <i>Jatropha Curcas</i> L.	- 13 -
1.2.3 Aceite sésamo	- 14 -
1.3 Dispersión de nanopartículas	- 15 -

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO.....	- 17 -
2.1 Tribología	- 17 -
2.1.1 Fricción	- 18 -
2.1.2 Desgaste.....	- 20 -
2.2 Lubricación.....	- 22 -
2.2.1 La lubricación en la fricción y el desgaste.	- 22 -
2.2.2 Regímenes de lubricación.....	- 23 -
2.3 Lubricantes.....	- 25 -
2.3.1 Lubricantes líquidos.....	- 26 -
2.4 Biolubricantes.....	- 26 -
2.4.1 Ventajas de los biolubricantes	- 27 -
2.4.2 Lubricidad de aceites bio-base	- 27 -
2.4.3 Índice de viscosidad (IV) de aceites bio-base	- 28 -
2.5 Viscosidad	- 28 -
2.5.1 Viscosidad dinámica	- 28 -
2.5.2 Viscosidad cinemática.....	- 30 -
2.6 Aditivos.....	- 30 -
2.6.1 Clasificación de los aditivos	- 31 -
2.6.2 Compatibilidad y solubilidad de los aditivos	- 31 -
2.6.3 Aditivos Lubricantes	- 31 -
2.6.4 Aditivos de adsorción o de frontera.....	- 32 -
2.6.5 Aditivos antidesgaste.....	- 32 -
2.6.6 Aditivos de Extrema Presión (EP)	- 32 -
2.7 Normativa	- 33 -
2.7.1 Norma ASTM-G99	- 33 -
2.7.2 Normas ASTM D4172.....	- 34 -
2.8 Nanotecnología	- 34 -

2.9 Nanopartículas	- 35 -
2.9.1 Clasificación de nanopartículas	- 36 -
2.9.2 Uso de Nanopartículas como aditivos AW y EP	- 36 -
2.10 Consideraciones en la preparación del nano lubricante	- 36 -
2.10.1 Estabilidad de dispersión	- 37 -
2.10.2 Métodos de análisis de la estabilidad de dispersión	- 37 -
2.10.2.1 Método de sedimentación	- 37 -
2.10.2.2 Espectrofotometría	- 37 -
2.10.2.3 Análisis de Zeta Potencial	- 38 -
2.10.2.4 Micrografía metalográfica.....	- 38 -
2.10.3 Concentración de nanopartículas	- 38 -
2.10.4 Tamaño de la nanopartícula	- 38 -
2.10.5 Forma y estructura de las nanopartículas.....	- 39 -
2.10.6 Mecanismos de lubricación de nanopartículas.....	- 39 -
2.11 Propiedades del Al ₂ O ₃	- 39 -
2.12 Técnicas de caracterización	- 40 -
2.13 Propiedades de los aceites de los aceites de <i>Jatropha Curcas</i> y aceite de sésamo	- 42 -
2.14 Composición de general de los aceites bio-base y contenido de ácidos grasos de los aceites <i>Jatropha curcas</i> L. y sésamo	- 42 -

CAPÍTULO 3

MATERIALES Y METODOLOGÍA.....	- 44 -
3.1 Caracterización de las nanopartículas de óxido de aluminio γ - Al ₂ O ₃	- 45 -
3.2 Aceites sésamo y <i>Jatropha curcas</i> L.....	- 46 -
3.3 Concentración de nanopartículas.....	- 47 -
3.4 Desarrollo de los nano lubricantes bio-base.....	- 48 -
3.5 Dispersión de nanopartículas	- 49 -
3.6. Evaluación de estabilidad de la dispersión (homogeneización).....	- 49 -
3.7 Matriz de experimentos.....	- 50 -
3.8. Pruebas tribológicas	- 51 -
3.8.1 Prueba de desgaste en un equipo perno sobre disco.....	- 51 -
3.8.1.1 Características de la máquina perno sobre disco.....	- 51 -
3.8.1.2 Preparación de las probetas	- 53 -
3.8.1.3 Parámetros de la prueba	- 55 -
3.8.2 Prueba en la máquina de cuatro bolas.....	- 56 -
3.8.2.1 Características de la máquina de cuatro bolas	- 57 -
3.8.2.2 Preparación de las probetas	- 58 -
3.8.2.3 Parámetros de la prueba	- 58 -
3.9 Caracterización del desgaste y coeficiente de fricción	- 59 -
3.9.1 Microscopía óptica y perfilometría de la huella de desgaste	- 59 -
3.10 Análisis por Diseños Factoriales	- 60 -
3.11 Espectrometría FTIR	- 61 -
3.12 Medición de viscosidad	- 62 -

CAPÍTULO 4

RESULTADOS.....	- 65 -
4.1 Dispersión de las nanopartículas.....	- 65 -
4.1.1 <i>Jatropha curcas</i> adicionado.....	- 65 -
4.1.2 Sésamo adicionado	- 66 -
4.2 Comportamiento tribológico del aceite <i>Jatropha curcas</i> L. bajo la norma ASTM G99	- 66 -
4.2.1 Coeficiente de fricción	- 66 -
4.2.2 Desgaste.....	- 68 -

4.2.3	Análisis de la superficie de desgaste	- 68 -
4.3	Comportamiento tribológico del aceite de sésamo bajo la norma ASTM G99	- 73 -
4.3.1	Coeficiente de fricción	- 73 -
4.3.2	Desgaste.....	- 74 -
4.3.3	Análisis superficie de desgaste sésamo	- 75 -
4.4	Comportamiento tribológico del aceite de Jatropha adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ , bajo la norma ASTM G99 ..	- 80 -
4.4.1	Jatropha en Al-6061.....	- 80 -
	Coeficiente de fricción	- 80 -
	Desgaste.....	- 82 -
	Análisis de la superficie de desgaste	- 82 -
4.4.2	Jatropha en acero 1018.....	- 88 -
	Coeficiente de fricción	- 88 -
	Desgaste.....	- 88 -
	Análisis de la huella de desgaste	- 89 -
4.5	Comportamiento tribológico del aceite de sésamo adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ , bajo la norma ASTM G99 ...	- 93 -
4.5.1	Sésamo, en Al-6061	- 93 -
	Coeficiente de fricción	- 93 -
	Desgaste.....	- 94 -
	Análisis de la superficie de desgaste	- 94 -
4.5.2	Sésamo, en acero 1018,	- 100 -
	Coeficiente de fricción	- 100 -
	Desgaste.....	- 100 -
	Análisis de la superficie de desgaste	- 101 -
4.6	Resumen de resultados de las pruebas en el equipo perno sobre disco	- 105 -
4.7	Capacidad antidesgaste de lubricantes bajo la norma ASTM D4172	- 108 -
4.7.1	Tamaño de huella de desgaste.....	- 108 -
4.7.2	Microscopía óptica de huellas de desgaste.....	- 110 -
4.7.3	Perfil de huellas de desgaste en las esferas	- 113 -
4.7.4	Coeficiente de fricción	- 126 -
4.8	Diseños factoriales	- 128 -
4.9	Espectroscopia FT-IR	- 132 -
4.10	Viscosidad	- 136 -

CAPÍTULO 5

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES.....	- 138 -	
5.1	Dispersión	- 138 -
5.2	Desgaste y coeficiente de fricción en perno sobre disco	- 139 -
5.3	Desgaste y coeficiente de fricción en máquina de cuatro bolas	- 145 -
CONCLUSIONES.....	- 148 -	

BIBLIOGRAFÍA.....	- 149 -
--------------------------	----------------

ANEXOS.....	- 153 -
--------------------	----------------

Productos generados de la investigación	- 153 -
Reconocimientos.....	- 167 -

ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1 - Operación del grosor de película, COF, desgaste y modos de lubricación [24].....</i>	<i>- 25 -</i>
<i>Tabla 2 - Propiedades del aceite Jatropha curcas [41] y Propiedades del aceite de sésamo [18, 19, 17, 42, 43]..</i>	<i>- 42 -</i>
<i>Tabla 3 - Composición general de aceites vegetales [3].....</i>	<i>- 43 -</i>
<i>Tabla 4 - Composición de ácidos grasos del aceite Jatropha curcas [44]</i>	<i>- 43 -</i>
<i>Tabla 5 - Composición de ácidos grasos del aceite sésamo [45]</i>	<i>- 43 -</i>
<i>Tabla 6 - Matriz de experimentos.....</i>	<i>- 51 -</i>
<i>Tabla 7 - Especificaciones máquina perno sobre disco.....</i>	<i>- 52 -</i>
<i>Tabla 8 - Propiedades de dureza y rugosidad de probetas.....</i>	<i>- 54 -</i>
<i>Tabla 9 - Parámetros de prueba tribológica.....</i>	<i>- 56 -</i>
<i>Tabla 10 - Parámetros de prueba</i>	<i>- 58 -</i>
<i>Tabla 11 - Parámetros de prueba, modificación a la norma</i>	<i>- 59 -</i>
<i>Tabla 12 – Masa y volumen perdido</i>	<i>- 105 -</i>
<i>Tabla 13 - COF en probetas de aluminio 6061.....</i>	<i>- 106 -</i>
<i>Tabla 14 - COF en probetas de acero 1018.....</i>	<i>- 106 -</i>
<i>Tabla 15 - Tamaño de la huella de desgaste, probetas de aluminio</i>	<i>- 107 -</i>
<i>Tabla 16 - Tamaño de la huella de desgaste, probetas de acero</i>	<i>- 107 -</i>
<i>Tabla 17 - Viscosidad.....</i>	<i>- 136 -</i>

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1 Formación de capa protectora sobre superficie metálica de un aceite bio-base [4]	- 3 -
Fig. 2 Mecanismos de lubricación de nanopartículas [5]	- 7 -
Fig. 3 COF en función de la carga para diferentes concentraciones, en lubricación inundada [10]	- 11 -
Fig. 4 Imágenes de las superficies de muestra del material tomadas con un microscopio óptico: (a) muestra nueva; (b) muestra después de la prueba de ATF-DEX RON III puro; y (c) muestra después de la prueba de aceite puro de <i>Jatropha</i>	- 14 -
Fig. 5 Imágenes SEM de nanopartículas Al_2O_3 . (a) NPs Nativas de Al_2O_3 (b) NPs de Al_2O_3 modificadas.	- 16 -
Fig. 6 Diagrama que muestra los factores que afectan la lubricación entre sólidos [2].	- 18 -
Fig. 7 Huellas de desgaste, al usar aceites adicionados con NPs a) Aceite adicionado con NPs de Al_2O_3/TiO_2 [7], b) Aceite adicionado con Al_2O_3/Si [8]	- 22 -
Fig. 8 Demarcación de los regímenes de lubricación, a) espesor de película vs número Hersey, b) COF vs número Hersey (curva de Stribeck) [1]	- 23 -
Fig. 9 Estructura de un tribosistema. [1]	- 24 -
Fig. 10 Esquema de dos planos paralelos en movimiento relativo con una velocidad u , separados por una película de fluido de espesor h con un gradiente de velocidad lineal [1]	- 29 -
Fig. 11 Principales configuraciones geométricas usadas en tribómetros. a) cuatro bolas, b) esfera sobre placa, c) perno sobre disco, d) anillo-cilindro y e) perno sobre placa [5]	- 33 -
Fig. 12 Principales mecanismos de fricción de Nps [5]	- 35 -
Fig. 13 Esquema general de la metodología usada en la investigación	- 45 -
Fig. 14 Micrografía vía SEM, aglomerados[42].	- 46 -
Fig. 15 Micrografía vía SEM de nanopartículas de Al_2O_3 forma esférica [42]	- 46 -
Fig. 16 Picnómetro. Cálculo de la densidad de los aceites	- 48 -
Fig. 17 Procedimiento de preparación de nano lubricantes bio-base	- 48 -
Fig. 18 Dispersión de nanopartículas en tina ultrasónica del aceite de sésamo con una concentración de 0.25%	- 49 -
Fig. 19 Método de sedimentación, nanopartículas dispersas en aceite <i>Jatropha curcas</i> L.	- 50 -
Fig. 20 Método de sedimentación, nanopartículas dispersas en aceite de sésamo	- 50 -
Fig. 21 Máquina perno sobre disco, utilizada para pruebas de desgaste y fricción.	- 52 -
Fig. 22 Esquema del tribómetro perno sobre disco [43] brazo de palanca (1), perno (2), disco (3), carga (4) motor de velocidad variable (5) y celda de carga (6)	- 53 -
Fig. 23 Dimensiones de la probeta disco [38]	- 54 -
Fig. 24 Dimensiones de la probeta Perno [38]	- 54 -
Fig. 25 Procedimiento- Limpieza de probetas antes de las pruebas tribológicas	- 55 -
Fig. 26 Máquina de cuatro bolas del grupo de Tribología de la SEPI ESIME Zacatenco.	- 57 -
Fig. 27 Arreglo tetraédrico de los ensayos de cuatro bolas [48]	- 57 -
Fig. 28 Instrumentación especial de la máquina de cuatro bolas [48]	- 58 -
Fig. 29 Rugosímetro Mitutoyo SJ410	- 60 -
Fig. 30 Referencia equipo de FTIR Cary 630 [52]	- 62 -
Fig. 31 Esquema de un viscosímetro de Ostwald	- 63 -
Fig. 32 Registro de tiempo que tarda el flujo en pasar de la línea A a B del viscosímetro, a una temperatura controlada	- 64 -
Fig. 33 Análisis de dispersión, curvas de absorbancia del aceite JC adicionado [46]	- 65 -
Fig. 34 COF del aceite JC en probetas de Al- 6061 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.	- 67 -
Fig. 35 COF del aceite JC en probetas acero 1018 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.	- 67 -
Fig. 36 Volumen de desgaste en Al-6061 y acero 1018 a diferentes cargas, usando aceite JC.	- 68 -
Fig. 37 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 15.6 N, Probetas de aluminio 6061	- 69 -
Fig. 38 Perfil huella de desgaste JC, carga 15.6 N, probetas de aluminio	- 69 -
Fig. 39 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 24.5 N, Probetas de aluminio 6061	- 70 -
Fig. 40 Perfil huella de desgaste JC, carga 24.5 N, probetas de aluminio	- 70 -
Fig. 41 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018	- 71 -
Fig. 42 Perfil huella de desgaste JC, carga 15.6 N, probetas de acero 1018	- 71 -
Fig. 43 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 72 -

Fig. 44 Perfil huella de desgaste JC, carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 72 -
Fig. 45 COF del aceite sésamo en probetas Al-6061 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.	- 73 -
Fig. 46 COF del aceite sésamo en probetas acero 1018 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.	- 74 -
Fig. 47 Volumen de desgaste con aceite de sésamo	- 74 -
Fig. 48 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 75 -
Fig. 49 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 15.6 N, probetas de AL-6061	- 76 -
Fig. 50 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061	- 77 -
Fig. 51 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 24.5 N, probetas de AL-6061	- 77 -
Fig. 52 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018	- 78 -
Fig. 53 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 15.6 N, probetas de acero 1018	- 78 -
Fig. 54 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 79 -
Fig. 55 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 79 -
Fig. 56 COF del aceite JC adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ , en Al-6061	- 81 -
Fig. 57 Volumen de desgaste en Al-6061 con JC adicionado en Al-6061	- 81 -
Fig. 58 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 83 -
Fig. 59 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 83 -
Fig. 60 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 83 -
Fig. 61 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5N, Probetas de Al-6061	- 84 -
Fig. 62 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5N, Probetas de Al-6061	- 84 -
Fig. 63 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5N, Probetas de Al-6061	- 84 -
Fig. 64 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de Al-6061	- 85 -
Fig. 65 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de Al-6061	- 86 -
Fig. 66 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de Al-6061	- 86 -
Fig. 67 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.25 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de Al-6061	- 87 -
Fig. 68 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.5 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de Al-6061	- 87 -
Fig. 69 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de Al-6061	- 87 -
Fig. 70 COF del aceite JC adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ con una concentración de 1% y sometido a una carga de 24.5 N, en acero 1018	- 88 -
Fig. 71 Volumen de desgaste con carga, JC adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ , pruebas en acero	- 89 -
Fig. 72 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018	- 90 -
Fig. 73 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 90 -
Fig. 74 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 90 -
Fig. 75 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 91 -
Fig. 76 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de acero 1018	- 91 -
Fig. 77 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 92 -
Fig. 78 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 92 -

Fig. 79 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 92 -
Fig. 80 COF del aceite de sésamo, adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ en sus diferentes concentraciones, sometido a una carga de 15.6 N, en Al-6061	- 93 -
Fig. 81 Volumen de desgaste, sésamo adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ .	- 94 -
Fig. 82 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 95 -
Fig. 83 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 95 -
Fig. 84 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 1 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061	- 95 -
Fig. 85 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061	- 96 -
Fig. 86 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061	- 96 -
Fig. 87 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 1 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061	- 97 -
Fig. 88 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de Al-6061	- 97 -
Fig. 89 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de Al-6061	- 98 -
Fig. 90 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 1.0 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de Al-6061	- 98 -
Fig. 91 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5N, probetas de Al-6061	- 99 -
Fig. 92 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5N, probetas de Al-6061	- 99 -
Fig. 93 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 1% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5N, probetas de Al-6061	- 99 -
Fig. 94 COF del aceite de sésamo, adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ en sus diferentes concentraciones, en acero 1018	- 100 -
Fig. 95 Volumen de desgaste con carga de 24.5 N, sésamo adicionado con nanopartículas de Al ₂ O ₃ .	- 101 -
Fig. 96 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018	- 102 -
Fig. 97 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 102 -
Fig. 98 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 102 -
Fig. 99 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 1.0 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018	- 103 -
Fig. 100 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 15.6 N, probetas de acero 1018	- 103 -
Fig. 101 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 104 -
Fig. 102 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 104 -
Fig. 103 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 1.0 % de nanopartículas de Al ₂ O ₃ , carga 24.5 N, probetas de acero 1018	- 104 -
Fig. 104 Tamaño de huella de desgaste con los aceites, bajo la norma ASTM D-4172 y modificado a temperatura ambiente.	- 109 -
Fig. 105 Huellas de desgaste de la prueba de JC bajo la norma ASTM- D4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 110 -
Fig. 106 Huellas de desgaste de la prueba de JC a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 110 -
Fig. 107 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 0.25% de nanopartículas de Al ₂ O ₃ bajo la norma ASTM- D4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 110 -

Fig. 108 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 111 -
Fig. 109 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM- D4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 111 -
Fig. 110 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 111 -
Fig. 111 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo bajo la norma ASTM D-4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 111 -
Fig. 112 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 112 -
Fig. 113 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+ 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM D-4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 112 -
Fig. 114 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+ 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 112 -
Fig. 115 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+1 % de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM D-4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 112 -
Fig. 116 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+ 1% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3	- 113 -
Fig. 117 Perfilometría <i>Jatropha</i> , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 114 -
Fig. 118 Perfilometría <i>Jatropha</i> + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 115 -
Fig. 119 Perfilometría <i>Jatropha</i> + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 116 -
Fig. 120 Perfilometría <i>Jatropha</i> a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 117 -
Fig. 121 Perfilometría <i>Jatropha</i> + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 3	- 118 -
Fig. 122 Perfilometría <i>Jatropha</i> + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 3	- 119 -
Fig. 123 Perfilometría sésamo, bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 120 -
Fig. 124 Perfilometría sésamo + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 121 -
Fig. 125 Perfilometría sésamo + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 122 -
Fig. 126 Perfilometría sésamo a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 123 -
Fig. 127 Perfilometría sésamo + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 124 -
Fig. 128 Perfilometría sésamo + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3	- 125 -
Fig. 129 En el eje horizontal -Coeficiente de fricción Coeficientes de fricción de las pruebas de la máquina de cuatro bolas para el aceite JC y JC adicionado	- 126 -
Fig. 130 En el eje horizontal Coeficiente de fricción - Coeficientes de fricción de las pruebas de cuatro bolas del aceite de sésamo	- 127 -
Fig. 131 Incremento de la temperatura de los aceites en la evaluación tribológica en la máquina de cuatro bolas realizada a temperatura ambiente	- 128 -
Fig. 132 Factores, niveles y variable de respuesta para el diseño factorial	- 129 -
Fig. 133 Tabla de ANOVA, resumen del modelo obtenidos del software Minitab®	- 129 -
Fig. 134 Gráfica de efectos principales, obtenido de Minitab®	- 130 -
Fig. 135 Gráfica de interacciones obtenidas por el software Minitab®	- 132 -
Fig. 136 Espectro FTIR de las nanopartículas de Al_2O_3	- 133 -
Fig. 137 FT-IR del aceite de JC, se señalan con flechas sus grupos funcionales principales	- 134 -
Fig. 138 FT-IR del aceite de sésamo, se señalan con flechas sus grupos funcionales principales	- 134 -
Fig. 139 Espectros FTIR de las muestras de JC, antes de la prueba y después de la prueba	- 135 -
Fig. 140 Espectros FTIR de las muestras de sésamo, antes de la prueba y después de la prueba	- 136 -
Fig. 141 Viscosidad en función de la temperatura de los aceites de JC y sésamo	- 137 -
Fig. 142 Aglomerados de nanopartículas presentes en una gota de aceite JC con concentración de 1%	- 139 -
Fig. 143 Huella de desgaste. A) Aluminio 6061, b). Acero 1018	- 140 -

Lista de símbolos y nomenclaturas

<i>A</i>	<i>Área</i>
<i>Ag</i>	<i>Plata</i>
<i>Al</i>	<i>Aluminio</i>
Al_2O_3	<i>Óxido de aluminio</i>
Al_2O_3/SiO_2	<i>Compuesto óxido de aluminio/óxido de silicio</i>
Al_2O_3/TiO_2	<i>Compuesto óxido de aluminio/óxido de titanio</i>
<i>ATF</i>	<i>Aceite para transmisión automática (por sus siglas en inglés, Automatic Transmission Fuel)</i>
<i>AW</i>	<i>Antidesgaste (por sus siglas en inglés, Antiwear)</i>
<i>C</i>	<i>Carbono</i>
<i>Ce</i>	<i>Cesio</i>
<i>cm</i>	<i>Centímetro</i>
<i>COF</i>	<i>Coefficiente de fricción</i>
<i>cP</i>	<i>centiPoise</i>
<i>cS</i>	<i>centiStoke</i>
<i>cSt</i>	<i>centiStokes</i>
<i>CTAB</i>	<i>Bromuro de hexadeciltrimetilamonio</i>
<i>Cu</i>	<i>Cobre</i>
Cu/SiO_2	<i>Compuesto cobre/óxido de silicio</i>
CuO	<i>Óxido de cobre</i>
CuS	<i>Sulfuro de cobre</i>
<i>EP</i>	<i>Presiones extremas (por sus siglas en inglés, Extreme pressures)</i>
<i>F</i>	<i>Fuerza</i>
<i>FM</i>	<i>Modificador de fricción (por sus siglas en inglés, Friction Modifier)</i>
<i>FTIR</i>	<i>Infrarrojo por transformada de Fourier (Por sus siglas en inglés Fourier-transform infrared spectroscopy)</i>
<i>g</i>	<i>Gravedad</i>
<i>grs</i>	<i>Gramos</i>
<i>h</i>	<i>Altura, espesor de película</i>

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

<i>hrs</i>	<i>Hora</i>
<i>H</i>	<i>Hidrógeno</i>
<i>HRC</i>	<i>Dureza RockWell C</i>
<i>HV</i>	<i>Dureza Vickers</i>
<i>Hz</i>	<i>Hertz</i>
<i>IR</i>	<i>Infrarrojo</i>
<i>IV</i>	<i>Índice de viscosidad</i>
<i>JC</i>	<i>Jatropha Curcas L.</i>
<i>Kg</i>	<i>Kilogramo</i>
<i>Kgf</i>	<i>Kilogramo fuerza</i>
<i>KOH</i>	<i>Hidróxido de potasio</i>
<i>KH-560</i>	<i>Agente silano</i>
<i>L</i>	<i>Longitud del capilar (m)</i>
<i>LDHs</i>	<i>Hidróxido de doble capa (por sus siglas en inglés, Layered double hydroxides)</i>
<i>m</i>	<i>Metro (s)</i>
<i>m_a</i>	<i>Masa a</i>
<i>Máx.</i>	<i>Máximo</i>
<i>Mg</i>	<i>Magnesio</i>
<i>mg</i>	<i>Miligramos</i>
<i>Mín.</i>	<i>Mínimo</i>
<i>min</i>	<i>Minuto</i>
<i>MJ</i>	<i>Megajoule</i>
<i>ml</i>	<i>Mililitro</i>
<i>mm</i>	<i>Milímetro</i>
<i>MoS₂</i>	<i>Disulfuro de molibdeno</i>
<i>mV</i>	<i>Milivoltios</i>
<i>N</i>	<i>Newton</i>
<i>Ni</i>	<i>Níquel</i>
<i>NIM</i>	<i>Material iónico a nanoescala (por sus siglas en inglés, nanoscale ionic material)</i>
<i>nm</i>	<i>Nanómetro</i>

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

<i>NPs</i>	<i>Nanopartículas</i>
<i>O</i>	<i>Oxígeno</i>
<i>P</i>	<i>Poise</i>
<i>p</i>	<i>Carga</i>
<i>Pa</i>	<i>Pascal</i>
<i>Pas</i>	<i>Pascal - segundo</i>
<i>P_s</i>	<i>Peso del soluto</i>
<i>P_d</i>	<i>Peso de disolución</i>
<i>Q</i>	<i>Caudal</i>
<i>R</i>	<i>Radio del capilar (m)</i>
<i>R</i>	<i>Rugosidad</i>
<i>Ra</i>	<i>Rugosidad promedio</i>
<i>RPM</i>	<i>Revoluciones por minuto</i>
<i>rpm</i>	<i>Revoluciones por minuto</i>
<i>s</i>	<i>Segundo</i>
<i>S</i>	<i>Stoke</i>
<i>SEM</i>	<i>Microscopía electrónica de barrido (por sus siglas en inglés, Scanning Electron Microscopy)</i>
<i>SI-ATRP</i>	<i>Polimerización por radicales de transferencia de átomo inducida por la superficie (Por sus siglas en inglés, Surface-induced-atom transfer-radical polymerization)</i>
<i>t</i>	<i>Tiempo que tarda en pasar el fluido de la marca A a B (s)</i>
<i>TEM</i>	<i>Microscopía de transmisión por electrones (por sus siglas en inglés, Transmission Electron Microscopy)</i>
<i>TiO₂</i>	<i>Óxido de titanio</i>
<i>V</i>	<i>Volumen (m³)</i>
<i>u</i>	<i>Velocidad lineal</i>
<i>UV-vis</i>	<i>Ultravioleta-visible</i>
<i>V</i>	<i>Velocidad relativa de las superficies</i>
<i>v</i>	<i>Viscosidad cinemática</i>
<i>wt</i>	<i>peso (por sus siglas en inglés, weight)</i>

<i>XAS</i>	<i>Espectroscopía de absorción de rayos X (por sus siglas en inglés, X-Ray Absorption Spectroscopy)</i>
<i>XRD</i>	<i>Difracción de rayos x (por sus siglas en inglés, X-Ray Diffraction),</i>
<i>ZnDDP</i>	<i>Dialquilditiofosfato de zinc</i>
<i>ZnO</i>	<i>Óxido de Zinc</i>
<i>ZrP</i>	<i>Fósforo de zirconio</i>
α	<i>Proporcional a</i>
Δp	<i>Diferencia de presión</i>
$^{\circ}C$	<i>Grados centígrados</i>
μ	<i>Momento dipolo de una molécula</i>
μ	<i>Coefficiente de fricción</i>
μm	<i>Micrómetro</i>
μs	<i>Coefficiente de fricción estática</i>
μk	<i>Coefficiente de fricción dinámico</i>
$\gamma-Al_2O_3$	<i>Gama alúmina</i>
$\Delta\rho$	<i>Diferencia de presión (Kg·m/s²)</i>
η	<i>Viscosidad dinámico</i>
η	<i>Viscosidad</i>
π	<i>Pi</i>
ρ	<i>Densidad</i>
τ	<i>Esfuerzo cortante</i>

Lista de abreviaciones

CDMX	Ciudad de México
Hgo.	Estado de Hidalgo
IPN	Instituto Politécnico Nacional
LaNBA	Laboratorio de Nanotecnología, Sistemas Biológicos y Aplicaciones Industriales
PRC	National Standards of the Republic of China
SAE	Society of Automotive Engineers
UNAM	Universidad Nacional Autónoma de México
UNI-NABL	The University of Northern Iowa Ag-Based Industrial Lubricants Research Center
UPP	Universidad Politécnica de Pachuca
USDA	United States Department of Agriculture

RESUMEN

Desde algunas décadas atrás, la síntesis de nanopartículas de diferentes materiales ha tenido gran relevancia. El estudio de sus propiedades ha permitido que sean implementadas en diferentes áreas como la medicina, la alimentaria, la cosmética, automovilística, aeroespacial entre otras. En el desarrollo de los lubricantes el uso de nanopartículas se ha implementado como un nuevo tipo de aditivo y se han evaluado en los últimos años, principalmente en lubricantes minerales y sintéticos. Recientemente, en los aceites bio-base se han realizado estudios tribológicos con la adición de nanopartículas. Se ha demostrado que las nanopartículas pueden reducir el desgaste y la fricción, y pueden ser útiles como aditivos de presiones extremas. Las nanopartículas por sí mismas presentan una deficiente estabilidad de dispersión, por lo que se depositan en el fondo, por lo que diferentes métodos mecánicos y químicos se usan para lograr dicha estabilidad, entre ellos se encuentran la dispersión por ultrasonido, agitación magnética, la modificación de la nanopartícula in situ o ex situ, y la adición de surfactantes.

En este trabajo de investigación se realizó la evaluación del comportamiento tribológico de lubricantes bio-base adicionado con diferentes concentraciones (% peso) de nanopartículas comerciales de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, se realizó la caracterización de la nanopartícula por microscopía electrónica de barrido, SEM; por sus siglas inglés. Se dispersaron en los lubricantes utilizando el método de ultrasonido, esto se realizó con concentraciones de 0.25, 0.5 y 1% peso. La evaluación de las propiedades tribológicas como modificador de fricción, resistencia al desgaste de las mezclas, se analizaron con los tribómetros de perno sobre disco bajo la norma ASTM G99 para las todas las mezclas y la máquina de cuatro bolas siguiendo las ASTM – D4172, esta última aplicada a las mezclas que tuvieron una mejor respuesta antidesgaste y reducción del coeficiente de fricción (COF por sus siglas en inglés). Los resultados obtenidos de los diferentes nano lubricantes bio-base se compararon con la evaluación tribológica de los aceites de *Jatropha Curcas* L (JC) y sésamo puros. De esta manera se evaluó el efecto que los diferentes nano lubricantes ejercieron en las probetas utilizadas. En el caso de este estudio se realizó para dos materiales acero 1018 y aluminio 6061. La evaluación de la efectividad de la dispersión se realizó por el método por sedimentación y espectrofotometría ultravioleta visible, UV-vis; por sus siglas en inglés.

Palabras clave: Perno-sobre-disco, Máquina de cuatro bolas, bio-base, Al_2O_3

ABSTRACT

For some decades now, the synthesis of nanoparticles from different materials has had great relevance. The study of their properties has allowed their implementation in different industries such as medicine, food, cosmetics, automotive, aerospace, among others. In the development of lubricants, nanoparticles have been implemented as a new type of additive, and in recent years, they have been evaluated mainly in mineral and synthetic lubricants. Recently, tribological studies have been carried out on bio-base oils with the addition of nanoparticles. Nanoparticles have shown to be able to reduce wear and friction and can be useful as extreme pressure additives. Nanoparticles by themselves have poor dispersion stability, so they settle at the bottom. Different mechanical and chemical methods are used to achieve stability, among them are ultrasound dispersion, magnetic stirring, modification of the nanoparticle in situ or successful, and the addition of surfactants.

In this research work, the evaluation of the tribological behavior of bio-based lubricants added with different concentrations (% wt) of commercial nanoparticles of γ - Al_2O_3 was carried out. The characterization of the nanoparticle was carried out by scanning electron spectroscopy, SEM. The nanoparticles were dispersed in the lubricants using the ultrasound method, this was done with concentrations of 0.25, 0.5 and 1% wt. The evaluation of the tribological properties such as friction modifier, wear resistance and load capacity of the mixtures were analyzed with the pin-on-disc tribometers under the ASTM G99 standard for all mixtures and the four-ball machine following the ASTM - D4172. The latter applied to mixtures that had a better anti-wear response and a reduction in the friction coefficient. The results obtained from the different bio-based nanolubricants were compared with the tribological evaluation of the pure *Jatropha Curcas* L. and sesame oils. This way, the effect that the different nanolubricants exerted on the test tubes used was evaluated. In the case of this study, it was carried out for two materials: steel 1018 and aluminum 6061. The evaluation of the effectiveness of the dispersion was carried out by the sedimentation method and ultraviolet visible spectrophotometry, UV-vis.

Key words: Pin-on-disk, four ball test, bio-base, Al_2O_3

INTRODUCCIÓN

Los lubricantes son sustancias que sirven para distribuir el calor, eliminar contaminantes y mejorar la eficiencia y la vida útil de los sistemas mecánicos, su función principal consiste en minimizar la fricción y el desgaste de partes móviles. Existe una gran cantidad de aplicaciones que requieren de los lubricantes, como en el sector automotriz y el ámbito industrial, en la lubricación de máquinas [1]. La formulación de estos requiere el conocimiento de las características del entorno y exigencias del rendimiento donde serán usados, consisten en aceites base, que por sí solos no ofrecen toda la protección que necesita el componente lubricado, el aceite base se complementa con un compuesto determinado de aditivos seleccionados en función de sus propiedades como, su capacidad para reducir la fricción y el desgaste, aumentar la viscosidad, mejorar el índice de viscosidad, resistir la corrosión y la oxidación, aumentar la vida útil del lubricante y de los componentes, así como minimizar la contaminación de los ecosistemas [1, 2].

Para determinar la capacidad de los aceites de cumplir las funciones referidas, es necesario conocer sus principales propiedades de explotación, como son, propiedades de viscosidad propiedades antidesgaste, densidad, corrosividad, acción sobre materiales no metálicos, propiedades calóricas, dilatación volumétrica, estabilidad, formación de espuma, humectabilidad y pegajosidad, lavabilidad, propiedades detergentes, combustibilidad, toxicidad, emulsibilidad [2].

La propiedad antidesgaste de los lubricantes influye en los diferentes tipos de desgaste como el corrosivo, fatiga, picadura y otros, la efectividad de la acción lubricante del aceite, no solo depende de sus propiedades específicas, sino también de la interacción del lubricante con otros factores como son el COF, la geometría de las superficies y las propiedades de las superficies del par tribológico donde será explotado [2].

Derivado de la amplia cantidad de aplicaciones de lubricantes en la industria y en el transporte, así como que el petróleo es una fuente finita, no renovable y que por ello hay un incremento en su costo y el de sus derivados; se han buscado alternativas viables como es el uso de lubricantes derivados de semillas, es decir, lubricantes bio-base. En la actualidad ya se utilizan estos lubricantes bio-base en algunas aplicaciones, como por ejemplo lubricantes para herramientas de corte, aplicaciones hidráulicas, las cuales ya cumplen con ciertas normativas.

Con base en lo mencionado, en este trabajo de tesis se evaluó tribológicamente la respuesta de dos aceites bio-base (aceite JC y aceite de sésamo) adicionados con tres diferentes concentraciones de nanopartículas de óxido de aluminio, se determinó sí la respuesta de los aceites bio base

comparada con la respuesta de aceites bio-base adicionados, fue mejorada. Así como sí el aditivo en las concentraciones utilizadas, contribuyó a mejorar las propiedades iniciales de los lubricantes en los estudios realizados. Las evaluaciones tribológicas se llevaron a cabo bajo las normas ASTM G99, con dos materiales diferentes (acero y aluminio) y ASTM D4172, con lo establecidos por estas dos normas se obtiene parte de la caracterización del desgaste. Sin embargo, la caracterización se complementa con microscopía óptica y perfilometría. Adicionalmente se hizo uso del método estadístico de diseño de modelos factoriales, con el propósito de ver qué factor de los tres mencionados en el diseño factorial es el que más interacción tiene con la respuesta de salida que se obtuvo con la evaluación que se realizó en la máquina de cuatro bolas.

Planteamiento del problema

Alternativo a las propiedades del nano lubricante y las características de la nanopartícula, en un sistema tribológico, la fricción y el desgaste, depende de múltiples procesos complejos en la superficie de contacto, se consideran la topografía de las superficies, el área de contacto, así como los mecanismos de desgaste y el proceso en el que este ocurre [2]. Por lo que para cada análisis de sistema se deben establecer las condiciones concretas como temperatura, velocidad, carga, estructura, geometría y propiedades mecánicas de las superficies [2]. La mayoría de los procesos tribológicos se ensayan para proyectar y seleccionar los materiales necesarios en un par tribológico [2]. Por lo que son útiles cuando se establecen y documentan las características completamente. Por este motivo es necesario realizar el estudio tribológico de los biolubricantes de *Jatropha curcas* y sésamo, para determinar cómo se desempeñan los biolubricantes bajo las condiciones establecidas, si evaluados bajo las normativas ASTM G99 y D4172, tienen una mejora en la protección contra el desgaste al agregar las nanopartículas, Y se determinó en cuál de las tres concentraciones se obtiene la mejor respuesta tribológica, ya que, como se menciona, cada nanolubricante tiene una respuesta diferente por los factores externos evaluados en combinación con la concentración de aditivo que tiene el nanolubricante.

Justificación

Los biolubricantes presentan buenas características como son biodegradabilidad, baja toxicidad, es una fuente renovable, también presentan un alto índice de viscosidad, bajo punto de inflamación, y en las propiedades tribológicas presentan un bajo COF [3]. Esto sucede debido a los ácidos grasos que se adhieren a la superficies metálicas, como se muestra en la Fig. 1, los aceites naturales son efectivos en el régimen de lubricación al límite. El comportamiento se debe a que el grupo carboxilo polar establece una capa al adherirse a las superficies metálicas mediante un proceso químico [4].

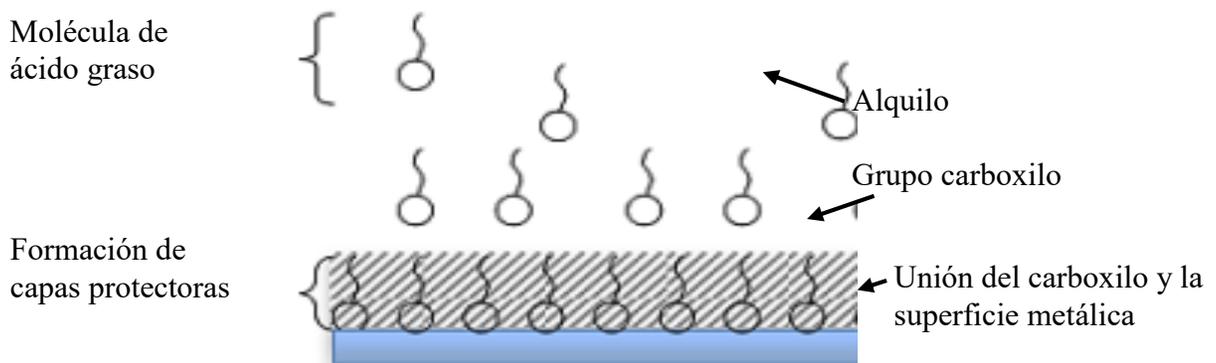


Fig. 1 Formación de capa protectora sobre superficie metálica de un aceite bio-base [4]

Igual que en los lubricantes derivados del petróleo, los aceites bio-base se componen de aditivos más el aceite base, con el fin de mejorar su desempeño [3]

En la innovación de aditivos, de un par de décadas atrás a la actualidad, se ha hecho uso de las nanopartículas como una clase de aditivos, las recientes investigaciones señalan la versatilidad de las nanopartículas como aditivos y demuestran que las nanopartículas sirven para múltiples propósitos, dentro de estos se consideran como aditivos antidesgaste (Antiwear; AW, por sus siglas en inglés), aditivos de capacidad de carga (Extreme Pressure; EP; por sus siglas en inglés) y como modificadores de fricción (Friction Modifier; FM, por sus siglas en inglés) [5].

La combinación de nanopartículas y lubricantes resulta en diferentes tipos de nanolubricantes, esto se debe principalmente por que las nanopartículas son versátiles, ya que cambian las propiedades del material a nivel nanométrico y, derivado de sus características físicas como el tipo

de material, tamaño y morfología. Otro aspecto importante es como la concentración peso/peso afecta el resultado de los denominados nano lubricantes, pues presentan diferentes resultados [6].

Adicionalmente las nanopartículas pueden evidenciar diferentes mecanismos de lubricación, como pueden ser pulido, reparación de superficies, formación de tribocapas por adsorción y/o absorción, y rodadura, también tres diferentes mecanismos de fricción, como son deslizamiento, rodadura y exfoliación [6], estos mecanismos se presentan por causa de las condiciones de trabajo en las que será expuesto el nano lubricante, así como de la estructura y material de la nanopartícula.

En este trabajo de investigación se evalúa y compara los resultados obtenidos de pruebas tribológicas realizadas a los lubricantes bio-base de JC y sésamo, con la adición de nanopartículas de óxido de aluminio (Al_2O_3) en tres diferentes concentraciones, se analizó el efecto que tiene el uso de las nanopartículas de $\gamma-Al_2O_3$, caracterizando el desgaste y COF en probetas de diferente material, con lo que busca generar la caracterización tribológica completa para las variantes expuestas en este proyecto. Los aceites antes mencionados se seleccionaron debido a las respuestas tribológicas que han demostrado tener aun sin haber sido mejorados con la adición de nanopartículas, por lo que con la incorporación de estas se puede observar mejoras en el rendimiento de los lubricantes. Además de que la composición de ácidos grasos de los aceites es diferente y se observó cómo fue su respuesta al adicionarse.

Hipótesis

El uso de nanopartículas de óxido de aluminio (Al_2O_3) en un lubricante bio-base derivado de la semilla de *Jatropha curcas* o de sésamo, incrementan las propiedades tribológicas de los aceites, con lo cual se espera disminuir el desgaste y controlar la fricción en el par tribológico.

Objetivo general

Caracterizar la protección contra el desgaste y la capacidad de modificar la fricción de los bio-lubricantes *Jatropha Curcas* L. y sésamo mediante el uso de nanopartículas de Al_2O_3 (Óxido de aluminio) como aditivo.

Objetivos específicos

- 1- Realizar mezclas de aceites bio-base con nanopartículas de Al_2O_3 a diferentes porcentajes de concentración.
- 2- Caracterizar las mezclas mediante técnicas de sedimentación y espectrofotometría UV-vis para evaluar la estabilidad de la dispersión.
- 3- Desarrollar las pruebas tribológicas para evaluar la respuesta del nanolubricante bajo las normas ASTM G99 y ASTM D4172, con el fin de determinar la capacidad antidesgaste del aceite base y de los nanolubricantes en pruebas semi secas e inundadas.
- 4- Caracterizar los resultados de COF y desgaste mediante técnicas de microscopía y perfilometría, complementando.
- 5- Analizar estadísticamente haciendo uso del software Minitab[®] y el método de análisis de diseños factoriales los resultados obtenidos para determinar el factor predominante en el par tribológico.
- 6- Analizar la degradación de los biolubricantes después de las pruebas tribológicas en la máquina de cuatro bolas con FTIR, con el fin de determinar si existe degradación después de las pruebas realizadas.
- 7- Comparar y reportar resultados.

Contenido de los capítulos

La tesis está conformada por cinco capítulos, que a continuación se describen brevemente.

Capítulo 1

Presenta una descripción de los antecedentes del uso de biolubricantes y de nanopartículas en aplicaciones tribológicas.

Capítulo 2

Proporciona la revisión de literatura de los temas de investigación relacionados con esta tesis de investigación, incluidos los lubricantes convencionales, los lubricantes de base biológica y los aditivos. Este capítulo también incluye una revisión sobre la incorporación de nanopartículas como aditivos de aceite lubricante.

Capítulo 3

Describe los diferentes materiales y métodos empleados en este trabajo, con las técnicas usadas de preparación de muestras, procedimientos y condiciones de pruebas. Incluye detalles sobre el desarrollo de nanolubricantes, procedimientos de dispersión ultrasónica y métodos de análisis de estabilidad mediante espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-vis). Se mencionan los procedimientos de las pruebas tribológicas y sus condiciones, así como la descripción de los equipos usados y la caracterización que se hizo posteriormente.

Capítulo 4

Está dedicado a los resultados del trabajo experimental. Este capítulo comienza con la compatibilidad de nanopartículas como aditivos con los aceites de JC y sésamo, en términos de estabilidad de dispersión y análisis tribológico. Para todos los nanolubricantes desarrollados, se reporta el comportamiento de fricción, el volumen de desgaste, y los mecanismos presentes en la huella de desgaste.

Capítulo 5

En este capítulo se incluye la discusión basada en los hallazgos del trabajo experimental y se proporcionan los resultados más relevantes y conclusiones de esta investigación.

CAPÍTULO I

ANTECEDENTES

1.1 Uso de nanopartículas como aditivos

La perspectiva de la tribología moderna se ha visto expandida con la incorporación de lubricantes mejorados con la adición de nano materiales, cuyo desarrollo fue facilitado por la nanotecnología en los últimos años [5].

En la literatura se menciona que han sido objeto de estudio una variedad de nanopartículas como aditivos lubricantes con propiedades potencialmente interesantes que pueden ser antidesgaste, modificadoras del COF, y como aditivos de presiones extremas [5].

Reportes del mecanismo de lubricación de nano lubricantes con modificadores de fricción, describen cuatro comportamientos que consisten en: rodadura de nano esferas, formación de tribocapa como resultado de una reacción triboquímica, efecto reparador debido al tamaño de la nanopartículas y efecto pulidor, en la Fig. 2, se pueden observar estos mecanismos de lubricación. Asimismo, señalan contrastes entre las propiedades de las nanopartículas basándose en su tamaño, su forma y en su composición química, demostrando que cada característica tiene un efecto diferente en los estudios tribológicos [6].

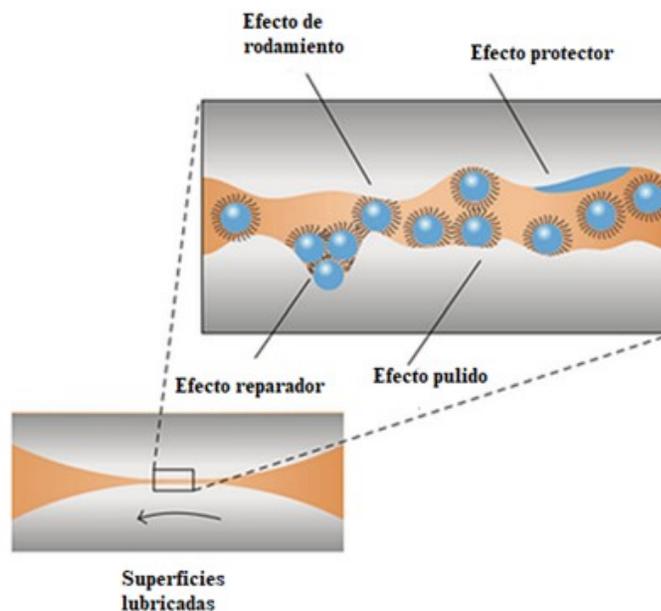


Fig. 2 Mecanismos de lubricación de nanopartículas [5]

Algunos materiales que han sido evaluados como aditivos son Ag, Al_2O_3 , Cu, CuO, CuS, nanopartículas de diamantes, Ni, TiO_2 , ZnO, ZrP; compuestos como Cu/ SiO_2 , (Mg/Al/Ce LDHs), $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$; por mencionar algunos [6].

Los artículos revisados indican que las nanopartículas de Al_2O_3 mostraron que son un nano material con la capacidad de cambiar el modo de fricción deslizante a movimiento rodante y con un efecto reparador de las superficies de fricción [5, 7]. En este apartado se mencionan algunos estudios del comportamiento de las nanopartículas de Al_2O_3 , los métodos y técnicas usados para su dispersión y los métodos de evaluación, para caracterizar su comportamiento como aditivos y los resultados de los experimentos.

D. Jiao, S. Zheng, Y. Wang, R. Guan, B. Cao en 2011, estudiaron las propiedades tribológicas de nanopartículas compuestas de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ como aditivos lubricantes. Las nanopartículas se sintetizaron con el método hidrotermal y fue modificada por medio del agente KH-560; mediante este método se alteró la superficie de las nanopartículas obteniendo así una morfología y estructura controladas, y una mejor dispersión [8].

La caracterización de las nanopartículas se efectuó por espectrografía infrarroja y por microscopía electrónica de transmisión, por sus siglas en inglés TEM. Las propiedades antidesgaste y el COF del compuesto fueron evaluadas con las pruebas de fricción cuatro bolas y anillo de empuje [8].

Una serie de muestras con diferentes concentraciones de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ fueron analizadas, al aceite mineral se le adicionaron nanopartículas de 70 nm con morfología elíptica, estas mezclas fueron dispersadas por ultrasonido por un periodo de 30 min. Los valores a los que fueron sometidas las diferentes mezclas en las pruebas tribológicas son:

Para la prueba cuatro bolas 348°K (74.85°C), 1450 rpm, carga de 147 N, tiempo de 1800 s; la prueba de anillo de empuje se fijó a la misma temperatura, 1200 rpm, carga de 200 N por el mismo periodo [8].

Los resultados de las pruebas se comparan, tomando el aceite base como punto de referencia. Se determinó que la concentración óptima de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ es de 0.5%, manifestando una reducción del 50% del COF, comparado con la mezcla base, 22% en comparación con Al_2O_3 y 25% tomando como referencia el SiO_2 , el diámetro de la marca de desgaste fue reducida en $98.17\ \mu\text{m}$ [8].

Se presentó adhesión de nanopartículas en las superficies de fricción lo cual se comprobó con el análisis de espectroscopia de energía dispersa (EDS). Por último, las nanopartículas absorbidas forman una capa auto laminada convirtiendo la fricción deslizante por fricción de rodadura [8].

Otra investigación fue realizada por T. Luo, X. Wei, X. Huang, L. Huang, F. Yang en 2014. Estudiaron las propiedades tribológicas del Al_2O_3 como aditivo en un aceite lubricante, las nanopartículas de Al_2O_3 fue preparada vía método hidrotérmal y modificadas por el agente KH-560 [9]; como el trabajo realizado por D. Jiao y colaboradores, con este proceso se originó que las nanopartículas de Al_2O_3 tomaran una forma esférica definida y una dispersión estable en el aceite lubricante; después la caracterización de la dispersión de la mezcla se efectuó por el método de potencial de zeta [9].

Las nanopartículas en este experimento tienen un tamaño promedio de 78 nm, dispersadas por medio de ultrasonido, la evaluación de las propiedades tribológicas y pruebas de desgaste de diferentes concentraciones de Al_2O_3 se realizaron con la máquina de prueba de fricción y desgaste de materiales a alta temperaturas (MMU-10G, Jinan) la cual consiste en una prueba de fricción en el equipo de cuatro bolas y otra prueba de fricción en el equipo del anillo de empuje [9].

De acuerdo con *The Well-Established National Standards of PRC* (GB 3142-82) los parámetros de la prueba en el equipo de cuatro bolas se fijan en temperatura 75 °C, 1450 rpm y una carga de 147 N por un tiempo de 30 min. Los parámetros de la prueba de fricción en el equipo de anillo de empuje se configuraron con los valores de temperatura a 75 °C, velocidad de 1200 rpm, una carga de 200 N por un tiempo de 30 min [9].

Cuando el lubricante es adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 , se pueden mover a un área desgastada bajo compresión donde una capa laminada puede ser formada actuando como pulido y reparación de la superficie por sí misma, las nanopartículas pueden entrar en contacto deslizante sin modificar el régimen hidrodinámico [9].

Al final concluyeron tener una buena dispersión de las nanopartículas modificadas con el método de modificación in situ KH-560; la concentración óptima de Al_2O_3 fue de 0.1% peso, los resultados de reducción del COF de los equipos cuatro bolas y de anillos de empuje fueron 17,61% y 23,92% respectivamente, el diámetro de la marca de desgaste fue reducida en 41.75%. La superficie de la nanopartícula cambió de hidrofílica a hidrofóbica y por último se determinó que con la nanopartícula de Al_2O_3 se forma una capa auto laminada convirtiendo la fricción deslizante por fricción de rodadura [9].

T. Luo, X. Wei, H. Zhao, G. Cai, X. Zheng en 2014 realizaron pruebas para determinar las propiedades tribológicas de nanopartículas compuestas de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ con un tamaño de 75 nm de

forma esférica, las nanopartículas se sintetizaron mediante el método de modificación de la superficie in situ KH-560, fueron caracterizadas por medio de microscopía electrónica de barrido y la técnica de potencial zeta para evaluar la dispersión [7].

Las pruebas tribológicas se realizaron también con la máquina de prueba de fricción y desgaste de materiales de alta temperatura (MMU-10G, Jinan), en su trabajo señalan que ambos componentes del nanocompuesto son buenos modificadores del COF y tienen propiedad antidesgaste [7].

Sus resultados determinaron que este nanocompuesto reduce el COF en concentraciones menores o iguales a 0.1% peso, en 20.51% y el desgaste en 44 % (319.63 μm). Además, mejoró la superficie de contacto debido a la absorción de nanopartículas durante el proceso de fricción, las marcas de desgaste son menos profundas y más estrechas [7].

Durante el proceso de fricción el nanocompuesto de Al_2O_3/TiO_2 se depositó sobre la superficie de fricción desgastada, el análisis de Espectroscopia de energía dispersa (EDS, por sus siglas en inglés) reveló que se produce una reacción en el proceso de lubricación límite lo que permitió que los rayones superficiales en la superficie de fricción se vuelvan más suaves y superficiales [7].

Una investigación en el sector automotriz la realizó N. Mohan, M. Sharma, R. Singh, N. Kumar en 2014, presentaron un estudio de aplicación de las propiedades tribológicas del lubricante automotriz SAE 20W-40 adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 .

Reportaron que la Al_2O_3 no había tenido suficiente atención en estudios de nanofluidos, y que este material tiene un menor costo comparado con otros componentes tales como TiO_2 , ZrO_2 , CuO etc. El SAE 20W-40 Multigrado está diseñado específicamente para cumplir con la lubricación de motores diésel o gasolina, y con la adición de nanoaditivos, ha sido utilizado para evaluar la influencia de las nanopartículas en la fricción y el desgaste [10].

Las pruebas tribológicas fueron examinadas basándose en la norma ASTM G99 *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*, para determinar las variaciones del COF y de desgaste de las piezas de acoplamiento se usó una configuración de perno sobre disco y se ejecutó en diferentes velocidades y cargas, antes por medio de ultrasonido se dispersaron las nanopartículas en el aceite SAE 20W-40, los valores de fuerza de fricción y profundidad de la huella de desgaste se registraron continuamente para dos eventos; en un sistema en exceso lubricado y un sistema escasamente lubricado, los valores fueron determinados para cada muestra por el promedio de los resultados obtenidos [10].

Los resultados de la prueba indicaron que una concentración de 0.5% de Al_2O_3 es la mejor, dando un COF casi constante, independiente al cambio de carga, con una reducción del 49.1% y del 21.6% para cada caso; sin embargo, el desgaste ha incrementado linealmente con respecto a la carga suministrada, aún con esa condición mostró una reducción del 20.1% y de 31.1% para cada caso. También se determinó que la concentración de 0.25% de Al_2O_3 en el sistema escasamente lubricado presentó una mejor propiedad antidesgaste con una reducción del 47.1% [10]. En la Fig. 3, se muestran los resultados de COF para las pruebas inundadas con diferentes concentraciones de este estudio.

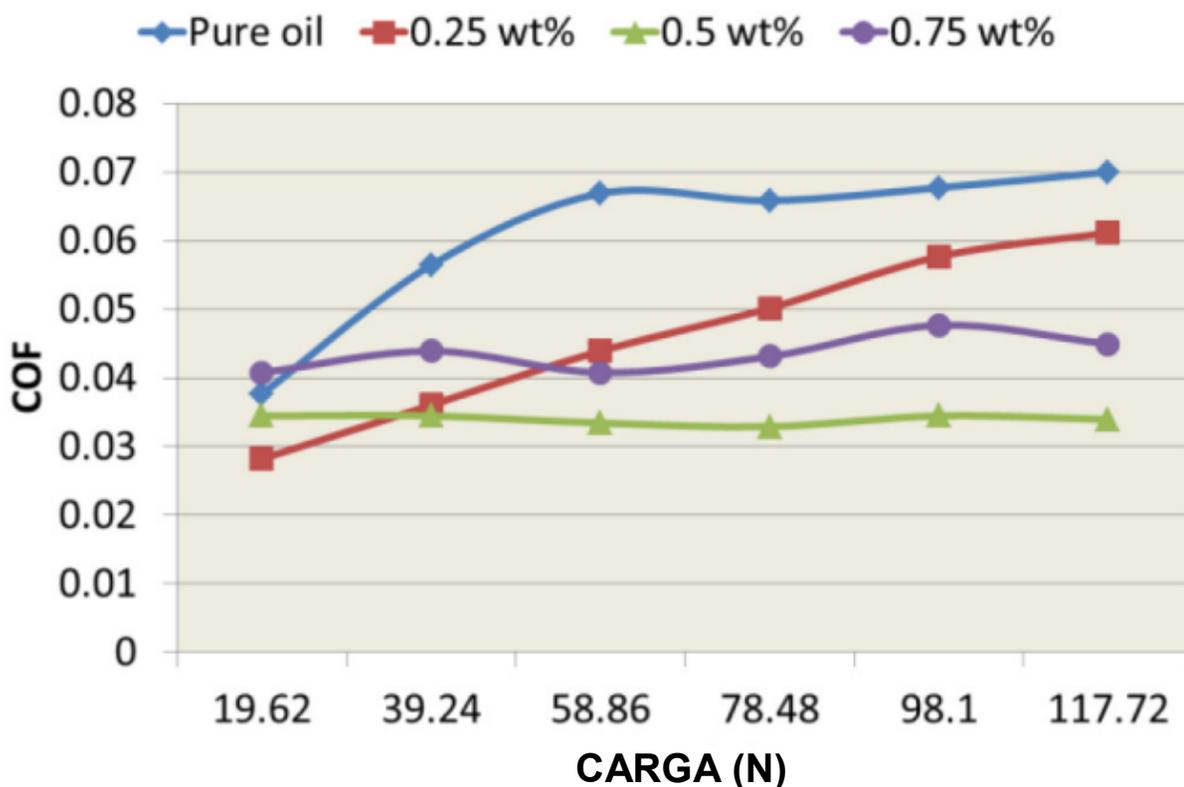


Fig. 3 COF en función de la carga para diferentes concentraciones, en lubricación inundada [10]

1.2 Aceites bio-base

Los investigadores han resuelto algunos de los problemas de rendimiento de los biolubricantes, por lo que es competitiva en costos con los lubricantes sintéticos y de base mineral. *The University of Northern Iowa Ag-Based Industrial Lubricants Research Center (UNI-NABL)* ha formulado grasas y aceites a base de aceite de soya, los productos que están disponibles actualmente son: fluidos

hidráulicos para transmisión de tractor, y aplicaciones de procesos industriales y maquinaria, aceites y refrigerantes en metalurgia, fluidos hidráulicos grado alimenticio, aceites para barra motosierra, engranajes, compresores, y grasas para el sector automotriz, maquinaria, de grado alimenticio, entre otros [11].

Los aceites bio-base son una alternativa viable para reducir el daño de los ecosistemas terrestre y acuático [12], una definición de lubricantes bio-base son aquellos que son formulados con materias primas renovables y biodegradables, derivados de plantas o animales [10]. Normalmente los aceites bio-base no están completamente formulados de aceites vegetales, sin embargo, la base si debe ser de una fuente renovable, en algunos casos estos llevan aditivos [10], o en otros pueden ser un aditivo [12, 13].

Estos aceites bio-base se han usado desde hace tres décadas en el continente europeo, actualmente países como China y Estados Unidos han apostado por producir e implementar los aceites bio-base [3, 11]. En Estados Unidos se han implementado regulaciones referentes a los aceites bio-base [3, 14], como la implementación de la Sección 9002, USDA, que ha desarrollado listas de productos y las definiciones de lo que denominan como productos *BioPreferred*, el USDA ha designado categorías dentro de las que se incluyen las siguientes nueve categorías referentes a productos de lubricantes, grasas y fluidos para denominarlos de base biológica: fluidos hidráulicos para equipos móviles (44% de contenido mínimo de base biológica), lubricantes penetrantes (68% de contenido mínimo de base biológica), transformadores- a base de éster sintético (66% de contenido mínimo de base biológica), a base de aceite vegetal (95% de contenido mínimo de base biológica), fluidos para trabajar metales- aceites puros (66% de contenido mínimo de base biológica), aceites solubles, semi sintéticos y sintéticos de uso general (57% mínimo contenido de base biológica), aceites sintéticos, semi sintéticos, solubles de alto rendimiento (40% mínimo contenido de base biológica); aceites de motor de 2 tiempos (34% de contenido mínimo de base biológica); fluidos hidráulicos para equipos estacionarios (44% de contenido mínimo de base biológica); fluidos de liberación de concreto y asfalto (87% de contenido mínimo de base biológica), lubricantes para armas de fuego (49% de contenido mínimo de origen biológico). Grasa de grado alimenticio (42% de contenido mínimo de base biológica), grasa multiusos (72% de contenido mínimo de base biológica), grasa para vías férreas (30% mínimo de contenido biológico); grasa para camiones (71% de contenido mínimo de base biológica); grasas no especificadas en otra parte (75% de contenido mínimo de base biológica) [15].

1.2.2 *Jatropha Curcas* L.

El aceite *Jatropha* es una buena alternativa como lubricante y también como combustible, esta planta puede sembrarse en tierras marginales y/o semiáridas [13], es una de las especies con gran potencial económico debido a su alto contenido de aceite; y en México su localización se extiende por 10 estados de la república [16].

Algunos estudios tribológicos han evaluado la capacidad del aceite de *Jatropha*, principalmente usándolo como un aditivo de aceites minerales comerciales.

Y. Singh, A. Kumar, A. Singla y A. Kumar en 2017, realizaron pruebas tribológicas para evaluar el comportamiento de este aceite como aditivo para un aceite SAE 20W-40, el estudio se realizó en una máquina perno sobre disco siguiendo la norma ASTM G99, los materiales de las probetas fueron: una aleación de aluminio con silicio al 7% para el perno y hierro fundido para el disco. En el estudio se evaluó el aceite a diferentes cargas (50 N, 100 N y 150 N), las concentraciones usadas fueron 0, 15, 30 y 50 % de aceite JC. El aceite puro, en la tasa de desgaste, se mantuvo con valores bajos, en las tres cargas, muy cercano a la concentración de 15% de JC, con la cual se redujo la tasa de desgaste y el COF en comparación con los resultados del aceite SAE 20W-40 puro, además se observó una reducción de la huella de desgaste. En este estudio también se observó que a bajas cargas el JC solo mantiene un bajo COF [12].

L. Farfán, E. Gallardo, M. Torres y J. Laguna, en 2015, realizaron pruebas con mezclas de aceite *Jatropha* como un aditivo para aceite de transmisión ATF (MERCON V y DEXRON III), las evaluaciones tribológicas se realizaron con una máquina perno sobre disco. Los materiales usados para el perno fueron: material obtenido de los discos de clutch Raybestos Tan/paper y Raybestos High energy/Kevlar, y para el disco se usó un acero con alto contenido de carbón. En este estudio se evaluó el aceite vegetal al 25, 50 y 100 % de concentración, con dos condiciones de temperatura a 27° y 80° C. El COF en función de la velocidad de deslizamiento define la propiedad de anti vibración. Los resultados indicaron que el aceite puro de JC exhibió bajos coeficientes de fricción dinámica a bajas velocidades de deslizamiento, con un desempeño anti vibraciones, el desgaste mostrado por el aceite *Jatropha* fue generalmente la formación de una capa oscura en la superficie de desgaste, debido a la falta de aditivos en el lubricante, tales como dispersantes o detergentes. Además, se concluyó que el aceite de JC podría ser adecuado como aditivo para modificar la fricción de los aceites minerales y aumentar sus propiedades anti deslizamiento, ya que la

combinación con lubricantes completamente formulados ayudó a la dispersión de los residuos [13]. En la Fig. 4 podemos ver las probetas de prueba, al final con el aceite JC se ve oscura, debido a la falta de aditivos dispersantes y detergentes.



Fig. 4 Imágenes de las superficies de muestra del material tomadas con un microscopio óptico: (a) muestra nueva; (b) muestra después de la prueba de ATF-DEX RON III puro; y (c) muestra después de la prueba de aceite puro de *Jatropha*

1.2.3 Aceite sésamo

El aceite de sésamo (*Sesamum indicum*) proviene de un cultivo de semillas oleaginosas de gran importancia económica, por lo que se cultiva en muchas partes del mundo. Asia tiene el 70%, África el 26% y en América Latina el 4%, de la producción mundial total en las semillas de sésamo. El aceite da un rendimiento de 57 - 63%; comparado con otros aceites vegetales, y tiene algunas ventajas como lubricante bio-base, por ejemplo, una mayor fluidez a bajas temperaturas; sin embargo, para mejorar sus propiedades termo-oxidativas en comparación con los aceites minerales sería necesario realizar una modificación química, añadir agentes oxidantes o aditivos [17].

S. Sankaran, K. Prabhakaran, y P. Krishnan en 2017, evaluaron las propiedades tribológicas del aceite de sésamo, comparándolo con los aceites de coco, aceite de semillas de girasol, y con un aceite SAE 20W-40. La evaluación tribológica la realizaron con una máquina de cuatro bolas. Los parámetros utilizados fueron: carga de 40 kg, 600 rpm, por un periodo de 60 min y una temperatura de 75 °C. Las probetas usadas son de aleación de acero y cromo con una dureza de 61 HRC y un diámetro de 12.7 mm. Los resultados indicaron que el COF con el aceite de sésamo fue de 0.0862, dejó una huella desgaste de 0.650 mm, en el parámetro de COF estuvo por debajo del aceite de SAE 20W-40 que tuvo un valor de 0.107, mientras que en el desgaste si fue mayor comparado con el aceite SAE que tuvo un ancho de huella de 0.470 mm [18]

Los mismos autores en 2018, realizaron la evaluación tribológica del aceite de sésamo adicionado con micro partículas de MoS_2 , nanopartículas de TiO_2 y ZnO , con morfología de hojuela, esférica y de tubos o varillas respectivamente. Evalúan también utilizando un surfactante mono oleato de sorbitán para funcionalizar la nanopartícula químicamente, además de agregar aditivos antidesgaste y realizar una comparación del comportamiento tribológico con aceite SAE 20W-40. La dispersión de las partículas la realizaron por medio de agitador magnético por un tiempo de 45 min a una velocidad de 600 rpm. La evaluación tribológica fue con máquina de cuatro bolas, los parámetros utilizados son fueron: carga de 40 kg, 1200 rpm, por un periodo de 60 min y una temperatura de 75 °C. Las probetas usadas en este estudio fueron de aleación de acero y cromo con una dureza de 61 HRC y un diámetro de 12.7 mm. Los resultados de su evaluación indicaron una reducción de la huella de desgaste con el uso de las nanopartículas sin funcionalizar de TiO_2 y ZnO , sin embargo, el COF con las nanopartículas de TiO_2 fue de 0.095, para las de ZnO fue 0.065. Comparando las nanopartículas modificadas con el aceite SAE 20W-40, la huella de desgaste no se ve reducida, al contrario del COF que para el SAE fue de 0.14 y para los aceites bio-base estuvieron por debajo de 0.10, el menor de estos fue del adicionado con nanopartículas modificadas de ZnO con 0.06 [19].

1.3 Dispersión de nanopartículas

Mantener una dispersión estable de las nanopartículas es de gran interés en el proceso tribológico, ya que, en la lubricación, los aglomerados pueden conducir un mayor desgaste de las superficies del par tribológico, así como el incremento del COF [5]. La dispersión de las nanopartículas puede lograrse por los procesos químico y físico [20]. Para lograr una mejor estabilidad de la dispersión utilizarlos ambos ha dado mejores resultados.

Los principales métodos físicos de dispersión de nanopartículas son:

Por homogeneización ultrasónica, con tina ultrasónica, sonda ultrasónica, agitador ultrasónico; por agitación magnética; agitación por molienda [4,7, 17, 18, 20].

Los procesos químicos de dispersión consisten en:

Modificación de la superficie de las nanopartículas en el momento que se sintetiza (in-situ), con la reacción de agentes silanos, como el glicidoxipropiltrimetoxisilano o agente de acoplamiento

silano KH 560, ver la Fig. 5, este componente se utiliza para óxidos metálicos. Otros elementos que se han usado son el bromuro de hexadeciltrimetilamonio (CTAB) [21].

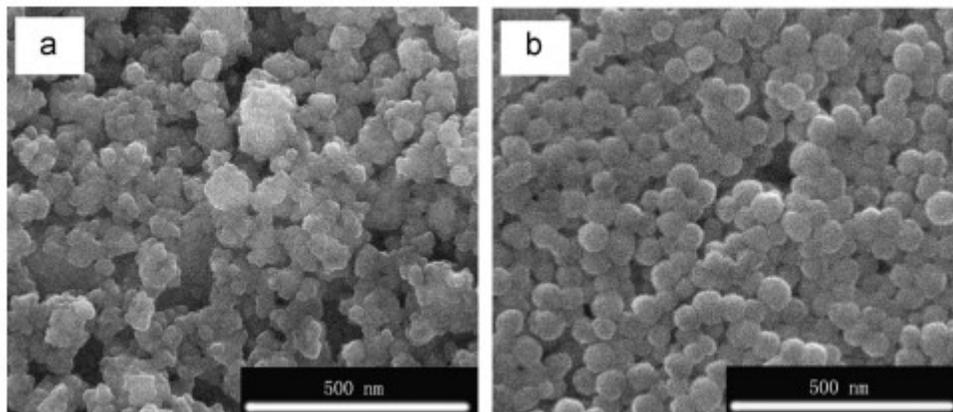


Fig. 5 Imágenes SEM de nanopartículas Al_2O_3 . (a) NPs Nativas de Al_2O_3 (b) NPs de Al_2O_3 modificadas.

Modificación de la superficie con surfactantes que reaccionen con la superficie de las nanopartículas, para que al agregarse en los lubricantes conformen una dispersión coloidal. Es un método ampliamente utilizado, esto se realiza mezclando las nanopartículas, un solvente, y el surfactante a una temperatura elevada, por cierta cantidad de tiempo [21].

Dispersantes, los dispersantes son mezclados con las nanopartículas y el lubricante, para crear una dispersión estable, en algunos casos se utilizan varios dispersantes simultáneamente. El mecanismo de la estabilización de nanopartículas por dispersantes es a través de la absorción en la superficie de la nanopartícula. Estos dispersantes son moléculas anfifílicas que tienen grupos funcionales lipofóbicos y lipofílicos. La parte lipofóbica puede absorberse en la superficie de la nanopartícula, formando una capa orgánica que puede estabilizar estéricamente las nanopartículas. En algunos casos, la adición de dispersante redujo la eficacia de las nanopartículas [21].

Otros métodos son polimerización de radicales por transferencia de átomo inducida por la superficie (Surface-induced-atom-transfer-radical polymerization, SI-ATRP, por sus siglas en inglés) y material iónico a nanoescala (nanoscale ionic material NIM, por sus siglas en inglés) [21].

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 Tribología

La tribología es la ciencia que se ocupa de todos los problemas de fricción, desgaste y lubricación de las superficies interactuantes en movimiento relativo y de las prácticas relacionadas con ellas, pero conceptos tribológicos, como por ejemplo la forma para reducir la fricción utilizando elementos rodantes y lubricantes, son mucho más antiguos que la industria. En la actualidad se ha alcanzado un alta tecnología para medir o monitorear los procesos que se involucran en un par tribológico, por ejemplo con la implementación de la tribrotrónica, la transferencia de datos con la implementación de sensores, las redes y el internet que mejoran el desempeño de la maquinaria tribológica [22].

La tribología es altamente interdisciplinaria y abarca muchos campos de investigación como la física, las matemáticas, la química, la ciencia de los materiales y la ingeniería y, por lo tanto, conecta las ciencias básicas y aplicadas. Por lo que su estudio se vuelve complejo [22].

De forma general, en diferentes aspectos de nuestra vida nos podemos encontrar con sistemas tribológicos, pues todo cuerpo en movimiento lo puede conformar. Ya sea con la interacción de cuerpos sólidos, sólidos y líquidos o sólidos y gases.

En la actualidad se exige que las máquinas funcionen con el menor consumo de energía y con componentes que tengan la máxima duración en servicio, esto incluye implementar nuevos materiales con ayuda de la nanopartículas por ejemplo que incrementen la resistencia de los materiales, nano recubrimientos y materiales nano reforzados, para esto la tribología es de fundamental importancia, para entender qué sucede en estas interfaces [22], un ejemplo de estas interacciones se puede ver en el diagrama de la Fig. 6 [2].

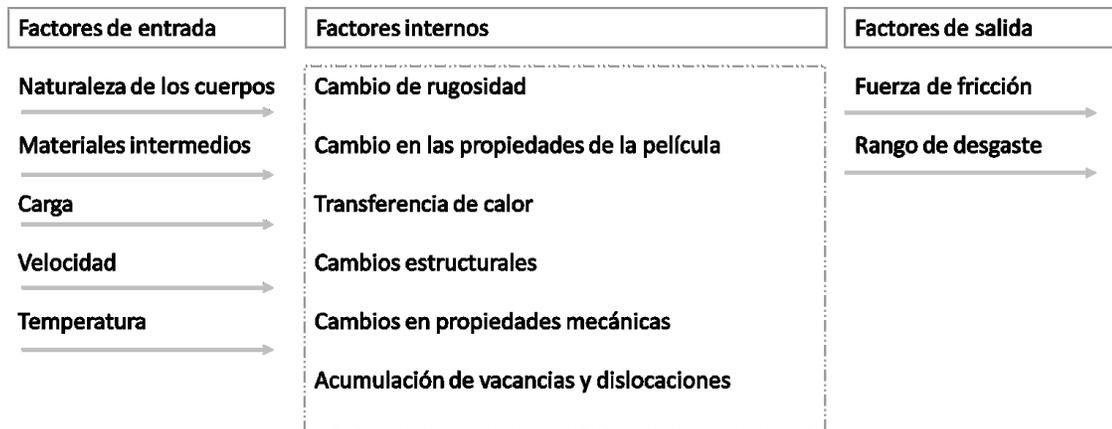


Fig. 6 Diagrama que muestra los factores que afectan la lubricación entre sólidos [2].

2.1.1 Fricción

La fricción se define como la resistencia causada por el movimiento de un cuerpo cuando está en contacto con otro cuerpo, es siempre una fuerza de resistencia y de retardo, que tiende a llevar todo en movimiento a un estado de reposo, y al hacerlo da como resultado la conversión de energía en calor. Donde se utiliza energía, es muy importante que la pérdida de energía debido a la fricción se mantenga lo más baja posible [2] [23].

Hay cinco leyes fundamentales y comúnmente aceptadas relacionadas con la fricción de superficies planas en contacto [23].

- El rozamiento variará en proporción a la presión sobre las superficies. Es decir, aumentar la presión aumenta la fricción.
- La fricción es independiente de las áreas de las superficies de contacto cuando la presión y la velocidad permanecen constantes. Pero la distribución de la presión o la fricción sobre un área más grande hace que el riesgo de calentamiento y la abrasión sea menor que si la fricción se hubiera concentrado en un área más pequeña.
- La fricción aumenta con la rugosidad de las superficies y disminuye a medida que las superficies se vuelven más lisas.
- La fricción es mayor al comienzo del movimiento. En el esfuerzo por mover un cuerpo, se requiere una fuerza mayor para vencer la fricción en el instante de inicio que después de que ha comenzado el movimiento.

— La fricción es mayor entre cuerpos blandos que entre cuerpos duros [23].

Estas reglas son válidas dentro de ciertos límites, pero se mantienen en funcionamiento bajo condiciones variables de carga y lubricante, y condición y composición de las superficies de contacto [23].

La interacción de las asperezas de las superficies y su resistencia al movimiento relativo es considerada la mayor causa de la fricción. Se propusieron algunas teorías de fricción como: La atracción molecular o ruptura de las moléculas en la superficie es la causante de la fricción, por Hardy en 1936, y por Tomilson en 1929, donde atribuye la resistencia a la fricción a la ruptura de enlaces moleculares entre las superficies. Bowden and Tabor en 1950, propusieron la teoría de soldadura, corte y rayado de metal blando por asperezas duras como el responsable de la fricción, que se ocasiona a altas presiones en algunos puntos de contacto, donde las uniones formadas sufren cortes por el deslizamiento relativo, esta última teoría ofrece la explicación más satisfactoria para la fricción metálica en un nivel macroscópico [24] [25].

Existen dos principales procesos en la superficie de fricción, la formación de puntos de contacto que surgen de la penetración mutua de las asperezas y la formación de estos contactos que ocurren bajo presiones locales [2].

La destrucción de la superficie de rozamiento se manifiesta generalmente por la separación de partículas de material de dimensiones que van desde pocas fracciones de $1 \mu m$ hasta varios μm . En algunos casos raros, la destrucción se manifiesta por la evaporación (disociación) del sólido (desgaste abrasivo). Como resultado de la acumulación constante de cambios irreversibles, la no homogeneidad estructural y la aparición de esfuerzos, se genera concentración de tensiones y aparecen grietas que al unirse producen el desprendimiento de partículas, proceso igual al de fractura en los metales. La destrucción generalmente es anterior a un cambio en las propiedades de los sólidos [2]. Estas variaciones en las propiedades son variables y esto da lugar a la clasificación de diferentes tipos de desgastes.

2.1.2 Desgaste

El desgaste es la pérdida o remoción de material durante el deslizamiento de dos superficies en frotamiento, es un evento complejo que incluye factores como el endurecimiento, la exposición a la oxidación de los metales, la transferencia metálica, y los cambios de fase en la composición metalúrgica. [24] [25]. El análisis efectuado sobre las razones o causas de fallo de las máquinas y mecanismos ha mostrado que el 75% de los casos de fallos se deben al desgaste de las superficies en rozamiento. Así, el elevar la resistencia al desgaste de las máquinas es uno de los factores fundamentales para aumentar su vida útil. Sin embargo, es imposible lograr esto, sin desarrollar de cálculos ingenieriles del desgaste que tienen en cuenta las características físico-mecánicas de los materiales y las condiciones de operación en los sistemas deslizantes, como la velocidad, la carga, las condiciones de las superficies de fricción, la lubricación y el medio ambiente [2].

Es importante mencionar algunos principios que hay que tener en cuenta al establecer los cálculos y que se apartan de los criterios tradicionales del cálculo de resistencia [2].

- El volumen de material que soporta la carga en el contacto deslizante no es constante y varía de acuerdo con la presión, la rugosidad de las superficies en el rozamiento y la presencia de películas en las superficies.
- El contacto real entre sólidos es discreto y se deforman micro volúmenes del material, para los cuales, hablando estrictamente, la hipótesis de cuerpos homogéneos isotrópicos usados en la mecánica clásica de los cuerpos deformables, es inaplicable.
- En contraste con cálculos de resistencia (donde los cuerpos no se facturan) en los de desgaste es esencial la condición de los procesos de fractura.
- Las propiedades de los materiales que toman parte en el deslizamiento, difieren frecuentemente de los materiales originales, ya que ellas varían durante el proceso de forma tal que las condiciones de rotura del material varían de acuerdo con esto.

En el desgaste el acto de ruptura se localiza en un pequeño volumen del material, el cual es removido de la zona de rozamiento en forma de partículas de desgaste. La magnitud de éste es usualmente valorada por la disminución en dimensiones del cuerpo en una dirección perpendicular a la superficie de deslizamiento (desgaste lineal) [2].

Los siguiente siete tipos de desgaste se consideran para superficies metálicas en deslizamiento:

- Desgaste continuo: Remoción de material en pequeñas partículas, que también pueden ser llevadas por el lubricante sin dejar gran daño. Donde el enclavamiento mecánico de asperezas, la adhesión localizada de los puntos de contacto, la abrasión por partículas duras y, la erosión por cavitación o corrosión por el lubricante, contribuyen a la eliminación de las partículas de desgaste. A cargas bajas, una fracción de partículas puede ser desprendida, conforme aumenta la carga incrementa el volumen de partículas de desgaste, por esta razón a mayores cargas, las partículas de desgaste no pueden ser eliminadas y promueven un mayor desgaste.
- Arrastre (adhesión): Algunos daños ocurren repentinamente causando gran daño en las superficies, haciéndolos incapaces de movimiento relativo. La principal característica en el material transferido y hojuelas de material perdido. Se ocasiona a altas temperaturas causadas por las cargas y la velocidad de deslizamiento, otro factor es la lubricación que puede ser mixta o límite.
- Picado: Es una falla típica de los elementos rodantes, se caracteriza por la formación de hoyos en la superficie. Se cree que es debido a la fatiga del material en la región de máximo esfuerzo cortante, el cual ocurre a cierta profundidad debajo de la superficie, aunque no se sabe si se forman en la superficie y se introducen en el material o se forman dentro y salen hacia la superficie.
- Abrasión: Es un tipo de erosión, que se atribuye a numerosas partículas que inciden en una superficie. El granallado es un tipo de abrasión severa, también se distinguen diferentes tipos de mecanismos de abrasión en los metales tales como el ranurado (rayado), pulido y erosión.
- Corrosión química: En la combustión interna se puede sufrir por la oxidación resultado de la descomposición del lubricante o de contaminantes producto de la combustión.
- Corrosión por fricción: Cuando se está sujeto a un deslizamiento por vibración, se presenta un desgaste donde la película protectora del metal se rompe con cada oscilación. Las condiciones secas o muy húmedas [25].

En la Fig. 7, se observa el desgaste en probetas al usar aceites adicionados con NPs de Al_2O_3 . Se observa principalmente desgaste abrasivo, por la presencia de residuos y el rayado del material en ambas imágenes.

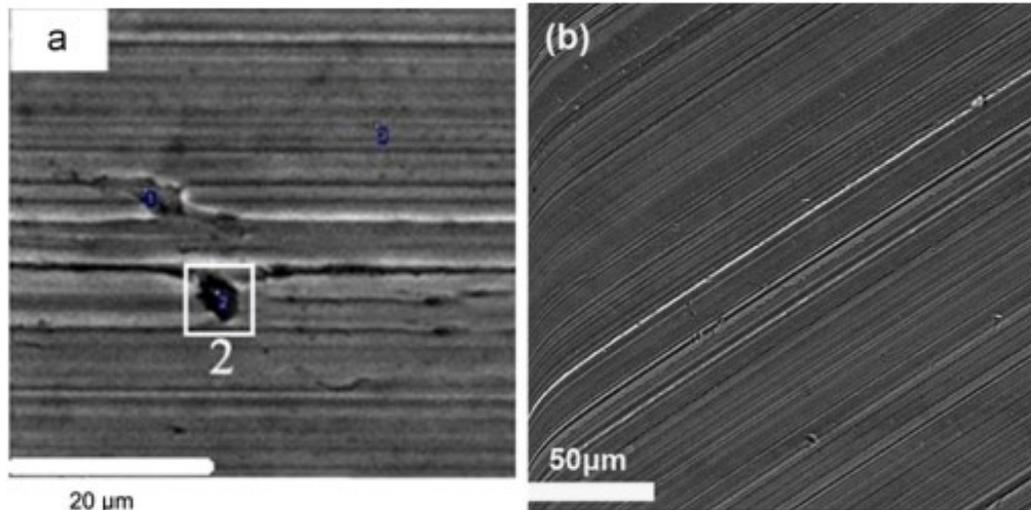


Fig. 7 Huellas de desgaste, al usar aceites adicionados con NPs a) Aceite adicionado con NPs de Al_2O_3/TiO_2 [7], b) Aceite adicionado con Al_2O_3/Si [8]

2.2 Lubricación

La lubricación, como se considera en mecánica, es la aplicación de una sustancia fluida suave, entre dos superficies en movimiento, que evitará que entren en contacto directo. A menos que las superficies se mantengan separadas por algún medio, las asperezas e irregularidades que existen en todas las superficies se entrelazan y se generará calor. La acción de un lubricante es fluir entre las superficies ajustadas, llenando los intersticios y cubriendo los puntos altos, actuando como un cojín y absorbiendo el calor que se pueda generar y llevándolo en lugar de permitir que sea absorbido por las superficies de desgaste [23].

2.2.1 La lubricación en la fricción y el desgaste.

En condiciones ideales de lubricación fluida se garantiza el que no haya contacto entre las superficies. El lubricante forma una capa intermedia entre las superficies y así el proceso de fricción seca entre las dos superficies se convierte en un proceso de fricción interna en la propia sustancia lubricante. Es necesario diferenciar el trabajo de fricción con capas gruesas de lubricante líquido

que surge entre dos superficies metálicas en el deslizamiento de una contra otra y el trabajo de fricción con capas límites delgadas de sustancias lubricantes [2].

2.2.2 Regímenes de lubricación

Los regímenes de lubricación están normalmente asociados con los mecanismos de lubricación dominantes involucrados en el sistema mecánico como se ilustra en la curva de Stribeck en la Fig. 8 [1] para la lubricación líquida. Los tres principales regímenes de lubricación pueden denominarse lubricación límite, lubricación mixta / elastohidrodinámica y lubricación hidrodinámica [1].

La rugosidad juega un rol importante en la evaluación para decidir el régimen de lubricación en el componente mecánico, la relación entre el COF y la película lubricante se puede observar cualitativa y cuantitativamente [24].

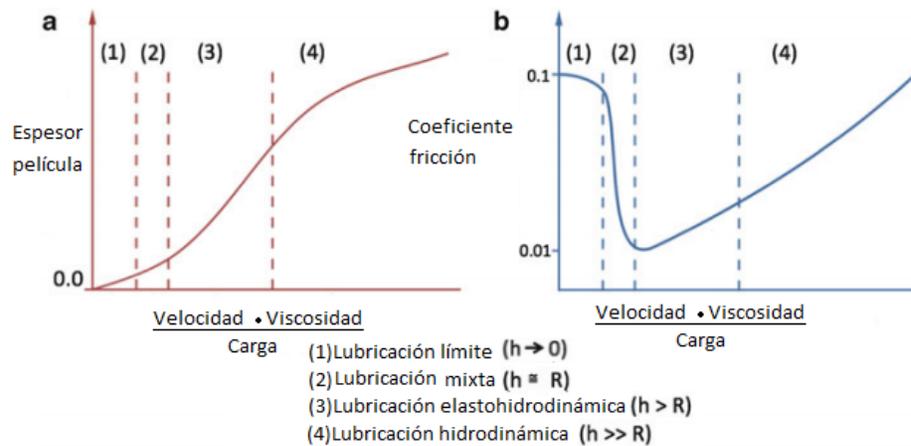


Fig. 8 Demarcación de los regímenes de lubricación, a) espesor de película vs número Hersey, b) COF vs número Hersey (curva de Stribeck) [1]

Donde la Curva de Stribeck Fig. 8 [1] muestra el COF contra el número de Hersey. El número de Hersey es un valor adimensional, y está dado por:

$$\frac{\eta v}{p}$$

Donde:

η es la viscosidad del lubricante ($N \cdot s/m$)

v es la velocidad relativa de las superficies (m/s)

p es la carga a las que estas sometidas. (N)

Cuando tenemos valores bajos del número de Hersey en la lubricación límite también nombrada límite de fricción, el espesor de la película (h) es menor que la rugosidad R de los materiales en contacto, en este régimen el espesor de la película se acerca a cero, hay contacto y mayor fricción, en el régimen mixto el espesor de la película es casi igual que la rugosidad ($h=R$), en la película el espesor tiende a ser mayor ($h>R$) conforme la velocidad de deslizamiento aumente o la carga disminuya con una viscosidad constante, el espesor de la película del lubricante será mucho mayor ($h \gg R$) dando paso al régimen hidrodinámico [1]. En la Fig. 9 [1] podemos observar h (espesor de la película del lubricante) y R (Rugosidad de la superficie).

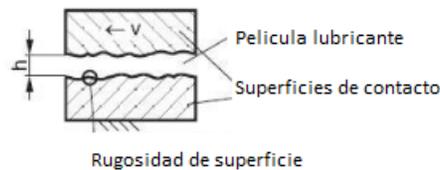


Fig. 9 Estructura de un tribosistema. [1]

En la lubricación seca y límite en el contacto el COF es generalmente alto, conforme el parámetro de la película incrementa el COF disminuye proporcionalmente a la inversa del grosor de la película. Mientras que en la lubricación hidrodinámica el COF incrementa proporcionalmente al incrementar la película lubricante [24]. En la Tabla 1 se presentan algunos modos de lubricación, el COF y desgaste.

Tabla 1 - Operación del grosor de película, COF, desgaste y modos de lubricación [24]

Modo de lubricación	Espesor de película (μm)	COF
Hidrodinámica	1-10	10^{-2} - 10^{-3}
Elastohidrodinámica	0.1-1	10^{-2} - 10^{-3}
Hidrostática	5-50	10^{-3} - 10^{-6}
Tipo de lubricación	COF	Desgaste
Película gruesa	0.001	No
Límite o mixta	0.05-0.15	Medio
Seca	0.5-0.20	Severo

2.3 Lubricantes

Los lubricantes son sustancias que minimizan la fricción y el desgaste de las partes en movimiento, sirven para distribuir el calor, remover contaminantes y mejorar la eficiencia y la vida útil de las piezas en movimientos de los sistemas mecánicos. Los lubricantes pueden ser clasificados de acuerdo a su estado físico, de la forma siguiente: como líquidos, semisólidos, sólidos y gases; siendo los de más amplio uso en la industria los líquidos [1]. Los lubricantes líquidos consisten en aceites naturales, minerales o sintéticos con combinaciones de aditivos que mejoran sus propiedades; los sólidos o secos son generalmente polvos o semisólidos en forma de grasa o suspensiones sólido-líquido; los gaseosos tienen una viscosidad mucho menor que los lubricantes líquidos o sólidos y utilizan gases a presión [2].

Los primeros aceites utilizados en la lubricación de maquinaria fueron los aceites vegetales, como el aceite de ricino, el aceite de palma y el aceite de oliva; y aceite animal como manteca de cerdo, pata de buey, sebo y aceites de esperma [23], aunque en muchos aspectos fueron excelentes lubricantes se dejaron de utilizar desde la introducción de los aceites minerales [23].

En la actualidad se ha retomado el uso de los aceites vegetales por venir de fuentes renovables, y como una alternativa verde en la ciencia de la lubricación [3]

La selección de un lubricante apropiado para un sistema mecánico requiere un conocimiento profundo de la reología de los lubricantes, los efectos de las combinaciones de aditivos y el conocimiento de la teoría de la lubricación. El uso de lubricantes líquidos está presente en la mayoría de las aplicaciones, que van desde fluidos para automóviles hasta aceites industriales [1].

2.3.1 Lubricantes líquidos

Los lubricantes líquidos son aquellos que, por sus características de fluidez, se les designa como aceites lubricantes [2]. Los lubricantes líquidos se pueden clasificar por diferentes métodos, el más común es el de tipo aceite base (aceites minerales, vegetales/animales, y sintéticos.), la función principal de un lubricante líquido es controlar la fricción, el desgaste y el daño superficial durante la vida útil prevista de un sistema. Las funciones secundarias de los lubricantes líquidos son prevenir la corrosión y eliminar el calor, la suciedad y los residuos de desgaste. En algunos casos, los lubricantes líquidos se utilizan para transferir fuerza o energía como en los sistemas hidráulicos [1].

2.4 Biolubricantes

Inicialmente los lubricantes eran obtenidos de fuentes naturales como grasas animales y de aceites vegetales [23]. Existe una amplia variedad de lubricantes vegetales derivados de plantas como la soya, el maíz, canola, palma, olivo, semilla de girasol, sésamo, Jatropha entre otras. La eficacia de estos lubricantes está determinada por su composición química.

Los aceites bio-base están constituidos por triglicéridos, que son ésteres de una molécula de glicerina con tres ácidos grasos [26]. Los ácidos grasos se caracterizan por ser una cadena alifática de un número par de carbonos que puede presentar insaturaciones, tienen un gran parecido a los hidrocarburos con la única diferencia del grupo carboxilo (COOH) [27].

Los ácidos grasos saturados o insaturados en un aceite determinan si es un buen candidato para la lubricación [3, 27], ya que los compuestos insaturados se mantienen líquidos a temperaturas inferiores a 0 °C, mientras que los saturados son sólidos a temperatura ambiente. A pesar de que los compuestos saturados presentan una mayor estabilidad oxidativa debido a la ausencia de dobles enlaces, sus malas propiedades en frío impiden su uso como lubricantes. Los ácidos grasos insaturados son: ácido oleico, ácido erúxico, ácido ricinoleico, ácido linoleico y ácido linolénico [27].

Algunas propiedades que presentan los aceites bio-base son mejor índice de viscosidad, mejor lubricidad, alta biodegradabilidad y renovabilidad [3, 11, 12, 18, 24].

La selección de un lubricante bio-base debe poseer las siguientes características, garantizando que la implementación del aceite bio-base es práctica y significativa [3, 4]:

- El lubricante debe provenir de una fuente sustentable y no ser competir con fuentes alimenticias
- El costo del aceite bio-base debe ser competitivo
- La composición debe ser biodegradable y no tóxico
- El lubricante debe contener más ácidos grasos mono-insaturados que poliinsaturados

2.4.1 Ventajas de los biolubricantes

Se enlistan los beneficios que tienen los biolubricantes sobre los lubricantes derivados del petróleo para el medio ambiente y la salud humana [3].

- La biomasa utilizada para producir aceites de base biológica es renovable y genéticamente modificable.
- Son biodegradables, menos tóxicos y menos peligrosos para el medio ambiente ya que están libres de compuestos aromáticos.
- Los bio lubricantes tienen un índice de viscosidad más alto y son más estables a los cambios de temperatura debido a su viscosidad.
- Son más seguros de usar porque no son tóxicos para la piel y tienen bajas pérdidas por evaporación, lo que evita la inhalación de vapor de aceite.
- Los bio lubricantes prolongan la vida útil de los sistemas tribológicos, por la propiedad de los ésteres polares con mayor tendencia a humedecerse, esto mejora la lubricación
- Los bio lubricantes tienen bajos costos de mantenimiento y son más fáciles de usar.

2.4.2 Lubricidad de aceites bio-base

Los lubricantes de base biológica tienen una mayor lubricidad y, por lo tanto, un COF mucho menor en comparación con los lubricantes de base mineral. La lubricidad mejorada reduce la fricción y el desgaste, lo que reduce la necesidad de muchos aditivos, incluidos los antidesgaste y la presión extrema [3].

2.4.3 Índice de viscosidad (IV) de aceites bio-base

Cuanto más bajo es el índice de viscosidad de un aceite, más cambio de viscosidad ocurre tanto a bajas como a altas temperaturas. Por lo tanto, los lubricantes con un alto índice de variación permanecen relativamente estables en un amplio rango de temperaturas. Los aceites vegetales tienen IV más altos que los aceites de base mineral comparables. Mientras que los aceites básicos a base de minerales tienen un IV de 90 a 120, el rango de IV para los aceites vegetales de viscosidad equivalente es de 200 a 250 [3].

2.5 Viscosidad

La viscosidad puede definirse como la resistencia a fluir de un fluido. Esta característica de los lubricantes es de las más importantes, y puede cambiar con la temperatura, la carga, la velocidad y la presión [1]. Por ejemplo, a altas presiones la viscosidad incrementa mientras que con altas temperaturas la viscosidad disminuye [24]. La viscosidad es importante en la selección de lubricantes ya que se relaciona directamente con la fuerza de la película lubricante y la capacidad de mantener las piezas móviles separadas. Si una aplicación opera a altas velocidades, cargas y temperaturas bajas, generalmente se acepta usar un lubricante de baja viscosidad, por el contrario, si una aplicación opera a bajas velocidades, cargas y temperaturas altas, entonces se deben utilizar lubricantes de mayor viscosidad. La cuantificación de la viscosidad requiere el uso de dos parámetros, la viscosidad dinámica y la cinemática [1].

2.5.1 Viscosidad dinámica

La viscosidad dinámica se puede explicar considerando dos superficies paralelas separadas por una capa de fluido que tiene un espesor h . Para mover la superficie superior, se requiere una fuerza F que es proporcional al área superficial A de la superficie superior y la velocidad lineal s , ver Fig. 10 [1].

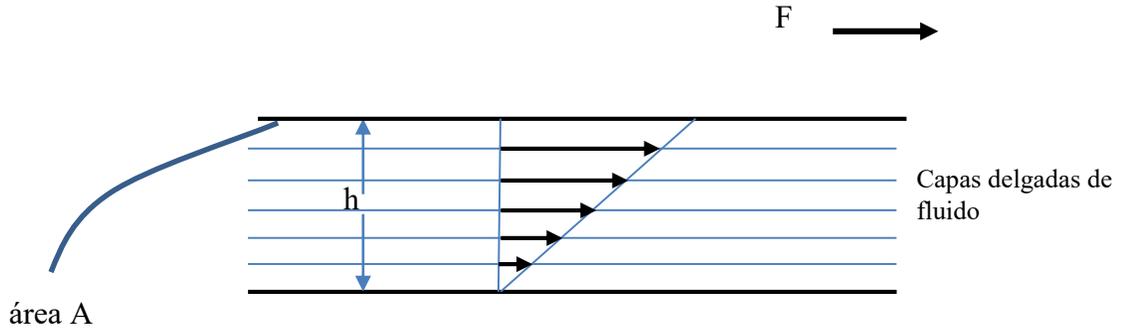


Fig. 10 Esquema de dos planos paralelos en movimiento relativo con una velocidad u , separados por una película de fluido de espesor h con un gradiente de velocidad lineal [1]

Como se muestra en:

$$F \propto A \times u \quad \text{Ec. 1}$$

Suponiendo que la película de fluido que separa las superficies paralelas está formada por varias capas infinitamente delgadas, la fuerza necesaria para mover la superficie superior es proporcional a:

$$F \propto A \times \frac{u}{h} \quad \text{Ec. 2}$$

Diferentes fluidos exhiben diferentes constantes de proporcionalidad η , conocidas como viscosidad dinámica:

$$F = \eta \times A \times \frac{u}{h} \quad \text{Ec. 3}$$

Donde reordenando se obtiene:

$$\eta = \frac{F}{A} / \frac{u}{h} \quad \text{o} \quad \eta = \tau / \frac{u}{h} \quad \text{Ec. 4}$$

Donde:

η es la viscosidad dinámica (Pa·s)

τ es el esfuerzo cortante que actúa en el fluido (Pa)

$\frac{u}{h}$ es la tasa de corte, es decir, el gradiente de velocidad normal al esfuerzo cortante (s^{-1})

En el SI las unidades para la viscosidad dinámica son Pa·s (Pascales-segundo), la relación entre el Poise y Pascales-segundo es: $1 P = 100 cP \approx 0.1 Pa \cdot s$ [1]

2.5.2 Viscosidad cinemática

Es definida como la relación de la viscosidad dinámica de un fluido dividida por la densidad de éste.

$$v = \frac{\eta}{\rho} \quad Ec. 5$$

Donde:

v es la viscosidad cinemática (m^2/s)

η es la viscosidad dinámica (Pa·s)

ρ es la densidad del fluido (Kg/m^3)

La unidad en el SI para la viscosidad cinemática es m^2/s , también se puede encontrar en unidades de Stoke (S). Pueden realizarse las siguientes conversiones $1 S = 100 cS = 0.0001 m^2/s$.

La viscosidad depende de la temperatura, por lo que si la temperatura incrementa la viscosidad generalmente disminuye. Es importante que el lubricante sea viscoso para proporcionar una película fluida y continua en la interfaz de contacto, pero no demasiado para crear fricción fluida debido al cizallamiento viscoso. El cizallamiento viscoso es el fenómeno que ocurre cuando el aceite es demasiado espeso para una aplicación determinada y los planos de cizallamiento o capas del fluido comienzan a arrastrarse unos sobre otros, lo que provoca una mayor fricción del fluido, también conocida como agitación [1].

2.6 Aditivos

Los aceites no siempre satisfacen las demandas de alto rendimiento de un lubricante por sí mismos, por lo que se mezclan aditivos para mejorar y modificar sus características, los aditivos son sustancias químicas activas que se añaden al aceite para mejorar sus propiedades, agregar algunas y eliminar otras indeseables y hacerlos aún más eficientes; la incorporación de aditivos a los

lubricantes ha permitido no sólo reducir la fuerza de fricción, sino crear capas límites adecuadas que eviten la formación de estructuras que ocasionen el deterioro superficial [1, 2]. La función de estas películas es evitar la compenetración de las rugosidades en el metal, o en las micro grietas que, por efecto de la deformación plástica superficial, surgen en el metal. Por lo que es importante brindar las condiciones de fricción, en que la capa lubricante aisle las superficies de fricción [2].

2.6.1 Clasificación de los aditivos

Los aditivos se clasifican conforme a su comportamiento y la parte del sistema tribológico en la que influye el aditivo. En este sentido se pueden clasificar en dos categorías:

- Aditivos que influyen en las propiedades físicas y químicas del aceite tales como características de viscosidad-temperatura, propiedades a bajas temperaturas, oxidación, entre otras.
- Aditivos que influyen en las superficies metálicas modificando sus propiedades fisicoquímicas, como reducción de fricción, protección al desgaste, inhibidor de corrosión por mencionar algunas [1].

2.6.2 Compatibilidad y solubilidad de los aditivos

Los aditivos son generalmente agregados en cantidades de 0.1 a 1 % peso, las formulaciones consisten en un 10% de aditivos aproximadamente, es imperante que este conjunto sea compatible entre sí y solubles en el lubricante, se consideran compatibles si los aditivos no reaccionan, y si las propiedades individuales son provechosas para el rendimiento del lubricante. Un aditivo o varios deberán disolverse, o formar mezclas coloidales sin asentarse [1].

2.6.3 Aditivos Lubricantes

Son químicos orgánicos u órgano-metálicos que se añaden a los aceites para mejorar el rendimiento del lubricante y la vida útil del aceite. Los aditivos cumplen con propósitos específicos como: Aumentar las características de fricción y desgaste, mejorar la resistencia a la oxidación, minimizar la corrosión, control de la contaminación, disminuir el punto de fluidez, incrementar la viscosidad

a altas temperaturas. La selección cuidadosa de los aditivos es efectiva en mejorar el rendimiento tribológico de un lubricante [1].

2.6.4 Aditivos de adsorción o de frontera

Son también conocidos como modificadores de fricción, controlan el tipo de adsorción del lubricante y son utilizados para prevenir el fenómeno de *stick-slip*, este tipo de aditivos en la lubricación al límite son de suma importancia. Estos tipos de aditivos generalmente consisten en un grupo carboxilo polar ($-OH$) en un extremo de la molécula que reacciona con las superficies en contacto a través de un mecanismo de adsorción para formar una película superficial. Las moléculas se adhieren a la superficie cargada por el grupo polar para formar una capa de moléculas, lo que reduce la fricción y el desgaste al tener un esfuerzo cortante interfacial bajo y un contacto de aspereza mínimo. Las películas de superficie o monocapas producidas sólo son efectivas en la lubricación límite a temperaturas relativamente bajas y cargas bajas [1].

2.6.5 Aditivos antidesgaste

Los aditivos antidesgaste (AW) reaccionan con la superficie de metal mediante un mecanismo de quimisorción, con superficies metálicas, creando una película protectora que resulta más duradera que la creada por los aditivos de adsorción o modificadores de fricción. Se agregan en concentraciones de 1-3%, Los principales aditivos pertenecientes a este grupo son el dialquilditiofosfato de zinc (ZnDDP), el tricresil fosfato, el lauril sulfato, el dimetil fosfato, el dibutil fosfato, el tributil fosfato y el triparacresil fosfato [1] [2].

2.6.6 Aditivos de Extrema Presión (EP)

Los aditivos de extrema presión tienen como objetivo reaccionar con la superficie del metal bajo cargas y/o velocidades extremas, ya que bajo estas condiciones se alcanzan temperaturas muy elevadas y la superficie del metal se calienta. Los aditivos de extrema presión (EP) contienen al menos un elemento no metálico (azufre, antimonio, yodo, cloro) que puede atacar la superficie del metal y crear una cubierta protectora sobre éste que reduce la fricción y el desgaste. Esta reacción se asemeja a una ligera corrosión, por lo que la concentración del aditivo es un factor crítico, si ésta

es elevada puede producirse una corrosión excesiva mientras que si es demasiado baja las superficies podrían no estar protegidas y darse el fallo [1] .

2.7 Normativa

La caracterización de las propiedades tribológicas se lleva a cabo con el seguimiento de normas específicas que nos indican el procedimiento a seguir y su aplicación. Algunas de estas normas que se usan para evaluar la fricción y el desgaste se mencionan a continuación.

En la Fig. 11 se muestran algunas de las configuraciones geométricas que existen para realizar pruebas tribológicas.

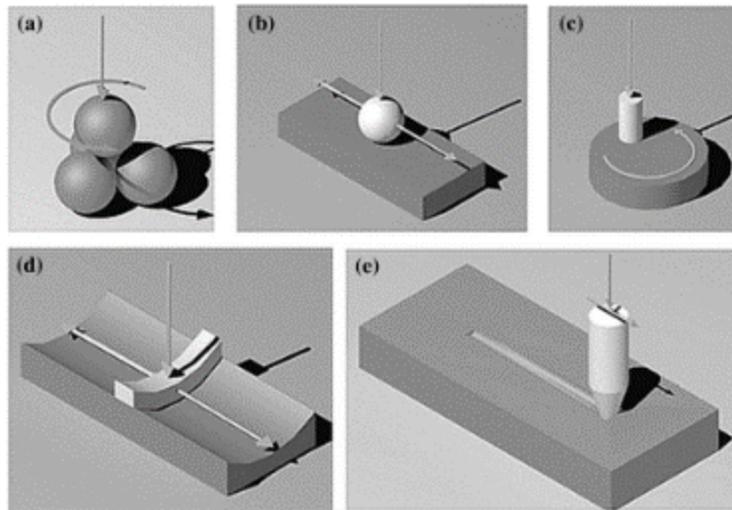


Fig. 11 Principales configuraciones geométricas usadas en tribómetros. a) cuatro bolas, b) esfera sobre placa, c) perno sobre disco, d) anillo-cilindro y e) perno sobre placa [5]

2.7.1 Norma ASTM-G99

Este método de prueba cubre un procedimiento de laboratorio para determinar el desgaste de los materiales durante el deslizamiento utilizando un equipo de perno sobre disco. Los materiales se prueban en pares en condiciones nominalmente no abrasivas, con este procedimiento se determina también el COF.

Para la prueba de desgaste perno sobre disco, se requieren dos especímenes. Un perno con una punta redondeada que se coloca perpendicular al otro, por lo general un disco circular plano. La

máquina de prueba hace que la muestra del disco o la muestra del perno gire alrededor del centro del disco. En cualquier caso, la trayectoria de deslizamiento es un círculo en la superficie del disco. La norma indica que los resultados del desgaste se informan como pérdida de volumen en milímetros cúbicos para el perno y el disco por separado [28].

2.7.2 Normas ASTM D4172

Este método de prueba cubre un procedimiento para hacer una evaluación preliminar de las propiedades antidesgaste de los lubricantes fluidos en contacto deslizante por medio de la Máquina de Prueba de Desgaste de Cuatro Bolas [29].

Su procedimiento consiste en sujetar juntas tres bolas de acero de 12,7 mm [1/2 pulgada] de diámetro y se cubren con el lubricante que se va a evaluar, una cuarta bola de acero del mismo tamaño de diámetro, denominada bola superior, se presiona con una fuerza de 147 o 392 N [15 o 40 kgf] en la cavidad formada por las tres bolas sujetas para un contacto de tres puntos. La temperatura del lubricante de prueba se regula a 75 °C [167 °F] y luego la bola superior se gira a 1200 rpm durante 60 min. Los lubricantes se comparan usando el tamaño promedio de los diámetros de las marcas desgastadas en las tres bolas sujetas inferiores [29].

Este método de prueba se puede utilizar para determinar las propiedades relativas de prevención del desgaste de los fluidos lubricantes en contacto deslizante bajo las condiciones de prueba prescritas [29].

2.8 Nanotecnología

Un nanómetro es una billonésima parte de un metro 10^{-9} , una nanopartícula puede ser considerada como un estado entre átomo, molécula y cuerpos menores a 100 nm, los nano materiales en estas dimensiones emiten propiedades específicas notables [30].

El término "Nanotecnología" se emplea para describir la creación y manipulación de materiales con características estructurales dentro de la escala nanométrica [31]. Es un campo multidisciplinario y emergente en el cual se conjuntan la física, la biología, la química, la ingeniería y las ciencias sociales. Su objetivo es entender, caracterizar, manipular y explotar las características físicas de la materia a la nanoescala, para generar innovaciones tecnológicas teniendo en

consideración su impacto social y ambiental [32]. La nanotecnología abarca la producción y aplicación de materiales a escalas que van desde los átomos o moléculas individuales hasta materiales con dimensiones de 100 nm (nanómetros) en sistemas biológicos, físicos y químicos. En la actualidad existen aplicaciones en la industria tradicional, como son los recubrimientos, pinturas, y aplicaciones novedosas de la nanotecnología como la fabricación de materiales inteligentes como son los biosensores [32].

2.9 Nanopartículas

Como aditivos las nanopartículas se consideran relativamente como una nueva clase. Se han considerado debido a sus diferentes propiedades, y comportamiento en los diferentes estudios a los que se las sometido, las NPs han potenciado ciertas características antidesgaste (AW), como aditivos de presiones extremas (EP) y modificadores de COF (FM), en la literatura se han mencionado cinco aspectos importantes de la NPs como aditivos, que son: (1) insolubles en bases no polares; (2) baja reacción con otros aditivos en el lubricantes; (3) alta probabilidad de formar capas en las diferentes superficies; (4) mayor durabilidad y (5) su alta probabilidad de no volatilizarse a altas temperaturas [5].

Las NPs han sido estudiadas por su forma, tamaño, estructura molecular, tipo de material entre otros, debido a la variedad de estas características se puede esperar comportamientos tribológicos diferentes de cada NP, que en combinación con las características del par tribológico, tales como la carga o la velocidad se pueden dar diferentes mecanismos de fricción, como se muestra en la Fig. 12, los diferentes mecanismos de fricción pueden ser rodadura, deslizamiento y exfoliación, este último se debe a la estructura de la NP, y la carga a la que es sometida.

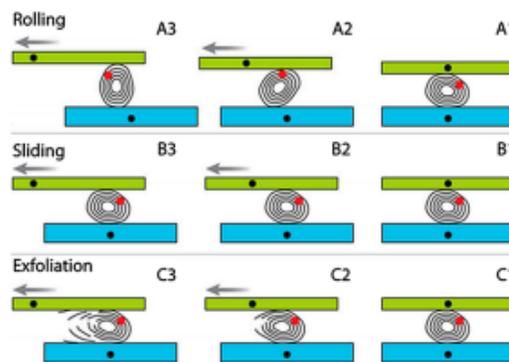


Fig. 12 Principales mecanismos de fricción de Nps [5]

2.9.1 Clasificación de nanopartículas

Las nanopartículas pueden ser clasificadas en diferentes tipos basado en sus aplicaciones, en su rendimiento tribológico, y por su uso en lubricantes, estas pueden ser: metálicas, óxidos metálicos, calcogenuros, a base de carbón, fullerenos inorgánicos, basados en boro, cerámicos, compuestos y polímeros, se subdividen conforme a su forma, a su tamaño y su procedencia [5].

2.9.2 Uso de Nanopartículas como aditivos AW y EP

Utilizar nanopartículas como aditivos en aceites lubricantes ha dado resultados que mejoran los sistemas donde se utilizan, las nanopartículas pueden depositarse en las irregularidades superficiales y formar una capa resistente al desgaste. La reducción del tamaño de partícula hasta escala nanométrica pone de manifiesto varias propiedades especiales tales como efectos de AW, EP [4].

Se genera una película protectora muy fina, la cual contribuye a la disminución de la fricción y el desgaste. Adicionalmente este tipo de partículas de tamaño nanométrico no quedan retenidas en los filtros. No obstante, se ha encontrado que partículas nanométricas de cierta dureza pueden actuar bajo ciertas condiciones como agentes abrasivos [5, 6, 9, 4] .

2.10 Consideraciones en la preparación del nano lubricante

El aspecto más importante al adicionar NPs en los lubricantes, es considerar la capacidad de las NPs de mantenerse dispersas en un líquido por el movimiento browniano, ya que pueden aglomerarse y caer al fondo de los recipientes que contienen el nanolubricante, afectando la lubricación por el incremento del desgaste y de la fricción. El tamaño de las Nps también interfiere en la lubricación ya que sí entre más pequeñas, hay mayor posibilidad de que creen un efecto de reparación de las superficies y por consecuencia la reducción del desgaste, existen otros aspectos importantes que se enlistan y explican a continuación.

2.10.1 Estabilidad de dispersión

Las nanopartículas en el lubricante pueden pegarse y formar aglomerados, que pueden asentarse en el fondo, la aglomeración de nanopartículas da como resultado no solo la sedimentación sino también la pérdida de protección contra el desgaste y la capacidad de reducción de la fricción, una escasa estabilidad de la dispersión puede producir sedimentación y obstrucción. Por lo tanto, la estabilidad de la dispersión es necesaria para un rendimiento de lubricación confiable esto significa que las partículas no se acumulan a un ritmo significativo [5].

2.10.2 Métodos de análisis de la estabilidad de dispersión

Se han desarrollado diferentes técnicas para evaluar la dispersión de NPs en nanolubricantes, algunas de las más comunes y usadas en las investigaciones se describen a continuación.

2.10.2.1 Método de sedimentación

Es un método que consiste en la observación de las mezclas, durante las horas y días siguientes a la dispersión de las nanopartículas en el lubricante.

Tiene la desventaja de requerir de mucho tiempo para adquirir resultados y se deben de mantener las mismas condiciones de volumen, temperatura y condiciones ambientales para todas las muestras. Este método de análisis se concluye con la aparición de la sedimentación observada a simple vista, es decir, cuando las nanopartículas se depositan en el fondo del recipiente [5].

2.10.2.2 Espectrofotometría

Es un método comúnmente utilizado para evaluar la estabilidad de los nano lubricantes, se utilizan mediciones de absorbancia espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-vis) para caracterizar la estabilidad coloidal de las dispersiones. Es un método fácil y confiable para evaluar la estabilidad de la dispersión dado que los nano materiales dispersos en fluidos tienen bandas de absorción características en el rango de longitud de onda de 190-1100 nm [5].

2.10.2.3 Análisis de Zeta Potencial

En este método la estabilidad de dispersión se mide en términos de la diferencia de potencial entre el medio de dispersión y la capa estacionaria de fluido adherida a la partícula dispersa. Cuanto mayor sea el valor de potencial zeta (negativo o positivo), mejor será la estabilidad eléctrica de la dispersión. Los valores bajos de potencial zeta muestran una mayor tendencia a la aglomeración. En general, un valor de 25 mV (positivo o negativo) se puede tomar como valor de referencia para decidir la estabilidad de la suspensión [5].

2.10.2.4 Micrografía metalográfica

Es una variante del método de sedimentación con la diferencia de que por este método solo se analiza una gota, esta se dejará reposar a temperatura ambiente y será analizada con un microscopio capaz de observar a escalas nanométricas [5].

2.10.3 Concentración de nanopartículas

La adición de nanopartículas en pequeñas o grandes cantidades que puede ir desde 0.05% hasta 1% peso, puede causar efectos nocivos por fricción o desgaste. Una adecuada concentración depende de factores cruciales tales como el método y el tiempo de dispersión, el rol de la nanopartícula y las condiciones tribológicas [5, 6, 9, 4].

2.10.4 Tamaño de la nanopartícula

El rendimiento tribológico de los nano lubricantes tiene una relación directa con el tamaño de las nanopartículas, la dimensión puede ayudar a penetrar las superficies de fricción [6], cumpliendo con algún mecanismo de lubricación de las nanopartículas [5].

Las propiedades mecánicas intrínsecas de las nanopartículas como la dureza están determinadas por su tamaño que a su vez afecta el comportamiento tribológico. Para materiales con un tamaño de 100 nm o más, la dureza aumenta con la reducción del tamaño de las partículas, esto puede resultar en rayado y abolladura [4]

2.10.5 Forma y estructura de las nanopartículas

La forma de la nanopartícula corresponde a la presión experimentada por las nanopartículas al someterlas a carga. Las nanopartículas de forma esférica muestran una alta capacidad de carga y características EP debido a su efecto de rodadura, la razón de este comportamiento está basado en el contacto entre la nanopartícula y la superficie lubricada, la forma esférica de las nanopartículas da como resultado un contacto puntual con la superficie. El contacto de línea está asociado con las nano hojas, mientras que el contacto plano es la característica de las nano plaquetas [4].

2.10.6 Mecanismos de lubricación de nanopartículas

En los sistemas tribológicos, donde se han evaluado el comportamiento de las nanopartículas, se han observado los principales mecanismos de lubricación que las nanopartículas realizan. Estos mecanismos son micro pulido o suavizado de las superficies, formación de tribocapas por adsorción o absorción, reparación de superficies y rodadura. Y están relacionados intrínsecamente con las propiedades físicas de la nanopartícula [5, 4].

2.11 Propiedades del Al_2O_3

La alúmina u óxido de aluminio (Al_2O_3) es un material cerámico muy versátil, económico y con buenas propiedades térmicas y mecánicas. Sus propiedades la hacen especialmente apta para aplicaciones en donde la temperatura es un factor crítico, además de su relativa facilidad para adaptarse a diversos trabajos y usos. El óxido de aluminio existe en la naturaleza en forma de corindón y de esmeril. Ciertas piedras preciosas, como el rubí, el zafiro, son formas de alúmina coloreadas por indicios de óxidos de metales pesados [30].

La alúmina se utiliza para contener metal fundido o para operar a altas temperatura, donde se requiera buena resistencia, también se utiliza la alúmina como sustrato aislante para soporte de circuitos integrados, una aplicación clásica es el aislante de las bujías. Igualmente, se han descubierto algunas aplicaciones únicas en uso dental y médico [30].

Las nanopartículas de óxido de aluminio son de los principales materiales usados en ingeniería de nanopartículas. Estas nanopartículas son conocidas por su alta dureza y excelentes propiedades de abrasión y tienen amplias aplicaciones industriales tales como agentes abrasivos, aislantes y

catalizadores. El uso de nanopartículas de óxido de aluminio en recubrimientos también se ha estudiado ampliamente [30], y se han aplicado nanopartículas de óxido de alúmina como aditivos lubricantes, sus mecanismos de lubricación son similares a los de los nano materiales metálicos, incluyendo la formación de películas de adsorción, efecto de rodadura y efecto de sinterización o reparación, y los mecanismos principales mecanismos de lubricación que han presentado son cambiar el mecanismo de fricción de deslizante a rodadura [6].

2.12 Técnicas de caracterización

Una amplia y adecuada caracterización de las nanopartículas es esencial para perfeccionar las rutas de síntesis, comprender la interacción entre las nanopartículas y el compuesto. La morfología de las muestras se ha estudiado mediante diferentes técnicas, como las que se mencionan:

Microscopía electrónica de barrido (SEM, Scanning Electron Microscopy) los microscopios electrónicos de barrido cuentan con un filamento que genera un haz de electrones para iluminar la muestra y con diferentes detectores se recogen después los electrones generados de la interacción con la superficie de la misma para crear una imagen que refleja las características superficiales de la misma, pudiendo proporcionar información de las formas, texturas y composición química [33].

Microscopía electrónica de transmisión (TEM, Transmission Electron Microscopy) al igual que en SEM hay un haz de electrones, la diferencia entre estos dos métodos o equipos radica que en TEM los electrones que penetran a través de la muestra son utilizados para la formación de la imagen en SEM se usan los electrones reflejados por la muestra [34].

Difracción de rayos X (XRD, X-Ray Diffraction), Se obtiene una identificación completa y sin ambigüedad de un compuesto, también permite conocer la conectividad exacta de los átomos del compuesto, así como las distancias y los ángulos y determinar la densidad electrónica del compuesto estudiado [35].

Espectroscopia Raman, se basa en el examen de la luz dispersada por un material a incidir sobre él un haz de luz monocromático, el láser que se ocupara suele estar dentro del espectro electromagnético ultravioleta, luz visible o infrarrojo cercano, para mayor simplicidad se usa una

láser monocromático IR cercano [36]. El efecto Raman ocurre cuando el fotón dispersado tiene distinta frecuencia que el fotón incidente, pueden ser dispersión Raman-Stokes a la dispersión inelástica donde el fotón pierde energía, es decir, le ha cedido energía a la molécula que ha impactado y la radiación impactada es menor a la que incide. Se le denomina Raman-antiStokes al efecto de dispersión inelásticas donde el fotón gana energía, el fotón ha tomado energía de la molécula que ha impactado, la radiación dispersada es mayor que la incidente [36]. Esta es una técnica de análisis que se realiza directamente sobre el material a analizar, es una prueba no destructiva que se puede realizar en polvos, líquidos, geles, componentes acuosos, compuestos orgánicos e inorgánicos y muestras biológicas, sustancias químicas y en metales oxidados [36] [37]. Es una prueba tanto cualitativa como cuantitativa lo que nos permite identificar su composición química, o tipo de material, la intensidad de las bandas permite realizar estudios cuantitativos.

Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR, Fourier-transform infrared spectroscopy), la radiación infrarroja pasa a través de un divisor de haz; posteriormente parte de la radiación se dirige al espejo fijo y la otra se refleja hacia un espejo en móvil. La interferencia de la radiación IR producida por dos haces produce un interferograma. Cada longitud de onda tiene su onda coseno, y debido a que la radiación infrarroja es policromática, al detector llega la suma de todas estas ondas coseno. Teniendo en cuenta este hecho, podemos observar como el interferograma contiene la información espectral en el dominio del tiempo. Aplicando la transformada de Fourier este interferograma produce un espectro en el dominio de las longitudes de onda [38].

En la espectroscopia infrarroja, un fotón es absorbido directamente para inducir una transición entre dos niveles vibracionales. Las transiciones infrarrojas se observan solamente entre niveles de energía vibracional adyacentes y por lo tanto tienen una frecuencia. En infrarrojo los modos vibracionales activos surgen de un cambio en el momento dipolo (μ) de la molécula [39].

Absorción de rayos X (XAS, X-Ray Absorption Spectroscopy) Las técnicas de espectrometría de rayos X se utilizan para realizar el análisis elemental, químico, cristalográfico, estructural y dinámico de una amplia gama de materiales que cumplen una gran variedad de requisitos.

Aunque estas técnicas permiten alcanzar una resolución espacial excepcional (de algunas decenas de nanómetros), también se pueden usar para analizar y obtener imágenes de grandes superficies, de hasta varios metros cuadrados [40].

2.13 Propiedades de los aceites de los aceites de *Jatropha Curcas* y aceite de sésamo

En la Tabla 2, se muestran las características físico-químicas generales de los aceites.

Tabla 2 - Propiedades del aceite *Jatropha curcas* [41] y Propiedades del aceite de sésamo [18, 19, 17, 42, 43]

<i>Propiedad</i>	<i>Valor</i>	
	<i>Jatropha C</i>	<i>Sésamo</i>
Gravedad específica (g cm ⁻³)	0.860 - 0.933	0.915 - 0.923
Valor Calorífico (MJ kg ⁻¹)	37.83 - 42.05	37.43
Punto de Fluidez °C	-3	-14.67
Punto de Nube °C	2	
Punto de Inflamación °C	210 – 240	230
Valor Cetano	38.0 – 51.0	
Índice de Saponificación (mg KOH g ⁻¹)	102.9 – 209.0	189 – 191
Viscosidad (cSt)	37.0 – 54.8 (30°C)	34.63 (40°C)
Ácidos Grasos Libres % (kg kg ⁻¹ x100)	0.18 – 3.40	0.40-0.414
Índice de Yodo (mg I g ⁻¹)	92.0 – 112.0	106.73-110.8
Índice de Acidez (mg KOH g ⁻¹)	0.92 – 6.16	0.45 – 2.97

2.14 Composición de general de los aceites bio-base y contenido de ácidos grasos de los aceites *Jatropha curcas* L. y sésamo

La composición de los aceites derivados de plantas varía según el tipo de planta como de las condiciones donde se produce tales como el tipo de tierra, las condiciones climáticas, la cantidad

de sol que reciben y la estación. Los aceites extraídos están principalmente conformados por triglicéridos hasta en un 98 % y otros componentes en menor cantidad. La composición química de estos ácidos grasos se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3 - Composición general de aceites vegetales [3]

Componente químico	%
Triglicéridos	98
Diglicéridos	0.5
Esteroles	0.3
Ácidos grasos libres	0.1
Tocoferoles	0.1

Se muestra el contenido de ácidos grasos de los aceites en las Tabla 4 y Tabla 5

Tabla 4 - Composición de ácidos grasos del aceite *Jatropha curcas* [44]

Ácido graso	Fórmula molecular Abreviación		%
Palmítico	$C_{16}H_{32}O_2$	C16:0	1.79
Cis-9-Oleico	$C_{18}H_{34}O_2$	C18:1	14.78
Linoleico	$C_{18}H_{32}O_2$	C18:2	2.17
Cis-11,14-Eicosadienoico	$C_{20}H_{36}O_2$	C20:2	0.6
Cis-8,11,14-Eicosatrienoico	$C_{20}H_{34}O_2$	C20:3	80.66

Tabla 5 - Composición de ácidos grasos del aceite sésamo [45]

Ácido graso	Fórmula molecular Abreviación		%
Palmítico	$C_{16}H_{32}O_2$	C16:0	13.1
Esteárico	$C_{18}H_{34}O_2$	C18:0	3.9
Cis-9-Oleico	$C_{18}H_{34}O_2$	C18:1	52.8
Linoleico	$C_{18}H_{32}O_2$	C18:2	30.1

CAPÍTULO 3

MATERIALES Y METODOLOGÍA

Para proporcionar una descripción general de este estudio de investigación, los detalles secuenciales de las principales actividades de investigación se enumeran en el diagrama de flujo que se muestra en la Fig. 13.



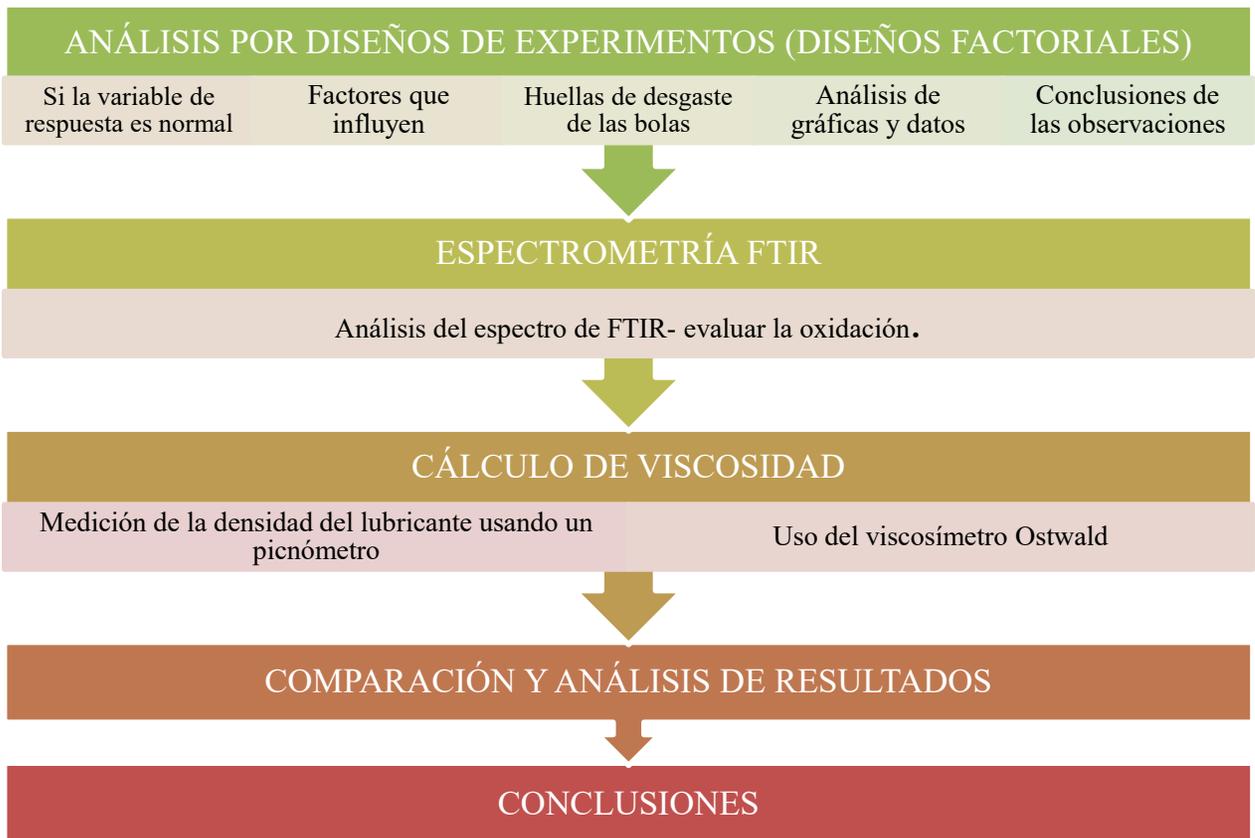


Fig. 13 Esquema general de la metodología usada en la investigación

3.1 Caracterización de las nanopartículas de óxido de aluminio $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Antes de la preparación de las mezclas se realizó la caracterización de las nanopartículas. Son nanopartículas comerciales de óxido de aluminio $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, las nanopartículas forman aglomerados en la Fig. 14, se muestra una micrografía en la que es visible la unión de las nanopartículas. La morfología y tamaño de las nanopartículas de alúmina (Al_2O_3), se obtuvieron vía SEM. Presentan un tamaño de 50 a 80 nm, y una morfología esférica esta puede ser observada en la Fig. 15. [46]. La caracterización, se realizó con un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7800F con la técnica de electrones secundarios, con la cual se obtiene la topografía de las nanopartículas. Y se llevó a cabo en el laboratorio de física de la UNAM, en la CDMX, los resultados obtenidos de dicha caracterización se han tomado de un trabajo publicado anteriormente [46].

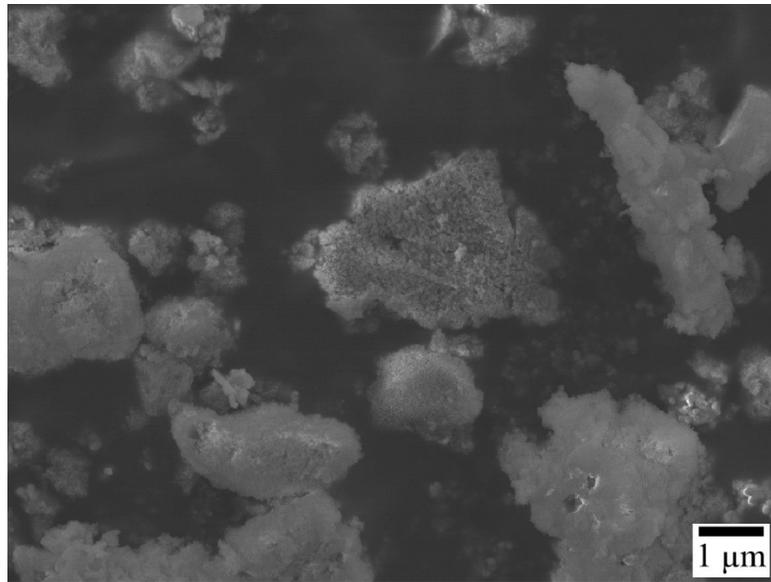


Fig. 14 Micrografía vía SEM, aglomerados[42].

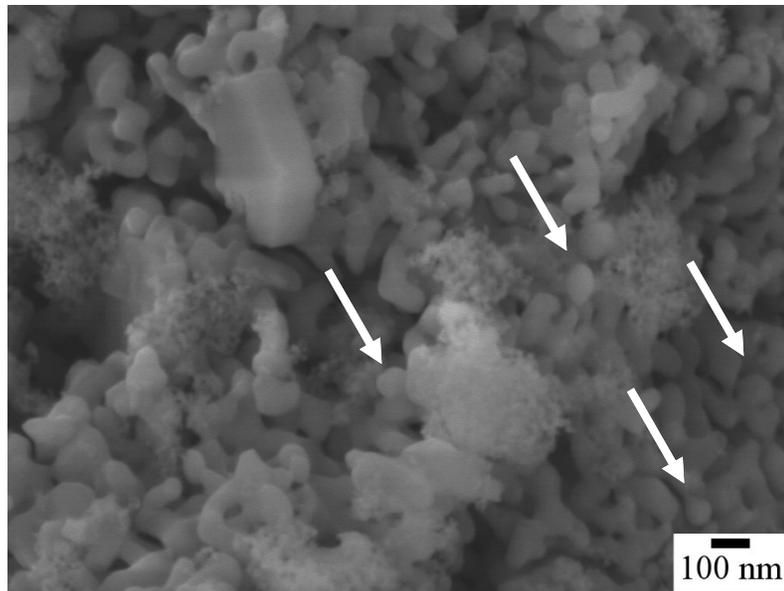


Fig. 15 Micrografía vía SEM de nanopartículas de Al_2O_3 forma esférica [42]

3.2 Aceites sésamo y *Jatropha curcas* L.

En la Tabla 2, se mostraron las propiedades generales de los aceites que serán utilizados en esta investigación. En las Tabla 3, Tabla 4 y Tabla 5 se presenta la composición general de los aceites bio-base, así como la composición de ácidos grasos de cada tipo de aceite. El aceite de sésamo, se adquirió ya procesado de Farmacia Paris en la CDMX. El aceite de *Jatropha* fue donado por el departamento de tribología del IPN.

3.3 Concentración de nanopartículas

La preparación de una solución requiere de calcular las medidas de soluto en el solvente que determinará la concentración de la solución. Por lo que se realizaron los cálculos pertinentes para determinar la cantidad en gramos de $\gamma-Al_2O_3$ que se agregó en los aceites de sésamo y *Jatropha curcas* L, en unidades físicas peso/peso para realizar soluciones con concentraciones de 0.25%, 0.5 % y 1%.

Para esta parte del proceso se calculó la densidad del solvente (aceites sésamo y JC) con un picnómetro, mostrado en la Fig. 16. La densidad de los aceites se calculó con la ecuación:

$$\rho_2 = \frac{m_2}{m_a} \rho_a \quad \text{Ec. 6}$$

Donde:

ρ_2 = densidad del aceite

m_2 = masa del aceite

ρ_a = densidad del agua ($1 \frac{kg}{m^3}$)

m_a = masa del agua

Posteriormente la concentración de nanopartículas se determinó por la siguiente ecuación:

$$\%(peso) = \frac{P_s}{P_s + P_d} (100) \quad \text{Ec. 7}$$

Donde:

P_s = Peso del soluto (nanopartículas)

P_d = Peso del disolvente (aceite)

La preparación de mezclas, se realizó en el laboratorio de posgrado, del Instituto Tecnológico de Pachuca, en la ciudad de Pachuca, Hgo.



Fig. 16 Picnómetro. Cálculo de la densidad de los aceites

3.4 Desarrollo de los nano lubricantes bio-base

El diseño de los experimentos se basó en un enfoque de diseño factorial en el que se utilizaron dos diferentes aceites bio-base *Jatropha curcas* L. y sésamo, con tres concentraciones de nanopartículas en 0.25, 0.5 y 1% peso. En la Fig. 17, se muestra el procedimiento de preparación del lubricante.

En 50 mL de aceite bio base se incorporó el soluto en las cantidades calculadas con las ecuaciones anteriores y pesadas con ayuda de la balanza analítica, así se formaron los nanocompuestos con las concentraciones deseadas y se procedió a la dispersión de las nanopartículas.

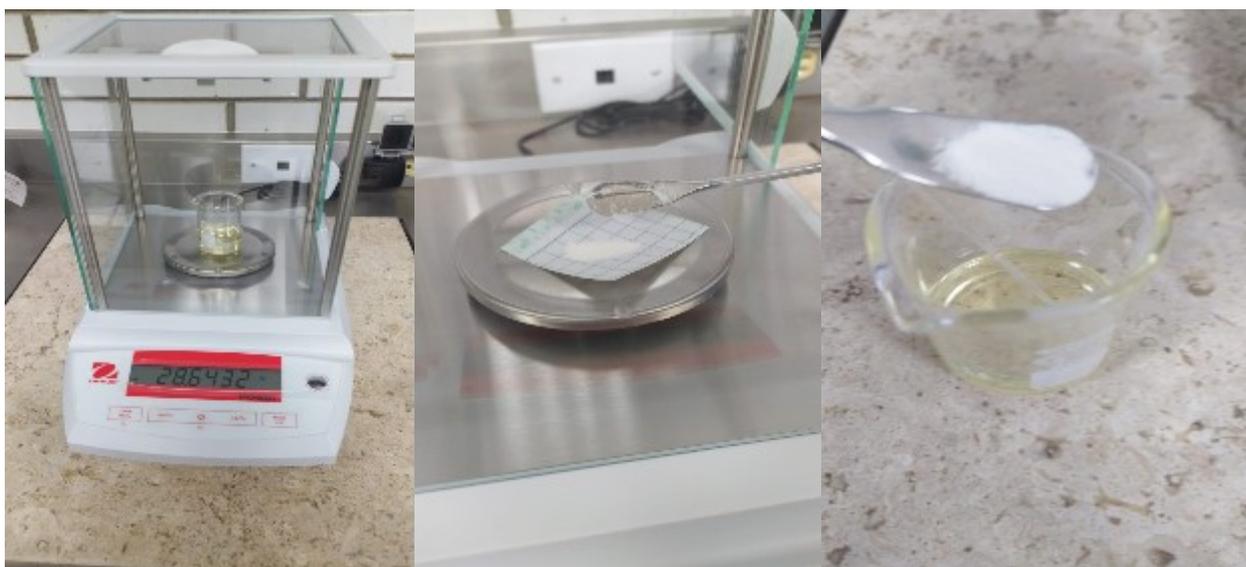


Fig. 17 Procedimiento de preparación de nano lubricantes bio-base

3.5 Dispersión de nanopartículas

Los nano lubricantes deben mantenerse estables para conservar su efectividad [4], es decir, evitar la aglomeración y la decantación de las nanopartículas, esto se evita por medio de procesos químicos o mecánicos con los que se logra que las nanopartículas puedan permanecer en suspensión. El procedimiento utilizado fue mecánico, la dispersión de las nanopartículas de óxido de aluminio ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) en los biolubricantes se realizó con una tina ultrasónica, la duración del baño ultrasónico fue de 30 minutos a temperatura ambiente, el procedimiento consiste en introducir el nanocompuesto previamente agitado y tapado para evitar la contaminación de la mezcla en la tina ultrasónica como se muestra en la Fig. 18. Posteriormente someterlo a la agitación ultrasónica. El equipo que se usó es una Ultrasonic Cleaner, Cole-Parmer 8848, este procedimiento se llevó a cabo en el laboratorio de posgrado, del Instituto Tecnológico de Pachuca, en la ciudad de Pachuca, Hgo.



Fig. 18 Dispersión de nanopartículas en tina ultrasónica del aceite de sésamo con una concentración de 0.25%

3.6. Evaluación de estabilidad de la dispersión (homogeneización)

La capacidad de dispersión de las muestras fue evaluada midiendo el espectro de absorbancia óptica (Técnica de espectrofotometría UV-vis) y con el método de sedimentación. Para la técnica de espectrofotometría que se usó en la evaluación del aceite JC se usó el equipo Cary 5000 UV-vis NIR [36].

Las Fig. 19 y 20, muestran por el método de sedimentación, como las nanopartículas en los aceites se han ido depositando en el fondo de los recipientes que los contienen, esto se realiza para

todas las concentraciones. La Fig. 19 fue tomada después de 360 hrs [39]. La Fig. 20 después de 332 hrs. Las condiciones de este método son: después de la dispersión permanecieron estáticas, a una temperatura ambiente, en un lugar cerrado.

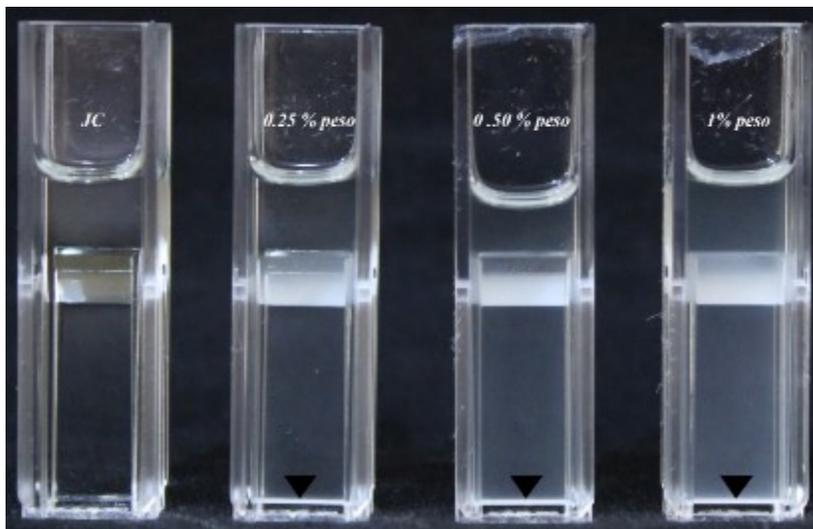


Fig. 19 Método de sedimentación, nanopartículas dispersas en aceite *Jatropha curcas L.*

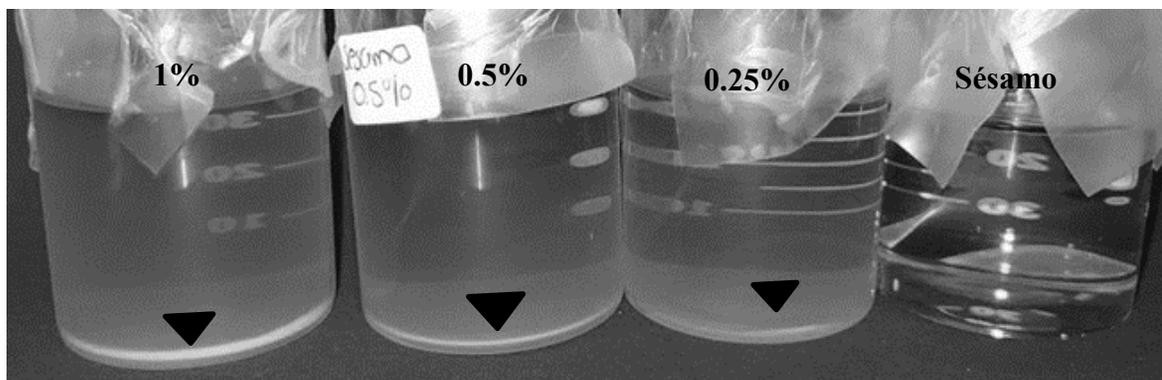


Fig. 20 Método de sedimentación, nanopartículas dispersas en aceite de sésamo

3.7 Matriz de experimentos

En la Tabla 6 se indica la matriz de experimentos que se utilizó en la máquina perno sobre disco. De esta evaluación tribológica, se seleccionaron los nanocompuestos que redujeron el desgaste y el COF, estos se sometieron a la evaluación tribológica en la máquina de cuatro bolas, para determinar la capacidad antidesgaste de los nanolubricantes comparado con el aceite base.

3.8. Pruebas tribológicas

Las pruebas tribológicas realizadas son bajo la normativa ASTM G99 - prueba de desgaste con geometría perno sobre disco [28], y la ASTM D4172 prueba de capacidad de lubricación de un aceite con una máquina de cuatro bolas [29]. A continuación, se describe la metodología que se siguió para realizar las pruebas mencionadas.

3.8.1 Prueba de desgaste en un equipo perno sobre disco

Las pruebas se realizaron sobre dos superficies, aluminio 6061 y acero 1018, dos materiales con diferentes propiedades mecánicas, el procedimiento para realizar estas pruebas se describe a continuación.

3.8.1.1 Características de la máquina perno sobre disco

Las especificaciones de la máquina se indican en la Tabla 6 - Matriz de experimentos y en la Fig. 21 se muestra una imagen de la máquina perno sobre disco que se usó en este proyecto de tesis.

Tabla 6 - Matriz de experimentos

<i>Aceite</i>	<i>Concentración peso</i>	<i>% Material probetas</i>	<i>de</i>	<i>Carga aplicada 15.6 N</i>	<i>Carga aplicada 24.5 N</i>
<i>Jatropha Curcas</i> L.	Puro	Acero 1018		x	x
		Aluminio 6061		x	x
	0.25	Acero 1018			x
		Aluminio 6061		x	x
	0.5	Acero 1018			x
		Aluminio 6061		x	x
	1	Acero 1018		x	x
		Aluminio 6061		x	X

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

Sésamo	Puro	Acero 1018	x	x
		Aluminio 6061	x	x
	0.25	Acero 1018	x	x
		Aluminio 6061	x	x
	0.5	Acero 1018		x
		Aluminio 6061	x	x
1	Acero 1018		x	
	Aluminio 6061	x	x	

Tabla 7 - Especificaciones máquina perno sobre disco

<i>Propiedad</i>	<i>Valor</i>
Velocidad máx.	200 rpm
Carga máxima	1 kg, 48 N
Frecuencia	60 Hz



Fig. 21 Máquina perno sobre disco, utilizada para pruebas de desgaste y fricción.

El equipo consiste en un brazo de palanca (1) que sujeta al perno (2) manteniéndolo en contacto con el disco (3), la carga (4) se puede variar al aplicar peso hasta de 1 kg al final del brazo. El disco, se sujeta por medio de un tornillo y el movimiento se genera por medio de un motor de velocidad variable (5). La fuerza de fricción entre el disco y el perno se mide y registra mediante una celda de carga (6) y un programa de adquisición de datos. [47] En la Fig. 22 [47] se muestra un esquema del equipo.

La máquina está diseñada para usar probetas con un diámetro de 50 mm, y realiza una huella de desgaste a un radio de 20 mm.

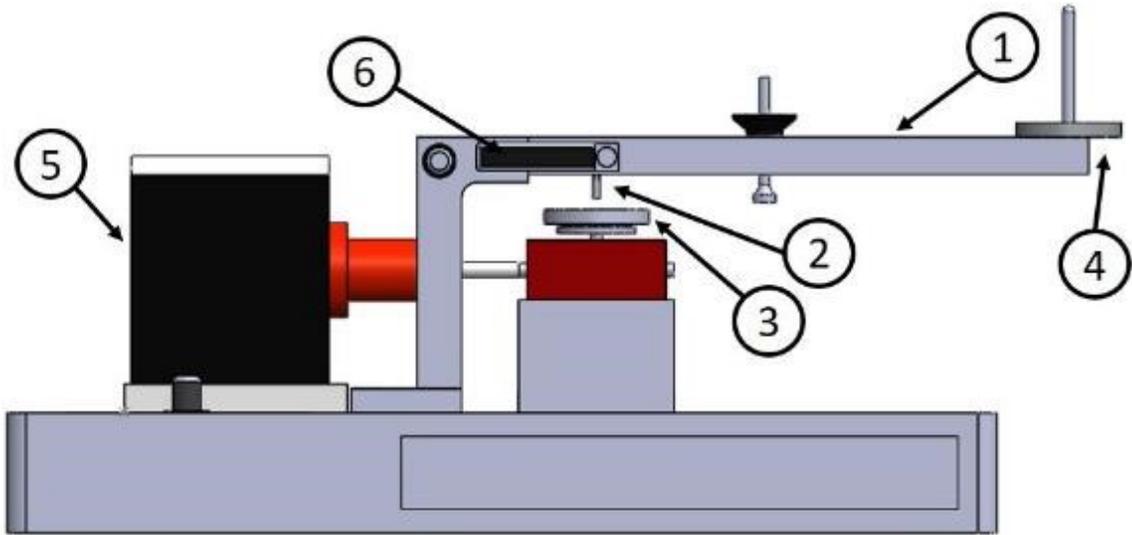


Fig. 22 Esquema del tribómetro perno sobre disco [43] brazo de palanca (1), perno (2), disco (3), carga (4) motor de velocidad variable (5) y celda de carga (6)

3.8.1.2 Preparación de las probetas

Las probetas utilizadas corresponden a dos materiales, acero 1018 y aluminio 6061. Se maquinaron con las dimensiones indicadas en la Fig. 23 y Fig. 24, correspondientes a las dimensiones generales de las probetas perno y disco que son utilizadas en la máquina. Las probetas de aluminio se usan con el acabado de maquinado, mientras que las probetas de acero, tiene un acabado espejo.

Se evalúa el comportamiento tribológico de los lubricantes tomando en cuenta el material de las probetas. En un proceso tribológico interfieren factores como la superficie de los cuerpos en contacto, como sus características del material, el acabado y las rugosidades de estos. En la Tabla 8, se muestran las características de dureza y rugosidad de las probetas.

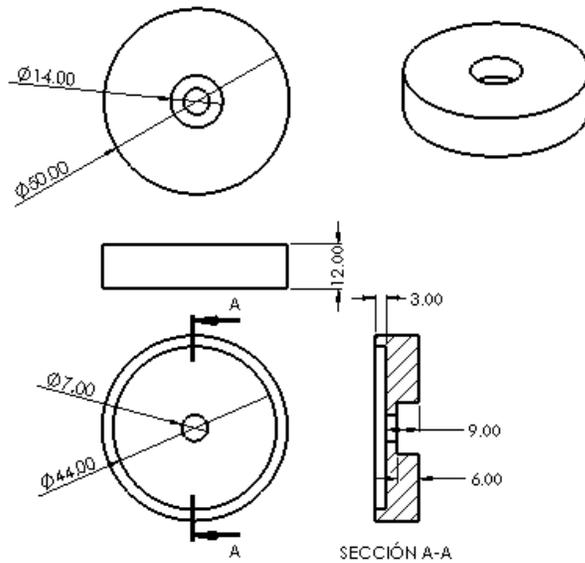


Fig. 23 Dimensiones de la probeta disco [38]

Tabla 8 - Propiedades de dureza y rugosidad de probetas

<i>Probetas</i>	<i>Material</i>	<i>Dureza (HV)</i>	<i>Rugosidad (Ra)</i>
Perno / Disco	Aluminio 6061	102.443	0.33 μm
Perno / Disco	Acero 1018	131	0.014 μm

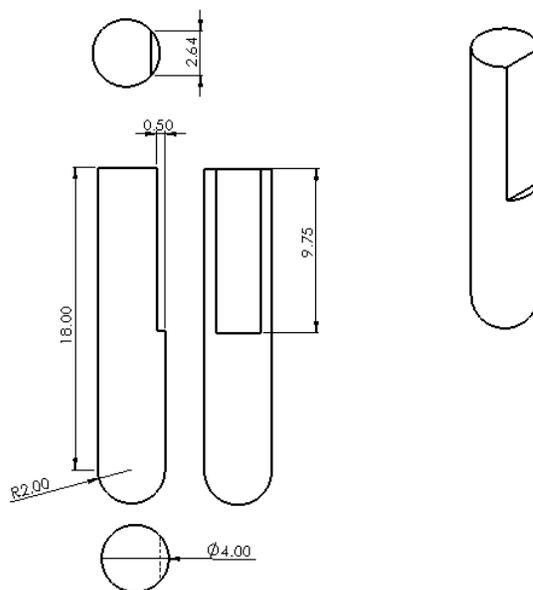


Fig. 24 Dimensiones de la probeta Perno [38]

Antes de iniciar las pruebas tribológicas las probetas de ambos materiales fueron lavadas en acetona en un baño ultrasónico, para eliminar cualquier impureza que pudiese interferir con la prueba tribológica, procedimiento mostrado en la Fig. 25.



Fig. 25 Procedimiento- Limpieza de probetas antes de las pruebas tribológicas

Después de la limpieza con baño ultrasónico, se realizó la medición y registro del peso de las probetas utilizando una balanza analítica marca Ohaus modelo Pioneer. Este dato posteriormente se usó para evaluar el desgaste por pérdida de masa. Este procedimiento se realiza al finalizar la prueba tribológica.

3.8.1.3 Parámetros de la prueba

Los parámetros de la prueba se establecen para determinar la capacidad de lubricación que tienen los aceites bio-base a baja carga y velocidades mínimas. En la Tabla 9 se listan los parámetros a los que se efectuaron las pruebas tribológicas

Tabla 9 - Parámetros de prueba tribológica

<i>Propiedad</i>	<i>Valor</i>
Carga	15.6 N, 24.8 N
Humedad	40% a 60%
Temperatura	16 °C a 18 °C
Diámetro de pista	40 mm
Velocidad de deslizamiento	0.25 m/s
Tiempo	10 min
Cantidad de lubricante	0.05 ml

Estas pruebas, se realizaron en el laboratorio de metalografía; en el Instituto Tecnológico de Pachuca, en la ciudad de Pachuca, Hgo.

3.8.2 Prueba en la máquina de cuatro bolas

Las pruebas realizadas en la máquina de cuatro bolas se realizaron bajo la norma ASTM D-4172 para determinar la capacidad antidesgaste los lubricantes, con esta prueba se evaluaron los aceites bio-base sin aditivo y el nanolubricantes con concentración de 0.25% y 1%. Por lo que los nanocompuestos que se evaluaron son el aceite JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al_2O_3 y, el aceite de sésamo con una concentración de 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , esto siguiendo los parámetros de las pruebas establecidos en la norma ASTM D-4172 y, con una modificación a la norma, dicho cambio consistió en realizar las pruebas a temperatura ambiente.

En la Fig. 26 se muestra la máquina de cuatro bolas, en la cual se realizaron las pruebas, este equipo se encuentra en el laboratorio de Tribología de la SEPI ESIME Zacatenco del Instituto Politécnico Nacional en la Ciudad de México.



Fig. 26 Máquina de cuatro bolas del grupo de Tribología de la SEPI ESIME Zacatenco.

3.8.2.1 Características de la máquina de cuatro bolas

Su objetivo principal es la caracterización de la capacidad antidesgaste de lubricantes líquidos como los aceites y semisólidos como las grasas. La máquina consiste en un arreglo de 4 bolas acomodadas dentro de un vaso de pruebas en donde la cuarta bola rota en condiciones específicas de velocidad, temperatura, carga y tiempo, ver Fig. 27. Con este equipo se realizan dos tipos de pruebas, la prueba de desgaste o no extrema presión y la prueba de soldadura o extrema presión. En este estudio se realizó solo la prueba de desgaste [48].

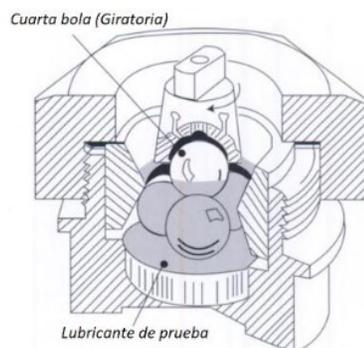


Fig. 27 Arreglo tetraédrico de los ensayos de cuatro bolas [48]

El equipo también consta de instrumentación para controlar los parámetros establecidos en la norma ver Fig. 28. [48]

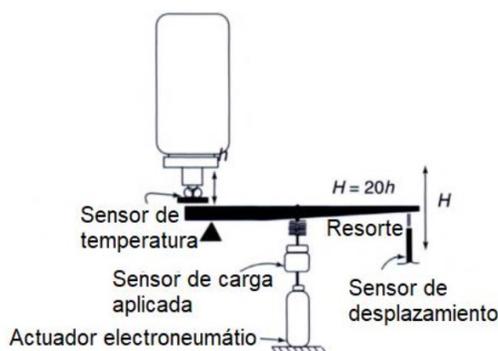


Fig. 28 Instrumentación especial de la máquina de cuatro bolas [48]

3.8.2.2 Preparación de las probetas

Las probetas utilizadas son de acero aleado al cromo, fabricadas con acero AISI E-52100, con un diámetro de 12.7 mm, Grado 25 extra pulido, con una dureza que debe ser de 64 a 66 Rockwell C. Las probetas se limpiaron con acetona para eliminar cualquier residuo no deseado.

3.8.2.3 Parámetros de la prueba

Los parámetros de las pruebas se realizaron inicialmente siguiendo los parámetros de las Norma ASTM D4172, conforme a los resultados obtenidos se decidió realizar las mismas pruebas modificando el parámetro de temperatura, por lo que la segunda evaluación se realizó a temperatura ambiente, en las Tabla 10 y Tabla 11 se presentan los parámetros de las pruebas.

Tabla 10 - Parámetros de prueba

Parámetros de prueba (Norma ASTM D 4172; Opción B)	
Carga	40 ± 0.2 Kgf
Temperatura	75 ± 2 °C
Velocidad	1200 ± 60 RPM
Duración	60 ± 1 Mín.

Tabla 11 - Parámetros de prueba, modificación a la norma

Parámetros de prueba (Modificación a la Norma ASTM D 4172)	
Carga	40 ± 0.2 Kgf
Temperatura	25 ± 2 °C
Velocidad	1200 ± 60 RPM
Duración	60 ± 1 Mín.

3.9 Caracterización del desgaste y coeficiente de fricción

Se calculó el volumen de desgaste con la Ec. 8, extraída de la ASTM G99 para calcular volumen de desgaste. Para este proceso inicialmente se pesaron los pernos y discos con una balanza analítica, después de las pruebas tribológicas, las probetas se pesaron nuevamente, así se determinó la cantidad de material que perdieron. Este equipo está en el Instituto Tecnológico de Pachuca, en el laboratorio de posgrado, en Pachuca Hidalgo

$$\text{volumen desgastado (mm}^3\text{)} = \frac{\text{masa perdida (g)}}{\text{densidad } \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}\right)} \times 1000 \quad \text{Ec. 8}$$

Los resultados de COF y volumen de desgaste se graficaron y analizaron con el software OriginPro 8 y con ayuda de Microsoft Excel. Se realizó un análisis comparativo para determinar el efecto de las nanopartículas en la respuesta tribológica.

3.9.1 Microscopía óptica y perfilometría de la huella de desgaste

Se evaluó la huella de desgaste de las probetas de disco y perno, por microscopía óptica y se observaron los principales mecanismos de desgaste, se utilizó un microscopio óptico Olympus GX41 equipado con una cámara Infinity 1. Este equipo se encuentra en el laboratorio de metalografía, en el Instituto Tecnológico de Pachuca, Pachuca; Hgo.

Por último, se midió el ancho de huella y profundidad en las probetas. El perfil de la huella se caracterizó con un rugosímetro Mitutoyo SJ410 (ver Fig. 29), equipo que se encuentra en el laboratorio de posgrado, en el Instituto Tecnológico de Pachuca.

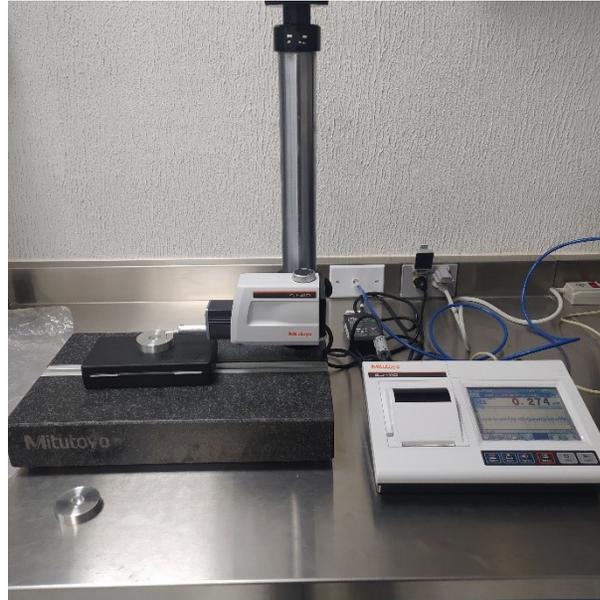


Fig. 29 Rugosímetro Mitutoyo SJ410

En las pruebas de la máquina de cuatro bolas, el parámetro que se analiza es el promedio de tamaño de huella de desgaste de las esferas, tal como lo indica la norma ASTM D-4172 [29].

3.10 Análisis por diseños factoriales

Un diseño factorial es un tipo de experimento diseñado, que permite estudiar los efectos que varios factores pueden tener en una respuesta o variable de respuesta. Al realizar un experimento, variar los niveles de todos los factores al mismo tiempo en lugar de uno a la vez, permite estudiar las interacciones entre los factores, es decir, se investigan todas las posibles combinaciones de los niveles de los factores en cada ensayo completo [49]. En este caso se dice que hay interacción si estos aparecen cruzados, siendo estas interacciones de mayor importancia, sin embargo, también se pueden observar los efectos de los factores en la variable de respuesta. Los diseños factoriales o experimentos factoriales permiten la manipulación de un número mayor de variables interdependientes, y resultan útiles para una investigación más eficiente y permite que los métodos estadísticos expongan todas las correlaciones [50].

En el diseño factorial se emplea la siguiente metodología [51]:

- 1- Identificar los factores que pueden influir en la variable de respuesta.
- 2- Tomar las muestras necesarias para realizar el experimento.
- 3- Estimar los parámetros del modelo.
- 4- Contrastar si los factores influyen en la respuesta.
- 5- Si los factores influyen en la respuesta, detectar dónde radican las diferencias.
- 6- Si algún factor no influye, simplificar el modelo y repetir los pasos anteriores.
- 7- Realizar el diagnóstico del modelo mediante el análisis de los residuos

Los resultados de cuatro bolas se sometieron a un análisis de diseño factorial considerando la huella de desgaste como la variable de respuesta por considerarse una variable con distribución normal. Se realizó para determinar qué factores como: el tipo de aceite bio-base, JC o sésamo; la concentración de nanopartículas y temperatura de la prueba involucradas en el par tribológico tienen mayor influencia en la variable de respuesta.

Para determinar si los datos de las pruebas de COF y huella de desgaste tienen una distribución normal, se realizó una prueba de Shapiro-Wilk, mediante el software de Minitab®.

3.11 Espectrometría FTIR

El espectro de infrarrojo puede indicar si existe una degradación del aceite después de las pruebas, esto sería visible si existe una variación de intensidad de transmitancia (%) o del ancho de banda de los diferentes grupos funcionales del espectro del aceite sometido a pruebas con temperatura contra el aceite puro. En la espectrometría FTIR se utilizó un espectrómetro Cary 630 FTIR, ver Fig. 30 Referencia equipo de FTIR Cary 630, el equipo que se encuentra en el laboratorio de Laboratorio de Nanotecnología, Sistemas Biológicos y Aplicaciones Industriales (LaNBA) ubicado en la UPP, en Zempoala, Hgo.



Fig. 30 Referencia equipo de FTIR Cary 630 [52]

3.12 Medición de viscosidad

Las viscosidades de los lubricantes usados hoy en día en la industria han sido calculadas con viscosímetros capilares, que proporcionan la viscosidad cinemática. La viscosidad es una propiedad básica y de las más importantes usada para diferentes cálculos tribológicos [53].

En este trabajo para medir la viscosidad de los lubricantes se utilizó un viscosímetro de Ostwald, el cual consiste en un tubo de vidrio en forma de U, modificado para calcular la viscosidad, ver Fig. 31. Las partes de las que se componen los viscosímetros de Ostwald son: el tubo principal por el que se introduce el líquido; el bulbo principal, con las marcas de nivel A y B, donde se controla el descenso de la muestra; la zona capilar, justo debajo del bulbo principal; y el bulbo secundario, que permite almacenar el líquido.

La viscosidad se determinó a las temperaturas de 25°C, 40°C y 75°C para los dos aceites base, realizando tres pruebas para obtener un promedio. El procedimiento consiste en registrar el tiempo de flujo, t , de un volumen dado V (entre las marcas a y b) bajo la influencia de la gravedad, ver Fig. 31.

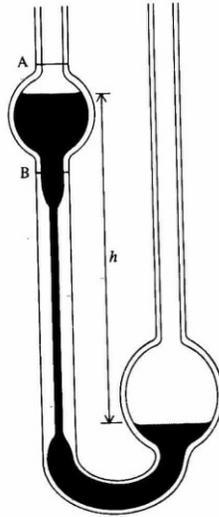


Fig. 31 Esquema de un viscosímetro de Ostwald

Se considera la Ley de Poiseuille, que nos da el caudal Q (Volumen de fluido por unidad de tiempo) que atraviesa un capilar de radio R y de longitud l , en cuyos extremos se ha aplicado una diferencia de presión, fórmula de la cual se obtiene la viscosidad Ec. 9 y Ec. 10

$$\eta = \frac{\pi \Delta \rho R^4 t}{8 l V} \quad \text{Ec. 9}$$

Donde:

η es la viscosidad (m^2/s)

$\Delta \rho$ diferencia de presión ($Kg \cdot m/s^2$)

R radio del capilar (m)

t tiempo que tarda en pasar el fluido de la marca A a la marca B (s)

l longitud del capilar (m)

V volumen (m^3)

Siendo $\Delta \rho = \rho g h$, se consideran como constantes las variables V , l , R , g , h , por lo que la ecuación queda como:

$$\eta = k \rho t \quad \text{Ec. 10}$$

Donde k engloba las constantes antes mencionadas.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

Con la Ec. 10 lo que podemos obtener es la viscosidad del fluido. Para mantener la temperatura durante las pruebas se usó una parrilla Torrey Pines Scientific, ver Fig. 32 , equipo que se encuentra en las instalaciones del Instituto Tecnológico de Pachuca.

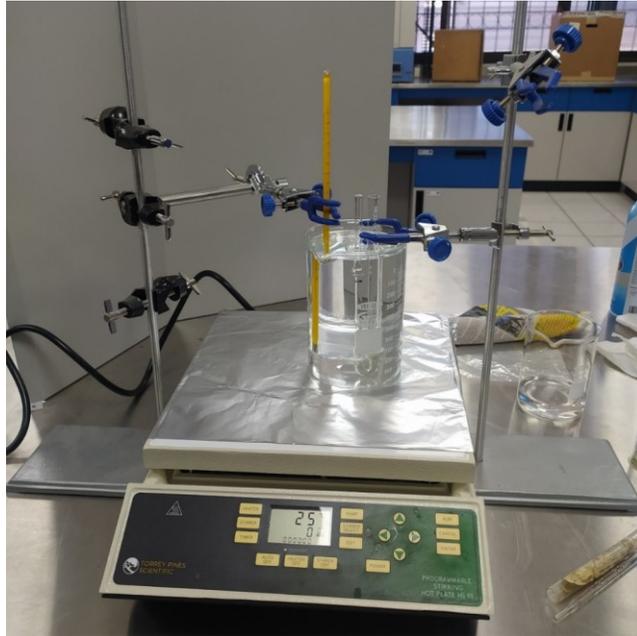


Fig. 32 Registro de tiempo que tarda el flujo en pasar de la línea A a B del viscosímetro, a una temperatura controlada

CAPÍTULO 4

RESULTADOS

4.1 Dispersión de las nanopartículas

Jatropha curcas adicionado

Por el método de sedimentación se observa que en el aceite JC, después de 360 hrs las nanopartículas se han precipitado en el fondo del recipiente se puede ver en la Fig. 19, también se muestra que el nano lubricante con una concentración de 1% de Al_2O_3 tiene una apariencia opaca comparado con las demás muestras, por lo que se deduce que una mayor cantidad de nanopartículas aún están en suspensión a diferencia de las demás mezclas. Esto se demuestra con el análisis UV-vis en la Fig. 33 [46], la curva de absorbancia del aceite Jatropha con una concentración de 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , muestra que después de 120 hrs conserva una mayor cantidad de nanopartículas en dispersión.

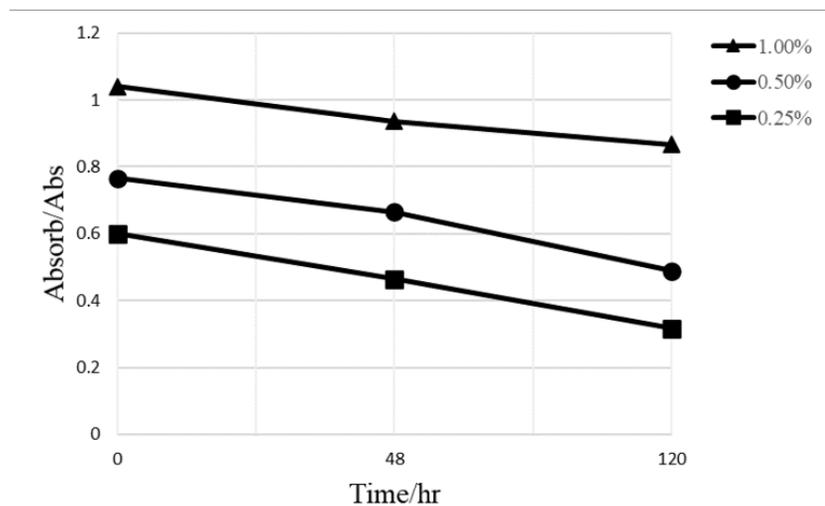


Fig. 33 Análisis de dispersión, curvas de absorbancia del aceite JC adicionado [46]

Sésamo adicionado

Para el aceite de sésamo el análisis de dispersión por sedimentación, en la Fig. 20 tomada después de 322 h, se puede observar que las nanopartículas en las tres concentraciones se han precipitado. Comparando con el aceite de *Jatropha* con concentración de 1% se muestra turbio, es decir, con una apariencia más opaca; con el aceite de sésamo con la misma concentración la mayor cantidad de nanopartículas se ha precipitado en el fondo del recipiente.

4.2 Comportamiento tribológico del aceite *Jatropha curcas* L. bajo la norma ASTM G99

4.2.1 Coeficiente de fricción

El comportamiento del COF del aceite *Jatropha*, se muestra en las gráficas siguientes que corresponden al aceite *Jatropha* en Al-6061 con una carga de 15.6 N y 24.5 N, Fig. 34; y en acero 1018 en Fig. 35. Los perfiles de fricción de *Jatropha* muestran una reducción del COF al inicio de la prueba, a la carga de 15.6 N, después de los 90 m recorridos incrementa el cual se atribuye a la ruptura de la película protectora, el COF dinámico (μk) se establece en un rango de 0.02 a 0.14 hasta llegar a los 90 m de deslizamiento, después el μk está entre 0.09 y 0.52.

En la carga de 24.5 N, el aceite exhibe un alto COF desde el inicio de la prueba en la probeta de aluminio, con valores del COF (μk) que van de 0.06 a 0.5, que después de los 20 m de deslizamiento incrementa de 0.06 a 1. La capa lubricante solo permitió un recorrido de 120 m.

En el acero ver Fig. 35 el μk se mantiene más estable durante toda la prueba con valores que van de 0.03 a 0.14 para ambas cargas.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

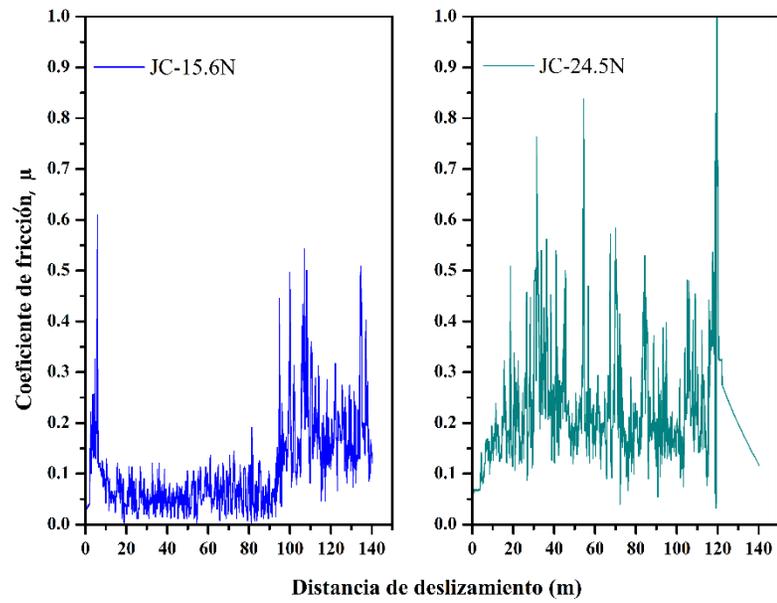


Fig. 34 COF del aceite JC en probetas de Al- 6061 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.

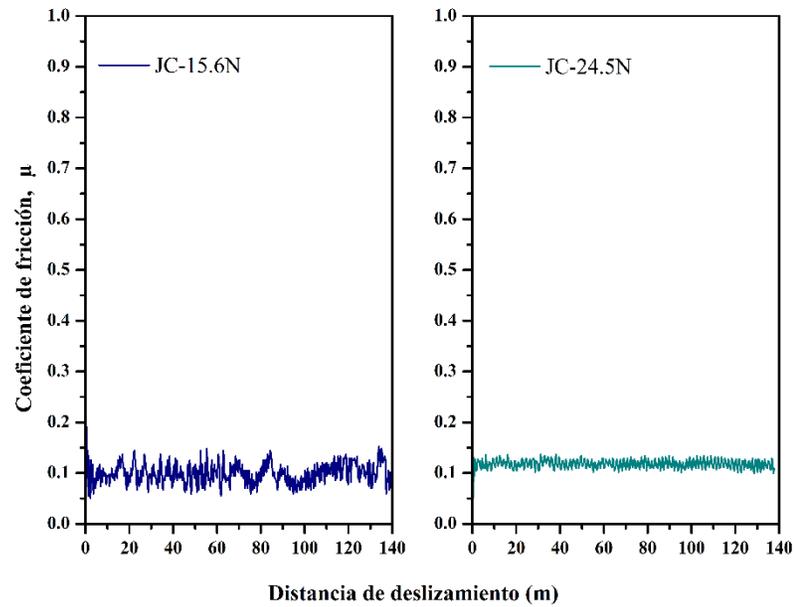


Fig. 35 COF del aceite JC en probetas acero 1018 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.

4.2.2 Desgaste

Las Fig. 36 muestran la capacidad antidesgaste del aceite Jatropha en ausencia del aditivo de óxido de aluminio (Al_2O_3), los volúmenes de desgaste en las probetas de aluminio son 2.22 mm^3 con una carga de 15.6 N, 10.89 mm^3 con una carga aplicada de 24.5 N y en la probeta de acero de 0.20 mm^3 con una carga de 24.5 N, con la cargas de 15.6 N el volumen de desgaste es de 0.14 mm^3 , un valor muy bajo, donde se desgastó solo la capa superficial de la probeta.

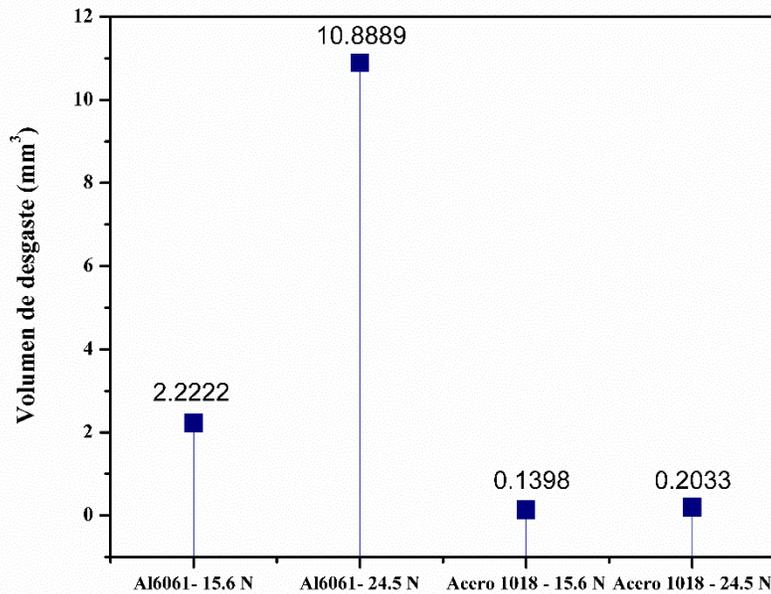


Fig. 36 Volumen de desgaste en Al-6061 y acero 1018 a diferentes cargas, usando aceite JC.

4.2.3 Análisis de la superficie de desgaste con el aceite JC

Las superficies analizadas muestran para el aceite JC con carga de 15.6 N, un desgaste abrasivo, con presencia de rayado y residuos, también hay presencia de desgaste adhesivo se puede observar en la Fig. 37 algunas hojuelas características de este tipo de desgaste y la presencia de surcos.

El perfil de huella de desgaste Fig. 38, indica una profundidad de huella de desgaste de 28 μm y se puede observar la remoción de material que confirma la presencia de desgaste adhesivo. El ancho de huella de desgaste es de 1.5 mm.

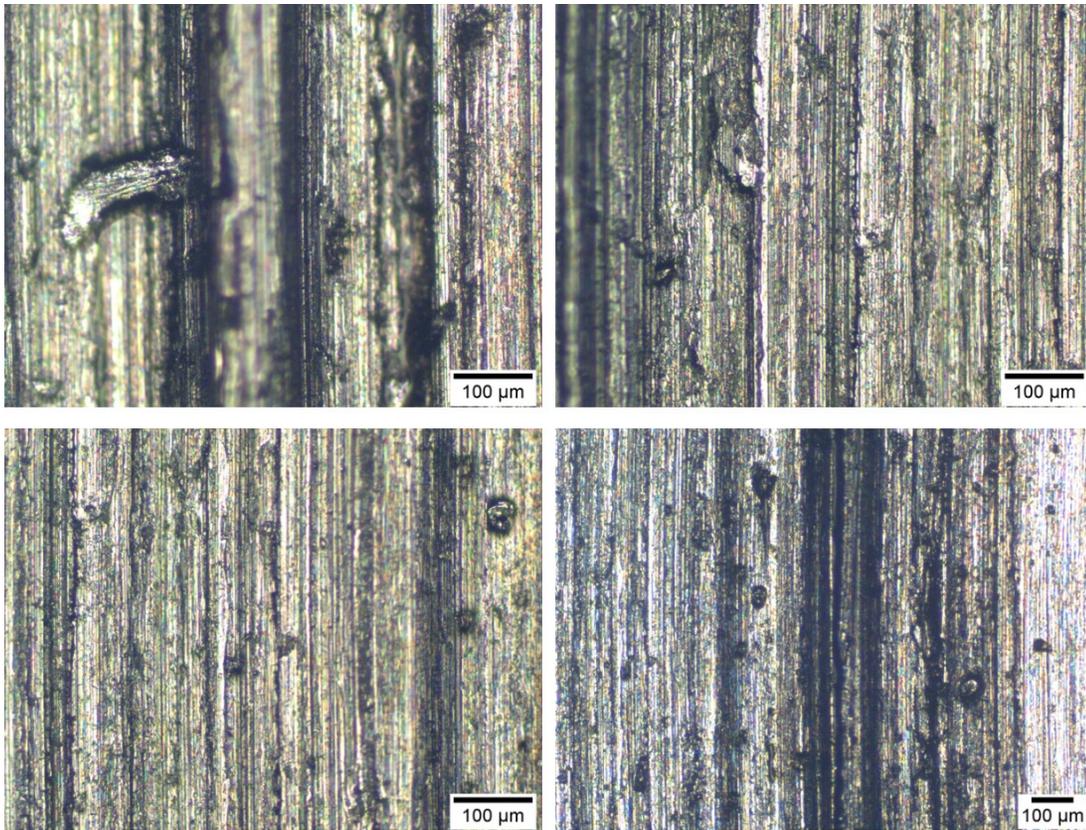


Fig. 37 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 15.6 N, Probetas de aluminio 6061

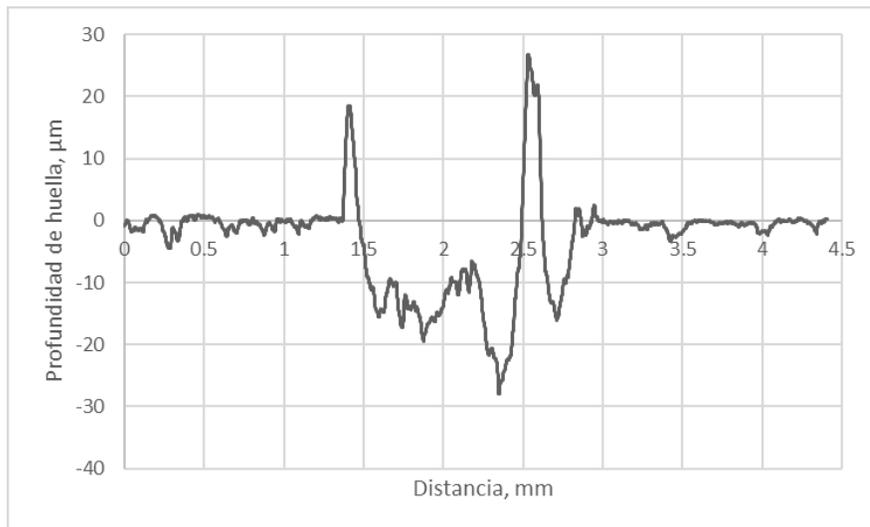


Fig. 38 Perfil huella de desgaste JC, carga 15.6 N, probetas de aluminio

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

Con una carga de 24.5 N en las probetas de aluminio y el aceite Jatropa, existe un desgaste adhesivo tal que, se puede observar la deformación plástica en la superficie de desgaste Fig. 39. El análisis por perfilometría Fig. 40, nos indica una profundidad de la huella de desgaste de 65 μm , también es visible la pérdida de material en este par tribológico. El ancho de huella es de 2 mm.

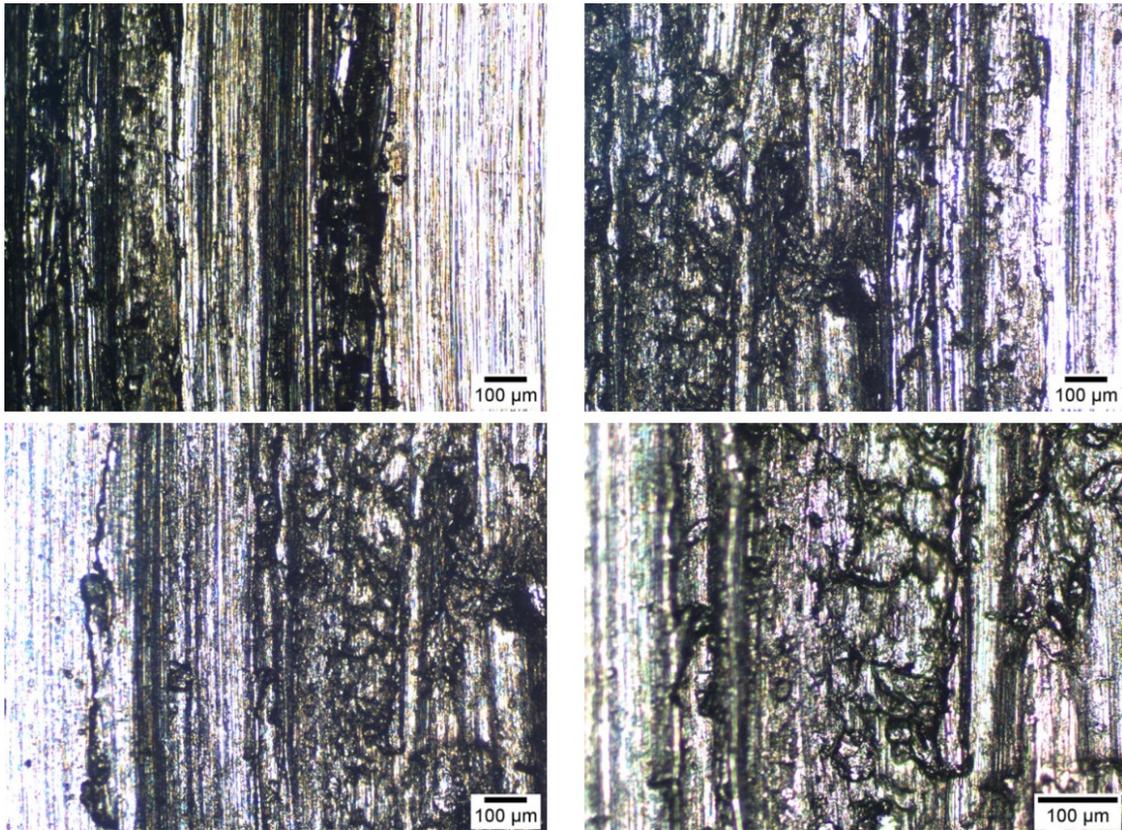


Fig. 39 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 24.5 N, Probetas de aluminio 6061

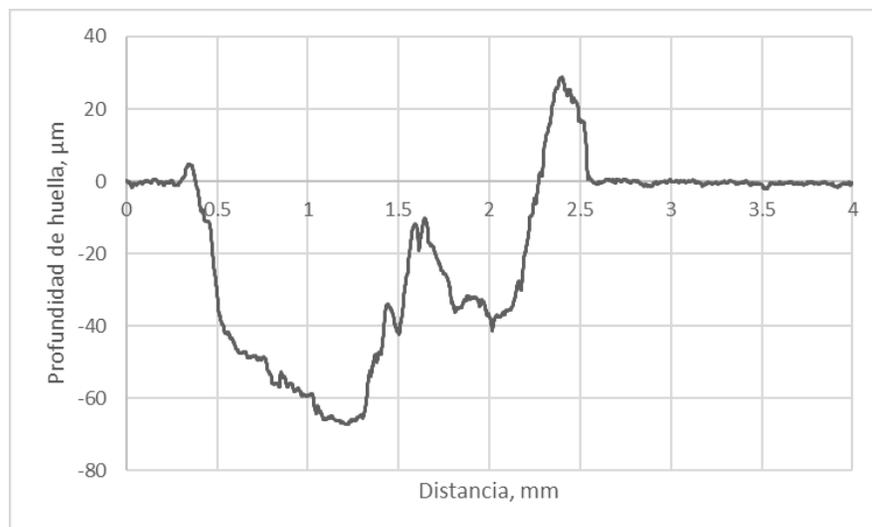


Fig. 40 Perfil huella de desgaste JC, carga 24.5 N, probetas de aluminio

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

Las Fig. 41 y 42 muestran el desgaste abrasivo con presencia de micro rayado en la capa superficial de la probeta de acero con carga de 15.6 N, la perfilometría nos muestra una huella de desgaste con tamaño de $0.2 \mu m$ y un ancho aproximado a los $150 \mu m$ (ver Fig. 41), es decir 0.15 mm.

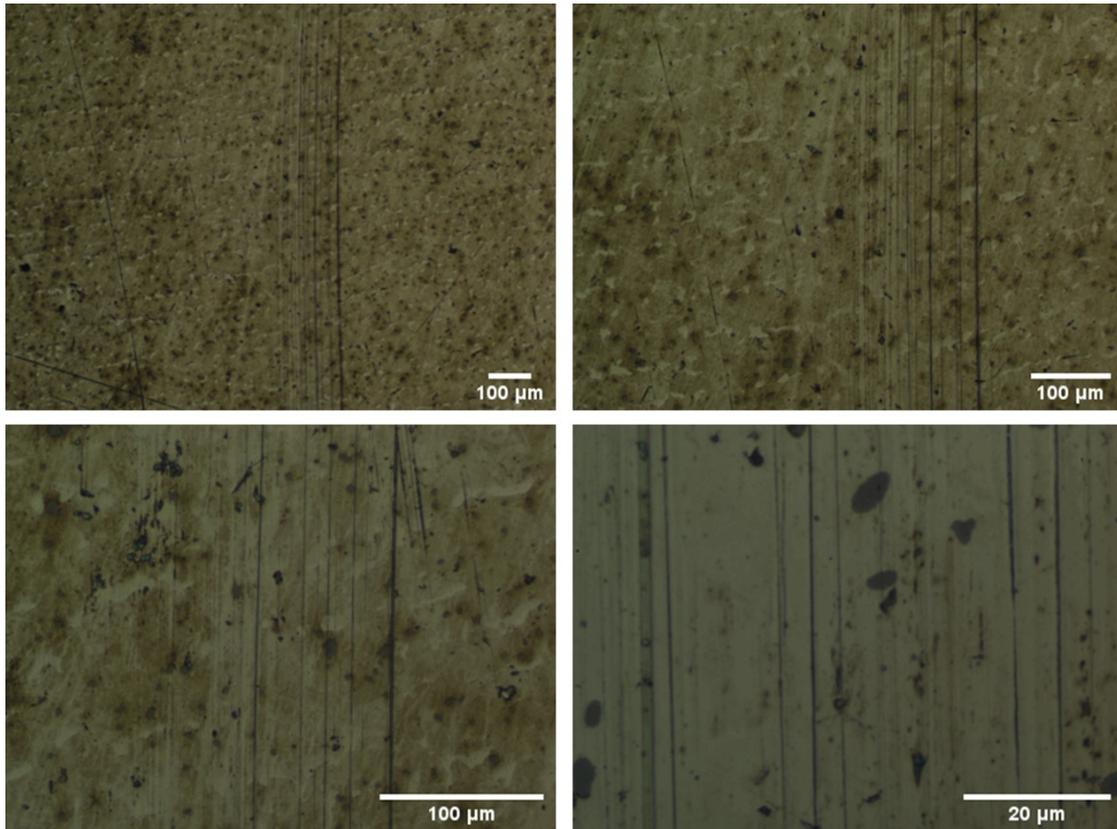


Fig. 41 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018

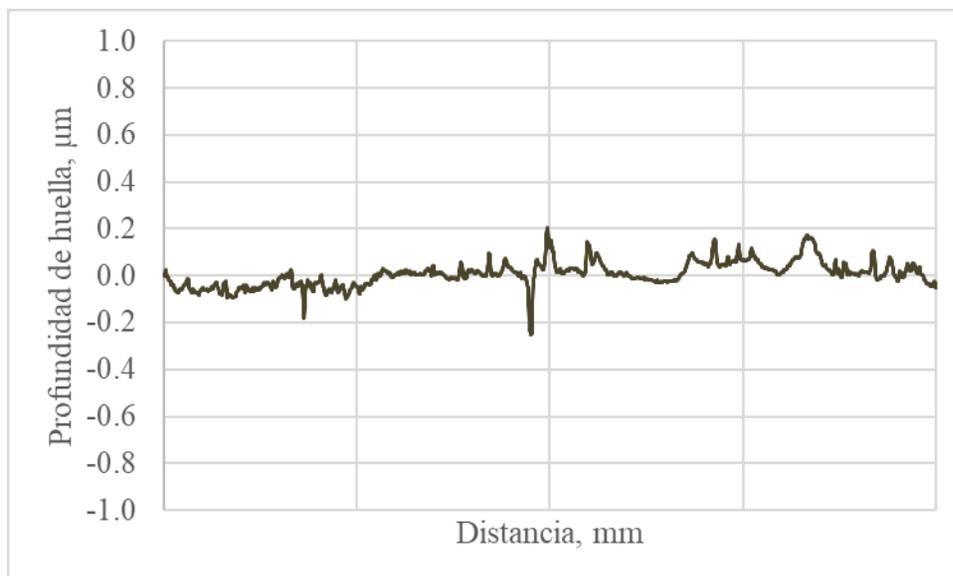


Fig. 42 Perfil huella de desgaste JC, carga 15.6 N, probetas de acero 1018

Las Fig. 43 y 44 corresponden al análisis de la huella de desgaste del aceite Jatropha, con una carga de 24.5 N. El mecanismo de desgaste principalmente fue abrasivo, con rayado en la superficie de desgaste y desprendimiento de material. El análisis de perfilometría muestra una profundidad de huella de 1.8 μm y un ancho de huella de 0.5 mm, consistente con el volumen de desgaste que fue de 0.22 mm^3 .

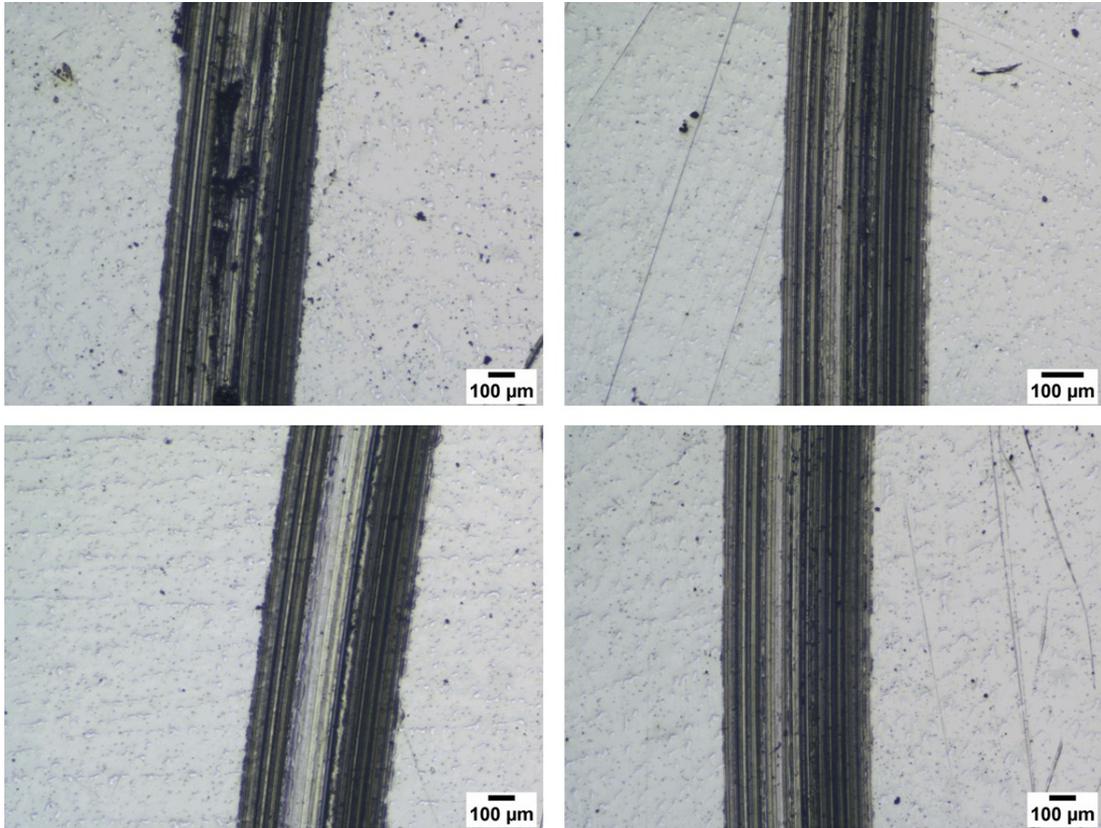


Fig. 43 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC, Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

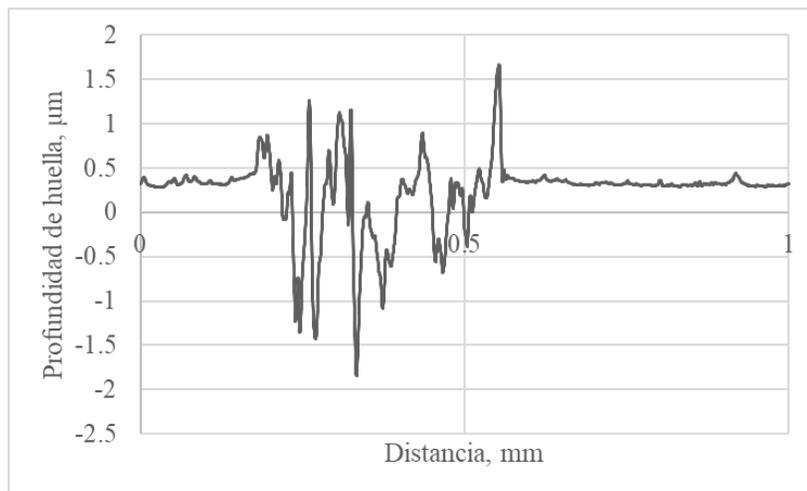


Fig. 44 Perfil huella de desgaste JC, carga 24.5 N, probetas de acero 1018

4.3 Comportamiento tribológico del aceite de sésamo bajo la norma ASTM G99

4.3.1 Coeficiente de fricción

El comportamiento del COF del aceite de sésamo, se muestra en las gráficas de las Fig. 45 y Fig. 46 que corresponden a las pruebas en Al-6061 con una carga de 15.6 N y 24.5 N; y sésamo en acero 1018 con las mismas cargas respectivamente.

Las gráficas muestran para la carga de 15.6 N, un COF (μ_k) con valores de 0.1 a 0.4, después de los 125 m recorridos incrementa hasta 1, el aumento de la fricción no permitió concluir con la duración de la prueba, el recorrido fue de 130 m, ver Fig. 45. A 24.5 N el COF inicialmente fue de 0.13 a 4, se incrementó la fricción a los 60 m con un COF de 0.7 hasta 1 después 110 m recorridos ver Fig. 45. La evaluación tribológica en acero ver Fig. 46 con carga normal de 15.6 N se evidencia un COF de 0.05 a 0.13 y con carga de 24.5 N se obtuvieron valores de μ_k de 0.07 a 0.12.

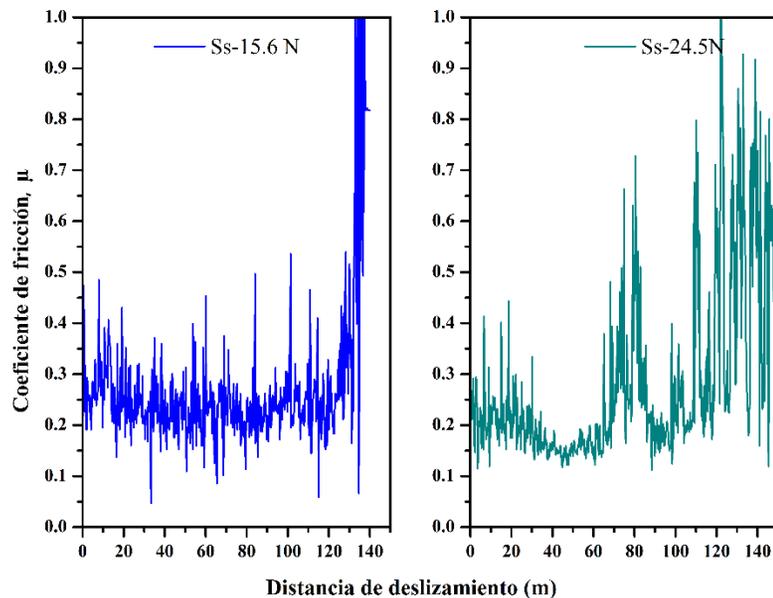


Fig. 45 COF del aceite sésamo en probetas Al-6061 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.

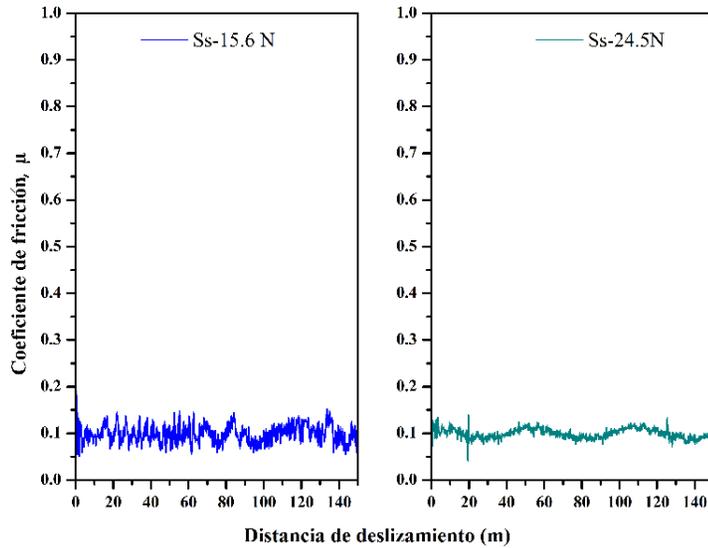


Fig. 46 COF del aceite sésamo en probetas acero 1018 - Carga de 15.6 N, izq., carga de 24.5 N, der.

4.3.2 Desgaste

La Fig. 47 muestra la capacidad antidesgaste del aceite sésamo sin aditivos, los volúmenes de desgaste en las probetas de aluminio son 6.6 mm^3 con una carga de 15.6 N, mientras que en la probeta de acero de 0.04 mm^3 con una carga aplicada de 24.5 N. En acero el volumen de desgaste es de 0.1652 mm^3 con carga de 15.6 N, y con carga de 24.5 N de 0.1906 mm^3 .

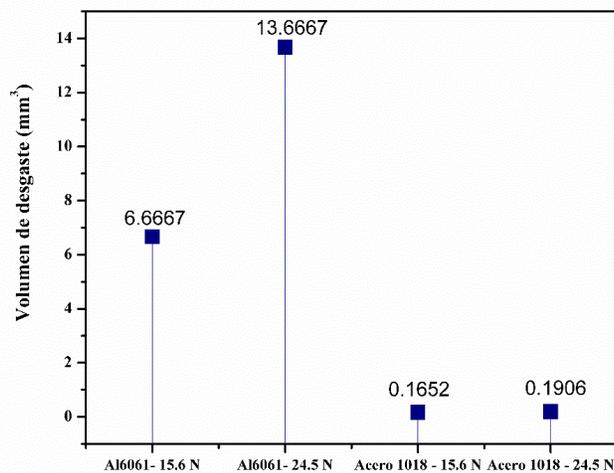


Fig. 47 Volumen de desgaste con aceite de sésamo

4.3.3 Análisis de la superficie de desgaste con el aceite de sésamo

Las superficies analizadas muestran para el aceite de sésamo con carga de 15.6 N, un desgaste adhesivo principalmente, con presencia de surcos y algunos residuos, también hay presencia de algunas hojuelas en el mecanismo de desgaste Fig. 48. El perfil de huella del aceite de sésamo en la Fig. 49, tiene una profundidad de 75 μm y se puede observar la remoción de material que confirma la presencia de desgaste adhesivo. El ancho de huella de desgaste es de 1.2 mm.

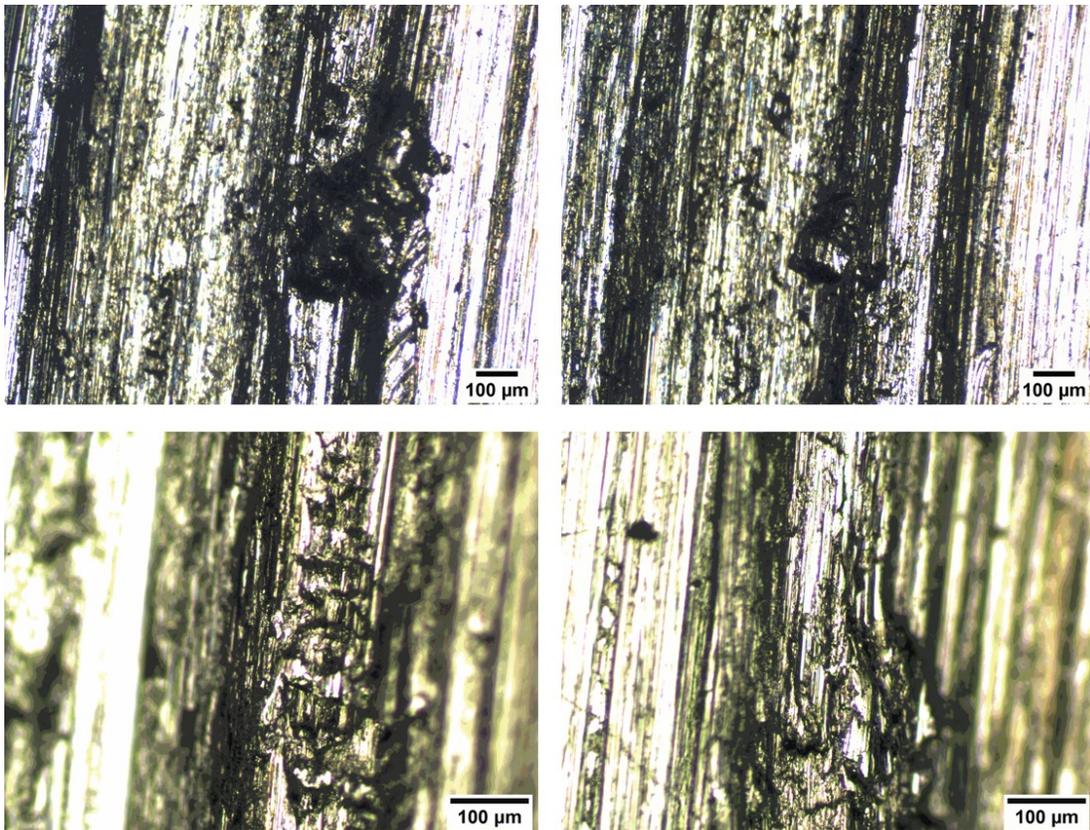


Fig. 48 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

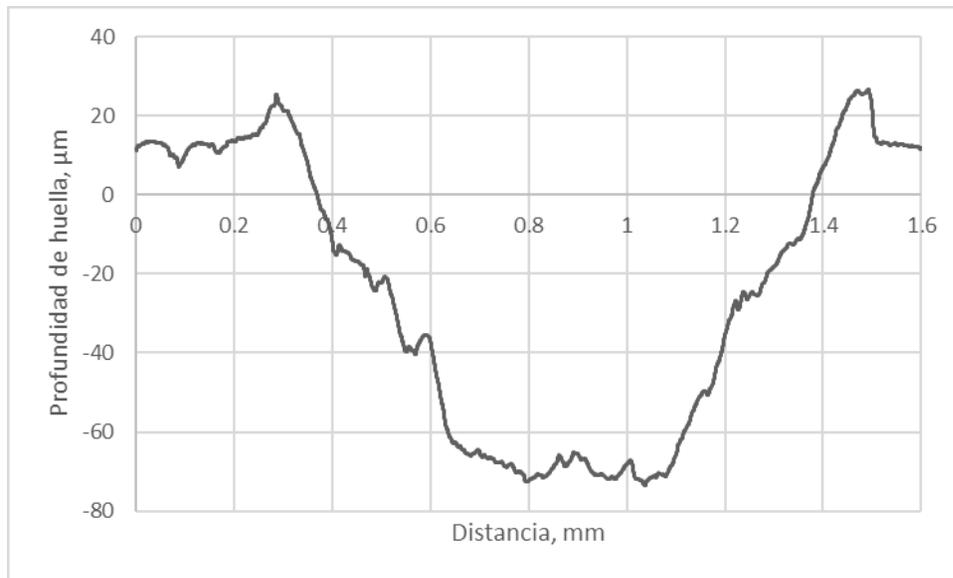


Fig. 49 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 15.6 N, probetas de AL-6061

Con una carga mayor ver Fig. 50 y Fig. 51 se observan los mismos mecanismos de desgaste, deformación plástica por desgaste adhesivo, formación de *debris* y hojuelas, rayado y surcos. El ancho de huella es mayor con 2.5 mm, la perfilometría indicó una profundidad de huella de 70 μm .

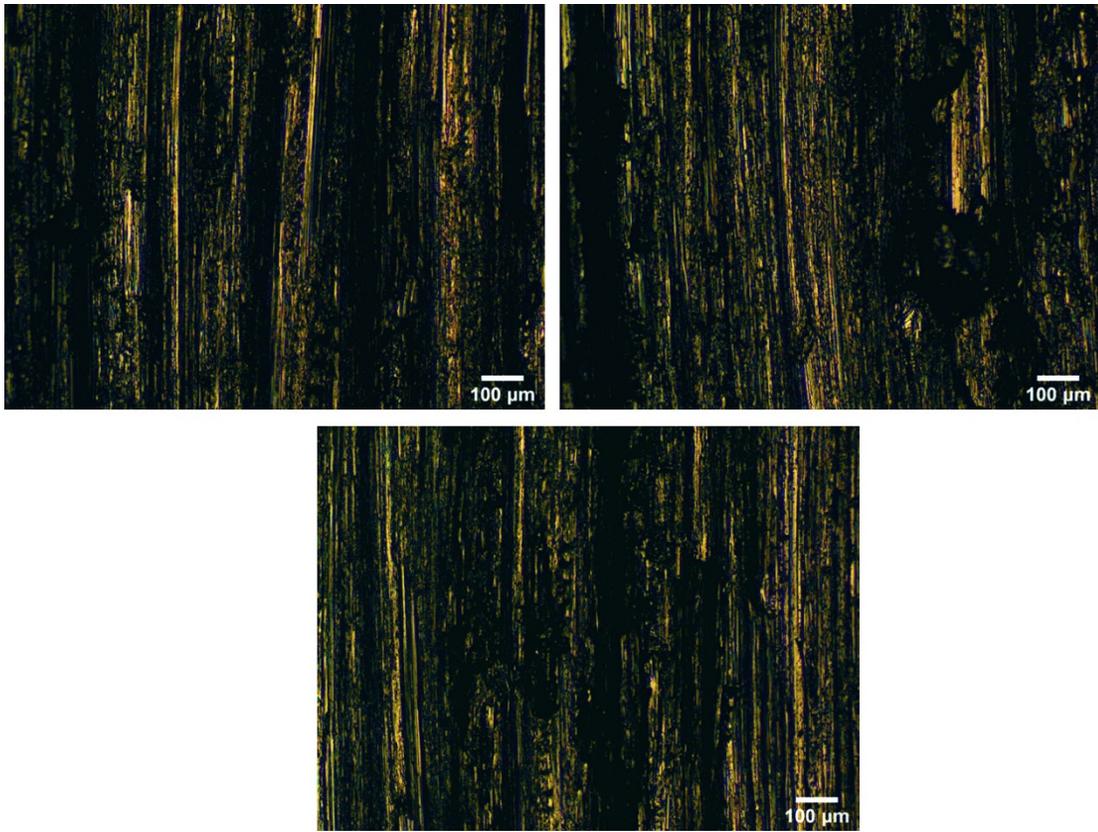


Fig. 50 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061

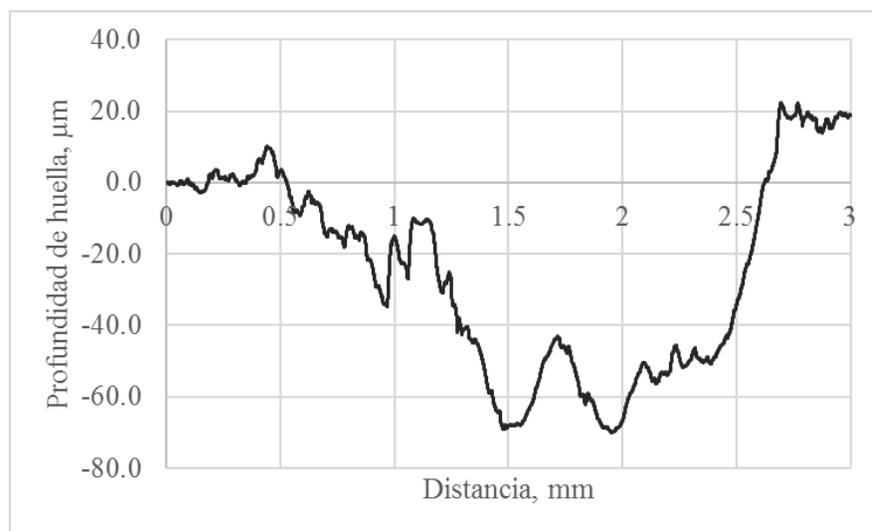


Fig. 51 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 24.5 N, probetas de AL-6061

En las probetas de acero, el aceite de sésamo deja un desgaste principalmente abrasivo, presencia de rayado únicamente en la superficie de desgaste ver Fig. 52 y Fig. 54 para las cargas de 15.6 N y 24.5 N respectivamente. El análisis por perfilometría Fig. 55, nos indica una profundidad de la

huella de desgaste de $1\ \mu\text{m}$, mientras que el ancho de huella es de $0.4\ \text{mm}$ para la carga de $24.5\ \text{N}$ y para la carga de $15.6\ \text{N}$ la profundidad de la huella es de $0.14\ \mu\text{m}$ Fig. 53

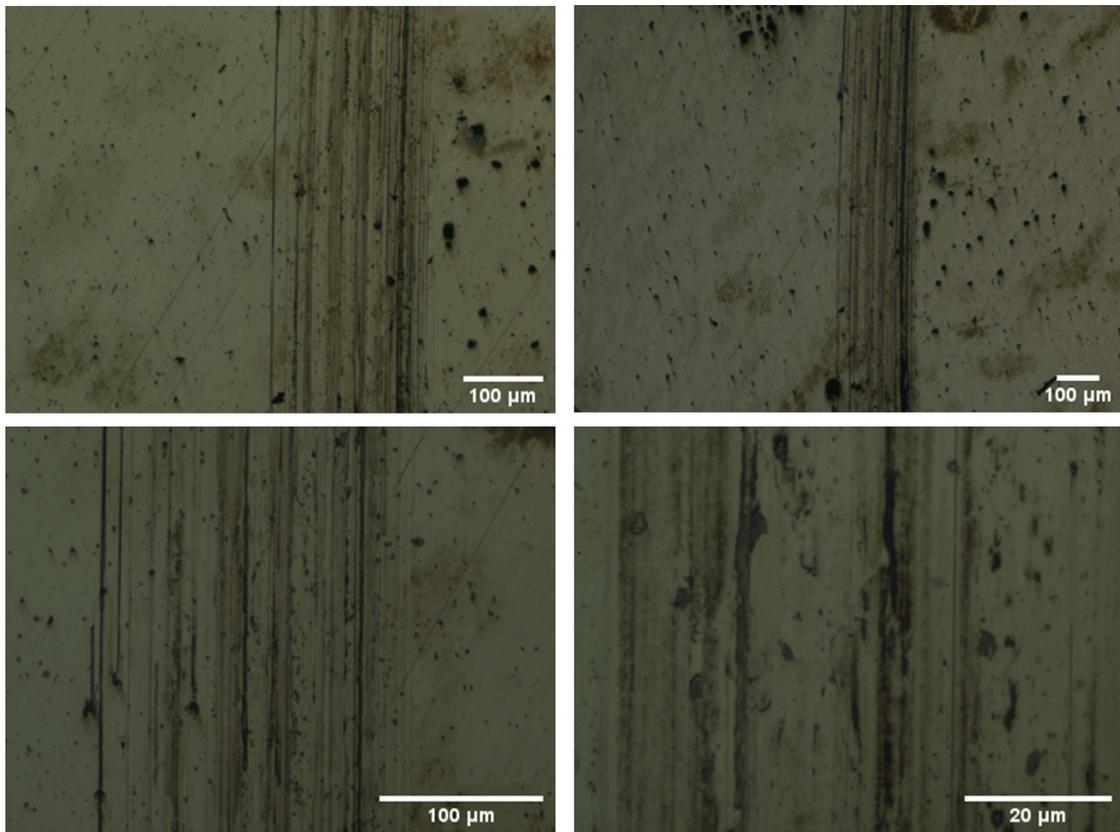


Fig. 52 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga $15.6\ \text{N}$, Probetas de acero 1018

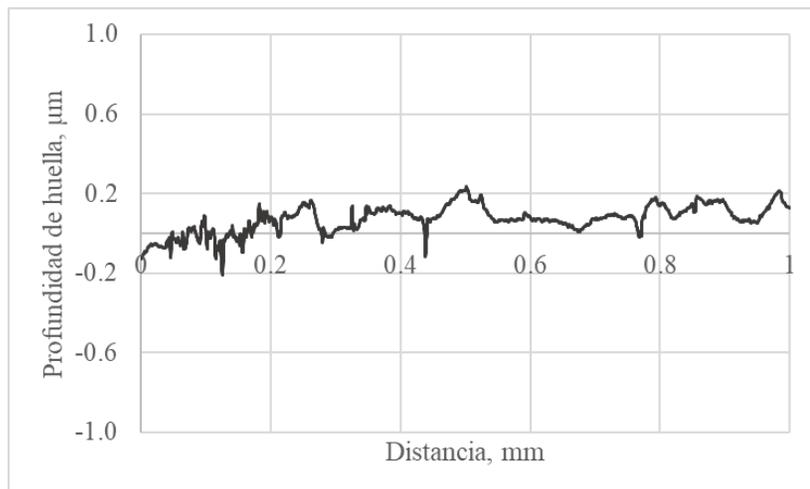


Fig. 53 Perfil huella de desgaste sésamo, carga $15.6\ \text{N}$, probetas de acero 1018

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

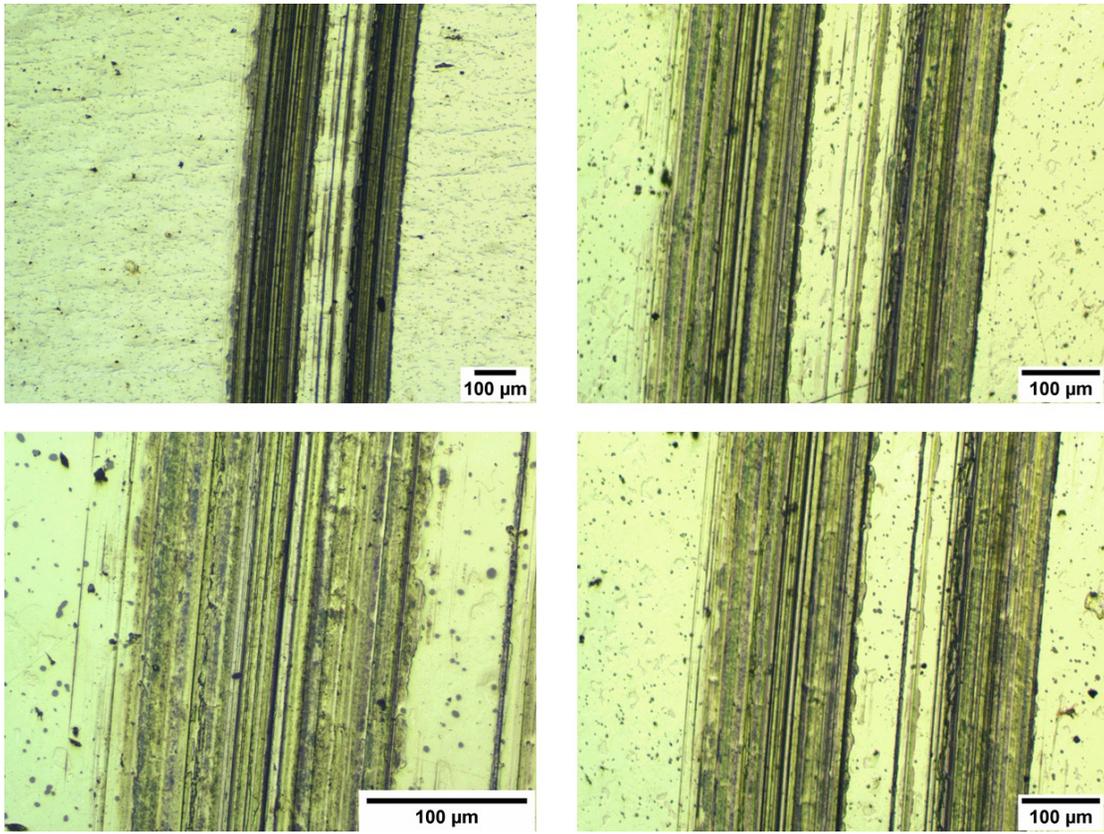


Fig. 54 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite sésamo, Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

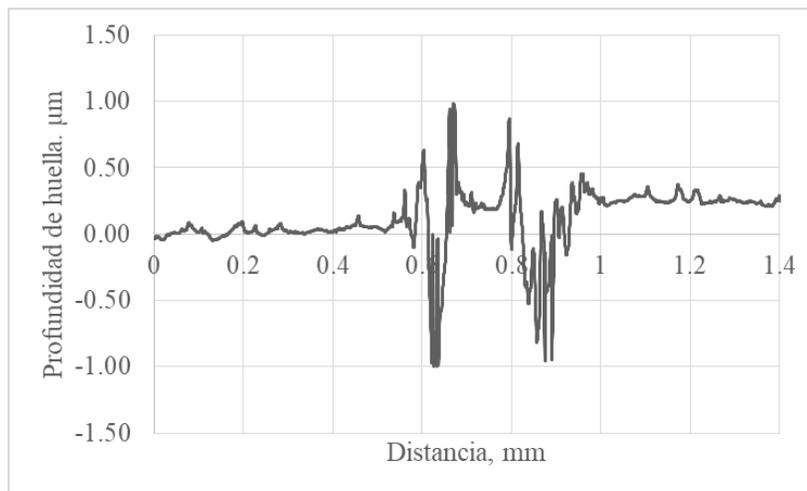


Fig. 55 Perfil huella de desgaste sésamo, carga 24.5 N, probetas de acero 1018

4.4 Comportamiento tribológico del aceite de *Jatropha* adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM G99

4.4.1 *Jatropha* en Al-6061

Coefficiente de fricción

En la Fig. 56 se muestra el comportamiento del COF de los nano lubricantes con las tres concentraciones de nanopartículas de Al_2O_3 (0.25%, 0.5% y 1% peso/peso). La mezcla con una concentración de 0.25% peso de nanopartículas de alúmina muestra un μk de 0.11 a 0.39 al inicio de la prueba, que después reduce de 0.4 a 0.25. El μk con la concentración de 0.5 % peso los valores de COF son 0.05 a 0.38, alcanzando picos de 0.57. La concentración de 1% peso tuvo valores del μk de 0.01 a 0.11, manteniendo un comportamiento estable por la duración de la prueba.

Los resultados del aceite sin aditivos comparado con los resultados de los nano lubricantes el COF (μ) del aceite *Jatropha* sin ningún aditivo Fig. 34, tuvo un μk de 0.02 a 0.14, y al llegar a los 90 m el μk estuvo en 0.09 y 0.5 después de esa distancia de deslizamiento. La concentración de 0.25 % tuvo un COF mayor en comparación de las demás concentraciones, y similar a la concentración de 0.5%. Comparado con el comportamiento del aceite base, modifican el COF, sin embargo; resultó ser mayor desde el inicio de la prueba, con la ventaja de que se concluyó satisfactoriamente la prueba en la distancia deseada. La concentración de 1% redujo el COF, es menor que las demás concentraciones, y modifica las propiedades de lubricación del aceite *Jatropha* puro.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

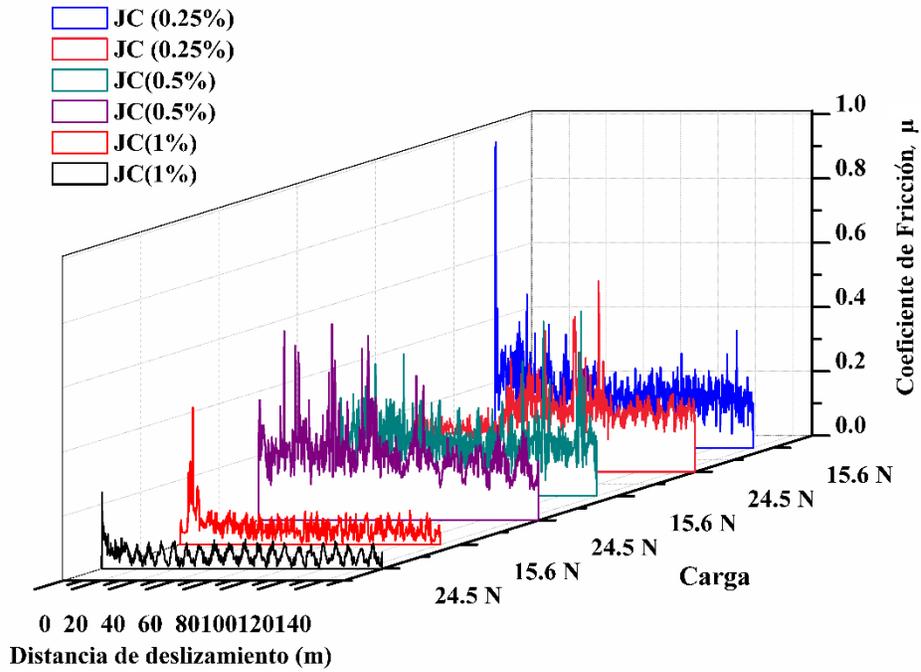


Fig. 56 COF del aceite JC adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 , en Al-6061

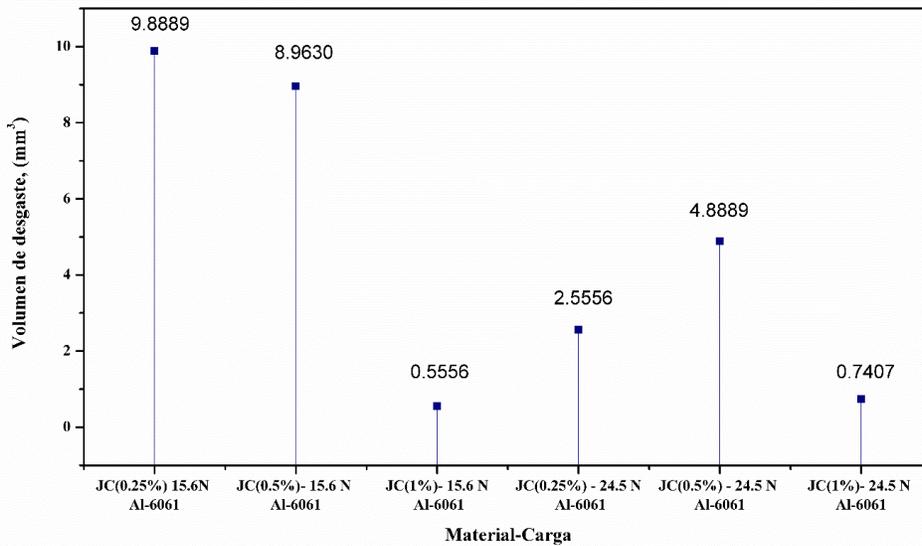


Fig. 57 Volumen de desgaste en Al-6061 con JC adicionado en Al-6061

Desgaste

En la Fig. 57 se muestra la pérdida de volumen de los discos, con carga de 15.6 N el bio lubricante con 0.25% peso de nanopartículas de Al_2O_3 se tuvo la mayor pérdida de material de 9.88 mm^3 , con 0.5% peso se tuvo una pérdida de 8.96 mm^3 , incrementando el desgaste por encima del 100%. Sin embargo, se debe considerar que con aceite puro la prueba se detuvo, por lo que pudo tener un mayor volumen de desgaste. Por último, a la misma carga de 15.6 N, la concentración de 1% perdió 0.55 mm^3 , la concentración de 1% reduce el volumen de desgaste en 75% tomando como referencia el aceite base. Con una carga mayor las tres concentraciones reducen el volumen de desgaste con respecto al aceite base en las mismas condiciones de carga (24.5 N), en 76%, 55% y 93% respectivamente.

Análisis de la superficie de desgaste

Las imágenes de microscopía con carga de 15.6 N ver las Fig. 58, Fig. 59 Fig. 60, en ellas se observan las huellas y mecanismos de desgaste. Con las concentraciones de 0.25% (Fig. 58) y de 0.5% (Fig. 59) tienen un mayor ancho de huella, dentro de esta zona se ve una sección de mayor profundidad comparado con la concentración de 1% (Fig. 60), asociado a esto se presentan mecanismos de desgaste como mayor formación de residuos, surcos más gruesos y formación de hojuelas, mostrando una evidente deformación plástica provocada por el desgaste adhesivo.

En las Fig. 61 y Fig. 62 con carga de 24.5 N correspondiente a las concentraciones de 0.25% y 0.5% respectivamente, se observa deformación plástica, y la presencia de surcos como mecanismos de desgaste, principalmente adhesivo. En la Fig. 63 que corresponde a la mezcla con 1% de Al_2O_3 es visible que la huella de desgaste es de menor en comparación con el aceite base y con las otras concentraciones, en esta prueba se pudo ver principalmente mecanismos de desgaste por abrasión en el interior de la huella, y algunos residuos.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

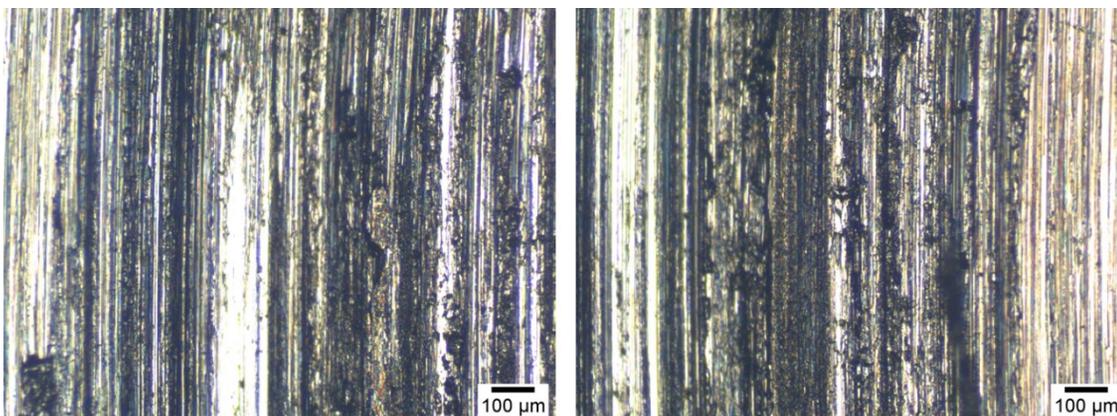


Fig. 58 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

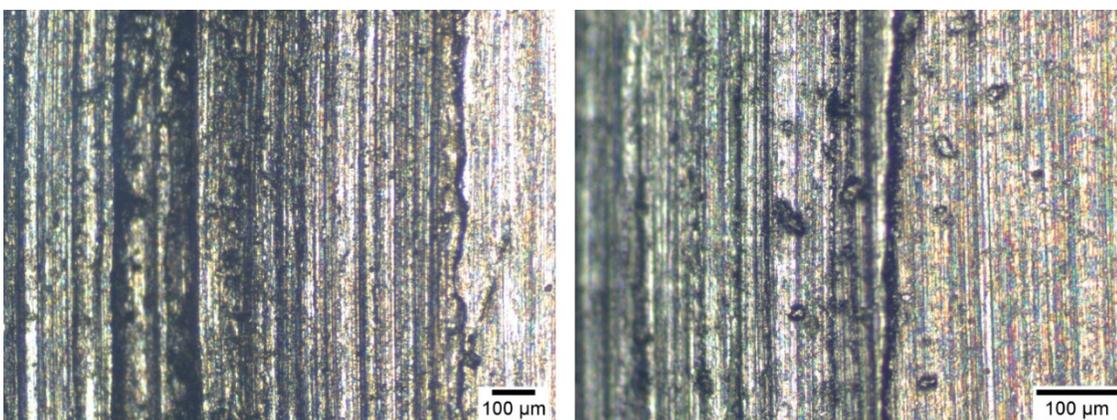


Fig. 59 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

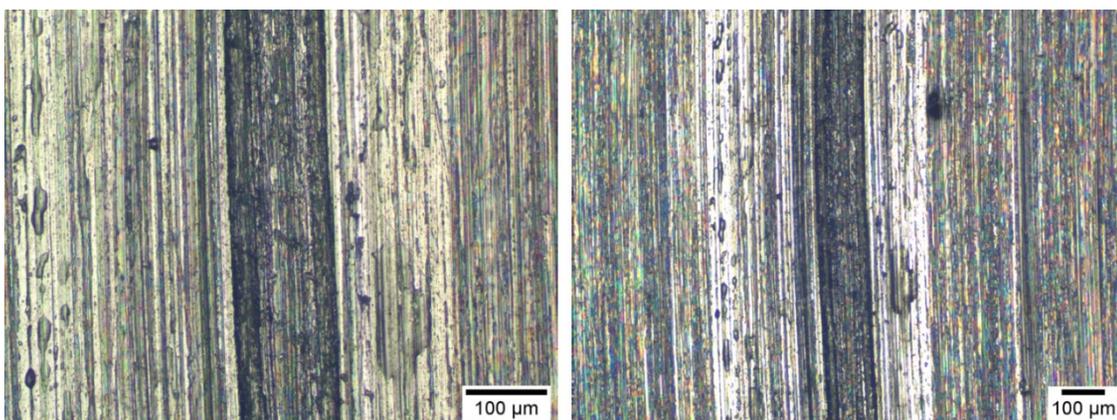


Fig. 60 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

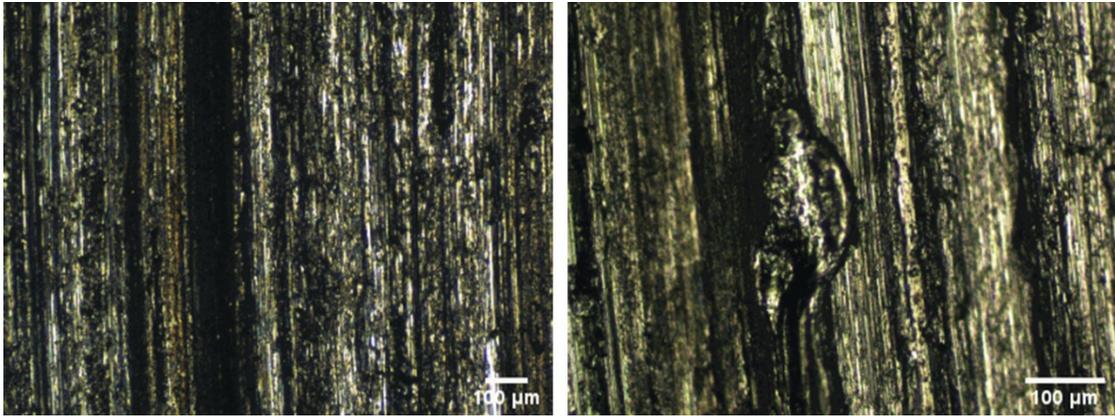


Fig. 61 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5N, Probetas de Al-6061

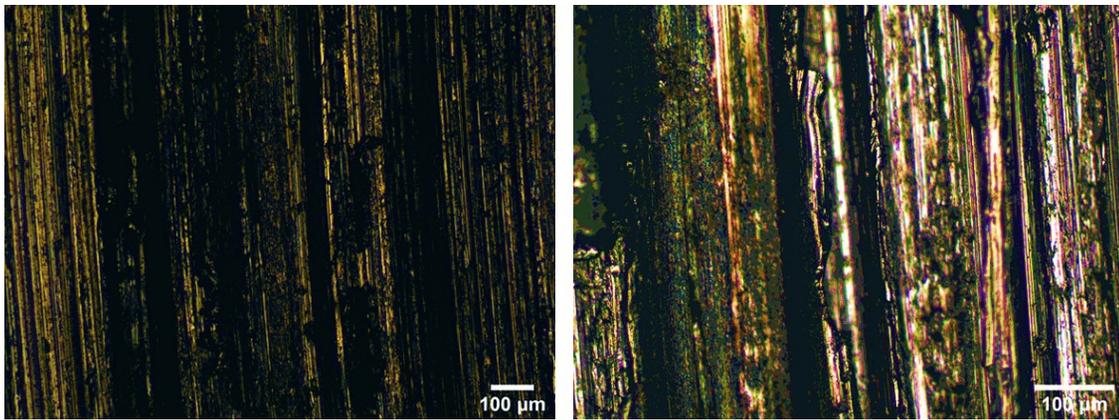


Fig. 62 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5N, Probetas de Al-6061

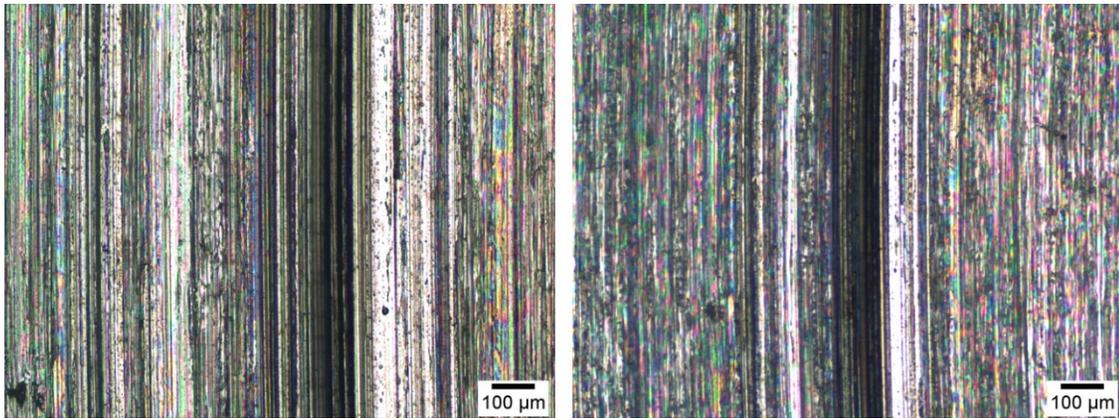


Fig. 63 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5N, Probetas de Al-6061

Con la caracterización mediante perfilometría se obtiene la profundidad de la huella de desgaste en μm . En las gráficas de las Fig. 64, Fig. 65 y Fig. 66 (con carga de 15.6 N), la mezcla con una concentración de 1% peso de Al_2O_3 tiene una profundidad de huella de 7 μm y un ancho alrededor de 0.5 mm ver Fig. 66, reduce en 73% el ancho de huella y en 77% la profundidad; las concentraciones de 0.25% peso (Fig. 64) y 0.5% peso (Fig. 65) presentan una profundidad máxima de 90 μm , el ancho de huella es 1.65 mm y de 1.45 mm.

Carga de 24.5 N, los resultados para 0.25% (Fig. 67), 0.5% (Fig. 68) y 1% (Fig. 69) son profundidad de huella 30 μm para 0.25%, 54 μm con 0.5% de NPs y 6.5 μm para la concentración de 1%. El ancho de huella es de 1.5 mm para 0.25% y 0.5%; con 1% es de 0.4 mm. Con los tres nano lubricantes se reduce la profundidad de huella y el ancho de huella en porcentajes de 57% - 44% para 0.25%, 22% - 44% para 0.5% y 90% - 85% para 1% respectivamente.

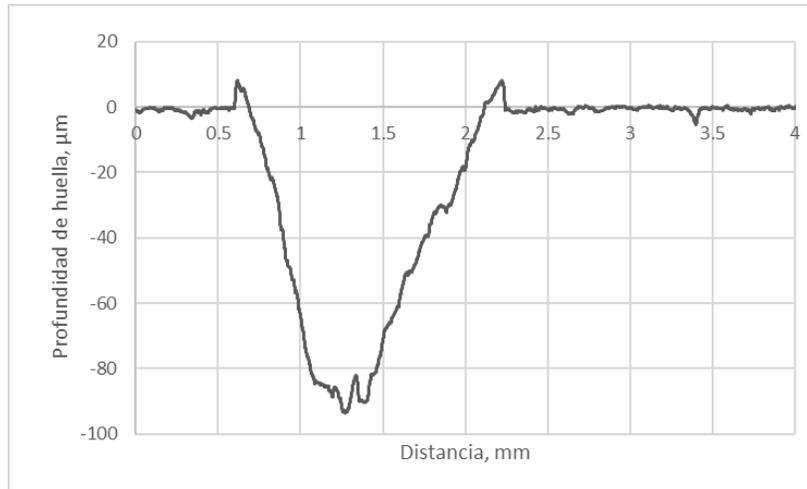


Fig. 64 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de Al-6061

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

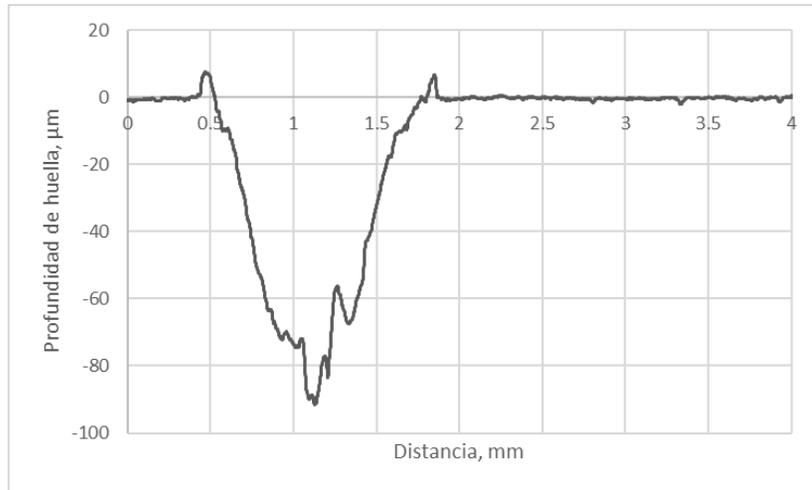


Fig. 65 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de Al-6061

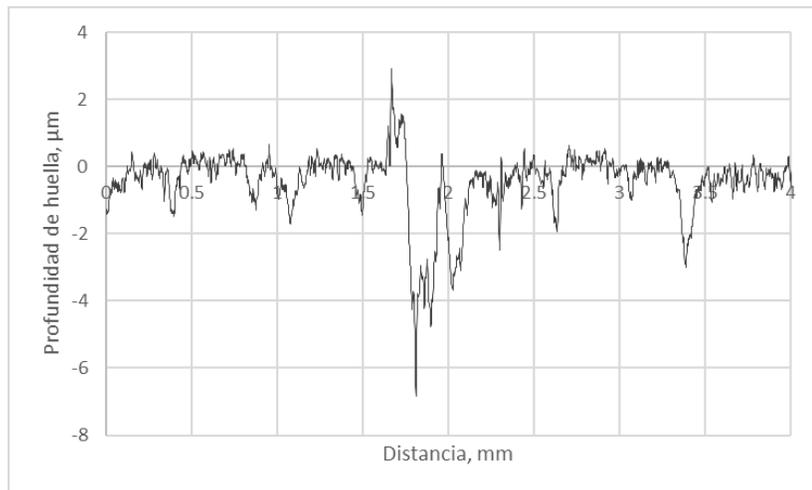


Fig. 66 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de Al-6061

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

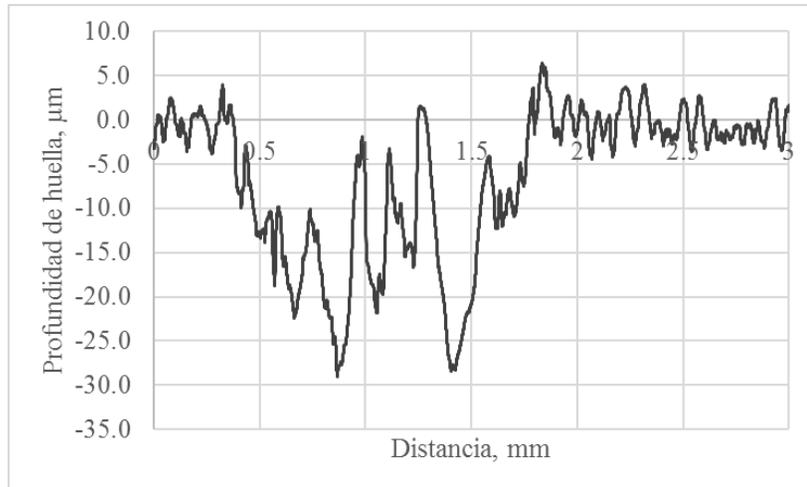


Fig. 67 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.25 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de Al-6061

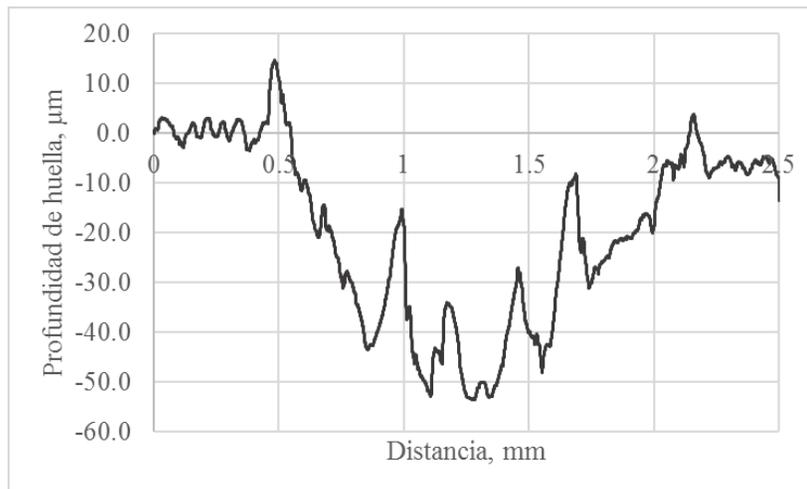


Fig. 68 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.5 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de Al-6061

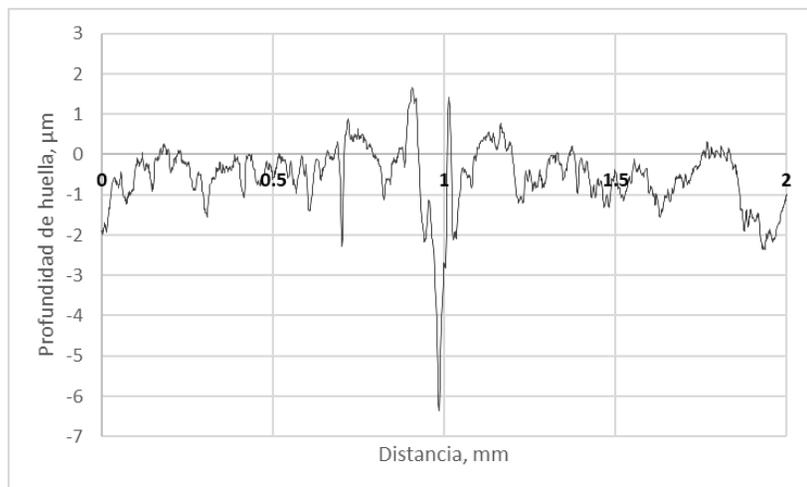


Fig. 69 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de Al-6061

4.4.2 Jatropha en acero 1018

Coefficiente de fricción

El COF con en probetas de acero con carga de 15.6 N nos arrojan valores de coeficiente de fricción bajos de 0.5 a 0.14, para la concentración de 1%. A esta carga solo se evaluó esta concentración debido a que con este material el desgaste fue mínimo, más adelante se muestran los mecanismos de desgaste y profundidad de la huella. Con la carga de 24.5 N el COF de fricción estuvo en 0.3 a 0.13 máx. en las concentraciones de 0.25% y 0.5%; con 1%, el μ_k tuvo valores de 0.09 a 0.14; siendo este último igual que el COF del aceite base.

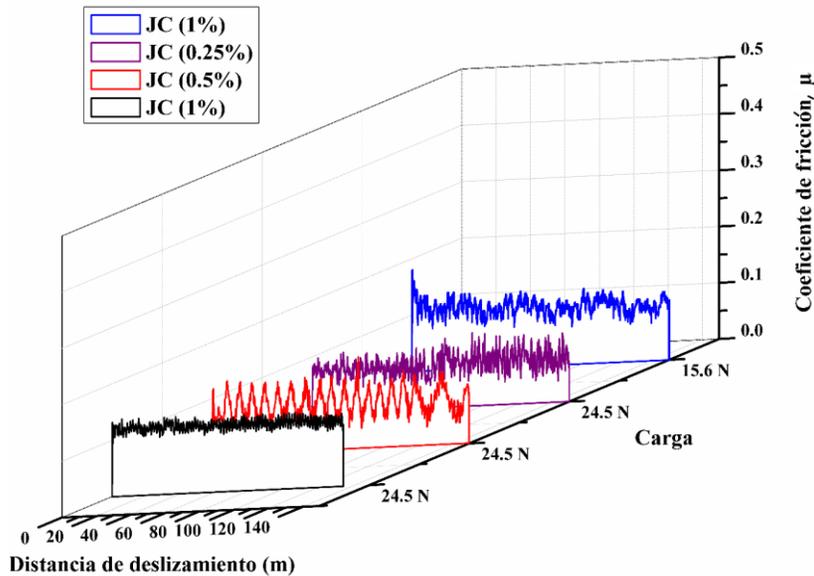


Fig. 70 COF del aceite JC adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 con una concentración de 1% y sometido a una carga de 24.5 N, en acero 1018

Desgaste

El volumen de desgaste en estas pruebas fue de 0.2033 mm^3 para la concentración de 1% (15.6 N) de 0.1779 para la concentración de 0.25% (24.5N), 0.1906 para 0. 5% (24.5 N) y para 1% (24.5 N) fue de 0.2287 mm^3 . Este último incrementó el desgaste en 12%; con la misma carga, las otras dos

concentraciones redujeron el desgaste en 12% y 6%, con respecto al base. Con la carga de 15.6 N el volumen de desgaste se incrementó 45% con respecto del JC base.

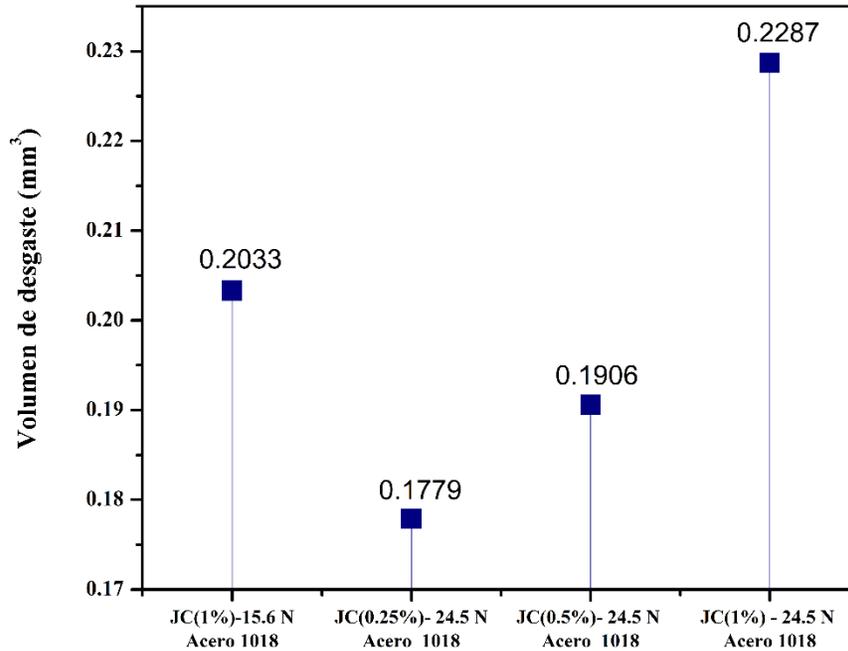


Fig. 71 Volumen de desgaste con carga, JC adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 , pruebas en acero

Análisis de la huella de desgaste

Las Fig. 72, Fig. 73, Fig. 74 y Fig. 75 muestran principalmente un mecanismo de desgaste abrasivo, la presencia de rayado es evidente y se puede apreciar en las imágenes de microscopía que el rayado no es profundo, afectando sólo las capas superficiales del material, también se puede observar la presencia de residuos en la superficie evaluada de la Fig. 75 que corresponde a la concentración de 1% con carga de 24.5 N y concuerda con el volumen de desgaste.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

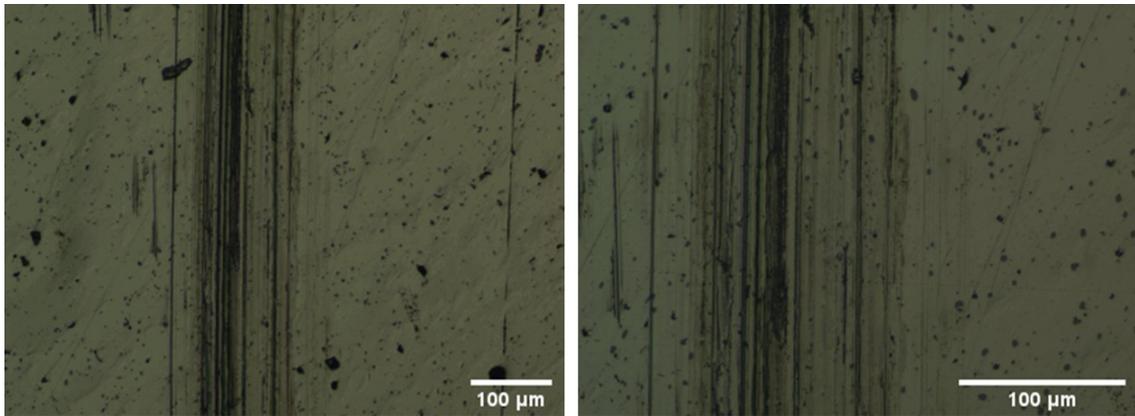


Fig. 72 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018

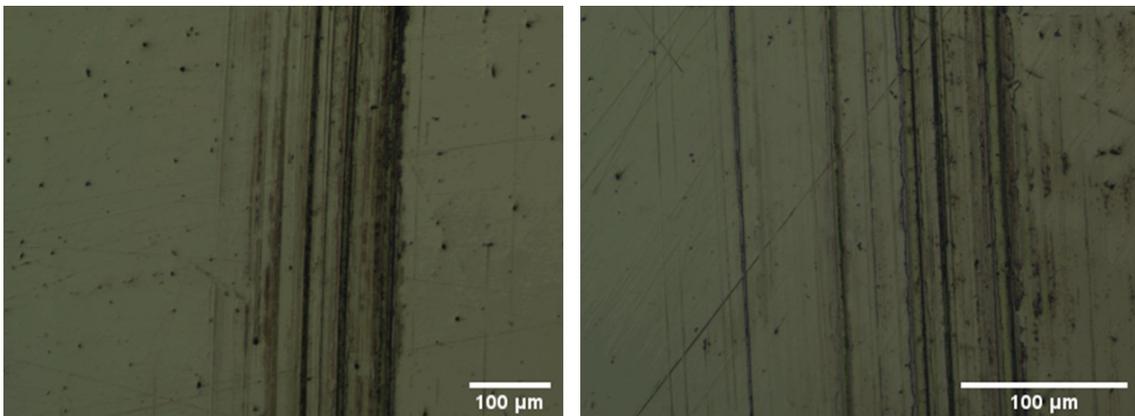


Fig. 73 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

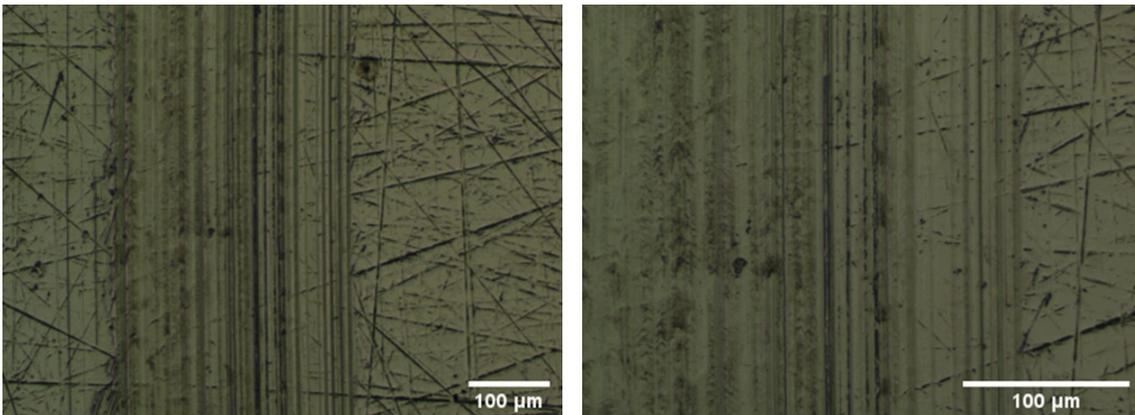


Fig. 74 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

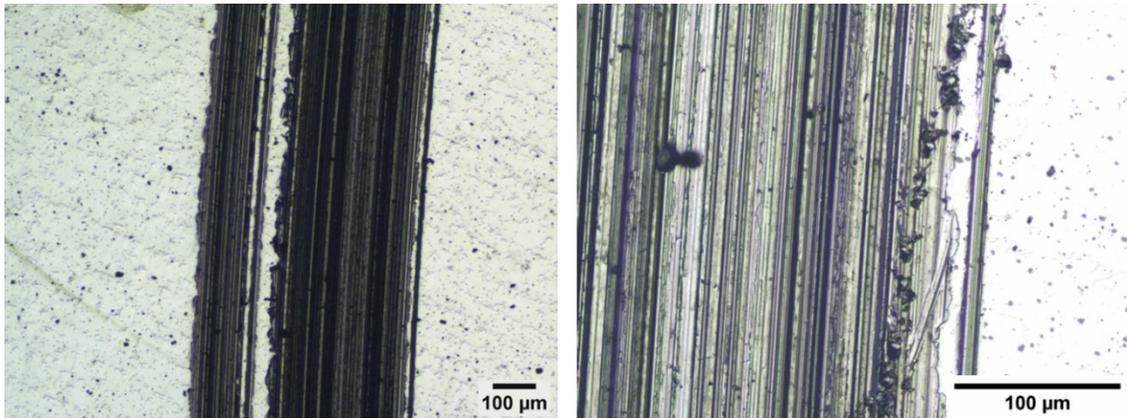


Fig. 75 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite JC adicionado con 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

La perfilometría de las Fig. 76, Fig. 77, Fig. 78 y Fig. 79, es de 0.1 mm de ancho y profundidad de 1.5 μm para la concentración de 1% (15.6 N) incrementando estos valores con respecto al aceite base en las mismas condiciones de prueba. Los valores para la carga de 24.5 N son de 0.2 mm y 0.7 μm para la concentración de 0.25%, 0.3 mm y 0.7 μm para 0.5% y por último de 0.6 mm y 3.2 μm de profundidad para la concentración de 1%. Este incremento el desgaste en un 65%, mientras que las otras dos concentraciones han reducido estos valores en un 75%.

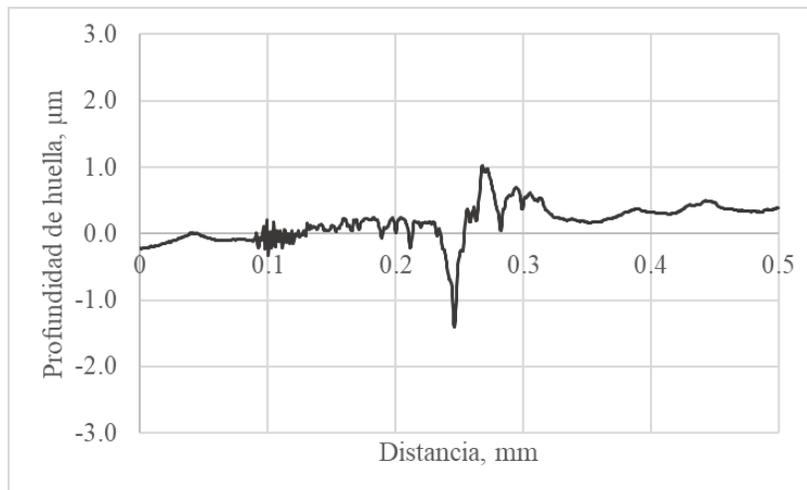


Fig. 76 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de acero 1018

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

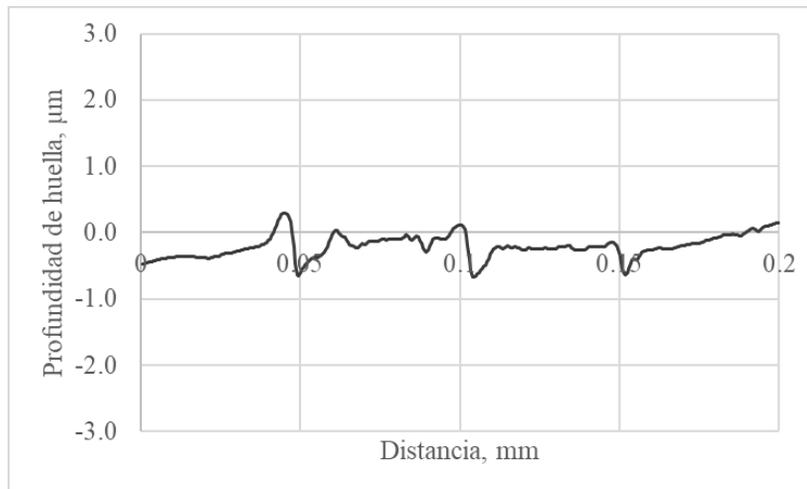


Fig. 77 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018

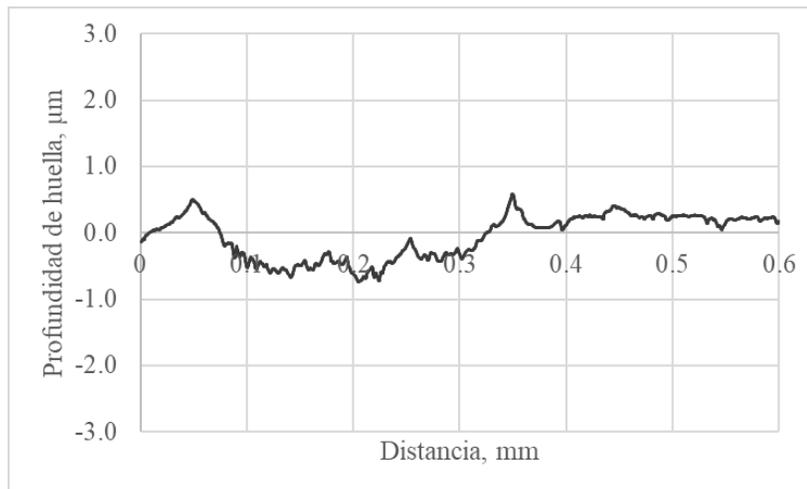


Fig. 78 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018

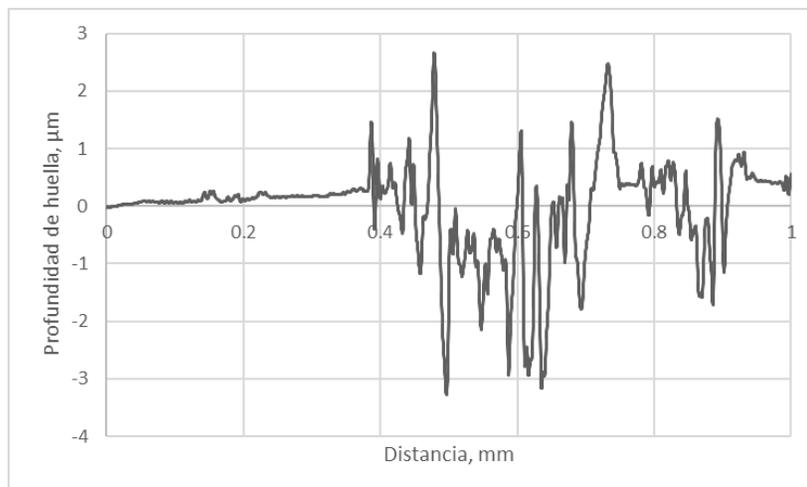


Fig. 79 Perfil huella de desgaste JC con una concentración de 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018

4.5 Comportamiento tribológico del aceite de sésamo adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM G99

4.5.1 Sésamo, en Al-6061

Coefficiente de fricción

En la Fig. 80, el COF del sésamo adicionado con carga de 15.6 N, tiene valores de 0.1 a 0.37 con la concentración de 0.25%, de 0.5 % de 0.1 a 0.34 y para la concentración de 1% va de 0.13 a 0.39. Con la concentración de 0.5% se presentó el COF más bajo, sin embargo, es cercano al del aceite base. El μ_k del aceite de sésamo adicionado fue menor, en comparación con el sésamo solo. Con una carga mayor (24.5 N) el COF dio valores de 0.16 a 0.9, para la concentración de 0.25%; 0.13-0.61 para 0.5% y por último para la concentración de 1% de 0.18-0.78. Las concentraciones de 0.5% y 1% permitieron concluir la prueba y redujeron el COF con respecto al aceite base.

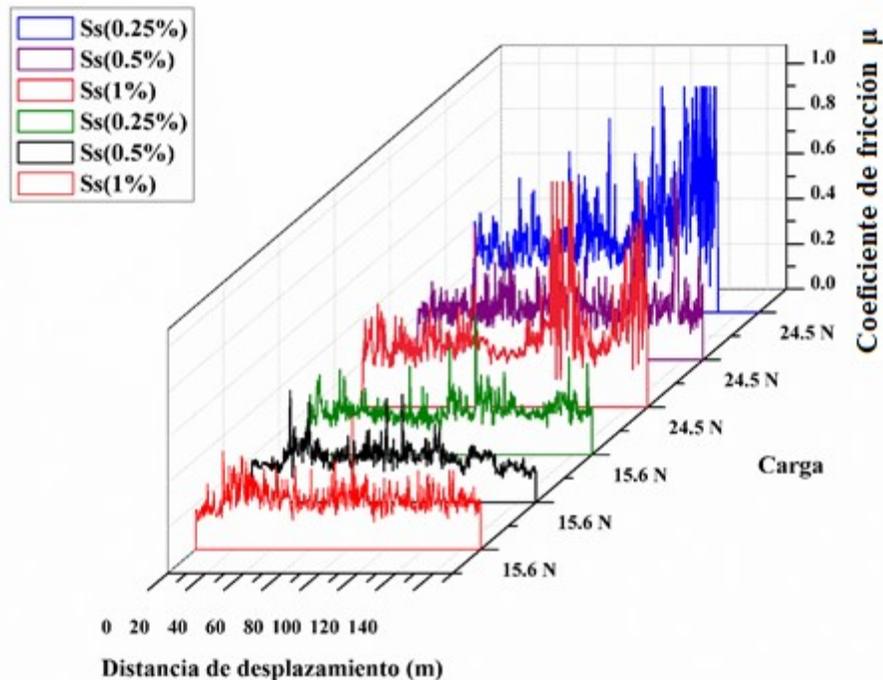


Fig. 80 COF del aceite de sésamo, adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 en sus diferentes concentraciones, sometido a una carga de 15.6 N, en Al-6061

Desgaste

En la Fig. 81 observamos que con la concentración de 0.25% el volumen de desgaste fue de 2.85 mm^3 , con 0.5% *p/p* se tuvo una pérdida de 3.03 mm^3 , por último, con la concentración de 1% se perdió 7.14 mm^3 de volumen, con las concentraciones de 0.25% y 0.5% se redujo el volumen de desgaste en 56.82% y con la concentración de 5% *p/p*, se redujo en 54.09%. Con la carga de 24.5 N, esta concentración es la que redujo el volumen de desgaste en 29%; con las otras concentraciones el volumen fue similar al del aceite base, alrededor de 13.5 mm^3 .

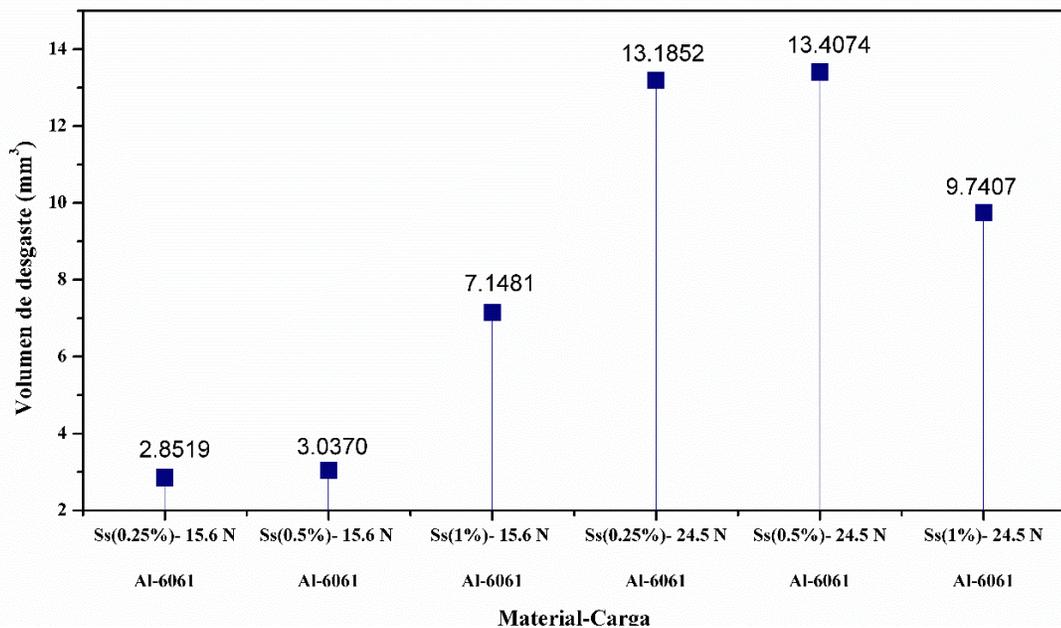


Fig. 81 Volumen de desgaste, sésamo adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 .

Análisis de la superficie de desgaste

Las imágenes de microscopía que se muestran en las Fig. 82, Fig. 83 y Fig. 84, corresponden a los mecanismos de desgaste con carga de 15.6 N. Se puede ver que los mecanismos de desgaste son por abrasión principalmente con las concentraciones de 0.25% (Fig. 82) y de 0.5% (Fig. 83), hay rayado, presencia de residuos y en algunas zonas deformación plástica. En la Fig. 84 la concentración de 1% provocó una mayor deformación plástica en el trayecto de la huella de desgaste, denotando desgaste adhesivo.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

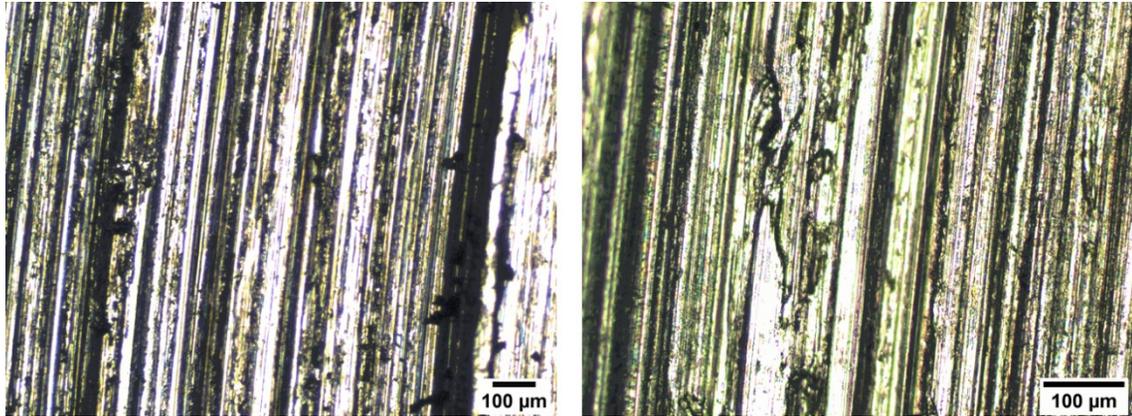


Fig. 82 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

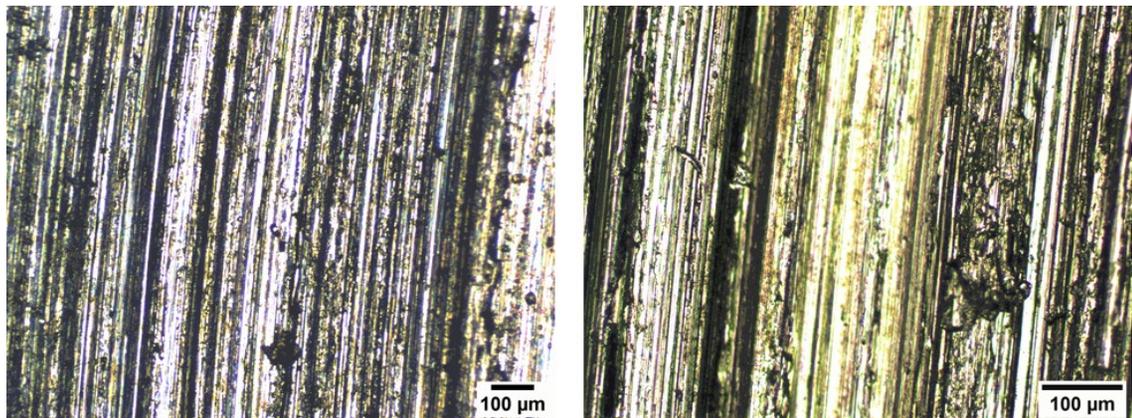


Fig. 83 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

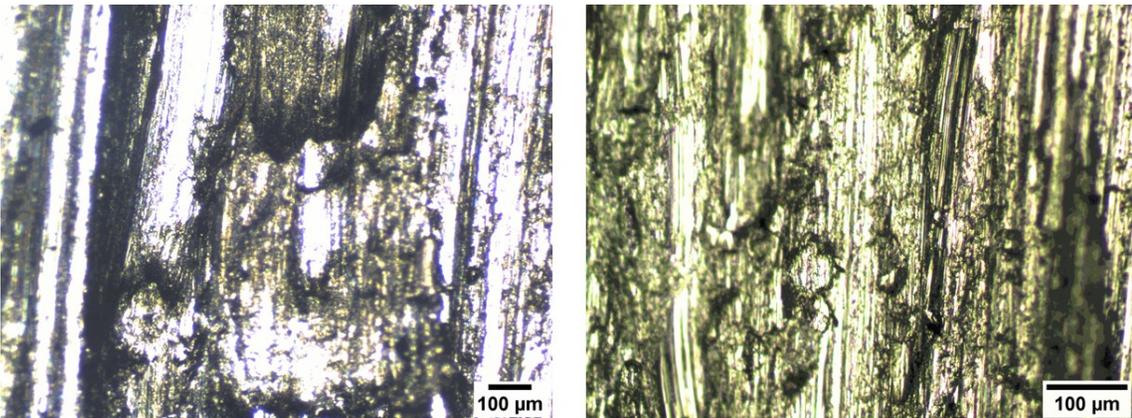


Fig. 84 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 1 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de Al-6061

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

En comparación con el aceite base las concentraciones de 0.25% y 0.5 % han reducido la deformación plástica comparado con el aceite base.

Las Fig. 85, Fig. 86 y Fig. 87 donde se aplicó una carga de 24.5 N, para todas las concentraciones hay deformación plástica, presencia de residuos y surcos de gran tamaño. Con esta carga la concentración de 1% es la que menor deformación presentó en la huella de desgaste.

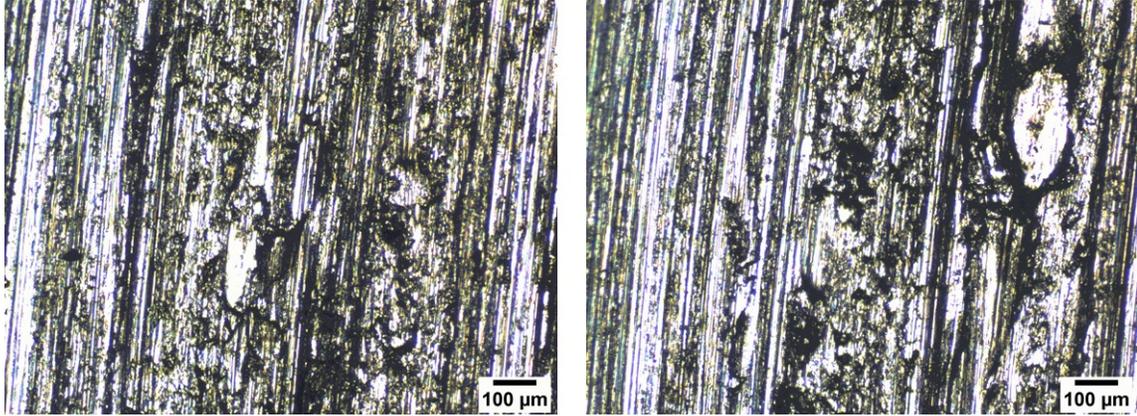


Fig. 85 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061

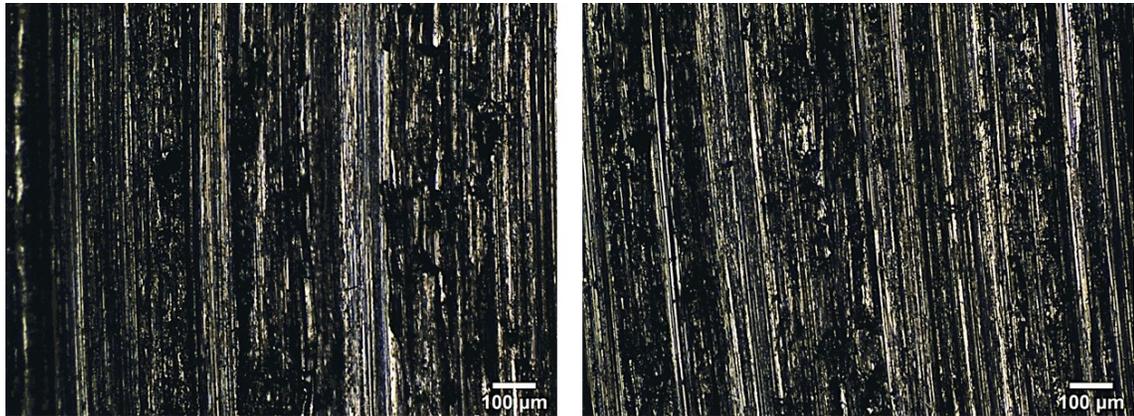


Fig. 86 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061

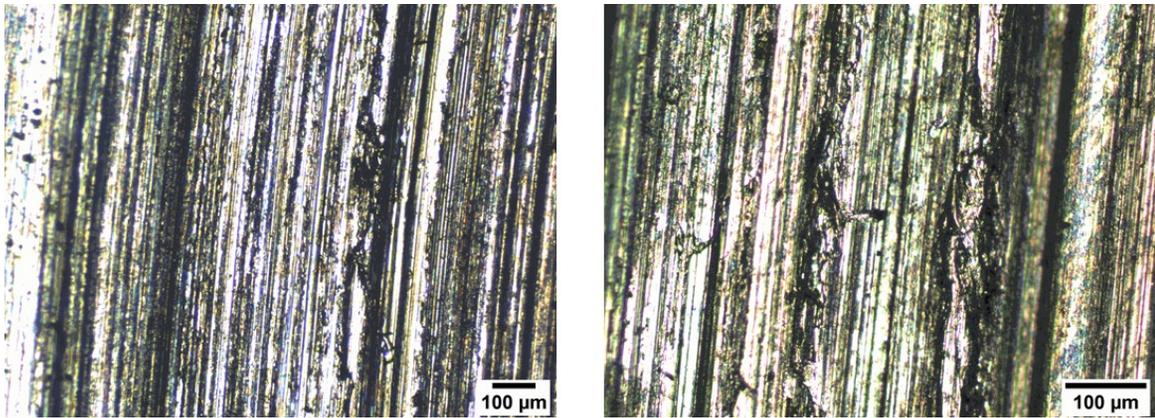


Fig. 87 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 1 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de Al-6061

El análisis de perfilometría nos indica que: para la concentración de 0.25% (ver Fig. 88), el ancho de huella es de 1.75 mm de ancho y una profundidad de 30 μm ; para 0.5% (ver Fig. 89), es de 1.4 mm con una profundidad de 40 μm y para la concentración de 1% (ver Fig. 90), tiene un ancho de huella de 1.5 mm y profundidad de 100 μm . Esto con una carga de 15.6 N. Comparando con el aceite base, la concentración de 1% no redujo el ancho de huella ni la profundidad, caso contrario de las otras dos concentraciones que redujeron la profundidad de huella.

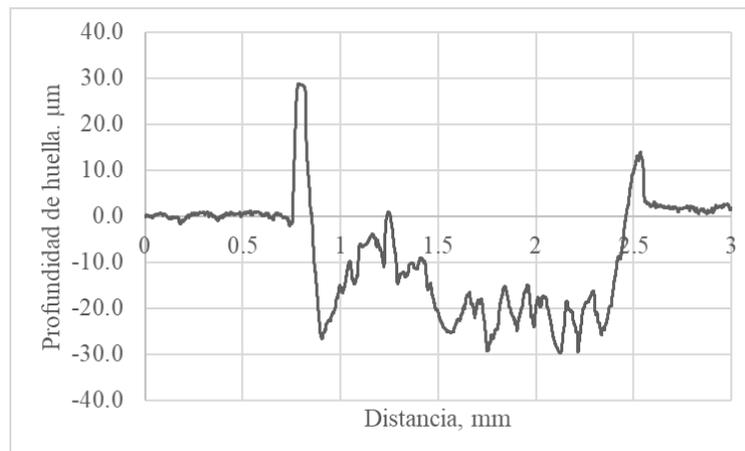


Fig. 88 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de Al-6061

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

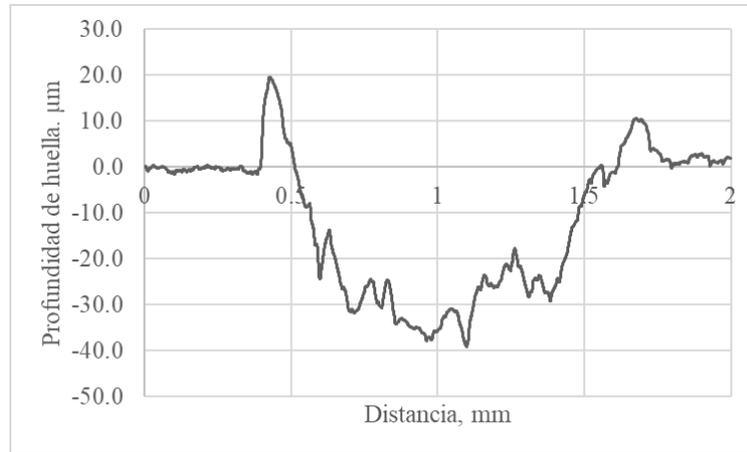


Fig. 89 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de Al-6061

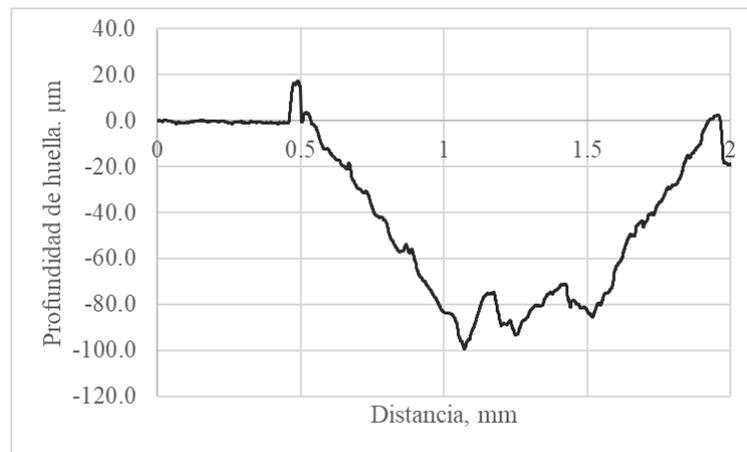


Fig. 90 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 1.0 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de Al-6061

Con la carga de 24.5 N los valores son; para 0.25% (ver Fig. 91), el ancho de huella es de 2 mm de ancho y una profundidad de 70 µm; para 0.5% (ver Fig. 92), es de 1.5 mm con una profundidad de 90 µm y para la concentración de 1% (ver Fig. 93), tiene un ancho de huella de 1.5 mm y profundidad de 100 µm. Esto con una carga de 15.6 N. En estos pares tribológicos se redujo el ancho de huella con todas las concentraciones, sin embargo, la profundidad fue mayor con 0.5% y 1%.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

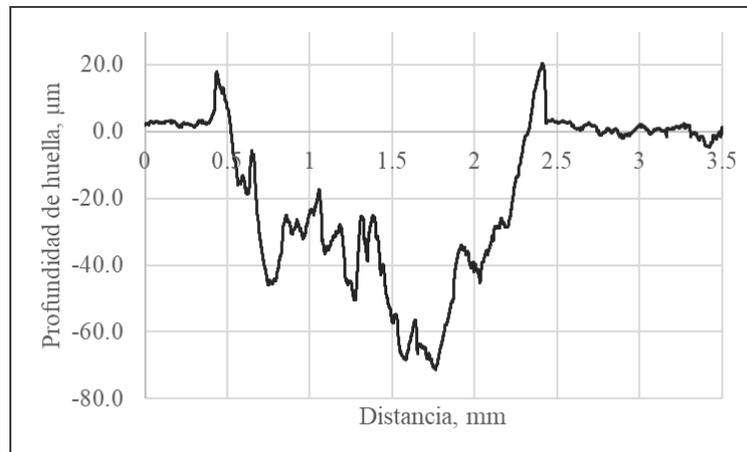


Fig. 91 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5N, probetas de Al-6061

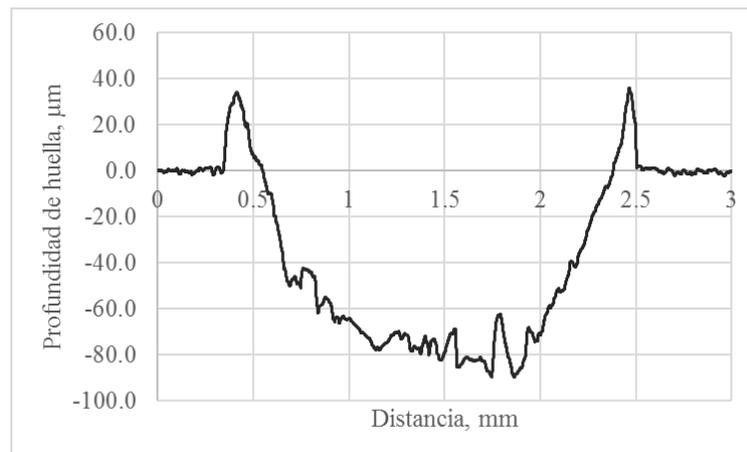


Fig. 92 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.5 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5N, probetas de Al-6061

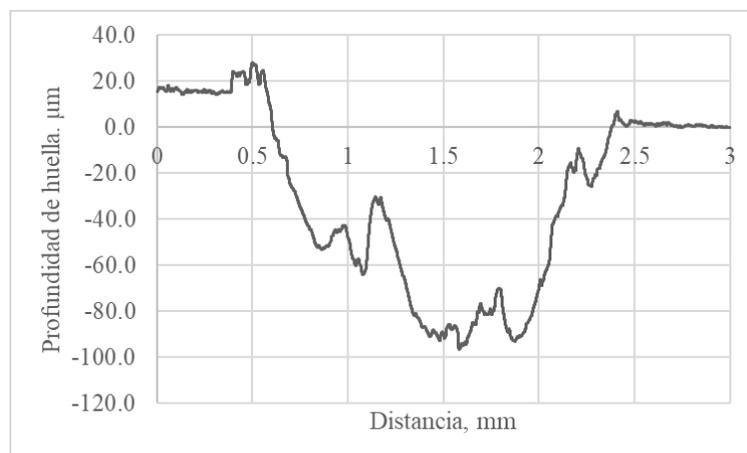


Fig. 93 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5N, probetas de Al-6061

4.5.2 Sésamo, en acero 1018

Coeficiente de fricción

En la Fig. 94, el bio lubricante con una concentración de 0.25% peso muestra un μ_k de 0.06 a 0.14, indistintamente de la carga, el μ_k con la concentración de 0.5 % (24.5) peso los valores son 0.07 a 0.14, y la concentración de 1 % (24.5 N) tuvo valores del μ_k de 0.06 a 0.15. Las tres concentraciones tuvieron un comportamiento estable por la duración de la prueba, con valores del COF similares entre ellas.

Todas las concentraciones tienen un COF similar al del aceite puro Fig. 46. Sin embargo, son mayores.

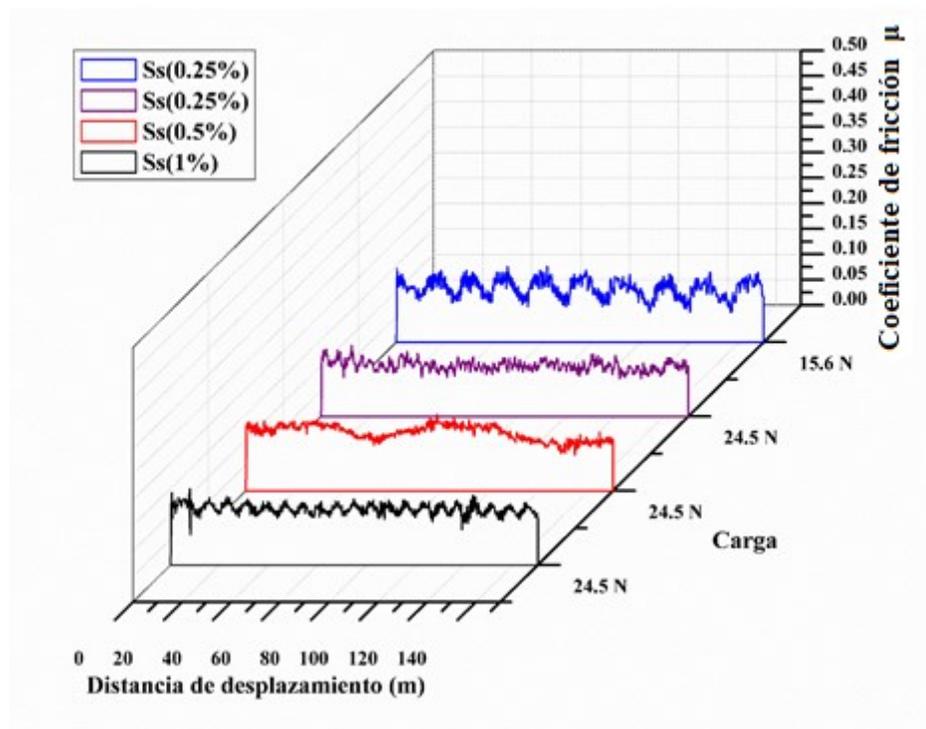


Fig. 94 COF del aceite de sésamo, adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 en sus diferentes concentraciones, en acero 1018

Desgaste

En la Fig. 95, el volumen de desgaste con carga de 24.5N, fue de la siguiente forma: la concentración de 0.5% peso, tuvo una pérdida de material de 0.23 mm^3 ; la concentración de 1% perdió 0.23 mm^3 , y con 0.25% peso, se tuvo una pérdida de 0.20 mm^3 con esta concentración se

tuvo el menor volumen de desgaste. Sin embargo, las tres concentraciones incrementaron el desgaste en comparación con el aceite de sésamo puro. Con carga menor de 15.6 N, el desgaste fue de 0.17 mm³, similar al aceite base.

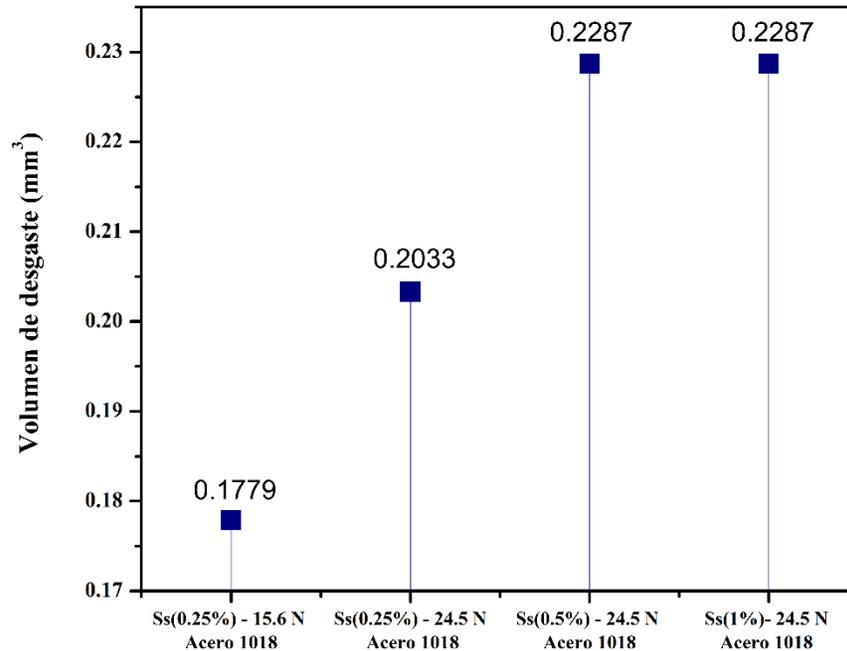


Fig. 95 Volumen de desgaste con carga de 24.5 N, sésamo adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 .

Análisis de la superficie de desgaste

Las imágenes de microscopía que se muestran en las Fig. 96, Fig. 97, Fig. 98 y Fig. 99, se puede ver que las superficies han sufrido un desgaste abrasivo, provocando un daño en las capas superficiales de las probetas.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

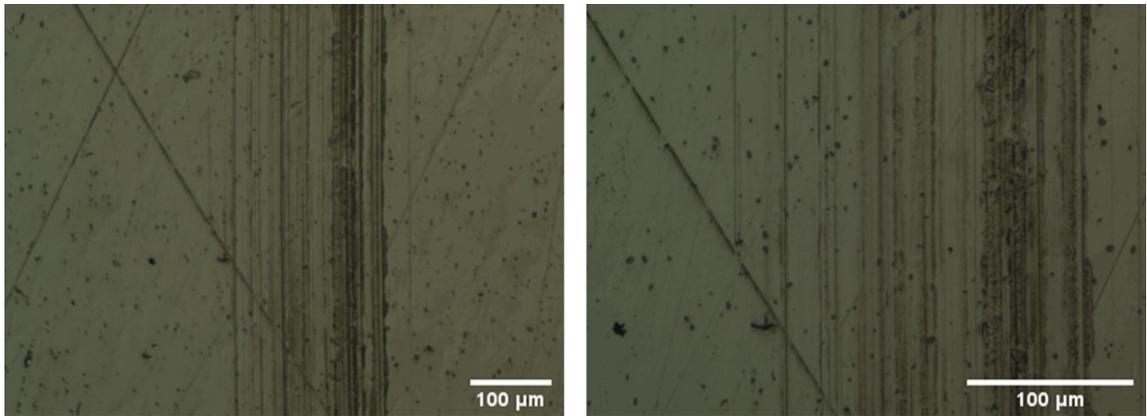


Fig. 96 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 15.6 N, Probetas de acero 1018

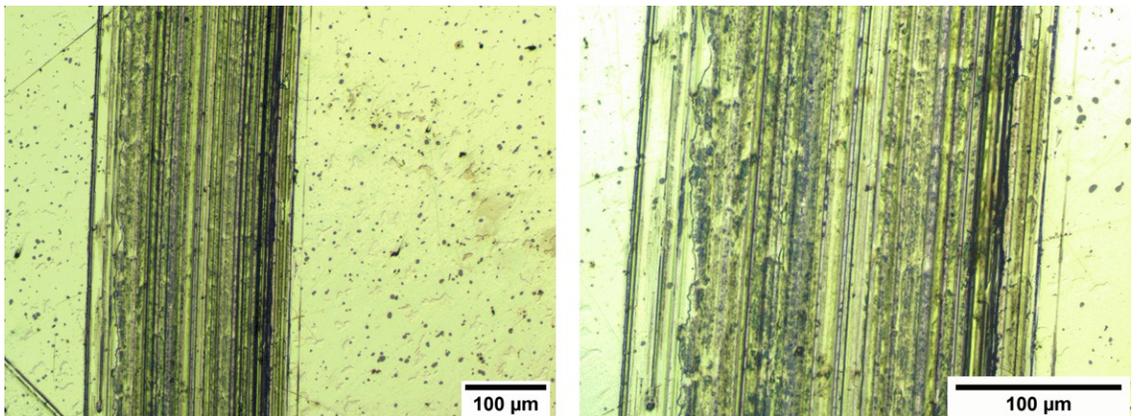


Fig. 97 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

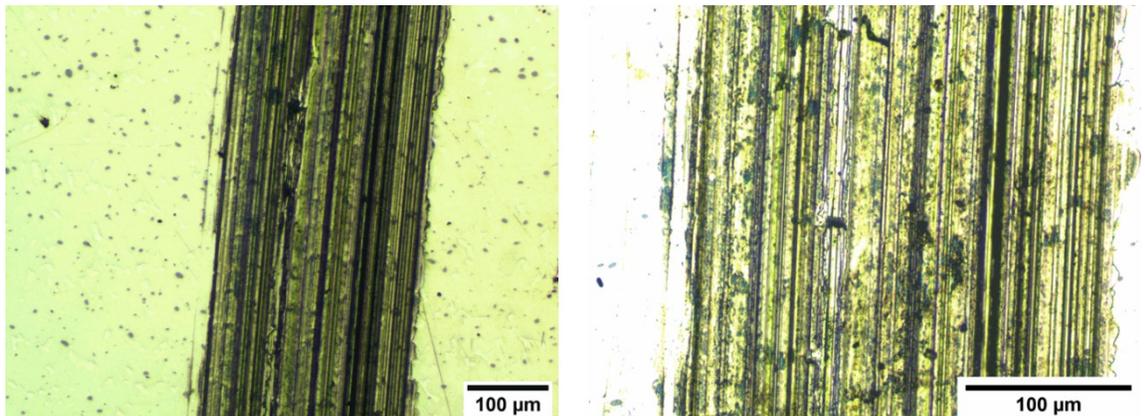


Fig. 98 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

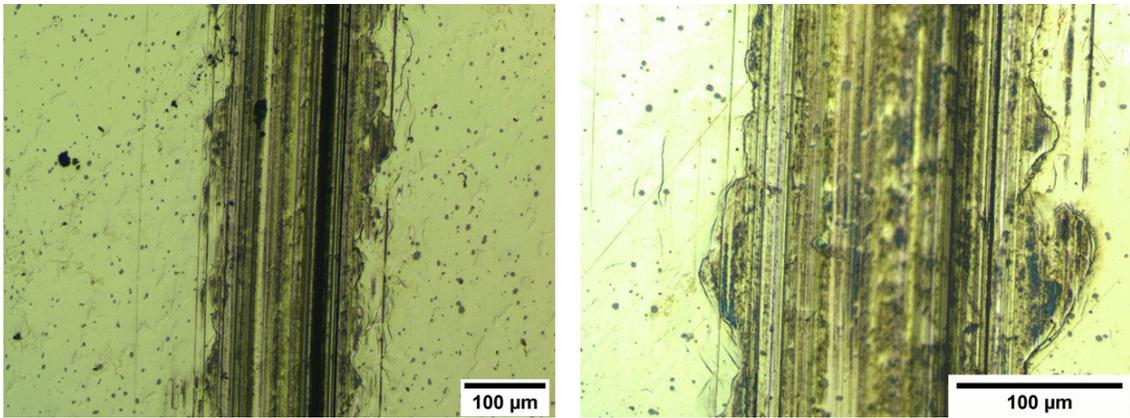


Fig. 99 Micrografía óptica - Huella de desgaste del aceite de sésamo adicionado con 1.0 % de nanopartículas de Al_2O_3 , Carga 24.5 N, Probetas de acero 1018

Con los resultados de perfilometría se observó como la huella con la concentración de 0.25% (Fig. 100) con carga de 15.6 N tiene un ancho de huella de 0.15 mm y profundidad de 0.05 μm . Con carga de 24.5 N, la concentración de 0.25% (Fig. 101 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018 Fig. 101), tiene un ancho de huella de 0.2 mm y profundidad de 2.2 μm ; con 0.5% (Fig. 102), el ancho es 0.25 mm y profundidad de la huella de 3.25 μm ; por último, la concentración de 1% (Fig. 103), es de 0.2 mm de ancho y 4 μm de profundidad.

Las tres concentraciones con carga de 24.5 N reducen el ancho de huella, sin embargo, la profundidad de huella fue mayor que con el aceite base. Con carga de 15.6 N, se redujo el ancho y profundidad con respecto al aceite base.

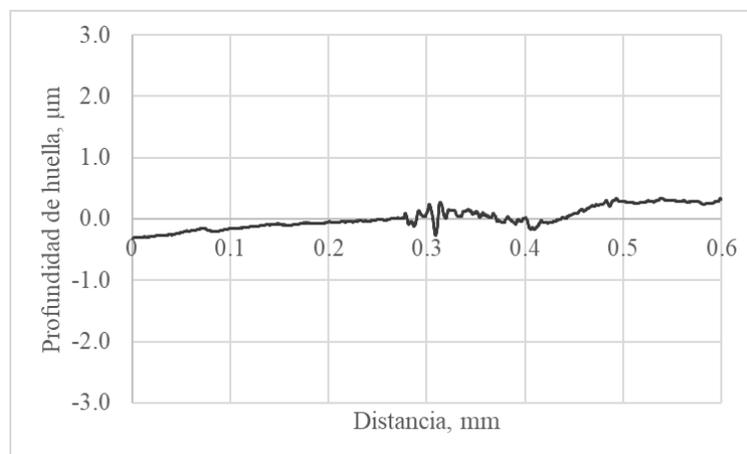


Fig. 100 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 15.6 N, probetas de acero 1018

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

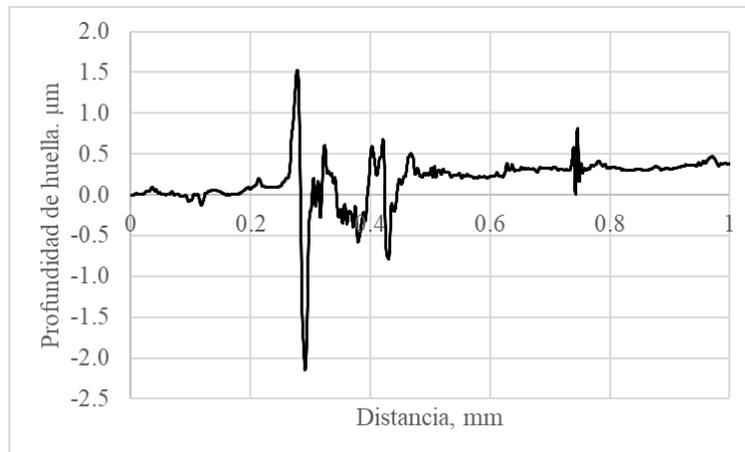


Fig. 101 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018

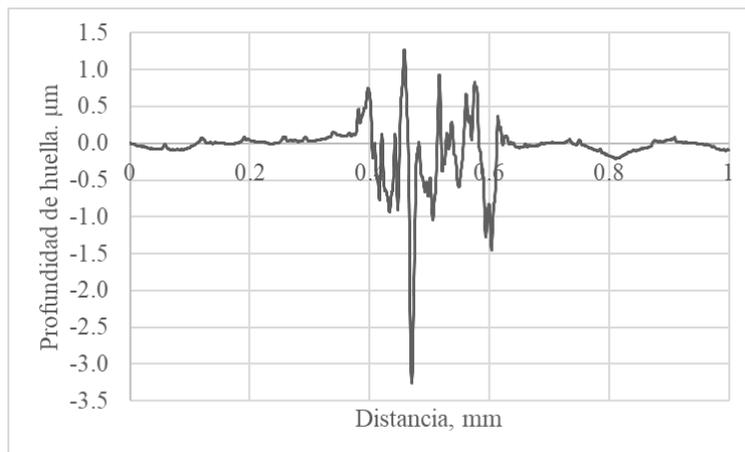


Fig. 102 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 0.5% de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018

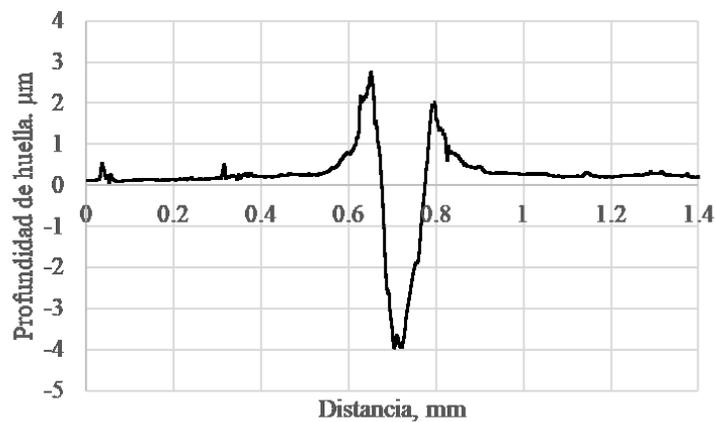


Fig. 103 Perfil huella de desgaste sésamo adicionado con 1.0 % de nanopartículas de Al_2O_3 , carga 24.5 N, probetas de acero 1018

4.6 Resumen de resultados de las pruebas en el equipo perno sobre disco

En las siguientes Tabla 12 a Tabla 16, se muestran los resultados obtenidos de COF, masa perdida, volumen de desgaste, ancho y profundidad de huella.

Tabla 12 – Masa y volumen perdido

Material-Carga	No. Disco	Aceite	Masa inicial (grs)		Masa Final (grs)		Masa perdida (grs)		Volumen perdido (mm ³)	
			Disco	Perno	Disco	Perno	Disco	Perno	Disco	Perno
Al6061- 15.6 N	1	JC	49.6710	0.7071	49.6650	0.7070	0.0060	0.0001	2.2222	0.0370
Al6061- 15.6 N	7	JC(0.25%)	49.5246	0.7118	49.4979	0.6916	0.0267	0.0202	9.8889	7.4815
Al6061- 15.6 N	3	JC(0.5%)	49.5346	0.7188	49.5103	0.7188	0.0243	0.0000	8.9630	0.0000
Al6061- 15.6 N	2	JC(1%)	49.6477	0.7124	49.6462	0.7125	0.0015	-0.0001	0.5556	-0.0370
Al6061- 24.5 N	4	JC	49.6858	0.7121	49.6564	0.7120	0.0294	0.0001	10.8889	0.0370
Al6061- 24.5 N	4	JC(0.25%)	48.6182	0.7140	48.6113	0.7134	0.0069	0.0006	2.5556	0.2222
Al6061- 24.5 N	3	JC (0.5%)	49.1950	0.7182	49.1818	0.7179	0.0132	0.0003	4.8889	0.1111
Al6061- 24.5 N	5	JC(1%)	49.5849	0.7088	49.5829	0.7088	0.0020	0.0000	0.7407	0.0000
Al6061- 15.6 N	1	Sésamo	49.4611	0.7220	49.4431	0.7218	0.0180	0.0002	6.6667	0.0741
Al6061- 15.6 N	2	Ss(0.25%)	49.5250	0.7067	49.5173	0.7065	0.0077	0.0002	2.8519	0.0741
Al6061- 15.6 N	3	Ss(0.5%)	49.9152	0.7283	49.9070	0.7284	0.0082	-0.0001	3.0370	-0.0370
Al6061- 15.6 N	7	Ss(1%)	50.0115	0.7210	49.9922	0.7210	0.0193	0.0000	7.1481	0.0000
Al6061- 24.5 N	1	Sésamo	48.9316	0.6892	48.8947	0.6882	0.0369	0.0010	13.6667	0.3704
Al6061- 24.5 N	5	Ss(0.25%)	50.0936	0.7198	50.0580	0.7198	0.0356	0.0000	13.1852	0.0000
Al6061- 24.5 N	2	Ss(0.5%)	49.0090	0.7218	48.9728	0.7215	0.0362	0.0003	13.4074	0.1111
Al6061- 24.5 N	6	Ss(1%)	50.0290	0.7250	50.0027	0.7252	0.0263	0.0002	9.7407	-0.0741
1018 - 15.6 N	1	JC	139.9790	1.8478	139.9779	1.8476	0.0011	0.0002	0.1398	0.0254
1018 - 15.6 N	2	JC(1%)	143.7974	1.8576	143.7958	1.8574	0.0016	0.0002	0.2033	0.0254
1018 - 24.5 N	4	JC	144.0251	1.8477	144.0235	1.8476	0.0016	0.0001	0.2033	0.0127
1018 - 24.5 N	5	JC(0.25%)	144.0708	1.8507	144.0694	1.8505	0.0014	0.0002	0.1779	0.0254
1018 - 24.5 N	6	JC(0.5%)	144.5022	1.8385	144.5007	1.8385	0.0015	0.0000	0.1906	0.0000
1018 - 24.5 N	3	JC(1%)	143.9372	1.8576	143.9354	1.8576	0.0018	0.0000	0.2287	0.0000
1018 - 15.6 N	3	Sésamo	143.7223	1.8509	143.7210	1.8507	0.0013	0.0002	0.1652	0.0254
1018 - 15.6 N	4	Ss(0.25%)	143.9896	1.8383	143.9882	1.8385	0.0014	0.0002	0.1779	-0.0254
1018 - 24.5 N	1	Sésamo	144.0956	1.8509	144.0941	1.8510	0.0015	0.0001	0.1906	-0.0127
1018 - 24.5 N	2	Ss(0.25%)	143.8103	1.8575	143.8087	1.8576	0.0016	0.0001	0.2033	-0.0127
1018 - 24.5 N	3	Ss(0.5%)	140.0695	1.8476	140.0677	1.8476	0.0018	0.0000	0.2287	0.0000
1018 - 24.5 N	4	Ss(1%)	143.9540	1.8389	143.9522	1.8384	0.0018	0.0005	0.2287	0.0635

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

Tabla 13 - COF en probetas de aluminio 6061

<i>Material</i>	<i>Aluminio (Ra= 0.248 μm)</i>					
<i>Carga</i>	<i>15.6 N</i>			<i>24.5 N</i>		
<i>Aceite</i>	<i>COF</i>		<i>Desgaste (mm³)</i>	<i>COF</i>		<i>Desgaste (mm³)</i>
	<i>Mín</i>	<i>Máx</i>		<i>Mín</i>	<i>Máx</i>	
Sésamo	0.1	0.4	6.6	0.13	0.9	13.66
Sésamo + 0.25%	0.1	0.37	2.85	0.16	0.9	13.19
Sésamo + 0.5%	0.1	0.34	3.03	0.13	0.61	13.41
Sésamo + 1%	0.1	0.39	7.15	0.18	0.78	9.74
JC	0.02	0.41	2.22	0.06	0.5	10.89
JC + 0.25%	0.11	0.39	9.88	0.09	0.36	2.55
JC + 0.5%	0.05	0.38	8.96	0.13	0.44	4.89
JC + 1%	0.01	0.11	0.55	0.01	0.11	0.74

Tabla 14 - COF en probetas de acero 1018

<i>Material</i>	<i>Acero (Ra=0.13μm)</i>					
<i>Carga</i>	<i>15.6 N</i>			<i>24.5 N</i>		
<i>Aceite</i>	<i>COF</i>		<i>Desgaste (mm³)</i>	<i>COF</i>		<i>Desgaste (mm³)</i>
	<i>Mín</i>	<i>Max</i>		<i>Mín</i>	<i>Max</i>	
Sésamo	0.05	0.13	0.1652	0.07	0.12	0.1906
Sésamo + 0.25%	0.05	0.14	0.1779	0.06	0.14	0.2033
Sésamo + 0.5%	-	-	-	0.07	0.14	0.2287
Sésamo + 1%	-	-	-	0.06	0.15	0.2287
JC	0.05	0.15	0.1398	0.03	0.14	0.2033
JC + 0.25%	-	-	-	0.03	0.12	0.1779
JC + 0.5%	-	-	-	0.03	0.13	0.1906
JC + 1%	0.06	0.14	0.2033	0.09	0.14	0.2287

Tabla 15 - Tamaño de la huella de desgaste, probetas de aluminio

<i>Material</i>	<i>Aluminio (Ra= 0.248 μm)</i>			
	<i>Huella de desgaste</i>			
<i>Carga</i>	<i>15.6 N</i>		<i>24.5 N</i>	
<i>Aceite</i>	<i>Ancho</i>	<i>Profundidad</i>	<i>Ancho</i>	<i>Profundidad</i>
Sésamo	1.4	70	2.5	70
Sésamo + 0.25%	1.75	30	2	70
Sésamo + 0.5%	1.4	40	2.25	90
Sésamo + 1%	1.5	100	1.5	100
JC	1.5	30	2.7	70
JC + 0.25%	1.7	90	1.5	30
JC + 0.5%	1.2	90	1.5	54
JC + 1%	0.4	6.8	0.4	6.5

Tabla 16 - Tamaño de la huella de desgaste, probetas de acero

<i>Material</i>	<i>Acero (Ra=0.13μm)</i>			
	<i>Huella de desgaste</i>			
<i>Carga</i>	<i>15.6 N</i>		<i>24.5 N</i>	
<i>Aceite</i>	<i>Ancho</i>	<i>Profundidad</i>	<i>Ancho</i>	<i>Profundidad</i>
Sésamo	0.4	0.2	0.4	1
Sésamo + 0.25%	0.15	0.05	0.2	2.25
Sésamo + 0.5%			0.25	3.25
Sésamo + 1%			0.2	4
JC	0.15	0.2	0.5	2
JC + 0.25%			0.2	0.7
JC + 0.5%			0.3	0.7
JC + 1%	0.1	1.5	0.6	3.3

4.7 Capacidad antidesgaste de lubricantes bajo la norma ASTM D4172

Con base en los resultados obtenidos de las pruebas realizadas en la máquina perno sobre disco, los nano lubricantes que se seleccionaron por tener un mejor comportamiento tribológico, son los preparados con concentraciones de 1% con el aceite Jatropha y 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 con el aceite de sésamo. Esto basándose principalmente en los resultados arrojados con las probetas de aluminio Al-606. Los bio lubricantes antes mencionados se evaluaron con la máquina de cuatro bolas para obtener su capacidad antidesgaste, en función del tamaño promedio de huella de desgaste.

4.7.1 Tamaño de huella de desgaste

La ASTM D-4172 indica que el parámetro de medición de la capacidad antidesgaste de los lubricantes se determina con el promedio de los tamaños de las huellas de desgaste en las esferas. La tabla de la Fig. 104, integra los promedios de tamaños de huella de cada prueba realizada. Aceite Jatropha, JC + 0.25%, JC + 1%, aceite sésamo, sésamo + 0.25% y sésamo +1% de NPs de Al_2O_3 .

Los resultados de esta prueba nos indican una reducción de la huella de desgaste con el aceite JC + 0.25% de nanopartículas, reducen en 14 % a 75° C y 3.5% a temperatura ambiente; con la concentración de 1%, reducen a temperatura ambiente 8%. Sin embargo, a 75° C el promedio de la huella de desgaste se incrementó 6%. Para el aceite de sésamo, la concentración de 0.25% incrementó el tamaño de huella de desgaste en 1% a 75 ° C y a temperatura ambiente; con la concentración de 1% se incrementó 12% a 75° C y 37% a temperatura ambiente.

	Norma ASTM D4172	Temperatura Ambiente
Aceite	Tamaño promedio del diámetro de la huella de desgaste (mm)	
JATROPHA	0.8480 ± 0.337	0.7833 ± 0.0427
JATROPHA + 0.25%	0.7722 ± 0.1334	0.7556 ± 0.0898
JATROPHA + 1%	0.8966 ± 0.1642	0.7208 ± 0.0460
SÉSAMO	0.8126 ± 0.0453	0.6533 ± 0.0808
SÉSAMO + 0.25%	0.8200 ± 0.1439	0.6728 ± 0.1532
SÉSAMO + 1%	0.9133 ± 0.0603	0.9130 ± 0.2226

Fig. 104 Tamaño de huella de desgaste con los aceites, bajo la norma ASTM D-4172 y modificado a temperatura ambiente.

4.7.2 Microscopía óptica de huellas de desgaste

El desgaste predominante en las esferas fue del tipo abrasivo, en las Fig. 105, Fig. 106, Fig. 107, Fig. 108 Fig. 109, Fig. 110, Fig. 111, Fig. 112, Fig. 113 y Fig. 114 se observa el desgaste marcado por rayado en las superficies, la presencia de surcos y residuos. En la Fig. 114-b, se aprecia desgaste adhesivo, y hojuelas de desgaste en la superficie de esta esfera.

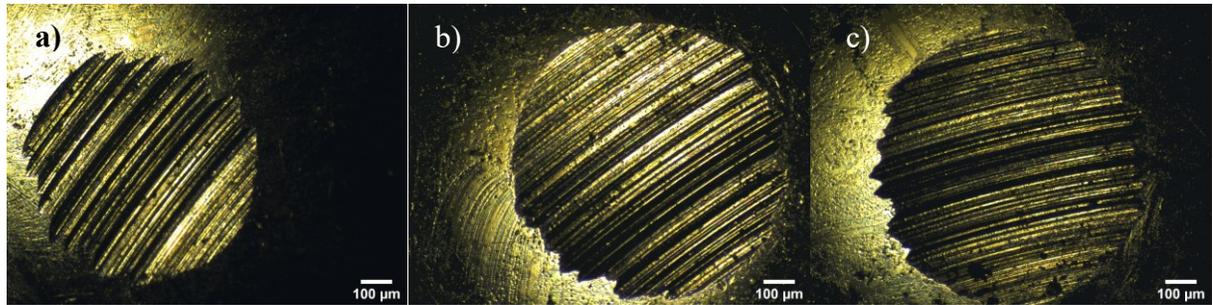


Fig. 105 Huellas de desgaste de la prueba de JC bajo la norma ASTM- D4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

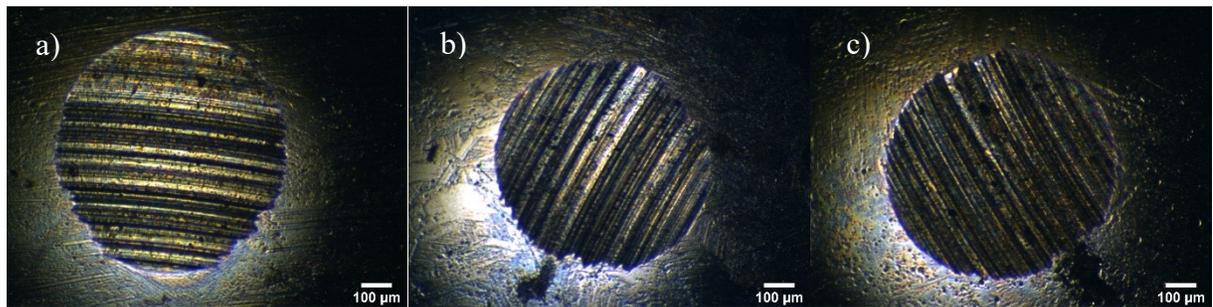


Fig. 106 Huellas de desgaste de la prueba de JC a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

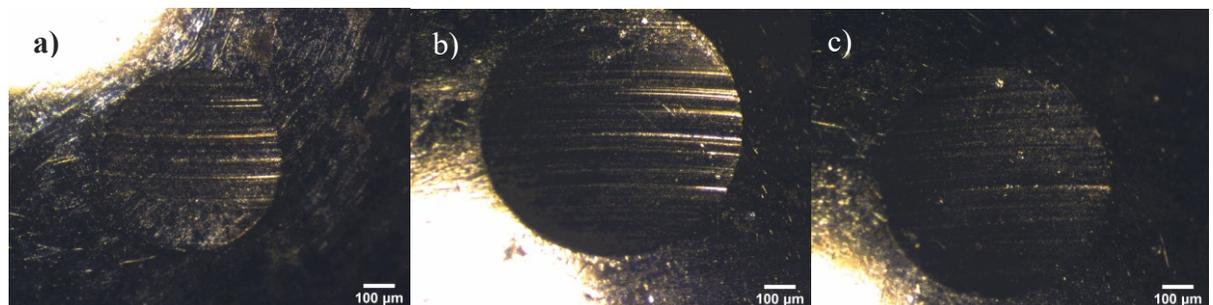


Fig. 107 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM- D4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

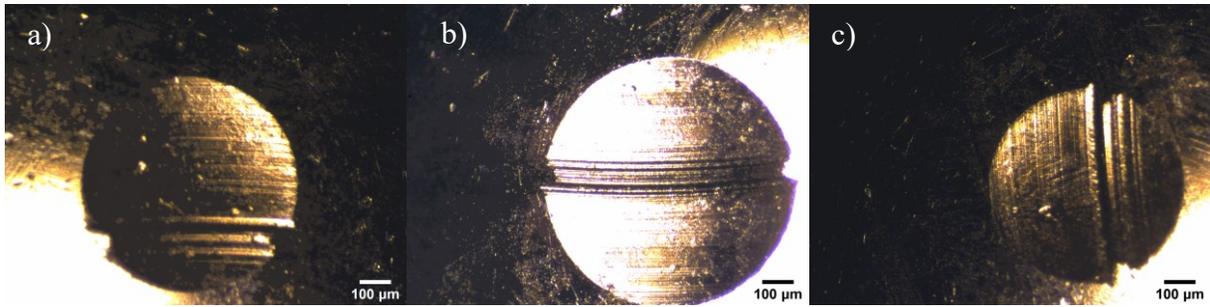


Fig. 108 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

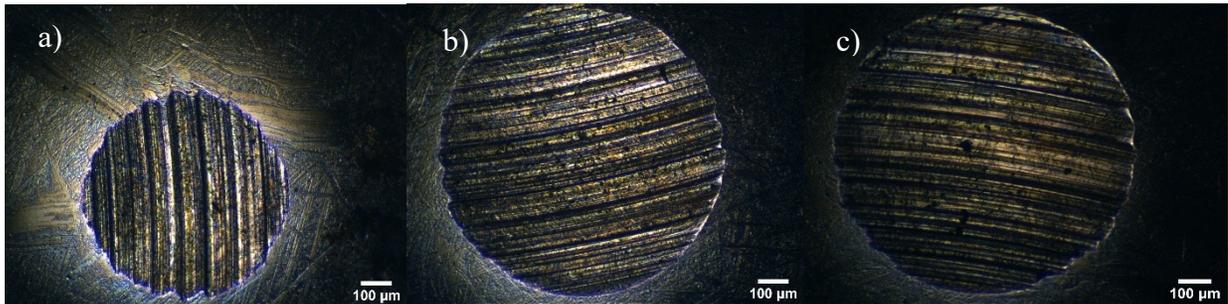


Fig. 109 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM- D4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

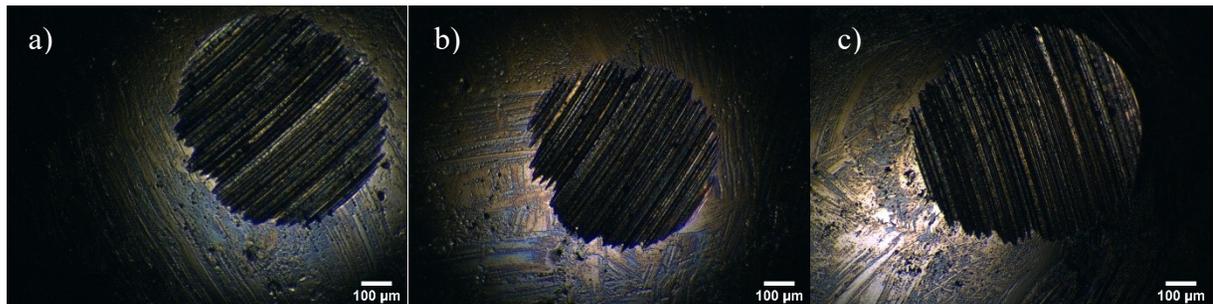


Fig. 110 Huellas de desgaste de la prueba de JC + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

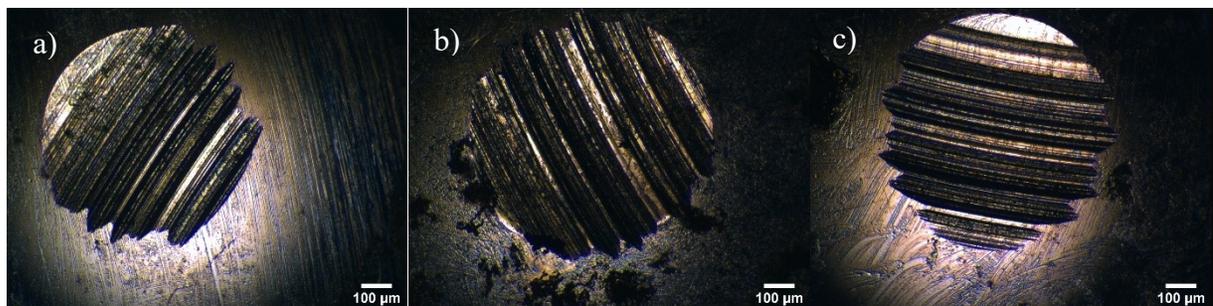


Fig. 111 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo bajo la norma ASTM D-4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

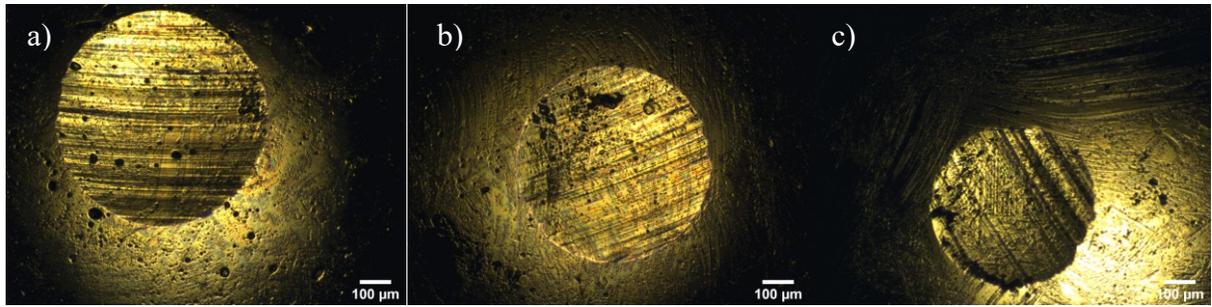


Fig. 112 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3



Fig. 113 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+ 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM D-4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

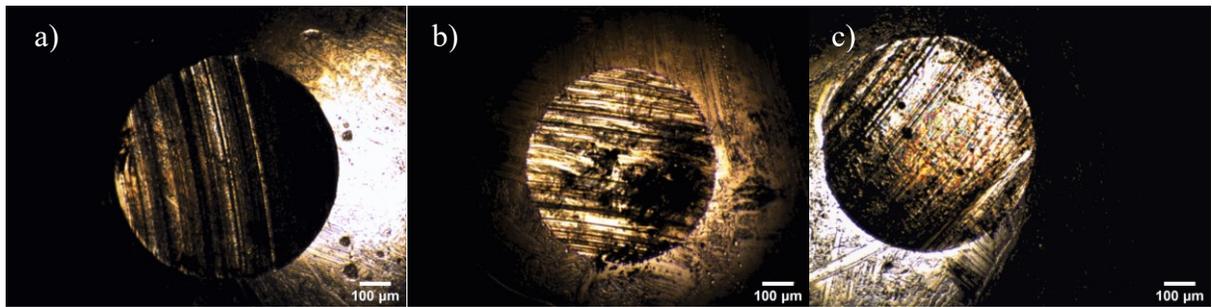


Fig. 114 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+ 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

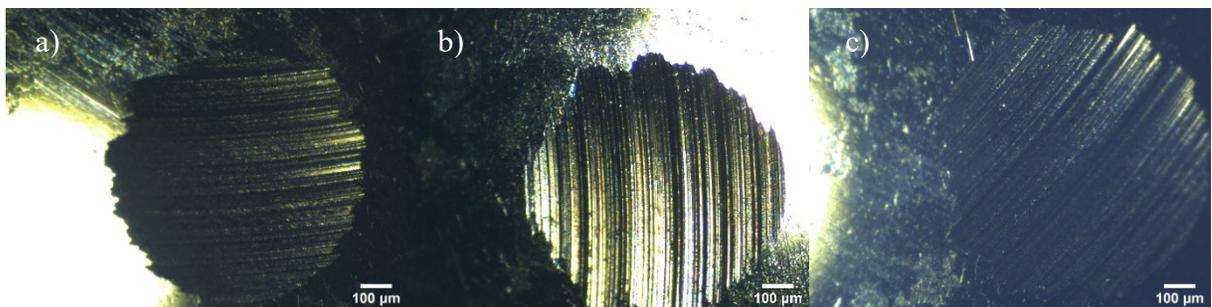


Fig. 115 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+1 % de nanopartículas de Al_2O_3 bajo la norma ASTM D-4172 a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

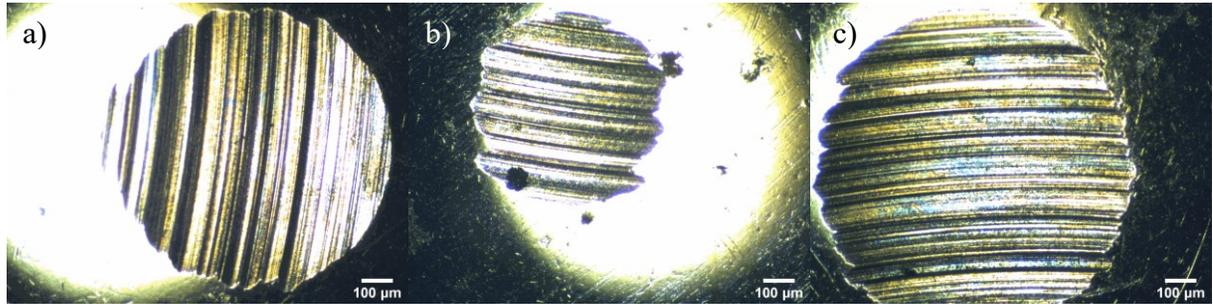


Fig. 116 Huellas de desgaste de la prueba de sésamo+ 1% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente a) Bola 1 b) Bola 2 c) Bola 3

4.7.3 Perfil de huellas de desgaste en las esferas

Para tener un valor promedio aproximado de la profundidad de las huellas de desgaste, se realizó el análisis de perfilometría que se muestra en las Fig. 117 a Fig. 128. Similar al tamaño de huella de desgaste, los valores que se presentan a continuación son un promedio de la profundidad de huella.

Con el aceite JC evaluado a $75^{\circ}C$ se tuvo un promedio de $26 \mu m$, el adicionado con 0.25% un promedio de $16 \mu m$ y con 1% de NPs de Al_2O_3 un valor de $18 \mu m$, de profundidad de huella de desgaste. A temperatura ambiente los datos obtenidos son $17 \mu m$ para el aceite base, $15 \mu m$ para el adicionado con 0.25% y $10 \mu m$ para el adicionado con 1%. Con estos datos el mayor porcentaje de reducción de profundidad de huella es de 40% con la concentración de 0.25% a $75^{\circ}C$ y 42% a temperatura ambiente con la concentración de 1%.

El aceite de sésamo con la adición de nanopartículas incrementó el promedio de tamaño de huella de desgaste y lo mismo sucedió con la profundidad de huella. Los valores obtenidos con este aceite son: con temperatura a $75^{\circ}C$ el aceite base, tuvo un valor de $15.6 \mu m$ de profundidad; el aceite adicionado con 0.25% tuvo una profundidad de $19.6 \mu m$; con la concentración de 1% la profundidad fue de $25 \mu m$, esto representa un incremento del desgaste del 25 % y 61% respectivamente; a temperatura ambiente, la profundidad fue de $10 \mu m$, para el aceite base y el adicionado a 0.25%, pero con la concentración de 1% fue de $29 \mu m$, por lo que, con la concentración de 1% hay un incremento importante de la profundidad.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

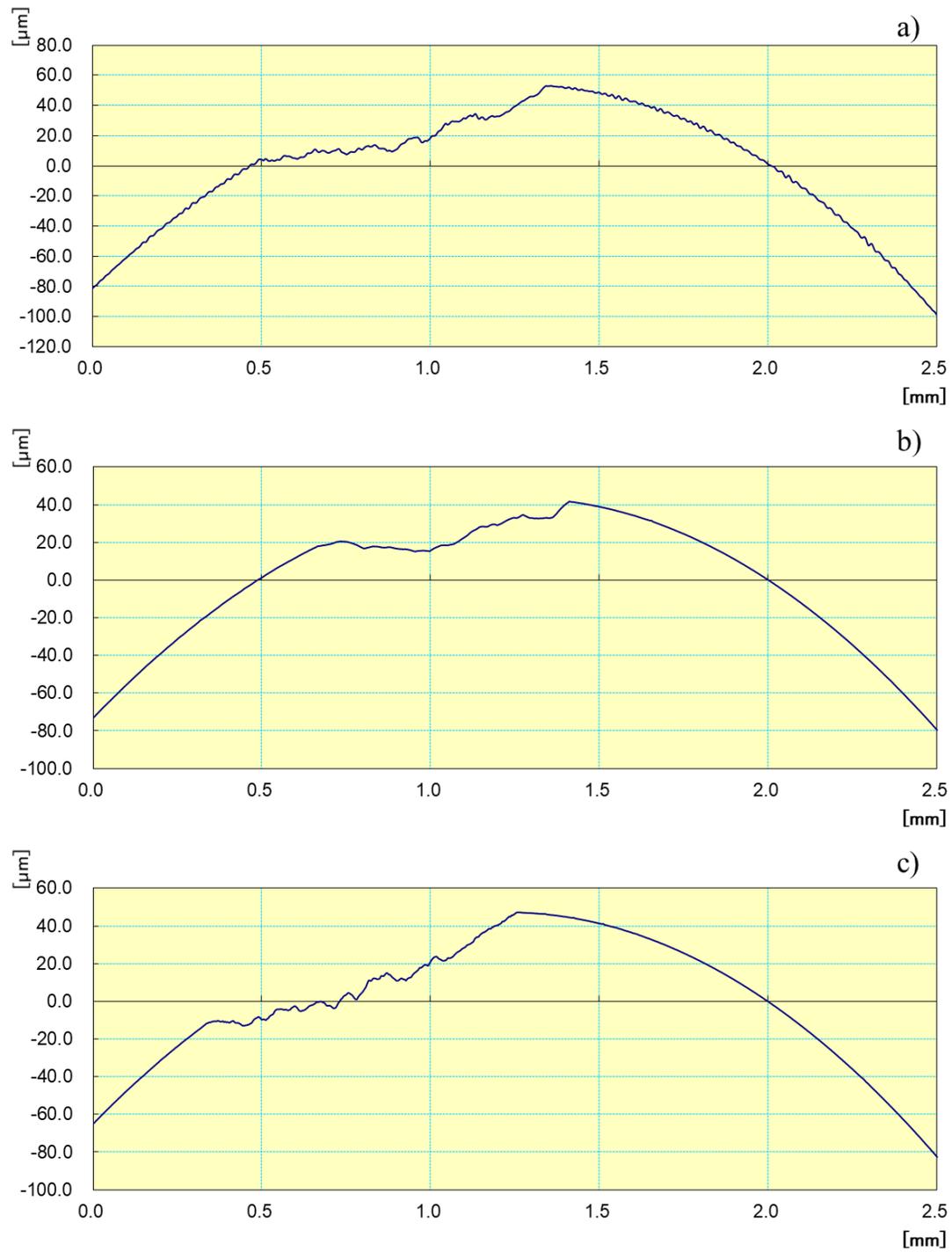


Fig. 117 Perfilometría Jatropha, bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

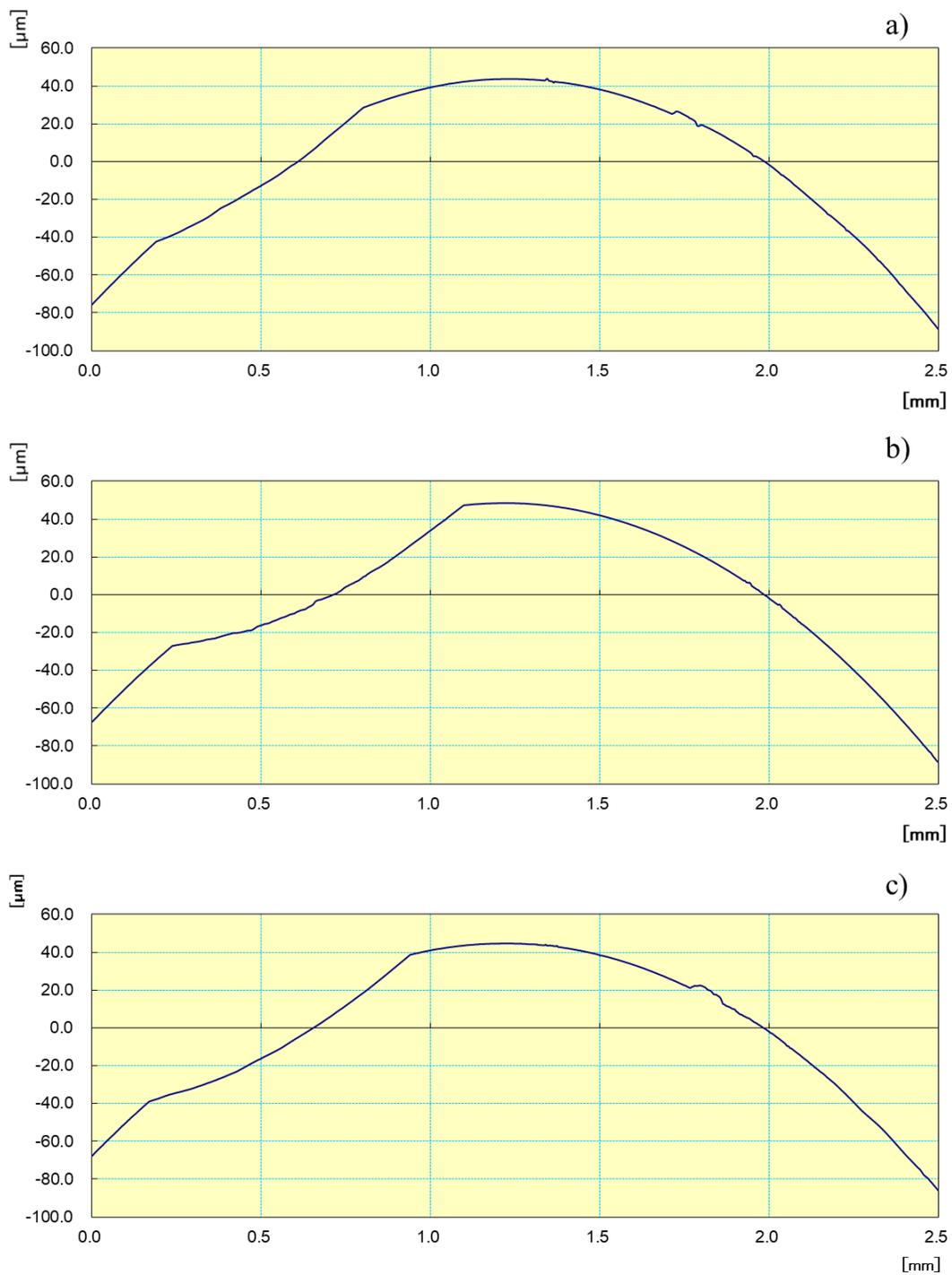


Fig. 118 Perfilometría *Jatropha* + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

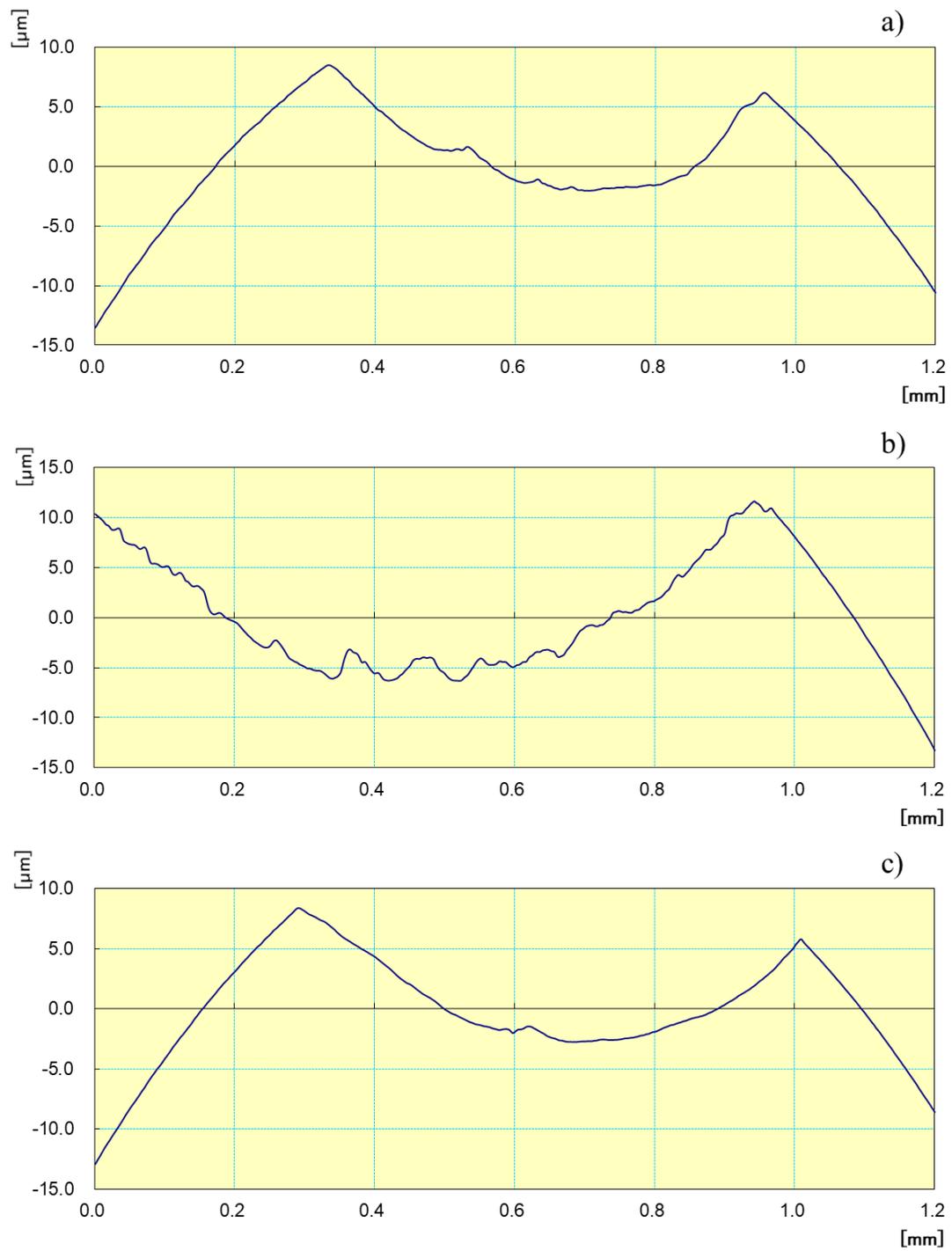


Fig. 119 Perfilometría *Jatropha* + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

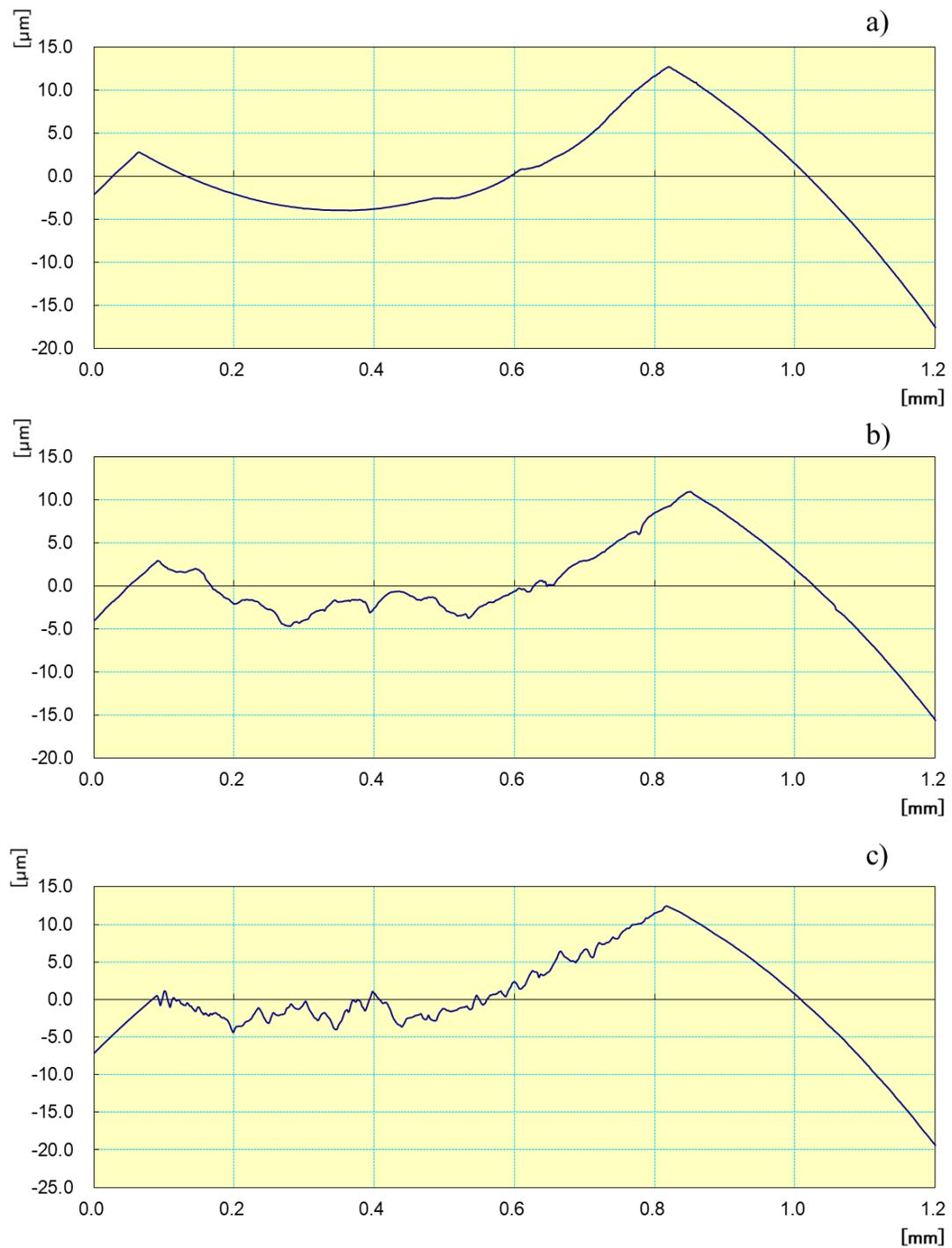


Fig. 120 Perfilometría Jatropha a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

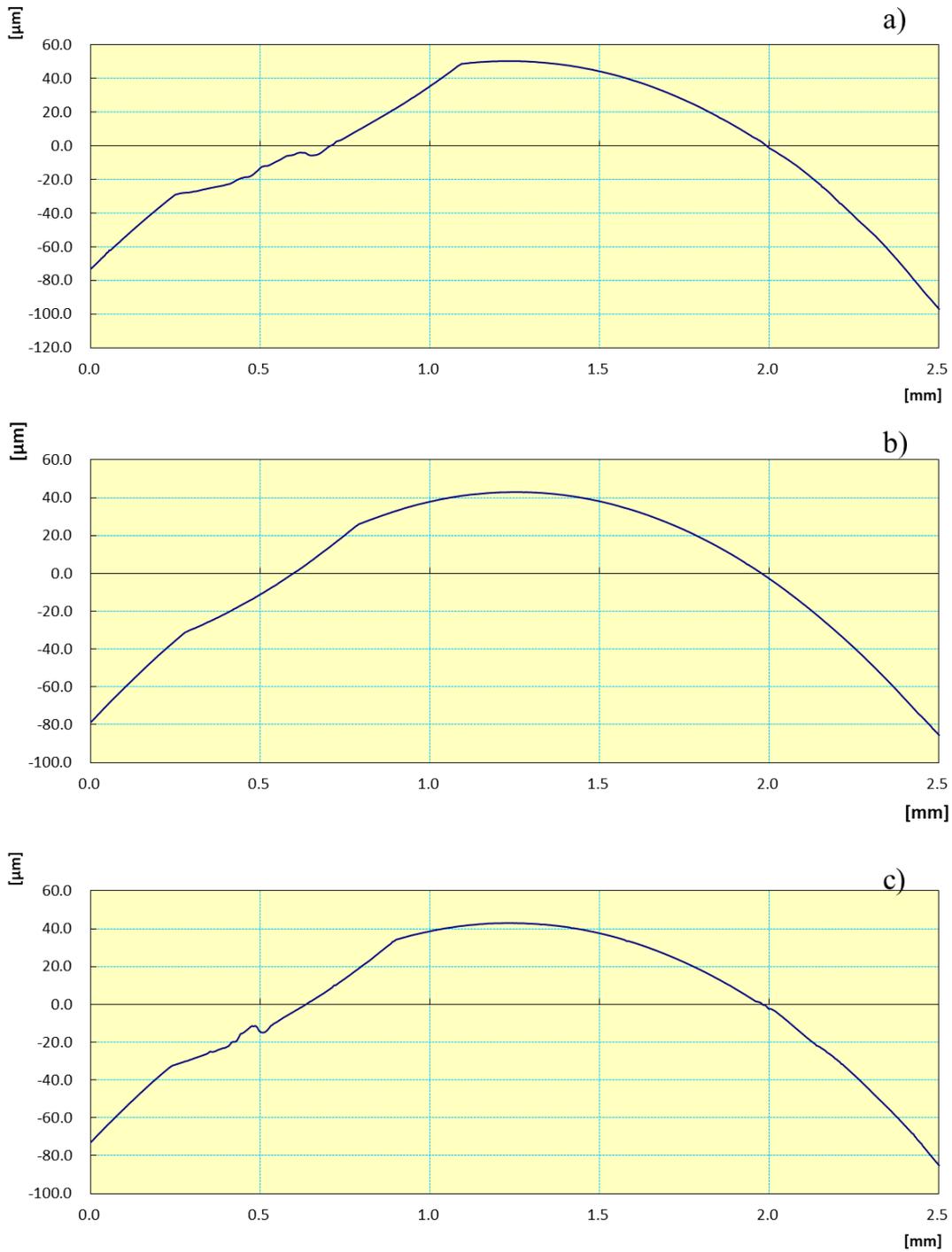


Fig. 121 Perfilometría *Jatropha* + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

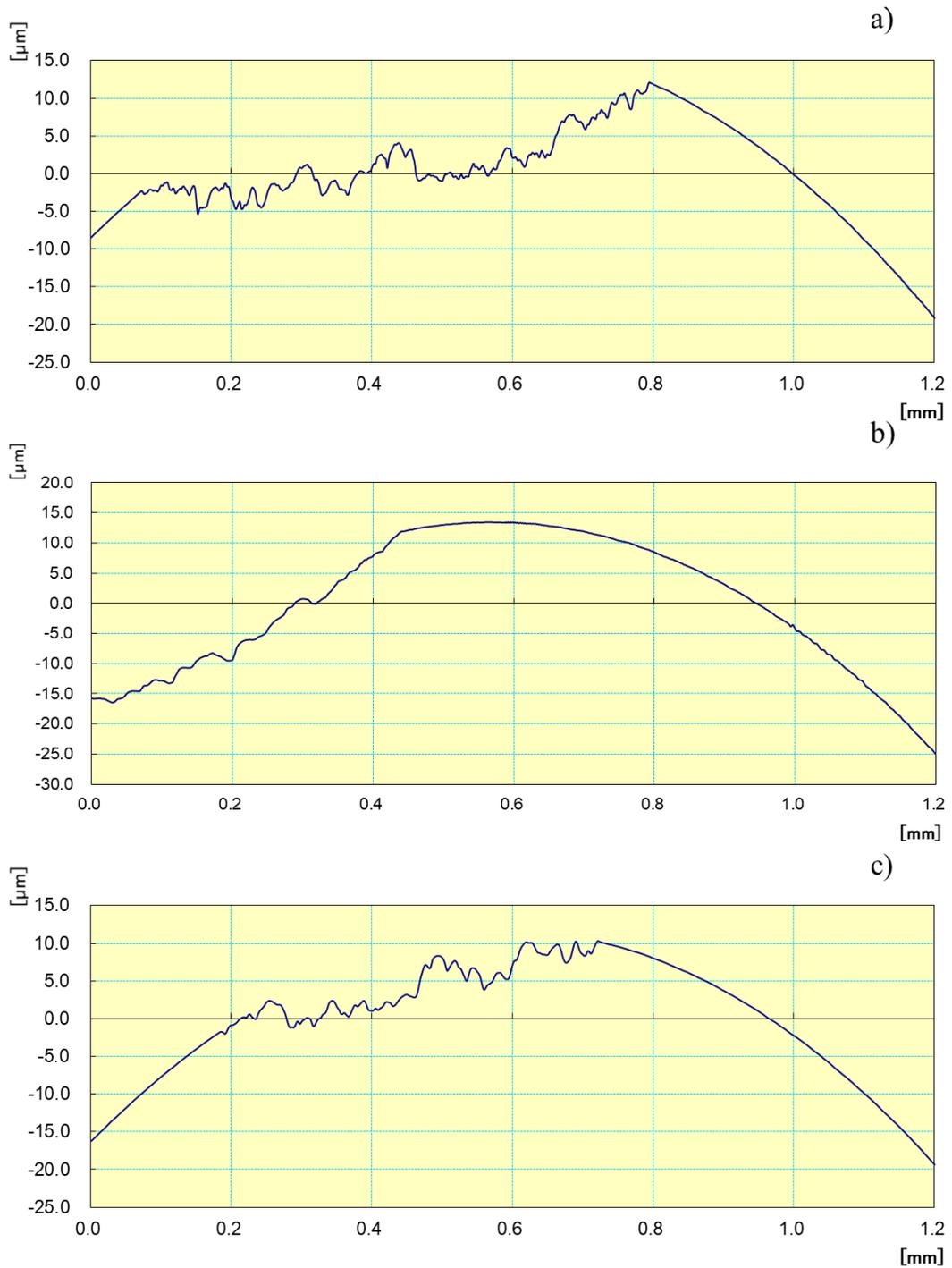


Fig. 122 Perfilometría Jatropha + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

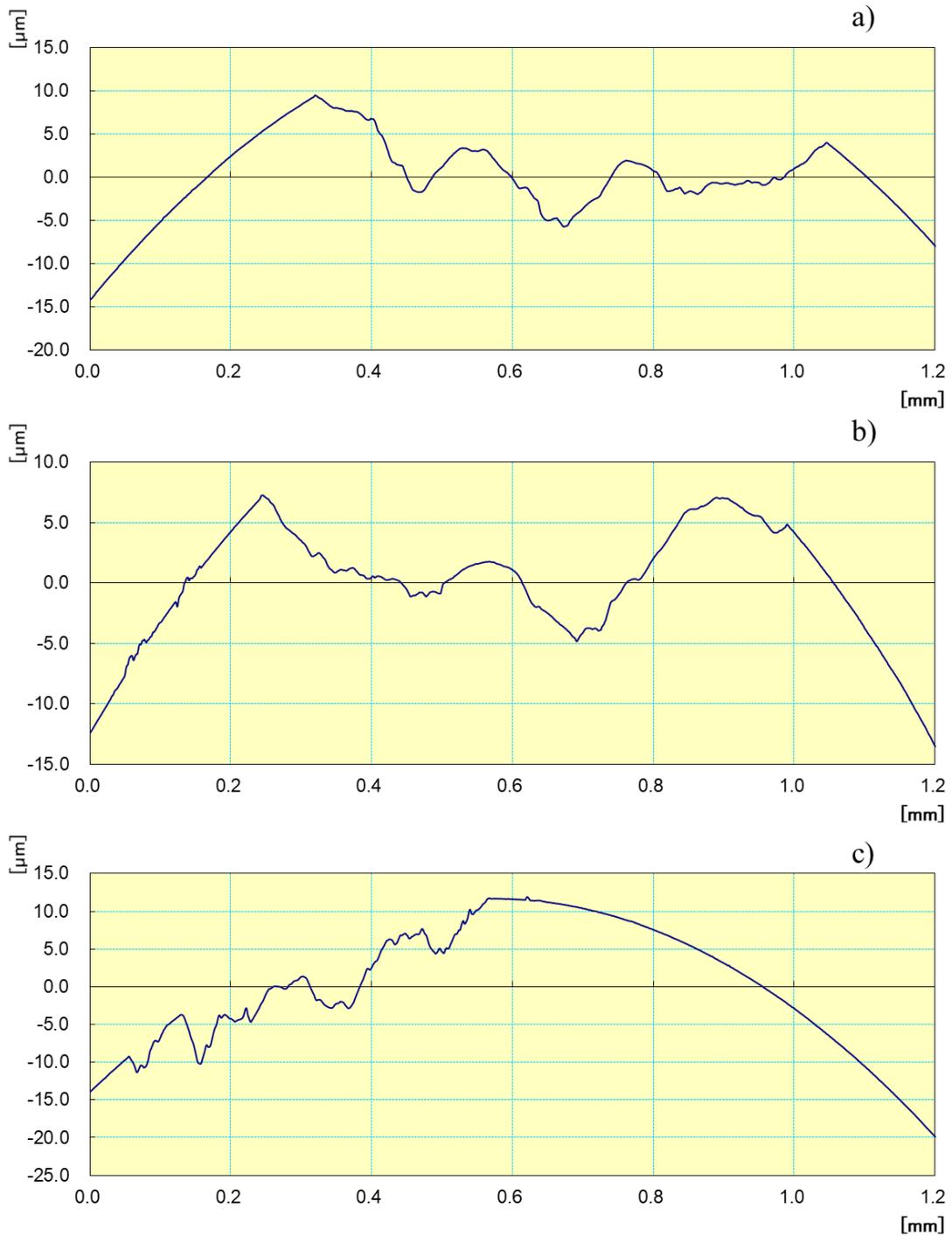


Fig. 123 Perfilometría sésamo, bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

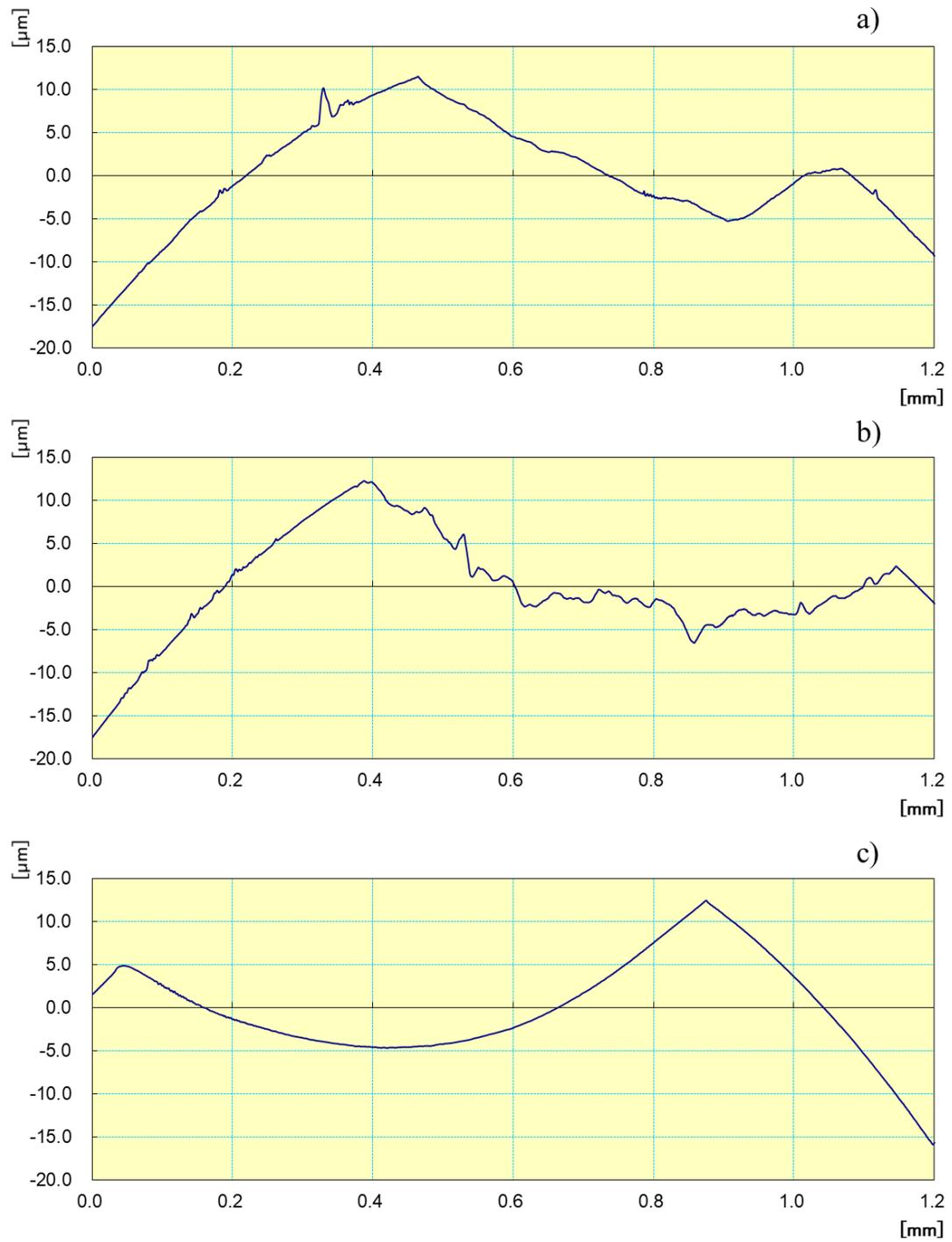


Fig. 124 Perfilometría sésamo + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

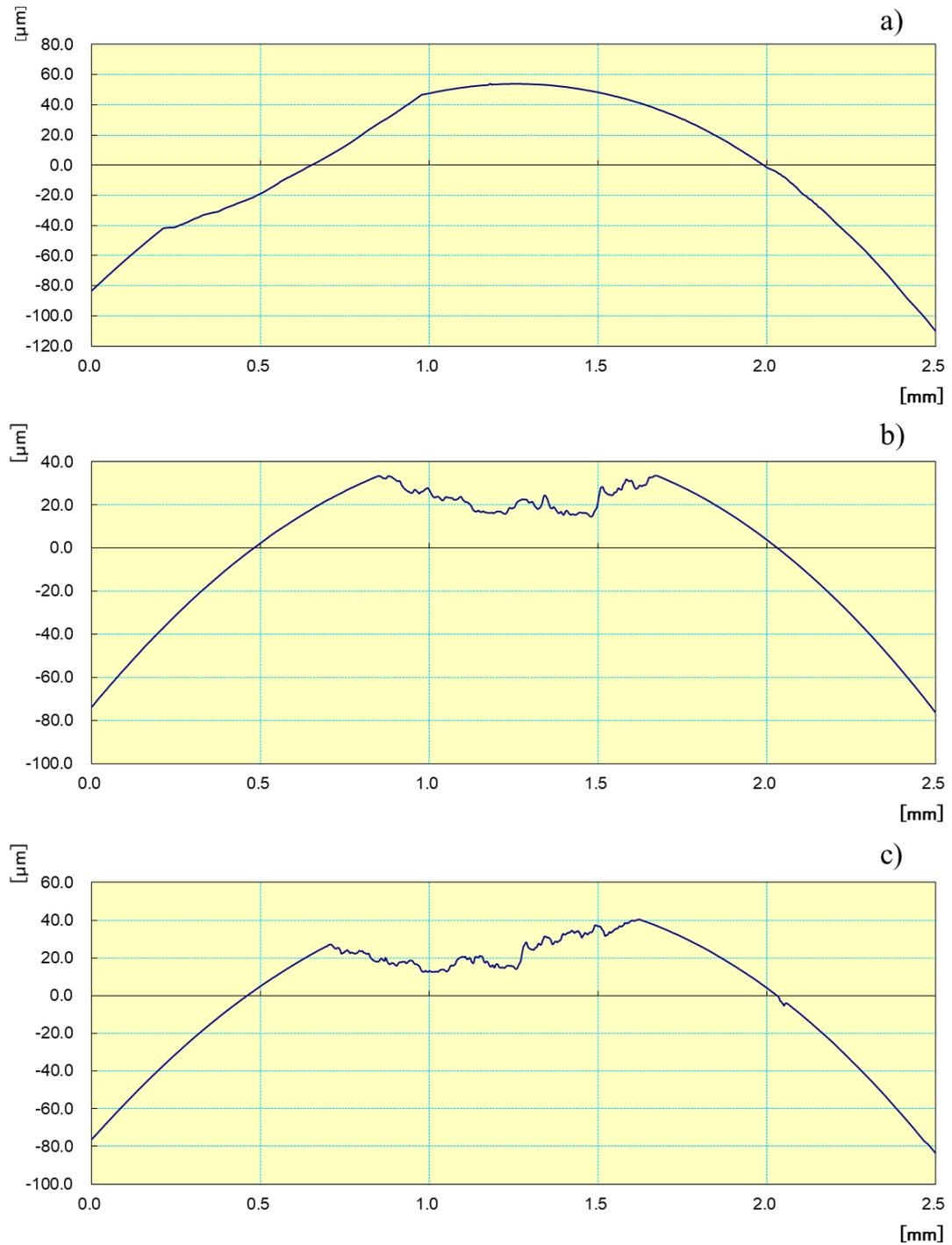


Fig. 125 Perfilometría sésamo + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 , bajo la norma ASTM D4172 , a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

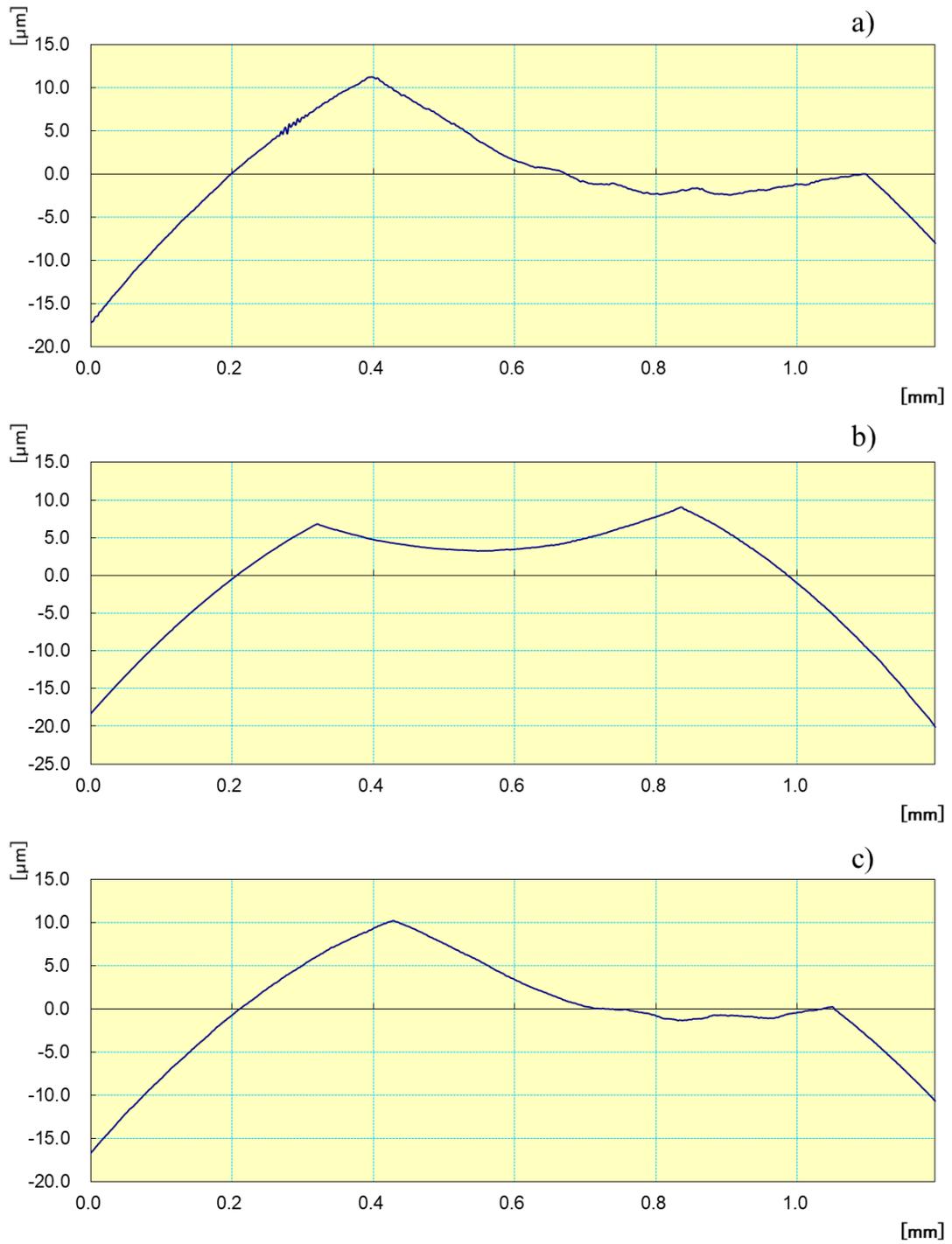


Fig. 126 Perfilometría sésamo a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

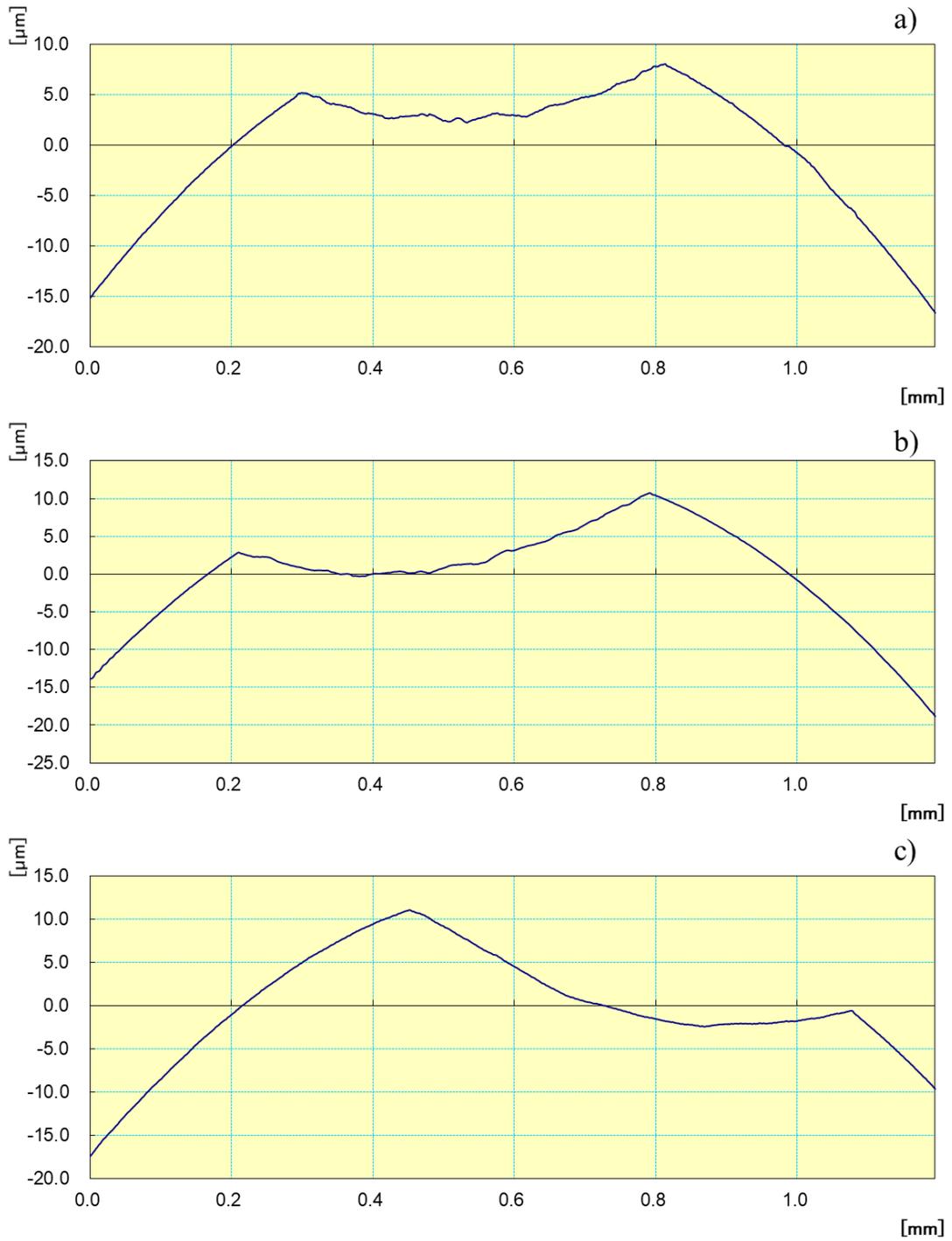


Fig. 127 Perfilometría sésamo + 0.25% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

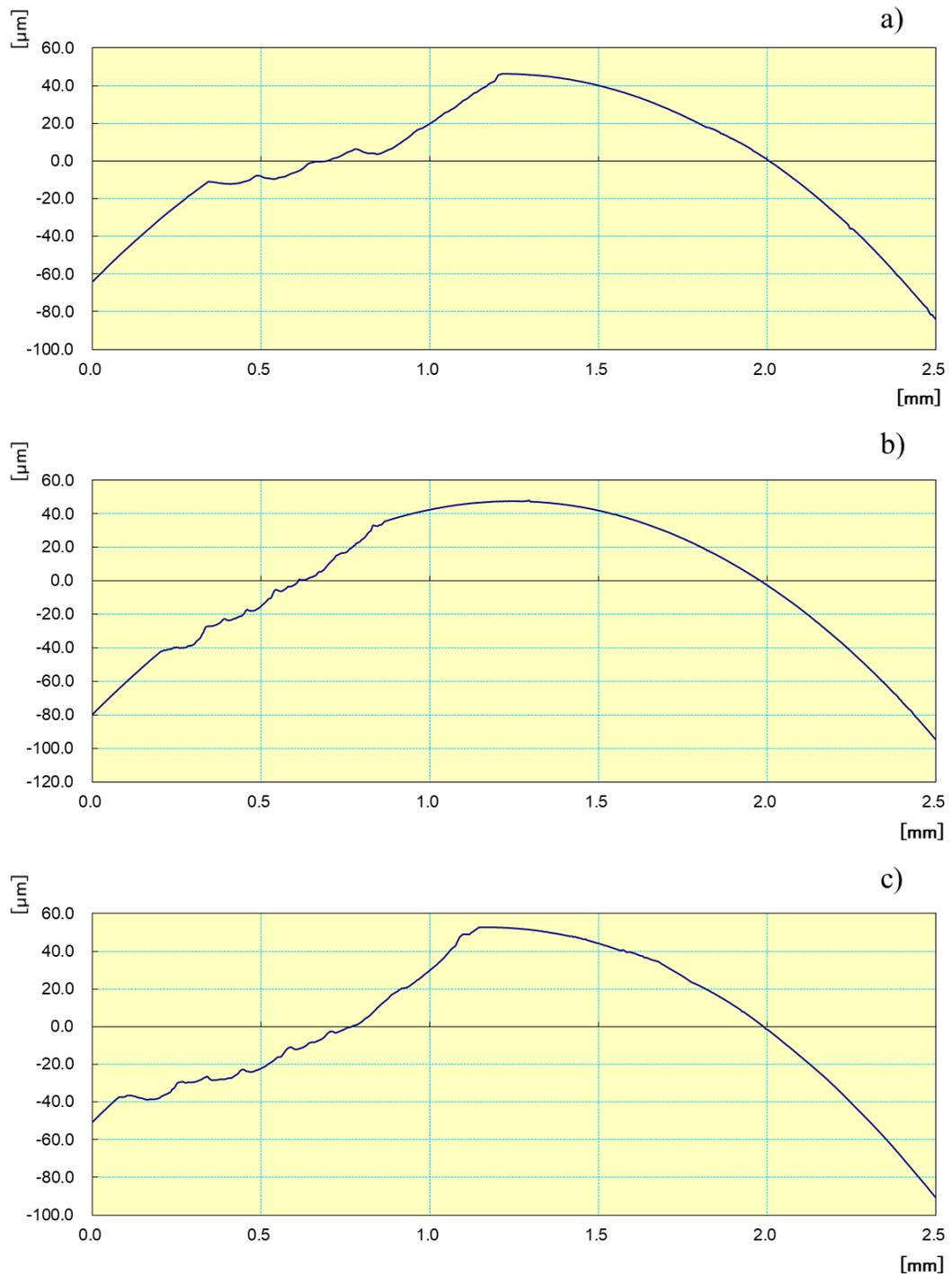


Fig. 128 Perfilometría sésamo + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 a temperatura ambiente, a) bola 1, b) bola 2, c) bola 3

4.7.4 Coeficiente de fricción

En la Fig. 129 se representa el coeficiente de fricción de las evaluaciones realizadas con el aceite JC, y los nanolubricantes con esta base. En la gráfica podemos observar los promedios del COF, con base en la norma ASTM D4172, el COF con concentración de 0.25%, va de 0 a 0.12, reduciendo el parámetro del aceite base que es de 0.03 a 0.11, y es acorde al tamaño de huella de desgaste, que con esta concentración se reduce. Por el contrario, con la concentración de 1%, el COF se incrementa hasta en 50%, con valores que van de 0.10 a 0.16.

A temperatura ambiente, la concentración de 0.25%, reduce el COF en 30%; con valores del COF que van de 0.04 a 0.12. La concentración de 1% incrementa el COF en 35%, el COF para este nanolubricante es de 0.11 a 0.17.

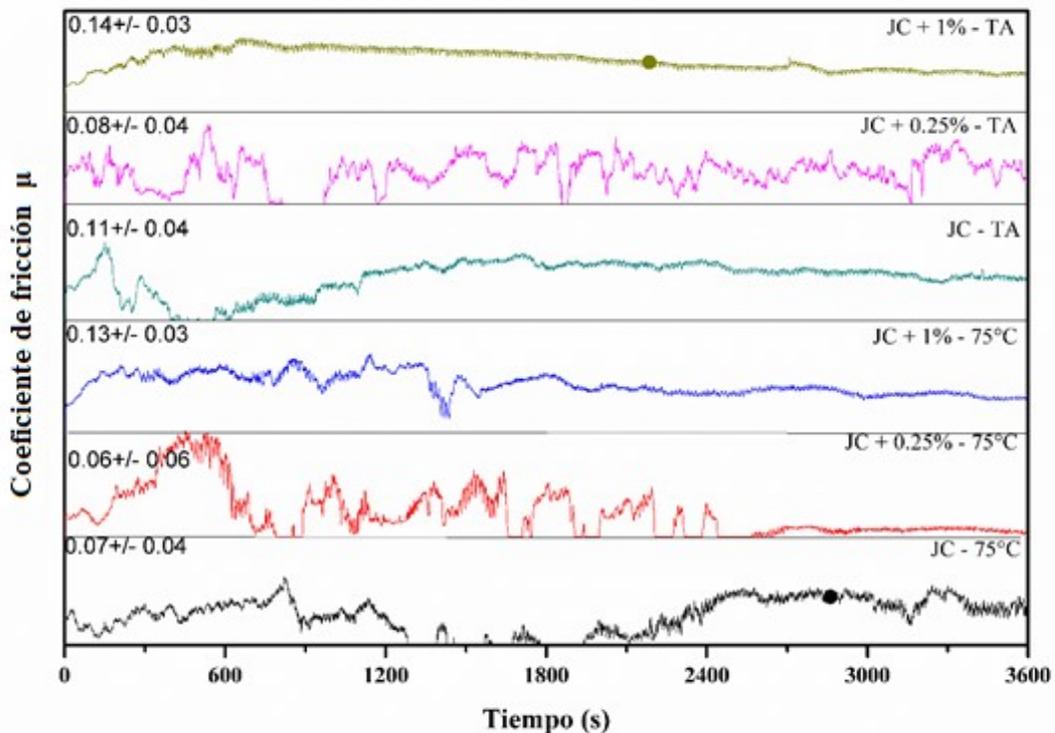


Fig. 129 En el eje horizontal -Coeficiente de fricción Coeficientes de fricción de las pruebas de la máquina de cuatro bolas para el aceite JC y JC adicionado

El COF del aceite de sésamo y sésamo adicionado de la Fig. 130, en ambas pruebas, la estandarizada y la modificada, tuvo un incremento comparado con el del aceite base. En las gráficas podemos observar que tienen un comportamiento estable las pruebas de sésamo, sésamo con 0.25% con temperatura de 75°C. En temperatura ambiente el sésamo solo tuvo un COF bajo y estable. Las pruebas a temperatura ambiente, no fueron controladas, por lo que, en el transcurso de la prueba la temperatura inicial fue en incremento, alcanzando alrededor de los 40° o 45°, en la Fig. 131, se graficó el incremento de la temperatura para estas pruebas.

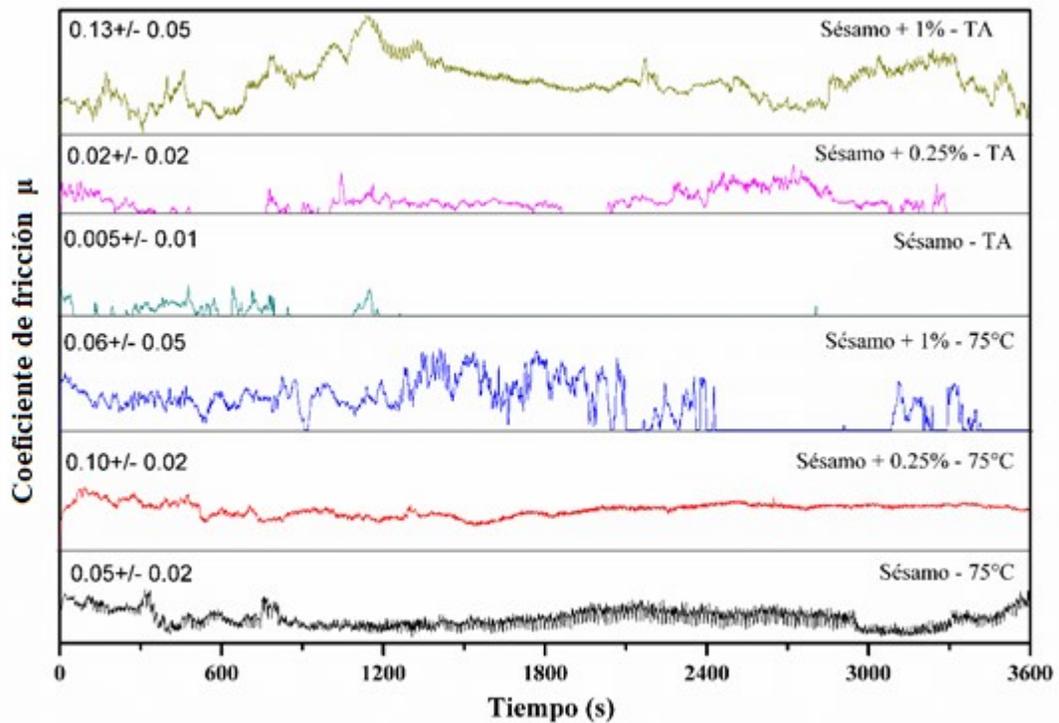


Fig. 130 En el eje horizontal Coeficiente de fricción - Coeficientes de fricción de las pruebas de cuatro bolas del aceite de sésamo

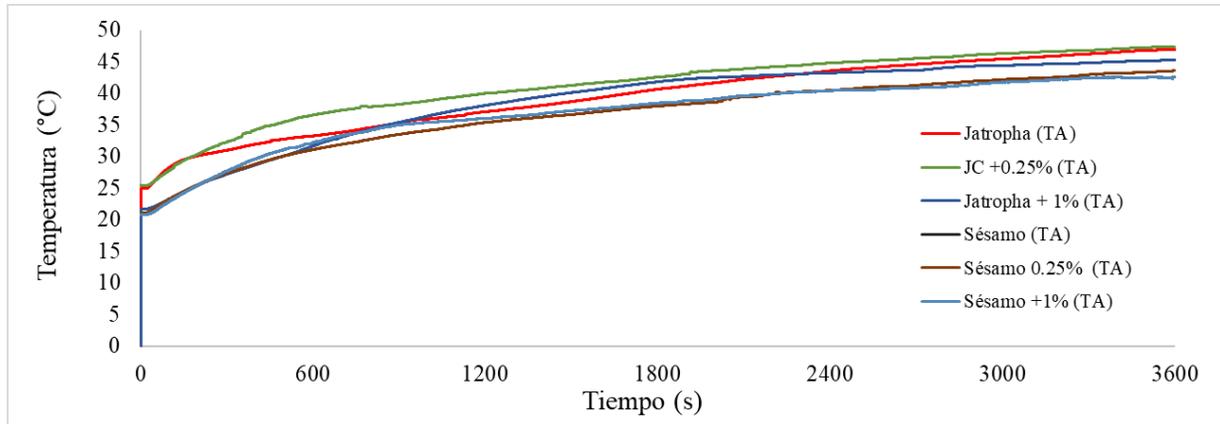


Fig. 131 Incremento de la temperatura de los aceites en la evaluación tribológica en la máquina de cuatro bolas realizada a temperatura ambiente

4.8 Diseños factoriales

El diseño factorial se realizó con 3 factores: tipo de aceite, adición de nanopartículas y temperatura. Con dos niveles para tipo de aceite y temperatura, mientras que en adición de nanopartículas es de tres niveles. Tipo de aceite: Jatropha y sésamo, adición de nanopartículas: 0%, 0.25% y 1%; y temperatura: 25°C y 75°C. De la forma que se presenta en la Fig. 132.

Los datos de la huella de desgaste, se consideran como variable de respuesta porque tienen normalidad. Esto también se verificó con la prueba estadística de Ryan- Joiner, similar a Shapiro-Wilk.

Los resultados obtenidos mediante el software Minitab[®], se muestran en las Fig. 133, Fig. 134 y Fig. 135. En la tabla de ANOVA, el valor P, debe ser inferior a 0.05 para considerarse significativo, es decir, que tiene impacto en la variable de respuesta (huella de desgaste). Por debajo del valor, se encuentra el Factor C-Temperatura, con un valor P = 0,016, y cercano se encuentra el Factor B- Porcentaje de NPs, con valor P = 0.056.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3 PARA SU APLICACIÓN COMO ADITIVOS EN LUBRICANTES

Factor A <i>Tipo de aceite</i>	Factor B <i>Adición de</i>	Factor C	
		25°C	75°C
JC	0%	0.7410	0.8160
		0.8263	0.8830
		0.7827	0.8430
	0.25%	0.6749	0.6298
		0.8524	0.8942
		0.7395	0.7926
	1.00%	0.6804	0.7079
		0.7709	1.0064
		0.7110	0.9756
Sésamo	0%	0.5713	0.7603
		0.7328	0.8400
		0.6557	0.8375
	0.25%	0.6521	0.6550
		0.6865	0.9194
		0.6800	0.8858
	1%	0.6665	0.8605
		1.0993	0.9790
		0.9732	0.9003

Fig. 132 Factores, niveles y variable de respuesta para el diseño factorial

Información del factor

Factor	Niveles Valores
Aceite	2 JC, Sésamo
Porcentaje de NPs	3 0%, 0.25%, 1%
Temperatura	2 25, 75

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	11	0.253813	0.023074	1.97	0.080
Lineal	4	0.155618	0.038905	3.32	0.027
Aceite	1	0.000021	0.000021	0.00	0.966
Porcentaje de NPs	2	0.076280	0.038140	3.25	0.056
Temperatura	1	0.079317	0.079317	6.76	0.016
Interacciones de 2 términos	5	0.056093	0.011219	0.96	0.463
Aceite*Porcentaje de NPs	2	0.053979	0.026989	2.30	0.122
Aceite*Temperatura	1	0.000633	0.000633	0.05	0.818
Porcentaje de NPs*Temperatura	2	0.001481	0.000741	0.06	0.939
Interacciones de 3 términos	2	0.042102	0.021051	1.80	0.188
Aceite*Porcentaje de NPs*Temperatura	2	0.042102	0.021051	1.80	0.188
Error	24	0.281400	0.011725		
Total	35	0.535214			

Fig. 133 Tabla de ANOVA, resumen del modelo obtenidos del software Minitab®

En la Fig. 134 se muestra el efecto que tiene cada factor del diseño factorial, se observa que el tipo de aceite no tiene una significancia en la variable de respuesta, se deduce esto por la forma de línea que es horizontal, el porcentaje de NPs si tiene influencia en la huella de desgaste, aquí se aprecia que la concentración de 1% incrementa la el tamaño de huella con respecto al aceite base, y a la concentración de 0.25%, esta concentración reduce el desgaste comparado con los aceites base, Por último la temperatura tiene un efecto en la variable de respuesta, a mayor temperatura se incrementa.

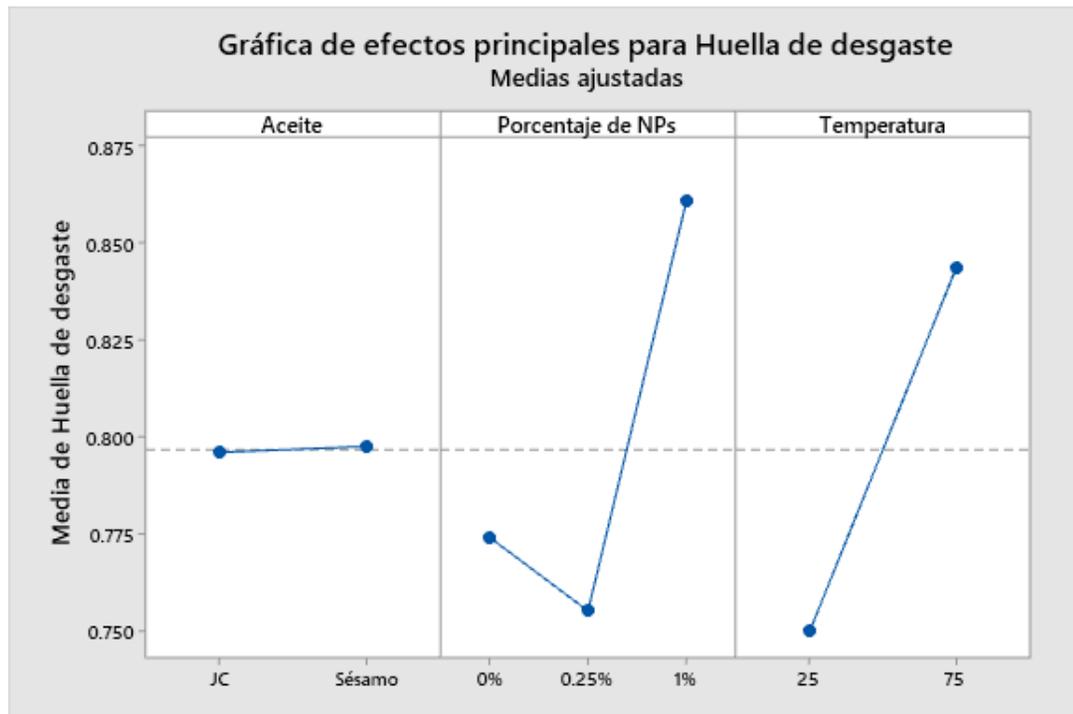


Fig. 134 Gráfica de efectos principales, obtenido de Minitab®

En la gráfica de interacciones podemos ver cuál de ellas tiene interacción o una mayor interacción entre los factores del experimento. Los factores que están interactuando según los datos de la gráfica son el porcentaje de NPs y el tiempo de aceite, la temperatura y el tipo de aceite. Sin embargo, su interacción no es de gran relevancia en la variable de respuesta, esto porque en la tabla de ANOVA, sus valores P son mayores a 0.05, y porque en las gráficas entre las líneas no se acercan a la perpendicularidad.

La gráfica de interacciones también se puede leer de la siguiente forma:

- a) El tipo de aceite adicionado o no influye en la huella de desgaste, el aceite JC con una concentración de 0,25% tiene el menor tamaño de huella de desgaste, con la concentración de 1% y el base, la huella incrementa, pero no tanto como con el aceite de sésamo + 1%, con el de sésamo base y sésamo + 0.25% la huella es menor.
- b) Ambos aceites con la temperatura ambiente (25° C), tienen una menor huella de desgaste. La huella de desgaste se incrementa cuando se incrementa la temperatura a 75° C.
- c) El porcentaje de NPs influye en la huella de desgaste, sin nanopartículas el aceite de sésamo tienen una menor huella de desgaste que el JC, con una concentración de 0.25% sucede lo mismo, a pesar de tener valores cercanos. Con 1% la huella que deja el JC es menor que con el sésamo.
- d) Con todas las concentraciones, la temperatura de 75°C incrementa la huella de desgaste con respecto a la temperatura ambiente (25° C). La concentración de 0.25% reduce la huella con respecto de los aceites base y de la concentración de 1%, esto a 75° C
- e) A temperatura de 25° C ambos aceites dejan una huella de desgaste menor que a 75°C
- f) En ambas temperaturas la mayor huella de desgaste fue con la concentración de 1%, la concentración de 0.25% con temperatura presenta la mayor reducción del desgaste. A 25° C es similar a la huella de los aceites base.

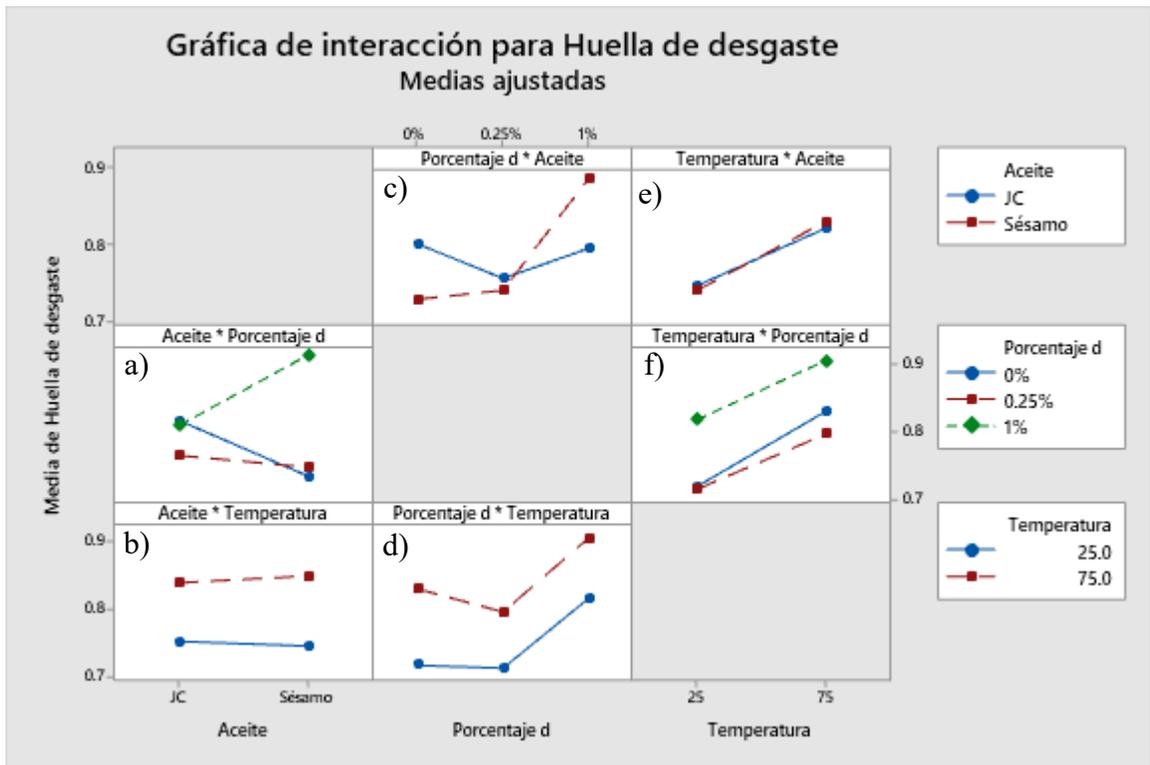


Fig. 135 Gráfica de interacciones obtenidas por el software Minitab®

4.9 Espectroscopia FT-IR

En la Fig. 136, se muestra el espectro FTIR de la nanopartícula de Al_2O_3 , con sus principales grupos funcionales, solo se pueden observar pequeños picos, a 3445 cm^{-1} , se atribuye a vibraciones de OH, de las moléculas de agua adsorbidas, aunque tiene baja intensidad de transmitancia como se vio en [54] [55]; los picos dentro de la huella digital nos indican bandas de 713 cm^{-1} , corresponde para las vibraciones de Al–O–Al, después de la disminución de la línea, solo se puede ver un ligero pico allí, otros dos se observan en 484 cm^{-1} y 421 cm^{-1} , todas estas bandas también atribuidas a la estructura de la Pseudoboehmita [Al–O–(OH)] [55]. Las vibraciones de Al–O–Al se pueden ver a 914 cm^{-1} (estiramiento asimétrico), 803 cm^{-1} (estiramiento simétrico) y a 633 cm^{-1} (flexión) [56].

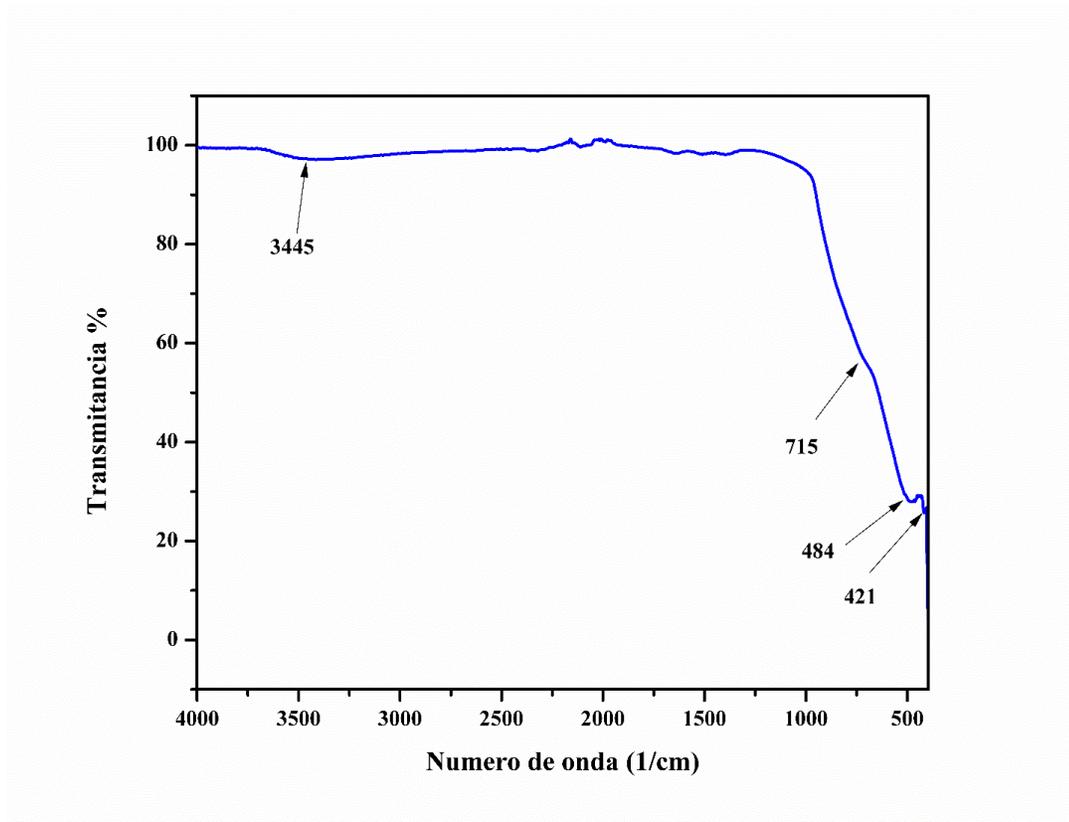


Fig. 136 Espectro FTIR de las nanopartículas de Al_2O_3

Las bandas, en la sección de grupos funcionales ($4000-1500\text{ cm}^{-1}$) de los espectros del aceite de JC ver Fig. 137 y de sésamo Fig. 138, son características de los aceites y de los lípidos. Las bandas señaladas corresponden a: los lípidos se ubican en 3007 cm^{-1} (vibración de flexión =C-H), 2925 cm^{-1} , 2855 cm^{-1} (vibración de estiramiento C-H) y 1744 cm^{-1} (vibración de estiramiento C=O). El enlace C=O se puede encontrar alrededor de 1735 y 1750 cm^{-1} , siendo característico de los aceites vegetales [57].

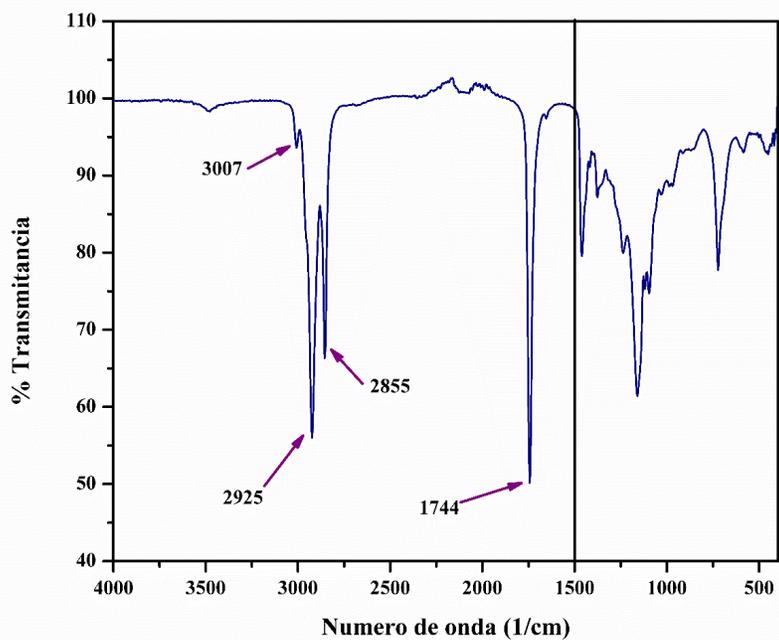


Fig. 137 FT-IR del aceite de JC, se señalan con flechas sus grupos funcionales principales

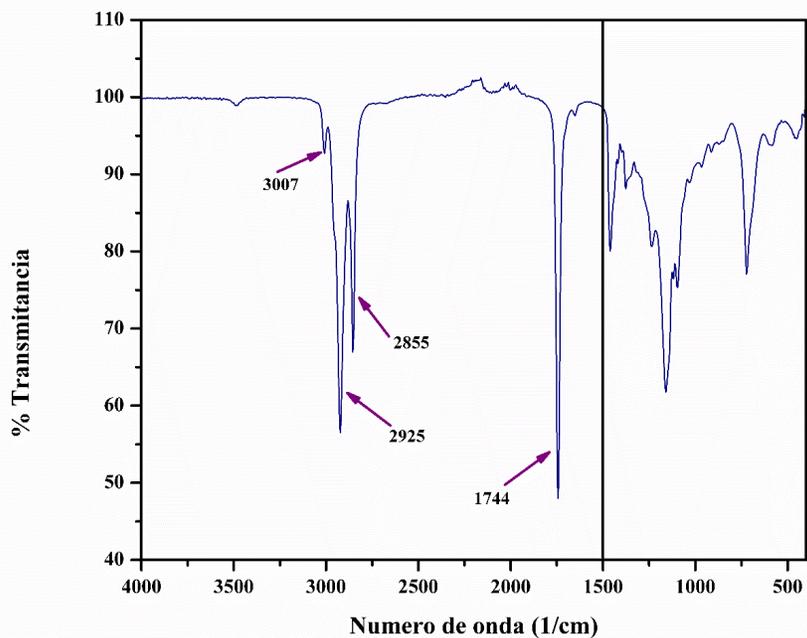


Fig. 138 FT-IR del aceite de sésamo, se señalan con flechas sus grupos funcionales principales

Las Fig. 139 y Fig. 140, muestran los espectros FTIR de los aceites de JC y de sésamo, así como los nanolubricantes usando estos aceites bio-base, antes y después de las pruebas realizadas en la máquina de cuatro bolas. Los espectros no presentan variaciones en el ancho de las bandas, no hay incrementos importantes en la intensidad de transmitancia, y tampoco desplazamientos del número de onda en los espectros, comparando los aceites antes y después de la prueba. Esta prueba se realizó con el objetivo de ver si hay una degradación después de que los aceites estuvieron sometidos a temperatura, en estudios realizados de termogravimetría, la variación de masa de masa de los aceites es a partir de 200 °C para el aceite de sésamo [58] y 113 °C para el aceite *Jatropha curcas* [59]. Como se puede observar en ambas gráficas, con esta técnica (FTIR) no es visible una degradación del aceite.

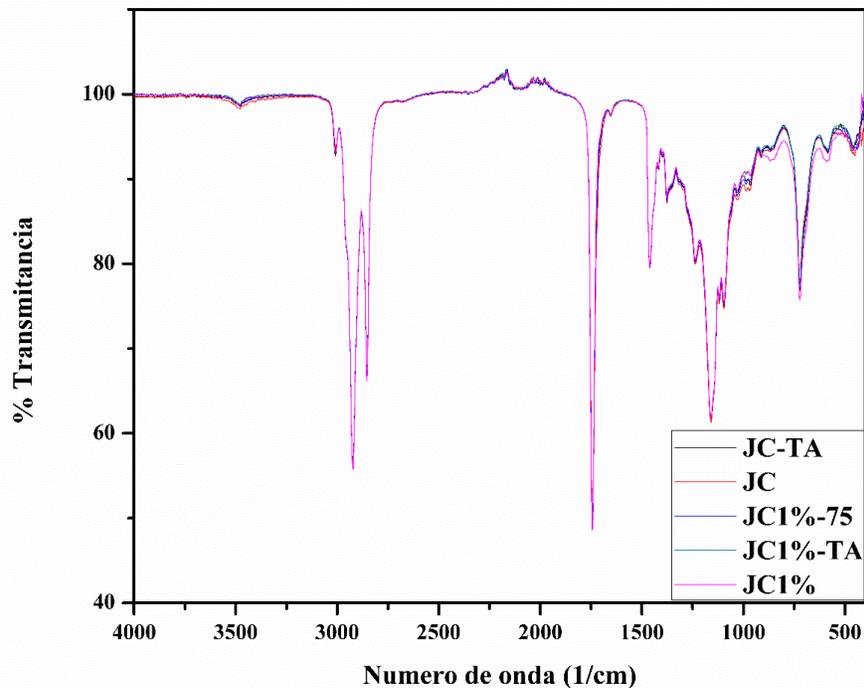


Fig. 139 Espectros FTIR de las muestras de JC, antes de la prueba y después de la prueba

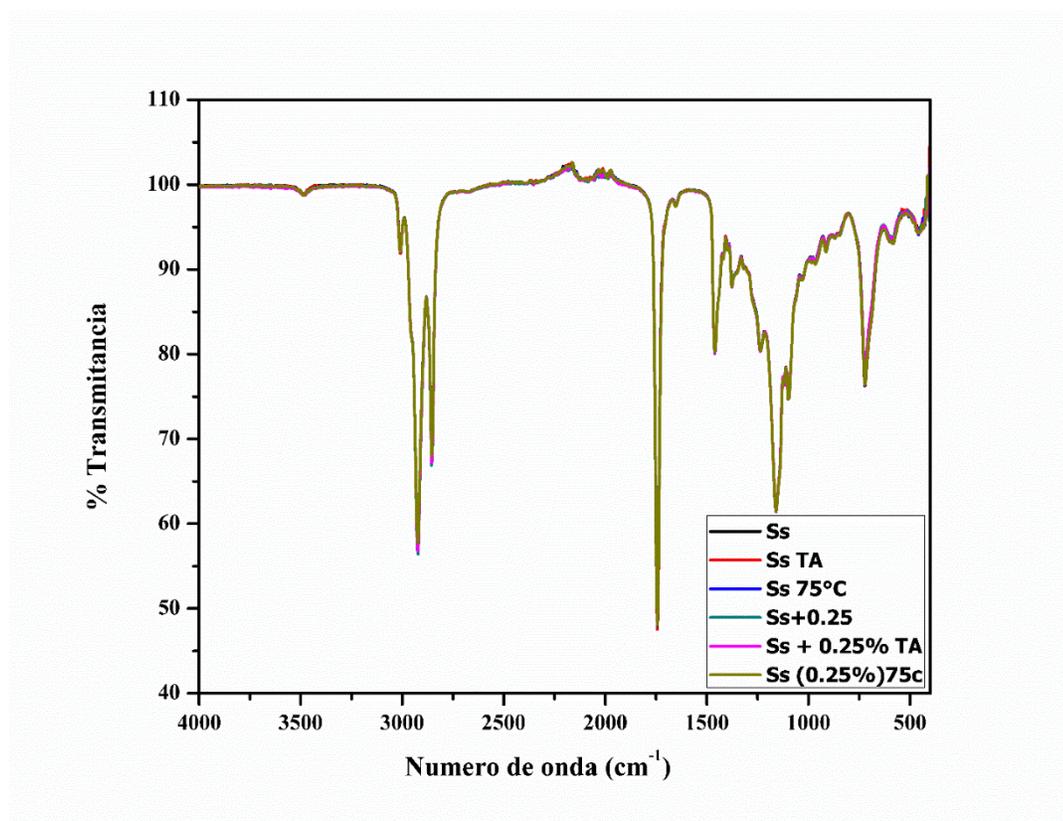


Fig. 140 Espectros FTIR de las muestras de sésamo, antes de la prueba y después de la prueba

En las Fig. 139 y Fig. 140, podemos observar la influencia de la nanopartícula en los espectros de infrarrojo. En los nanolubricantes, la banda cambia su porcentaje de transmitancia, que coincide con la banda de la nanopartícula.

4.10 Viscosidad

Los valores de viscosidad obtenidos se muestran en la Tabla 17 y se muestra su comportamiento con respecto de la temperatura en la Fig. 141.

Tabla 17 - Viscosidad

<i>Temperatura</i> (°C)	<i>Viscosidad (cSt)</i>	
	<i>JC</i>	<i>Ss</i>
25	60.66	63.19
40	32.87	27.94
75	11.24	10.71

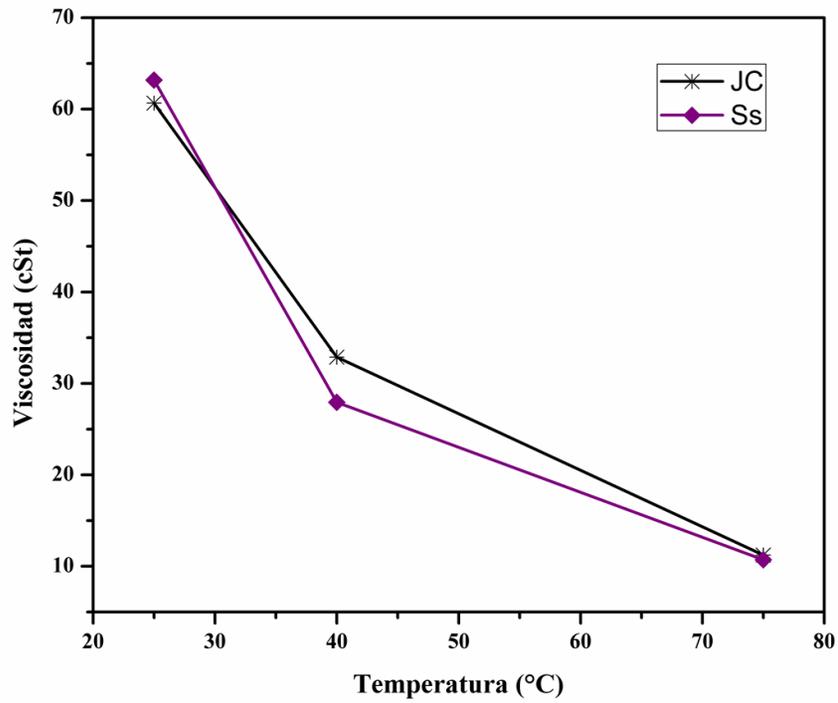


Fig. 141 Viscosidad en función de la temperatura de los aceites de JC y sésamo

CAPÍTULO 5

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

5.1 Dispersión

La dispersión, por el tratamiento mecánico con las condiciones establecidas en esta investigación, no es suficiente para lograr la estabilidad de dispersión de las nanopartículas por muchas horas en los aceites. En la Fig. 142 se observan algunos aglomerados de las nanopartículas en el aceite JC formados después de 24 hrs del baño ultrasónico. Una mayor efectividad de este proceso depende de la duración de la ultrasonicación y la potencia del equipo, como lo explican, Mubashir Gulzar et al. y Xianjun Hou et al. [5] [60]. En algunos artículos se ha reportado la ejecución de periodos largos de dispersión, 3, 5, 6 o más horas [20] [60] [61]; a pesar de los periodos largos de dispersión, la sedimentación de las nanopartículas ocurre a las pocas horas después de terminar la cavitación ultrasónica, otros investigadores han reportado mejoras relativas en la dispersión, sin embargo, también que hay un deterioro de los lubricantes [6]. Diferentes investigadores han observado que el tratamiento mecánico para la dispersión por sí solo presenta ciertas deficiencias, por lo que se han implementado procesos químicos, uno de ellos son la adición de surfactantes en la síntesis de nanopartículas, o después, cuando se prepara la muestra [21]. Se logra que las nanopartículas no formen enlaces intermoleculares, evitando la formación de aglomerados que son los causantes de la sedimentación en el aceite. Además, la adición de los surfactantes ayuda a dar una forma regular a las np, y contribuye a mantener a las partículas suspendidas en el fluido (movimiento browniano). Por último, en el análisis tribológico, mantener las nanopartículas en suspensión, es importante contribuyendo a una reducción en el desgaste y el coeficiente de fricción [5] [7] [8] [9] [20] [21] [4] [62].

En el presente estudio se observó la diferencia de estabilidad de las nanopartículas en los dos diferentes aceites, por lo que no tienen la misma capacidad de mantener en suspensión a las nanopartículas, esta diferencia puede deberse a las propiedades físico-químicas de los lubricantes, ya sea por la composición de ácidos grasos o por la viscosidad de cada uno. En el aceite de JC, las nanopartículas estuvieron mayor tiempo en suspensión, el aceite de JC tiene una mayor viscosidad y por lo tanto una sedimentación más lenta que el aceite de sésamo, como lo reportó J. Padgurskas

et al. [62], observó que el aceite con mayor viscosidad tuvo por mayor tiempo dispersas las partículas, situación que también se presentó en esta investigación.

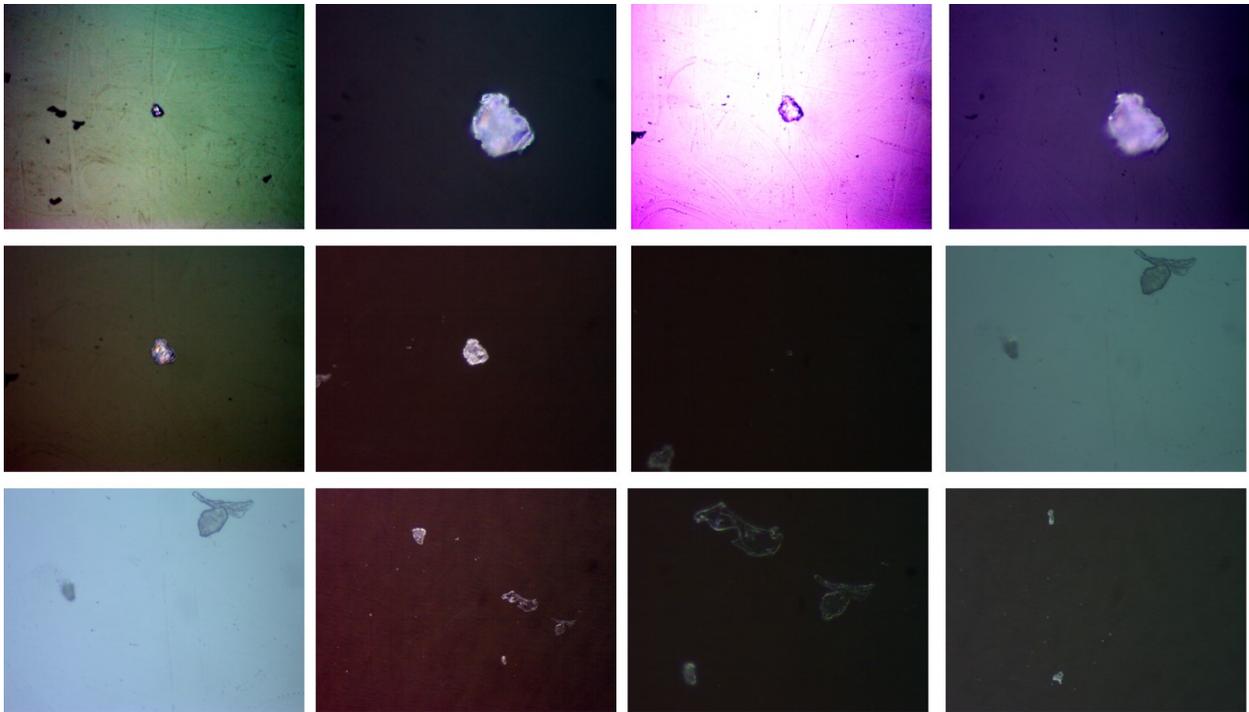


Fig. 142 Aglomerados de nanopartículas presentes en una gota de aceite JC con concentración de 1%

5.2 Desgaste y coeficiente de fricción en perno sobre disco

El efecto del aceite y las nanopartículas en el desgaste y el coeficiente de fricción se presenta a continuación:

Material

Debido a la diferencia en las propiedades mecánicas entre los materiales utilizados, acero 1018, y aluminio 6061, el COF y el desgaste es mayor en el aluminio en comparación con el acero, este último tiene una mayor dureza y resistencia a las fuerzas aplicadas en el estudio, mientras que el aluminio es un material de elevada ductilidad que facilita la deformación plástica, por lo que el COF y el desgaste en las superficies de acero fue menor, este comportamiento se observó tanto en los aceites base como en los adicionados. En la Fig. 143 se muestra el daño causado por los aceites en los diferentes materiales. La huella sobre aluminio, es visiblemente mayor que en acero.



Fig. 143 Huella de desgaste. A) Aluminio 6061, b). Acero 1018

Rugosidad

Otro factor relevante en el análisis tribológico es la rugosidad de las superficies en contacto, tiene un rol importante dentro del par tribológico, puede incrementar el COF y del desgaste. La fricción aumenta con la rugosidad de las superficies tal como sucede con las superficies de aluminio y disminuye a medida que las superficies se vuelven más lisas, como en las superficies de acero, entre mayor sea la rugosidad existe una mayor área de contacto entre las superficies, incrementando la fricción [2] [24]. En el aluminio, debido a la rugosidad de $0.33 \mu m$, hay una mayor área de contacto, las películas lubricantes deben evitar el contacto entre las superficies [2], el nivel de desgaste, el COF y su comportamiento, dan indicios de que la película lubricante es insuficiente para evitar el contacto de las superficies, debido a la rugosidad, las gráficas de las Fig. 34 y Fig. 45 tienen valores altos del COF, y el desgaste es severo. En las superficies de acero, la rugosidad es de $0.014 \mu m$, el COF fue estable y su valor es bajo, alrededor de 0.1, mucho menor que con el aluminio. Esta condición de las superficies, al ser más lisas, hay menor área de contacto, lo que resulta en un menor COF y un menor desgaste. La rugosidad ayuda a determinar el régimen de lubricación en el componente mecánico, la relación entre el COF y la película lubricante se puede observar cualitativamente [24], por tal hecho se asume que la lubricación en las probetas de aluminio se mantiene en régimen de lubricación límite, y se destaca la respuesta del JC con carga de 15.6 N, que antes de los 90 m recorridos mantuvo un bajo COF.

Cantidad de lubricante

En adición, la cantidad de lubricante utilizada en el estudio, de 0.5 ml, no creó una capa lo suficientemente gruesa ocasionando el contacto de las rugosidades de las superficies de aluminio. El lubricante, según los regímenes de lubricación, debe estar generando un espesor de capa h menor

que la rugosidad R , por lo que en estas condiciones se está en un régimen de lubricación límite. Al estar en contacto las superficies se generó desgaste por adhesión presente con ambos lubricantes base. Se asume que debido a que la rugosidad es menor en la superficie de acero, el grosor de la capa de lubricante h es mayor que la rugosidad R . Por lo tanto, no hay contacto entre las superficies del par tribológico, reduciendo el desgaste, como se menciona en [2] [63].

Carga

El incremento en la fuerza normal N , de 15.6 N a 24.5 N, ocasionó un mayor desgaste e incrementó el COF. La fricción como el desgaste varían en proporción a la presión sobre las superficies, mientras que la viscosidad de los aceites y la velocidad son constantes, da paso a que la relación de Hersey [1], por el incremento en la carga, se aproxima más al origen, es decir a los valores de COF del régimen de lubricación límite. Ya se ha visto que el aceite JC a mayores cargas presenta una reducción de la capacidad antidesgaste, esto fue observado por Yashvir Singh et al. [12] donde el aceite *Jatropha* tuvo un mejor comportamiento tribológico con una carga de 50 N, en comparación con 100 N y 150 N.

Adición de Nanopartículas

La capa lubricante y la lubricidad de los aceites base en las superficies de aluminio se agotó antes de la conclusión de la prueba, por lo que las pruebas se tuvieron que detener, la falta de lubricante dio paso a ruidos por la fuerza de fricción y a un efecto stick-slip, este mismo efecto se observó con el aceite de sésamo con la concentración de 0.25% con la carga de 24.5 N. A diferencia de los aceites base, y la concentración antes mencionada, con la adición de las nanopartículas en las tres concentraciones se concluyeron satisfactoriamente las pruebas con los parámetros establecidos, con ambas cargas y ambos materiales, el acero y el aluminio. El efecto de las nanopartículas se hizo presente principalmente en las superficies de aluminio reduciendo el desgaste, el tamaño de huella (ancho y profundidad) y reduciendo el COF. En la adición de NPs, la concentración es un aspecto que puede modificar la respuesta tribológica, como se ha observado en el estudio. Las nanopartículas en el par tribológico se comportaron como un tercer cuerpo, dando paso a los mecanismos de lubricación de las NPs, es decir, de rodadura, reparación, pulido y protector.

En el aluminio, con el aceite base JC, la concentración de 1% redujo el desgaste y el COF con ambas cargas. La espectroscopia UV-vis, y la observación de la sedimentación, nos indica que hay

una mayor cantidad de nanopartículas dispersas en el aceite, por lo que la respuesta, se atribuye a la cantidad de nanopartículas dispersas en el aceite. La misma respuesta ha sido observada en diferentes investigaciones, una concentración contribuye más que otras en la reducción del desgaste y del COF, mientras que las otras concentraciones pueden tener una mejora menor. En el trabajo realizado por S. Sabarinath, et al. [19], el COF se incrementa con cierta concentración de nanopartículas adicionadas en el lubricante. Con el uso de nanopartículas, en diferentes investigaciones se observa como las concentraciones menores a 1% contribuyen a la reducción de la fricción y del desgaste como lo observaron. W. Dai, D. Jiao, T. Luo, N. Mohan, y S. Sabarinath et al. [5-9, 18]. Sin embargo, con las condiciones de material (aluminio), y los parámetros establecidos en la prueba de perno sobre disco (carga 15.6 N), las concentraciones de 0.25% y 0.5 %, mejoraron las propiedades del bio lubricante ya que permitieron la conclusión de la prueba, como un efecto adverso, se presenta un mayor desbaste de material, como se observa en la gráfica de volumen de desgaste Fig. 71, en las imágenes obtenidas por microscopía óptica, y se constata con las gráficas de perfilometría, No es un comportamiento común con lo observado, en trabajos previos la adición de nanopartículas reducen el COF y el desgaste, como se observó en los trabajos realizados por los investigadores W. Dai, D. Jiao, T. Luo, N. Mohan y Y. Chen [5] [6] [7] [8] [9] [21]. Esto podría deberse a que la cantidad de nanopartículas es insuficiente para cambiar el tipo de lubricación de deslizamiento a rodadura, evitando que se reduzcan el desgaste y el COF, como ha sucedido en y se ha publicado en los trabajos antes mencionados.

Por el tamaño de las nanopartículas, algunas pudieron depositarse en las rugosidades de las superficies, y otras comportarse como un efecto de pulido [5], dando lugar a un desgaste totalmente abrasivo evitando la deformación plástica que queda con el aceite base.

Con la carga de 24.5 N se tuvo el efecto esperado y observado por otros investigadores, las tres concentraciones contra el base, reducen el COF y el desgaste, se evita la deformación plástica que queda usando el JC base.

Los resultados de microscopía, perfilometría y el volumen de desgaste obtenidos, en conjunto con el COF son consistentes. La mezcla con 1% de alúmina, tiene el COF más bajo, aunque no difiere considerablemente con respecto al del bio lubricante JC base al inicio de la prueba, esto se debe a que el aceite *Jatropha* tiene un bajo COF, que con la distancia recorrida comienza a incrementar, este comportamiento también fue visto en trabajos previos como en el estudio de Leonardo Farfán, et al. [13].

El COF podría reducirse por la formación de una tribocapa creada por absorción cuando la concentración de nanopartículas corresponde a 1%, y con el aceite base de JC, sin embargo; esta capa es efectiva a cargas relativamente bajas [1], La formación de esta tribocapa contribuye también a la reducción del desgaste, no obstante, se debe confirmar la existencia de la tribocapa.

En aluminio con el aceite de sésamo, el COF tiene una reducción mínima en comparación con el aceite base con la carga de 15.6 N y con carga de 24.5 N las concentraciones de 0.5% y 1% lo reducen, la concentración de 0.25% no logró la reducción del desgaste y del COF. A diferencia del aceite JC, la principal razón por lo que el aceite de sésamo tiene este comportamiento, puede deberse a la viscosidad de lubricante, como se observó en el trabajo realizado por J. Padgurskas et. al en [62], en el sésamo es menor que en el aceite JC. La viscosidad es un valor para determinar el número de Hersey, en conjunto con la carga y la velocidad, dentro del estudio estos últimos permanecen constantes [1], por lo que la viscosidad es uno de los parámetros de entrada de par tribológico diferente, además de las propiedades físico-químicas del aceite. El principal efecto de las nanopartículas con el aceite de sésamo, es visto en el tamaño y profundidad de huella, y el volumen de desgaste. Con la carga de 15.6 N, la concentración de 1% incrementa el volumen de desgaste, tomando como referencia el aceite base; sin embargo, considerando que la capacidad de lubricación del aceite de sésamo se perdió a los 135 m de deslizamiento, podemos decir que la concentración de 1% incrementa la capacidad de lubricación, pero no contribuye en gran medida con la reducción del desgaste. Con las concentraciones de 0.25 y 0.5% si hubo una reducción de la profundidad de huella y del volumen de desgaste. Al incrementar la carga a 24.5, la mejor respuesta se tiene con la concentración de 1%, reduciendo el volumen de desgaste y el ancho de huella. En este caso se podría hablar de las nanopartículas como aditivo de presiones extremas, pues al incrementar la carga se ve una respuesta positiva del uso de NPs, con el inconveniente de que tuvieron un mecanismo de lubricación de efecto pulido, generando una huella de mayor profundidad, pero de un ancho menor. También se observó con el aceite JC la capacidad de reducir el COF y el desgaste con una carga mayor, con esta concentración.

JC y sésamo en acero, con los aceites adicionados, los coeficientes de fricción son iguales o cercanos al del aceite base, por lo que la adición de NPs no generó modificaciones al COF, manteniéndolo bajo y estable. Con una carga de 15.6 N, en el desgaste se obtuvieron mejoras con la adición de NPs en el tamaño de huella, reduciendo el ancho y la profundidad con ambos aceites. A 24.5 N, el aceite de sésamo con las tres concentraciones se generó un incremento del desgaste; igual que con el aceite JC con una concentración de 1%. A la misma carga con el aceite JC las

concentraciones de 0.25% y 0.5% si redujeron el volumen de desgaste en un 12% y 6% respectivamente, el ancho de huella en un 60% y 40%, y la profundidad en un 65% ambas concentraciones; con respecto al aceite base. La respuesta que tienen los nanolubricantes con el acero, principalmente se debe a la dureza y a la rugosidad de las superficies. A baja carga los nanolubricantes en interacción con las superficies tienen un efecto positivo, que podría deberse a que la presión ejercida en el nano lubricante es baja y no está sometido a grandes esfuerzos por lo que fluye libremente, además el mecanismo de lubricación de las nanopartículas tiene un efecto de rodadura, principalmente observado cuando se está a bajas cargas y velocidades bajas [5], por tal razón no se incrementó el COF, y se redujo el ancho y profundidad de huella de desgaste. En estas condiciones la nanopartícula no tiene un efecto de reparación de la superficie, debido a que el tamaño de la nanopartícula es superior a la rugosidad. La película lubricante h , generada debe ser mayor que la rugosidad R bajo estas condiciones, por tal razón no se está el régimen de lubricación límite, se deduce por el tipo de desgaste que se generó y solo afectó a las capas superficiales. Es probable que sea un régimen de lubricación mixta e hidrodinámica el que se generó.

A cargas mayores con los nanolubricantes de aceite base sésamo se generó mayor desgaste, las nanopartículas tuvieron un efecto de pulido, reduciendo el ancho de huella de desgaste, pero incrementan la profundidad de la huella. El tamaño de las nanopartículas, la concentración usada, en conjunto con las propiedades del aceite base pudieran ser las responsables de esta respuesta, dado que con el aceite JC la respuesta fue diferente, con este aceite como base de los nanolubricantes si hubo una reducción del tamaño y profundidad de huella, principalmente con las concentraciones de 0.25% y 0.5%. Las propiedades de lubricación del JC se ven mejoradas con la adición de nanopartículas, y se atribuye a un mecanismo de lubricación con un efecto de rodadura, y en una concentración mayor (1%) un efecto pulido.

Entre un aceite y otro, dada su respuesta en la evaluación tribológica en la máquina de perno sobre disco. La diferencia se encuentra en la composición y propiedades de los lubricantes, hablando de ácidos grasos, al interactuar con la adición de nanopartículas, influyen en la respuesta tribológica y en la dispersión de las nanopartículas. La composición del aceite JC es conformada principalmente por ácidos grasos poliinsaturados, su principal componente es el ácido eicosatrienoico ($C_{20:3}$) [44], es un ácido graso de cadena larga de 20 carbonos y 3 enlaces dobles. Al ser de cadena larga, la interacción de fuerzas entre las moléculas es relativamente fuerte, por lo que se tiene una alta viscosidad [44], la composición de ácidos grasos de los aceites bio-base determinan sus propiedades, por la viscosidad del aceite se crea una película de mayor grosor o

menor grosor, en el aceite JC la viscosidad es mayor, por lo que se forma una capa de lubricante más gruesa que con el sésamo y genera una mayor capacidad de lubricación. Además, se ha observado que la composición de ácidos oleico (C18:1) y linoleico (C18:2) repercute en la reducción del COF y del desgaste cuando hay una mayor concentración de oleico y menor de linoleico [64], tal como sucede con el aceite JC, en menor cantidad el aceite JC se conforma del ácido palmítico (C16:0), un ácido graso saturado de cadena corta, que puede crear capas protectoras efectivas en las superficies debido que no tiene dobles enlaces [64]. El aceite de sésamo está conformado principalmente por ácido oleico insaturado y ácido linoleico poliinsaturado [45], El ácido oleico (C18:1) que tiene un doble enlace está más densamente empaquetado y forma una monocapa protectora superior que da como resultado un menor contacto metal con metal entre las asperezas de la superficie, mientras que el ácido linoleico (C18:2), que tiene dos dobles enlaces da como resultado un aumento en el contacto de metal a metal. Estudios previos sobre aceites en los que se reveló que los aceites con alto contenido de ácido oleico tienen un bajo COF y una baja tasa de desgaste debido a su desarrollo efectivo de monocapa [64]. También está conformado por ácido palmítico (C16:0) y esteárico (C18:0) ambos ácidos saturados [45], con el aumento de la longitud de la cadena, aumentan las fuerzas intermoleculares de atracción y ayuda a la formación de películas más fuertes [65]. Se puede establecer una capa de ácidos grasos eficaz mediante ácidos grasos saturados y monoinsaturados, que actúan para limitar el contacto metal con metal, minimizando así la fuerza de fricción [64]. La composición de ácidos grasos, y la función que tiene cada uno en la formación de capas protectoras, así como en la reducción del desgaste, nos indican que los dos lubricantes tienen una buena composición de ácidos grasos, que contribuyen al bajo COF y el desgaste. Las diferencias entre ellos se evidencian en la prueba, mostrando que el aceite de sésamo tiene una mayor lubricidad por sus aceites saturados y monoinsaturados, y que el JC forma una capa más gruesa gracias a su ácido graso poliinsaturado que da como resultado su mayor viscosidad, siendo un factor importante al momento de ser adicionado con nanopartículas. El sésamo al ser menos viscoso que el aceite JC tiene ciertas deficiencias al momento de que se agregan nanopartículas.

5.3 Desgaste y coeficiente de fricción en máquina de cuatro bolas

Los resultados obtenidos en la máquina de cuatro bolas y los resultados obtenidos en perno sobre disco con las probetas de acero son semejantes, el efecto del nanolubricante en ambas pruebas es

similar, considerando que las esferas son de alta dureza y con acabado espejo, se entiende que los resultados son similares, la diferencia radica en que, la prueba de cuatro bolas las pruebas son inundadas y con temperatura, aunque se realizó una prueba a temperatura ambiente.

Por lo que respecta al aceite sésamo, éste tiene mayor lubricidad por su composición de ácidos grasos y por lo tanto tiene una capacidad de formar capas protectoras en las superficies reduciendo el COF y el desgaste. La adición de nanopartículas en este aceite, no mejora sus propiedades tribológicas, estas incrementan el tamaño promedio de huella de desgaste, y la profundidad, anteriormente ya se había comentado que la viscosidad del lubricante determina la capacidad de mantener en suspensión las nanopartículas y a su vez tiene la capacidad de crear una capa de lubricante más gruesa entre mayor sea este parámetro. Con temperatura, la viscosidad disminuye, por lo que hay un mayor contacto entre las superficies y por lo tanto mayor desgaste, al estar adicionado, las nanopartículas se comportan como un agente que pule las superficies y genera un incremento en la huella de desgaste. A temperatura ambiente también hay un incremento en el promedio de tamaño de huella de desgaste, sin embargo, la profundidad de la huella es igual en ambos casos sin adicionar y adicionado, el tamaño de huella y la profundidad son menores que los obtenidos a 75°C. El COF, es menor sin aditivos a ambas temperaturas, la adición de nanopartículas genera mayor fluctuación, esto se traduce en un incremento del desgaste. Además, esta fluctuación es indicativo de cómo se va alternando entre un régimen de lubricación límite, mixto e hidrodinámico [66]. Bajo las condiciones establecidas, la concentración de nanopartículas es proporcional al desgaste y el COF, es decir, entre mayor es la concentración mayor es el COF y el desgaste generado.

El aceite de *Jatropha* adicionado, tiene un comportamiento diferente al aceite de sésamo adicionado, por el contrario, el aceite base a temperatura ambiente presentan mayor estabilidad en comparación a la evaluación a 75°C, bajo los parámetros de la norma ASTM D4172, aunque el COF se incrementó en el caso del aceite JC, es más estable que con temperatura, el tamaño de huella y profundidad, también son menores con a temperatura ambiente. El incremento del COF podría deberse a la viscosidad del lubricante, al ser mayor hay una mayor resistencia para fluir, pero también se genera una capa más gruesa que impide un mayor contacto entre las superficies, provocando menor desgaste, a 75°C el COF estuvo fluctuando a lo largo de la prueba, y esto generó un mayor desgaste. La huella que deja el JC es mayor que la que queda con el aceite de sésamo y

esto se debe a los ácidos grasos que los componen, como se mencionó en las pruebas de perno sobre disco.

Al adicionar las nanopartículas, los valores del COF se mantienen cercanos y con un comportamiento similar a $75^\circ C$ y a temperatura ambiente, para las dos concentraciones. Agregando nanopartículas al aceite, a $75^\circ C$ presentó una reducción del desgaste con el aditivo en concentraciones bajas 0.25% y al incrementar la concentración a 1% el desgaste también incrementó por encima del desgaste generado con el aceite base. La concentración de nanopartículas está jugando un rol importante en estas condiciones en conjunto con la viscosidad del lubricante. A temperatura ambiente la nanopartícula si mejoró las propiedades del aceite base con ambas concentraciones, pues la viscosidad del aceite no disminuye como con el aceite de sésamo.

El diseño factorial fue una herramienta que permitió la comprensión de los factores que intervienen en la evaluación tribológica, y cómo estos interactúan con la variable de respuesta (tamaño de la huella de desgaste). Inicialmente se determinó que el factor que estaba interviniendo en la variable de respuesta es la temperatura, con el diseño factorial, con la tabla de ANOVA se pudo comprobar que efectivamente la temperatura era el factor determinante en los resultados obtenidos, por lo que se analizó posteriormente los aceites base y adicionados por espectrometría FTIR, con el fin de identificar si existía algún patrón de oxidación en los aceites al ser sometidos a esta temperatura, en los espectros de FTIR, no se pudo observar ningún cambio en el porcentaje de transmitancia o alguna banda recorrida o ampliada en el número de onda, por lo que se determinó que el aceite no estaba presentando ninguna oxidación, y no es la causa de los resultados obtenidos en la variable de respuesta, es decir, en el tamaño promedio de la huella de desgaste. La temperatura si es un factor importante en los lubricantes, la medición de la viscosidad se calculó a temperatura ambiente, a $40^\circ C$ y a $75^\circ C$ que son las principales temperaturas a las que estuvieron sometidos los aceites en la evaluación tribológica, las mediciones obtenidas, nos indican el JC tiene una viscosidad mayor que el sésamo, que disminuye conforme incrementa la temperatura. Esta es la principal razón de los resultados obtenidos del COF y el desgaste en la máquina de cuatro bolas. A $75^\circ C$ se deben considerar concentraciones menores, ya que la nanopartícula incrementa el desgaste y el COF en las concentraciones usadas en este estudio. En la gráfica de efectos principales se observa que la concentración de nanopartículas influye en la variable de respuesta, situación también observada en la evaluación con la máquina de perno sobre disco con acero.

CONCLUSIONES.

- 1) El uso de nanopartículas de Al_2O_3 como aditivos en el bio-lubricante es una alternativa viable para mejorar sus propiedades tribológicas. Dado que de los resultados obtenidos de la investigación se determinó que de forma general contribuyen a la disminución de la huella de desgaste en ancho y profundidad, además de reducir el COF.
- 2) Los aglomerados de nanopartículas afectaron la protección contra el desgaste e incrementa la fricción cuando la rugosidad de las superficies es menor al tamaño de las nanopartículas, debido a que las nanopartículas se pueden comportar como un agente que genera mayor desgaste. En este estudio este comportamiento se observó en las probetas de acero donde $Ra=0.014 \mu m$.
- 3) Para la prueba de perno sobre disco las concentraciones que presentaron los mejores resultados tribológicos disminuyendo la huella de desgaste y el COF, fueron al 1% peso en el caso del aceite *Jatropha curcas* y de 0.25% en el caso del aceite de sésamo.
- 4) En las probetas de acero, el coeficiente de fricción máximo para ambos aceites base fue de 0.15, lo que confirma las propiedades de los aceites bio-base de mantener un bajo coeficiente de fricción para este tipo de material.
- 5) La viscosidad de los lubricantes a la temperatura de $75^\circ C$ disminuye, lo que ocasiona que se incremente el desgaste, sin embargo, el aceite JC con una concentración de 0.25% peso si redujo el tamaño de huella de desgaste en 9% y su profundidad en 39% con lo que se confirma el efecto de la nanopartícula para estas condiciones reduciendo la huella de desgaste en las esferas y el COF comparado con el aceite base en las mismas condiciones.
- 6) A temperatura ambiente el aceite JC con una concentración de 1% peso de nanopartículas otorga una mayor protección contra el desgaste.
- 7) Con base en los resultados obtenidos de FTIR, no hay cambios notables entre el aceite nuevo y el aceite usado que pudieran dar indicio de la degradación cuando se evaluó a la temperatura de $75^\circ C$.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] P. L. Menezes, C. J. Reeves y M. R. Lovell, «Fundamentals of Lubrication» de *Tribology for Scientists and Engineers: From Basics to Advanced Concepts*, New York, Springer Science+Business Media, 2013, pp. 295-240.
- [2] F. Martínez, La tribología, ciencia y técnica para el mantenimiento, México, DF: Limusa, 2002, pp. 101-134.
- [3] W. Tsung-Chieh, *Regeneration of used petroleum-based lubricants and biolubricants by a novel green and sustainable technology*, California, 2010, p. 232.
- [4] M. Gulzar, Tribological study of nanoparticles enriched bio-based lubricants for engine piston ring–cylinder interaction, Malaysia: Springer Theses, 2018.
- [5] M. Gulzar, H. H. Masjuki, M. A. Kalam, M. Varman, N. W. ZulKifli, R. A. Mufti y Z. Rehan, «Tribological performance of nanoparticles as lubricating oil additives,» *J Nanopart Res*, vol. 18, n° 223, pp. 1-25, Agosto 2016.
- [6] W. Dai, B. Kheireddin, H. Gao y H. Liang, «Roles of nanoparticles in oil lubrication,» *Tribology International*, vol. 102, pp. 88-98, Mayo 2016.
- [7] T. Luo, X. Wein, H. Zhao, G. Cai y X. Zheng, «Tribology properties of Al_2O_3/TiO_2 nanocomposites as lubricant additives,» *CERAMICS International*, vol. 40, p. 10103–10109, Abril 2014.
- [8] D. Jiao, S. Zheng, Y. Wang, R. Guan y B. Cao, «The tribology properties of alumina/silica composite nanoparticles as lubricant additives,» *Applied Surface Science*, n° 257, p. 5720–5725, 2011.
- [9] T. Luo, X. Wein, X. Huang, L. Huang y F. Yang, «Tribological properties of Al_2O_3 nanoparticles as lubricating oil additives,» *CERAMICS INTERNATIONAL*, vol. 40, n° 4, p. 7143–7149, Enero 2014.
- [10] N. Mohan, M. Sharma, R. Singh y N. Kumar, «Tribological Properties of Automotive Lubricant SAE 20W-40 Containing Nano- Al_2O_3 particles,» SAE international, Delhi, 2014.
- [11] J. Van Renseelar, «Bio based Lubricants: Gearing up for a green world,» *Tribology & Lubrication Technology*, pp. 32-41, Enero 2010.
- [12] Y. Singh, A. Kumar, A. Singla y A. Kumar, «Development and tribological characteristics of bio-based lubricant from *Jatropha curcas* oil,» *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, vol. 39, n° 16, p. 1725–1732, 2017.
- [13] L. Farfán, E. Gallardo, M. Vite y J. Laguna, «Frictional behavior of a wet clutch using blends of automatic transmission fluid (ATF) and biolubricant (*Jatropha* oil) in a Pin-on-Disk tester,» *Tribology Transactions*, vol. 58, p. 941–946, Junio 2015.
- [14] D. Theodori, R. Saft, H. Krop y P. Van, *Development of criteria for the award of the European Eco-label to lubricants (Background Document)*, Amsterdam: IVAM, research and consultancy on sustainability , 2004.
- [15] Government Publishing Office , 2003.
- [16] L. Córdova, E. Bautista, A. Zamarripa, J. Rivera, A. Pérez, O. Sánchez, J. Martínez y J. Cuevas, Diagnóstico y plan estratégico de *Jatropha* spp. en México, CDMX: SNICS, SINAREFI, 2015, p. 106.

- [17] A. Espitia, A. Delgado y W. Aperador, «Comparative study of the thermal properties of Sesame oil and two mineral oils of different viscosity,» *INGE CUC*, vol. 5, n° 22, pp. 99-109, 2019.
- [18] S. Sankaran, K. Prabhakaran y P. Krishnan, «Evaluation of physicochemical, thermal and tribological properties of sesame oil (*Sesamum indicum* L.): a potential agricultural crop base stock for eco-friendly industrial lubricants,» *Inderscience Enterprises Ltd.*, vol. 13, n° 1, p. 77, 2017.
- [19] S. Sabarinath, K. Prabhakaran y K. Prabhakaran, «Micro and nanoparticles blended sesame oil bio-lubricant: study of its tribological and rheological properties,» *Micro & Nano Letters*, vol. 13, n° 12, p. 1743–1746, Septiembre 2018.
- [20] E. Atiya, D.-E. Mansour, R. Khattab y A. Azmy, «Dispersion behavior and breakdown strength of transformer oil filled with TiO_2 nanoparticles,» *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 5, n° 22, pp. 2463-2472, Octubre 2015.
- [21] Y. Chen, P. Renner y H. Liang, «Dispersion of nanoparticles in lubricating oil: a critical review,» *Lubricants*, vol. 7, n° 7, pp. 2-21, Enero 2019.
- [22] E. Ciulli, «Tribology and Industry: from the origins 4.0,» *Frontiers in Mechanical Engineering*, vol. 5, n° 55, 2019.
- [23] W. Morris, *Friction and lubrication; a hand book for engineers, mechanics, superintendents and managers.*, Miami Fl.: HardPress Publishing .
- [24] M. Gosh, B. Majumdar y M. Sarangi, «Introduction,» de *Theory of Lubrication*, Nagar, - New Delhi, Mc Graw Hill, 2013, pp. 1-14.
- [25] D. Moore, «Friction of Metals,» de *Principles and Applications of Tribology*, Gran Bretaña, PERGAMON INTERNATIONAL LIBRARY, 1975, pp. 33-59.
- [26] A. Sanz, «Tecnología de grasas, aceites y ceras».
- [27] A. Garcia, *Diseño, selección y producción de nuevos biolubricantes, tesis doctoral*, Barcelona.
- [28] ASTM International, «Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus,» de *ASTM G99*, 2000, pp. 1-6.
- [29] ASTM International, «Standard Test Method for Wear Preventive Characteristics of Lubricating Fluid (Four Ball Method),» de *ASTM*, 1999, pp. 1-5.
- [30] J. D. Varguez, M. J. Domínguez y L. M. Mendoz, *Efecto de la incorporación de alúmina nanométrica en una matriz de policloropreno (Tesis de maestría)*, Chihuahua: CIMAV, 2016.
- [31] G. Schmid, «Quantum Dots,» de *Nanoparticles: From Theory to Application*, Wiley VCH, 2004, p. Federal Republic of Germany.
- [32] I. Barberena, O. Contreras y L. Morales, «Centro de Nanociencias y Nanotecnología-UNAM,» *CATÁLOGO NACIONAL MUNDO NANO*, vol. 9, n° 16, pp. 30-48, Mayo 2016.
- [33] ICMN, «Principios generales de la microscopía electrónica de barrido,» CSIC, Madrid.
- [34] D. González, *Imagen directa de la subred aniónica y catiónica de perovskitas funcionales de Mn por microscopía electrónica con aberración corregida*, Madrid: © Daniel Gabriel González Merchante, 2016, 2017.
- [35] R. Moreno, *La difracción de rayos X y la densidad electrónica*, CDMX, 2007.
- [36] G. Becerra, «Efecto Raman y Espectroscopía Raman - Técnica de Caracterización, Fundamentos y Aplicaciones».

- [37] Rossana, *Fundamentos de espectroscopía Raman*, Tesis de Doctorado.
- [38] A. Instrumentación, «Anatara Instrumentación,» [En línea]. Available: [https://www.antaesinstrumentacion.com/espectroscopia-ftir/#:~:text=Fundamento%20de%20la%20espectroscopia%20infrarroja,de%20Michelson%20\(Figura%201\)..](https://www.antaesinstrumentacion.com/espectroscopia-ftir/#:~:text=Fundamento%20de%20la%20espectroscopia%20infrarroja,de%20Michelson%20(Figura%201)..) [Último acceso: 17 Noviembre 2020].
- [39] C. Poole y F. Owens, *Introducción a la nanotecnología*, España: REVERTÉ, 2003.
- [40] I. A. E. Agency, «IAEA,» [En línea]. Available: <https://www.iaea.org/es/ciencia-nuclear/espectrometria-de-rayos-x>. [Último acceso: 17 Noviembre 2020].
- [41] M. Ying y T. Idaty, «A review of biodiesel production from *Jatropha curcas* L. oil,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 15, pp. 2240-2251, Enero 2011.
- [42] M. Mohammed y Z. Hamza, «Physicochemical Properties of Oil Extracts from *Sesamum Indicum* L. Seeds Grown in Jigawa State – Nigeria,» *J. Appl. Sci. Environ. Manage*, vol. 12, n° 2, pp. 99-101, Junio 2008.
- [43] M. Morshed, *Sesame Oil as an Alternative Fuel for Diesel Engines in Bangladesh*, Tesis de Maestría, Dhaka, 2008.
- [44] Wahyudi, I. Wardana, A. Widodo y W. Wijayanti, «Improving Vegetable Oil Properties by Transforming Fatty Acid Chain Length in *Jatropha* Oil and Coconut Oil Acids,» *Energies*, vol. 11, n° 394, pp. 0-12, Febrero 2018.
- [45] K. Anand, A. Ranjan y P. S. Mehta, «Predicting the Density of Straight and Processed Vegetable Oils from Fatty Acid Composition,» *Energy fuels*, vol. 24, pp. 3262-3266, 2010.
- [46] M. Moreno, E. O. Ávila, E. E. Vera y A. I. Martínez, «Evaluación de Dispersión Estabilidad of Al₂O₃ Nanoparticles in *Jatropha Curcas* Oil,» *M&M preview*, 2020.
- [47] D. A. Sánchez, H. A. Martínez, E. E. Vera y M. Moreno, «Prueba tribológica en acero AISI 1018 y aleación Al-Mg en un equipo perno sobre disco (ASTM G99),» *Simposio Iberoamericano Multidisciplinario de Ciencias e Ingenierías*, pp. 50-54, 2020.
- [48] J. F. Marques, «Validación de un sistema de control novedoso para una máquina tribológica de cuatro bolas,» *Tesis de Maestría*, 2019.
- [49] Minitab, «Support Minitab,» [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/doe/supporting-topics/factorial-and-screening-designs/factorial-and-fractional-factorial-designs/>. [Último acceso: 22 06 2022].
- [50] M. Shuttleworth, «Diseños Factoriales,» Explorable , 2009 08 10. [En línea]. Available: <https://explorable.com/es/disenio-factorial>. [Último acceso: 22 06 22].
- [51] Departamento de Estadística, «Universidad Carlos III de Madrid,» [En línea]. Available: <http://halweb.uc3m.es/esp/Personal/personas/jmmarin/esp/Disenno/tema3DE.pdf>. [Último acceso: 2022 04 20].
- [52] F. Tobalina, «Spectroscopy Product Specialist- NUEVAS PLATAFORMAS AGILENT PARA ESPECTROMETRÍA FTIR.,» 23 Enero 2013. [En línea]. Available: <https://www.agilent.com/cs/library/slidepresentation/public/Seminario%20gerona%202013.pdf>. [Último acceso: 27 Febrero 2022].
- [53] A. G. M. Association, «Effect of Lubrication on Gear Surface,» de *AGMA 925-A03*, Virginia, American Gear Manufacturers Association, 2003.
- [54] K. Atrak, A. Ramazani y S. Taghavi, «Green synthesis of amorphous and gamma aluminum oxide nanoparticles by tragacanth gel and comparison of their photocatalytic activity for the degradation of organic dyes,» *Springer*, 02 Marzo 2018.

- [55] C. Liu, K. Shih, Y. Gao , F. Li y L. Wei, «Dechlorinating transformation of propachlor through nucleophilic substitution by dithionite on the surface of alumina,» *Springer*, vol. 12, pp. 724-722, Marzo 2012.
- [56] A. Afkhami , . M. Saber-Tehrani y H. Bagheri, «Simultaneous removal of heavy-metal ions in wastewater samples using nano-alumina modified with 2,4-dinitrophenylhydrazine,» *Journal of Hazardous Materials*, vol. 181, pp. 836-844, Mayo 2010.
- [57] A. N. Gutierrez López, . V. Y. Mena Cervantes, S. M. García Solares, J. Vazquez Arenas y R. Hernandez Altamirano , « $NaFeTiO_4/Fe_2O_3@FeTiO_3$ as heterogeneous catalyst towards a cleaner and sustainable biodiesel production from *Jatropha curcas* L. oil,» *Journal of Cleaner Production*, vol. 304, n° 2021, Marzo 2021.
- [58] T. Bezerra Mota, F. E. Arruda Rodrigues, D. T. Duarte Arruda, N. M. Pontes Silva, M. Barbosa Dantas y K. Costa de Araújo, «Chromatography, spectroscopy and thermal analysis of oil and biodiesel of sesame (*Sesamum indicum*) – An alternative for the Brazilian Northeast,» *Industrial Crops and Products*, vol. 91, pp. 264-271, 2016.
- [59] «Application of thermogravimetric analysis for thermal stability of *Jatropha curcas* biodiesel».
- [60] H. L. X. L. H. J. Z. T. M. K. A. A. Xianjun Hou, «An experimental study and mechanism analysis on improving dispersion stability performance of Al_2O_3 nanoparticles in base synthetic oil under various mixing conditions,» *J Nonopart Res*, vol. 23, n° 86, pp. 1-16, 2021.
- [61] M. K. A. Ali, H. Xianjun, A. Elagouz, F. Essa y M. A. A. Abdelkareem, «Minimizing of the boundary friction coefficient in automotive engines using Al_2O_3 and TiO_2 nanoparticles,» *J Nanopart Res*, vol. 18, n° 377, pp. 1-16, 2016.
- [62] R. R. R. K. S. J. A. D. B. J. Padgurskas, «Tribologic behaviour and suspension stability of iron and copper nanoparticles in rapeseed and mineral oils,» *Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces*, vol. 3, n° 3, pp. 97-102, 2009.
- [63] K. Budinski y E. K. Company, «Laboratory Testing Methods for Solid,» de *ASM HANDBOOK, Vol. 18 Friction, lubrication and wear technology*, ASM INTERNATIONAL , 1992.
- [64] C. J. M. P. L. J. T.-C. L. M. R. Reeves, «The influence of fatty acids on tribological and thermal properties of natural oils as sustainable biolubricants,» *Tribology International*, vol. 90, n° 123, pp. 1-35, 2015.
- [65] ., N. D. M. J. Joshy, «The effect of free fatty acids on the tribological properties of Karanja Oil,» *Materials Science and Engineering*, vol. 1114, n° 012053, pp. 1-9, 2021.
- [66] L. G. B. X. M. L. S. Z. Q. Z. X. R. B. Ren, «Tribological properties and anti-wear mechanism of $ZnO@graphene$ core-shell nanoparticles as lubricant additives,» *Tribology International*, vol. 144, n° 106114, pp. 1-8, 2020.

ANEXOS

Productos generados de la investigación

Se incluyen los artículos que forman parte de esta investigación.

Artículo “*Comportamiento tribológico del bio-lubricante *Jatropha curcas* adicionado con nanopartículas de óxido de aluminio Al_2O_3* ” se presentó en el XXVII Congreso Internacional Anual de la SOMIM.

Artículo “*Estudio tribológico comparativo entre un aceite ATF y aceite bio-base adicionado con nanopartículas de óxido de aluminio Al_2O_3* ” se presentó en XVIII encuentro Participación de la Mujer en la Ciencia.

Poster “*Tribological properties evaluated with a pin-on-disk tribometer of bio-base oils added with 1% wt. nanoparticles*” se presentó en VII Simposio Nacional De Recubrimientos, Ingeniería De Superficies Y Tribología.

Tema A2a Materiales: Nanolubricantes

“Comportamiento tribológico del bio-lubricante *Jatropha curcas* adicionado con nanopartículas de óxido de aluminio Al_2O_3 ”

*Norma A. Sánchez Calva**, *Marisa Moreno Ríos*, *Armando I. Martínez Pérez*, *Edgar E. Vera Cárdenas*, *Erika O. Ávila Dávila*,

TecNM/IT de Pachuca, DEPI, Carretera México-Pachuca, Km. 87.5. C.P. 42080, Col. Venta Prieta, Pachuca de Soto, Hidalgo, México

**Autor contacto: norma.angelica1008@gmail.com*

RESUMEN

*En el siguiente trabajo se presenta el comportamiento tribológico del lubricante bio-base *Jatropha curcas* (JC) adicionado con nanopartículas de Al_2O_3 . Las nanopartículas se agregaron en concentraciones de 0.25%, 0.5% y 1% peso para formar las mezclas que posteriormente fueron dispersadas en una tina ultrasónica durante 30 minutos. La caracterización de la nanopartícula se realizó con microscopía electrónica de barrido (SEM), mientras que la estabilidad de la dispersión de las mezclas se evaluó por el método de sedimentación y espectrofotometría UV-vis. Para la evaluación de fricción y desgaste se usó un equipo perno sobre disco, el ensayo tribológico se llevó a cabo bajo la norma ASTM G99. El material utilizado en las probetas es Al 6061. Los principales mecanismos de desgaste que se presentaron fueron abrasión y adhesión. La mezcla con 1% de Al_2O_3 presentó mayor reducción del desgaste y del coeficiente de fricción.*

Palabras Clave: Nanopartículas, Al_2O_3 , Bio-lubricantes, Perno sobre Disco, Tribología, Coeficiente de Fricción.

ABSTRACT

*The tribological behavior of the bio-based lubricant *Jatropha curcas* (JC) added with Al_2O_3 nanoparticles is presented in this work. The nanoparticles were added in concentrations of 0.25%, 0.5% and 1% wt. to form the mixtures, which were subsequently dispersed by ultrasonication for 30 minutes. The characterization of the nanoparticle was carried out with scanning electron microscopy (SEM), while the dispersion stability of the mixtures was evaluated by sedimentation method and UV-vis spectrophotometry. For the evaluation of friction and wear, a pin-on-disc equipment was used, the tribological test was carried out with the ASTM G99 standard. The material used in the specimens is Al 6061. The main wear mechanisms that occurred were abrasion and adhesion. The mixture with 1% Al_2O_3 presented higher reduction in wear and friction coefficient.*

Keywords: Nanoparticles, Al_2O_3 , Bio-lubricant, Pin on Disk, Tribology, Coefficient of Friction.

Introducción

Las nanopartículas de diversos materiales y compuestos han sido evaluadas al agregarse como aditivos en aceites lubricantes [1], el uso de los aditivos tiene influencia en su rendimiento ya que perfecciona sus propiedades y cumple con las demandas de servicio de un lubricante [2]. Se ha observado que el uso de nanopartículas afecta de forma positiva los regímenes de lubricación al límite e hidrodinámico, contribuyendo a la formación de tribocapas con mayor resistencia a la fricción y al desgaste además de

modificar el mecanismo de lubricación [3-8], esto se debe principalmente a las características de las nanopartículas tales como el tamaño y la forma, que son factores importantes en el desempeño tribológico del lubricante [3]. Otro factor importante es que las nanopartículas tengan una dispersión estable en los lubricantes, debido a que en suspensión pueden formar aglomerados que se decantan a causa de la gravedad, esto provoca sedimentación, y desencadena la pérdida de la protección contra el desgaste y la incapacidad de reducir la fricción, por lo tanto, la estabilidad de dispersión depende de que las partículas no se acumulen a un ritmo significativo [1].

Las nanopartículas al usarse como aditivos también influyen en las superficies metálicas en contacto, ya que modifican sus propiedades fisicoquímicas e incrementan las condiciones de capacidad de carga, la protección al desgaste, y el control de la fricción [1-8]. Los aditivos para prevenir el desgaste, y los modificadores del coeficiente de fricción, son los aditivos más importantes en las formulaciones de los lubricantes [1].

Los lubricantes han evolucionado desde aceites de base mineral, aceites sintéticos modificados petroquímicamente, hasta los lubricantes bio-base. En la actualidad estos últimos han ganado protagonismo por su amabilidad con el medio ambiente y sus propiedades tribológicas [1]. El aceite de la planta de *Jatropha curcas* ha sido estudiado anteriormente por sus propiedades tribológicas, Yashvir Singh et al. [9] realizaron pruebas tribológicas para analizar el comportamiento de este aceite como aditivo para un aceite SAE 20W40, el estudio se realizó en una máquina perno sobre disco siguiendo la norma ASTM G99, los materiales de las probetas fueron: una aleación de aluminio con silicio al 7% para el perno y hierro fundido para el disco. En el estudio se evaluó el aceite a diferentes cargas (50N, 100N y 150N), las concentraciones usadas fueron 0, 15, 30 y 50 % de aceite *Jatropha curcas*. Con la concentración de 15% de *Jatropha curcas* se redujo la tasa de desgaste y el coeficiente de fricción en comparación con los resultados del aceite SAE 20W40 puro, además se observó una reducción de la huella de desgaste. Leonardo Farfán et al. [10] realizaron pruebas con mezclas de aceite *Jatropha* con aceite de transmisión ATF (MERCON V y DEXRON III), las pruebas se realizaron en una máquina perno sobre disco, los materiales para el perno fueron: material de los discos de clutch Raybestos Tan/paper y Raybestos High energy/Kevlar, y para el disco se usó un acero con alto contenido de carbón. En este estudio se evaluó el aceite vegetal al 25, 50 y 100 % de concentración, con dos condiciones de temperatura a 27° y 80° C; los resultados indicaron que el aceite puro de *Jatropha curcas* exhibió bajos coeficientes de fricción dinámica a bajas velocidades de deslizamiento, con un desempeño antivibraciones, además se concluyó que el aceite de *Jatropha curcas* podría ser adecuado como aditivo para modificar la fricción de los aceites minerales y aumentar sus propiedades antideslizamiento.

La mayoría de los estudios de lubricantes con nanopartículas corresponden a aceites minerales o sintéticos, son pocos los estudios llevados a cabo con aceites bio-base adicionados con nanopartículas [8].

En este trabajo se evaluó el coeficiente de fricción y la huella de desgaste de mezclas de *Jatropha curcas* con diferentes concentraciones de nanopartículas de Al_2O_3 , la evaluación tribológica se realizó en un tribómetro perno sobre disco.

Metodología

2.1 Preparación de los nanolubricantes

2.1.1 Nanopartículas de Al_2O_3

Se usaron nanopartículas de óxido de aluminio comerciales con un tamaño promedio de 50 nm, se caracterizaron con un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7800F con la técnica de electrones secundarios [11].

2.1.2 Bio-lubricante *Jatropha Curcas*

Las propiedades del bio lubricante *Jatropha curcas* se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1 – Propiedades del aceite *Jatropha curcas* [12]

Propiedad	Valor
Gravedad específica (g cm ⁻³)	0.860 - 0.933
Valor Calorífico (MJ kg ⁻¹)	37.83 - 42.05
Punto de Fluidez °C	-3
Punto de Nube °C	2
Punto de Inflamación °C	210 – 240
Valor Cetano	38.0 – 51.0
Índice de Saponificación (mg KOH g ⁻¹)	102.9 – 209.0
Viscosidad a 30°C (cSt)	37.0 – 54.8
Ácidos Grasos Libres % (kg kg ⁻¹ x100)	0.18 – 3.40
Índice de Yodo (mg I g ⁻¹)	92.0 – 112.0
Índice de Acidez (mg KOH g ⁻¹)	0.92 – 6.16

2.1.3 Preparación del nanolubricante

Se prepararon tres mezclas con diferentes concentraciones de nanopartículas de Al_2O_3 , 0.25%, 0.5% y 1% en peso. Adicionalmente se evaluó el *Jatropha curcas* puro para referencia. Las mezclas se dispersaron por el método de ultrasonido, en un equipo ultrasónico por un periodo de 30 min.

2.2 Evaluación de la estabilidad de la dispersión (Homogenización)

El análisis de la estabilidad de la dispersión se realizó en un trabajo previo [11] por el método de sedimentación y la técnica de espectrofotometría UV-Vis.

El análisis por sedimentación es un método visual que consiste en registrar la duración de la dispersión desde el inicio de la prueba hasta el momento en que

se observa a simple vista la sedimentación de las nanopartículas en el recipiente. Esta prueba puede durar días o meses, y las mezclas deben permanecer bajo las mismas condiciones ambientales y de almacenamiento. En la técnica de espectrofotometría UV-Vis se utilizó un equipo Cary 5000 UV-vis NIR. Es una técnica analítica que permite determinar la concentración de un compuesto en una solución y un método para evaluar la estabilidad de los nanolubricantes [8].

2.3 Evaluación tribológica

2.3.1 Equipo Perno sobre disco

Las pruebas se realizaron en una máquina perno sobre disco bajo norma ASTM G99. El equipo consiste en un brazo de palanca (1) que sujeta al perno (2) manteniéndolo en contacto con el disco (3), la carga (4) se puede variar al aplicar peso hasta de 1 kg al final del brazo. El disco, se sujeta por medio de un tornillo y el movimiento se genera por medio de un motor de velocidad variable (5). La fuerza de fricción entre el disco y el perno se mide y registra mediante una celda de carga (6) y un programa de adquisición de datos. En la Figura 1 se muestra el equipo [13].

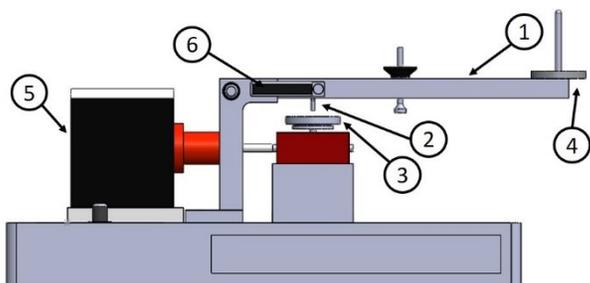


Figura 1 - Esquema de la máquina perno sobre disco. (1) Brazo de palanca, (2) perno, (3) disco, (4) carga, (5) motor de velocidad variable, (6) celda de carga.

2.3.2 Material de las probetas

Los pernos y los discos se manufacturaron de una barra de aluminio 6061, la cual tiene un tratamiento de recocido. La composición química y propiedades mecánicas de material se presentan en la Tabla 2 y en la Tabla 3, respectivamente.

Tabla 2 – Composición química del Aluminio 6061 [14]

Elemento	Mg	Fe	Si	Cu	Mn	V	Ti	Al
% Peso	1.08	0.17	0.63	0.32	0.52	0.01	0.02	97.25

Tabla 3 – Propiedades mecánicas Aluminio 6061 [15]

Propiedad	Sistema métrico
Resistencia a la fluencia	55 MPa
Resistencia máxima	125 MPa
Elongación	25-30%
Módulo de Elasticidad	69 GPa

2.3.3 Preparación de las probetas

Las superficies de contacto del perno y del disco se les dio un acabado con lija de carburo de silicio P600. La dureza del material se obtuvo con un durómetro Vickers y la rugosidad de las superficies con un rugosímetro SurfTest SJ-410 Mitutoyo. Los valores se muestran en la tabla 4.

Tabla 4 – Rugosidad y dureza

Probetas	Material	Dureza (HV)	Rugosidad (Ra)
Perno/Disco	Aluminio 6061	102.443	0.33 μm

Previo a las pruebas tribológicas las probetas se lavaron con acetona en una tina ultrasónica por un periodo de 10 minutos para eliminar impurezas y se secaron con aire comprimido. El peso de los discos se determinó antes y después de las pruebas, se utilizó una balanza analítica para este proceso.

2.3.4 Parámetros de la prueba

Los parámetros de las pruebas tribológicas se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5 – Parámetros de prueba

Propiedad	Valor
Carga	15.6 N
Humedad	40%
Temperatura	16.2 °C
Diámetro de pista	40 mm
Velocidad	0.25 m/s
Tiempo	10 min
Lubricante	0.05 ml

2.4 Caracterización del desgaste

Para evaluar la huella de desgaste en cada una de las probetas, se utilizó un microscopio óptico Olympus GX-41 equipado con una cámara Infinity 1, el perfil de

la huella se caracterizó con un rugosímetro Mitutoyo SJ- 410 y la pérdida de masa de las probetas se midió en una balanza analítica.

Resultados

3.1 Caracterización de la nanopartícula y análisis de la dispersión

3.1.1 Morfología y tamaño de las nanopartículas

El tamaño de las nanopartículas es de 40 a 80 nm con una morfología esférica. En la Figura 2 se pueden observar los aglomerados de las partículas y en la Figura 3 se observan partículas con forma esférica, indicadas con flechas, la morfología de la nanopartícula es visible.

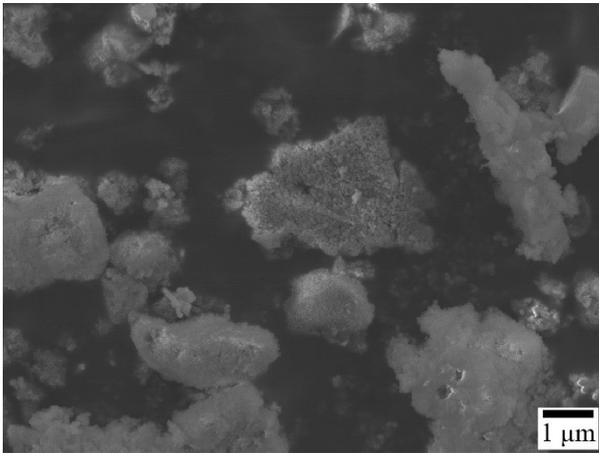


Figura 2 – Micrografía obtenida por SEM - Aglomerados de nanopartículas de Al_2O_3 .

3.1.2 Análisis de la dispersión

Después de 360 hrs se observa por el método de sedimentación, la precipitación de nanopartículas en las cubetas. En la Figura 4 se puede ver que la mezcla con concentración de 1% de Al_2O_3 tiene una apariencia más opaca en comparación a las demás mezclas.

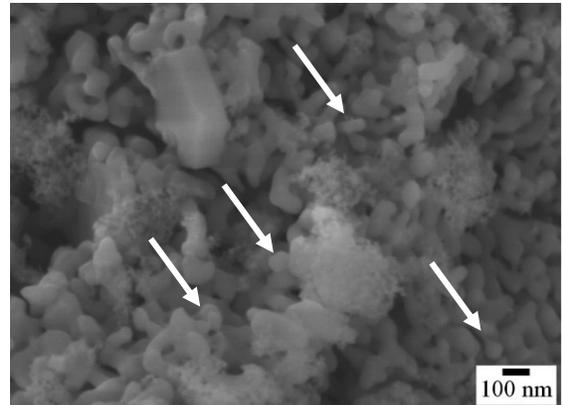


Figura 3 - Micrografía obtenida por SEM- Nanopartículas esféricas

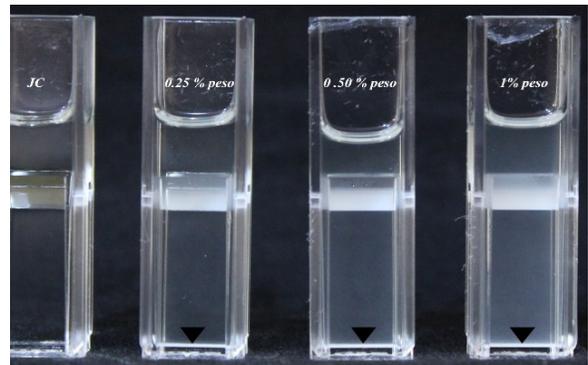


Figura 4 – Sedimentación de nanopartículas de Al_2O_3 dispersas en el bio-lubricante [13].

En la Figura 5 se muestra el espectro de absorción contra el tiempo, a las 120 hrs la mezcla con una concentración de 1% de Al_2O_3 presenta una mayor estabilidad que las mezclas con concentraciones de 0.25% y 0.5%.

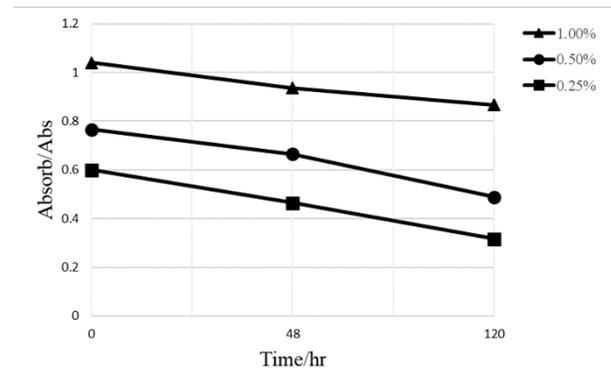


Figura 5 - Análisis de estabilidad de dispersión, comparación entre las diferentes concentraciones de Al_2O_3 [11].

3.2 Coeficiente de fricción

En la Figura 6 se muestra los resultados del coeficiente de fricción (μ), los valores se graficaron contra la distancia recorrida en cada prueba. La línea de color amarillo representa el comportamiento de la fricción del lubricante *Jatropha curcas* base, al superar la fuerza de fricción estática se obtiene un coeficiente de fricción estático (μ_s) de 0.6 y se estabiliza con un coeficiente de fricción dinámico (μ_k) en un rango de 0.02 a 0.14, a los 90 m el μ_k esta entre 0.09 y 0.52. En la mezcla con una concentración de 0.25%, el μ_s se incrementa hasta un valor de 0.95, mientras que el μ_k se encuentra entre 0.1 y 0.25, para la concentración de 0.5% los valores de μ_s van de 0.1 a 0.3 antes de romper la adhesión de las superficies en contacto, supera la fuerza de fricción estática y se estabiliza en un μ_k alrededor de 0.05 y 0.25, por último, con la mezcla de 1% de nanopartículas el μ_s en su valor más alto es 0.45, y el μ_k de 0.01 a 0.1.

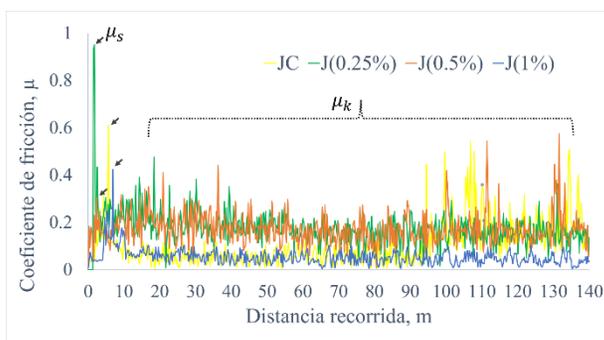


Figura 6 - Coeficiente de fricción obtenido de las diferentes mezclas. *Jatropha curcas* puro (color amarillo); y con las concentraciones de Al_2O_3 a 0.25 % (color verde); 0.5% (color naranja) y 1% (color azul).

3.1 Caracterización del desgaste

3.3.1 Pérdida de masa

En la Figura 7 se muestran los resultados de la pérdida de masa de los discos, estos indican que con la mezcla de bio-lubricante con 0.25% de Al_2O_3 la probeta perdió la mayor cantidad de masa con un promedio de 0.122 g, el disco que se usó para la mezcla con una concentración del 1% perdió un promedio de 0.0015 g, siendo esta probeta con la menor pérdida de masa.

3.3.2 Análisis de la huella de desgaste por microscopía óptica

Las imágenes de microscopía muestran en la Figura 8, en ellas se observan las huellas de desgaste. En la Figura 8(a) que corresponde a la mezcla con 1% de Al_2O_3 es visible que el ancho de la huella de desgaste

es menor en comparación a las generadas con el aceite base 8(d) y con las concentraciones de 0.25 8(b) y 0.50% 8(c), esta característica está indicada en la imagen con flechas blancas, se observan mecanismos de desgaste por abrasión (ploughing) en el interior de la huella, y algunos residuos (debris) indicados con las flechas rojas; por otro lado, se observa que en las Figuras 8(b) 8(c) y 8(d) tienen un mayor ancho de huella igual indicado con las flechas blancas, dentro de esta zona con flechas verdes se indica una sección que es de mayor profundidad aparente comparado con la Figura 8(a); asociado a esto se presentan otros mecanismos de desgaste como son mayor formación de residuos; surcos más gruesos y formación de virutas, también en la Figura 8(b) se evidencia desgaste adhesivo pues es notable la deformación plástica en el interior de la huella.

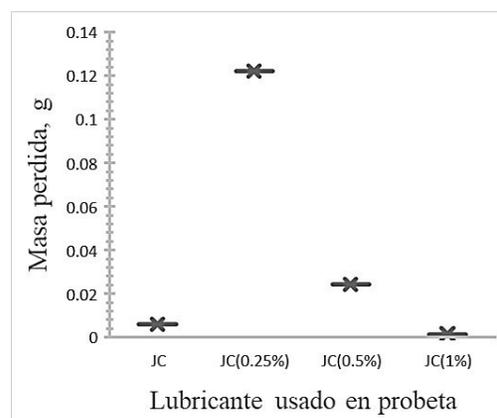


Figura 7 – Masa perdida de los discos de aluminio después de la prueba.

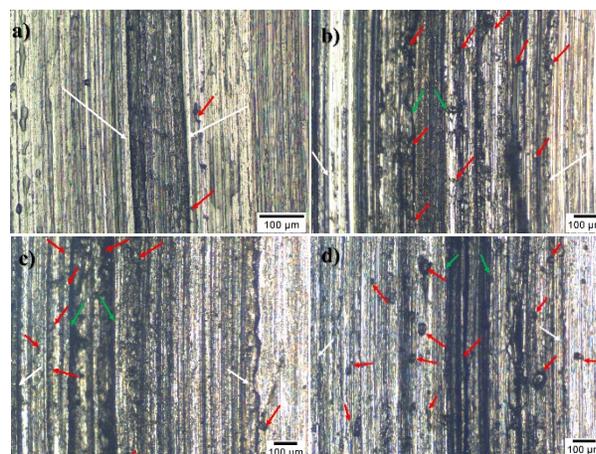


Figura 8 – Huellas de desgaste, (a) JC+ 1% de Al_2O_3 ; (b) JC+ 0.25% de Al_2O_3 ; (c) JC+ 0.5% de Al_2O_3 ; (d) JC base

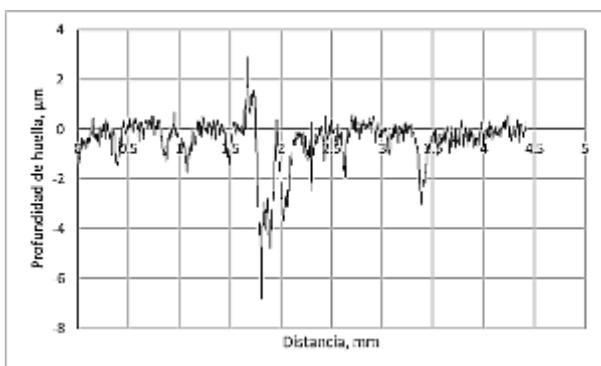


Figura 9 - Perfilometría de la huella de desgaste del disco evaluado con JC + 1% Al₂O₃

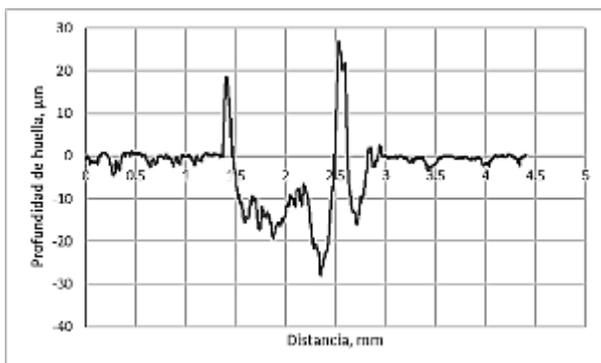


Figura 10 - Perfilometría de la huella de desgaste del disco evaluado con Jatropa curcas



Figura 11 - Perfilometría de la huella de desgaste del disco evaluado con JC + 0.25% Al₂O₃

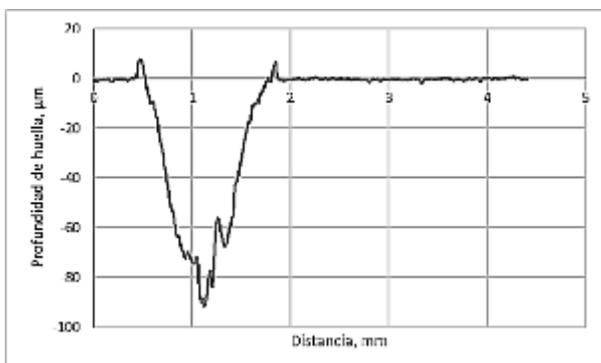


Figura 12 - Perfilometría de la huella de desgaste del disco evaluado con JC + 0.5% Al₂O₃

3.3.3 Análisis de la huella de desgaste por perfilometría

Con la caracterización mediante perfilometría se obtiene la profundidad de la huella de desgaste en μm , y el ancho de la huella en mm. En las gráficas de las Figuras 9-12 se muestran los resultados obtenidos para las diferentes concentraciones usadas en las pruebas tribológicas. La mezcla con una concentración de 1% de Al₂O₃ evidencia una profundidad de huella de 6 μm y un ancho aproximado de 0.5 mm; las concentraciones de 0.25% y 0.5% presentan una profundidad máxima de 85 μm y un ancho de huella de 1.65 mm y de 1.45 mm respectivamente, por último, para la prueba con el bio-lubricante Jatropa curcas, la huella tiene una profundidad 28 μm y un ancho de 1.7mm, además que presentó mayor deformación de material.

Figura 22 - Perfilometría de la huella de desgaste del disco evaluado con JC + 0.5% Al₂O₃

Discusión

Los resultados de microscopía, perfilometría y de pérdida de masa obtenidos, que corresponden al análisis de desgaste de las probetas de aluminio en condiciones lubricadas con las diferentes mezclas y el bio-lubricante base, en conjunto con el coeficiente de fricción son consistentes. Debido a la plasticidad del aluminio los principales mecanismos de desgaste presentes son por adhesión y deformación plástica.

La mezcla con 0.25% tiene el μ_s y μ_k más alto desde el inicio de la prueba, en las pruebas realizadas con las concentraciones de 0.25% y 0.5 % las características lubricantes del aceite se modificaron y se presentó un mayor desgaste en las probetas, una mayor pérdida de masa, así como se incrementó la fricción, este efecto se puede atribuir a que la concentración de nanopartículas es insuficiente para generar un mecanismo de lubricación por rodadura como se ha publicado en otros trabajos [4-6] y por el contrario tiene un efecto de tercer cuerpo en el contacto generando mayor abrasión y pérdida de material [1,8].

La mezcla con 1% de Al₂O₃, tiene el μ_k más bajo y estable durante la prueba en comparación al lubricante base y con las concentraciones de 0.25 y 0.50%. Como se ha reportado anteriormente el aceite Jatropa curcas puro genera un μ_k bajo [10], sin embargo, conforme aumenta la distancia recorrida este coeficiente se incrementa como se observa en la gráfica. La estabilidad en el coeficiente de fricción puede atribuirse a la formación de una tribocapa que contribuye también a la menor pérdida de masa y reducción de la huella de desgaste, comportamiento que se ha reportado anteriormente para concentraciones de Al₂O₃ [4-7].

Conclusiones

El uso de nanopartículas de Al_2O_3 como aditivos en bio-lubricantes es una alternativa viable para mejorar las propiedades tribológicas del nanolubricante.

Las nanopartículas de Al_2O_3 en el aceite de *Jatropha curcas*, contribuyen a la reducción de la huella de desgaste en las tres concentraciones usadas.

La concentración de 1% de Al_2O_3 contribuye a mejorar las propiedades tribológicas del aceite *Jatropha curcas*, al reducir y mantener estable el coeficiente de fricción, disminuir el desgaste y la profundidad y ancho de la huella en un 80% y 64% respectivamente con respecto al bio-lubricante base.

La cantidad de nanopartículas es un factor importante en el sistema tribológico. La cantidad de 0.25% y 0.5% causaron mayor desgaste en el material, en cambio la concentración de 1% redujo el daño.

Agradecimientos

Norma Angelica Sánchez Calva agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada. Los autores agradecen el apoyo técnico a Dr. Enrique Camarillo-García, Dr. José Reyes-Gasga, Técnico Pablo López y Técnico Diego Quiterio del Instituto de Física de la UNAM, a la Ing. Ana María García Mercado del IT de Pachuca y a Claudia. E. Olvera-Moreno por el apoyo en las fotografías. Se agradece el apoyo financiero del TecNM a través del proyecto con clave 10786.21-P.

REFERENCIAS

- [1] M. Gulzar, H. H. Masjuki, M. A. Kalam, M. Varman, N. W. ZulKifli, R. A. Mufti y Z. Rehan, *Journal of Nanoparticle Research* **18** (2016) 223.
- [2] P. L. Menezes, C. J. Reeves y M. R. Lovell, *Tribology for Scientists and Engineers: From Basics to Advanced Concepts*, New York, Springer Science+Business Media, (2013).
- [3] W. Dai, B. Kheireddin, H. Gao, H. Liang, *Tribology International* **102** (2016) 88.
- [4] D. Jiao, S. Zheng, Y. Wang, R. Guan y B. Cao, *Applied Surface Science* **257** (2011).
- [5] T. Luo, X. Wein, X. Huang, L. Huang y F. Yang, *Ceramics International* **40** (2014) 4.
- [6] T. Luo, X. Wein, H. Zhao, G. Cai y X. Zheng, *Ceramics International* **40** (2014).
- [7] N. Mohan, M. Sharma, R. Singh y N. Kumar, *SAE international* (2014).
- [8] M. Gulzar, *Tribological study of nanoparticles enriched bio-based lubricants for engine piston ring-cylinder interaction*, Malasya: Springer Theses, 2018.
- [9] Y. Singh, A. K. Singh, A. Singla, A. K. Upadhyay, *Energy Sources* **39** (2017) 16.
- [10] L. I. Farfan, E. A. Gallardo, M. Vite, J. R. Laguna, *Tribology Transactions* **58** (2015) 5.
- [11] M. Moreno, E. O. Ávila, E. E. Vera y A. I. Martínez, *Microscopy and Microanalysis* **26** (2020) 2.
- [12] M. Koh & T. Mohd, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **15** (2011) 5.
- [13] D. A. Sánchez, H. A. Martínez, E. E. Vera y M. Moreno, *Simposio Iberoamericano Multidisciplinario de Ciencias e Ingenierías* **8** (2020) 8.
- [14] T.V. Christy, N. Murugan, S. Kumar, *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering* **9** (2010) 1.
- [15] Fathi Habashi (Ed.), *Alloys. Preparation, Properties, Applications* (pp. 165–196). Wiley-VCH (1998).

ESTUDIO TRIBOLÓGICO COMPARATIVO ENTRE UN ACEITE ATF Y ACEITE BIO-BASE ADICIONADO CON NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ALUMINIO Al_2O_3

Norma A. Sánchez Calva, Marisa Moreno Ríos, Armando I. Martínez Pérez, Erika O. Ávila Dávila

Tecnologico Nacional de México/ Instituto Tecnológico de Pachuca DEPI
norma.angelica1008@gmail.com

RESUMEN

Los lubricantes han evolucionado del aceite de base mineral a aceites sintéticos modificados a los lubricantes biobase, estos últimos han cobrado protagonismo por su respeto con el medio ambiente y sus propiedades tribológicas¹⁻². Las propiedades físico-químicas del bio-aceite de *Jatropha curcas* ha sido estudiado con anterioridad, así como sus propiedades tribológicas. Como aditivo, una concentración de *Jatropha curcas* puede reducir el coeficiente de fricción y el desgaste, y por lo tanto mejorar el rendimiento del lubricante base³⁻⁴. Así los lubricantes se conforman de hasta un 10% de aditivos con diferentes propósitos que los ayudan a cumplir con las demandas de servicio⁵, algunos de ellos son los que modifican la fricción y reducen el desgaste. Las nanopartículas se han evaluado como aditivos y su efecto en las propiedades tribológicas está determinado por el tamaño, forma⁶⁻⁹. En este trabajo se muestran los resultados obtenidos de una prueba perno sobre disco (ASTM G99) de un aceite ATF, comparado con el *Jatropha curcas* con concentraciones de Al_2O_3 . Las pruebas tribológicas cumplen las siguientes condiciones: una gota de lubricante al disco, el cual estuvo en deslizamiento por un tiempo de 15 minutos; temperatura ambiente 19.2 °C y 33% de humedad, deslizamiento 84 metros. Los resultados muestran para el aceite ATF un coeficiente de fricción dinámico (μ_d) de 0.109, mostrando un comportamiento con mayor estabilidad, por otro lado, con el aceite *Jatropha curcas* se obtuvo un de 0.114 con un comportamiento irregular al comienzo de la prueba, para después estabilizarse. Los valores del coeficiente de fricción de estos dos estudios, muestran que el no tienen mucha variación uno con respecto del otro. Comparando estos resultados con los obtenidos de *Jatropha curcas* con concentraciones de Al_2O_3 , donde con la concentración de 1% de Al_2O_3 dio la mejor reducción de coeficiente de fricción, y la menor marca de desgaste. Con esto podemos concluir que las nanopartículas ayudan a mejorar las propiedades del aceite *Jatropha curcas*, y se confirma que la concentración de las nanopartículas es un factor importante para considerar al usarlas como aditivos, el aceite *Jatropha curcas* tiene un buen comportamiento sin la adición de nanopartículas.

INTRODUCCIÓN

Gran parte del interés de la planta *Jatropha curcas* fue su potencial para ser utilizada como materia prima para la producción de biodiesel¹⁰, derivado de su alto contenido de aceite y su capacidad de crecer en suelos erosionados hacen de *Jatropha-Curcas* L. una opción de elección como aceite para la industria¹¹. Por otro lado, en las investigaciones para evaluar el comportamiento tribológico de nanopartículas y nanocompuestos de diversos materiales como aditivos, se ha observado que, el uso de nanopartículas interviene en los regímenes de lubricación³⁻⁸, reducen la fricción y el desgaste comparado con el aceite base contribuyendo en la formación de tribocapas^{1,3,5-8} o modificando los mecanismos de lubricación^{1,3-8}; dependiendo de las características físicas de la nanopartícula que son un factor importante en el desempeño tribológico del lubricante³.

En este trabajo se evaluó el coeficiente de fricción y la huella de desgaste de mezclas de *Jatropha Curcas*, *Jatropha curcas* con una concentración de 1% Al_2O_3 para comparar su respuesta tribológica con el aceite ATF. Las pruebas tribológicas se realizaron en un tribómetro perno sobre disco bajo la norma ASTM G99.

TEORÍA

Utilizar nanopartículas como aditivos en aceites lubricantes mejora el comportamiento tribológico de los sistemas donde se utilizan, las nanopartículas pueden depositarse en las irregularidades superficiales y formar una capa resistente al desgaste. La reducción del tamaño de partícula hasta escala nanométrica mejora las propiedades tales como efectos de anti desgaste, y presiones extremas. Generan una película protectora muy fina, la cual contribuye a la disminución de la fricción y el desgaste, sin embargo, se ha encontrado que partículas nanométricas de cierta dureza pueden actuar bajo ciertas condiciones como agentes abrasivos^{1,7-9}.

PARTE EXPERIMENTAL

En aceite bio-base se agregó la concentración de 1% peso de nanopartículas de Al_2O_3 . Las nanopartículas tienen un tamaño de 50 nm. Posteriormente se dispersó la mezcla con baño ultrasónico por un periodo de 15 min. Para la prueba tribológica se utilizó un tribómetro perno sobre disco bajo la norma ASTM G99, las probetas se elaboraron en acero y aluminio con acabado superficial espejo. La tabla 1 muestra las rugosidades de las superficies que se obtuvieron con un rugosímetro SurfTest SJ-410 Mitutoyo.

Tabla 1 – Rugosidad y dureza

Probeta	Material	Rugosidad
Perno/Disco	Aluminio	0.33 μm
Perno/Disco	Acero	0.037 μm

Las probetas, se lavaron con acetona en una tina ultrasónica para eliminar impurezas antes de realizar las pruebas y al finalizar. Posteriormente el peso de los discos fue registrado antes y después de las pruebas para obtener la pérdida de masa, este procedimiento fue realizado con una balanza analítica.

En la tabla 2, se indican los parámetros de la prueba tribológica.

Tabla 2 – Parámetros de las pruebas

Propiedad	Valor	
	Acero	Aluminio
Carga	24.56 N	24.56 N
Humedad	50%-33%	40%
Temperatura	19°C	16.2°C
Velocidad	0.18 m/s	0.25 m/s
Tiempo	15 min	15 min
Lubricante	0.05 ml	0.05 ml

RESULTADOS

En la figura 1 se observa el comportamiento del coeficiente de fricción (COF) del aceite Jatropha y el aceite ATF, es evidente un COF cercano entre los dos lubricantes. Para el aceite bio-base se obtuvo un coeficiente de fricción de 0.114 y para el ATF de 0.109, esta primera prueba se realizó en probetas de acero. Una segunda prueba se realizó comparando el aceite ATF, con el bio-base Jatropha y el Jatropha con una concentración de nanopartículas de Al_2O_3 al 1% peso. En la figura 2 se muestra la comparación del comportamiento de los lubricantes, estas pruebas se realizaron también en probetas de acero. El COF del aceite ATF es de 0.135, el Jatropha de 0.093, y con una concentración del 1% de Al_2O_3 se tiene un COF de 0.118. Por último, se realizó una prueba con el aceite Jatropha y Jatropha con 1% de nanopartículas en probetas de aluminio, teniendo un COF de 0.234 para el aceite Jatropha y 0.041 para el Jatropha adicionado con nanopartículas, los resultados se muestran en la figura 3.

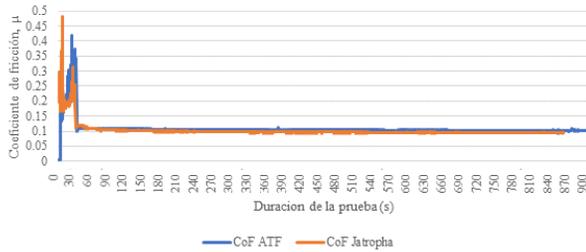


Figura 1. COF - ATF, Jatropha; en acero.

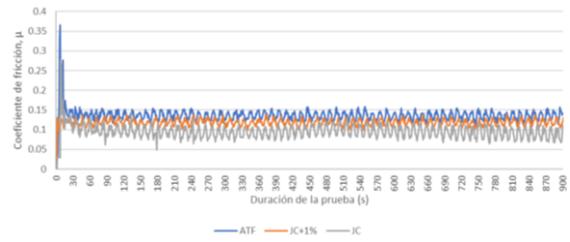


Figura 2. COF - ATF, Jatropha, y Jatropha con 1% de nanopartículas; en acero.

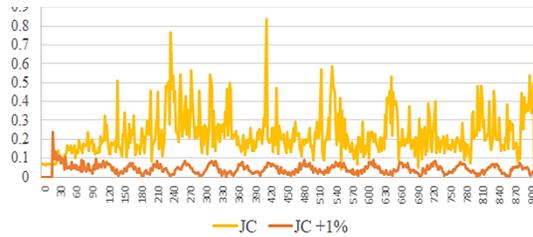


Figura 3. COF- Jatropha, Jatropha con 1% de nanopartículas; en aluminio.

En la tabla 3 se muestran la pérdida de masa de los discos, para las probetas de acero la mayor pérdida de masa se obtuvo con el lubricante Jatropha con nanopartículas comparado con el aceite ATF y con el Jatropha curcas. Mientras que en las probetas de aluminio la mayor pérdida de masa se dio con el aceite Jatropha, está perdida podría deberse al material y a la carga normal ejercida en el disco de aluminio.

Tabla 3. Pérdida de masa en las probetas de acero y aluminio

Lubricante	Probeta	Pérdida de masa (g)
ATF	Acero	0.0013
JC+1%	Acero	0.0018
JC	Acero	0.0016
JC+1%	Aluminio	0.0020
JC	Aluminio	0.0294

Las figuras 5 y 6 muestran las huellas de desgaste dejada por los aceites. Es evidente la diferencia entre las probetas de aluminio de la figura 6-b, el aceite Jatropha con 1% de nanopartículas tiene una huella de menor grosor comparada con la que dejó el aceite Jatropha. Sin embargo, las huellas de las probetas de acero parecen similares en tamaño, para diferenciar los mecanismos de desgaste entre los lubricantes, se realizó la evaluación por microscopía óptica.

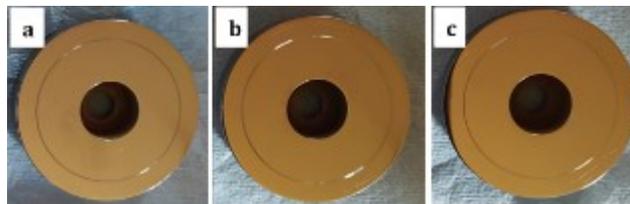


Figura 5. Probetas de acero, huella de desgaste dejada por a) aceite ATF; b) aceite JC+1% de nanopartículas de Al₂O₃; c) aceite Jatropha

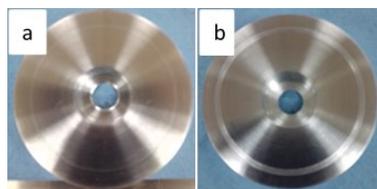


Figura 6. Probetas de aluminio; huella de desgaste dejada por a) aceite JC + 1% de nanopartículas de Al_2O_3 ; b) aceite Jatropha

Por este método se observaron las huellas de desgaste. En la figura 8 y 9, podemos ver los mecanismos de desgaste que se derivaron del uso de los diferentes lubricantes. En la figura 8-a, donde se usó el aceite ATF se evidencia desgaste abrasivo y adhesivo, en la figura 8-b el mecanismo de desgaste es por abrasión, coherente con una mayor pérdida de material, como se mostró en la tabla 3. Por último, en la figura 8-c se observa desgaste abrasivo, sin tanta pérdida de material y además deformación plástica menor que en la figura 8-a. En la figura 9-a el mecanismo de desgaste es abrasivo y en la figura 9-b se ve un profundo desgaste abrasivo y adhesivo.

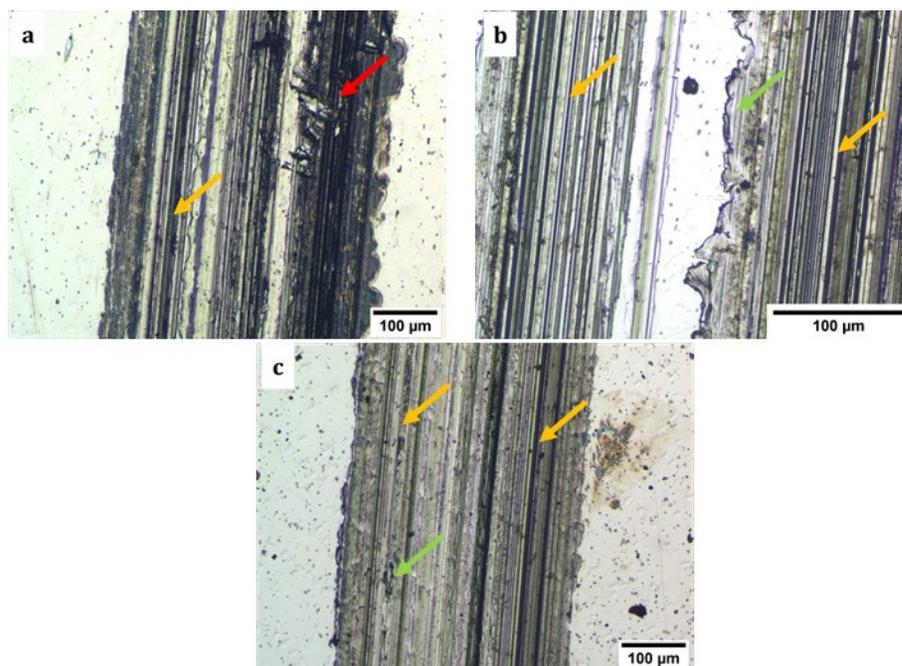


Figura 8. Huellas de desgaste en probetas de aluminio con a) aceite ATF; b) aceite JC +1% Al_2O_3 , y c) aceite Jatropha

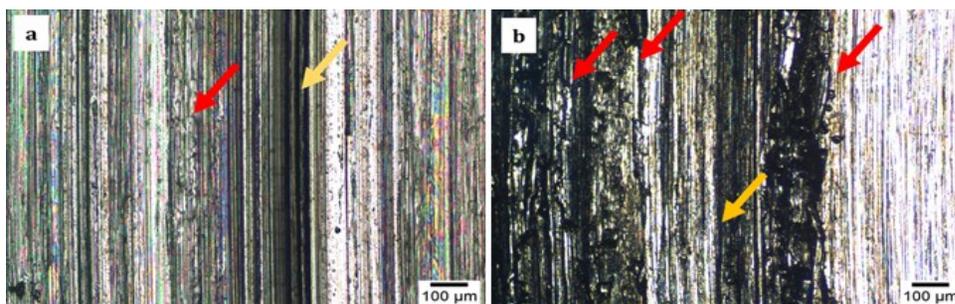


Figura 9. Huellas de desgaste en probetas de aluminio con a) aceite JC +1% Al_2O_3 , b) aceite Jatropha

CONCLUSIONES

Los tres lubricantes presentaron un comportamiento similar a bajas velocidades, demostrando la capacidad de lubricación que tiene el aceite que el aceite *Jatropha curcas* tiene buena lubricación que lo hace competitivo con el aceite ATF, en las condiciones establecidas.

La concentración de 1% de Al_2O_3 contribuye a mejorar las propiedades tribológicas del aceite *Jatropha curcas*, al reducir y mantener estable el coeficiente de fricción, disminuir el desgaste y la profundidad y ancho de la huella a velocidades más altas.

BIBLIOGRAFÍA (ARIAL, BOLD, 10 PT. JUSTIFICADO A LA IZQUIERDA)

1. M. Gulzar, H. H. Masjuki, M. A. Kalam, M. Varman, N. W. ZulKifli, R. A. Mufti y Z. Rehan, "Tribological performance of nanoparticles as lubricating oil additives" *J Nanopart Res*, Vol. 18,223,2016 pp. 1-25
2. N. A. Sánchez, M. Moreno, I.A. Martínez, E. E. Vera, E.O. Ávila (en prensa) "Comportamiento tribológico del bio-lubricante *Jatropha curcas* adicionado con nanopartículas de óxido de aluminio Al_2O_3 " Sociedad Mexicana de Ingeniería Mecánica.
3. Y. Singh, A. K. Singh, A. Singla, A. K. Upadhyay, "Development and tribological characteristics of bio-based lubricant from *Jatropha curcas* oil" *Energy Sources* Vol. 39,16,2016 pp. 1725–1732
4. L. I. Farfan, E. A. Gallardo, M. Vite, J. R. Laguna, "Frictional Behavior of a Wet Clutch Using Blends of Automatic Transmission Fluid (ATF) and Biolubricant (*Jatropha* Oil) in a Pin-on-Disk Tester" *Tribology Transactions* Vol. 58,5 2015, pp. 941–946
5. P. L. Menezes, C. J. Reeves y M. R. Lovell, "Fundamentals of Lubrication", NewYork, Springer Science+Business Media, 2013, pp. 295-240.
6. W. Dai, B. Kheireddin, H. Gao y H. Liang, "Roles of nanoparticles in oil lubrication" *Tribology International*, Vol. 102, 2016 pp. 88-98
7. D. Jiao, S. Zheng, Y. Wang, R. Guan y B. Cao, "The tribology properties of alumina/silica composite nanoparticles as lubricant additives" *Applied Surface Science*, Vol. 257,2011 pp. 5720–5725
8. T. Luo, X. Wein, X. Huang, L. Huang y F. Yang, "Tribological properties of Al_2O_3 nanoparticles as lubricating oil additives" *CERAMICS INTERNATIONAL*, Vol. 40,4,2014 pp. 7143–7149
9. T. Luo, X. Wein, H. Zhao, G. Cai y X. Zheng, "Tribology properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ nanocomposites as lubricant additives" *CERAMICS International*, Vol. 40,2014 pp. 10103–10109
10. A. J. King, W. He, J. A. Cuevas, M. Freudenberger, D. Ramiamanana, I. A. Graham, "Potential of *Jatropha curcas* as a source of renewable oil and animal feed" *Journal of Experimental Botany*, Vol. 60,10, 2009 pp. 2897–2905
11. E. A. Gallardo, G. Lara, F. Nieto, A. Domínguez, A. Cruz, C. Hernández, E. Contreras, M. Vite, J. J. A. Flores "Thermal and tribological properties of *jatropha* oil as additive in commercial oil" *International Journal Thermophys*, Vol. 38,54, 2017 pp1-13



VII SIMPOSIO NACIONAL DE RECUBRIMIENTOS, INGENIERIA DE SUPERFICIES Y TRIBOLOGIA



TRIBOLOGICAL PROPERTIES EVALUATED WITH A PIN-ON-DISK TRIBOMETER OF BIOBASE OILS ADDED WITH 1% wt. NANOPARTICLES

N. Sánchez¹, L. Ortega², A.I. Martínez¹, M. Moreno¹

¹DEPI, TecNM/Instituto Tecnológico de Pachuca, Pachuca de Soto, Hgo., México, ²Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Xochimilco, CDMX, México



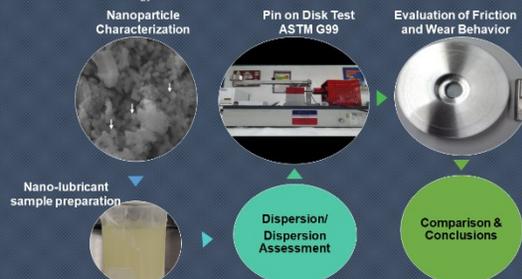
Introduction

In the development of lubricant additives, nanoparticles are a new class of lubricant additives [1]. Nano-lubricants consist of base oil, which can be mineral oils, fully formulated lubricants [2], bio-based oils; with particles suspended within. According to researchers bio-based oils exhibit high lubricity, high viscosity index, higher flash point [3]. Furthermore they are environment friendly. However vegetable oil-based have some limitations like lower oxidation stability [3]. In this study friction and wear behavior of Jatropha Curcas L. oil and sesame oil added with a concentration 1% wt. of Al₂O₃ nanoparticles are evaluated with a tribometer pin-on-disk.

Methodology

Figura 1

Flowchart of methodology



To investigate the friction and wear behavior of bio-based lubricant variants, Pin on Disk tribometer was used according to standard test methods of ASTM G99.

The specimens that were used for the experiment are 1018 Cold Rolled Steel. Before conducting each experiment, acetone was used to ensure that the surfaces are cleaned properly.

Study of friction and wear behavior was performed with Jatropha Curcas L. oil and sesame oil added with 1% wt. of Al₂O₃ nanoparticles.

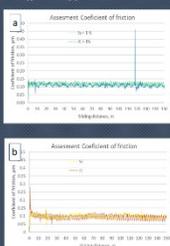
Test parameters: 0.25 m/s, 24.58 N, 0.5 ml, 10°C, sliding distance 150 m.

Results

Variation of coefficient of friction with sliding distance for blends is shown in Figure 2. The test results depicted that there is not large variation between the coefficient of friction (COF) for the blends. μ_{sesame} is 0.076 to 0.129, $\mu_{sesame+1\%}$ is 0.0822 to 0.1443; μ_{JC} is 0.049 to 0.1785 and $\mu_{JC+1\%}$ is 0.099 to 0.136.

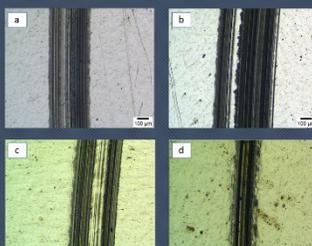
Figure 3 shows the wear track in the disk for the different blends. Wear is mainly abrasive. The maximum wear was evaluated by profilometry, graphics are shown in Figure 4. The major wear track width is for JC +1% w. of np of Al₂O₃ and deepest track was from sesame + 1% w. np of Al₂O₃. Sesame oil left a smaller width and depth track.

Figure 2
Coefficient of friction



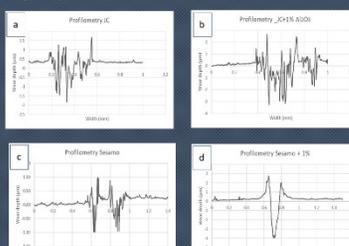
Note- a) Bio-based oil with 1% w. of nanoparticles, b) Bio-based oils

Figure 3
Worn surface images



Note- a) JC oil, b) JC oil + 1% np Al₂O₃, c) Sesame oil d) Sesame oil + 1% of np Al₂O₃

Figura 4
Profilometry



Note- a) JC oil, b) JC oil + 1% np Al₂O₃, c) Sesame oil d) Sesame oil + 1% of np Al₂O₃

Discussion

Abrasive wear and marks on the surface increased with the addition of nanoparticles, it can be attributed to nanoparticles acting as a third body, causing a polishing effect. And the properties of material influence the tribological pair. However COF has approximate values, showing stable behavior with addition of nanoparticles

Conclusions

Assessments of the friction and wear behavior were carried out. The results are as follows. Bio-based oil with and without nanoparticles shows similar COF. COF of blends with nanoparticles has major stability. Wear is greater with 1% w. of nanoparticles for this samples.

References

- [1] M. Gulzar, J Nanopart Res, Vol.18, 223, 2016pp.1-25
- [2] Y. Singh, Energy Sources Vol.39, 16, 2016pp.1725-1732
- [3] L.I. Farfan, Tribology Transactions, Vol.58, 2015, pp.941-946

Acknowledgement

Norma A. Sánchez-Calva thank for the economic support through the CONACYT scholarship. The authors thank TecNM for the economic support through the project 10786.21-P.



Scan this QR barcode with your smartphone application to contact me

Reconocimientos

The certificate is presented on a white background with a blue border. At the top left is the SOMIM logo (Sociedad Mexicana de Ingeniería Mecánica). At the top center is the text 'XXVII CONGRESO INTERNACIONAL ANUAL' with the subtitle 'Diseñando mejores sistemas para el uso sustentable de la energía'. At the top right is the 50th anniversary logo of the Instituto Tecnológico de Pachuca. The main text is centered and reads: 'LA SOCIEDAD MEXICANA DE INGENIERÍA MECÁNICA, A.C. OTORGA EL PRESENTE RECONOCIMIENTO Por su valiosa participación como **PONENTE** a: **Norma Angélica Sánchez Calva** Al presentar el artículo *A2_22 "Comportamiento tribológico del bio-lubricante Jatropha curcas adicionado con nanopartículas de óxido de aluminio Al2O3"* durante el XXVII Congreso Internacional Anual de la SOMIM celebrado del 22 al 24 de septiembre de 2021 en el Instituto Tecnológico de Pachuca.' Below the text is a signature of Dr. Simón Martínez Martínez, followed by his name and title 'Presidente de la SOMIM'. At the bottom left is the logo of Tecnológico Nacional de México (TECNM). At the bottom right is the logo of Hidalgo, with the slogan 'crece contigo'. The background features a wind turbine on the left and a classical building on the right.

SOMIM Sociedad Mexicana de Ingeniería Mecánica

XXVII CONGRESO INTERNACIONAL ANUAL
"Diseñando mejores sistemas para el uso sustentable de la energía"

50
ANIVERSARIO
INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE PACHUCA

LA SOCIEDAD MEXICANA DE INGENIERÍA MECÁNICA, A.C.

OTORGA EL PRESENTE RECONOCIMIENTO

Por su valiosa participación como **PONENTE** a:

Norma Angélica Sánchez Calva

Al presentar el artículo
*A2_22 "Comportamiento tribológico del bio-lubricante Jatropha curcas
adicionado con nanopartículas de óxido de aluminio Al₂O₃"*

durante el XXVII Congreso Internacional Anual de la SOMIM celebrado del
22 al 24 de septiembre de 2021 en el Instituto Tecnológico de Pachuca.



Dr. Simón Martínez Martínez
Presidente de la SOMIM

TECNM
TECNOLÓGICO NACIONAL DE
MEXICO

HIDALGO
crece contigo



XVIII encuentro
Participación de la
Mujer
en la **Ciencia**

27-30 Septiembre 2021 León, Guanajuato



CENTRO DE INVESTIGACIONES
EN ÓPTICA, A.C.

Otorga el presente
Reconocimiento
por su valiosa participación a:

**Norma Angélica Sanchez Calva, Marisa Moreno Ríos, Erika Osiris Ávila Dávila y
Armando Irvin Martínez Pérez**

Por el trabajo:

**ESTUDIO TRIBOLOGICO COMPARATIVO ENTRE UN ACEITE MINERAL Y ACEITE
BIO-BASE ADICIONADO CON NANOPARTICULAS DE Al₂O₃**

María Eugenia Sánchez
Representante del Comité Organizador

Rafael Espinosa Luna
Director General del CIO



Alejandra Jáidar
Fisica asistenta



**La Red Temática de Ingeniería de Superficies y Tribología
otorga el siguiente**

RECONOCIMIENTO

A:

N. Sánchez, L. Ortega, A.I. Martínez, M. Moreno

Por la presentación del trabajo:

“Comportamiento tribológico de aceites biobase adicionados con nanopartículas al 1%, utilizando una máquina perno sobre disco”

Dentro del

**VII Simposio Nacional de Recubrimientos, Ingeniería de
Superficies y Tribología**

Celebrado de manera virtual del 8 al 12 de noviembre de 2021

Dr. Joaquín Esteban Oseguera Peña
Presidente de la REDISYT