



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO**

Facultad de Ingeniería  
Ingeniería en Nanotecnología



**SÍNTESIS Y ADICIÓN DE NANOPARTÍCULAS METÁLICAS A  
LUBRICANTES DE AUTOMÓVILES PARA MODIFICAR LAS  
PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS Y FISCOQUÍMICAS**

**TESIS**

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de  
**INGENIERO EN NANOTECNOLOGÍA**

Presenta  
**MIGUEL SERRANO ROMERO**

Dirigido por  
**Dr. CARLOS GUZMÁN MARTÍNEZ**

**SINODALES**

Dr. Carlos Guzmán Martínez  
Presidente

Dra. Yessica Selene Ramírez Fuentes  
Secretario

Dra. Karen Esquivel Escalante  
Vocal

Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña  
Sinodal

Centro Universitario,  
Querétaro, Qro.  
Marzo, 2019  
**México**

## RESUMEN

Los motores de combustión interna empleados en la industria automotriz se fundamentan en sistemas de ignición que incrementan la temperatura, afectando las propiedades fisicoquímicas de los lubricantes utilizados que a su vez aumenta el desgaste del material debido a la fricción mecánica de los componentes del motor. La tribología estudia fenómenos de fricción, desgaste y lubricación de dos superficies en contacto y en movimiento relativo. Las propiedades de los materiales sintetizados a escalas nanométricas actúan de distinta manera que los materiales en bulto, se han reportado cuatro mecanismos de nanolubricación: nanoesferas rotatorias, la formación de tribopelículas como resultado de reacciones triboquímicas, efecto reparador debido al tamaño mínimo, y pulido.

El método de síntesis de nanopartículas de Níquel, Zinc, Molibdeno, Aluminio y Cobre, parte de la obtención por medio de reducción química: Solvente, Precursor metálico, Hidrólisis y Agente reductor. Las nanopartículas de Cobre y Zinc en polvo se observaron a través del Microscopio Electrónico de Transmisión JEOL-JEM 2000FX. Se determinó el tamaño de partícula a través del software "ImageJ". Las nanopartículas metálicas en suspensión de los metales Níquel, Molibdeno y Zinc se caracterizaron mediante Espectrofotometría UV-VIS. Se adicionaron las nanopartículas sintetizadas en 3, 5 y 10%p/p a los lubricantes y caracterización de sus propiedades fisicoquímicas (densidad relativa y viscosidad) y tribológicas mediante la técnica Timken OK midiendo la fuerza necesaria para detener el sistema.

Se obtuvieron nanopartículas predominantemente esféricas, entre gránulos amorfos de mayor tamaño. Las nanopartículas de Zinc obtenidas tendieron a agruparse; presentaron formas esféricas más uniformes que las nanopartículas de Cobre, cuyo tamaño promedio de partícula de Zinc fue de 18.733 nm y de 37.730 nm para las partículas de cobre. Los datos obtenidos de las pruebas fisicoquímicas y de la prueba tribológica mostraron valores óptimos y relevantes para reforzar las ventajas del uso de nanopartículas metálicas como aditivos de los lubricantes de automóviles.

Se puede observar que la fuerza máxima aplicada de cada uno de los aceites modificados en la prueba Timken OK, es mayor que los valores registrados por los aceites puros. La muestra con mejores resultados obtenidos fue la de aceite modificado con nanopartículas de Níquel en suspensión al 10%, con un valor de fuerza aplicada de 83.75 N, siendo una mejora del 43% con respecto al aceite puro.

Las modificaciones obtenidas como resultado de la adición de nanopartículas metálicas a los lubricantes de automóviles fueron en todo caso favorables. Las propiedades fisicoquímicas varían con el metal utilizado, teniendo ganancia con ciertas muestras.

**(Palabras clave:** nanopartículas, tribología, lubricantes, metales)

## ABSTRACT

The internal combustion engines used in the automotive industry are based on ignition systems that increase the temperature, affecting the physicochemical properties of the lubricants used, which in turn increases the wear of the material due to the mechanical friction of the engine components.

Tribology studies phenomena of friction, wear and lubrication of two surfaces in contact and in relative motion. The properties of materials synthesized at nanometric scales act differently than materials in bulk, mainly four nanolubrication mechanisms have been reported: rotating nanospheres, the formation of tribofilms as a result of tribochemical reactions, reparative effect due to the minimum size, and polishing.

The synthesis of the metallic nanoparticles was carried out with validated methods. The nanoparticle synthesis method of Nickel, Zinc, Molybdenum, Aluminum and Copper, part of the obtaining by means of chemical reduction: Solvent, Metallic Precursor, Hydrolysis and Reducing Agent. Copper and Zinc powder nanoparticles were observed through the Transmission Electron Microscope JEOL-JEM 2000FX. The particle size was determined through the software "ImageJ". The metallic nanoparticles in suspension of the metals Nickel, Molybdenum and Zinc were characterized by UV-VIS Spectrophotometry. The nanoparticles synthesized in 3, 5 and 10wt% were added to the lubricants and their physicochemical (relative density and viscosity) and tribological properties were characterized using the Timken OK technique, measuring the necessary force to stop the system.

Predominantly spherical nanoparticles were obtained between larger amorphous granules. Zinc nanoparticles obtained tended to agglomerate and presented more uniform spherical shapes than copper nanoparticles, whose average Zinc particle size was 18,733 nm and 37,730 nm for copper particles. The data obtained from the physicochemical tests and the tribological test showed optimal and relevant values to reinforce the advantages of metallic nanoparticles as additives of automotive lubricants.

It can be seen that the maximum applied force of each of modified oils in the Timken OK test is greater than the values registered by pure oils. The sample with the best results obtained was modified oil with nickel nanoparticles in suspension at 10%, with an applied force value of 83.75 N, being an improvement of 43% compared to pure oil.

The modifications obtained as a result of the addition of metallic nanoparticles to automotive lubricants were in any case favorable. The physicochemical properties vary with the metal used, having gain with certain samples.

**(Keywords:** nanoparticles, tribology, lubricants, metals)

**A mi hermano  
Mi madre y mi padre**

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la Universidad Autónoma de Querétaro por su excelencia académica y por brindarme un espacio de desarrollo en una disciplina de gran potencial en la ciencia y en los desarrollos tecnológicos de vanguardia como lo es la Ingeniería en Nanotecnología

A mis profesores y en especial a la Doctora Karen Esquivel Escalante, que durante la carrera me brindaron un espacio de aprendizaje de muy alta calidad profesional y humana para la comprensión de la complejidad de la disciplina.

A mis compañeros de generación y laboratorio y a mis amigos, con los cuales viví momentos gratos, extraordinarios, penosos, muchas desveladas, sonrisas, y apoyo incondicional, que me acompañaron durante toda la carrera.

A la Empresa Artlux S.A. de C.V., empresa orgullosamente queretana, que no sólo pusieron la pregunta de investigación sino que además nos permitieron llevar a cabo pruebas en sus laboratorios y uso de algunos de sus materiales y equipos, abriéndose al potencial de la Ingeniería en Nanotecnología para la mejora de sus productos.

A mi Director de tesis, el Doctor Carlos Guzmán Martínez, por su tiempo, su guía, sus consejos y por haberme vinculado con personas clave para la realización de este trabajo, muchas gracias.

A la Doctora Karen Esquivel Escalante nuevamente, quién me asesoró, me facilitó materiales y métodos en su laboratorio, me permitió aprender en cada momento no sólo los análisis requeridos sino el ser y convivir en un espacio formal de aprendizaje y acompañamiento humano, con ella como profesora investigadora y con sus alumnos de distintos niveles académicos.

A mis sinodales por su tiempo, sus correcciones, sugerencias y su gran conocimiento en sus áreas de expertis con lo cual me posibilitaron llegar a este momento e conclusión de un ciclo de vida invitandome a continuar en mis estudios a nivel posgrado, a ustedes, muchas gracias.

# INDICE

	<b>Página</b>
Resumen	i
Abstract	ii
Dedicatoria	iii
Agradecimientos	iv
Índice	v
Índice de tablas	vii
Índice de figuras	viii
I. INTRODUCCIÓN	1
II. REVISIÓN DE LITERATURA	2
2.1 Tribología y lubricantes	
2.2 Lubricantes en Motores de Combustión Automotriz	5
2.3 Propiedades Fisicoquímicas de los Lubricantes Automotrices	12
2.3.1 Propiedades Físicas de los Lubricantes	
2.3.2 Propiedades Químicas de los Lubricantes	13
2.4 Aditivos de Lubricantes Automotrices	
2.5 Nanopartículas Metálicas de Uso Comercial	16
2.6. Justificación	17

III.	HIPÓTESIS Y OBJETIVOS	19
	3.1 Hipótesis	
	3.2 Objetivo General	
	3.3 Objetivos Específicos	
IV.	METODOLOGÍA	20
	4.1 Caracterización nanopartículas metálicas	21
	4.2 Adición de nanopartículas metálicas a aceites	22
	4.3 Pruebas de aceites modificados con nanopartículas	23
V.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	25
VI.	CONCLUSIONES	38
VII.	PERSPECTIVAS A FUTURO	39
VIII.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	40
	ANEXOS	46
	ANEXO 1 Comité de Ética	
	ANEXO 2 Norma ASTM-D-2782, Timken OK	48

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla</b>		<b>Página</b>
1	Características de los tipos de lubricación.	7
2	Grado de viscosidad de los aceites automotrices.	11
3	Aplicaciones de nanopartículas metálicas en el uso comercial.	16
4	Pruebas realizadas a los aceites con y sin modificaciones.	31
5	Valores medidos del desgaste en el cilindro, elipse.	34
6	Resultados obtenidos mediante la técnica Timken OK con muestras de Platino en concentración 0.05, 0.10 y 0.50%p/p.	36
7	Pruebas realizadas a los aceites con y sin modificaciones.	36



## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura</b>		<b>Página</b>
1	Funcionamiento mecánico de un motor de combustión.	2
2	Sistema tribológico sencillo.	5
3	Diagrama de barras que muestra el coeficiente de fricción para varias condiciones de lubricación.	6
4	Curva de Stribeck; región Hidrodinámica I., región Elastohidrodinámica II., y región de frontera o límite III.	8
5	Resistencia interna de un fluido a partir de la Ley de viscosidad de Newton.	10
6	Estructura esquemática de la tribopelícula de ZDDP según los enfoques de múltiples técnicas.	14
7	Diagrama de flujo del método propuesto para la síntesis de nanopartículas metálicas.	18
8	Funcionamiento mecánico de un motor de combustión.	21
9	Nanopartículas de Cobre en polvo obtenidas por el método propuesto, en lugar de centrifugar a 3200 rpm, se llevó a secado en horno de convección a 60°C por 24 h.	25
10	Nanopartículas de Zinc en polvo obtenidas por el método propuesto, de igual manera en lugar de	26

centrifugar a 3200 rpm, fue secado en horno de convección a 60°C por 24 h.

- |    |   |    |
|----|---|----|
| 11 | Nanopartículas metálicas observadas a través de la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). (a) Nanopartículas de Zinc. (b) Nanopartículas de Cobre.  | 27 |
| 12 | Nanopartículas metálicas observadas a través de la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) para observación de la morfología de las nanopartículas obtenidas. (a) Nanopartículas de Cobre. (b) Nanopartículas de Zinc.  | 28 |
| 13 | Espectros obtenidos de las nanopartículas de Mo, Ni y Zn observadas a través de la técnica de Espectrofotometría UV-Vis.  | 29 |
| 14 | Área de desgaste de material de las probetas utilizadas para detener el anillo rotatorio en la técnica Timken. (a) Molibdeno 5%p/p, (b) Platino 0.10%p/p.   | 30 |
| 15 | Previo a la medición de propiedades tribológicas de nanopartículas de Platino se llevó a cabo la síntesis de nanopartículas de Pt a partir de sales de dinitrosulfatoplatinato (DNS Pt) como se muestra en el inciso (a), se presentan las concentraciones sintetizadas en porcentaje peso; 0.05%p/p (b), 0.10%p/p (c), y 0.50%p/p (d). | 35 |
| 16 | Gráfico de los resultados obtenidos mediante la prueba Timken OK. Fuerza Máxima Aplicada contra la Concentración de cada uno de los metales utilizados y el aceite puro.  | 37 |

## I. INTRODUCCIÓN

Los motores de combustión interna o endotérmicos empleados en la industria automotriz por los procesos de conversión de energía química a mecánica se fundamentan en sistemas de ignición que incrementan la temperatura, afectando las propiedades fisicoquímicas de los lubricantes utilizados, tales como densidad, viscosidad, etc. que a su vez aumenta el desgaste del material debido a la fricción mecánica de los componentes del motor. Las mejoras que se buscan en los lubricantes para estos sistemas permiten interfaces estables entre los materiales capaces de reducir la fricción entre estos, por ende, alargando el tiempo de vida útil del motor (Meena, Vijay, 2016).

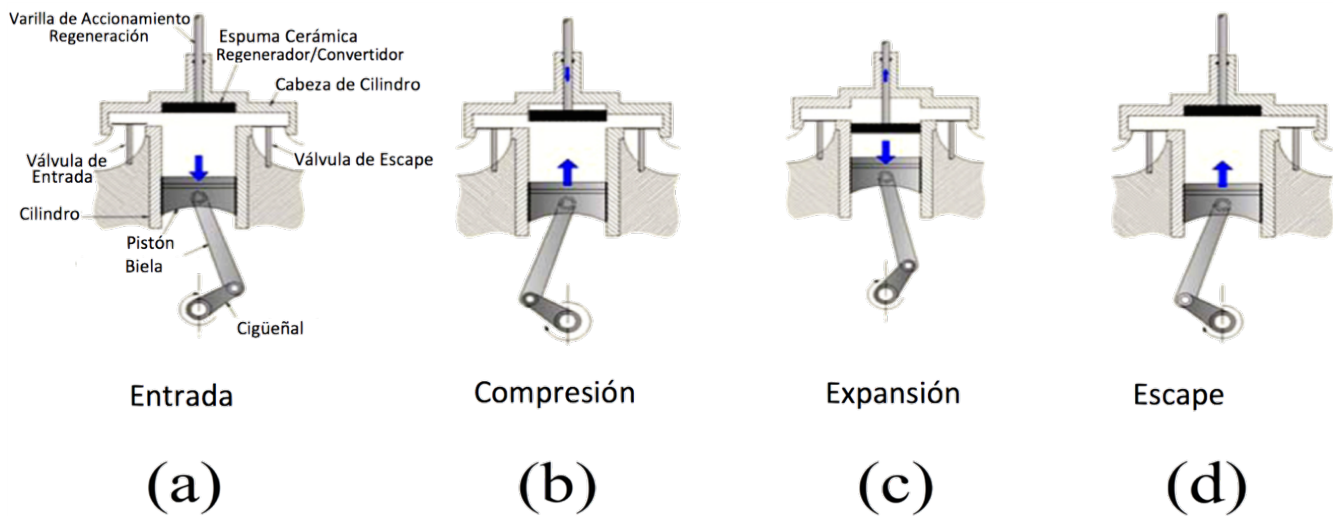
La tribología nos permite estudiar a fondo conceptos como los son la fricción, el desgaste y la lubricación de dos superficies en contacto, tomando en cuenta la enorme cantidad de maquinaria metálica que se encuentra en constante movimiento dentro de los vehículos automotrices, es indispensable enfocarnos en la modificación y mejora de aquellos aditivos utilizados dentro de los procesos de combustión interna según el uso que se le quiera dar, ya sea suavizando el continuo rozamiento o permitiendo la fricción entre tales piezas con menor porcentaje de desgaste de los materiales en contacto (Díaz del Castillo Rodríguez, 2007).

La industria automotriz, por lo tanto, está en continua búsqueda de nuevos sistemas que reduzcan el desgaste de los materiales en los motores de combustión interna de uso automotriz, con lo cual se disminuyen riesgos de fallos mecánicos atribuibles a las compañías automotrices y brindando un mejor producto al consumidor. Las propiedades de los materiales sintetizados a escalas nanométricas actúan de distinta manera que los materiales en bulto, las fuerzas que rigen nuestro mundo no necesariamente ejercen mismas interacciones con las partículas a estas escalas, el comportamiento con el medio en el que se encuentren varía de forma tal que modifican el comportamiento de su medio, obteniendo características totalmente nuevas y mejoras con alto porcentaje de ganancia (Dai et al., 2016; Zhang et al., 2011).

## II. REVISIÓN DE LITERATURA

### 2.1 Tribología de Motores de Combustión Automotriz

La combustión automotriz es fundamental en el funcionamiento mecánico de las máquinas asociadas al automóvil, en donde se busca transformar la energía calorífica en energía mecánica directamente utilizable. Esta combustión se lleva a cabo en un motor conocido como motor de combustión interna o endotérmico, en el cual a partir de energía química (mezcla de combustibles con el comburente) se obtiene energía mecánica.



**Figura 1.** Funcionamiento mecánico de un motor de combustión. (Zhou *et al.*, 2013)

La Figura 1 muestra el mecanismo de arranque de los vehículos impulsados por motores de combustión interna, “el arranque de los motores de combustión Figura 1(a) es llevado a cabo dentro de la cámara interna del motor, en donde al comprimir el combustible utilizado se obtiene un fluido con muy altas presiones, el llamado fluido activo Figura 1(b).

Este fluido se someterá a un proceso de ignición mediante la acción de una bujía, la cual se encargará de generar una chispa sobre el fluido activo, al momento de ser incendiado causa una explosión dentro de la cámara de combustión interna Figura 1(c), el pistón recibe tal excitación desplazándose verticalmente y éste, a su vez, transmite el movimiento a la biela, conectada al eje cigüeñal, lo que resulta en el movimiento de la manivela rotativa” (Cleto Ortiz y Gómez Orea, 2008). Finalmente se liberan los gases remanentes de la combustión Figura 1(d) iniciando un nuevo ciclo de combustión.

La pérdida de energía, causada por la fricción entre componentes metálicos en contacto dentro de los automóviles, representa significativamente la reducción de la potencia útil disponible para el funcionamiento de los vehículos. Casi el 15% de la pérdida total de energía proviene de la fricción generada entre las partes deslizantes de toda la maquinaria de los vehículos. El uso lubricantes es necesario para reducir tales pérdidas por fricción. Este tipo de pérdidas se genera principalmente en los anillos de los pistones, los cojinetes y las piezas de transmisión que sufren una lubricación con escasos niveles de lubricante durante el funcionamiento de los vehículos. (Meena, Vijay, 2016).

Dentro del funcionamiento mecánico se llevan a cabo una serie de aspectos que permiten el movimiento mecánico, la lubricación del movimiento mecánico y el desgaste de los materiales en fricción. A este conjunto de aspectos se le denomina Tribología, que acorde a Bhushan (1999) se define como la “ciencia y tecnología de dos superficies que interactúan en movimiento relativo”.

Díaz del Castillo Rodríguez (2007) adicionalmente especifica que la tribología se compone de:

a) Fricción, que se define como fuerza de rozamiento o fuerza de fricción entre dos superficies en contacto a la fuerza que se opone al movimiento de una superficie sobre la otra o a la fuerza que se opone al inicio del movimiento.

b) Desgaste, que es la pérdida de material de la interfase de dos cuerpos, cuando se le ajusta a un movimiento relativo bajo la acción de una fuerza; que en los sistemas de ingeniería se refieren al movimiento relativo entre componentes fabricados a partir de metales y no metales, identificándose como desgaste, aquellos que se dan por: adherencia, abrasión, ludimiento, fatiga, erosión y desgaste corrosivo.

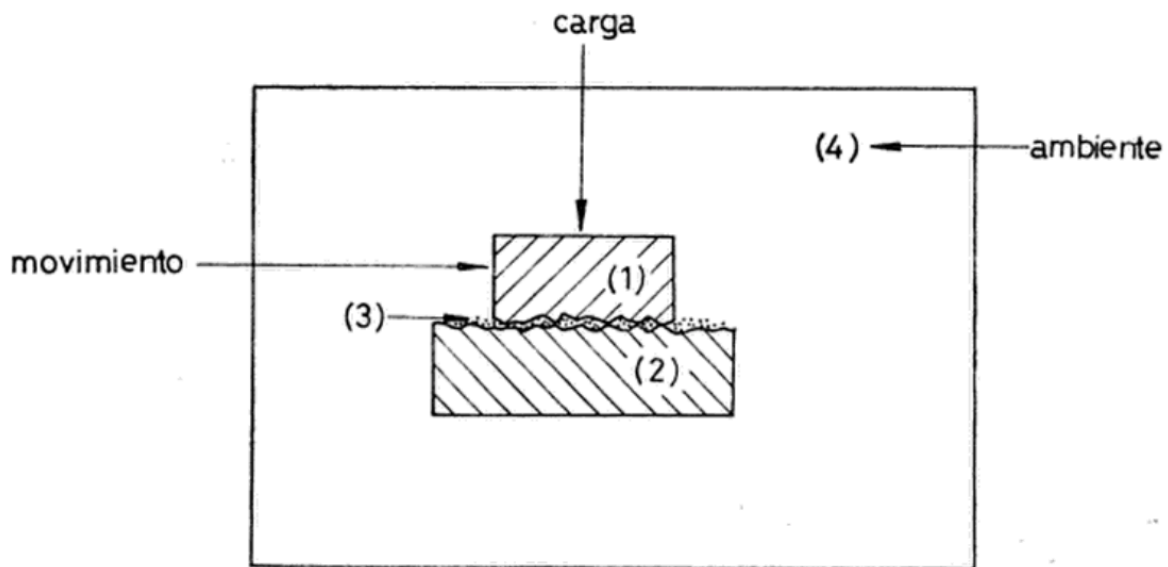
c) Lubricación, la cual es la disminución del rozamiento entre dos superficies con deslizamiento relativo entre sí de tal manera que no se produzca daño en ellas, a través de la presencia de una película lubricante de espesor suficiente entre las dos superficies en contacto para evitar el desgaste. En este sentido se necesita el estudio de los tipos de lubricación, tipos de lubricantes, viscosidad y grados de aceite.

Estudios recientes de la comunidad científica han informado que los lubricantes dispersados en nanopartículas tienen un efecto significativo en la reducción de la fricción y la tasa de desgaste. También se observa que la fricción y el desgaste también dependen de la forma, el tamaño y la concentración de las nanopartículas agregadas al aceite lubricante (Meena, Vijay, 2016; Alves *et al.*, 2016).

## 2.2 Lubricantes en Motores de Combustión Automotriz

Dentro de la industria automotriz, la lubricación de cada una de las piezas que se encuentran en contacto y conforman los motores de combustión interna, permite que las superficies estén separadas por una película de lubricante (cuyo grosor dependerá del tipo de lubricación del material en fricción) que proporciona estabilidad al movimiento; esta lubricación “exige un caudal de aceite” en donde la presión se genera por movimiento relativo.

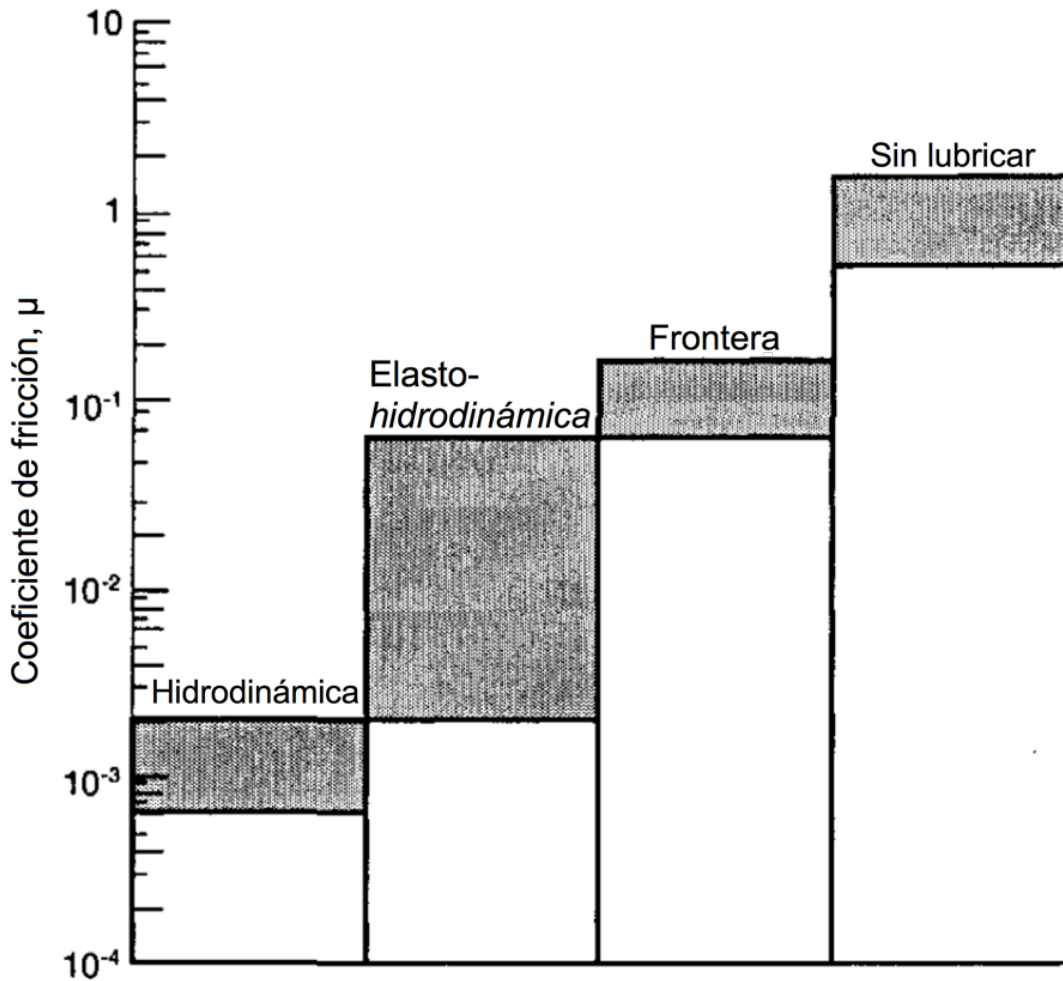
En la Fig. 2, se muestra un sistema tribológico sencillo de dos superficies en contacto y en movimiento relativo entre ellas, entre las superficies se cuenta con un lubricante que soporta la carga ejercida sobre una de las dos superficies y el movimiento perpendicular entre ambas superficies.



**Figura 2.** Sistema tribológico sencillo (Arizmendi, Palacios, Rincón, & Rodríguez, 1985)

Un sistema tribológico sencillo consta de 1) tipo de movimiento relativo ya sea rotacional o sobre un solo eje, 2) superficies que interaccionan entre sí, 3) mecanismo dominante del desgaste el cual será el lubricante utilizado y, 4) el medio en el que se encuentra el sistema.

Como se muestra en la Figura 3, se consideran cuatro tipos de lubricación: la lubricación hidrodinámica, elasto-hidrodinámica, de frontera, e hidrostático en el cual ha formado una película del lubricante, por lo tanto, se encuentra sin lubricar.



**Figura 3.** Diagrama de barras que muestra el coeficiente de fricción para varias condiciones de lubricación (Hamrock, Schmid, & Jacobson, 2004)

Las diferencias de estos tipos de lubricación se dan a partir de las características de separación de las superficies en fricción. En la primera existe una película gruesa y densa; en la segunda se refiere a la solidificación a altas presiones; la tercera de una película fina entre las superficies de fricción y la cuarta se refiere específicamente a la conformación de una película de lubricante. (Díaz del Castillo Rodríguez, 2007).



Los aditivos con nanopartículas suspendidas en el aceite base, son de gran interés para abordar los problemas de lubricación de frontera. En las últimas décadas, científicos cuyas investigaciones se focalizan en el área de la tribología han utilizado nanopartículas como aditivos lubricantes con el fin de reducir la fricción y el desgaste entre superficies en contacto. Estos estudios han reportado una reducción significativa en el coeficiente de fricción y el desgaste en el régimen de lubricación de frontera. (Binu *et al.*, 2014; Meena, Vijay, 2016).

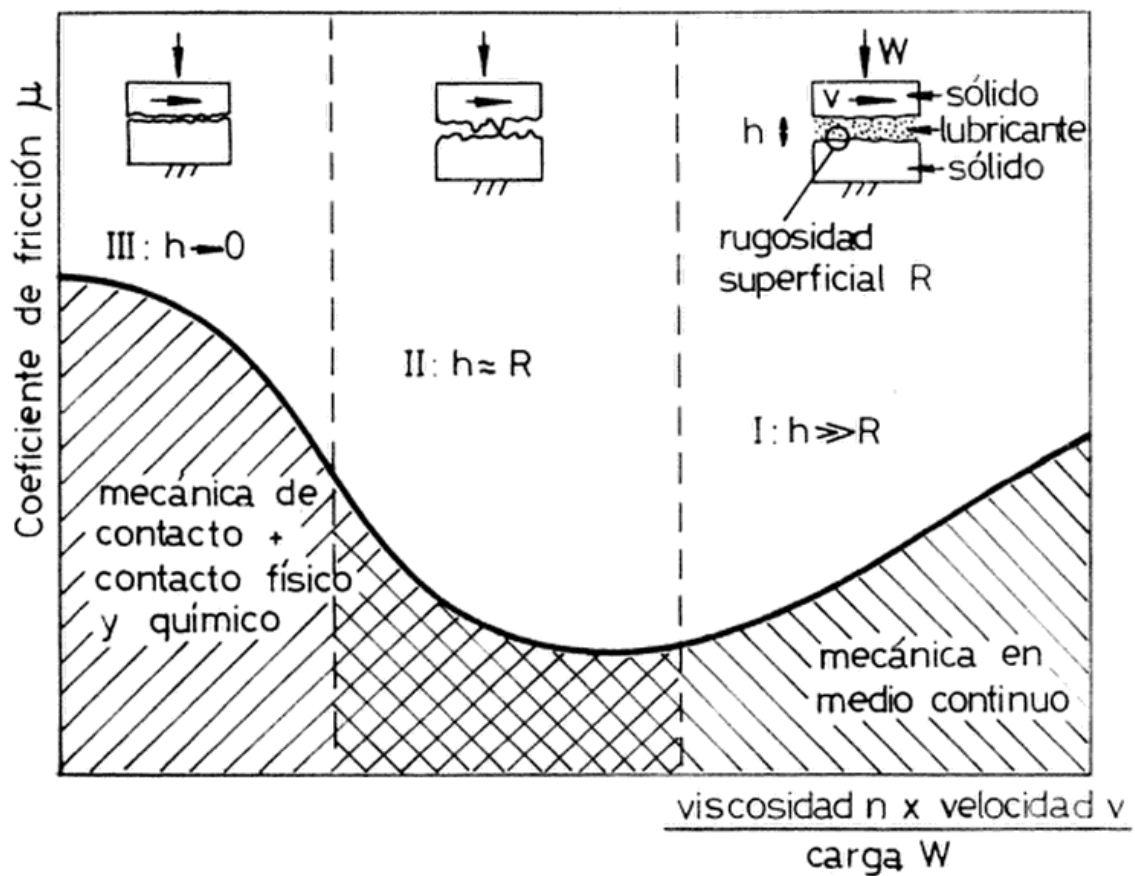
En la Tabla 1 se muestran las características de algunas lubricaciones antes citadas:

**Tabla 1.** Características de los tipos de lubricación.

<b>Tipo de lubricación</b>	<b>Característica</b>
<i>Lubricación Hidrodinámica</i>	Una capa de aceite líquido encapsula o cubre el material lubricado y lo mantiene separado de los demás materiales. Cuando el aceite de la viscosidad correcta es utilizado en un motor construido a velocidades operacionales, se tiene la fase de lubricación hidrodinámica. Si el aceite es muy delgado, puede ser desplazado y permitir contacto entre los materiales, propiciando su fricción y desgaste. Si es muy viscoso tarda más en permitir la fricción y con ello crear presión (la capa de aceite de lubricación) entre las piezas y crea desgaste adicional. Baja presión de aceite indica una capa débil; presión excesiva indica mucha restricción para un flujo adecuado a todas las piezas que requieren lubricación.
<i>Lubricación Elasto-hidrodinámica</i>	Durante momentos cortos en la operación del motor, ciertas piezas crean tanta presión que el aceite lubricante momentáneamente se convierte en un sólido. Durante estos instantes el lubricante se solidifica haciendo que la superficie termine siendo deformada.
<i>Lubricación Límite</i>	Cuando el lubricante es totalmente desplazado, arrastrado por los anillos de control de aceite o la acción deslizante del tren de válvulas, la lubricación es suministrada por los aditivos anti-desgaste. Estos compuestos polares son adheridos a las superficies metálicas, aunque pueden ser arrastrados por uso continuo en este modo (cuando falta aceite líquido) o combustible en el aceite.

Fuente: Widman (2013); Díaz del Castillo Rodríguez (2007).

Para comprender los regímenes de lubricación se estableció en 1902 un esquema (Stribeck, 1902) que contempla las principales variables que interactúan en un proceso de fricción: carga ejercida sobre una de las dos superficies en contacto, viscosidad del lubricante utilizado y velocidad del sistema mecánico, estas tres variables en función al coeficiente de fricción es lo que se encuentra descrito en la curva de Stribeck, como se muestra en la Figura 4.



**Figura 4.** Curva de Stribeck; región Hidrodinámica I., región Elastohidrodinámica II., y región de frontera o límite III. (Arizmendi, Palacios, Rincón, & Rodríguez, 1985)

El tipo de lubricantes de mayor uso en máquinas de combustión son los lubricantes líquidos. (Hernández Battez et al., 2008).

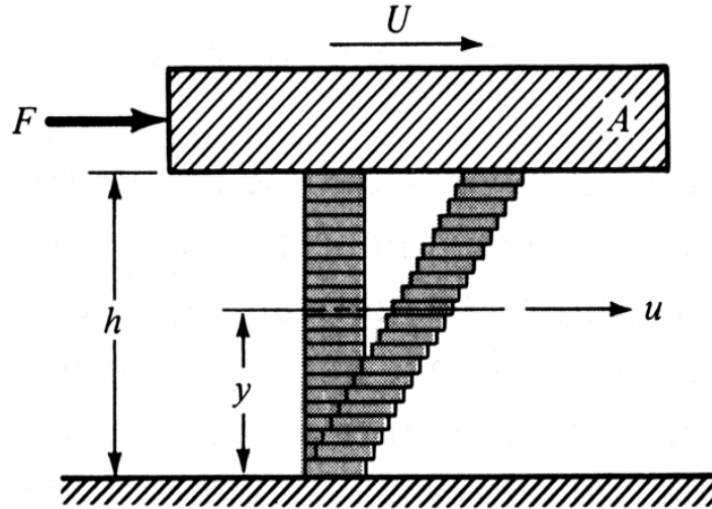
Estos lubricantes líquidos son derivados del petróleo y su uso se debe a su adaptabilidad a la mayoría de los equipos existentes o por su disponibilidad a un costo moderado. Los lubricantes líquidos se clasifican en fluidos sintéticos y fluidos resistentes al fuego. (Díaz del Castillo Rodríguez, 2007; Yu et al., 2008; Lee et al., 2009).

Los fluidos sintéticos son aquellos fluidos que en su mayoría son operacionales a temperaturas máximas de 79.44°C, y en algunos casos operan a 93.33°C. Tanto su viscosidad como la temperatura a la que operan se mantienen constantes pese a ser reutilizados en varias ocasiones, manteniéndose sus propiedades sin importar el uso de estos fluidos; y los fluidos resistentes al fuego son aquellos utilizados para reemplazar los fluidos a base de petróleo en ciertas aplicaciones donde hay un alto potencial de ignición, debido a su alta resistencia al fuego. Comúnmente se utilizan glicoles de agua, emulsiones de agua en aceite y algunos fluidos sintéticos. Estos fluidos son capaces de incendiarse bajo condiciones extremas, sin embargo, reducen el riesgo potencial de ignición asociado con los fluidos a base de aceite (Zulkifli, Kalam, Masjuki, & Yunus, 2013).

Una de las características fundamentales de los lubricantes es la viscosidad, la cual es la expresión de la resistencia interna del fluido al desplazamiento (ley de viscosidad de Newton) como lo reporta Díaz del Castillo Rodríguez, (2007), ecuaciones (1-6):

$$\tau = \mu \frac{du}{dy} \quad (1)$$

En donde  $\mu$  es la viscosidad absoluta, y la viscosidad  $\tau$  se explica a partir de la siguiente Figura 5, con flujo laminar y cuyo fluido en contacto con las placas tiene la velocidad de éstas.



**Figura 5.** Resistencia interna de un fluido a partir de la Ley de viscosidad de Newton. (Díaz del Castillo Rodríguez, 2007).

$$\frac{du}{dy} = \frac{U}{h} = \text{constante} \quad (2)$$

$$\tau = \frac{F_c}{A} \quad (3)$$

Sustituyendo la ecuación (2) en la ecuación (1)

$$\tau_c = \mu \frac{U}{h} \quad (4)$$

Igualando las ecuaciones (3) y (4), se obtiene:

$$\frac{F_c}{A} = \mu \frac{U}{h} \quad (5)$$

Se obtiene la fuerza ejercida por el fluido:

$$F_c = \mu \cdot A \cdot \frac{U}{h} \quad (6)$$

donde  $U$  es la velocidad máxima del fluido,  $U/h$  es la rapidez de deformación angular del fluido,  $\tau_c$  es el esfuerzo de cizalla,  $A$  el área ocupada por el fluido.

Es importante distinguir los grados de aceites que se utilizan en los aceites automotrices, los cuales se dividen en aceites monogrado y multigrado. El grado de aceite variará con respecto a la viscosidad del material, lo cual, a mayor viscosidad le conferirá mayor resistencia a altas temperaturas. Al momento de clasificar los grados de los aceites se denotan con una “W” aquellos aceites multigrados que son capaces de soportar condiciones a temperaturas menores de 0°C. En la Tabla 2 se muestra el grado de los aceites automotrices según la Sociedad de Ingenieros Automotrices (de sus siglas en inglés SAE):

**Tabla 2.** Grado de viscosidad de los aceites automotrices.

<b>Grados de Viscosidad</b>	<b>Arranque en frío</b>	<b>Descripción</b>
5W – 30	-25°C	Proveen excelente economía de combustible y un mayor rendimiento a bajas temperatura en la mayoría de los automóviles. Se recomiendan para motores que no están equipados con sobrealimentador. Son recomendados especialmente para automóviles nuevos.
10W - 30	-18°C	La viscosidad recomendada más frecuentemente para la mayoría de los motores automotrices, entre ellos, los multiválvulas de alto rendimiento y los sobrecargados
10W - 40	-18°C	El primer aceite multigrado que salió al mercado. Una buena selección para controlar el desgaste del motor y prevenir la descomposición del aceite debido a la oxidación. Nota: siempre consulte el manual del propietario del vehículo o requisitos de garantía antes de usar este grado.
20W - 50	-9°C	Proporciona máxima protección y alto rendimiento en motores de altas revoluciones. Una excelente elección para altas temperaturas y cargas pesadas.
SAE 30 SAE 40	-9°C 0°C	Para automóviles y camiones ligeros según las recomendaciones de los fabricantes de motores. Su uso no es recomendado cuando se requiere arranque en frío.

Fuente: Díaz del Castillo Rodríguez (2007).

## **2.3 Propiedades Fisicoquímicas de los Lubricantes Automotrices**

Las propiedades fisicoquímicas de los lubricantes se verán afectadas por los elementos presentes en los aditivos, estos elementos se les determinan a los aditivos para conocer la composición media del lubricante en términos de hidrógeno, carbono, nitrógeno, oxígeno y azufre al igual que de elementos metálicos o no metálicos (Denis *et al.*, 2000).

### **2.3.1 Propiedades Físicas de los Lubricantes**

Las propiedades de un aceite a base de petróleo a altas temperaturas son gobernadas por su intervalo del punto de ebullición y destilación. La volatilidad es importante porque indica la tendencia de la pérdida de aceite en función a la vaporización del material. Por lo tanto, hay que contemplar el punto de humo, definido como el punto de calentamiento de la sustancia donde se perciben los primeros indicios de la formación de humo.

El punto de inflamabilidad de un aceite es relevante en términos de seguridad debido a que es la temperatura más baja a la que el vapor formado por el material produce automáticamente la ignición por encima de la muestra de aceite calentada.

Otras propiedades físicas a estudiar son la densidad del material, la cual es la relación entre la masa y el volumen de la sustancia; la demulsificación, que es la habilidad del aceite y el agua a separarse; las características de presión/viscosidad, el cual mide el cambio de la viscosidad al aplicar presión; la conductividad térmica del material, primordial en el estudio de la transferencia del calor a través del fluido y su acción directa a la viscosidad, ya que a mayor temperatura, menor viscosidad en ciertos fluidos, como los lubricantes líquidos. (Mortier, 2010).

### **2.3.2 Propiedades Químicas de los Lubricantes**

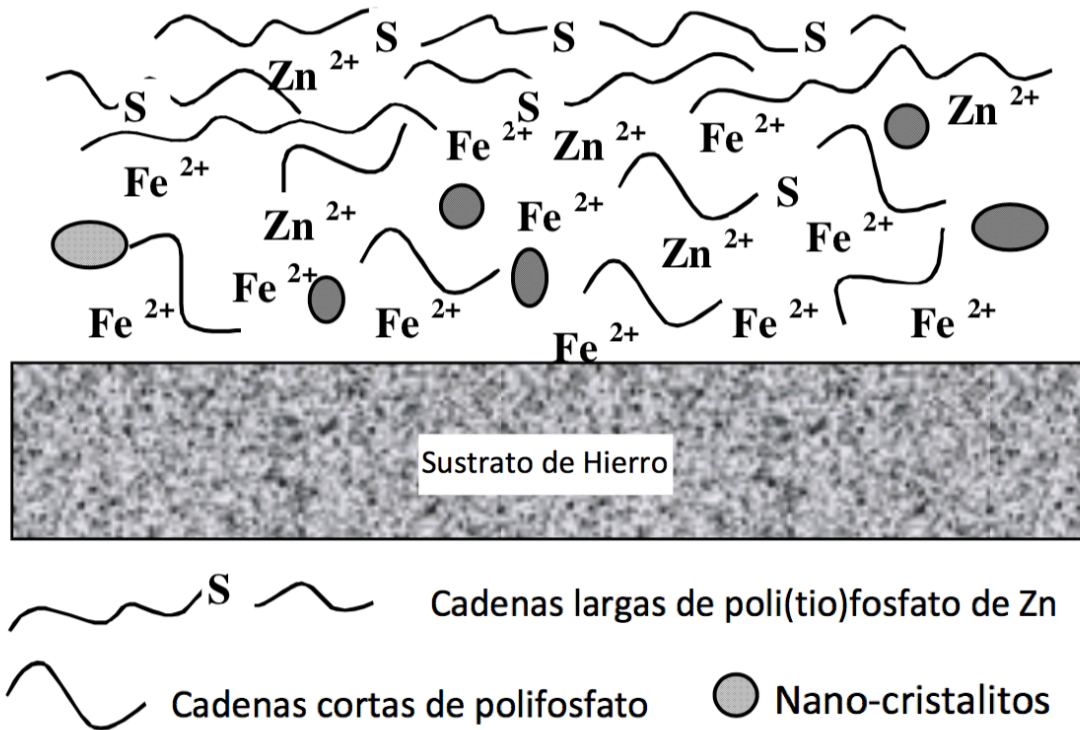
Los lubricantes a base de petróleo no deben contener componentes que puedan corroer las partes metálicas de los motores. La oxidación que estos componentes pudiesen llegar a tener con las superficies metálicas de la maquinaria llega a propiciar daños como lo son la decoloración del metal, cambios en la superficie del mismo e incluso en la pérdida de masa, daños que pueden medir la tendencia de la corrosión del lubricante. De igual manera se debe prevenir por medio de los lubricantes, la corrosión que generan en ocasiones el agua que llega a permearse en el sistema del motor de combustión interna al igual que por los ácidos formados por productos de la combustión (Mortier, 2010).

## **2.4 Aditivos de Lubricantes Automotrices**

El uso de aditivos antidesgaste en lubricantes automotrices es un método comúnmente utilizado para proteger las superficies del desgaste que pueda generar el constante movimiento de los componentes en los motores de combustión interna. (Calhoun, 2012) Estos aditivos, adicionados a los lubricantes, forman películas sobre las superficies que protegen el material de la fricción dada en los procesos mecánicos de la maquinaria automotriz.

El uso de estos aditivos antidesgaste se da mayormente en motores de combustión interna, en los cuales el sistema mecánico que compone a estos motores consta de superficies compuestas principalmente por hierro fundido y acero. Los dialquiltiofosfatos de zinc (ZDDPs) son los aditivos antidesgaste más comúnmente utilizados en este tipo de maquinaria, estos compuestos tienen de fórmula química  $Zn[S_2P(OR)_2]_2$ , donde R es un grupo alquilo. (Soosen Samuel, Bose, & George, 2009)

La Figura 6 muestra una descripción precisa de la película antidesgaste a la que han llegado múltiples investigadores. Esta está compuesta principalmente por poli(tio)fosfato de Fe/Zn amorfo que contiene algunos nanocristalitos de ZnO y ZnS.



**Figura 6.** Estructura esquemática de la tribopelícula de ZDDP según los enfoques de múltiples técnicas. (Mansot, Bercion, Romana, & Martin, 2009).

Los ZDDPs han sido hasta la fecha los aditivos antidesgaste elegidos para uso en hierro, al no haber otros que superen tales materiales. (Mosey *et al.*, 2005; Song *et al.*, 2012; Shahnazar, Bagheri, & Abd Hamid, 2016).

Se sabe que el rendimiento de la fricción y del desgaste en el régimen de la lubricación es controlado principalmente por los aditivos de lubricantes, los cuales forman tribopelículas entre las superficies en contacto, pero los tratamientos superficiales y los revestimientos tienen un papel sumamente importante en el proporcionar un rendimiento mejorado, de lo contrario, pueden eliminar los



beneficios que los aditivos puedan otorgarle a los lubricantes. (Padgurskas, Rukuiza, Prosyčevs, & Kreivaitis, 2013)

Acorde a Alves *et al.* (2016) la adición de nanopartículas de menor tamaño de óxido de cobre, CuO, proveen una ligera reducción en el coeficiente de fricción en comparación al lubricante puro. Siendo esta reducción de coeficiente de fricción casi despreciable, sin embargo, el diámetro de desgaste de material en las bolas utilizadas en la prueba *Ball on Disk* (Anexo 5) se redujo en aproximadamente un 15% cuando se comparó entre el aceite puro y el nanolubricante al 0.10%.

El uso de las nanopartículas de CuO a bajas concentraciones tuvo un mayor efecto en la reducción del área de desgaste que en la reducción del coeficiente de fricción. (Choi *et al.*, 2009).

En otros estudios, la viscosidad de parafina líquida adicionada con nanopartículas de CuO es mayor que la de la parafina líquida sin nanopartículas. El resultado que presentó mayor viscosidad de la parafina líquida con y sin modificar fue aquella a la que se le agregaron nanopartículas de CuO al 3%. Los resultados obtenidos mostraron una disminución óptima en el coeficiente de fricción del lubricante. Sin embargo, presentó una mayor área de desgaste en comparación al desgaste de la parafina líquida sin nanopartículas, e incluso, que del aceite comercial SAE15W-40. Los resultados demostraron que a mayor concentración de CuO, la modificación en las propiedades tribológicas y en la superficie metálica del material utilizado es mejor debido a la formación de una película protectora con menor módulo de elasticidad y dureza sobre la superficie de partícula. (Asrul *et al.*, 2013; Alves *et al.* 2013)

El saber los detalles de cómo reaccionan los aditivos con las superficies es fundamental para entender cómo lograr una lubricación óptima en los regímenes fronterizos. (Neville *et al.*, 2007)

## 2.5 Nanopartículas Metálicas en el Uso Comercial

La Tabla 3 muestra las aplicaciones más relevantes en el uso comercial de nanopartículas metálicas:

**Tabla 3.** Aplicaciones de nanopartículas metálicas en el uso comercial (Fuente: Referenciado por Sigma-Aldrich (2017)).

<b>Nanopartículas metálicas en el uso comercial</b>	<b>Aplicaciones</b>
<i>Nanopartículas de Óxido de Zinc</i>	Pueden ser dispersados en revestimientos industriales para proteger madera, plástico y textiles de la exposición a los rayos UV (Hawk's Perch Technical Writing, 2007; Hernández Battez et al., 2008; Kulkarni & Shirsat, 2015).
<i>Nanopartículas de Cobre</i>	Los nanoalambres de cobre son utilizados en la nanoelectrónica y tienen posibilidades de aplicación en dispositivos magnéticos, nanosensores, emisores de electrones y otras aplicaciones electrónicas. (Koshy, Samuel, Chandran, & George, 2011).
<i>Nanopartículas de Óxido de Hierro</i>	Se utilizan como agentes de contraste en Imágenes de Resonancia Magnética; acarreadores de medicamentos para la deliberación de fármacos en objetivos específicos; acarreadores de genes en terapia génica; agentes terapéuticos para tratamientos contra el cáncer basados en hipertermia; sondas de detección magnética para diagnósticos <i>in vitro</i> ; y como nanoadyuvante para la producción de anticuerpos y vacunas.
<i>Nanopartículas de Oro</i>	Las nanopartículas de oro están diseñadas para usarse como conductores de tintas imprimibles a chips electrónicos; al absorber el IR cercano producen calor cuando son excitadas por la luz en longitudes de onda de 700 a 800 nm. Esto permite que estas nanopartículas erradiquen tumores dirigidos; agentes terapéuticos también pueden ser recubiertos sobre la superficie de nanopartículas de oro, entregando así, los agentes terapéuticos en zonas específicas; se utilizan en una variedad amplia de sensores; dispersan la luz y pueden producir una serie de colores interesantes bajo microscopía de campo oscuro; también se usan para detectar biomarcadores en el diagnóstico de enfermedades cardíacas, cánceres y agentes infecciosos.
<i>Nanopartículas de Plata</i>	<p>Se utilizan en aplicaciones diagnósticas como biosensores y se realizan numerosos ensayos en los que las nanopartículas de plata se pueden utilizar como etiquetas biológicas para la detección cuantitativa de sustancias específicas.</p> <p>Al utilizarse en aplicaciones antibacterianas se incorporan en prendas de vestir, calzado, pinturas, vendajes para heridas, electrodomésticos, cosméticos y plásticos.</p> <p>De igual manera son usados en aplicaciones conductoras, utilizándose en tintas conductoras e integradas en compuestos para mejorar la conductividad térmica y eléctrica.</p> <p>En cuanto a aplicaciones ópticas, se utilizan para la recolección eficiente de la luz y para espectroscopias ópticas mejoradas.</p>

En comparación con los materiales en bulto que poseen buena maleabilidad, elevada resistencia mecánica y propiedades eléctricas y magnéticas. Las nanopartículas metálicas poseen propiedades físicas y químicas características debido a su tamaño tan pequeño, superficie fina y efecto cuántico en función al tamaño. (Duan & Wang, 2013).

## 2.6 JUSTIFICACIÓN

Hoy en día uno de los temas más relevantes en el ámbito científico es la conservación de materia y energía en procesos específicos, como lo es en el mecanismo de funcionamiento de los motores de combustión interna. En un sistema mecánico, la fricción es la causa principal de pérdida de energía, la cual puede ser reducida a través de lubricantes. Debido a esto, es que se deben centrar las investigaciones del área automotriz en el mejoramiento de las propiedades de los lubricantes que interactúen en sistemas de combustión interna. La clave para mejorar este proceso es la mezcla óptima entre aceite y aditivos.

En los años recientes, gran variedad de estudios ha acarreado el uso de nanopartículas en aplicaciones en el campo de los lubricantes. La reducción de la fricción y el desgaste son dependientes a las características de las nanopartículas, como lo son el tamaño, la forma y la concentración de las mismas (Alves *et al.*, 2013). Hu *et al.* (2000) prepararon nanopartículas amorfas de borato de lantano con un tamaño de partícula de 20–40 nm, los cuales fueron agregados a aceites a base de minerales. Los resultados reportados mostraron la formación de  $B_2O_3$  y FeB sobre la superficie desgastada, evitando el deterioro de tales superficies.

Las nanopartículas como aditivos en diferentes medios líquidos o sólidos, han demostrado que pueden estabilizar las características fisicoquímicas de los materiales a donde se adicionan, debido a que en pocas concentraciones proporcionalmente hablando alcanzan la estabilidad de estructuras en gran área

superficial; adicionalmente las propiedades de los materiales a escalas nanométricas se ven seriamente afectas y por ende se constituyen en grandes mejoras de los procesos o sistemas en donde se utilizan (Fig. 7).



**Figura 7.** Nanopartículas metálicas propuestas suspendidas en lubricantes para automóviles.

Reportes previos de investigación científica han demostrado que al utilizar nanopartículas como modificadores de fricción se observa como comportamiento cuatro mecanismos de lubricación: nanoesferas rotatorias, la formación de tribopelículas como resultado de reacciones triboquímicas, efecto reparador debido al tamaño mínimo, y pulido (Dai *et al.*, 2016).

### **III. HIPÓTESIS Y OBJETIVOS**

#### **3.1 Hipótesis**

Las nanopartículas metálicas adicionadas a lubricantes para automóviles mejorarán en al menos un 10% las propiedades tribológicas (lubricación) y fisicoquímicas (viscosidad).

#### **3.2 Objetivo General**

Sintetizar nanopartículas metálicas y adicionarlas a lubricantes de automóviles para determinar la modificación en las propiedades tribológicas y fisicoquímicas del compuesto final.

#### **3.3 Objetivos Específicos**

- Sintetizar nanopartículas metálicas de Níquel, Molibdeno, Zinc, Cobre y Aluminio, de uso comercial, en otros materiales a partir del método de reducción química.
- Caracterizar las nanopartículas metálicas sintetizadas a través de Espectroscopía UV-Vis y Microscopía Electrónica de Transmisión.
- Determinar propiedades fisicoquímicas de los lubricantes de automóviles modificados con nanopartículas metálicas.
- Obtener porcentaje de mejora tribológica de los lubricantes modificados con nanopartículas metálicas mediante la técnica Timken OK.

#### IV. METODOLOGÍA

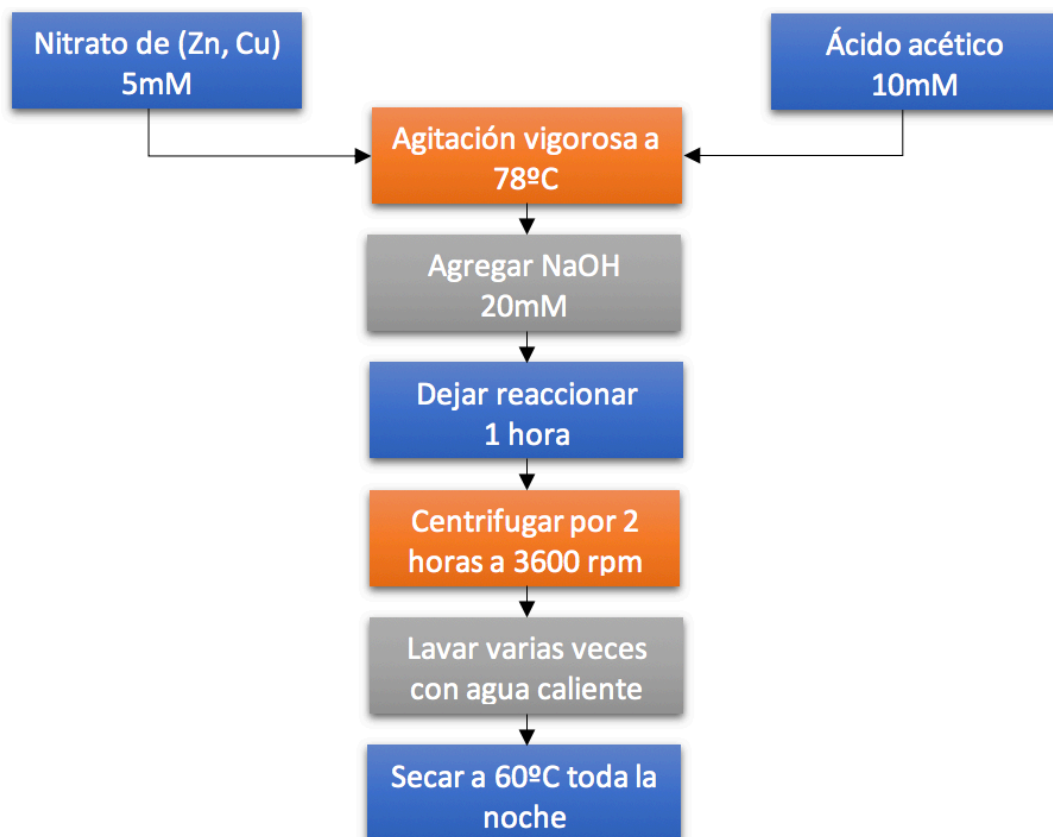
Las síntesis de las nanopartículas metálicas se llevaron a cabo bajo metodologías de trabajos previamente reportados (Alves *et al.*, 2013).

El método de síntesis propuesto parte de la obtención de nanopartículas metálicas por medio de reducción química. La reducción al estado elemental de un ion metálico se realizó bajo el manejo y síntesis de laboratorio de Buenas Prácticas, partiendo de la sal precursora del metal del cual se obtendrían las nanopartículas. Las sales precursoras consisten en nitratos y acetatos de Níquel (Ni), Zinc (Zn), Molibdeno (Mo), Aluminio (Al) y Cobre (Cu).

La sal precursora se disuelve en un medio de Etanol y Ácido Acético Glacial, y se eleva la temperatura a 78°C bajo agitación vigorosa. Alcanzada la temperatura se agrega Hidróxido de Sodio para llevar a cabo la hidrólisis de nuestra solución metálica. Una vez llevada a cabo la hidrólisis de la solución metálica, se reduce mediante Borohidruro de Sodio en condiciones de agitación moderada y poca o nula interacción de la luz con nuestra solución.

Para obtener las nanopartículas en polvo, se centrifuga la solución de nanopartículas metálicas a 3600 rpm, se lava varias veces con agua caliente y se deja secando durante la noche en un horno de convección Dynamica AIR Performance, a 60°C.

En la Fig. 8 se muestra el diagrama de flujo del método de síntesis propuesto.



**Figura 8.** Diagrama de flujo del método propuesto para la síntesis de nanopartículas metálicas.

#### **4.1. Caracterización de las nanopartículas metálicas sintetizadas a través de difracción, espectrofotometría y microscopía (UV-VIS y TEM)**

Se observaron las nanopartículas de Cobre (Cu) y Zinc (Zn) en polvo a través de la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM por sus siglas en inglés) mediante el Microscopio Electrónico de Transmisión JEOL-JEM 2000FX.

Una vez obtenidos los resultados de la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión de las nanopartículas de Cu y Zn en polvo, se determinó el tamaño de partícula a través del software “*ImageJ*” (Rueden *et al.*, 2016).

Se caracterizaron las nanopartículas metálicas en suspensión de los metales Níquel (Ni), Molibdeno (Mo) y Zinc mediante Espectrofotometría UV-VIS. La técnica de caracterización se llevó a cabo de bajo el siguiente procedimiento general:

Mediante el uso del equipo de Espectrofotometría UV-Vis: Espectrofotómetro HALO VIS-20 Dynamica y ordenador de control del equipo, se analizó el espectro de las nanopartículas con resultados óptimos en las pruebas experimentales a través de la técnica Timken OK.

Se prepararon las muestras a diferentes concentraciones para la valoración de los resultados óptimos, las nanopartículas analizadas fueron de Ni, Mo y Zn. Las concentraciones caracterizadas de las nanopartículas metálicas en solución fueron: nanopartículas concentradas, relación 3 a 1 de nanopartículas con respecto al solvente, y 9 a 1 entre nanopartículas metálicas y agua destilada.

Como referencia se registró agua destilada en el espectrofotómetro UV-Vis y se realizó el análisis de cada muestra de las nanopartículas metálicas. Se corrieron las nanopartículas metálicas en suspensión diluidas en el espectrofotómetro, obteniendo de cada una de las muestras los gráficos de Absorbancia contra Longitud de onda.

#### **4.2. Adición de las nanopartículas metálicas a los lubricantes para automóviles y caracterización de sus propiedades fisicoquímicas.**

Las nanopartículas metálicas se adicionaron tanto en polvo como en suspensión directamente en los aceites en concentraciones de 3, 5 y 10%.



Una vez secas las nanopartículas en el horno de convección Dynamica AIR Performance, se pesan las nanopartículas obtenidas y se realizan los cálculos correspondientes para obtener los aceites adicionados con nanopartículas al 5%. Se adicionan las nanopartículas directamente en 50 mL de aceite y se colocan en el equipo Ultrasonico Branson 5510 por 10 minutos para observar la interacción entre nanopartículas sólidas y el aceite industrial.

Se eligió trabajar con nanopartículas en suspensión para obtener una mezcla más estable. Del mismo modo, obtenidas las nanopartículas metálicas en suspensión, se realizaron los cálculos correspondientes para la adición a los aceites a concentraciones del 3, 5 y 10%. La adición de dichas nanopartículas se realizó a través de una pipeta graduada. Para obtener una mezcla más estable se lleva al equipo de Ultrasonido por 45-60 minutos.

#### **4.3. Pruebas de los lubricantes modificados con nanopartículas metálicas.**

Se realizaron pruebas para determinar densidad y viscosidad de los lubricantes con nanopartículas metálicas, así como de los lubricantes sin nanopartículas, los cuáles son la muestra de referencia para la comprobación del porcentaje de mejora en sus propiedades.

Para determinar la densidad de las muestras modificadas y el lubricante sin nanopartículas se utilizó el principio del Picnómetro, utilizado para determinar con precisión la densidad de líquidos. Manteniendo un volumen fijo se colocó agua destilada como fluido base y los aceites con y sin nanopartículas en su interior, cada uno por separado y se compararon sus masas. Se obtuvo la densidad relativa del aceite respecto a la del agua dividiendo la masa del aceite dentro del picnómetro respecto de la masa correspondiente de agua.

Se midió la viscosidad de los aceites adicionados con nanopartículas metálicas mediante un viscosímetro Brookfield DV2T en el cual se colocaba el aceite a medir dentro del cilindro de medición. Dentro de éste, junto con el aceite a medir, se coloca el cilindro interno. Al iniciar el viscosímetro, el cilindro interno comienza a girar y el equipo va midiendo la fuerza de oposición del aceite lanzando un valor de resistencia de la muestra a moverse en cP.

Se realizó la prueba Timken OK a los aceites modificados con nanopartículas metálicas registrando los valores de fuerza obtenidos. La prueba Timken OK se compone de un motor universal rotatorio que hace rotar un anillo metálico sobre el aceite a evaluar. A velocidad constante, el aceite se distribuye sobre la superficie del anillo Timken. La prueba consiste en detener el anillo rotatorio mediante la aplicación de fuerza de una probeta cilíndrica metálica sobre el anillo.

Al frenar el anillo metálico rotatorio con un cilindro metálico, se están poniendo en contacto dos superficies metálicas y entre estos se está ejerciendo un proceso de fricción brusco, debido a la velocidad a la que se hace rotar el anillo Timken y la fuerza ejercida sobre la probeta, hay un desgaste relevante en ambas piezas. El aceite lubrica ambas superficies y reduce el contacto directo entre anillo y probeta.

Los aceites adicionados con nanopartículas metálicas se colocan en la base del anillo rotatorio y se inicia con la prueba, la medición obtenida será la de la fuerza aplicada al anillo para poder detener el sistema. La eficacia del material utilizado, los aceites, recae en el amortiguamiento del roce de las piezas del sistema. Si el material lubricante tiene las propiedades necesarias, el sistema requerirá más fuerza del promedio para detener el sistema. Por lo tanto, se esperaba un aumento en la fuerza requerida para frenar el anillo Timken OK.

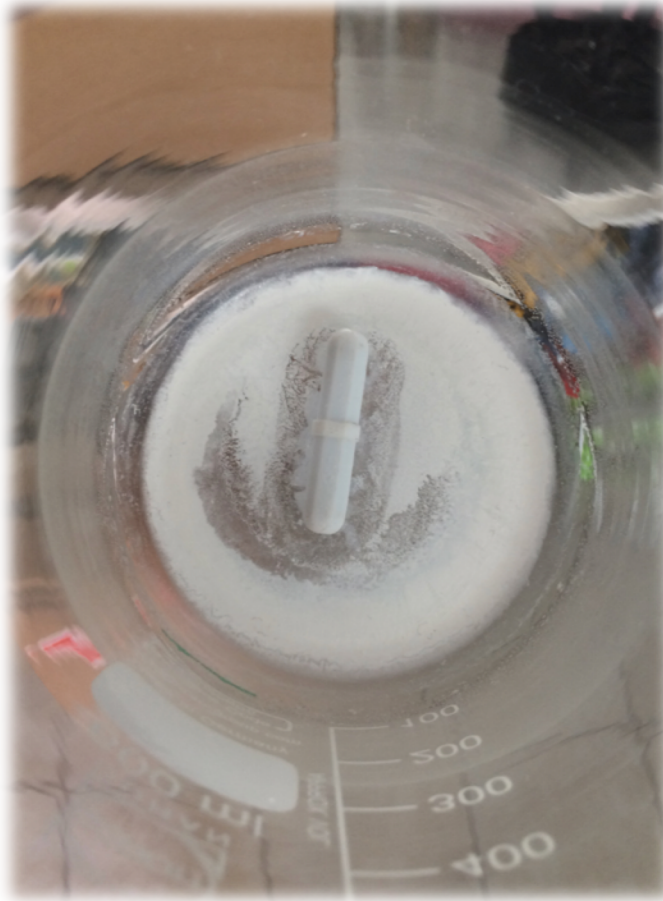
## V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación, se presentan los resultados del análisis de los datos obtenidos en la realización de experimental del trabajo de investigación presentado. Estos resultados mostrarán la mejora general obtenida con la incorporación de nanopartículas metálicas en los lubricantes de automóviles.

Se sintetizaron nanopartículas de Cobre (Fig. 9) y Zinc (Fig. 10) en polvo a través de horno de convección a 60°C por 24 horas, el material obtenido se pesó y se almacenó cada muestra por separado en tubos Eppendorf.



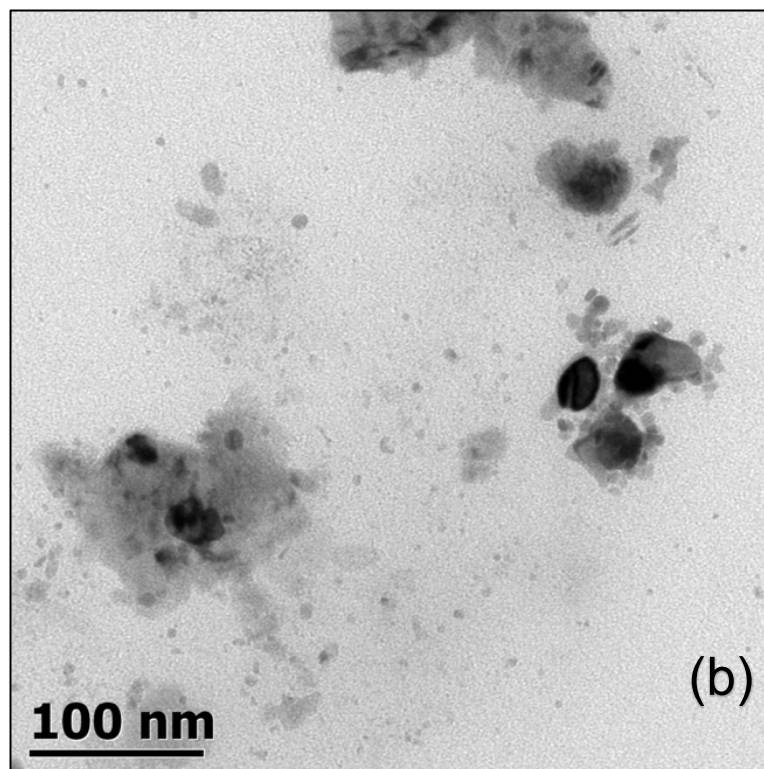
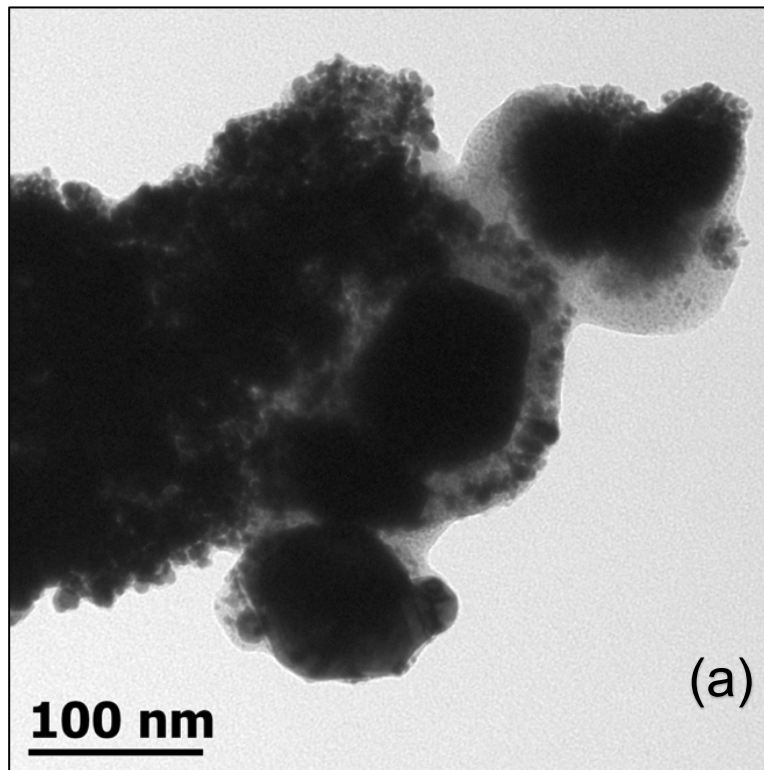
**Figura 9.** Nanopartículas de Cobre.



**Figura 10.** Nanopartículas de Zinc.

Se realizó el análisis morfológico de las nanopartículas sólidas de Cu y Zn mediante la técnica de TEM como método de caracterización, demostrando la obtención de nanopartículas predominantemente esféricas, entre gránulos amorfos de mayor tamaño.

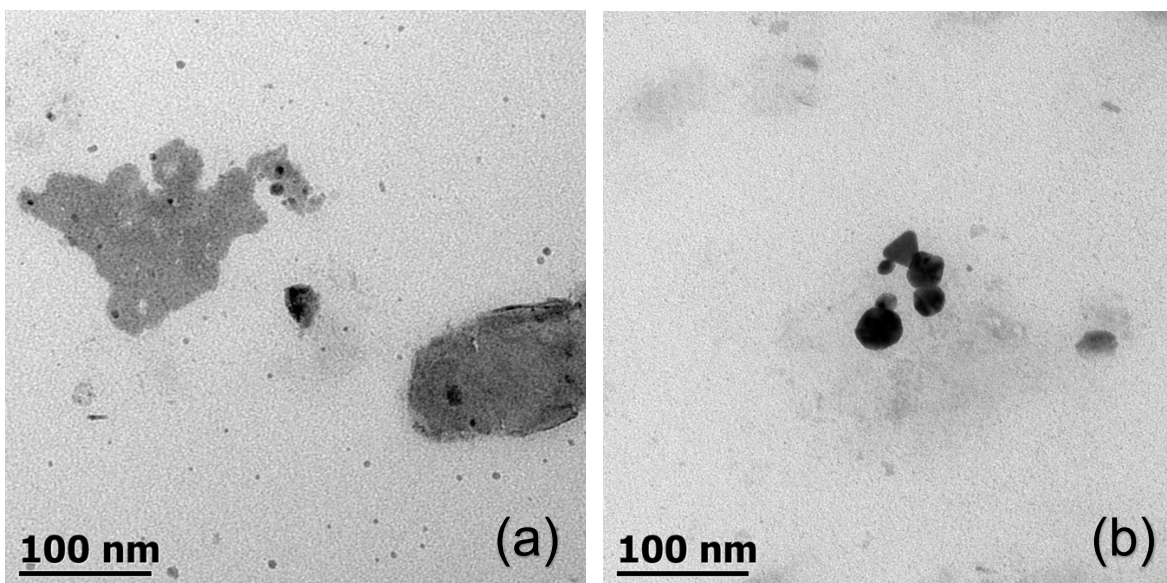
En la Figura 11 (a) nos muestra que las nanopartículas de Zinc obtenidas tendieron a aglomerarse, sin embargo, presentaron formas esféricas más uniformes que las nanopartículas de cobre, Figura 11 (b) que, pese a estar dispersas en el medio, son formas irregulares entre sí y menor cantidad de nanopartículas obtenidas. Se limita la observación de partículas uniformes en el medio analizado, sin embargo, no hubo aglomeración como con las nanopartículas de Zinc.



**Figura 11.** Nanopartículas metálicas observadas a través de la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM). **(a)** Nanopartículas de Zinc. **(b)** Nanopartículas de Cobre.

Mediante el software *ImageJ* se determinó un tamaño promedio de partícula de Zinc de 18.733 nm. y de 37.730 nm. para las partículas de cobre (Fig. 12).

Se puede observar que las nanopartículas de cobre se encuentran dispersas en el medio, junto a las partículas de mayor tamaño cuya morfología es una hojuela y aglomerado (Fig. 12).



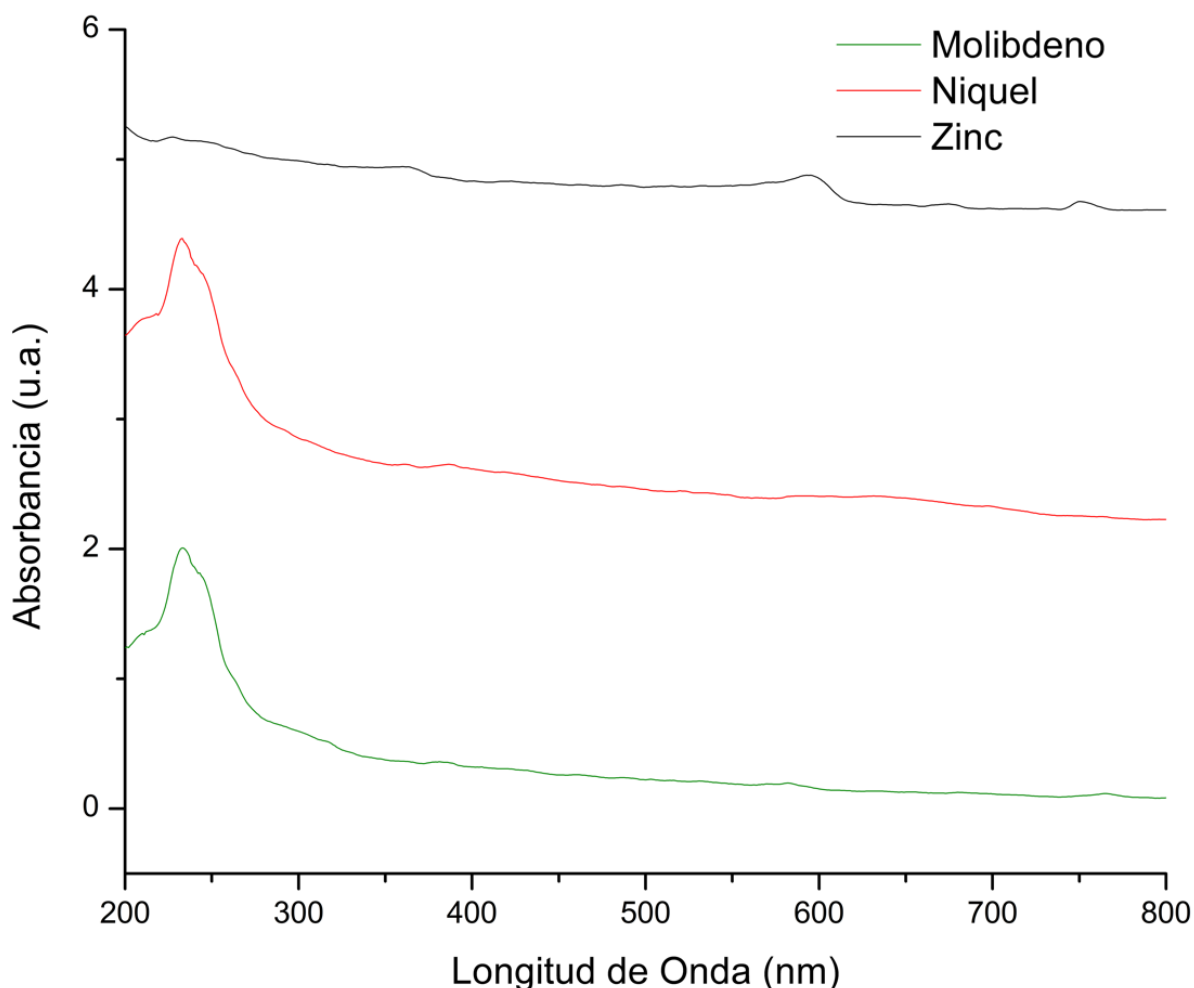
**Figura 12.** Nanopartículas metálicas observadas a través de la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) para observación de la morfología de las nanopartículas obtenidas. **(a)** Nanopartículas de Cobre. **(b)** Nanopartículas de Zinc.

Las nanopartículas de menor tamaño tienen forma esférica con tamaño similar entre ellas. Las nanopartículas de Zinc tienen formas más definidas, entre esferas se puede observar una nanopartícula con forma triangular definida.

La siguiente técnica de caracterización utilizada fue espectroscopía UV-Vis, mostrando que el comportamiento de los espectros de Níquel y Molibdeno son similares. Es sumamente interesante ya que los aceites modificados con ambos

metales obtuvieron las mejoras más relevantes en las propiedades tribológicas de los lubricantes. De las tres preparaciones por muestra (concentrado, 3:1 y 9:1) los mejores resultados observados fueron los de las muestras preparadas al 10% (9:1).

En la Figura 13 se muestran los espectros obtenidos de las nanopartículas de Zn, Ni y Mo.

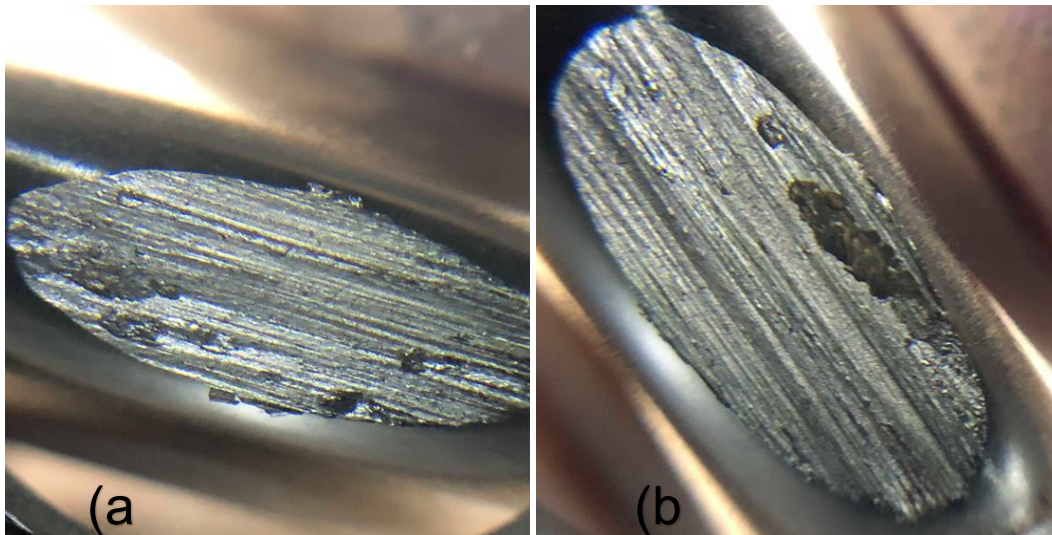


**Figura 13.** Espectros obtenidos de las nanopartículas de Mo, Ni y Zn observadas a través de la técnica de Espectrofotometría UV-Vis.

Los datos obtenidos de las pruebas fisicoquímicas y de la prueba tribológica mostraron valores óptimos y relevantes para reforzar las ventajas del uso de nanopartículas metálicas como aditivos de los lubricantes de automóviles.

Mediante la técnica del Picnómetro se obtuvo la densidad relativa de los aceites modificados con nanopartículas metálicas y del aceite blanco, sin nanopartículas. Este dato es importante debido a que, al estar adicionando agentes externos a los lubricantes de automóviles, se debe evitar que el aceite pierda sus propiedades base, o disminuir los cambios del aceite para que la aplicación inicial de los aceites se beneficie con la incorporación de las nanopartículas metálicas.

A través del viscosímetro se obtuvo el valor en cP de los aceites modificados y la referencia. Con la prueba Timken OK se obtuvo el valor necesitado por el sistema para detener el anillo rotatorio teniendo como base cada uno de los aceites modificados con las nanopartículas metálicas obteniendo un área de desgaste en cada una de las probetas utilizadas, se muestra en la Figura 14 el área de desgaste de dos muestras cuya pérdida de material fue uniforme.



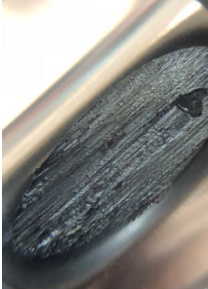

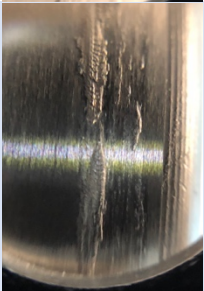

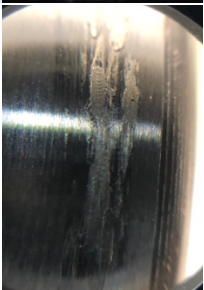
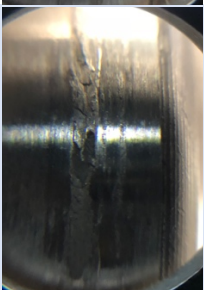

**Figura 14.** Área de desgaste de material de las probetas utilizadas para detener el anillo rotatorio en la técnica Timken. **(a)** Molibdeno 5%p/p, **(b)** Platino 0.10%p/p.

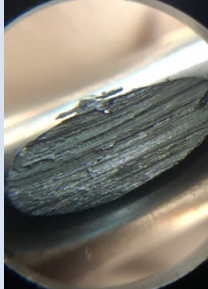


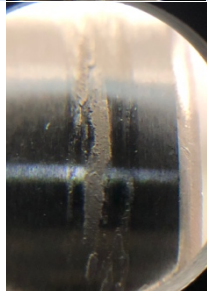
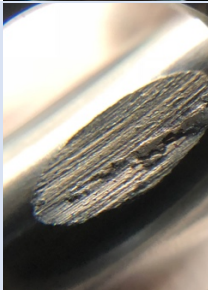


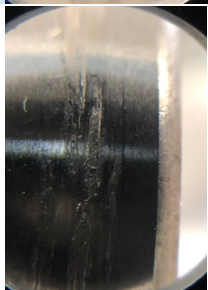

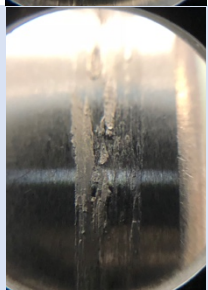
A continuación, se presentan los datos en la Tabla 4 con los cuales se relaciona la pérdida de material de las probetas con la fuerza que soportó cada una de ellas, teniendo como lubricante los aceites blancos y aceites modificados con nanopartículas metálicas.



**Tabla 4.** Pruebas realizadas a los aceites con y sin modificaciones.

Muestra.	Concentración (%p/p).	Tiempo (s).	Fuerza Soportada (N).	Pérdida de peso (g).	Desgaste balero.	Desgaste anillo.
Referencia	0	1.78	66	0.0192		
Aluminio	1	3.10	66	0.0308		
Zinc	3	2.91	61.25	0.0353		
Níquel	10	2.84	83.75	0.0317		
Níquel	5	2.44	70	0.0227		

<i>Níquel</i>	3	3.12	62.5	0.0414		
<i>Molibdeno</i>	3	2.47	81.25	0.034		
<i>Molibdeno</i>	5	2.97	66.25	0.0275		
<i>Molibdeno</i>	10	2.59	78.75	0.0354		
<i>Referencia</i>	0	2.11	51.25	0.0362		

<i>Molibdeno</i>	5	3.46	70	0.047		
<i>Referencia</i>	0	1.78	57.5	0.0205		
<i>Platino</i>	0.05	3.10	75	0.0222		
<i>Platino</i>	0.1	2.91	65	0.0383		
<i>Platino</i>	0.5	2.84	62.5	0.0278		

Se presentó un desgaste mayor en las nanopartículas de Molibdeno y Níquel, en concentración al 5% y 3%, respectivamente. La pérdida de masa en gramos fue una pérdida de 0.047 teniendo como lubricante el aceite modificado con

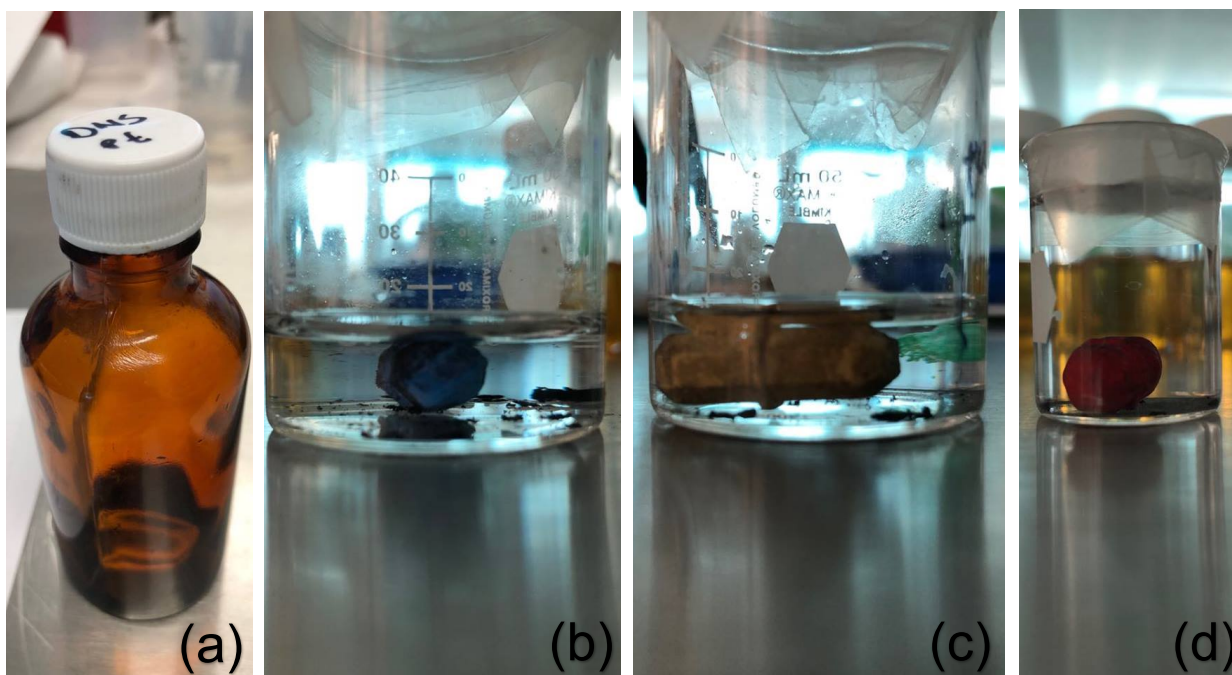
nanopartículas de Molibdeno al 5% y 0.0414 para el lubricante modificado con nanopartículas de Níquel al 3%.

El área y volumen de desgaste se obtuvo a través de la obtención del área y volumen de la semielipsoide formada. Se tomaron las medidas de ancho, largo, profundidad y tamaño inicial de la probeta para calcular el área y volumen de la semielipsoide de cada probeta. Se muestran los datos registrados en la Tabla 5:

Tabla 5. Valores medidos del desgaste en el cilindro, elipse.									
Muestra	Metal	Concentración	A (mm).	B (mm).	C (mm).	D (mm).	Fondo (mm).	Área de desgaste (mm <sup>2</sup> )	Volumen desgaste (mm <sup>3</sup> ).
1	Referencia	Aceite Puro	7	3.09	7.81	7.5	0.31	16.98816227	7.02177374
2	Aluminio	1%	7.88	3.5	7.8	7.46	0.34	21.66128135	9.81978088
3	Zinc	3%	8.18	3.33	7.81	7.44	0.37	21.39377473	10.5542622
4	Níquel	10%	8.13	3.55	7.8	7.46	0.34	22.66776909	10.2760553
5	Níquel	5%	7.34	3.21	7.8	7.52	0.28	18.50508029	6.90856331
6	Níquel	3%	8.83	3.88	7.91	7.58	0.33	26.90805524	11.8395443
7	Molibdeno	3%	8.24	3.82	7.92	7.58	0.34	24.72182091	11.2072255
8	Molibdeno	5%	7.88	3.63	7.92	7.62	0.3	22.46584323	8.98633729
9	Molibdeno	10%	8.2	3.55	7.92	7.58	0.34	22.86294054	10.364533
10	Referencia	Aceite Puro	8.32	3.68	7.93	7.6	0.33	24.04700681	10.580683
11	Molibdeno	5%	8.92	4.21	7.93	7.52	0.41	29.49421431	16.1235038
12									
13	Referencia	Aceite Puro	7.12	3.25	7.97	7.67	0.3	18.1741135	7.2696454
14	Platino	0.05%	7.16	3.61	7.97	7.65	0.32	20.30065757	8.6616139
15	Platino	0.10%	8.17	3.68	7.93	7.55	0.38	23.61346702	11.9641566
16	Platino	0.50%	7.73	3.56	7.92	7.61	0.31	21.61321498	8.93346219

Se puede observar que tanto el área como el volumen de desgaste mayor, como resultado de la técnica Timken OK, se obtuvo en los lubricantes adicionados con nanopartículas de Níquel 3% siendo el área de desgaste de 26.9081 mm<sup>2</sup> y Molibdeno 5% con la mayor pérdida de área de la probeta, siendo de 29.4942 mm<sup>2</sup>.

Las nanopartículas de Platino se prepararon a menor concentración (Fig. 15) para observar su comportamiento siendo adicionados a los lubricantes de automóviles. Realizar la síntesis de nanopartículas de Platino es sumamente costoso; siendo el actual precio del Kilogramo de Platino de 26,942.33 USD («Platinum Price», 2019).



**Figura 15.** Previo a la medición de propiedades tribológicas de nanopartículas de Platino se llevó a cabo la síntesis de nanopartículas de Pt a partir de sales de dinitrosulfatoplatinato (DNS Pt) como se muestra en el inciso (a), se presentan las concentraciones sintetizadas en porcentaje peso; 0.05%p/p (b), 0.10%p/p (c), y 0.50%p/p (d).

Mostrando únicamente los resultados obtenidos con los aceites modificados con nanopartículas de Platino, se puede observar que se obtuvo una mejora, de los lubricantes sin nanopartículas, del 30% (Tabla 6). Estando por debajo de la mejora obtenida por los aceites modificados con nanopartículas de Níquel del 10%p/p.

**Tabla 6.** Resultados obtenidos mediante la técnica Timken OK con muestras de Platino en concentración 0.05, 0.10 y 0.50%p/p.

Muestra	Metal	Concentración	Peso Inicial	Peso Final	Diferencia Peso Inicial y Final	Fuerza	Porcentaje mejorado
13	Referencia	Aceite Puro	5.4765	5.456	0.0205	57.5	0%
14	Platino	0.05%	5.4712	5.449	0.0222	75	30%
15	Platino	0.10%	5.4779	5.4396	0.0383	65	13%
16	Platino	0.50%	5.4727	5.4449	0.0278	62.5	9%

No es aconsejable realizar la modificación de lubricantes con nanopartículas de Platino en producción masiva, debido a que el costo por kilogramo de Platino, a la fecha, es sumamente elevado, y la mejora obtenida se encuentra 13% por debajo del resultado óptimo obtenido.

En la Tabla 7, se presentan los resultados obtenidos tanto para la evaluación de modificación de propiedades tribológicas como fisicoquímicas.

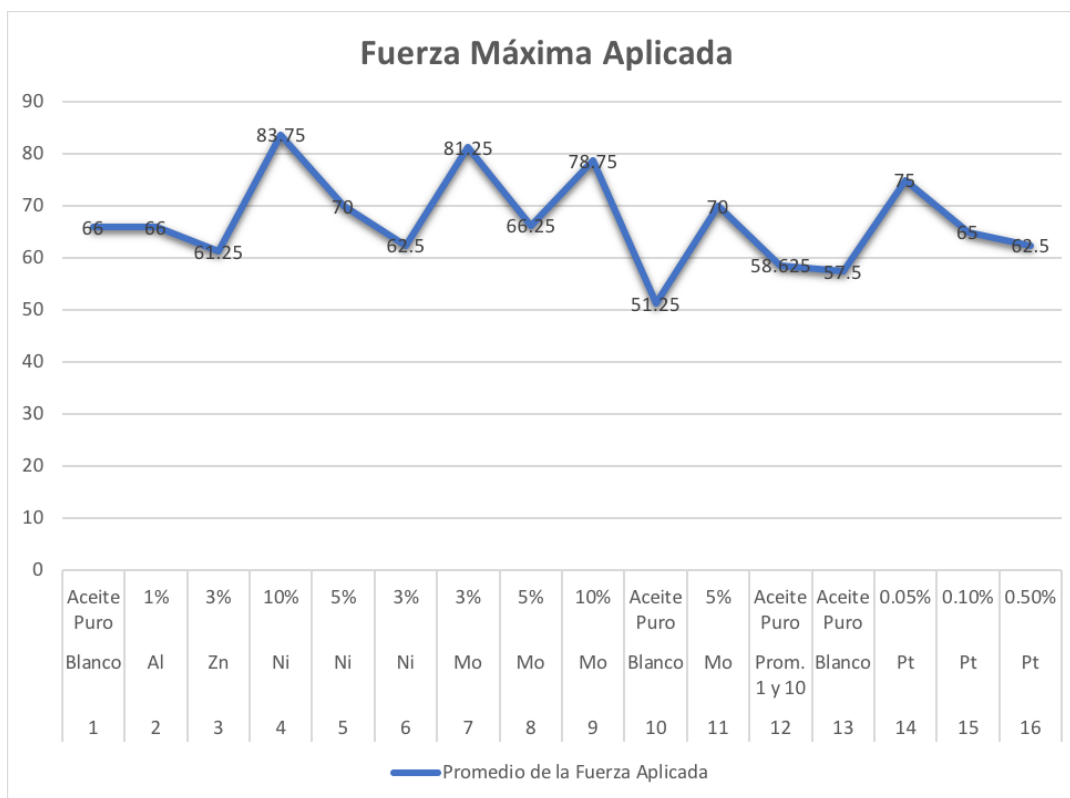
**Tabla 7.** Pruebas realizadas a los aceites con y sin modificaciones.

Pruebas realizadas a los aceites, modificación con nanopartículas metálicas						
Metal	Concentración	Fuerza Aplicada (N)	Área de desgaste (mm <sup>2</sup> )	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Viscosidad (cP)	Densidad (g/mL)
Blanco	Aceite Puro	58.625	20.5176	8.8012	38.27	Empresa
<b>Al</b>	1%	66	21.6613	9.8198	38.6	0.8635
<b>Zn</b>	3%	61.25	21.3938	10.5543	33.18	0.8672
<b>Ni</b>	10%	83.75	22.6678	10.2761	46.845	0.8663
<b>Ni</b>	5%	70	18.5051	6.9086	38.22	0.8598
<b>Ni</b>	3%	62.5	26.9081	11.8395	37.25	0.8546
<b>Mo</b>	3%	81.25	24.7218	11.2072	32.83	0.8663
<b>Mo</b>	5%	68.125	25.98	12.5549	32.675	0.8648
<b>Mo</b>	10%	78.75	22.8629	10.3645	34.385	0.8658
Blanco Pt	Aceite Puro	57.5	18.1741	7.2696	38.27	0.8702
<b>Pt</b>	0.05%	75	20.3007	8.6616	35.52	0.8667
<b>Pt</b>	0.10%	65	23.6135	11.9642	34.5	0.8727
<b>Pt</b>	0.50%	62.5	21.6132	8.9335	33.49	0.8689

Se puede observar que la fuerza máxima aplicada de cada uno de los aceites modificados en la prueba Timken OK, es mayor que los valores registrados por los aceites puros. Pese a que la fuerza necesaria para detener el anillo rotatorio aumenta con la adición de nanopartículas metálicas en suspensión, el área y volumen de desgaste no muestra una relación directa con la fuerza aplicada.

La muestra con mejores resultados obtenidos fue la de aceite modificado con nanopartículas de Níquel en suspensión al 10%, con un valor de fuerza aplicada de 83.75 N, siendo una mejora del 43% con respecto al aceite puro. El área de desgaste fue ligeramente mayor al promedio de referencia, de 3.32195 mm<sup>2</sup> y un volumen de desgaste mayor al promedio de referencia por 2.2407 mm<sup>3</sup>. La viscosidad de la muestra de nanopartículas de Níquel al 10% fue de igual manera mayor que los demás resultados obtenidos.

En la Fig. 16 se colocan los resultados obtenidos de la fuerza máxima aplicada por cada uno de los aceites modificados y las referencias.



**Figura 16.** Gráfico de los resultados obtenidos mediante la prueba Timken OK. Fuerza Máxima Aplicada contra la Concentración de cada uno de los metales utilizados y el aceite puro

## VI. CONCLUSIONES

Las modificaciones obtenidas como resultado de la adición de nanopartículas metálicas a los lubricantes de automóviles fueron en todo caso favorables, obteniendo una mejora en las propiedades tribológicas de un 4% a un 43%.

Las propiedades fisicoquímicas varían con el metal utilizado, teniendo ganancia con ciertas muestras.

Pese a obtener un porcentaje de mejora óptimo con las nanopartículas de Platino, no es conveniente su uso debido a que no se obtuvo el mejor resultado y el costo de síntesis es extremadamente alto con respecto a las nanopartículas de los metales sintetizados y evaluados en el presente trabajo (Ni, Mo, Zn, Cu y Al).

Las nanopartículas de Níquel en una concentración del 10% mostraron dar los mejores resultados de mejora de los lubricantes, tanto en propiedades tribológicas como fisicoquímicas.

Si al adicionar las nanopartículas metálicas, se viese perjudicado el valor de densidad de los aceites, repercutiría directamente en la viscosidad de los mismos, por lo tanto podría solidificarse y perdería las propiedades lubricantes que tienen los aceites o haría líquido el aceite, causando el mismo comportamiento: no lubricancia.

La fuerza requerida para detener el sistema de las nanopartículas de Níquel es directamente proporcional a la concentración utilizada. Mientras aumentaba la concentración de las nanopartículas de Níquel en los aceites, era necesaria más fuerza aplicada para detener el sistema. En cambio, con las nanopartículas de Mo y Pt su comportamiento fue inversamente proporcional. Requerían mayor fuerza con menor concentración de nanopartículas en los aceites.



## VII. PERSPECTIVAS A FUTURO

Los resultados mostraron el gran potencial industrial que tienen las nanopartículas de Níquel y Molibdeno, por lo tanto, una perspectiva inmediata es la prueba de dichas nanopartículas dentro de los motores de combustión interna bajo condiciones extremas (cambios bruscos de temperatura, tiempos prolongados de uso continuo de vehículos con motores de combustión interna, etc.).

Para el posible desarrollo de líneas económicas de alto rendimiento en la empresa (con rangos de calidad entre lubricantes), se recomienda la evaluación de las nanopartículas de Molibdeno, que permitieron la mejora del lubricante en menor magnitud con respecto al uso de nanopartículas de Níquel, pero que pueden ser una alternativa de consumo de los usuarios. Esto no aplicaría para las nanopartículas de Platino ya que lograron un porcentaje de 30% de mejora en comparación con los lubricantes sin modificación, pero su costo de síntesis no lo haría comercialmente viable.

De igual manera, se postula la evaluación de residuos de nanopartículas metálicas en motores y su posible afectación, así como la implementación de pruebas nanotribológicas más precisas y focalizadas (Prueba *Pin-on-Disk*, nanoindentación, uso de nanotribómetros, etc.) en evaluación de los lubricantes mejorados para comprender el mecanismo de acción de cada metal nanoestructurado e implementado como aditivo dentro de los lubricantes de automóviles.

Es recomendable la evaluación de la aplicación de estas nanopartículas debido a su funcionamiento como nanolubricantes en otro tipo de maquinaria como la industrial en donde no solo se alargaría la vida útil de la maquinaria sino que se reducirían los desechos industriales, repercutiendo directamente en la economía del usuario de los lubricantes modificados con nanopartículas metálicas.

Debido a que la técnica Timken OK nos permite conocer la respuesta de las nanopartículas metálicas utilizadas dentro de los lubricantes, se propone el estudio de adherencia de las nanopartículas metálicas de los lubricantes modificados, sobre las piezas en contacto y movimiento relativo, mediante la prueba "*Scratch Test*".

## VIII. REFERENCIAS

- Alves, S., Barros, B., Trajano, M., Ribeiro, K., Moura, E. (2013). Tribological behavior of vegetable oil-based lubricants with nanoparticles of oxides in boundary lubrication conditions. *Tribology International*, 65, 28 - 36.
- Alves, S. M., Mello, V. S., Faria, E. A., & Camargo, A. P. P. (2016). Nanolubricants developed from tiny CuO nanoparticles. *Tribology International*, 100, 263-271. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.01.050>.
- Arizmendi, L., Palacios, J. M., Rincón, A., & Rodríguez, H. I. (1985). Transiciones de la lubricación hidrodinámica a la de extrema presión. *Revista A.I.T.*, (62-64), 6-17.
- Asrul, M., Zulkifli, N. W. M., Masjuki, H. H., & Kalam, M. A. (2013). Tribological Properties and Lubricant Mechanism of Nanoparticle in Engine Oil. *Procedia Engineering*, 68, 320-325. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.12.186> D02 Committee.
- Binu, K.G., Shenoy, B.S., Rao, D.S., Pai, R. (2014). A variable viscosity approach for the evaluation of load carrying capacity of oil lubricated journal bearing with TiO<sub>2</sub> nanoparticles as lubricant additives. *Proc. Mater. Sci.* 6, 1051-1067.
- Bhushan, B. (1999). *Handbook of Micro/Nano Tribology* (2nd ed.). Boca Raton, Florida, United States of America: CRC Press LLC.
- Calhoun, S. F. (2012). *Antiwear and Extreme Pressure Additives for Greases*, 7.
- Chandra, S., Kumar, A., Kumar Tomar, P. (2014). Synthesis and characterization of copper nanoparticles by reducing agent. *Journal of Saudi Chemical Society*. Volume 18. Issue 2. Pages 149-153.
- Choi, Y., Lee, C., Hwang, Y., Park, M., Lee, J., Choi, C., & Jung, M. (2009). Tribological behavior of copper nanoparticles as additives in oil. *Current Applied Physics*, 9(2), e124-e127. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2008.12.050>
- Cleto Ortiz, J. A. y Gómez Orea, L. (2008). Descripción del motor y su funcionamiento. Capítulo III. En: *Simulación y análisis de la dinámica de un motor de combustión interna de cinco cilindros manufacturado por*

- Volkswagen, mediante el software Virtual Lab. Tesis. Licenciatura en Ingeniería Mecánica. Departamento de Ingeniería Industrial y Mecánica. Escuela de Ingeniería y Ciencias, Universidad de las Américas Puebla. Consultado en mayo 2017 en: [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lim/cleto\\_o\\_ja/capitulo3.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lim/cleto_o_ja/capitulo3.pdf)
- Dai, W., Kheireddin, B., Gao, H., & Liang, H. (2016). Roles of nanoparticles in oil lubrication. *Tribology International*, 102, 88-98. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.05.020>
- Dimkovski, Z., Tomanik, E., & Profito, F. (2016). Influence of measurement and filtering type on friction predictions between cylinder liner and oil control ring. *Tribology International*, 100, 7-17. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2015.10.014>
- Denis, J., Briant, J., & Hipeaux, J. (2000). *Lubricant Properties, Analysis & Testing*. Paris: Editions Technip.
- Díaz del Castillo Rodríguez, F. (2007). Lecturas de ingeniería 2. Tribología: fricción, desgaste y lubricación. Laboratorio de tecnología de materiales. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM.
- Duan, S., & Wang, R. (2013). Bimetallic nanostructures with magnetic and noble metals and their physicochemical applications. *Progress in Natural Science: Materials International*, 23(2), 113-126. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2013.02.001>
- Erdemir, A. (2014). Advanced Nanolubricants for Improved Energy Efficiency and Reduced Emissions in Engines. Argonne National Laboratory, 20.
- Haiss, W., Thanh, N. T. K., Aveyard, J., & Fernig, D. G. (2007). Determination of Size and Concentration of Gold Nanoparticles from UV-Vis Spectra. *Analytical Chemistry*, 79(11), 4215-4221. <https://doi.org/10.1021/ac0702084>
- Hamrock, B. J., Schmid, S. R., & Jacobson, B. O. (2004). *Fundamentals of fluid film lubrication* (2nd ed). New York: Marcel Dekker.
- Hernández Battez, A., González, R., Viesca, J. L., Fernández, J. E., Díaz Fernández, J. M., Machado, A., ... Riba, J. (2008). CuO, ZrO<sub>2</sub> and ZnO

- nanoparticles as antiwear additive in oil lubricants. *Wear*, 265(3-4), 422-428. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.11.013>
- Hu, Z., Dong, J., Cheng, G., & He, J. (2000). Preparation and tribological properties of nanoparticle lanthanum borate. *Wear*, 243(1 - 2), 43 - 47.
- Koshy, J., Samuel, M. S., Chandran, A., & George, K. C. (2011). Optical properties of CuO nanoparticles. In AIP Conference Proceedings (Vol. 1391, pp. 576–578). AIP.
- Kulkarni, S. S., & Shirsat, M. D. (2015). Optical and Structural Properties of Zinc Oxide Nanoparticles, 5.
- Laad, M., & Jatti, V. K. S. (2018). Titanium oxide nanoparticles as additives in engine oil. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, 30(2), 116-122. <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2016.01.008>
- Li, B., Wang, X., Liu, W., & Xue, Q. (2006). Tribochemistry and antiwear mechanism of organic–inorganic nanoparticles as lubricant additives. *Tribology Letters*, 22(1), 79 - 84.
- Lee, K., Hwang, Y., Cheong, S., Kwon, L., Kim, S., & Lee, J. (2009). Performance evaluation of nano-lubricants of fullerene nanoparticles in refrigeration mineral oil. *Current Applied Physics*, 9(2), e128-e131. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2008.12.054>
- Mansot, J. L., Bercion, Y., Romana, L., & Martin, J. M. (2009). Nanolubrication. *Brazilian Journal of Physics*, 39(1a). <https://doi.org/10.1590/S0103-97332009000200011>
- Molares, M.E.T., Buschmann, V., Dobrev, D., Neumann, R., Scholz, R., Schuchert, I. U. & Vetter, J. (2001), Single-Crystalline Copper Nanowires Produced by Electrochemical Deposition in Polymeric Ion Track Membranes. *Adv. Mater.*, 13: 62–65.
- Mosey, N.J., Müser, M. H., & Woo, T.K. (2005). Molecular Mechanisms for the Functionality of Lubricant Additives. (M. H., Ed.) *Science*, 307(5715), 1612.
- Neville, A., Morina, A., Haque, T., & Voong, M. (2007). Compatibility between tribological surfaces and lubricant additives—How friction and wear reduction

- can be controlled by surface/lube synergies. *Tribology International*, 40(10 - 12), 1680 - 1695.
- Pack, A., Hietschold, M., & Wannemacher, R. (2001). Failure of local Mie theory: optical spectra of colloidal aggregates. *Optics Communications*, 194(4-6), 277-287. [https://doi.org/10.1016/S0030-4018\(01\)01310-4](https://doi.org/10.1016/S0030-4018(01)01310-4)
- Padgurskas, J., Rukuiza, R., Prosyčevs, I., & Kreivaitis, R. (2013). Tribological properties of lubricant additives of Fe, Cu and Co nanoparticles. *Tribology International*, 60, 224-232. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.10.024>
- Patskovsky, S., Kabashin, A. V., Meunier, M., & Luong, J. H. T. (2003). Properties and sensing characteristics of surface-plasmon resonance in infrared light. *Journal of the Optical Society of America A*, 20(8), 1644. <https://doi.org/10.1364/JOSAA.20.001644>
- Platinum Price. (2019, marzo). Recuperado 6 de marzo de 2019, de <https://www.suissegold.ch/en/charts/platinum>
- Pinchuk, A. O., & Schatz, G. C. (2008). Nanoparticle optical properties: Far- and near-field electrodynamic coupling in a chain of silver spherical nanoparticles. *Materials Science and Engineering: B*, 149(3), 251-258. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2007.09.078>
- Rahman, Sanim. (2016). Size and Concentration Analysis of Gold Nanoparticles With Ultraviolet-Visible Spectroscopy. *Undergraduate Journal of Mathematical Modeling: One + Two*, 7(1). <https://doi.org/10.5038/12326-3652.7.1.4872>
- Rueden, C., Dietz, C., Horn, M., Schindelin, J., Northan, B., Berthold, M. & Eliceiri, K. (2016). ImageJ Ops [Computer Software]. <http://imagej.net/Ops>.
- Samuel, M. S., Koshy, J., Chandran, A., & George, K. C. (2011). Optical Properties of Al Doped ZnO Nanorods. En *AIP Conference Proceedings* (Vol. 1391, pp. 555–557). AIP.
- Shahnazar, S., Bagheri, S., & Abd Hamid, S. B. (2016). Enhancing lubricant properties by nanoparticle additives. *International Journal of Hydrogen Energy*, 41(4), 3153-3170. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.12.040>

- Shafie, Morteza, B., Somaye, & Zeynali, Hossein, A., Hossein. (2011). Size measurement of metal and semiconductor nanoparticles via UV-vis absorption spectra. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 6.
- Song, X., Zheng, S., Zhang, J., Li, W., Chen, Q., & Cao, B. (2012). Synthesis of monodispersed ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles and their tribology properties as lubricant additives. *Materials Research Bulletin*, 47(12), 4305-4310. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2012.09.013>
- Soosen Samuel, M., Bose, L., & George, K. C. (2009). Optical properties of ZnO nanoparticles. *Academic Review*, 57–65.
- Stribeck, R. (1902). *Die wesentlichen Eigenschaften der Gleit und Rollenlager*. Julius Springer.
- Tang, Y., Zeng, X., & Liang, J. (2010). Surface Plasmon Resonance: An Introduction to a Surface Spectroscopy Technique. *Journal of Chemical Education*, 87(7), 742-746. <https://doi.org/10.1021/ed100186y>
- Vadiraj, A., Manivasagam, G., Kamani, K., Sreenivasan, V.S. (2012). Effect of nano oil additive proportions on friction and wear performance of automotive materials. *Tribol. Ind.* 34 (1), 3-10.
- Wan, Q., Jin, Y., Sun, P., & Ding, Y. (2015). Tribological Behaviour of a Lubricant Oil Containing Boron Nitride Nanoparticles. *Procedia Engineering*, 102, 1038-1045.
- Widman, R. (2013). Selection of the Right Motor Oil for the Corvair and other Engines. Consultado en mayo de 2017 en: <http://www.widman.biz/English/>
- Wu, H., Zhao, J., Xia, W., Cheng, X., He, A., Yun, J. H., ... Jiang, Z. (2017). A study of the tribological behaviour of TiO<sub>2</sub> nano-additive water-based lubricants. *Tribology International*, 109, 398-408. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2017.01.013>
- Yu, H., Xu, Y., Shi, P., Xu, B., Wang, X., & Liu, Q. (2008). Tribological properties and lubricating mechanisms of Cu nanoparticles in lubricant. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 18(3), 636-641. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(08\)60111-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60111-9)

- Yujuan Zhang, Shengmao Zhang, Pingyu Zhang, Guangbin Yang and Zhijun Zhang (2016). Preparation of Nickel-Based Nanolubricants and Investigation of their Tribological Behavior, *Advances in Tribology*, Pranav H. Darji, IntechOpen, DOI: 10.5772/64592. Available from: <https://www.intechopen.com/books/advances-in-tribology/preparation-of-nickel-based-nanolubricants-and-investigation-of-their-tribological-behavior>
- Zhang, B.-S., Xu, B.-S., Xu, Y., Gao, F., Shi, P.-J., & Wu, Y.-X. (2011). Cu nanoparticles effect on the tribological properties of hydrosilicate powders as lubricant additive for steel–steel contacts. *Tribology International*, 44(7-8), 878-886. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.03.002>
- Zhou, J., Wu, Z., Zhang, Z., Liu, W., & Xue, Q. (2000). Tribological behavior and lubricating mechanism of Cu nanoparticles in oil. *Tribology Letters*, 8(4), 213-218. <https://doi.org/10.1023/A:1019151721801>
- Zhou, L., Xie, M., Jia, M., & Shi, J. (2013). Computer Simulation of Combustion Process in a Piston Engine With a Porous Medium Regenerator. *J. Thermal Sci. Eng. App.* 5(4): 041004--041004-10.
- Zulkifli, N. W. M., Kalam, M. A., Masjuki, H. H., & Yunus, R. (2013). Experimental Analysis of Tribological Properties of Biolubricant with Nanoparticle Additive. *Procedia Engineering*, 68, 152-157. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.12.161>
- (1996). Test Method for Measurement of Extreme-Pressure Properties of Lubricating Fluids (Timken Method). ASTM International. <https://doi.org/10.1520/D2782-01>

## ANEXOS

### **ANEXO 1 COMITÉ DE BIOÉTICA**

El presente proyecto de investigación tuvo como fin encontrar el diseño de aditivos a lubricantes para motores de combustión interna de uso automotriz que mejorasen las propiedades mecánicas y disminuyan el desgaste y la fricción de los componentes del motor.

Se realizó la síntesis de nanopartículas metálicas que ya tienen uso comercial en otros medios siguiendo las buenas prácticas de laboratorio a través de la capacitación de los investigadores involucrados en materia de seguridad y disposición de desechos.

El beneficio de la síntesis de las nanopartículas metálicas y de su aplicación como aditivos en lubricantes, es el desarrollo de tecnología y procesos con recursos nacionales, la solución a problemas específicos de la industria automotriz en México y a través de ello el ofrecer un producto de calidad para un consumidor nacional, competitivo con marcas y patentes internacionales.

La metodología empleada tanto para la síntesis como para las pruebas de características fisicoquímicas de los lubricantes adicionados con las nanopartículas metálicas sintetizadas son pruebas utilizadas en ámbito científico y en la empresa automotriz para la estandarización de calidad de los lubricantes.

Se trabajó en el laboratorio mediante la metodología de Buenas Prácticas, teniendo cuidado absoluto al entrar al laboratorio. Se utilizó el equipo de seguridad de laboratorio adecuado en el transcurso del desarrollo experimental del proyecto, teniendo como equipo base la bata de laboratorio, guantes de nitrilo, zapatos de seguridad, pantalón grueso, lentes de seguridad y mascarilla con filtros HEPA.

La síntesis de materiales nanoestructurados se realizó siempre bajo supervisión, trabajando en un ambiente controlado.

La disposición de residuos se llevó a cabo de manera adecuada midiendo previamente la presencia de peligrosidad de los residuos, aquellos residuos que no



presentaron características de peligrosidad se eliminaron en depósitos de basura, si el residuo no peligroso fue sólido; en caso de ser líquido no peligroso y no contaminante, se eliminó a través del drenaje.

Posteriormente, para los residuos que presentaron características de peligrosidad Química, por los compuestos con los que se trabajó, se clasificó en Corrosivos, Reactivos, Explosivos, Tóxicos o Inflamables. Una vez determinado el tipo de residuos con los cuales se ha trabajado, se depositaron en contenedores previamente etiquetados y serán almacenados hasta ser transportados a instituciones especializadas en el manejo y disposición final de residuos.

## **ANEXO 2 Norma ASTM D 2782-01, Timken OK**

### **“9. Procedure**

9.1 Fill the reservoir of the tester to within 76 mm (3 in.) of the top (approximately 3 L or 3 qt) with the fluid to be tested. Preheat the fluid to 37.8 6 2.8°C (100 6 5°F).

NOTE 3—The fluid may be heated by the use of an immersion heater located in the tester reservoir or by heating the fluid prior to filling the reservoir. If an immersion heater is used, localized overheating must be avoided. This may be done by stirring or by circulating prior to the assembly of the lever arm.

2 NOTE 4—Fluids having a viscosity above about 5000 cSt (5000 mm /s)

at 40°C often cannot be tested at the prescribed fluid temperature of 37.8 6 2.8°C (100 6 5°F) because of inability of the pump to recirculate the fluid at this temperature. However, results from limited cooperative tests, covered in Tables A1.1 and A1.2, indicate that the starting fluid temperature could be increased to 65.6°C (150°F) to obtain adequate flow without affecting OK or score values. Testing of such high-viscosity fluids at room temperature in the Test Method D 2509 grease feeder also appears valid but may be difficult because of fluid leakage.

9.2 Set the discharge valve at full open. Allow the lubricant to flood the test cup and block. When the sump is about half filled with the fluid, start the motor and run for 30 s to break-in. If the equipment used is equipped with acceleration control, start the motor and increase the spindle speed gradually to achieve 800 6 5 rpm after 15 s. Run for a further 15 s to complete the break-in.

9.3 After a break-in period of 30 s, start the timer and apply at 8.9 to 13.3 N/s (2 to 3 lbf/s), a load that is less than the expected score load. In the absence of a better estimate, a starting load of 30 lbf is recommended. The load-lever arm, spring-weight platform assembly is not considered a part of the applied load. In the event a lower starting load is used, it must be a multiple of 6. Then allow the machine to run

at 800 6 5 rpm for 10 min 6 15 s after load application is initiated, unless a score is detected before that period.

9.4 If, after the load has been applied, scoring is evident by vibration or noise, stop the tester at once, turn off the flow of lubricant, and remove the load. Since the excessive heat developed with deep scoring may alter the surface characteristics of the entire block, discard the test block. (**Warning**— The machine and test pieces may be hot at this point and care should be exercised in their handling.)

9.5 If no scoring is detected, allow the tester to run for 10 min 6 15 s from the start of the application of the load. At the end of the 10-min 6 15-s period, reverse the loading device and remove the load from the lever arm. Turn off the motor, allow the spindle to come to rest, then turn off the flow of fluid. Remove the load lever and inspect the condition of the test block surface at 13 magnification. Microscopical observations shall not be used to define when scoring has occurred. The lubricant has failed at the imposed load if the wear scar indicates any scoring or welding.

NOTE 5—A microscope may be used to examine the wear scar for further information as required in 10.2

9.6 If no score is observed, turn the test block to expose a new surface of contact and, with a new test cup, repeat the test, as in 9.5, at 10-lbf increments until a load that produces a score is reached. At this point decrease the load by 5 lbf for the final determination.

NOTE 6—Before each test in 9.6-9.8 cool the fluid in the reservoir to 37.8 6 2.8°C (100 6 5°F), cool the shaft to less than 65.6°C (150°F), install a new test cup, and turn the test block to expose a new surface of contact. When seizure has occurred, discard the entire test block since excessive heat, developed when scarring occurs, may alter the surface characteristics of the entire block.

9.7 If a score is produced at the 30-lbf load, reduce the load by 6-lbf decrements until no scoring is realized. At this point, increase the load by 3 lbf for the final determination.

9.8 When the wear scar evidence at any load stage makes the definition of the onset of scoring questionable, repeat the test at the same load. If the second test produces a score, record a score rating for this load. Similarly, if the second test produces no scoring, record a no score rating. If the second test again yields a questionable result, simply withhold judgment of the rating at this load stage and test the fluid at the immediately next higher load stage. Then assign a rating to the load stage in question that is identical to the rating obtained at the immediately next higher load stage employed.”