Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Occidente

Reconocimiento de validez oficial de estudios de nivel superior según acuerdo secretarial 15018, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 29 de noviembre de 1976.

Departamento de Procesos Tecnológicos e Industriales

Maestría en Ingeniería de Productos y Procesos

EFECTO DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINC EN EL DESEMPEÑO MECÁNICO DE LAS GRASAS DE LITIO EN ACEITE MINERAL

Trabajo recepcional que para obtener el grado de

Maestría en Ingeniería de Productos y Procesos

Presenta: Ana Laura Aguilar Sánchez

Asesora: Dr. Elsie Evelyn Araujo Palomo

San Pedro Tlaquepaque, Jalisco. septiembre de 2022.

Tabla de contenidos

Tabla de contenidos. 2

Agradecimientos 4

Resumen 5

Abstract 6

1. Fundamentación del trabajo 7

1.1. Identificación y caracterización del problema a atender 7

1.2. Contexto de la propuesta de intervención 9

1.2.1. Contexto de la empresa 9

1.2.2. Contexto de la industria 10

1.2.3. Análisis causa-efecto 11

1.2.4. Matriz de marco lógico del problema 12

1.3. Objetivos de la intervención 13

1.4. Delimitaciones y área funcional a intervenir 14

1.5. Justificación y pertinencia del trabajo 15

2. Marco conceptual o de referencia 16

2.1. Estado de la cuestión 16

2.2. Conceptos y enfoques teóricos relacionados 18

3. Estrategia metodológica o de intervención 20

3.1. Justificación de la estrategia metodológica o de intervención 20

3.2. Herramientas e instrumentos 21

3.3. Muestra o sujetos de investigación 28

3.4. Metas de información 31

4. Exposición de hallazgos 32

4.1. Sistematización y aplicación de escalas de medición 32

4.2. Organización de la información obtenida 32

4.3. Impacto de la estrategia en la solución del problema 38

5. Discusión final 39
5.1. Consecuencias de la aplicación de la estrategia de innovación 39
5.1.1. Aspectos de mejora para intervenciones subsecuentes 39
5.2. Relevancia y trascendencia disciplinaria del caso 40

Referencias bibliográficas 41

índice de figuras 44

Índice de tablas 45

Agradecimientos

Primeramente, agradezco Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Occidente (ITESO) por haberme dado la oportunidad de estudiar la maestría, así como también a los diferentes docentes que brindaron sus conocimientos y su apoyo para seguir adelante día a día.

Agradezco a mi asesora Dra. Elsie Araujo por haberme guiado y apoyado durante esta etapa de desarrollo para mi trabajo de obtención de grado.

Mi agradecimiento también va dirigido al Director de Tecnología de la empresa Interlub Roberto Iberri Martinez, así como al Gerente de Tecnología Miguel Preciado por haber aceptado y fomentado que realice esta maestría, gracias por su conocimiento y guía a través de todo este tiempo.

Y para finalizar quiero agradecer a mis padres que me enseñaron muchas cosas vitales para la vida y me encaminaron por el buen sendero, su dedicación ha sido fundamental y han estado conmigo en cada etapa de mi vida.

Resumen

Las grasas de litio son ampliamente utilizadas en bastantes aplicaciones industriales, por lo que ser capaz de mejorar alguna de las propiedades típicas de una grasa es una oportunidad que se desea obtener.

En este trabajo se presentarán los efectos que las nanopartículas de óxido de zinc generan en las grasas de litio en aceite mineral, siendo uno de los objetivos principales la estabilidad mecánica. Esta propiedad, junto con la consistencia, el punto de gota, sangrado y apariencia visual son algunas de las características que se estarán analizando para ver si existe alguna mejora favorable.

Se obtuvieron las nanopartículas de óxido de zinc mediante el proceso de intercambio iónico, para después ser adicionadas al proceso de fabricación de la grasa de litio, con la finalidad de incorporar las nanopartículas en la estructura principal de la grasa.

Para evaluar el desempeño de las nanopartículas de óxido de zinc ya incorporadas en la grasa, fue necesario realizar pruebas fisicoquímicas a la grasa sin y con nanopartículas, así como pruebas de caracterización más específicas como reometria, análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial. Mientras que a las nanopartículas se les realizo una distribución de tamaño de partículas y microscopía electrónica de transmisión (TEM por sus siglas en inglés) para conocer su morfología.

Los resultados obtenidos fueron satisfactorios, tanto con el método seleccionado para la obtención de nanopartículas de óxido de zinc como en su comportamiento una vez incorporadas en la grasa. El método obtenido no implica el uso de materiales tóxicos, corrosivos o de disponibilidad limitada, son obtenidas mediante un bajo consumo energético, haciendo de estas un proceso eco amigable y fácilmente escalable al área productiva.

Abstract[1]

Lithium greases are widely used in quite a few industrial applications, so being able to improve some of the typical properties of a grease is an opportunity you want to obtain.

This paper will present the effects that zinc oxide nanoparticles generate in lithium greases in mineral oil, being one of the main objectives the mechanical stability. This property, together with consistency, dropping point, bleeding and visual appearance are some of the characteristics that will be analyzed to see if there is any favorable improvement.

The zinc oxide nanoparticles were obtained through the ion exchange process, and then added to the lithium grease manufacturing process, with the aim of incorporating the nanoparticles into the main structure of the grease.

To evaluate the performance of the zinc oxide nanoparticles already incorporated in the grease, it was necessary to perform physicochemical tests on the grease without and with nanoparticles, as well as more specific characterization tests such as rheometry, thermogravimetric analysis and differential calorimetry. While the nanoparticles were analyzed in a particle size distribution and a transmission electron microscopy to know their morphology.

The results obtained were satisfactory, both with the selected method for obtaining zinc oxide nanoparticles and their behavior once incorporated in the grease. The method obtained does not imply the use of toxic, corrosive or limited availability materials; they are obtained through a low energy consumption, making them an eco-friendly process and easily scalable to the productive area.

1. Fundamentación del trabajo

Para prolongar y mantener en un funcionamiento optimo un equipo o maquinaria es recomendable una lubricación adecuada. Para esto existen diferentes productos en el mercado encargados de cumplir esta función, tales como aceites, grasas, ceras, entre otros. De estos lubricantes mencionados, las grasas base litio son las más versátiles debido a su buen desempeño en múltiples aplicaciones, han tenido una gran demanda en varias aplicaciones y condiciones generando una alta cantidad de productos de grasas de litio, donde cada fabricante tiene su propios controles y parámetros, con sus variantes de proceso y formula (Marvin E. Erwin, Leslie U. Franklin, 1954) (Robert C. Jones, Berkeley, 1953) para poder cubrir las necesidades establecidas por los clientes.

Una grasa puede describirse como un lubricante semifluido a sólido *(National Association of Lubricating Grease Manufactures*, 1937), su fluidez se modula principalmente con la cantidad de aceite base que se utilice en la formulación. Debido sus múltiples aplicaciones, las grasas de litio son producidas en varias presentaciones, diferentes consistencias, apariencias, desempeños, entre otros, para poder atender las necesidades de cada cliente y condición especifica. En particular en este trabajo de obtención de grado (TOG), se enfocará en evaluar el efecto de nanopartículas de óxido de zinc en el desempeño mecánico de las grasas de litio en aceite mineral. Las grasas de litio estudiadas en este documento son producidas por la empresa Interlub Group.

1.1 Identificación y caracterización del problema a atender

Interlub Group cuenta con sus métodos para fabricar las grasas de litio, y debido a la gran variedad de presentaciones del producto se requieren soluciones enfocadas a las necesidades de producción. Resulta crucial buscar nuevas maneras y alternativas que permitan mejorar la eficiencia en los procesos y productos, con el principal objetivo de disminuir los tiempos de diseño y desarrollo de componentes mecánicos.

Estas mejoras deberán mantener la calidad del producto, cumpliendo los requerimientos de cliente y los lineamientos internos, para seguir obteniendo productos que cumplan las necesidades establecidas.

Basado en el contexto antes expuesto, por naturaleza todas las grasas, presentan incompatibilidades entre ciertos materiales al momento de fabricarse, y en algunos casos se tienen algunas restricciones dependiendo del uso de la grasa o especificaciones del cliente.

En este caso, la grasa de litio con aceite mineral que modifico para prolongar su desempeño tiene ciertos requerimientos que debemos cumplir y evitar modificar de forma negativa en su desempeño. Una grasa puede tener diferentes características, incluso siendo de la misma familia de espesante.

Una de las características principales son las consistencias de la grasa, dependiendo del uso o aplicación que sea requerida, estas consistencias y sus rangos están especificadas por la "Instituto Nacional de Grasas Lubricantes" (NGLI, 1993). La Tabla 1 menciona los rangos de consistencia y su clasificación. Para nuestro proyecto de estará trabajando con un grado NGLI 2, ya que esta consistencia es de las más usadas y solicitadas en la industria.

Tabla 1 Rango de las Consistencias de las grasas, NGLI

NGLI	**000**	**00**	**0**
Consistencia Trabajada, 0.1 mm	445-475	400-430	355-385
Consistencia	Muy Suave	Muy Suave	Suave
NGLI	**1**	**2**	**3**
Consistencia Trabajada, 0.1 mm	310-340	265-295	220-250
Consistencia	Suave	Cremosa	Semi sólida
NGLI	**4**	**5**	**6**
Consistencia Trabajada, 0.1 mm	175-205	130-160	85-115
Consistencia	Rígida	Rígida	Dura

1.2 Contexto de la propuesta de intervención.

Con los datos presentados, se han seleccionado las variantes a considerar para ir enfocando el proyecto y realizar los ensayos con la menor cantidad de variaciones. Al enfocarse en solamente un tipo de espesante (litio simple) y un solo aceite base (mineral) ayuda a reducir el uso de materiales disponibles con los que se pueden implementar.

La propuesta que se tiene es el de encontrar un nano material que ayude a prolongar el tiempo útil de la grasa en la aplicación, evitando que pierda estructura al momento de ser sometida al trabajo y condiciones ambientales. Existen trabajos de investigación que están estudiando nuevas síntesis de nanocompuestos utilizando almidón, aminoácidos (J., 1998), glicoles (PPG) (Eastman, 2001) y nanopartículas de ZnO (NPS) (Qiang He, Wang, Zhang, Kong, & Yang, 2018), que exhiben propiedades de memoria de forma, siendo de interés el uso de las nanopartículas de óxido de zinc debido a su gran compatibilidad con diferentes materiales, así como las propiedades benéficas que puede aportar en el desempeño de la grasa (Ahmed, A., Ghazaly, & G.T., 2020).

1.2.1 Contexto de la empresa.

Interlub Group se caracteriza en ser una empresa no común, ya que desarrolla productos a “la medida”, debido a que se destaca en dar soluciones específicas para las condiciones requeridas por cada cliente, esto nos demanda una alta necesidad de estar a la vanguardia y búsqueda de nuevos materiales y/o procesos para poder satisfacer las necesidades de los clientes (Polishuk, 1998).

Interlub Group se enfoca en el desarrollo de lubricantes especializados (aceites, grasas, pastas, recubrimientos, desmoldantes de vidrio, entre otros) de alto desempeño, para diferentes condiciones de operaciones. Fue fundada en 1984 y actualmente cuenta con cuatro enfoques principales: Interlub, Interglass, Intermol e Intermotive.

Estos subgrupos dentro de la compañía fueron creados con el fin de tener personal capacitado y enfocado en las necesidades de los clientes, involucrándolos activamente en el

desarrollo del producto. Interlub Group sabe que cada cliente es único y tiene necesidades únicas, por eso cuenta con un sistema de producción altamente flexible en el que fabrica alrededor de 600 productos diferentes al año y aproximadamente 5,500 lotes. Gracias a esto Interlub Group tiene presencia en más de 35 países del mundo.

Debido a que Interlub está dispuesto a dar soluciones específicas a los clientes, no hay impedimento en realizar procesos o productos que pudieran no ser los comunes de una típica empresa lubricante, es por lo que se desarrolla los procesos y condiciones para cada producto cumpliendo no solo con parámetros del producto, también ayudar a reducir costos tanto en consumo como energético y controlar impactos ambientales mediante el uso adecuado de lubricantes.

1.2.2 Contexto de la industria.

Debido a que las grasas de litio son ampliamente utilizadas en varias aplicaciones industriales (Booser, CRC Handbook of Lubrication, 1987) (Polishuk, 1998), en Interlub tenemos varios sectores donde los requerimientos son muy específicos y críticos para poder ser utilizados. Algunos de

- Sector Automotriz Nacional: la mayoría de sus aplicaciones deben cumplir con requerimientos de desempeño puntual y visual. Al ser aplicadas en porta lentes, descansabrazos, no deben presentar escurrimientos de aceites. A su vez, uno de los requerimientos importantes con ellos son las características visuales, es decir, si solicitan que cumplan cierto color estándar debe ser el establecido por ellos ya que en algunos casos es un indicador UV que sirve para cerciorarse que la parte donde se aplicó la grasa este debidamente colocada y la cantidad requerida.
- Sector Minero: en estas aplicaciones la demanda de desempeño de la grasa llega a ser extrema, ya que esta suele estar expuesta agua, polvos, productos químicos, alto desgaste, temperaturas extremas, entre otros. Siendo estas condiciones las más críticas a cumplir.

- Sector Alimenticio: estas aplicaciones son las que tienen mayores restricciones en cuanto al uso de materiales, ya que la grasa estará en contacto indirecto con productos destinados al consumo.

1.2.3 Análisis causa-efecto.

Algunos de los limitantes o problemas principales para poder obtener una grasa (USA Patente nº 2847382, 1958) se representan en la ilustración 1, donde se ejemplifican los problemas antes y después de producir la grasa.

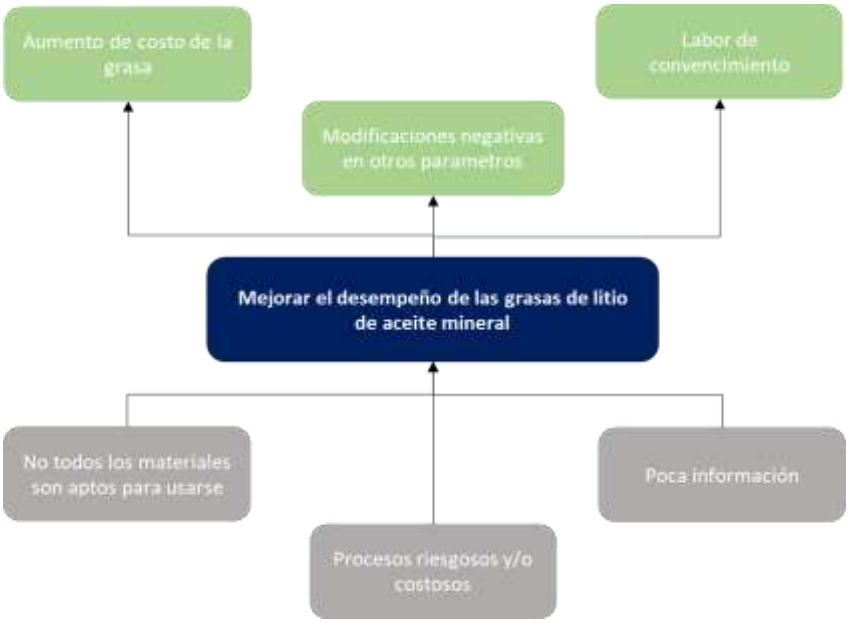

Ilustración 1 Representación de Causa y Efecto para la modificación de una grasa de litio en aceite mineral

Cuando se modifica una grasa para mejorar su desempeño es necesario adicionar elementos (materiales) que pueden incrementar el costo o repercutir algún parámetro (Booser, CRC Handbook of Lubrication, 1987) (Mortier, Fox, & Orszulik, 2010) (USA Patente nº 2652366, 1953), otra forma de modificar el desempeño de la grasa es mediante la implementación de etapas nuevas al proceso de fabricación (USA Patente nº 2847382, 1958) (USA Patente nº 5236607, 1993) (Matthews, 1953) como aplicar vacío, suministrar una atmosfera inerte de nitrógeno, entre otros.

A nivel nacional no existe mucha promoción sobre el desarrollo de nanotecnologías, entre 1994 y 2011, la investigación en nanotecnología realizada en México había generado un total de 175 patentes registradas ante la Organización Mundial de Propiedad Intelectual. Otros indicadores de la presencia de la nanotecnología en México son las 188 empresas nanotecnológicas que, según la OCDE, tienen presencia en el país desde el 2012 (Foladori et al., 2014), o los más de 400 investigadores que trabajan en el área (Záyago–Lau y Foladori, 2010). En total, se estima que hay un aproximado de 50 instituciones y cerca de 159 laboratorios dedicados a la nanotecnología en México, siendo algunos ejemplos concretos el IMP, la UNAM, el IPICyT, CIQA, y el INAOE, que cuenta con el Laboratorio Nacional de Nanoelectrónica.

1.2.4 Matriz de marco lógico del problema.

Generalmente la degradación de una grasa se debe a un desgaste químico o mecánico. Debido a esto, a la grasa se le agrega materiales conocidos como aditivos. Estos cumplen con la función de evitar que el producto sufra degradación antes y durante su uso. En la ilustración 2 se ejemplifica los porcentajes típicos de una grasa junto con sus respectivos aditivos, estos pueden variar dependiendo del espesante, aplicación y del mismo fabricante.

Ilustración 2 Representación de los componentes de una grasa

Es por eso por lo que al seleccionar las nanopartículas de óxido de zinc se considera como un aditivo que aportara elementos contra la degradación mecánica de la grasa. Como actualmente el óxido de zinc es empleado con esta finalidad, este no presentara algún comportamiento de incompatibilidad o rechazo al momento de implementarlo en la grasa.

En la tabla 2 se muestran las principales consideraciones para definir las opciones para el proceso de nanopartículas y posibles pruebas a realizar tanto a las nanopartículas de óxido de zinc como al producto terminado, que sería la grasa de litio.

Tabla 2 Marco lógico de prolongar la vida útil de la grasa de litio usando nanopartículas

	Objetivos	Indicadores	Verificación	Supuestos
Fin Perseguido	Prolongar la vida útil de la grasa	Estabilidad mecánica, Consistencia, Perdida de viscosidad, Tiempo de re-lubricación	Pruebas de laboratorio establecidas por la ASTM y parámetros de Interlub	Se contará con la disponibilidad de las instalaciones y quipos de Interlub y del ITESO
Propósito	Reducir el consumo de las grasas de litio usando nanopartículas	Compatibilidad de las nanopartículas con la grasa y su proceso de fabricación actual	Pruebas para comprobar el desempeño de la grasa y verificar los demás parámetros	Al prolongar la vida útil de la grasa en proceso, su consumo disminuye
Componentes	Nanopartículas de óxido de zinc obtenidas de forma ecoamigable	Obtención de nanopartículas en un proceso estable y viable	Medición de la distribución de nanopartículas y los tamaños obtenidos, así como su morfología	Las partículas obtenidas aportaran una mejora a la grasa al interactuar a nivel estructural
Actividades	a) Definir la nanopartícula a utilizar b) Definir el proceso de obtención de las nanopartículas c) Definir paso de integración a la grasa	a) Compatibilidad b) No Tóxicos c) Sin alteraciones negativas	Mediante las limitantes establecidas, se estará trabajando con los equipos disponibles en Interlub y que puedan implementarse en un futuro en el área productiva	Utilizando equipos de bajo consumo energético será más fácil su escalamiento

1.3. Objetivos de intervención.

Prolongar el desempeño mecánico de las grasas de litio con aceite mineral mediante nanopartículas de óxido de zinc obtenidas mediante un proceso eco amigable y compatible con la grasa. La finalidad de producir las nanopartículas es obtenerlas con nuestras condiciones y parámetros necesarios para asegurar la compatibilidad con nuestros materiales.

Objetivos específicos:

- Obtener nanopartículas de óxido de zinc (ZnO NPs) en un medio acuoso.
- Elección de proceso que sea factible en la empresa Interlub.
- Evaluar la incorporación de las nanopartículas a la grasa de litio durante proceso convencional de fabricación que se emplea actualmente.
- Medir el tiempo de deformación viscoelástica de la grasa.

1.4. Delimitaciones y área funcional para intervenir.

Debido a que Interlub Group cuenta con un equipo de investigación y Desarrollo, la empresa tiene equipos que pueden son utilizados en el desarrollo y análisis del proyecto. En dado caso que se requiera alguna prueba o equipo con el que no se tenga, se cuenta con el apoyo del ITESO para el uso las instalaciones y equipos que sean requeridos, siempre y cuando estén disponibles.

Algunos de los limitantes principales del problema son las consideraciones del producto, las cuales se muestran en la tabla 3. Las pruebas con sus respectivos parámetros ayudan a delimitar la metodología a utilizar, así como saber que variables cuidar en el proceso. Estas pruebas están relacionadas entre sí, de forma que si la consistencia inicial da valores fuera del rango establecido (265-295mm) es necesario realizar trabajos de ajuste, los cuales provocan que alguno de los otros parámetros presente afectaciones en su desempeño.

Tabla 3 Parámetros establecidos para la grasa de litio a trabajar

Prueba	Norma ASTM	Parámetros
Consistencia, mm	D-217	265 – 295
Estabilidad Mecánica, %	D-217	≤ 5
Punto de Gota, °C	D-2265	≥ 180 °C
Sangrado, %	D-1742	≤ 10 %
Apariencia/color, visual	N/A	Beige claro

Estas delimitaciones por parte de nuestro producto principal nos definieron los medios y materiales a utilizar. Aunque hasta el momento solamente se ha tomado en cuenta la estructura principal de la grasa de litio en aceite mineral, sin embargo, para que una grasa cumpla con lo mínimo indispensable para su implementación se le debe añadir a su formulación aditivos que ayuden al desempeño donde va a ser aplicado.

La implementación de las nanopartículas de óxido de zinc está enfocadas principalmente a las grasas de color o aspecto blanco a beige, y en algunos casos estas grasas contienen óxido de zinc en su formulación con aditivos.

1.5. Justificación y pertinencia del trabajo.

El principal uso del litio en México y en el mundo es en la manufactura de baterías, con el 39%; cerámica y vidrio, el 30%; grasas lubricantes, 8%; polvos fundentes de fundición en continuo y producción de polímeros, 5%; tratamiento del aire, 3%; y otros usos, el 10% (Economia, 2018). Esto ha generado que el precio del litio en la industria aumente exponencialmente, provocando que las grasas de litio lleguen a incrementar su costo dos veces respecto al precio que ofertaba en el año 2018.

Interlub tiene una oferta de grasas de litio bastante amplia, desde consistencias establecidas por la NGLI como propias de alguna aplicación especial. Lo que genera que cada producto sea producido al momento de ser solicitado. Aunque existen situaciones donde ciertos productos comparten componentes similares en el producto base no siempre es posible partir de esa base para generar otro producto, ya que en algunos casos podría presentar resultados que perjudiquen su desempeño. Alguno de estos casos son los que se han estado mencionando desde un inicio, ya que presentan una interacción entre ellas.

Actualmente se ha utilizado un producto de óxido de sílice (Evonik Industries, 2015) debido a que este tiene un efecto de absorción que ayuda a mantener la unión entre la estructura de la grasa y los componentes líquidos que se adicionen posterior a la formación de la base. Sin embargo, este producto provoca que al someter a la grasa a una deformación (trabajo constante) cambie su estructura, provocando perdida de su estabilidad mecánica volviéndola fluida.

Se ha buscado otras opciones de materiales, algunos presentan compatibilidad solamente con aceites sintéticos, algunos afectan la apariencia (esto en grasas de color blancas), y en algunos casos el limitante es el costo del material. Por eso encontrar una solución que se acople a las condiciones y requerimientos (Tabla 3) especiales sería una ventaja y mejora considerable.

2. Marco conceptual o de referencia

Las nano partículas actualmente se están implementando en bastantes procesos debido a su buen desempeño que han demostrado en diferentes áreas como medicina, química, electrónica, entre otros (Malsch et al., 2015). Su tamaño hace que se requieran cantidades pequeñas para lograr mejoras al área que se desea mejorar; por ejemplo, en el área de electrónica están siendo ampliamente utilizadas en celulares, pilas, relojes, cámaras y todos los microcomponentes que actualmente llegan a ser considerablemente pequeños con la misma o mayor capacidad que sus precursores. Y muchas veces estos logros es gracias a las nanopartículas.

Utilizando un método controlable, de bajo impacto ambiental y energético para obtener las nanopartículas de óxido de zinc, que aporte características que ayuden a prolongar su vida útil en el trabajo mecánico al que será sometido en su aplicación y que no incremente considerablemente su costo final de la grasa de litio, será adecuado para el proceso y limitantes.

2.1. Estado en cuestión.

La implementación del litio en las baterías de electrónicos ha generado que el precio incremente considerablemente año tras año. Siendo este un detonante para la modificación de nuestros productos donde es utilizado el litio, ya que nuestro compromiso con el cliente es el de proveer productos a la medida y diseñados para las condiciones y características de cada uno, por

lo que surge la necesidad de buscar alternativas al problema suscitado del incremento de la materia prima (LiOH).

Las diferentes aplicaciones de los nanomateriales tienen la tendencia de aportar beneficios económicos, ambientales y sociales si son adecuadamente implementados (Malsch, Subramanian, Semenzin, Hristozov, & Marcomini, 2015). Es por lo que al establecer las condiciones de obtención de las nanopartículas de óxido de zinc mediante procesos eco amigables realmente se está aportando los beneficios mencionados anteriormente.

Para facilitar la decisión de producción de nanotecnología sustentable, es necesario tener en consideración los siguientes pasos:

- Riesgos e impactos de los posibles nanomateriales a seleccionar.
- Ventajas y desventajas de las opciones a considerar.
- Técnicas de obtención de nanopartículas disponibles.
- Costos.

Al ser un proceso de bajo consumo energético, sin usar sonicadores que ponen en riesgo al personal, sin componentes tóxicos, y sobre todo considerando los equipos con los que actualmente tenemos disponibles, el proyecto tiene altas posibilidades de ser implementado en el área productiva sin generar riesgos o costos mayores, pero a su vez mejorando la grasa.

La adición de nanopartículas a las grasas tiene diferentes aportes dependiendo las condiciones de trabajo al cual va a ser expuesto el lubricante (Booser, CRC Handbook of Lubrication, 1987), se escogerá el tipo de partícula que va a ser utilizada (Trinchet, 2019) (Seiichiro Hironaka, 1983). Algunas nuevas características que proporcionan la adición de nanopartículas son las siguientes:

- Formación de una capa protectora: se forma una capa de nanopartículas sobre las superficies donde exista contacto con el lubricante, prolongando la vida útil del material.
- Efecto de cojinetes: el deslizamiento entre superficies se mejora, previniendo el desgaste generado por la fricción constante entre superficies en contacto.

- Disipación del calor generado durante el trabajo.
- Aumento de la viscosidad del aceite base.

La importancia de adicionar las nanopartículas de óxido de zinc en una fase acuosa es el de reducir su tendencia a reagruparse, formando tamaños de partículas de mayor tamaño.

2.2. Conceptos y enfoques teóricos utilizados

Es importante conocer cuál es el proceso de fabricación que se usa en Interlub, el cual se encuentra representado en la ilustración 3. Donde primero se reacciona el ácido graso con el aceite mineral, alcanzando la temperatura de fusión del ácido graso. Una vez realizado ese paso, se adiciona el hidróxido de litio disuelto en agua bidestilada. Debido al agua adicionada y la que se libera durante la reacción, es necesario evaporar toda el agua del proceso, y es en esta etapa donde seria incorporada las nanopartículas de óxido de zinc obtenidas. El último paso consta en agregar los aditivos a la grasa, principalmente son elementos antioxidantes, anticorrosivos, inhibidores, entre otros.

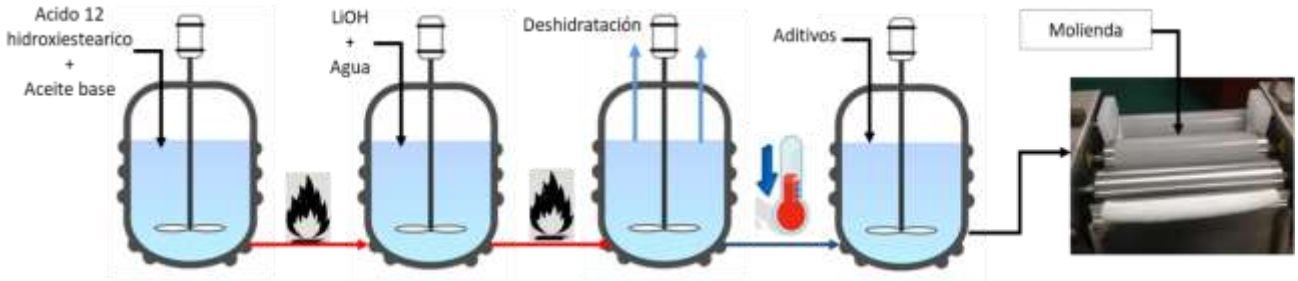

Ilustración 3 Representación del proceso de fabricación de una grasa de litio en la empresa Interlub

De ahí que, inicialmente, se parte del entendimiento del tamaño para poder definir a la nanotecnología. A saber, un nanómetro representa una unidad de longitud del orden de unos mil millonésimos partes de un metro. Existen varios ejemplos, usados con frecuencia por los nanotecnológos para ilustrar el tamaño del que se habla, como la referencia de un cabello

humano que contiene alrededor de 80,000 nanómetros (nm) de longitud; el virus del VIH, puede medir 60 nm; una bacteria puede llegar a medir 20 nm.

Conforme al proceso que se estará utilizando para la obtención de nanopartículas, el medio utilizado será una suspensión (CINAR, 2017) (Kaur, 2017), esto debido a que estaremos trabajando en rangos de tamaño de partículas con bastante variación entre ellas.

Las suspensiones son mezclas heterogéneas formadas por partículas de tamaño superior a 1 micra que se encuentran suspendidas en un medio sin ser solubles. Ejemplos de suspensiones: Jugo de frutas, agua turbia de los ríos que sedimenta a su desembocadura.

En la ilustración 4 se muestra una representación de los tamaños de partículas en fase liquida:

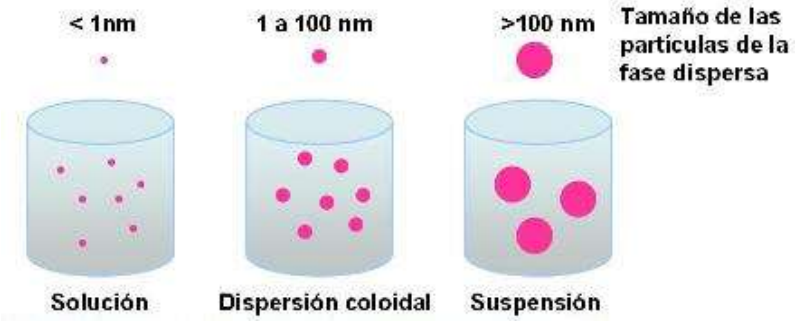

Ilustración 4 Representación de los diferentes tamaños de partículas

Cuando se quiere trabajar con un rango especifico de tamaño de partícula es necesario el uso de procesos agresivos, mayor consumo energético, para lograr controlar los tamaños de partículas a obtener. Como nuestro proceso es de bajo consumo energético, los tamaños de partículas a obtener tendrán mucha variación, y esto generara que la muestra contenga los tres elementos mencionados previamente.

3. Estrategia metodológica o de intervención.

Tomando en cuenta que el precio del litio seguirá incrementando, es necesario prolongar la vida útil de las grasas de litio.

Las grasas consisten en un sistema de dos fases, en donde el jabón y el aceite forman dos fases distintas (Matthews, 1953) (Polishuk, 1998). Al adicionar partículas de óxido de zinc realizadas con las características necesarias para poder ser empleadas directamente en nuestros procesos de manufactura de grasas. Sabemos que las grasas con ciertos componentes llegan mejorar sus propiedades, sin embargo, dependen de la longitud/diámetro de dichos componentes debido a que se desean crear un vínculo entre las fibras del jabón y el aceite.

Esto nos da pauta al uso de los nanomateriales que hoy en día están siendo utilizados actualmente en los aceites, mejorando su desempeño funcional (Ahmed, A., Ghazaly, & G.T., 2020) (He, Wang, Zhang, Kong, & Yang, 2018).

3.1. Justificación de la Estrategia.

La investigación tiene por objetivo conocer las principales metodologías para la obtención de nanopartículas para seleccionar e implementar la que mejor se adapte a las necesidades y condiciones, parte de la metodología es el de desarrollar tanto el proceso y análisis de las nanopartículas, así como su incorporación y valoración en la grasa de litio en aceite mineral.

Mediante el uso de nanopartículas de óxido de zinc se harán modificaciones a la estructura de la grasa, sin llegar a modificar de forma desfavorable los parámetros establecidos, logrando interactuar con la estructura de esta haciendo que soporte más tiempo las condiciones de fatiga. Al trabajar en la escala de las nanopartículas en una solución facilita la integración en el proceso de formación de la grasa.

Teniendo en cuenta los métodos que existen para la realización de las nanopartículas, instalaciones y disponibilidades con las que se cuentan en Interlub, para seleccionar el método para la preparación de estas muestras se consideraron los siguientes puntos (Malsch, Subramanian, Semenzin, Hristozov, & Marcomini, 2015):

Costos: ya que la mejora que se desea hacer a las grasas no debe incrementar más del 10% del costo final del producto, teniendo en cuenta que ese 10% incluye materiales y equipos a utilizar.

Seguridad/Ambiental: el proceso debe ser seguro para el personal y, de ser posible, afectar lo menos posible al medio ambiente. Existen procesos en los que se requiere una gran demanda de energía, generando un ambiente no muy seguro y costoso. En el caso de los productos que se requieren para la fabricación de las nanopartículas algunos métodos emplean sustancias en los que los residuos podrían generar un costo o problema mayor.

Factibilidad: a nivel laboratorio los ensayos son viables y fácilmente controlables, pero al momento del escalamiento comienzan a aparecer los problemas conforme a las diferencias entre los equipos y la disponibilidad o compromiso del personal. Se debe considerar las cantidades de materiales requeridos en una escala mayor, equipos, permisos especiales, entre otras consideraciones; esto con la finalidad de tomar la mejor decisión desde un inicio.

3.2. Herramientas e instrumentos.

A continuación, se detallan los instrumentos y herramientas que se requieren para la fabricación de una grasa, su análisis y a su vez los equipos y herramientas que se planea utilizar para la elaboración de las nanopartículas de óxido de zinc.

Como se ha mencionado en puntos anteriores, existen varias pruebas establecidas para comprobar que la grasa cumplirá con el mínimo requerido para su desempeño. Estas pruebas se detallarán a continuación:

ANALISIS FISICOQUIMICOS PARA LAS GRASAS.

- Consistencia: La consistencia de la grasa depende del tipo y cantidad del espesante usado y de la viscosidad del aceite base. La consistencia de la grasa es la resistencia a la deformación cuando se le aplica una fuerza. La medida de esa consistencia es llamada penetración. La penetración depende de si la consistencia ha sido alterada por la manipulación o trabajo mecánico. Se utilizan los métodos de prueba ASTM D217 (International A. , ASTM D 217-02, 2003)para medir la penetración trabajada y no

trabajada de las grasas. Para hacer esto, un cono de dimensiones establecidas se deja caer dentro de la grasa por cinco segundos a una temperatura estándar de 25 °C (77 °F). En la ilustración 5 se muestra el equipo Penetrómetro con el que se verifica la consistencia.

Ilustración 5 Penetrómetro analógico para consistencias

- Estabilidad Mecánica: para conocer este dato es necesario que la grasa verificada previamente sea sometida a un esfuerzo de deformación, mediante un equipo especial se hace pasar por una placa con orificios de ¼ de pulgada 60 veces, se toma la medida de la consistencia a 25°C para después someterla al mismo proceso 100,000 veces. Con estos datos se obtiene el valor de la estabilidad mecánica (International A. , ASTM D 217-02, 2003).

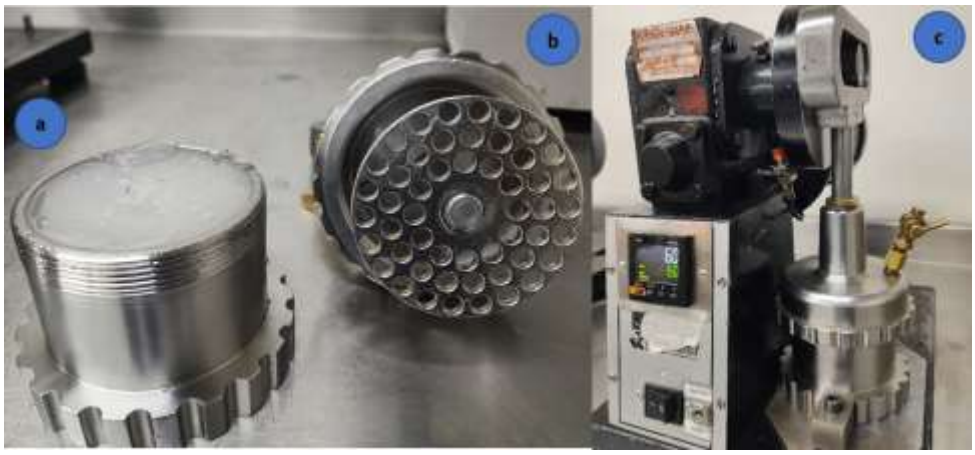

Ilustración 6 Equipo para trabajar la grasa 60 y 100000 golpes. a) Copa con la muestra de grasa; b) Placa con orificios para trabajar la grasa; c) Equipo automatizado para realizar el trabajo de 60 y 100000 golpes.

- Punto de Gota: es un indicador de la resistencia de la grasa al calor. A medida que la temperatura en la grasa se incrementa, la penetración aumenta hasta que la grasa se licua y pierde su consistencia. El punto de goteo es la temperatura a la cual la grasa se vuelve lo suficientemente fluida que suelta el aceite e indica la máxima temperatura a la cual la grasa mantiene su estructura, no la máxima temperatura a la cual la grasa puede ser utilizada. En la ilustración 7 podemos apreciar cómo se realiza la prueba, se programa la temperatura del equipo, se coloca la muestra en una copa de metal, dentro de un tubo de ensayo y se coloca a contraluz en el equipo. De esta forma observaremos cuando la grasa presente separación (International A. , ASTM D 2265-00, 2001).

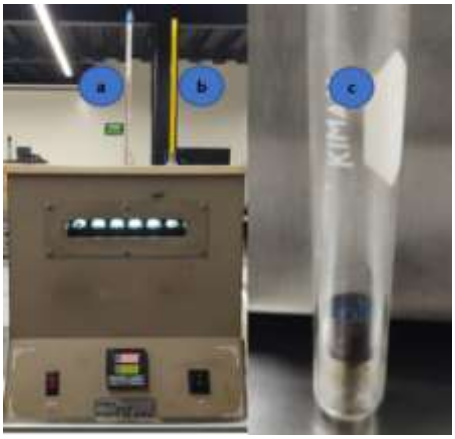

Ilustración 7 Prueba de Punto de gota; a) Temperatura del equipo; b) Temperatura de la muestra; c) Muestra

- Sangrado: La estructura esponjosa del espesante es la que genera la unión entre todos los componentes, permitiendo que el aceite fluya lentamente hacia el punto de lubricación cuando es necesario. Sin embargo, si el aceite fluye rápida e incontrolablemente del espesante, se dice que la grasa “sangra”. Para determinar el contenido residual del aceite que se separó se coloca cierta cantidad de grasa en un recipiente que nos permita la filtración del aceite que se separe de la grasa, dicho aceite será contenido en otro para poder conocer la cantidad real de material. La prueba se deja en un horno a 98±2 °C por un tiempo de 30 horas. En la ilustración 8 podemos apreciar cómo se prepara la muestra para después pasar 30 horas en un horno (Internacional, 2005).

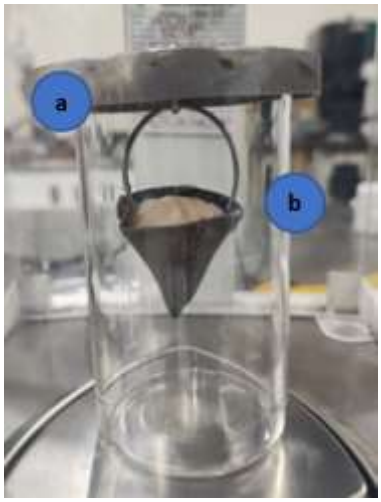

Ilustración 8 Equipo para prueba de sangrado. a) Vaso contenedor; b) Muestra

Los valores frecuentes están entre un 5 y un 25 por ciento, estos resultados varían dependiendo de la consistencia, espesante y del aceite base utilizado para la grasa. Para nuestro caso, suelen considerarse valores menores al 5%.

ANÁLISIS DE CARACTERIZACIÓN PARA UNA GRASA.

Para corroborar los datos obtenidos previamente por los análisis estándar realizados a las grasas, existen otros tipos de pruebas donde podemos obtener valores más específicos del comportamiento y desempeño de la grasa, de esta forma garantizamos que la grasa cumplirá con los parámetros especificados.

- Reómetro: es utilizado para medir la viscosidad aparente de una grasa a diferentes condiciones, se pueden variar la temperatura y la velocidad. Para medirla, se coloca una pequeña cantidad de grasa sobre una placa a temperatura controlada, para después aplicar una fuerza con un plato paralelo, el cual produce una brecha entre las placas superior e inferior, generando sobre la grasa una presión o fuerza. La fuerza entre las placas es reportada como la viscosidad, que para las grasas también se conoce con el nombre de “viscosidad de corte”.

Algunas de las propiedades reológicas importantes son:

- Viscosidad de corte en estado estacionario (relación entre esfuerzo de corte y velocidad de corte en flujo continuo simple)
- Diferencia de esfuerzos normales (relacionada con la elasticidad del material)
- Viscosidad compleja (respuesta del material en flujo oscilatorio)
- Módulo de almacenamiento (G') y módulo de pérdida (G'') (comportamiento viscoelástico lineal en flujo oscilatorio de baja amplitud)

El equipo que se utilizo es un Anton Paar MCR 102, que cuenta con un rango de temperatura desde -15°C hasta 190°C, el cual se muestra en la ilustración 8, utilizando las geometrías de platos paralelos.

Ilustración 9 Reómetro de platos paralelos

– Análisis termogravimétrico: El análisis termogravimétrico (TGA por sus siglas en inglés) se utiliza de forma generalizada con la calorimetría diferencial (DSC por sus siglas en inglés). El TGA mide la masa de una muestra mientras esta última se calienta o se enfría en una atmósfera definida. El TGA se usa principalmente para la caracterización de materiales en lo que respecta a su composición. Un instrumento de TGA/DSC le permite medir incluso eventos térmicos que no provocan un cambio de masa, como la fusión, la transición vítrea u otro tipo de transiciones de fase sólido-sólido (S. Suriñach, 1992). En la ilustración 9 se muestra el equipo utilizado para esta prueba, un Netzsch STA 449 F3 Jupiter.

Ilustración 10 Equipo Termogravimétrico

- Espectro infrarrojo: Esta cubre un conjunto de técnicas, siendo la más común una forma de espectroscopía de absorción. Así como otras técnicas espectroscópicas, puede usarse para identificar un compuesto e investigar la composición de una muestra. Se caracteriza por presentar bandas o absorciones en la región de 400 nm a 2500 nm (2500 cm^{-1} a 400 cm^{-1}), las cuales son el resultado de armónicos o combinación de bandas originadas en la región del infrarrojo medio. Los espectros infrarrojos están constituidos por la representación gráfica de la energía absorbida en función de la longitud de onda (Pouchert, 1981).

  La espectroscopía del infrarrojo cercano (NIR por sus siglas en inglés) está prácticamente orientada a la determinación y cuantificación de compuestos orgánicos, los cuales se caracterizan por la presencia de grupos funcionales como -OH, -NH, -CO y -CH en las muestras que se analizan. En la ilustración 10, se observa el equipo utilizado para la realización de estas pruebas, un Perkin Elmer Spectrum Two.

Ilustración 11 Espectro Infrarrojo

PRUEBAS PARA LAS NANOPARTICULAS DE OXIDO DE ZINC.

En esta sección se mencionan los equipos que se utilizaran para caracterizar las nanopartículas obtenidas de óxido de zinc.

- Analizador de tamaño de partícula: con el equipo Litesizer 500 de Anton Paar nos fue posible conocer la dispersión de tamaños de partículas obtenidas en nuestro proceso establecido, contando con un rango de medición de 0.3 nm hasta 10 µm. También es posible obtener el potencial Z, porcentaje de disolución, entre otras cosas.

Ilustración 12 Analizador de tamaño de partícula de Anton Paar

- TEM: El microscopio electrónico de transmisión (TEM por sus siglas en inglés) es un instrumento que aprovecha los fenómenos físico-atómicos que se producen cuando un haz de electrones suficientemente acelerado colisiona con una muestra delgada convenientemente preparada. Cuando los electrones colisionan con la muestra, en función de su grosor y del tipo de átomos que la forman, parte de ellos son dispersados selectivamente, es decir, hay una gradación entre los electrones que la atraviesan directamente y los que son totalmente desviados. Todos ellos son conducidos y modulados por unas lentes para formar una imagen final que puede tener miles de aumentos con una definición inalcanzable para cualquier otro instrumento. La información que se obtiene es una imagen con distintas intensidades de gris que se corresponden al grado de dispersión de los electrones incidentes.

  La imagen del TEM tal como se ha descrito ofrece información sobre la estructura de la muestra, tanto si ésta es amorfa o cristalina.

Ilustración 13 TEM marca Jeol JSM-1010

3.3. Etapas del proceso de aplicación/intervención.

La propuesta es generar las partículas de óxido de zinc mediante el método de sustitución de iones (Pablo Aquino Granados, 2016). Donde no es necesario el uso de componentes catalogados tóxicos o equipos de alto consumo energético.

En la Ilustración 14 se muestra la etapa del proceso sugerido para la formación de las nanopartículas de óxido de zinc mediante precipitación al realizar el intercambio iónico.

$$Zn(CH_3COO)_2 + 2LiOH \leftrightarrow npZnO + 2CH_3COOLi + H_2O$$

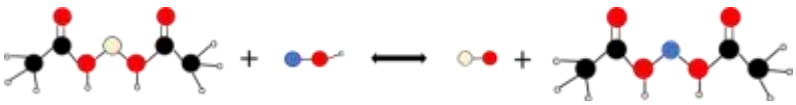

Ilustración 14 Representación de la formación de nanopartículas de óxido de zinc.

Para llevar a cabo esta reacción es necesario utilizar los siguientes componentes mostrados en la tabla 4:

Tabla 4 Elementos para la reacción de las nanopartículas

Material	Características	Concentracion
LiOH	Pureza >56%	0.1 M
Acetato de Zinc	Pureza >97%	0.5 M

Para el proceso de obtención de las nanopartículas es necesario utilizar una placa de calentamiento con agitación y un dosificador, como se muestran en la ilustración 15.

Ilustración 15 a) Placa de calentamiento; b) Bomba dosificadora

Estos equipos ayudan a mantener la temperatura, agitación y dosificación necesaria para llevar a cabo la reacción. El hidróxido de litio 0.1 M debe estar en una agitación media (200-300 rpm), respecto al equipo mostrado, con una temperatura de 50°C, mientras el acetato de zinc 0.5 M es adicionado con una velocidad de 0.18 mL/min.

En la ilustración 16 se aprecia la representación de la formación química de una grasa de litio normal, sin ningún otro componente salvo los necesarios.

$$CH_3(CH_2)_n \cdot COO \cdot CH_3 \cdot R + LiOH \leftrightarrow CH_3(CH_2)_n \cdot COOLi + H_2O$$

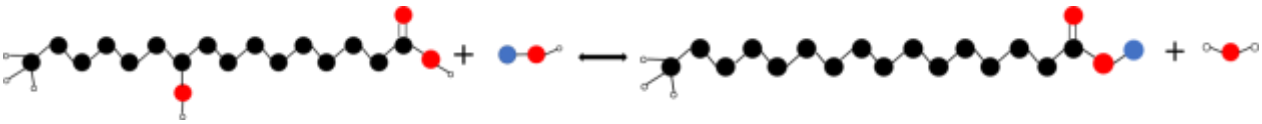

Ilustración 16 Representación química de la formación de una grasa de Litio

La Ilustración 17 representa la integración de las nanopartículas de óxido de zinc en la fase de saponificación, las nanopartículas de óxido de zinc son adicionadas en esta etapa para que interaccionen con la estructura de la grasa, considerando que todos los componentes utilizados en la formación de las nanopartículas son aprovechados en su totalidad.

$$CH_3(CH_2)_n \cdot COO \cdot CH_3 \cdot R + LiOH + npZnO \leftrightarrow CH_3(CH_2)_n \cdot COOLi \cdot npZnO + H_2O$$

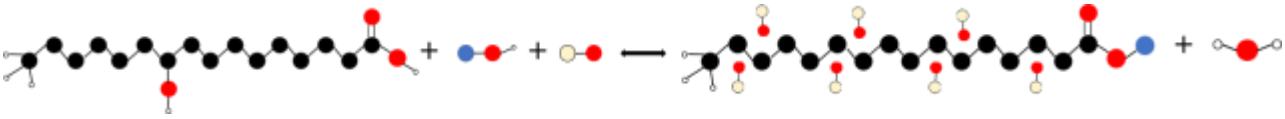

Ilustración 17 Representación de la integración de las nanopartículas de óxido de zinc en la grasa de litio

En la ilustración 18 se observa el proceso que se realizó para la obtención de las nanopartículas (Pablo Aquino Granados, 2016), su incorporación en el proceso de la grasa y a su vez se muestra la fabricación de la grasa de litio.

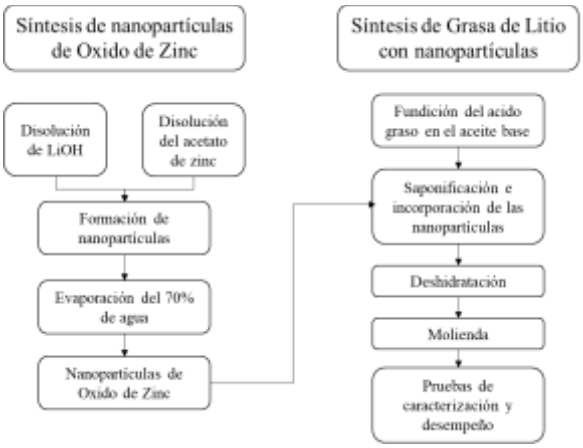

Ilustración 18 Diagrama del Proceso Implementado para la elaboración y uso de las nanopartículas

El procedimiento general se realizó primero formando las nanopartículas, se calentó los 250 mL de agua bidestilada, una vez alcanza la temperatura de 50°C se adiciono el hidróxido de litio, y se verifico que el pH inicial fuera de 14. Después, se adiciono el acetato de zinc a 25 mL de agua bidestilada para ser agregada a 0.18 mL/min. El proceso duró aproximadamente 3 horas 25 minutos y el pH final fue de 7. Una vez obtenidas las nano partículas, se evaporó el 50-70% del agua por 48 horas a 60°C.

Para la siguiente etapa se continuo con la preparación de la grasa de litio, se inició con la fundición del ácido graso en el aceite base (aceite mineral para nuestro caso) llegando a una temperatura máxima de 85°C, para después agregar el litio disuelto en agua (proceso actual de Interlub). En esta etapa de saponificación, se adicionaron las nanopartículas de óxido de zinc.

Se mantuvo en agitación y una temperatura entre 85-95°C por 45 minutos para permitir que los componentes interactuaran de la forma adecuada entre ellos (USA Patente nº 2487080,

1947). Transcurrido ese tiempo se continuo con el proceso establecido en Interlub para la fabricación de grasas de litio, evaporando el agua existente en el proceso para después alcanzar una temperatura de 145°C.

3.4. Metas de la información

Las metas del trabajo de obtención se resumen en la ilustración 19, donde se muestran los resultados que se estarán obteniendo en cada sección del proyecto. Debido a que son dos etapas, primero se tiene que definir todo lo relacionado a la obtención de nanopartículas y después su integración y caracterización en la grasa de litio.

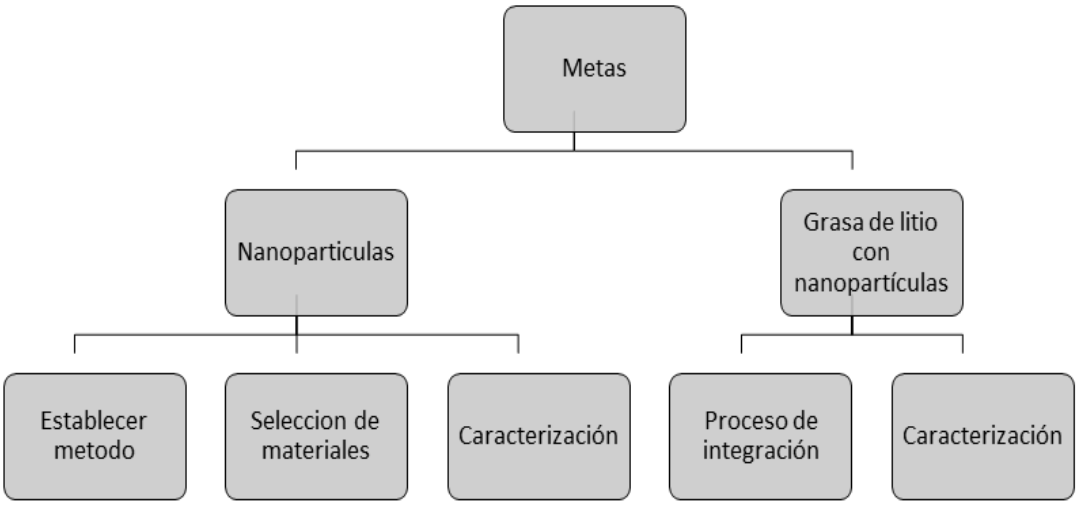

Ilustración 19 Metas de la información

4. Exposición de hallazgos.

4.1. Sistematización y aplicación de escalas de medición.

La implementación de las pruebas se realizó de la siguiente manera:

- Obtención de las nanopartículas de óxido de zinc. Definir las condiciones, concentraciones y tiempos para llevar a cabo la obtención de nanopartículas de óxido de zinc.
- Caracterización de las nanopartículas obtenidas. Conocer tamaños y morfologías de las nanopartículas obtenidas.
- Incorporación de las nanopartículas de óxido de zinc a la grasa. Haciendo la adición de las nanopartículas al proceso de la grasa, de forma que no afecte al producto final.
- Repetibilidad de proceso: se realizaron dos ensayos más con las mismas condiciones, tanto en el caso de las nanopartículas de óxido de zinc como su incorporación a la grasa, para comprobar repetibilidad.

4.2. Información Obtenida.

Los resultados de caracterización de la grasa de Litio contra la grasa de litio con nanopartículas de óxido de zinc se muestran en la tabla 5. Los valores que establecemos en la parte de rango son los establecidos para una grasa de litio grado 2, así como la característica visual que definimos en la Apariencia/color.

Tabla 5 Comparación de resultados entre las grasas de litio

Prueba	Norma ASTM	Rango	Grasa de Litio	Litio con npZnO
Consistencia, mm	D-217	265 – 295	300	313
Estabilidad Mecánica, %	D-217	≤ 5%	2.84	-1.58
Punto de Gota, °C	D-2265	≥ 180 °C	202	201
Sangrado, %	D-1742	≤ 5%	2.36	3.56
Apariencia/color	N/A	Visual	Beige fibroso	Beige fibroso

Comparando los datos entre ambas grasas, en la mayoría de los resultados el comportamiento fue similar, a excepción del caso de la estabilidad mecánica donde la grasa de litio con nanopartículas de óxido de zinc presento un resultado negativo. Este resultado nos indica

que la grasa no perdió su consistencia al momento de ser sometida a un trabajo de deformación, estos resultados se sustentaran con los resultados de las reometrias.

En la Tabla 6 se presentan los resultados obtenidos a los dos ensayos realizados para comprobar la repetibilidad de los procesos:

Tabla 6 Valores de los ensayos de repetibilidad

Prueba	Norma ASTM	Rango	Repetición 1	Repetición 2
Consistencia, mm	D-217	265 – 295	318	314
Estabilidad Mecánica, %	D-217	≤ 5%	-0.63	-0.95
Punto de Gota, °C	D-2265	≥ 180 °C	200	202
Sangrado, %	D-1742	≤ 5%	4.12	3.27
Apariencia/color	N/A	Visual	Beige fibroso	Beige fibroso

Se observa que los datos obtenidos en los dos ensayos realizados, cada uno con su respectiva fabricación de nanopartículas de óxido de zinc, que el comportamiento fue parecido al primer ensayo realizado. Por lo que el proceso es repetible y reproducible.

REOMETRIAS.

En la Ilustración 20 se comparan las Viscosidades Complejas de las grasas respecto al cambio de la temperatura, este comportamiento de la grasa respecto a la temperatura nos indica a que temperatura las fluye la grasa. Se observa al inicio de la prueba la grasa con las nanopartículas de óxido de zinc presenta una viscosidad inicial mayor respecto a la grasa sin modificaciones, este es un comportamiento característico debido al uso de las nanopartículas, ambas grasas tienen un comportamiento similar antes de los 100°C, después de esa temperatura pierde estructura sólida y comienza a ser más fluida. Ambas grasas comienzan a presentar su punto de cedencia en los 120°C, esta es la temperatura donde las grasas de litio comienzan su oxidación si no tienen algún aditivo para prolongar su resistencia (Rezasoltani, 2016) (Seiichiro Hironaka, 1983) (Delgado, Sánchez, Valencia, Franco, & Gallegos, 2005).

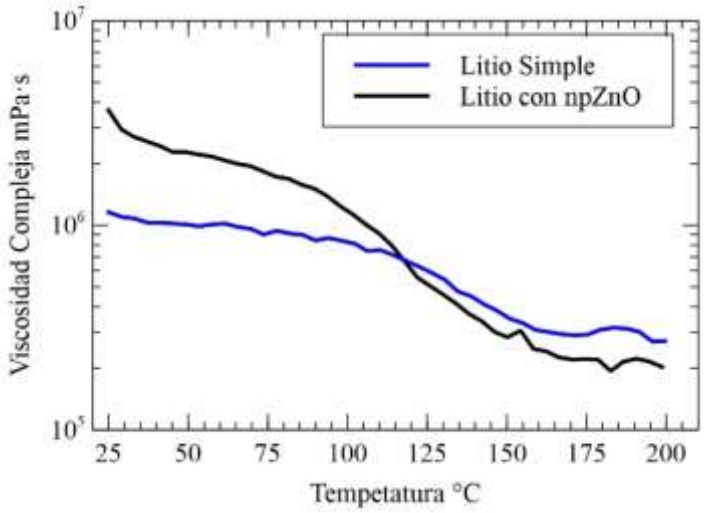

Ilustración 20 Comportamiento de la viscosidad conforme al cambio de temperatura

Conforme al comportamiento obtenido anteriormente se realizó una prueba donde se observará el comportamiento de la grasa sometida a una deformación constante a temperatura controlada de 25°C, el resultado se muestra en la ilustración 21, donde la grasa de litio con nanopartículas mantiene su viscosidad conforme al tiempo mientras se le aplica un trabajo, en el minuto 8 de la prueba se logra apreciar un incremento donde se iguala con la grasa de litio simple para después mantenerse durante las 3 horas de la prueba.

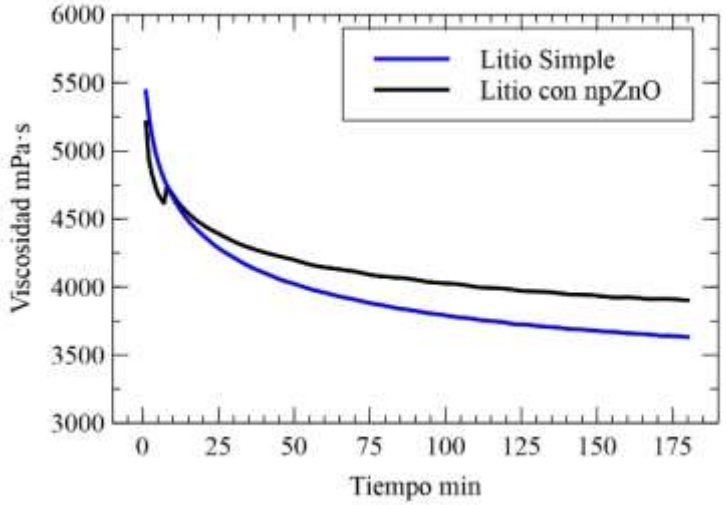

Ilustración 21 Comportamiento de la viscosidad con respecto al tiempo

Con este resultado obtenido, donde se aprecia el comportamiento de la viscosidad de las grasas respecto al tiempo, queda demostrado porque el resultado de la estabilidad mecánica de un valor negativo. Debido al incremento de viscosidad al minuto 8 y un comportamiento ligeramente más estable respecto a la grasa de litio simple.

ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO.

En la ilustración 22 podemos observar el comportamiento de pérdida de masa de la grasa realizada en el Analizador termogravimétrico (TGA). Ambas curvas obtenidas presentan una pérdida de masa a partir de los 200°C, este comportamiento coincide con el resultado obtenido en la prueba de Punto de gota y nos indica que es la temperatura donde la grasa empieza a presentar separación de sus componentes. Al final de prueba la muestra de la grasa de litio simple obtiene 3.1% de masa residual, mientras que la grasa de litio con nanopartículas obtiene 4.3%, el 1.2% extra de masa obtenida es la cantidad esperada de nanopartículas agregadas a la grasa.

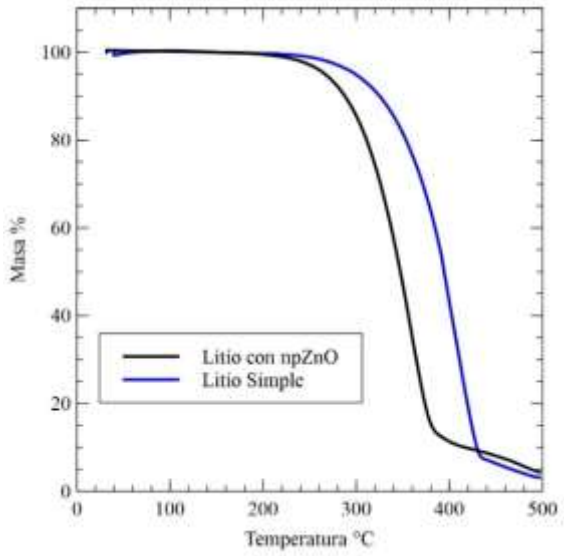

Ilustración 22 Análisis Termo gravimétrico de 25-500 °C

En la ilustración 23 se ve el comportamiento calorimetría diferencial (DSC), donde se observa una diferencia entre ambas muestras, y conforme al resultado podemos decir que la grasa con nanopartículas absorbe el calor con mayor facilidad respecto a la muestra de grasa de litio simple. La degradación de las grasas inicia conforme se acercan a los 400°C (S. Suriñach,

1992), en este punto la muestra sometida a la prueba comienza a alcanzar su calor latente dejando el mínimo de material remanente en el crisol.

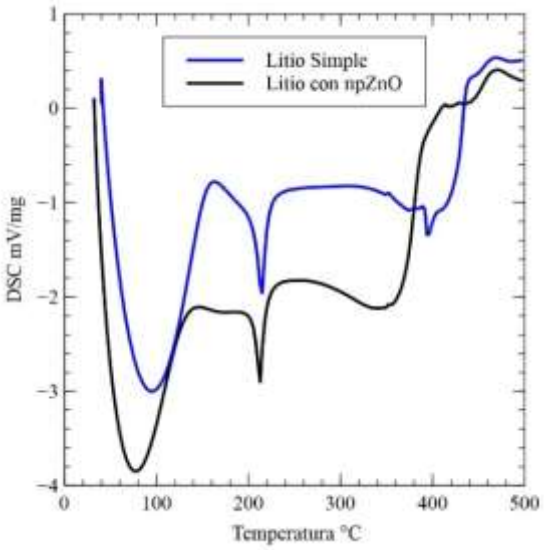

Ilustración 23 Análisis DSC de 25-500°C

El resultado obtenido con la grasa de litio y las nanopartículas de óxido de zinc es un comportamiento deseable, ya que esto nos indica que cuando la grasa este en operación ayudara a disipar el calor que se genere en el equipo donde se aplicó el producto. Evitando que se genere un calor excesivo en el área donde se aplicó la grasa.

ESPECTRO INFRARROJO.

El objetivo de la realizar este comparativo con ambas grasas es observar si presenta alguna modificación el producto. En la ilustración 24 se observan los dos espectros superpuestos, demostrando que los componentes utilizados para la elaboración de la grasa son los mismos.

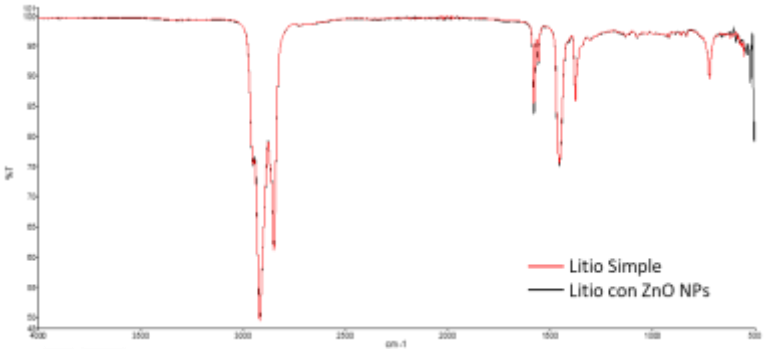

Ilustración 24 Comparación de espectro Infrarrojo de las grasas de litio

Esta prueba se realizó, principalmente, a experiencias previas con el producto que se usaba de óxido de silicio (mencionado en la sección 1.5), donde este material si era observable en el espectro infrarrojo, en la longitud de onda de los 1350-1200 cm^{-1}. Con este resultado se demuestra que el aumento de viscosidad mostrado en la ilustración 20 es debido a la incorporación de las nanopartículas y no de otro material.

ANALIZADOR DE PARTICULAS.

La distribución de tamaño de partícula obtenida fue con bastante variación, ya que se muestran valores desde 1 nanómetro hasta las 10 micras. En la ilustración 25 se ve la distribución de la prueba realizada en el equipo Litesizer 500, las diferencias entre cada grafica lleva una relación a la estabilidad de la suspensión, debido a esto existe mucha variación entre cada resultado que se obtuvo en la prueba.

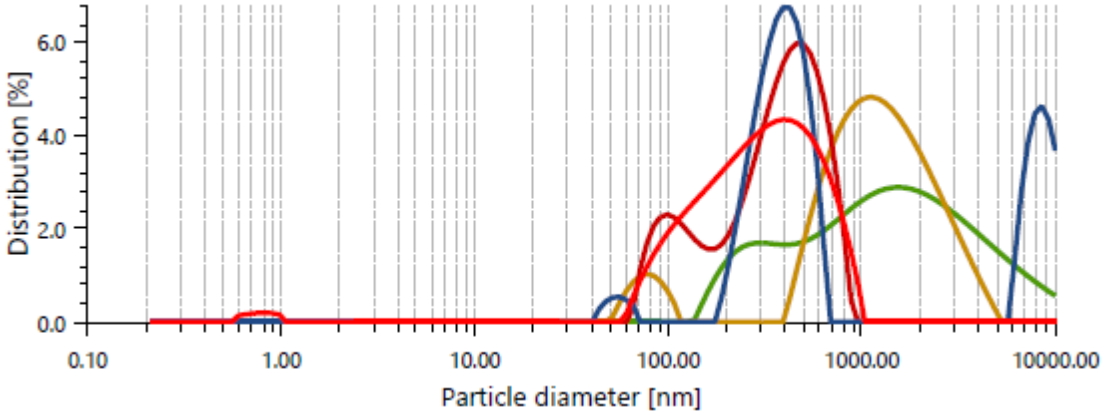

Ilustración 25 Distribución de tamaño de partícula, Litesizer 500

MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMICIÓN.

Con este análisis a las nanopartículas obtenidas, confirmamos la variación de tamaños mostrado con el analizador de tamaños Litesizer 500. Fue posible obtener las morfologías de dichas partículas, se observan partículas hexagonales, amorfas e incluso algunas esféricas.

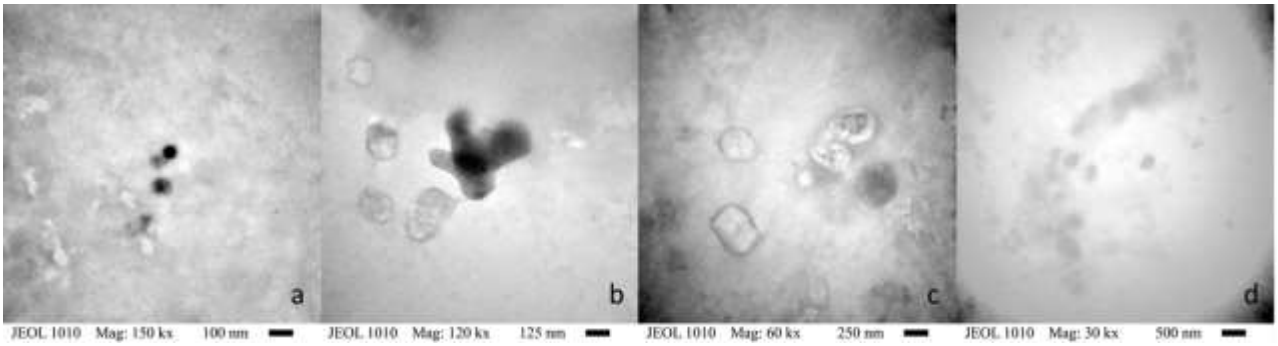

Ilustración 26 Imágenes de micrografía electrónica de transmitancia de las nanopartículas de óxido de zinc, a)100 nm; b) 125 nm; c) 250 nm; d) 500 nm

4.3. Impacto de la estrategia en la solución del problema

El impacto principal observado en los resultados obtenidos son los valores en la prueba de estabilidad mecánica. Este comportamiento, conocido como Reopectico o Pseudoplastico, nos ayuda a que la grasa tenga un comportamiento más estable respecto a la deformación debido al trabajo al que es sometida la grasa, este efecto evita que su viscosidad disminuya en un rango establecido de tiempo y esfuerzo. Al contrario de la mayoría de los lubricantes que sufren el efecto conocido como tixotrópico, efecto donde el producto al ser sometido a una deformación constante pierde su viscosidad, provocando que fluya con mayor facilidad (Paar).

Cabe mencionar que un incremento significativo en la viscosidad al inicio de una operación de maquinaria podría generar algún problema o contratiempo de proceso, mientras que en nuestro caso el comportamiento inicial de la grasa de litio con nanopartículas de óxido de zinc es similar a la grasa de litio simple con lo cual no generaría modificaciones a las condiciones del proceso o aplicación.

Con este comportamiento, uno de los mayores impactos se vería reflejado con el cliente, debido a que uno de los mayores consumos en la industria es al momento de iniciar procesos, se necesitan lubricantes que faciliten un arranque de proceso, pero a su vez se mantengan en su área donde fueron aplicadas conforme pasa el tiempo. Debido al trabajo constante, algunas maquinarias presentan un incremento de la temperatura, generando que la grasa aplicada pueda comenzar a fluir y dejar desprotegida el área donde fue aplicada. Con el comportamiento de la grasa de litio con las nanopartículas de óxido de zinc, esto podía evitarse debido a que no pierde su estructura y ayuda a disipar el calor generado.

5. Discusión Final.

5.1. Consecuencias de la aplicación de la estrategia de innovación.

Una buena estrategia de innovación puede generar reducción de costos, modificaciones de proceso, materias, e incluso nuevas proyecciones de mercado. En el proyecto estos son las principales consecuencias que se ven reflejadas con los resultados obtenidos.

En el caso de reducción de costos, posiblemente no se vea reflejado de manera directa en el producto final (grasa de litio), debido a que es un material extra e incluso conlleva la implementación de un proceso de fabricación.

La modificación al proceso solamente afecta en los tiempos de reacción, principalmente, ya que la obtención de las nanopartículas se realiza previo a la fabricación de la grasa este no sería contemplado como parte del proceso de fabricación.

Se esperaría que con estos resultados se pudiera tener una proyección a nuevos mercados, sin embargo, con el caso de la creciente demanda de litio para el uso de las baterías pudiera llegar a ser un inconveniente. Debido al incremento del costo del litio, algunos clientes pueden buscar otras opciones de grasas (espesantes diferentes) para suplir los costos del producto en lugar de buscar una grasa con un desempeño de uso mejor.

5.1.1. Aspectos de mejora para intervenciones subsecuentes.

Conforme a los datos obtenidos se plantean las siguientes modificaciones o planteamientos continuar trabajando a partir de los datos obtenidos:

- Debido a que la consistencia de la grasa de litio simple desde un inicio nos dio fuera de rango establecido NGLI 2, se realizaran ensayos para obtener valores entre 265-295 mm y poder evaluar si las nanopartículas de óxido de zinc en el rango establecido de consistencia sin trabajar.

- Controlar el tamaño de partículas obtenido en el proceso de las nanopartículas de óxido de zinc, mediante la variación de concentración de reactivos y variando la velocidad de la mezcla.
- Evaluar en otros tipos de espesantes el desempeño de las nanopartículas obtenidas.

5.2. Relevancia y trascendencia.

Como se ha mencionado previamente, una de las aportaciones principales de este trabajo era el de lograr mejorar la grasa de litio en aceite mineral en alguno de los parámetros que se mencionaron en la Tabla 3, logrando obtener resultados favorecedores en la estabilidad mecánica, así como en el comportamiento viscoelástico de la grasa. Sin embargo, la mayor relevancia que nos aporta este trabajo es el hecho de poder obtener las nanopartículas de óxido de zinc de una forma que sea escalable al área productiva sin generar un riesgo al medio ambiente, así como a los operadores que realizaran el proceso.

Un aspecto importante será el poder implementarlo, y obtener resultados favorecedores, en otros tipos de espesantes, de esta forma no solo se lograría prolongar el uso de vida de un solo tipo de espesante y en caso de ser necesario sustituir las grasas de litio por alguno otro espesante, si este es compatible con la suspensión de nanopartículas de óxido de zinc que se obtuvo, el proyecto realizado tendrá una transcendencia significativa para la empresa.

Al controlar y dominar el proceso de obtención de nanopartículas de óxido de zinc, se podrá experimentar con otros materiales para de esta manera poder aprovechar al máximo este proceso y en caso de no poder reproducir el efecto obtenido en las grasas de litio en aceite mineral, por lo menos se podrán obtener nanopartículas que puedan ser implementadas como aditivos.

Referencias bibliográficas

Ahmed, E., A., N., Ghazaly, N. M., & G.T., A. E. (2020). Tribological behavior of adding nano oxides materials to lithium grease: a review. *SciEP*.

Booser, E. R. (1987). *CRC Handbook of Lubrication* (Vol. II). Boca Raton, Florida: CRC Press Inc.

Booser, E. R. (1987). *CRC Handbook of Lubrication* (Vol. I). Boca Raton Florida, Florida: CRC Press Inc.

Booser, E. R. (1987). *CRC Handbook of Lubrication* (Vol. III). Boca Raton , Florida: CRC Press Inc.

CINAR, K. (2017). A review on Nanoemulsions: Preparation Methods and Stability. *Trakya University Journal of Engineering Sciences*.

Delgado, M., Sánchez, M., Valencia, C., Franco, J., & Gallegos, C. (2005). Relationship among microstructure, Reology and processing of lithium lubricating grease. *Elsevier*, 1085-1092.

Eastman, J. S. (2001). Anomalously Increased Effective Thermal Conductivities of Ethylene GlycolBased Nanofluids Containing Copper Nanoparticles. *Applied Physics Letters*.

Economia, S. d. (2018). *Perfil de Mercado del Litio.* Dirección General de Desarrollo Minero. Obtenido de https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/419275/Perfil_Litio_2018__T_.pdf

Erwin, M. E. (1958). *USA Patente nº 2847382.*

Foladori, G. (2016). Políticas Públicas en nanotecnología en América Latina. *Problemas del Desarrollo*.

Harris, J. W., & Hall, R. S. (1993). *USA Patente nº 5236607.*

He, Q., Wang, A. Z., Zhang, Y., Kong, L., & Yang, K. (2018). Tribological behavior of ZnO-Si3N4 nanoparticles based lubricating grease. *Journal of Experimental Nanoscience*, 231-244.

Internacional, A. (2005). Standar Test Method for oil separation from lubricating grease (conical sieve method). *(D 6184 - 98)*. USA.

International, A. (2000). ASTM D 1742-94. *Standars Test Method for Oil Separation from Lubricating Grease During Storage*.

International, A. (2001). ASTM D 2265-00. *Standard Test Method for Dropping Point of Lubricating Grease over Wide Temperature Range*.

International, A. (2003). ASTM D 217-02. *Standard Test Methods for Cone Penetration of Lubricating Grease*.

International, A. (23 de Junio de 2020). ASTM D 1742 Standar Test Method for Oil Separation for Lubricating Greases During Storage. USA.

J., L. B. (1998). Poly(Amidomine) DendrimerTemplated Nanocomposites. Synthesis of Zerovalent Copper Nanoclusters. *Am. Chem. Soc.*

Jones, R. C., & Berkeley, a. R. (1953). *USA Patente nº 2652366.*

Kaur, I. E.-L. (2017). Dispersion of Nanomaterials in Aqueous Media: Towards Protocol Optimization. *J. Vis. Exp.*

Malsch, I., Subramanian, V., Semenzin, E., Hristozov, D., & Marcomini, A. (2015). Supporting decision-making for sustainable nanotechnology. *Springerlink*.

Matthews, J. B. (1953). The structure of lubricating greases and its control. *Inst. Petroleum*, 265-275.

Mortier, R. M., Fox, M. F., & Orszulik, S. T. (2010). *Chemistry and Technology of Lubricants.* Springer.

National Association of Lubricating Grease Manufactures, I. (1937). *ngli.org*.

Pablo Aquino Granados, E. N. (2016). Síntesis y caracterización de nanoparticulas de oxido de zinc obtenidas por el metodo de precipitación para su aplicacion en pintura esmalte comercial. Lima.

Polishuk, A. T. (1998). *A Brief History of Lubricating Greases.* Lima: Grease Technology.

Pouchert, C. (1981). *The Aldrich Library of Infrares Spectra.* Sigma Aldrich.

Rezasoltani, A. (2016). On the degradation of lubricating grease. Obtenido de https://digitalcommons.lsu.edu/gradschool_dissertations/2758

Robert A. gerlicher, C. J. (1944). *USA Patente nº 2356313.*

S. Suriñach, M. B.-M. (1992). La Calorimetria diferencial de barrido y su aplicacion a la Ciencia de Materiales. *Sociedad Española de Cerámica y Virdio*, 11-17.

Seiichiro Hironaka, T. M. (1983). Effects of Solid Lubricants on the phase behavior of Lithium Soap Grease. *Japan Petrol*, 298-302.

Swenson, R. A., & Hammond, I. (1947). *USA Patente nº 2487080.*

Trinchet, C. C. (2019). *Nanoparticulas como objetos innovadores para la mejora de la calidad de procesos tribologicos y analiticos.* Oviedo.

Urquilla, A. (2019). Impacto de la nanotecnología como revolución industrial a nivel mundial. *Realidad y Reflexión*.

Zayago-Lau, E. &. (2010). La nanotecnología en Mexico: un desarrollo incierto. *Economia Sociedad y Territorio*.

Índice de Ilustraciones

Ilustración 1 Representación de Causa y Efecto para la modificación de una grasa de litio en aceite mineral 11
Ilustración 2 Representación de los componentes de una grasa 12
Ilustración 3 Representación del proceso de fabricación de una grasa de litio 18
Ilustración 4 Representación de los diferentes tamaños de partículas 19
Ilustración 5 Penetrómetro analógico para consistencias 22
Ilustración 6 Equipo para trabajar la grasa 60 y 100000 golpes. a) Copa con la muestra de grasa; b) Placa con orificios para trabajar la grasa; c) Equipo automatizado para realizar el trabajo de 60 y 100000 golpes 22
Ilustración 7 Prueba de Punto de gota; a) Temperatura del equipo; b) Temperatura de la muestra; c) Muestra 23
Ilustración 8 Equipo para prueba de sangrado. a) Vaso contenedor; b) Muestra 24
Ilustración 9 Reómetro de platos paralelos 25
Ilustración 10 Equipo Termogravimétrico 26
Ilustración 11 Espectro Infrarrojo 26
Ilustración 12 Analizador de tamaño de partícula de Anton Paar 27
Ilustración 13 TEM marca Jeol JSM-1010 28
Ilustración 14 Representación de la formación de nanopartículas de óxido de zinc. 28
Ilustración 15 a) Placa de calentamiento; b) Bomba dosificadora 29
Ilustración 16 Representación química de la formación de una grasa de Litio 29
Ilustración 17 Representación de la integración de las nanopartículas de óxido de zinc en la grasa de litio 30
Ilustración 18 Diagrama del Proceso Implementado para la elaboración y uso de las nanopartículas 30
Ilustración 19 Metas de la información 31
Ilustración 20 Comportamiento de la viscosidad conforme al cambio de temperatura 34
Ilustración 21 Comportamiento de la viscosidad con respecto al tiempo 34
Ilustración 22 Análisis Termo gravimétrico de 25-500 °C 35

Ilustración 23 Análisis DSC de 25-500°C.....36
Ilustración 24 Espectro Infrarrojo de las grasas de litio.....36
Ilustración 25 Distribución de tamaño de partícula, Litesizer 500 37
Ilustración 26 Imágenes TEM de las nanopartículas, a)100 nm; b) 125 nm; c) 250 nm; d) 500 nm 38

Índice de tablas

Tabla 1 Rango de las Consistencias de las grasas, NGLI.....8
Tabla 2 Marco lógico de prolongar la vida útil de la grasa de litio usando nanopartículas.....13
Tabla 3 Parámetros establecidos para la grasa de litio a trabajar 14
Tabla 4 Elementos para la reacción de las nanopartículas 28
Tabla 7 Comparación de resultados entre las grasas de litio 32
Tabla 8 Valores de los ensayos de repetibilidad 33