



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

**PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANO-COMPUESTOS A BASE DE
MXENES 2D Y NANO-DIAMANTES 0D**

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL MECÁNICO

JOSÉ DANIEL ORTEGA BARAHONA

PROFESOR GUÍA:
Andreas Rosenkranz

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
Ali Akbarifakhrabadi
Rubén Fernandez Urrutia

SANTIAGO DE CHILE
2023

PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS DE NANO-COMPUESTOS A BASE DE MXENES 2D Y NANO-DIAMANTES 0D

Últimamente se ha visto una tendencia al uso de lubricantes menos contaminantes debido a las legislaciones impuestas al respecto. Los lubricantes líquidos tradicionales deben ser contenidos dentro de los equipos en los que se encuentran para evitar filtraciones contaminantes, y además trabajan en un rango de temperaturas y presiones limitado. Debido a esto, se ha estudiado el uso de lubricantes sólidos a base de materiales 2D con excepcionales propiedades tribológicas y rangos de operación superiores a los encontrados para lubricantes líquidos.

El objetivo general de esta investigación fue estudiar la fricción y desgaste de un compuesto a partir de materiales 2D MXenes, y materiales 0D denominados nano-diamantes, además de compararlos con sus contrapartes separadas. Ambos materiales han demostrado un gran atractivo en el área tribológica, y se esperaba que un compuesto entre ambos resultara en una reducción del coeficiente de fricción y buena resistencia al desgaste, transformando el mecanismo de fricción de deslizante a rodante.

Para lograr esto, se realizaron recubrimientos de MXenes, nano-diamantes, un compuesto con 50 % de concentración másica de cada uno, y un compuesto con 90 % de MXenes y 10 % de nano-diamantes. Las distintas concentraciones probadas tenían la intención de evaluar el efecto que tiene un material sobre el otro. Se estudió su espesor, rugosidad, resistencia al desgaste, y evolución del COF en el tiempo por un ensayo tribológico.

Los resultados obtenidos fueron: los recubrimientos de MXenes presentaron el COF menor entre todos los recubrimientos realizados y el menor volumen de desgaste; los recubrimientos de nano-diamantes presentaron el COF más alto entre todos los recubrimientos y exhiben un modo de desgaste abrasivo sobre los sustratos de acero; los compuestos realizados a partir de ambos materiales presentan un COF menor que aquel de los nano-diamantes, pero mayor al de los MXenes, además de exhibir un modo de desgaste abrasivo.

Se concluyó que los recubrimientos de MXenes presentan propiedades tribológicas beneficiosas para la lubricación sólida, mientras que los nano-diamantes no. Los compuestos presentan modos de desgaste abrasivos y un COF mayor que aquel presente en los recubrimientos de MXene por si solo. El efecto que tienen los nano-diamantes opacan las propiedades tribológicas de los MXenes, impiden la formación de tribocapas y exhiben un volumen de desgaste alto sobre las muestras realizadas. Más allá, aumentan la rugosidad de la superficie y presentan grandes acumulaciones de material sobre esta tras el spray-coating.

Dentro de las futuras posibilidades de investigación se encuentra realizar un recubrimiento por capas, distinto a un compuesto. Esto se podría realizar con deposiciones por spray-coating de nano-diamantes encima de una capa de MXenes, o bien en el sentido contrario. Más allá, es posible ensayar con recubrimientos de varias capas, intercalando nano-diamantes y MXenes. De esta manera sería posible determinar el efecto que tienen los nano-diamantes como aditivo en vez de ser parte del compuesto.

Tabla de Contenido

1. Introducción	1
2. Antecedentes	3
2.1. Tribología	3
2.1.1. Fricción	3
2.1.2. Desgaste	4
2.1.2.1. Desgaste por adhesión	4
2.1.2.2. Desgaste abrasivo	4
2.1.2.3. Desgaste por fatiga	5
2.1.2.4. Desgaste por fretting	6
2.1.2.5. Desgaste por erosión	6
2.1.2.6. Desgaste por corrosión	7
2.1.3. Lubricación	7
2.2. Rugosidad superficial	8
2.3. Nano-materiales	9
2.3.1. Materiales 0D	9
2.3.2. Materiales 2D	9
2.4. MXenes	10
2.4.1. Síntesis	10
2.4.2. Composición	10
2.4.3. Propiedades	11
2.4.3.1. Propiedades mecánicas	11
2.4.3.2. Propiedades tribológicas	12
2.5. Nano-diamantes	12
2.5.1. Síntesis	13
2.5.2. Propiedades tribológicas	13
3. Metodología	14
3.1. Fabricación del recubrimiento	14
3.1.1. Fabricación de la solución	14
3.1.2. Dispersión	15
3.1.3. Preparación del sustrato	17
3.1.4. Recubrimiento por spray-coating	17
3.2. Caracterización del recubrimiento	18
3.2.1. Espesor	19
3.2.2. Rugosidad	19
3.3. Ensayo tribológico	19

3.3.1.	Análisis de pistas de desgaste	21
3.4.	Flujo de trabajo en el software	21
3.4.1.	Procesamiento de imágenes	21
3.4.2.	Nivelación	22
3.4.3.	Mediciones de distancia	24
3.4.4.	Medición de volumen de desgaste	24
3.4.5.	Medición de parámetros de rugosidad	25
4.	Resultados y discusiones	26
4.1.	Dispersión	26
4.1.1.	MXenes	26
4.1.2.	Nano-diamantes	26
4.1.3.	Compuesto 1: 50-50	27
4.1.4.	Compuesto 2: 90-10	28
4.2.	Recubrimientos	28
4.2.1.	MXenes	28
4.2.2.	Nano-diamantes	29
4.2.3.	Compuesto 1: 50-50	30
4.2.4.	Compuesto 2: 90-10	30
4.3.	Espesor	30
4.4.	Rugosidad superficial	31
4.5.	Ensayos tribológicos	34
4.5.1.	Coefficiente de roce	34
4.5.1.1.	Fuerza normal aplicada: 0,1 N	35
4.5.1.2.	Fuerza normal aplicada: 0,2 N	38
4.5.2.	Pistas de desgaste	39
4.5.2.1.	Sustrato de acero sin recubrimiento	40
4.5.2.2.	Recubrimientos de MXene	40
4.5.2.3.	Recubrimientos de nano-diamantes	41
4.5.2.4.	Recubrimientos del compuesto 1: 50-50	43
4.5.2.5.	Recubrimientos del compuesto 2: 90-10	44
4.5.2.6.	Ancho de pistas	44
4.5.2.7.	Volumen de desgaste	46
5.	Conclusiones	50
	Bibliografía	53
	Anexos	55
A.	Tablas de datos de rugosidad	55
B.	Tablas de datos del volumen de desgaste y ancho de pistas	58
C.	Tablas de datos del espesor de recubrimientos	60
D.	Ejemplo de análisis de espesor con el software MountainsLab.	62
E.	Ejemplo de análisis de una pista de desgaste con el software MountainsLab.	70
F.	Ejemplo de análisis de rugosidad con el software MountainsLab.	78

Índice de Tablas

4.1.	Espesor calculado de recubrimientos de MXene y nano-diamantes.	31
4.2.	Espesor calculado de recubrimientos del compuesto 50 % MXene - 50 % nano-diamantes, y del compuesto 90 % MXene - 10 % nano-diamantes respectivamente.	31
4.3.	Parámetros de rugosidad superficial del sustrato de acero sin recubrimiento.	32
4.4.	Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos de MXene.	32
4.5.	Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos de nano-diamantes.	32
4.6.	Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos del compuesto 1: 50% MX y 50 % ND.	33
4.7.	Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos del compuesto 1: 90% MX y 10 % ND.	33
4.8.	Detalle del coeficiente de rozamiento para recubrimientos sometidos a 0,1 N de fuerza aplicada.	36
4.9.	Detalle del coeficiente de rozamiento para recubrimientos sometidos a 0,2 N de fuerza aplicada.	39
4.10.	Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste del sustrato de acero.	45
4.11.	Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos MXenes.	45
4.12.	Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos de nano-diamantes.	45
4.13.	Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos del compuesto 1: 50-50.	46
4.14.	Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos del compuesto 2: 90-10.	46
4.15.	Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste del sustrato de acero.	47
4.16.	Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos de MXenes.	48
4.17.	Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos de nano-diamantes.	48
4.18.	Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos del compuesto 1: 50-50.	48
4.19.	Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos del compuesto 2: 90-10.	48
A.1.	Rugosidad superficial MX.	55
A.2.	Rugosidad superficial ND.	56
A.3.	Rugosidad superficial Comp. 1.	56
A.4.	Rugosidad superficial Comp. 2.	57
A.5.	Rugosidad superficial Acero.	57
B.1.	Datos del volumen de desgaste y ancho de pistas, parte 1/2.	58
B.2.	Datos de volumen de desgaste y ancho de pistas, parte 2/2	59

C.1.	Espesor medido de los recubrimientos de MXene	60
C.2.	Espesor medido de los recubrimientos de nano-diamantes.	61
C.3.	Espesor medido de los recubrimientos del Compuesto 1.	61
C.4.	Espesor medido para los recubrimientos de 2 ml del Compuesto 2.	62
C.5.	Espesor medido para recubrimientos de 4 ml del Compuesto 2.	62

Índice de Ilustraciones

2.1.	Desgaste por adhesión.	4
2.2.	Desgaste abrasivo de dos y tres cuerpos.	5
2.3.	Desgaste por fatiga.	6
2.4.	Desgaste por fretting.	6
2.5.	Desgaste por erosión.	7
2.6.	Desgaste por corrosión.	7
2.7.	Parámetros de rugosidad superficial.	9
2.8.	Distintas estructuras MAX y sus respectivos MXenes. [4]	11
3.1.	Balanza electrónica de alta precisión.	15
3.2.	Homogeneizador.	16
3.3.	Punta de sonicación.	16
3.4.	Equipo de baño de ultrasonido.	17
3.5.	Arreglo del aerógrafo y la placa caliente para realizar el spray-coating.	18
3.6.	Arreglo del interferómetro para el análisis de una muestra.	19
3.7.	Arreglo del tribómetro multifuncional.	20
3.8.	Celda de medición del tribómetro multifuncional.	20
3.9.	Microscopio óptico utilizado para el estudio de las muestras.	21
3.10.	Ejemplo de imagen resultante al cargar el archivo del interferómetro al software MountainsLab.	22
3.11.	Ejemplo de uso del operador de nivelación sobre una superficie en el software MountainsLab.	22
3.12.	Ejemplo de uso del operador de remoción de forma sobre una superficie en el software MountainsLab.	23
3.13.	Ejemplo de vista 3D de una superficie obtenida con el software MountainsLab.	23
3.14.	Ejemplo de mediciones de espesor tomadas de un perfil extraído de una superficie, obtenida con el software MountainsLab.	24
3.15.	Ejemplo de medición del volumen de desgaste para una pista de desgaste, obtenida con el software MountainsLab.	25
3.16.	Ejemplo de parámetros de rugosidad entregados por el software MountainsLab sobre un área extraída de un recubrimiento, (a) imagen procesada, (b) de tabla de parámetros.	25
4.1.	Solución de nano-diamantes pocos minutos tras finalizar los procesos de dispersión.	27
4.2.	Dispersión de la solución del compuesto 1 en (a) $t = 0min$ (b) $t = 15min$ (c) $t = 30min$ y (d) $t = 60min$	27
4.3.	Dispersión de la solución del compuesto 2 en (a) $t = 0min$ (b) $t = 15min$ (c) $t = 30min$ y (d) $t = 60min$	28
4.4.	Sustrato de acero.	28

4.5.	Recubrimientos de MXene realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, (a) 3ml, (b) 4ml, (c) 5ml.	29
4.6.	Recubrimientos de nano-diamantes realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, (a) 3ml, (b) 4ml, (c) 5ml.	29
4.7.	Recubrimientos del primer compuesto realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, (a) 2ml, (b) 4ml. .	30
4.8.	Recubrimientos del segundo compuesto realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, a) 2ml, (b) 4ml.	30
4.9.	Coefficiente de rozamiento experimental sobre recubrimientos bajo una carga de 0,1N, diferenciados por (a) 3ml y (b) 5ml de volumen depositado para los nano-materiales por separado, y (c) 2ml y (d) 4ml para los compuestos.	35
4.10.	Coefficiente de rozamiento experimental sobre recubrimientos bajo una carga de 0,2N, diferenciados por (a) 3ml y (b) 5ml de volumen depositado para los nano-materiales por separado, y (c) 2ml y (d) 4ml para los compuestos.	38
4.11.	Pistas de desgaste sobre sustrato de acero sin recubrimiento, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	40
4.12.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 3 ml MXenes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N. . .	40
4.13.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 5 ml MXenes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N. . .	41
4.14.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 3 ml nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	41
4.15.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 5 ml nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	42
4.16.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 2 ml del compuesto 1: 50 % MXene y 50 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	43
4.17.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 4 ml del compuesto 1: 50 % MXene y 50 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	43
4.18.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 2 ml del compuesto 1: 90 % MXene y 10 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	44
4.19.	Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 4 ml del compuesto 1: 90 % MXene y 10 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.	44
4.20.	Ancho promedio de las pistas de desgaste.	45
4.21.	Volumen de desgaste tras ensayo tribológico.	47
4.22.	Volumen de desgaste excluyendo ND-5ml, C1-4ml, y C2-4ml para mayor claridad.	47

Capítulo 1

Introducción

Existe un gran número de industrias que dependen fuertemente del uso de equipos mecánicos, estos componentes tienen una eficiencia energética y costos operacionales asociados que deben ser tomados en cuenta por la empresa que hace uso de ellos. Resulta impactante que para una industria como la minera, alrededor del 32 % de la energía eléctrica utilizada es perdida por fricción y desgaste. Una de las soluciones para reducir este efecto, y en retorno mejorar la eficiencia energética es el uso de lubricantes, aunque es posible obtener resultados por otros métodos, tales como tratamientos o recubrimientos superficiales.

La tribología es la ciencia que estudia las interacciones entre superficies, comprendiendo el estudio de la fricción, desgaste y lubricación. Lubricantes tradicionales como el aceite pueden ser una solución rápida a la pérdida energética por fricción. Sin embargo, varios de estos lubricantes líquidos llevan consigo un impacto ambiental negativo, además de trabajar en un rango de temperatura y presión limitado. El uso de lubricantes sólidos es más prometedor al no presentar estas desventajas mencionadas [1].

Existe una gama amplia de lubricantes sólidos, y dentro del área de ciencias de los materiales se encuentra el uso de materiales 2D. Esta clase de materiales consta de láminas sumamente delgadas, primera descubierta en 2004 en la Universidad de Manchester, donde se logró separar una capa mono-atómica de carbono a partir de grafito. Este material llamado grafeno gatilló el estudio de otros posibles materiales 2D, láminas de unos pocos átomos de grosor con propiedades ideales en áreas como la energía, electrónica, mecánica, biomédica, y tribológica [2].

En el 2011 se descubrió un nuevo material 2D denominado MXene, materiales cerámicos a partir de carburos y nitruros de metales de transición. Estos presentan propiedades tribológicas excelentes como un bajo coeficiente de fricción y alta resistencia al desgaste, lo que los hace buenos candidatos para lubricantes sólidos.

Por otro lado, existen materiales 0D, con un comportamiento y forma tipo partícula, que pueden ser de gran interés para el área tribológica. Dentro de esta familia de materiales se encuentran los nano-diamantes. Estos presentan una rugosidad superficial muy baja, comparado a los diamantes micro-cristalinos, lo que juega un rol importante en las propiedades de fricción y desgaste en los compuestos [3]. Además, debido a la estructura esférica de los nano-diamantes, podría transformar el mecanismo de fricción de deslizante a rodante. Debido a

esto, se podría mejorar las propiedades tribológicas (fricción y desgaste) en nano-compuestos basados en MXenes y nano-diamantes.

La naturaleza de los MXenes permite un amplio campo de afinación en sus propiedades mecánicas y tribológicas al formar compuestos con ellos [4]. El objetivo general del trabajo propuesto es estudiar la sinergia que puede existir en compuestos a base de MXenes 2D y nano-diamantes 0D, dando un enfoque a la resistencia al desgaste y coeficiente de fricción, utilizando tribómetro multifuncional disponible en el laboratorio. Como objetivos específicos para lograrlo se tiene: la recopilación de información relevante sobre estos materiales y el contexto en el que se desarrolla la investigación, la síntesis de recubrimientos de MXenes, nano-diamantes, y compuestos de ambos, variando la concentración de cada uno de sus componentes, en específico un compuesto con 50% de concentración de MXenes y 50% de concentración de nano-diamantes. Por último la realización de experimentos tribológicos sobre estas muestras para obtener el comportamiento tribológico de estas, y estudios a través de interferometría de luz blanca para denotar la topología de las superficies obtenidas.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Tribología

La tribología es la ciencia de la interacción entre superficies. Esta estudia la fricción, desgaste, lubricación, y adhesión debido al contacto. Las aplicaciones de esta ciencia son numerosas. Dentro de los procesos de manufactura, fabricación y utilización de componentes sometidos a roce, y fenómenos naturales y artificiales de erosión [5].

2.1.1. Fricción

La fricción es la fuerza que resiste el movimiento relativo entre dos cuerpos en contacto. Dentro de las causas para la presencia de la fricción se encuentran las fuerzas microscópicas de la adherencia mecánica, como la electrostática, fuerzas de Van der Waals, o enlaces metálicos. También se da por fuerzas microscópicas de abrasiones mecánicas, como deformaciones elásticas y plásticas [6].

Existen distintos mecanismos de fricción:

- La fricción estática denota aquella presente en un sistema donde los cuerpos en contacto no están en movimiento. El vector director de la fuerza de fricción estática es perpendicular a la superficie de contacto.
- La fricción dinámica involucra movimiento relativo entre los cuerpos. El vector director de la fuerza de fricción dinámica es opuesto a la dirección del movimiento relativo. La fricción dinámica es siempre menor a la estática.
- La fricción por rodamiento se da por la resistencia que existe cuando un cuerpo rueda sobre una superficie. La fricción por rodamiento es menor comparada a la estática.
- La fricción fluida se da por capas de fluido viscoso que presentan movimiento relativo entre ellas.

El coeficiente de fricción es un valor adimensional que depende de diferentes factores. μ es una función no-lineal e inversamente proporcional a la carga normal. Este coeficiente es independiente del área de contacto entre las superficies, pero varía dependiendo del material:

- Los materiales metálicos y aleaciones demuestran alta adhesión entre ellas, y consecuentemente alta fricción. Contaminantes sobre las superficies de materiales metálicos

logran reducir el coeficiente de fricción. Altas temperaturas pueden provocar transformaciones de fase sólida y/o la activación de partículas aditivas sobre la superficie, que pueden mejorar o empeorar las propiedades superficiales, influyendo en el coeficiente de fricción.

- Los lubricantes sólidos exhiben los menores coeficientes de fricción que cualquier otro material, presentando también poca adhesividad.

2.1.2. Desgaste

El desgaste se define como la remoción y/o deformación de material en una superficie como el resultado de acción mecánica o química, involucrando el contacto entre superficies en movimiento relativo.

Se puede dividir el desgaste en tres etapas. La etapa primaria consiste en la adaptación de las superficies en contacto, donde la tasa de desgaste puede variar entre alta y baja. La etapa secundaria comprende el tiempo donde existe una tasa constante de envejecimiento, generalmente describe la etapa de la vida operacional de los componentes. La etapa terciaria comprende el tiempo donde se llega a un desgaste rápido y falla del componente [7].

Dentro de los tipos de desgaste se encuentran los siguientes:

2.1.2.1. Desgaste por adhesión

El desgaste por adhesión es causado por la deformación plástica experimentada durante la fricción, como se ve en la Figura 2.1. Es el resultado de soldaduras localizadas, donde una de las superficies desprende una parte de la otra. Este tipo de desgaste depende de factores químicos y físicos, como las propiedades del material, la presencia de una atmósfera corrosiva, la temperatura en el punto de contacto, y factores dinámicos como la velocidad y carga aplicada [7]. Puede considerarse que este tipo de desgaste sería corrosión por acción mecánica en vez de reacción química.

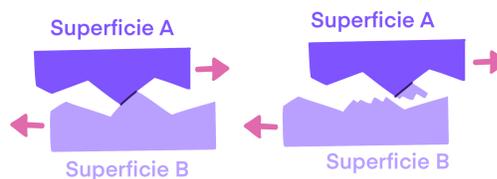


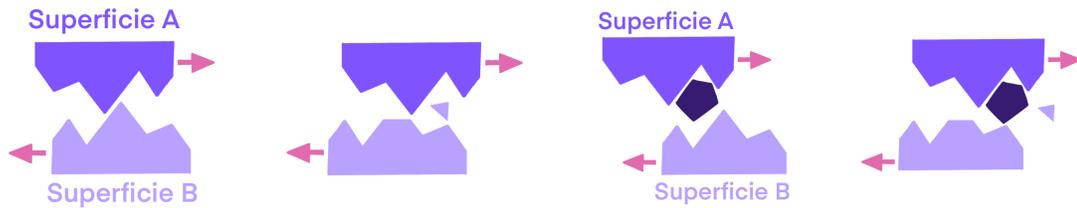
Figura 2.1: Desgaste por adhesión.

2.1.2.2. Desgaste abrasivo

El desgaste abrasivo se da cuando se tiene fricción entre una superficie rugosa y relativamente dura frente a otra más blanda y suave. Este es el tipo de desgaste más común. La superficie rugosa y dura erosiona a la superficie más suave debido al movimiento, lo cual

se puede ver en forma de rayones sobre la superficie suave. Este tipo de desgaste se puede dar entre dos cuerpos, donde el duro erosiona al suave, o bien puede ser entre tres cuerpos, donde existe un agente externo duro pegado a la superficie que causa el desgaste sobre la otra superficie, como se ilustra en la Figura 2.2. Existen 3 distintos modos de desgaste abrasivo:

1. El arado desplaza el material, creando crestas alrededor de los surcos.
2. El cortado desprende partes del material en forma de pequeños escombros.
3. La fragmentación se da por el cortado, pero resulta en una fractura localizada sobre el material.



(a) Desgaste abrasivo de dos cuerpos.

(b) Desgaste abrasivo de tres cuerpos.

Figura 2.2: Desgaste abrasivo de dos y tres cuerpos.

2.1.2.3. Desgaste por fatiga

El desgaste por fatiga se da por carga cíclica sobre el material. Esta depende directamente de la carga normal, y cómo esta con el tiempo va deformando plásticamente el material, lo que en retorno lo endurece y pierde sus propiedades elásticas [7]. Debido a esta carga y el endurecimiento, se formarán grietas sobre la superficie del material, lo que eventualmente llevará a la falla del material, como es ilustrado en la Figura 2.3.

Este tipo de desgaste ocurre en sistemas involucrando rodamiento o deslizamiento, creando estas grietas por esfuerzos de compresión y corte. Los mecanismos del desgaste por fatiga comprenden:

1. Iniciación de grietas y dislocaciones.
2. Creación de vacíos debido a dislocaciones.
3. Elongación de vacíos.
4. Creación de grietas continuas por acumulación de vacíos.

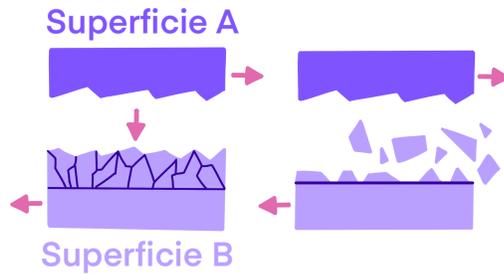


Figura 2.3: Desgaste por fatiga.

2.1.2.4. Desgaste por fretting

El desgaste por fretting se da por movimientos cíclicos (desplazamientos oscilatorios tangenciales), y se puede considerar como un modo de desgaste por fatiga [7]. Estos movimientos oscilatorios tienen una baja amplitud, y a diferencia del desgaste por fatiga, la carga por la que se experimenta la falla es tangencial a la superficie, como se muestra en la Figura 2.4.

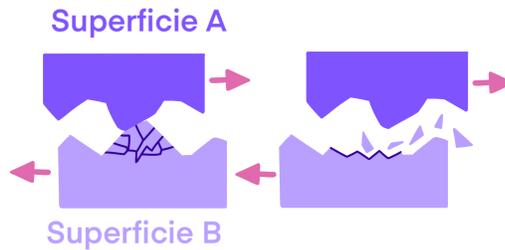


Figura 2.4: Desgaste por fretting.

2.1.2.5. Desgaste por erosión

El desgaste por erosión se da principalmente por el contacto entre una superficie sólida y un fluido. La presión y fricción que genera el fluido sobre la superficie gradualmente desprende pequeñas partículas [7], ilustrado en la Figura 2.5. Estas partículas también impactan sobre la superficie y contribuyen a la erosión.

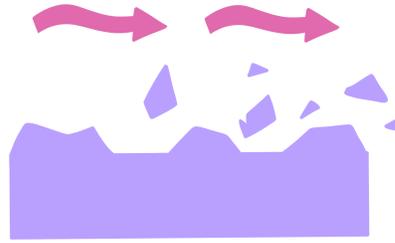


Figura 2.5: Desgaste por erosión.

2.1.2.6. Desgaste por corrosión

El desgaste corrosivo es un proceso mecánico y químico, donde la superficie está en contacto con un agente corrosivo que reacciona químicamente con ella [7]. Las reacciones químicas corrosivas crean porosidades que incrementan la rugosidad de la superficie, donde posteriormente el trabajo mecánico que sea aplicado sobre esta causará el desgaste, como es ilustrado en la Figura 2.6. La corrosión de la superficie disminuye con el tiempo, dado que el área en contacto con el agente corrosivo forma una barrera hacia el resto del material, como por ejemplo una capa de material oxidado en la superficie. Este tipo de desgaste suele darse por mal diseño de superficies, remoción insuficiente de humedad, y un perfil de calor inapropiado.



Figura 2.6: Desgaste por corrosión.

2.1.3. Lubricación

La lubricación consiste en la reducción de fricción entre superficies por el uso de materiales lubricantes, sustancias que se interponen al contacto directo de las superficies en cuestión. La lubricación pretende también reducir el desgaste. Los lubricantes al descomponerse provocan la interacción destructiva entre superficies que antes no estaban directamente en contacto, causando efectos indeseados como incrementos de temperatura, soldadura local, desgaste, y por último falla [8].

La lubricación tiene como objetivo minimizar el desgaste, reducir los costos de mantenimiento de los componentes, reducir el calor emitido por el contacto, suavizar el movimiento relativo, y prevenir la expansión térmica de los materiales.

Se pueden diferenciar los tipos de lubricantes por su estado físico:

- Los lubricantes líquidos son los más comunes en la industria, como el aceite. El aceite es generalmente utilizado para lubricar sistemas de motores, pistones, y demás.
- Los lubricantes sólidos son nano-materiales que pueden actuar como lubricantes al tener bajo coeficiente de fricción y flexibilidad para interponerse entre superficies.

2.2. Rugosidad superficial

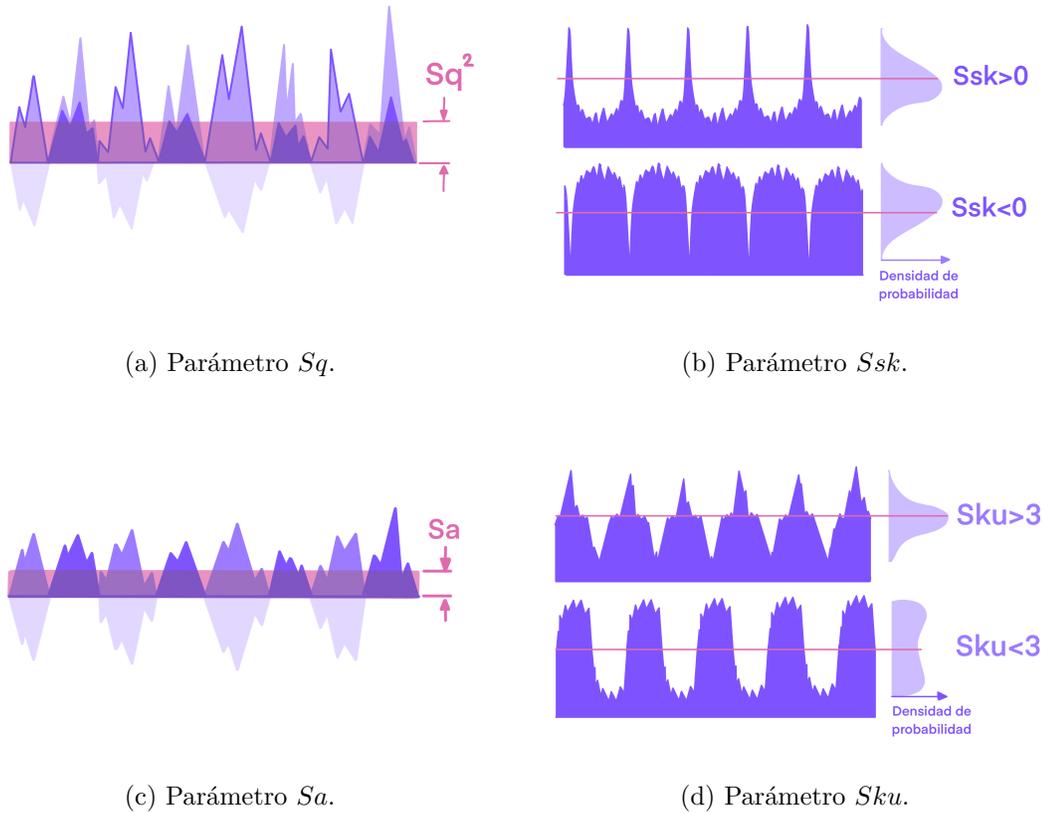
La rugosidad superficial se refiere a la forma que presenta la superficie de un material, teniendo en cuenta las irregularidades, asperezas y texturas, en este caso a nivel microscópico. Los recubrimientos se analizaron mediante interferometría de luz blanca para obtener una imagen que se utiliza para medir con gran precisión la topografía de la superficie. Esta imagen es procesable en el software MountainsLab, el que proporciona una tabla de varios parámetros para definir la rugosidad superficial (Figura 2.7), de los cuales se rescatan el parámetro Sq , Ssk , Sku , y Sa .

El parámetro Sq (altura cuadrática media) se refiere a la desviación estándar de la distribución de las alturas dentro del área estudiada, y es confiable al no verse influenciado significativamente por rayaduras o ruido (Figura 2.7.a).

El parámetro Ssk (asimetría) evalúa el grado de asimetría en el área estudiada, donde $Ssk = 0$ significa que la diferencia de alturas se distribuye uniformemente, $Ssk < 0$ significa que hay una desviación hacia el lado superior, y $Ssk > 0$ significa que hay una desviación hacia el lado inferior (Figura 2.7.b). Este valor se puede utilizar como un indicador para evaluar el grado de abrasión por deslizamiento.

El parámetro Sku (curtosis) es un parámetro que indica la probabilidad de concentración de material alrededor de la línea media de distribución de alturas (Figura 2.7.d). Tener un valor de $Sku < 3$ implica una distribución de altura uniforme, $Sku = 3$ implica una distribución normal, y $Sku > 3$ significa una distribución nítida.

El parámetro Sa (altura media aritmética) representa la altura media dentro de la distribución de irregularidades sobre la superficie estudiada (Figura 2.7.c).



(a) Parámetro Sq .

(b) Parámetro Ssk .

(c) Parámetro Sa .

(d) Parámetro Sku .

Figura 2.7: Parámetros de rugosidad superficial.

2.3. Nano-materiales

Al adentrarse a la nano-escala se encuentran nuevas propiedades en los materiales debido a los efectos cuánticos presentes en ella. La nano-tribología estudia los procesos interfaciales a la escala atómica y molecular, donde la adhesión, fricción, desgaste y lubricación ocurre en las superficies deslizantes de los nano-materiales. Los nano-materiales pueden ser clasificados por distintas características, una de ellas siendo su dimensión.

2.3.1. Materiales 0D

Los materiales cero-dimensionales tienen todas sus tres dimensiones restringidas a la nano-escala, ninguna supera los 100 nanómetros. Estas nano-partículas podrían ser utilizadas como aditivos lubricantes para mejorar el desempeño tribológico de algún lubricante. Cuando estas entren en contacto con las superficies podrían absorber más energía que el aceite por ejemplo, y este no perdería sus propiedades. Crearía una película delgada y transformaría el mecanismo de fricción de deslizante a rodante.

2.3.2. Materiales 2D

Los materiales 2D tienen una de sus tres dimensiones confinadas a la nano-escala, con un grosor que no supera los 100 nanómetros. Estas láminas se entrelazan débilmente unas con otras por fuerzas de Van der Waals, pero fuertemente dentro de su mismo plano, lo que los

hace atractivos para aplicaciones donde se requiera un cizallamiento fácil. Sus propiedades también cambian dependiendo de cuantas capas conformen el material, el ángulo de rotación relativo entre ellas, y su orden vertical.

Distintos tipos de nano-materiales 2D ofrecen distintas propiedades que resultan ser bastante útiles en diversos campos, y esto ha llevado a un desarrollo exponencial de estos desde su descubrimiento en el 2004 con el grafeno. Debido a la naturaleza de estos materiales, se pueden ajustar sus propiedades a través de tratamientos superficiales. Algunas de sus propiedades eléctricas y electromagnéticas son interesantes en aplicaciones para fotodetección, sensores, y almacenamiento de energía en dispositivos electrónicos. También unas de sus aplicaciones se acercan más a las propiedades mecánicas de estos materiales, como en el área de tribología, u otras áreas que favorecen la dureza o flexibilidad[9].

2.4. MXenes

Los MXenes son una familia de materiales dentro de la clase de materiales 2D, descubiertos en 2011. Se trata de nano-láminas de carburos, carbonitruros, y nitruros de metales de transición.

2.4.1. Síntesis

Se originan por una fase MAX. Esta fase describe la composición del material, comprendiendo el metal de transición (M), generalmente elementos cercanos al grupo IIIA y IVA en la tabla periódica como el aluminio (A), y ya sea nitrógeno, carbono, o alguna composición entre ambos (X). Esta fase MAX se puede obtener al mezclar estos componentes en un horno a condiciones controladas, generalmente altas temperaturas y presiones, durante un tiempo fijo. Tomando como ejemplo la fase MAX de Ti_3AlC_2 , se toma polvo de titanio, aluminio, y carbono dentro de un horno a 1650 °C durante 2 horas para sintetizar esta fase [4].

El siguiente paso dentro de este tipo de síntesis consta de exfoliación de fase líquida. Se sumerge la fase MAX en un componente abrasivo, un ácido altamente concentrado como HF para disolver el componente A. Por la diferencia entre los enlaces existentes en el compuesto, se separará de manera más fácil el componente A que M o X, ya que estos últimos están enlazados a través de un enlace más fuerte. Los extremos de la fase MAX que estaban enlazados con el componente A se verán saturados por grupos OH y F. De esta manera se obtendría Ti_3C_2 a partir de Ti_3AlC_2 por ejemplo.

Después de este proceso se realiza una exfoliación, ya sea química (por intercalación atómica) o mecánica (por ultrasonido), para obtener las láminas individuales del MXene. Por último se procesan estas láminas por procesos como el filtrado al vacío, recubrimiento por centrifugación (spin coating), o recubrimiento por spray (spray-coating).

2.4.2. Composición

Se pueden tener diversas configuraciones de MXenes dependiendo de la estructura que siga su fase MAX, como se ilustra en la Figura 2.8. Se pueden obtener fases MAX como M_2AX , M_3AX_2 , M_4AX_3 , o M_5AX_4 . De estas se elimina el componente A para obtener la estructura del MXene M_2XT_x , $M_3X_2T_x$, $M_4X_3T_x$, o $M_5X_4T_x$ respectivamente. T_x hace referencia a las

terminaciones superficiales que se pueden obtener.

Más allá de su composición, se tiene que el grado de orden de los átomos que lo componen también influencia su comportamiento, ya sean de orden aleatorio u ordenado. Los MXenes con mono-metales de transición, doble-metales de transición, y de solución sólida, presentan propiedades distintas [4].

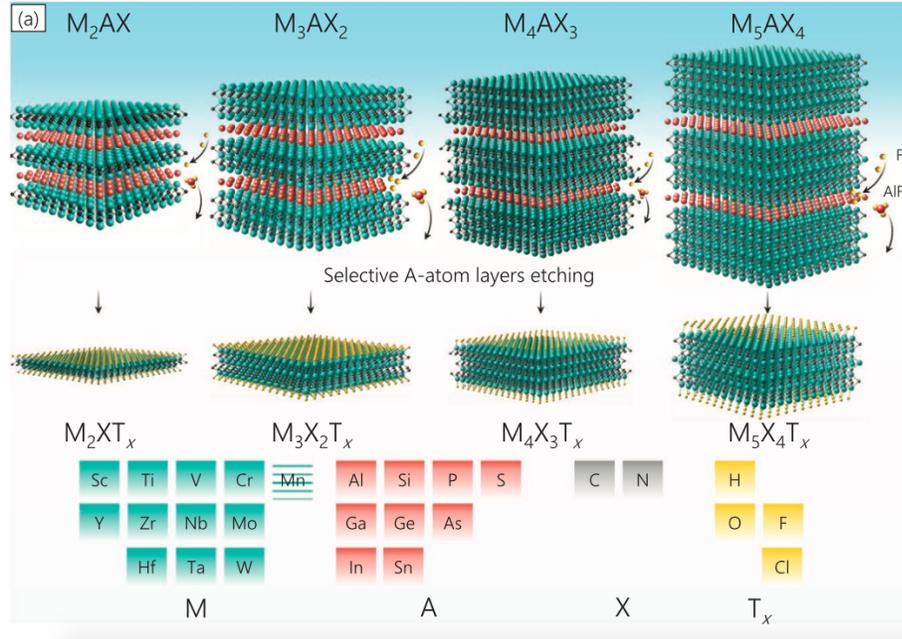


Figura 2.8: Distintas estructuras MAX y sus respectivos MXenes. [4]

2.4.3. Propiedades

Los MXenes han demostrado propiedades óptimas para aplicaciones en diversos campos como almacenamiento de energía, sensores, dispositivos electrónicos transparentes, y protección contra interferencia electromagnética.

A diferencia del grafeno, los MXenes presentan enlaces cerámicos intraplanares, por lo que su unión es más fuerte. Con respecto a las interacciones interplanares, aunque ambos el grafeno y MXene presentan fuerzas de Van der Waals, los MXenes tienen grupos electronegativos en su superficie que pueden interactuar de manera más fuerte que el grafeno.

2.4.3.1. Propiedades mecánicas

Se tiene que para distintas terminaciones superficiales T_x el grosor de la mono-capa del MXene varía. Para una mono-capa de M_2C con un grosor entre 2 y 3 [Å], la terminación superficial de CO_2 aumenta su grosor a un valor entre 6 y 8 [Å], un T_x de Cl_2 lo incrementa a un valor entre 9 y 10 [Å], $(OH)_2$ lo incrementa a un valor entre 6 y 10 [Å], y F_2 lo incrementa a un valor entre 5 y 9 [Å]. El valor exacto depende del metal de transición M que se utilice. [4]

La mayoría de los estudios realizados sobre la influencia de las terminaciones superficiales son teóricos, y están modelados por simulaciones matemáticas. Gracias a estos estudios se espera que la rigidez 2D y el módulo elástico se vean afectados por estas terminaciones y

los metales de transición asociados. El efecto del carbono o nitrógeno presente en el MXene también se ve reflejado en la rigidez del enlace, y rigidez 2D intraplanar, y varía dependiendo del metal de transición M que lo componga.

El módulo de Young del MXene Ti_3C_2 se encuentra en el rango de 330 ± 30 [GPa]. También presenta una resistencia planar $\sigma_x = 28$ [GPa], $\sigma_y = 30$ [GPa], y $\sigma_{xy} = 26$ [GPa] y una deformación unitaria de $\epsilon_x = 0, 14$, $\epsilon_y = 0, 20$ y $\epsilon_{xy} = 0, 17$. [16]

2.4.3.2. Propiedades tribológicas

Debido a sus terminaciones superficiales con cargas electronegativas de los MXenes, estos resultan ser un material hidrofílico, lo que complica su aplicación como aditivos a lubricantes líquidos hidrofóbicos como el aceite, ya que resultaría en inestabilidad de dispersión y acumulaciones dentro del aceite. Los MXenes son más llamativos como lubricantes sólidos por su fácil cizallamiento.

Los MXenes exhiben una mayor resistencia al desgaste elevada, lo que equivale a una vida útil longeva, de alrededor de 3×10^5 [$\frac{Ciclos \cdot GPa}{\mu m}$]. El mecanismo de deslizamiento del MXene se da por las interacciones débiles intraplanares, lo que resulta en una fuerza de corte baja. Sin embargo, más allá de esto, el MXene forma una tribocapa por la contribución de óxidos de hierro amorfos y nano-cristalinos, que se pega a las superficies, transformando el mecanismo de deslizamiento a tribocapa-tribocapa.[10]

2.5. Nano-diamantes

Gracias a sus excelentes propiedades y variedad morfológica, los nano-materiales a base de carbono han sido investigados extensivamente por sus aplicaciones en distintas áreas como la óptica, electro-química, mecánica, y tribología entre otras [14].

Los nano-diamantes hacen parte de la familia de materiales 0D. Son nano-partículas de carbono que forman una estructura cristalina. A diferencia de los fullerenos, los nanotubos de carbono, y el grafeno, los nano-diamantes tienen átomos de carbono en ambos sp^2 y sp^3 , donde la reconstrucción del sp^2 ayuda a la estabilidad de la partícula [3]. Estos materiales se pueden clasificar en tres categorías dependiendo del tamaño de sus partículas primarias.

1. Partículas nano-cristalinas: con un diámetro igual o mayor a los 10 nm.
2. Partículas ultranano-cristalinas: (también conocidas como nano-diamantes de un dígito) están dentro del rango bajo a los 10 nm.
3. Diamantoides: poseen formas moleculares con terminaciones de hidrógeno bien definidas que constan de varias decenas de átomos de carbono con tamaños característicos entre 1 y 2 nm.

La barrera de los 10 nm no es arbitraria, este valor refleja la diferencia en propiedades de los nano-diamantes. Una partícula de 4 nm de diámetro presenta un área específica de $428m^2/g$ mientras que una partícula de 30 nm de diámetro presenta una de $57m^2/g$ [12]. Esto demuestra una diferencia notable de 7 veces en absorción de energía y capacidad de carga en la partícula.

2.5.1. Síntesis

En la actualidad se han definido diversos métodos de síntesis para los nano-diamantes. Se ha probado efectivo la síntesis por los siguientes métodos, donde los primeros tres son los más utilizados comercialmente [12]:

1. Detonación.
2. Ablación láser.
3. Molienda de esferas de alta energía a micro-cristales de diamante a elevadas temperaturas y presiones (HPHT).
4. Deposición de vapor química asistida por plasma.
5. Síntesis por autoclave de fluidos supercríticos.
6. Cloración de carburos.
7. Irradiación de iones de grafito.
8. Cavitación de ultrasonido.

2.5.2. Propiedades tribológicas

Los nano-diamantes presentan una baja aspereza comparado a su contraparte microcristalina, lo que los hace buenos candidatos para aplicaciones de fricción y desgaste. En un estudio previo se realizó un recubrimiento de nano-diamantes, por deposición de vapor química asistida por plasma, sobre un sustrato de silicio. Este estudio demostró un valor increíblemente bajo para el coeficiente de rozamiento (0,015) y una tasa de desgaste baja ($2,3 \times 10^{-9} [mm^3/N \cdot m]$) [13]. Como resultado de esa investigación se concluyó que el recubrimiento conducía a la pasivación de enlaces covalentes, lo que reduce la adhesividad entre las superficies de contacto y resulta en menor fricción y desgaste.

La utilización de nano-diamantes como aditivos en aceite, en regímenes de lubricación de frontera y presión extrema, es ideal debido a la no-toxicidad del material y su estabilidad química. Probó mejorar las propiedades tribológicas sobre aceros al carbono y aleaciones de aluminio, demostrando también diferentes mecanismos de desgaste [13]. Sin embargo, se espera que este material sea de gran utilidad como aditivo en lubricación sólida.

En un experimento en búsqueda de superlubricidad, se incorporaron nano-diamantes a un arreglo de hojuelas de grafeno sobre un sustrato de SiO_2 . Al variar la carga y velocidad de operación, se encontró que los nanodiamantes podían ser envueltos por las hojuelas de grafeno y facilitar la formación de nano-rollos. Estos nano-rollos lograron obtener un estado superlubrificante, cambiando el mecanismo de fricción de deslizante a rodante y reduciendo el área de contacto entre superficies, y obteniendo coeficientes de fricción de $0,005 \pm 0,004$ [3].

Capítulo 3

Metodología

La metodología para llevar a cabo esta investigación de trabajo de título involucrará los siguientes pasos: realizar distintos compuestos registrando la variación en concentración de nano-diamantes; recubrimiento con spray-coating; caracterizar la superficie del recubrimiento con microscopía óptica, interferometría de luz blanca; realizar ensayos tribológicos con el tribómetro multifuncional Rtec MFT-5000.

3.1. Fabricación del recubrimiento

Al trabajar con dos materiales distintos, se define hacer recubrimientos de cada uno de estos materiales por si solo y luego en conjunto, un compuesto. De esta manera se pueden comparar los resultados obtenidos por los estudios individuales hechos para cada muestra.

3.1.1. Fabricación de la solución

El procedimiento para obtener las soluciones es el mismo para cada muestra, ya sea MXenes, nano-diamantes, o bien el compuesto entre ambos. Cada herramienta o elemento de trabajo debió ser cuidadosa y previamente limpiado con etanol para asegurar que las muestras no serían contaminadas por uso anterior, además de procurar siempre el uso de guantes de nitrilo para evitar el contacto de estos solventes y materiales con la piel. Dentro de estos elementos de trabajo estuvieron:

- Una pipeta plástica de 3 ml
- Un vaso de precipitado de 40 ml
- Un frasco con tapa para contener las soluciones
- Espátula delgada de acero

Se decidió trabajar con isopropanol como solvente para las muestras iniciales de MXene y nano-diamantes. Se utilizó una balanza electrónica (Figura 3.1) de alta precisión para masar el material. Tomando el alcohol isopropílico para análisis, se vertió sobre el vaso de precipitado, luego utilizando la pipeta plástica, se tomaron 20 ml de este en el frasco para muestras. Para la preparación de las soluciones de MXenes se realizó el siguiente procedimiento:

1. Se tomó una hoja de aluminio pequeña, ya que los materiales con los que se trabajó no se adhieren a esta.

2. Se colocó la hoja de aluminio sobre la balanza electrónica y se taró.
3. Con la espátula se tomó el material y se posicionó sobre la hoja de aluminio, masando 80 mg de MXenes para obtener la concentración de 4 mg/ml en los 20 ml de alcohol isopropílico para análisis.
4. Se retira la hoja de aluminio cuidadosamente y se vierte el material dentro del frasco con isopropanol.

Este procedimiento se repitió para las muestras de nano-diamantes y el compuesto entre los dos materiales. Sin embargo, al no conocer el comportamiento de este material y el compuesto en el solvente, se realizó con distintas concentraciones y solventes. Esto fue debido a no encontrar una dispersión estable, sobre lo cual se habla en la siguiente sección. Para las muestras de nano-diamantes se encontró que 4 mg/ml en isopropanol era una concentración y solvente que presentaba una dispersión no homogénea, por lo que se cambió el solvente a 70 % etanol para análisis y 30 % agua desmineralizada, con una concentración de 2 mg/ml de nano-diamantes, lo cual resultó en una mejor dispersión. Para los compuestos entre ambos materiales, el uso de isopropanol como solvente y una concentración de 4 mg/ml resultó en una dispersión homogénea.



Figura 3.1: Balanza electrónica de alta precisión.

3.1.2. Dispersión

Para el proceso de dispersión se buscaba obtener una solución homogénea del material en el solvente. Este proceso constó de tres pasos consecutivos en tres equipos de dispersión diferentes, los cuales fueron replicados para cada una de las muestras independiente del material y solvente.

1. Homogeneizador: se utiliza un homogeneizador (Figura 3.2) que cuenta con una hélice que gira dentro de la solución para mezclarla, sobre la cual se puede ajustar su velocidad y tiempo de actuación. Para todas las soluciones se optó por actuar el homogeneizador a 10.000 rpm durante 4 minutos. La punta del homogeneizador se baja hasta que la hélice

esté en contacto con la solución sin tocar la base del envase. Siempre se aseguró que el homogeneizador estuviera limpio para evitar contaminaciones en las muestras.

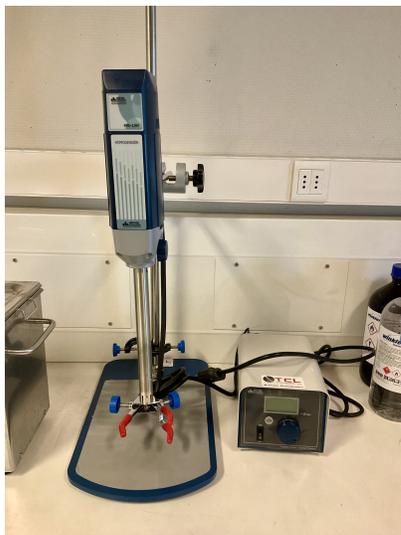


Figura 3.2: Homogeneizador.

2. Punta de sonicación: la punta de sonicación (Figura 3.3) contiene una sonda delgada que a través de ultrasonido puede romper aglomeraciones del material dentro de la solución. Este proceso puede calentar la muestra sobre los 40 °C, por lo que se rodea de hielo para prevenir que suba la temperatura y evapore el solvente. Se introduce la sonda dentro de la solución y esta trabajó con pulsaciones de 5 segundos intermitentes, con una amplitud de 40 %, durante una hora.



Figura 3.3: Punta de sonicación.

3. Baño de ultrasonido: El baño de ultrasonido (Figura 3.4) comprende un propósito similar al de la punta de sonicación. El envase con la solución es posicionado dentro del equipo el cual contiene agua para que este transfiera las ondas de ultrasonido de manera más

efectiva, y además indica la temperatura a la cual se encuentra. La temperatura del agua también aumenta con el tiempo, por lo que se procura cambiarla para evitar que esta sobrepase los 40 °C. Se dejó la solución durante dos horas en el baño de ultrasonido.



Figura 3.4: Equipo de baño de ultrasonido.

El uso de ultrasonido genera un efecto de cavitación dentro de la solución, donde se crean pequeñas burbujas o vacíos que colapsan rápidamente, liberando calor. La diferencia entre el baño de ultrasonido y la punta de sonicación es su intensidad y uniformidad. El baño de ultrasonido provee una intensidad más leve con una distribución poco uniforme en la difusión de sonicación, mientras que la punta de sonicación provee una mayor intensidad más uniforme, pero esta última se limita a volúmenes pequeños ya que su área de efecto es más pequeña y concentrada. Debido a esto, es que se opta por usar ambos métodos en el proceso de dispersión.

Para verificar si la dispersión de la muestra es óptima o no, se estudió la evolución de su homogeneidad en el tiempo, fotografiando la solución justo después de terminar el baño de ultrasonido, 15 minutos después, 30 minutos después, y por último 1 hora después del baño. Si la solución mantenía una homogeneidad alta, significa que la dispersión era aceptable para realizar los recubrimientos.

3.1.3. Preparación del sustrato

Se utilizaron como sustratos láminas de acero inoxidable (AISI 304), cuadradas de 20mm de lado, 1mm de espesor y con una terminación superficial pulida a espejo. Esta lámina fue limpiada a profundidad con el objetivo de remover cualquier adhesivo presente en su superficie con el uso de etanol y acetona, además de un baño de ultrasonido durante 10 minutos, siendo secada con nitrógeno comprimido antes realizar los recubrimientos. Por último, se utiliza cinta adhesiva Kapton para recubrir alrededor de 4 mm de todos los lados del sustrato, limitando el área de recubrimiento por spray-coating. El uso de esta cinta adhesiva se debe a sus propiedades de resistencia térmica, siendo capaz de ser utilizada a altas temperaturas, ya que el sustrato es colocado sobre una placa caliente.

3.1.4. Recubrimiento por spray-coating

El recubrimiento por spray-coating también sigue una serie de pasos para asegurar un recubrimiento uniforme del material sobre el sustrato. Para los MXenes y nano-diamantes

se realizaron muestras de 3 ml, 4 ml, y 5 ml. Para las muestras del compuesto entre ambos materiales se realizaron recubrimientos de 2 ml y 4 ml. El arreglo utilizado para realizar el spray-coating contaba con un aerógrafo individual para cada material, una placa metálica calefactora, una termocupla, un sujetador de pinzas para el aerógrafo, y una manguera conectada del tanque de nitrógeno al aerógrafo, como se ilustra en la Figura 3.5.

1. Se calentó la placa a la temperatura necesaria para evaporar rápidamente el solvente de la solución, se colocó el sustrato sobre la placa y se midió su temperatura con una termocupla. En el caso del isopropanol se debe calentar hasta alcanzar una temperatura de 85 °C en la superficie del sustrato, mientras que para el compuesto en un solvente de 70 % etanol y 30 % agua se alzó la temperatura a 115 °C.
2. Se dispuso de un tanque de nitrógeno comprimido para operar el aerógrafo, el cual era colocado sobre un sujetador con la boquilla de pulverización centrada a 10 cm de distancia de la superficie del sustrato y conectado al tanque a través de una manguera.
3. Se abrieron las válvulas del tanque de nitrógeno trabajando a 25 psi y se operó el aerógrafo abriendo una pequeña válvula. Con una pipeta se tomó un volumen específico de la solución para los recubrimientos, y se inyecta al aerógrafo por la apertura. Para depositar el material se procura no inyectar más de 2 ml por uso del aerógrafo.
4. Cada vez que se hayan depositado 4 ml con el aerógrafo sobre el sustrato, se retira el aerógrafo y se desarma para ser limpiado internamente con isopropanol antes de volver a utilizarlo. Luego de la limpieza se coloca de nuevo en su posición inicial.
5. Una vez ya hechos los recubrimientos, se retira la cinta adhesiva Kapton, y se guardan y marcan las muestras diferenciadas por material, volumen, y concentración.



Figura 3.5: Arreglo del aerógrafo y la placa caliente para realizar el spray-coating.

3.2. Caracterización del recubrimiento

3.2.1. Espesor

Para medir el espesor del recubrimiento se utilizó interferometría de luz blanca, demostrado en la Figura 3.6. Utilizando el interferómetro se puede obtener la diferencia de profundidad entre la zona del sustrato recubierto por el material y la zona que no lo está, al haber estado cubierta por cinta durante el spray-coating. Se tomaron cuatro medidas por cada lado de la muestra para obtener un promedio de espesor del recubrimiento, el cual fue analizado en el software de MountainsLab. Este proceso se realizó sobre todas las muestras con cada material.

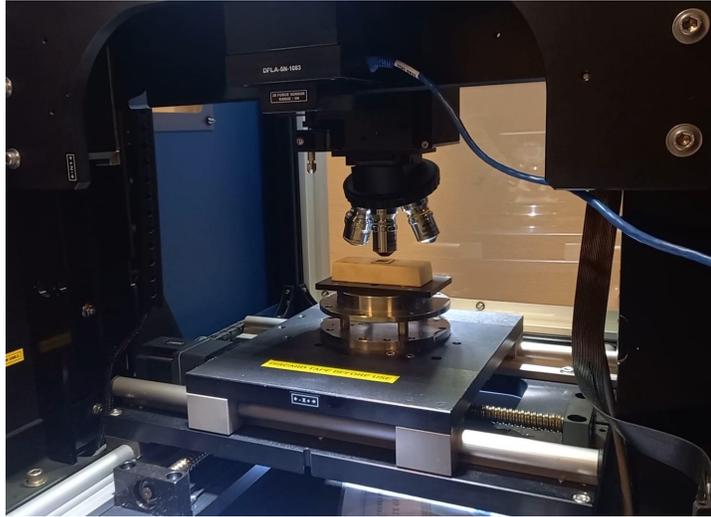


Figura 3.6: Arreglo del interferómetro para el análisis de una muestra.

3.2.2. Rugosidad

Para medir la rugosidad se utilizó interferometría de luz blanca y microscopía óptica. La interferometría permitió realizar un análisis de la profundidad de la superficie de la muestra y la microscopía ayudó a observar la homogeneidad del recubrimiento.

3.3. Ensayo tribológico

El ensayo tribológico se llevó a cabo con los mismos parámetros para todas las muestras, donde el tribómetro arrastró una pequeña bola de acero sobre las muestras para crear unas pistas de desgaste sobre el material, las cuales se estudiaron posteriormente. El equipo se muestra en la Figura 3.7, donde la base está anclada a un motor que la ayuda a moverse a lo ancho y largo con el uso de el controlador, mientras que la celda de la Figura 3.8 es la pieza que regula la altura y registra los datos de los ensayos. El siguiente fue el procedimiento de dichos ensayos.

1. Se montó la muestra en la cámara de ensayo del tribómetro multifuncional disponible en el laboratorio, donde se aseguró firmemente en la placa.
2. Se montó la bola de acero endurecido E52100 de 4 milímetros de diámetro en la celda del tribómetro, la cual fue previamente limpiada con alcohol etílico en un baño de ultrasonido durante 10 minutos.

3. Se llevó la celda con la bola a la posición deseada sobre la muestra utilizando el controlador, alrededor de 5 milímetros de distancia de la superficie del sustrato.
4. Los parámetros sobre los que actuó el tribómetro fueron: una duración de prueba de 10 minutos por pista de desgaste, una distancia de 2,5 milímetros de recorrido, una velocidad constante de la celda de 2,5 milímetros por segundo, y una fuerza normal aplicada fija.
5. Una vez se acaba el ciclo de prueba, se eleva la celda del tribómetro para retirar y limpiar la bola de acero, para asegurar que el siguiente ciclo de prueba no presentara cambios en los parámetros tribológicos.

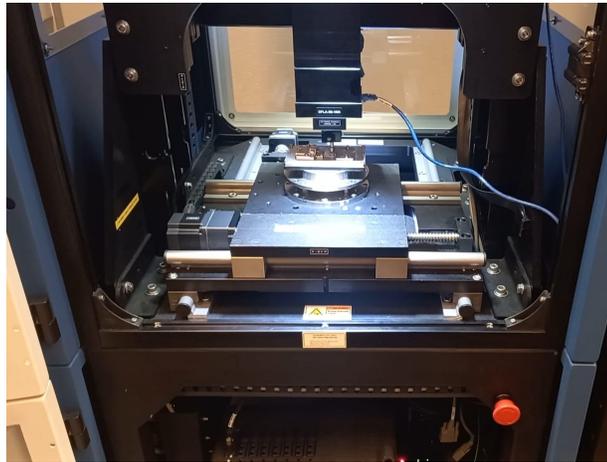


Figura 3.7: Arreglo del tribómetro multifuncional.



Figura 3.8: Celda de medición del tribómetro multifuncional.

Se realizaron 4 pistas de desgaste por muestra, dos de ellas con una fuerza normal de 0,1 N y las otras dos pistas con una fuerza de 0,2 N.

3.3.1. Análisis de pistas de desgaste

El análisis de las pistas de desgaste se realizó a través del uso de interferometría de luz blanca y microscopía óptica por contraste de interferencia diferencial. El interferómetro proporcionó una reconstrucción de las pistas de desgaste estudiada en el software de MountainsLab. Se obtuvo una vista tridimensional ampliada de cada una de las pistas, además de medidas de su ancho y profundidad, lo cual ayudó a obtener un volumen del hueco generado por el ensayo tribológico. La microscopía óptica ayudó a visualizar estas pistas de desgaste para determinar los modos de desgaste presentes y demás cambios superficiales que hayan ocurrido sobre el recubrimiento, con el arreglo presentado en la Figura 3.9.



Figura 3.9: Microscopio óptico utilizado para el estudio de las muestras.

3.4. Flujo de trabajo en el software

El software que se utilizó para trabajar con las imágenes obtenidas con el interferómetro fue MountainsLab, capaz de analizar topología microscópica con gran precisión. El análisis de volumen y ancho de las pistas de desgaste, las medidas obtenidas para calcular el espesor promedio, y los parámetros de rugosidad para definir la geometría superficial del recubrimiento, siguieron un flujo de trabajo similar, diferenciados por los operadores ocupados, y las características de las imágenes cargadas al programa.

3.4.1. Procesamiento de imágenes

En primera instancia, se carga el archivo ".bcrf" entregado por el interferómetro al programa, el cual muestra una imagen procesada del archivo, como es demostrado en la Figura 3.10, donde se carga un archivo de una imagen tomada para el análisis del espesor de un recubrimiento.

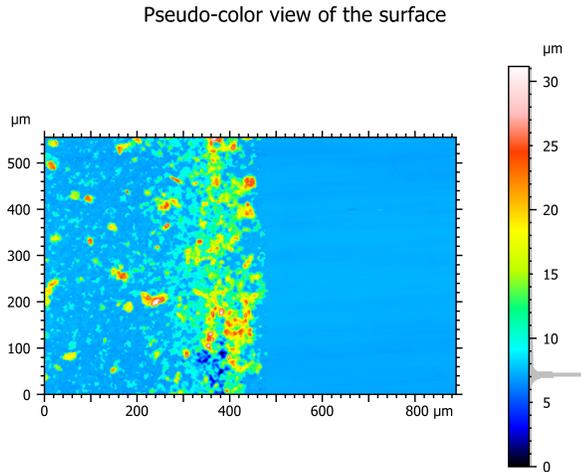


Figura 3.10: Ejemplo de imagen resultante al cargar el archivo del interferómetro al software MountainsLab.

3.4.2. Nivelación

Al tener la imagen cargada, se pueden hacer modificaciones sobre esta para asegurar la fiabilidad de los datos obtenidos. Se empieza con nivelar la muestra, donde se busca que la muestra no esté desviada hacia un lado, lo cual puede pasar por deformaciones en el sustrato o la base sobre la cual se coloca al analizar las muestras con el interferómetro. Generalmente se trata de nivelar la muestra con respecto al sustrato, para obtener un nivel de referencia confiable. De esta manera, se ve en la Figura 3.11 que al utilizar el operador de nivelación se posicionan los 3 puntos de balanceo sobre el sustrato sin recubrimiento, procurando obtener una imagen resultante con un color lo más homogéneo posible.

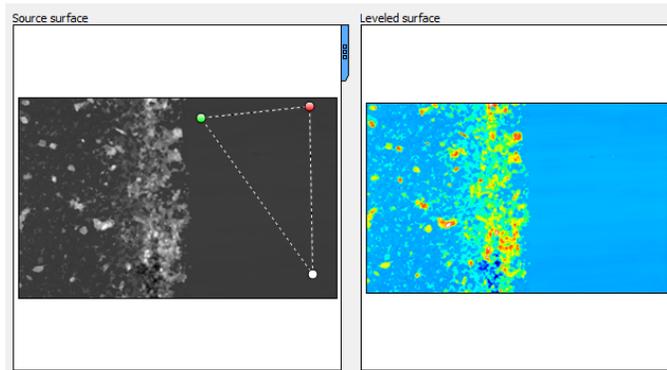


Figura 3.11: Ejemplo de uso del operador de nivelación sobre una superficie en el software MountainsLab.

Una vez nivelada la imagen, se puede remover la forma de la muestra. Esto significa que el programa calcula una función polinomial para alterar la forma de la superficie estudiada, en caso de que esta tenga hendiduras o imperfecciones que se desean descartar del estudio final. El grado del polinomio es definido por el usuario entre los valores 2 y 13, y dependiendo de la superficie, puede ser un grado alto para una alta densidad de deformaciones. Esto también ayuda a nivelar la muestra para obtener resultados más confiables, evitando el efecto que

puedan tener valores atípicos sobre la superficie, como se ve en la exclusión automática de la Figura 3.12. Sin embargo, el remover la forma de la muestra no es necesario en caso de que la muestra se vea lo suficientemente limpia tras la nivelación.

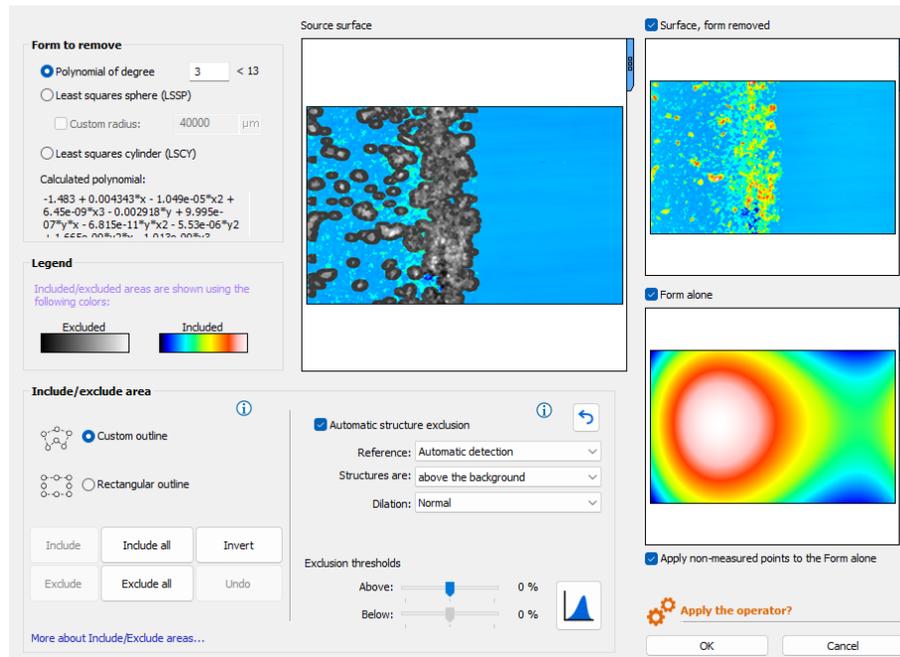


Figura 3.12: Ejemplo de uso del operador de remoción de forma sobre una superficie en el software MountainsLab.

Verificar si una superficie fue apropiadamente balanceada se puede hacer de distintas maneras, una de ellas obteniendo una vista 3D. Una vista 3D revela las desviaciones en la superficie, y si esta presenta ondulaciones artificiales, es posible que el operador de remoción de forma tenga un polinomio de grado mayor el necesario para la nivelación. La vista 3D también es ideal para visualizar la superficie de una manera más práctica, como se muestra en la Figura 3.13.

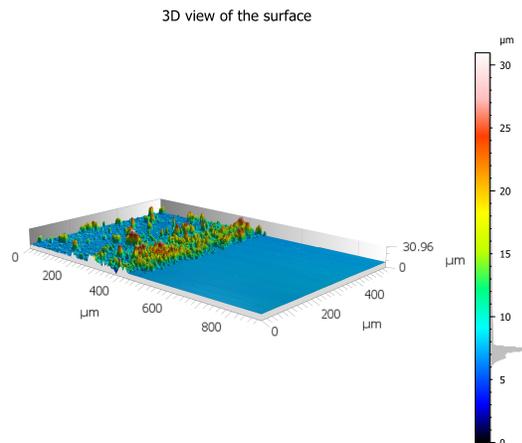


Figura 3.13: Ejemplo de vista 3D de una superficie obtenida con el software MountainsLab.

3.4.3. Mediciones de distancia

A partir de una imagen como la Figura 3.10, se puede extraer un perfil bidimensional de la superficie. El operador de extractor de perfiles permite obtener un corte a lo largo de la superficie, sobre el cual se obtuvieron mediciones de distancia a lo largo y lo alto del perfil, como se muestra en la Figura 3.14. De esta manera se toman medidas para determinar el espesor promedio del recubrimiento, el ancho de las pistas de desgaste, y demás acumulaciones de material existente sobre la superficie.

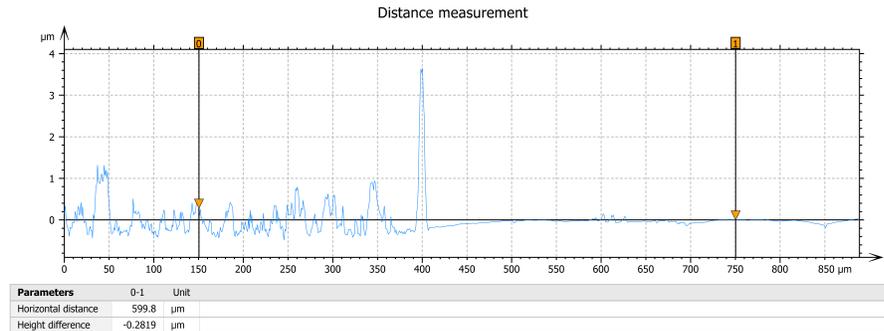


Figura 3.14: Ejemplo de mediciones de espesor tomadas de un perfil extraído de una superficie, obtenida con el software MountainsLab.

3.4.4. Medición de volumen de desgaste

Las imágenes que se trabajaron para las pistas de desgaste fueron un conjunto de 5 imágenes consecutivas tomadas por el interferómetro, ya que a la magnificación que se estaba trabajando no era posible incluir la pista de desgaste en su totalidad en solo una imagen. Por esto, las pistas de desgaste se presentan como archivos largos horizontalmente, pero todos los operadores con los que se trabajó para analizar el espesor y rugosidad aplican análogamente a las pistas de desgaste.

Así que, a partir de una imagen de una pista de desgaste procesada por los pasos descritos anteriormente, se puede realizar una operación que calcula el volumen del hueco y los picos presentes en la pista, como se ve en la Figura 3.15. La suma de ambos volúmenes es lo que se consideró como el volumen de desgaste total. Para definir el perímetro sobre el cual se toma la medición del volumen de desgaste, se sigue la forma de la pista observada por microscopía óptica.

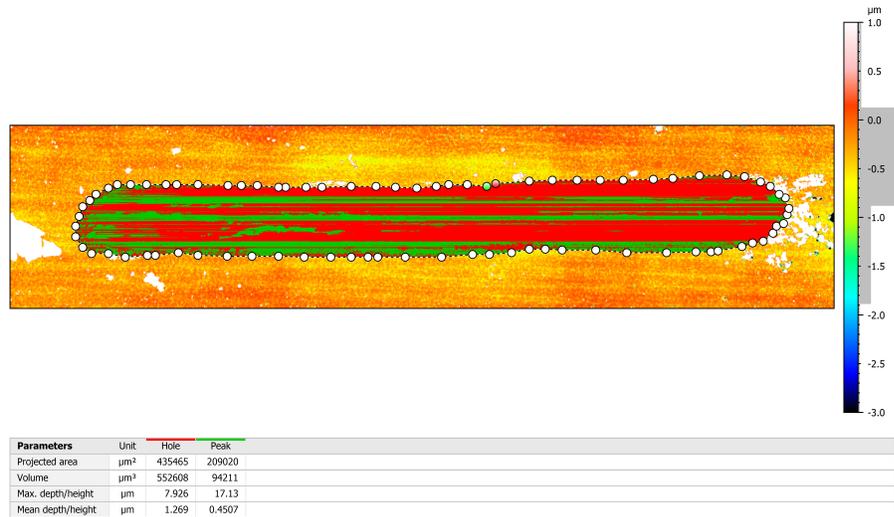
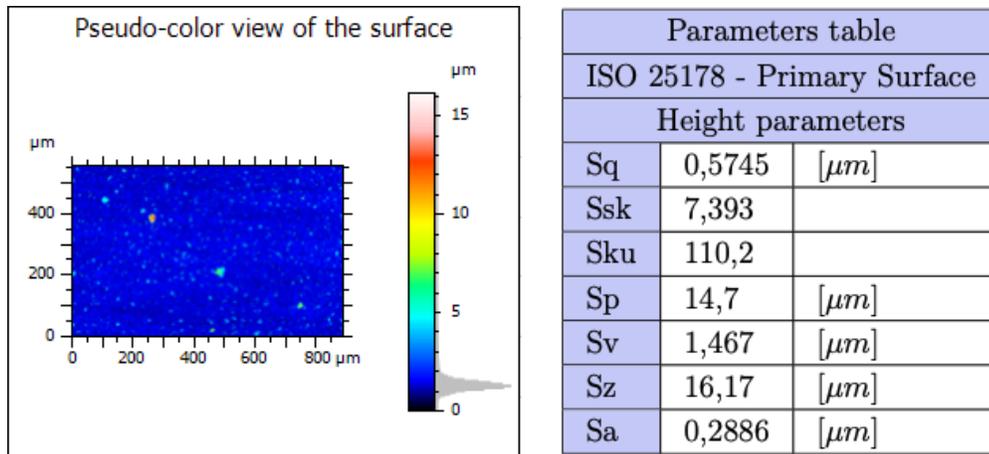


Figura 3.15: Ejemplo de medición del volumen de desgaste para una pista de desgaste, obtenida con el software MountainsLab.

3.4.5. Medición de parámetros de rugosidad

A partir de una imagen obtenida por el interferómetro de un área extraída del recubrimiento, se puede obtener una tabla de parámetros de rugosidad. Esta tabla toma en cuenta toda el área extraída para entregas 6 parámetros de rugosidad descritos en la norma ISO 25178, como se visualiza en la Figura 3.16



(a) Imagen procesada por el software.

(b) Datos entregados por la tabla de parámetros de rugosidad.

Figura 3.16: Ejemplo de parámetros de rugosidad entregados por el software MountainsLab sobre un área extraída de un recubrimiento, (a) imagen procesada, (b) de tabla de parámetros.

Capítulo 4

Resultados y discusiones

4.1. Dispersión

Para probar la dispersión de cada compuesto se definió una concentración del material dentro del solvente con la que se iba a trabajar.

4.1.1. MXenes

Para los recubrimientos de MXene se trabajó con una concentración de 4 mg/ml en isopropanol. De acuerdo a esto, dentro de 20 ml de isopropanol se incorporaron 80 mg de nanopartículas de MXene. Tras realizar los procedimientos para homogeneización se retiró el frasco con la muestra y se estudió durante una hora, tomando fotografías en 4 tiempos, justo al retirar la muestra del baño de ultrasonido, 15 minutos después, 30 minutos, y 1 hora.

Se demostró que con esta concentración y solvente se obtiene una dispersión homogénea estable para el material tras una hora, por lo tanto, se procedió a realizar los recubrimientos con esta muestra.

4.1.2. Nano-diamantes

Para los recubrimientos de nano-diamantes no se tenía literatura anterior para obtener un punto de partida ideal, por lo que se utilizaron las mismas condiciones que en la dispersión de las muestras con MXene, empezando con una concentración de 4 mg/ml. De esta manera, se introdujeron 80 mg de nano-diamantes en 20 ml de isopropanol y se realizaron los pasos del proceso de dispersión.

Se demostró que esta concentración y solvente no eran óptimos, ya que no se obtenía una dispersión estable por más de 5 minutos, donde todas las partículas de nano-diamantes se sedimentaban rápidamente al fondo del frasco, como es visible en la Figura 4.1.



Figura 4.1: Solución de nano-diamantes pocos minutos tras finalizar los procesos de dispersión.

Se procedió a cambiar la concentración y el solvente, realizando una muestra con concentración de 2 mg/ml en un solvente de 30 % agua y 70 % etanol, y otra muestra con una concentración de 4 mg/ml en un solvente de 30 % agua y 70 % etanol.

Se demostró que la dispersión en la muestra de 2 mg/ml presentaba una mayor estabilidad que la muestra con concentración de 4 mg/ml. Por lo que se procedió a realizar los recubrimientos con esta.

4.1.3. Compuesto 1: 50-50

Para la primera iteración del compuesto se probó con una concentración de masa de 50 % MXenes y 50 % nano-diamantes. Se introdujeron 40 mg de MXenes y 40 mg de nano-diamantes en 20 ml de isopropanol, lo cual indica una concentración de 4 mg/ml.

Tras realizar los procedimientos de dispersión se probó que este compuesto presentaba una dispersión estable tras una hora finalizado el último paso, como se demuestra en la Figura 4.2, por lo que se procedió con hacer los recubrimientos utilizando esta muestra.

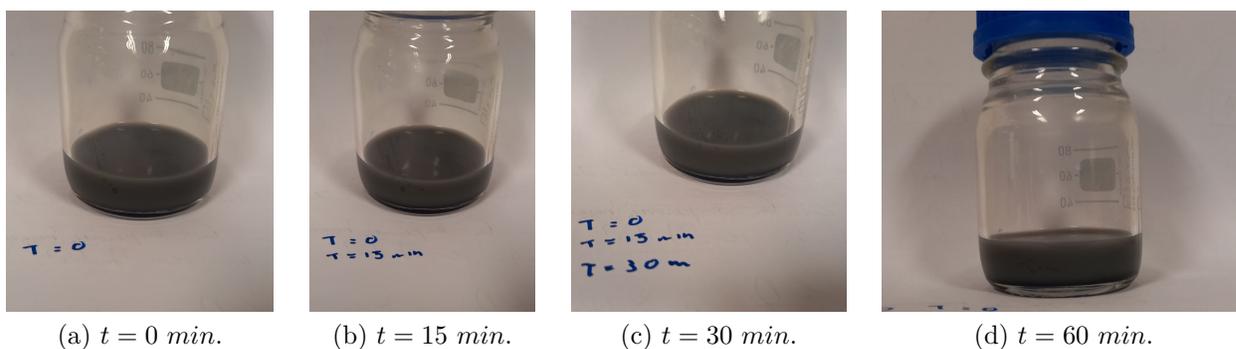


Figura 4.2: Dispersión de la solución del compuesto 1 en (a) $t = 0 \text{ min}$ (b) $t = 15 \text{ min}$ (c) $t = 30 \text{ min}$ y (d) $t = 60 \text{ min}$.

4.1.4. Compuesto 2: 90-10

Para la segunda iteración del compuesto se determinó estudiar uno de los extremos de concentración entre cada uno de los materiales, por lo que se realizó un compuesto con 90 % de concentración de masa de MXenes y 10 % de nano-diamantes. Se introdujeron 72 mg de MXenes y 8 mg de nano-diamantes en 20 ml de isopropanol, lo cual mantiene la concentración de 4 mg/ml.

Tras realizar los procedimientos de dispersión se encontró que el compuesto presentaba una concentración estable tras una hora finalizado el último paso, como se demuestra en la Figura 4.3, por lo que se procedió a realizar los recubrimientos con esta muestra.

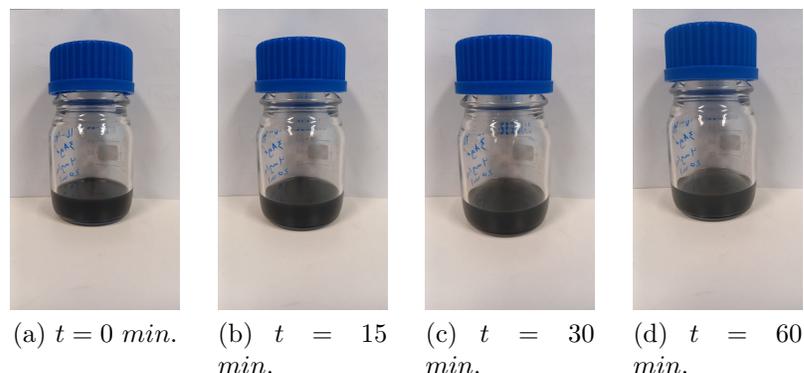


Figura 4.3: Dispersión de la solución del compuesto 2 en (a) $t = 0\text{min}$ (b) $t = 15\text{min}$ (c) $t = 30\text{min}$ y (d) $t = 60\text{min}$.

4.2. Recubrimientos

Se realizó el procedimiento descrito en la sección de metodología, donde la temperatura de la placa donde se coloca el sustrato depende del solvente de las muestras, y se utilizaba un aerógrafo individual por material para no contaminar las muestras. También se limpió a profundidad un sustrato de acero para tener una comparación base de una superficie sin recubrimiento (Figura 4.4). Las rayaduras horizontales que presentan los recubrimientos son las pistas de desgaste obtenidas tras el ensayo tribológico realizado sobre las muestras.



Figura 4.4: Sustrato de acero.

4.2.1. MXenes

Para realizar los recubrimientos de MXenes se trabajó con una temperatura superficial del sustrato de 85 °C, lo que evaporaba el isopropanol de manera rápida una vez realizado el

spray-coating. Se logró obtener recubrimientos homogéneos de MXene sobre los sustratos de acero para deposiciones de 3 ml, 4 ml, y 5 ml. Los recubrimientos tienen un aspecto opaco y oscuro sobre el sustrato (Figura 4.5). Es pertinente señalar algunas rayaduras verticales presentes en los sustratos de la Figura 4.5.a y la Figura 4.5.c, las cuales fueron el efecto de accidentes no intencionales al manejar los sustratos con pinzas metálicas. Estas rayaduras no afectaron el ensayo tribológico ni los análisis hechos con el interferómetro, ya que pasaron posterior a ambas pruebas.

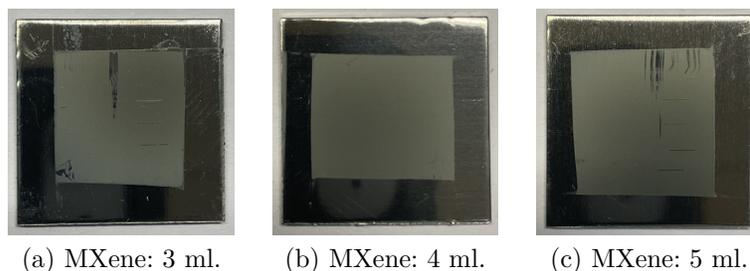


Figura 4.5: Recubrimientos de MXene realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, (a) 3ml, (b) 4ml, (c) 5ml.

4.2.2. Nano-diamantes

La primera iteración de recubrimientos de nano-diamantes en el solvente compuesto de 30 % agua y 70 % etanol se realizó con una temperatura superficial en el sustrato de 85 °C. Los recubrimientos no fueron homogéneos debido a la temperatura subóptima de la placa, lo que resultó en manchas visibles en el centro de la deposición. Esto se debe a las distintas temperaturas de evaporación de los componentes del solvente. Se realizó una segunda iteración a 115 °C, logrando mayor homogeneidad para recubrimientos de 3 ml (Figura 4.6.a), 4 ml (Figura 4.6.b), y 5 ml (Figura 4.6.c), pero aún inferior a los recubrimientos de MXene, ya que se podían apreciar algunos bordes de manchas por la deposición. Los recubrimientos de nano-diamantes presentan un color grisoso y acabado opaco 4.6, más claro que los recubrimientos por MXenes.

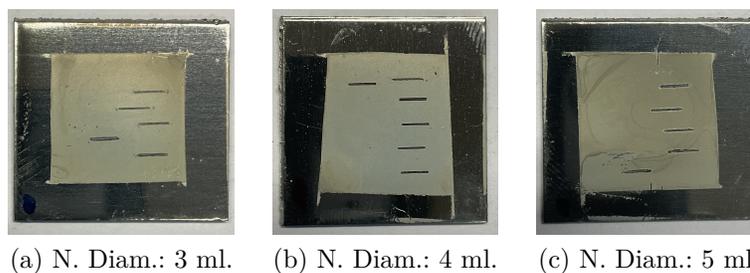


Figura 4.6: Recubrimientos de nano-diamantes realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, (a) 3ml, (b) 4ml, (c) 5ml.

4.2.3. Compuesto 1: 50-50

El recubrimiento del compuesto hecho de 50 % MXene y 50 % nano-diamantes se hizo sobre una placa con temperatura superficial de 85 °C. Se obtuvieron recubrimientos relativamente homogéneos y de aspecto grisoso oscuro y opaco (Figura 4.7), para dos deposiciones de 2 ml y dos de 4 ml.

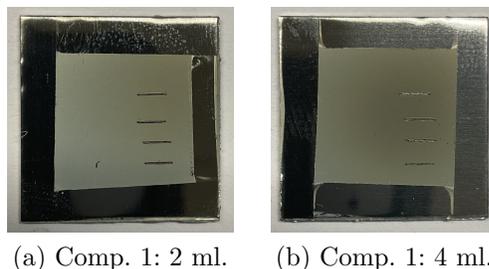


Figura 4.7: Recubrimientos del primer compuesto realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, (a) 2ml, (b) 4ml.

4.2.4. Compuesto 2: 90-10

Similarmente al compuesto anterior, el recubrimiento del compuesto hecho de 90 % MXene y 10 % nano-diamantes se hizo sobre una placa con temperatura superficial de 85 °C. Se obtuvieron recubrimientos homogéneos y de aspecto grisoso más oscuro y opaco que el primer compuesto (Figura 4.8), para dos deposiciones de 2 ml y dos de 4 ml.

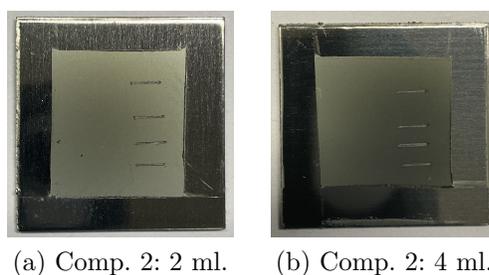


Figura 4.8: Recubrimientos del segundo compuesto realizados sobre sustratos de acero, diferenciados por el volumen de solución depositado sobre ellos, a) 2ml, (b) 4ml.

4.3. Espesor

El cálculo del espesor involucró 4 mediciones por cada uno de los cuatro lados del recubrimiento. En la tabla 4.1 y la tabla 4.2 se muestra el promedio y desviación estándar calculado para determinar el espesor de cada recubrimiento dependiendo del volumen depositado con el aerógrafo.

Tabla 4.1: Espesor calculado de recubrimientos de MXene y nano-diamantes.

	Mxene		Nano-diamantes	
	Prom. [<i>nm</i>]	Desv. Est.	Prom. [<i>nm</i>]	Desv. Est.
3 ml	101,2	45,5	173,5	107,7
4 ml	124,1	28,2	287,3	166,7
5 ml	172,3	64,7	526,9	207,2

Tabla 4.2: Espesor calculado de recubrimientos del compuesto 50 % MXene - 50 % nano-diamantes, y del compuesto 90 % MXene - 10 % nano-diamantes respectivamente.

	Compuesto 50-50		Compuesto 90-10	
	Prom. [<i>nm</i>]	Desv. Est.	Prom. [<i>nm</i>]	Desv. Est.
2 ml	113,0	29,0	246,1	101,2
4 ml	164,1	61,8	371,2	168,0

Los resultados obtenidos del espesor de la tabla 4.1 y la tabla 4.2 indican que al depositar un mayor volumen de solución sobre el sustrato, el espesor aumenta para cada recubrimiento. Se aprecia también que el recubrimiento de menor espesor fue el recubrimiento de MXene, mientras que el recubrimiento de mayor espesor fue el de los nano-diamantes. El espesor del compuesto 2 fue mayor que el espesor del compuesto 1 para ambas deposiciones de 2 *ml* y 4 *ml*, aunque este presente una menor concentración de nano-diamantes. El espesor de los recubrimientos influye sobre el volumen de desgaste sobre el material, ya que a una mayor cantidad de material, la adherencia de este con el sustrato baja, lo que indicaría que la superficie de nano-diamantes resulta en una baja adherencia debido al grosor que presenta.

Cabe resaltar que estos datos presentan una inconsistencia lógica. Los recubrimientos de nano-diamantes se realizaron con una concentración menor que los recubrimientos de MXenes, 2 *mg/ml* contra 4 *mg/ml* respectivamente. Aún así, los nano-diamantes presentan un espesor mayor para el mismo volumen depositado. Más allá, el compuesto 1, que tiene una mayor concentración de nano-diamantes que el compuesto 2, presenta un grosor mayor que este último. Estas incógnitas valen la pena ser estudiadas en futuras investigaciones.

4.4. Rugosidad superficial

A continuación se muestran los resultados obtenidos sobre los parámetros de rugosidad estudiados para cada uno de los recubrimientos, diferenciados por material y volumen depositado sobre el sustrato. Se tomaron 3 áreas distintas sobre los cada recubrimiento, y se extrajo el promedio y desviación estándar de las mediciones de cada parámetro. El parámetro *Sku* fue omitido del análisis, ya que tras la recopilación de datos era evidente que este no proporcionaba información adicional sobre la topología de las superficies al siempre tener un valor significativamente superior a 3, $Sku \gg 3$.

Tabla 4.3: Parámetros de rugosidad superficial del sustrato de acero sin recubrimiento.

	Sustrato	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.
Sq [μm]	0,126	0,016
Ssk	-0,340	0,048
Sa [μm]	0,098	0,013

De la tabla 4.3 se ve que el sustrato de acero sin recubrimiento presenta una superficie con baja rugosidad. Con una altura media de $0,098\mu m$, y un valor de Ssk ligeramente menor a cero que sugiere una leve desviación por encima de la altura media por pequeños defectos superficiales. Además, el Ssk indica una geometría de pequeños huecos estrechos (lo que se le atribuye a defectos previos sobre la superficie), pero es generalmente lisa y más plana que cualquiera de los otros recubrimientos.

Tabla 4.4: Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos de MXene.

	3ml		4ml		5ml	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Sq [μm]	0,359	0,044	0,459	0,130	0,782	0,163
Ssk	8,715	2,996	7,877	0,325	5,836	3,346
Sa [μm]	0,166	0,041	0,204	0,037	0,454	0,084

En la tabla 4.4 se aprecia que a medida que aumenta el volumen depositado, Sq y Sa aumentan, indicando que la altura media también aumenta. Por otro lado, el parámetro Ssk disminuye pero sigue siendo siempre positivo ($Ssk > 0$), lo que sugiere una desviación por debajo de la altura media que, aunque disminuye con el volumen, nunca supera la línea media, indicando a su vez una geometría puntiaguda de los picos y valles en la superficie.

Tabla 4.5: Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos de nano-diamantes.

	3ml		4ml		5ml	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Sq [μm]	0,417	0,191	0,273	0,050	4,090	0,561
Ssk	9,393	9,982	4,246	4,385	-0,624	0,555
Sa [μm]	0,203	0,025	0,192	0,019	3,230	0,491

La tabla 4.5 sugiere un comportamiento similar a los recubrimientos de MXene. Sin embargo, la diferencia de la línea de altura media entre una deposición de 3ml y una de 4ml es mínima, comparado al salto pronunciado a una deposición de 5ml. De manera similar, el parámetro Ssk es positivo para el recubrimiento de 3 ml y 4 ml, pero en el recubrimiento de 5 ml es negativo, por lo que pasa de tener una desviación por debajo de la línea de altura media, a tener una desviación por encima de ella. Esto resulta en una topología puntiaguda de los picos y valles, aunque para el recubrimiento de 5 ml se acerca bastante a 3, lo que

sería una distribución normal.

Tabla 4.6: Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos del compuesto 1: 50 % MX y 50 % ND.

	2ml		4ml	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Sq [μm]	0,660	0,347	0,742	0,244
Ssk	11,561	3,250	11,242	1,934
Sa [μm]	0,225	0,095	0,279	0,104

La tabla 4.6 muestra un comportamiento similar al denotado en las tablas anteriores al aumentar el volumen depositado para los recubrimientos. Este, sin embargo, presenta diferencias leves entre los dos volúmenes estudiados. La línea media de altura dictada por el parámetro Sq y Sa aumenta levemente al aumentar el volumen depositado, mientras que el valor de Ssk disminuye levemente. Esto indica que la topología de los recubrimientos se mantiene de manera similar para ambos casos.

Tabla 4.7: Parámetros de rugosidad superficial de recubrimientos del compuesto 1: 90 % MX y 10 % ND.

	2ml		4ml	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Sq [μm]	0,768	0,350	0,524	0,218
Ssk	9,999	3,617	7,444	3,045
Sa [μm]	0,300	0,126	0,295	0,164

La tabla 4.7 denota que las diferencias topológicas entre ambos recubrimientos es mínima. Existe una reducción en el parámetro Ssk como se ha visto en los anteriores resultados, pero no presenta una diferencia de altura media sustancial. Al tener un valor de $Ssk > 0$ esta presenta una desviación por debajo de la línea media de altura, y se tiene una geometría sobre de picos y valles puntiagudos para la topología de la superficie de los recubrimientos.

De los resultados anteriores se observa que el sustrato presenta la altura media menor, ya que claramente no comprende de ningún recubrimiento. Sin embargo, solo el sustrato y el recubrimiento de 5 ml de nano-diamantes presentan un Ssk negativo y cercano a cero, lo que indicaría que el nivel de asimetría de este recubrimiento de nano-diamantes se asimila más a un sustrato limpio (ligeramente desviado al lado inferior) que a un recubrimiento de los otros materiales estudiados. Sin embargo, el recubrimiento de 5 ml de nano-diamantes es el que presenta el salto más abrupto de cambio en su rugosidad comparado con su contraparte de 4 ml. Aunque este recubrimiento se asimile en el valor de Ssk , el sustrato y el recubrimiento de 5 ml de nano-diamantes tienen la diferencia más alta de altura media aritmética Sa , ya que este último recubrimiento es el único que sobrepasa 1 μm .

Todos los recubrimientos diferentes a los anteriores mencionados presentan un valor de Ssk positivo, en un rango entre 5 y 12, donde el mayor valor corresponde a los recubrimientos del compuesto 1, lo que indica que la geometría de la superficie más común entre las

muestras es de picos y valles, y es más pronunciada en el compuesto 1. Además, para todos los recubrimientos, este valor de SSk va disminuyendo conforme se añade más material, lo que indica que el material añadido va rellenando zonas con menor cantidad de material, en vez de acumularse en los picos.

4.5. Ensayos tribológicos

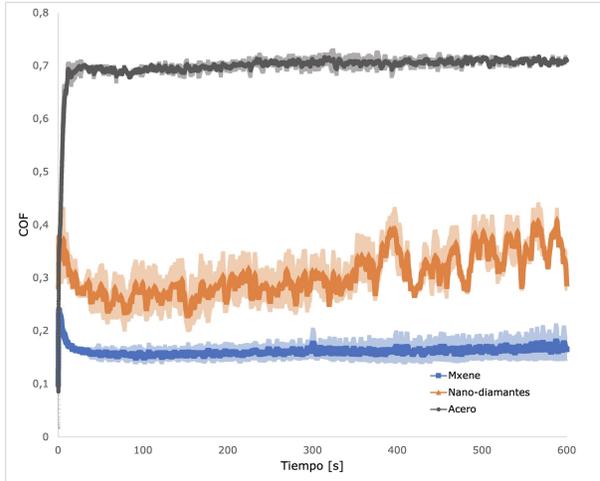
El ensayo tribológico se realizó con el tribómetro multifuncional, donde la celda que sujeta la bola de 4 mm de acero realizó un movimiento oscilatorio de un largo de 2,5 mm sobre los recubrimientos durante 10 minutos a una fuerza normal constante, dejando atrás una pista de desgaste sobre la superficie visible a simple vista.

4.5.1. Coeficiente de roce

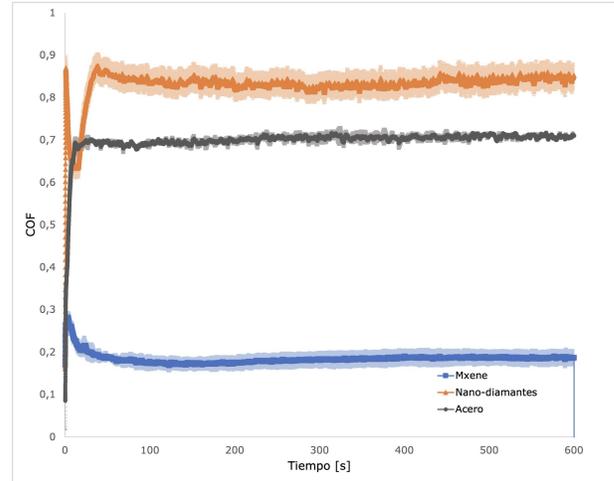
El coeficiente de roce (COF) fue estudiado para los recubrimientos de 3 ml y 5 ml de MXenes y nano-diamantes, y para los recubrimientos de 2 ml y 4 ml de ambos compuestos, además del sustrato de acero sin recubrimiento. El tribómetro se estabilizó en los primeros 5 segundos de la prueba y luego continuó tomando medidas durante los siguientes 10 minutos, tomando 100 mediciones por segundo. Posteriormente, los datos eran procesados y se les removía el ruido, obteniendo así el comportamiento del COF general durante el tiempo de prueba y su desviación estándar correspondiente.

A continuación se muestran los resultados obtenidos diferenciados por la fuerza normal aplicada, donde en las tablas se optó por presentar el primer valor en $t = 5s$ ya que indica el COF una vez el tribómetro se estabiliza, y en los gráficos se distinguen los recubrimientos por volumen depositado sobre el sustrato.

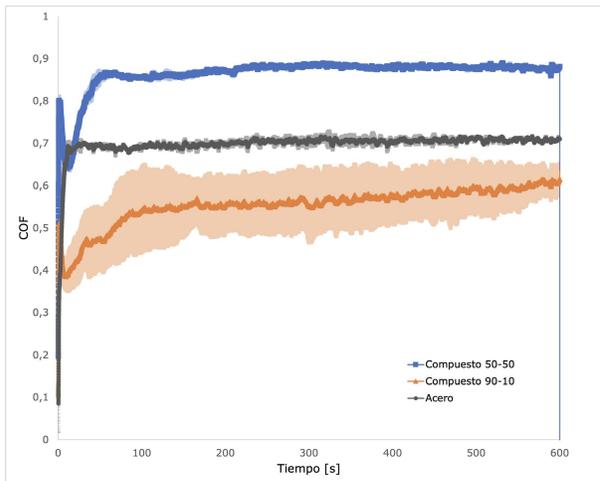
4.5.1.1. Fuerza normal aplicada: 0,1 N



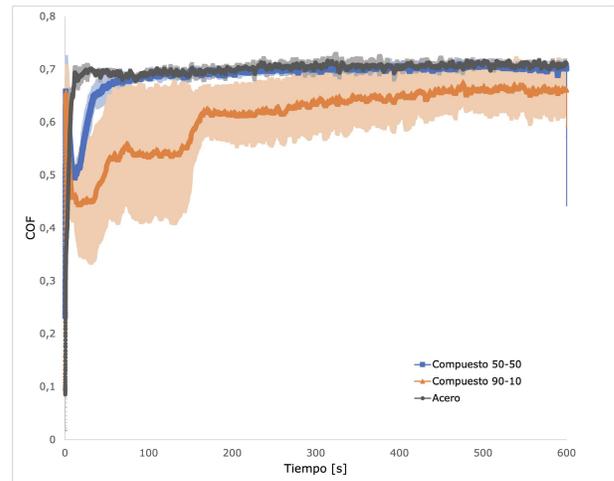
(a) COF para recubrimientos de 3 ml de MXene, 3 ml de nano-diamantes, y un sustrato de acero.



(b) COF para recubrimientos de 5 ml de MXene, 5 ml de nano-diamantes, y un sustrato de acero.



(c) COF para recubrimientos de 2 ml del Compuesto 1 (50-50), 2 ml del Compuesto 2 (90-10), y un sustrato de acero.



(d) COF para recubrimientos de 4 ml del Compuesto 1 (50-50), 4 ml del Compuesto 2 (90-10), y un sustrato de acero.

Figura 4.9: Coeficiente de rozamiento experimental sobre recubrimientos bajo una carga de 0,1N, diferenciados por (a) 3ml y (b) 5ml de volumen depositado para los nano-materiales por separado, y (c) 2ml y (d) 4ml para los compuestos.

Tabla 4.8: Detalle del coeficiente de rozamiento para recubrimientos sometidos a 0,1 N de fuerza aplicada.

Recubrimiento	COF en t = 5 s	COF en t = 600 s	COF promedio
Sustrato de acero	0,55	0,71	0,70
MX; 3ml	0,20	0,17	0,16
MX; 5ml	0,26	0,19	0,18
ND; 3ml	0,36	0,29	0,31
ND; 5ml	0,69	0,82	0,83
Compuesto 1; 2ml	0,72	0,88	0,86
Compuesto 1; 4ml	0,59	0,70	0,69
Compuesto 2; 2ml	0,42	0,61	0,56
Compuesto 2; 4ml	0,52	0,66	0,61

De la tabla 4.8 y la Figura 4.9 se ve que el sustrato de acero sin recubrimiento presenta un valor promedio del COF de 0,7. Este fue el valor de referencia para verificar si efectivamente los recubrimientos cumplen el objetivo de reducir el COF entre las superficies. Además, es un valor que se mantiene relativamente estable durante todo el ensayo tribológico. Para todas las medidas, se encuentra un periodo inicial donde el COF presenta un valor muy pequeño, el cual se da por el periodo de estabilización del tribómetro, donde la bola de acero se posiciona correctamente sobre el sustrato y fija la fuerza deseada.

Por otro lado, una vez más de la tabla 4.8 y la Figura 4.9 se puede ver como el recubrimiento que presenta un menor COF durante el ensayo es el MXene, para ambos 3 ml y 5 ml depositados. El MXene presenta un COF promedio de 0,16 para 3 ml (Figura 4.9.a) y de 0,18 para 4 ml (Figura 4.9.b, además de mantener un valor relativamente estable durante todo el ensayo. Esto es consecuente con los estudios previos conocidos sobre el MXene, demostrando que este es efectivamente un buen lubricante sólido, y reduce significativamente el COF encontrado con el sustrato sin recubrimiento.

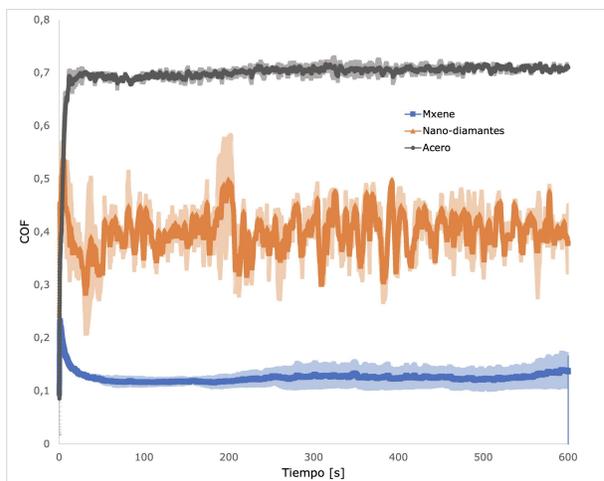
El recubrimiento de nano-diamantes presenta un comportamiento variante. En la Figura 4.9.a se visualiza un comportamiento más inestable que aquel del recubrimiento de MXenes para un volumen depositado de 3 ml, presentando varios picos y caídas en el valor del COF. Este obtuvo un valor promedio de 0,31 para el COF, sin embargo, este sigue siendo menor que el valor promedio del COF del sustrato de acero sin recubrimiento. El comportamiento de este recubrimiento cambia drásticamente una vez se realiza el ensayo sobre un volumen depositado de 5 ml. En la Figura 4.9.b el COF de los nano-diamantes sobrepasa aquel sin recubrimiento, llegando a un promedio de 0,83, por lo que no sería óptimo para efectos de lubricación.

Los compuestos realizados se comportan de manera distinta entre ellos. El primer compuesto (50-50) presenta un COF promedio de 0,86 para un volumen depositado de 2 ml (Figura 4.9.c), siendo el mayor promedio registrado para los recubrimientos sobre una carga de 0,1 N. El COF del primer compuesto para un volumen depositado de 4 ml disminuye a un promedio estable de 0,69 (Figura 4.9.d), el cual se asimila al comportamiento del COF del sustrato de acero sin recubrimiento, por lo que se sobrelapan en el gráfico. Esto indica que

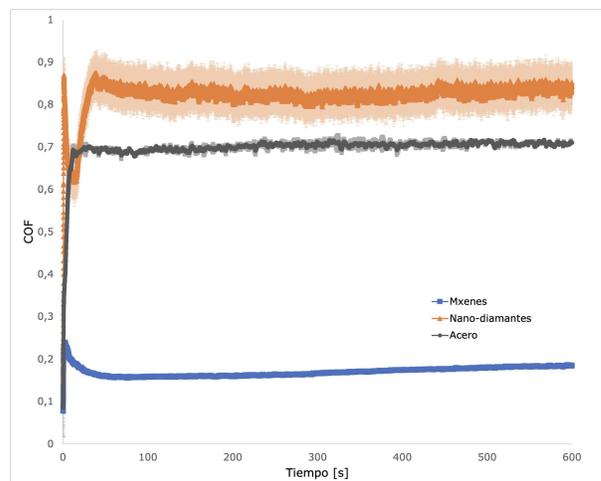
para una concentración equitativa de material, los el efecto negativo de los nano-diamantes sobre el COF prevalece sobre el efecto de los MXenes.

El segundo compuesto (90-10) presenta un COF promedio menor que el primero en ambos volúmenes depositados, para el recubrimiento de 2 ml este tiene un promedio de 0,56 (Figura 4.9.c), y para el recubrimiento de 4 ml se tiene un promedio de 0,61. Esto se le atribuye a que el segundo compuesto tiene una mayor concentración de MXenes, y exhibe este COF promedio menor, aunque tiene una desviación estándar mayor, visible en los gráficos 4.9.c y 4.9.d. Es importante notar que aún al tener una concentración de 90% de MXenes, este compuesto presenta un COF más alto que un recubrimiento puro de MXenes, por lo que incluso una concentración baja de nano-diamantes, como lo fue el 10 %, impacta de manera negativa el efecto de la lubricación de los MXenes.

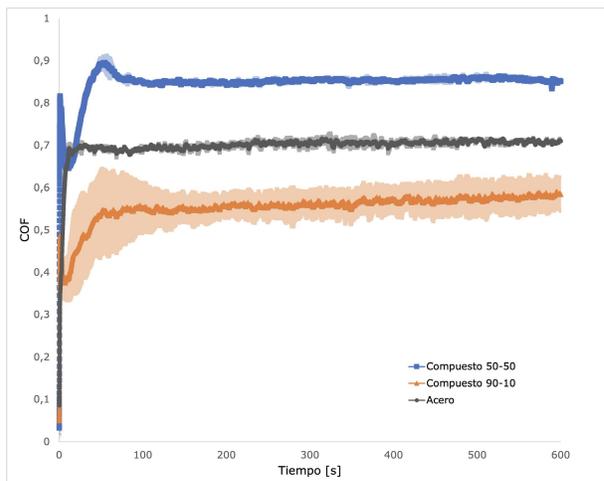
4.5.1.2. Fuerza normal aplicada: 0,2 N



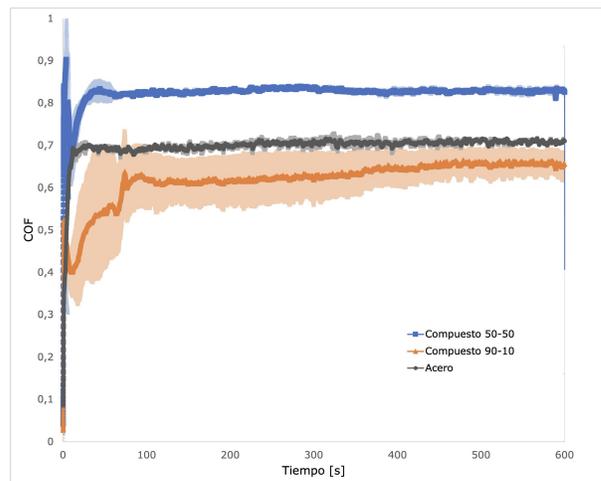
(a) COF para recubrimientos de 3 ml de MXene, 3 ml de nano-diamantes, y un sustrato de acero.



(b) COF para recubrimientos de 5 ml de MXene, 5 ml de nano-diamantes, y un sustrato de acero.



(c) COF para recubrimientos de 2 ml del Compuesto 1 (50-50), 2 ml del Compuesto 2 (90-10), y un sustrato de acero.



(d) COF para recubrimientos de 4 ml del Compuesto 1 (50-50), 4 ml del Compuesto 2 (90-10), y un sustrato de acero.

Figura 4.10: Coeficiente de rozamiento experimental sobre recubrimientos bajo una carga de 0,2N, diferenciados por (a) 3ml y (b) 5ml de volumen depositado para los nano-materiales por separado, y (c) 2ml y (d) 4ml para los compuestos.

Tabla 4.9: Detalle del coeficiente de rozamiento para recubrimientos sometidos a 0,2 N de fuerza aplicada.

Recubrimiento	COF en t = 5 s	COF en t = 600 s	COF promedio
Sustrato de acero	0,58	0,69	0,68
MX; 3ml	0,18	0,14	0,13
MX; 5ml	0,22	0,18	0,17
ND; 3ml	0,52	0,39	0,40
ND; 5ml	0,69	0,85	0,83
Compuesto 1; 2ml	0,70	0,85	0,85
Compuesto 1; 4ml	0,62	0,83	0,82
Compuesto 2; 2ml	0,38	0,58	0,55
Compuesto 2; 4ml	0,45	0,66	0,62

El efecto que tiene una carga normal de 0,2 N sobre los recubrimientos es a grandes rasgos similar al efecto de la carga de 0,1 N, empezando por el sustrato sin recubrimiento, el cual presenta un COF promedio de 0,68, el cual es 0,02 menor que aquel medido a 0,1N. El recubrimiento de 3 ml de MXene a 0,2 N presenta un COF promedio de 0,13 (Figura 4.9.a), y el recubrimiento de 5 ml presenta un promedio de 0,17 (Figura 4.9.b), el cual en ambos casos es ligeramente menor que el registrado a 0,1 N (por un valor de 0,03 y 0,01 respectivamente). El incremento en la carga normal tampoco afecta sustancialmente el comportamiento del COF sobre el recubrimiento de nano-diamantes, aumentando el promedio en 0,09 para 3 ml (Figura 4.9.a), resultando en 0,4, y manteniendo un valor de 0,83 para 5 ml (Figura 4.9.b).

El comportamiento de los compuestos varía levemente con la carga de 0,2 N. En primera instancia, los recubrimientos de 2 ml de cada compuesto presentan un COF promedio con un valor de 0,85 para el compuesto 1 y de 0,55 para el compuesto 2 (Figura 4.10.c), el cual en ambos casos es 0,01 unidades menor que el COF promedio registrado para una fuerza de 0,1N. Sin embargo, al aumentar el volumen depositado a 4 ml (Figura 4.10.d) se ve un aumento en el COF del compuesto 1, llegando a un valor promedio de 0,82 en comparación a su valor de 0,69 previamente para una fuerza de 0,1 N. Mientras que el valor del promedio del COF para el compuesto 2 es de 0,62, lo cual es 0,01 unidades mayor que el registrado para 0,1 N de fuerza.

Las diferencias entre los valores encontrados para los recubrimientos sometidos a cargas de 0,1 N y 0,2 N indican que el factor determinante sobre el COF de estos recubrimientos recae fuertemente en el volumen depositado sobre estos. Al haber una mayor cantidad de material sobre la superficie del recubrimiento, su adhesividad baja, lo que impacta negativamente el efecto de lubricación.

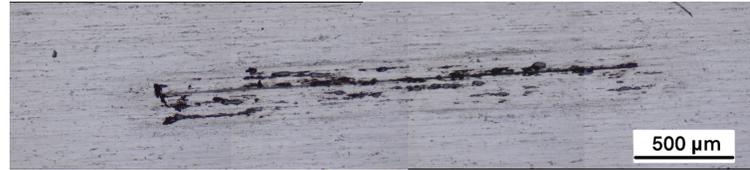
4.5.2. Pistas de desgaste

Las pistas de desgaste son el resultado del ensayo tribológico. Para el cálculo del volumen de desgaste se suma el volumen del agujero y los picos aledaños a la zona, con lo que se tiene el volumen removido y desplazado. El área de estudio de la pista de desgaste para obtener este volumen fue determinado siguiendo la geometría vista a través del microscopio óptico, gracias al contraste de interferencia diferencial.

4.5.2.1. Sustrato de acero sin recubrimiento



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.11: Pistas de desgaste sobre sustrato de acero sin recubrimiento, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.

Como es visible en la Figura 4.11, la pista de desgaste es discernible por un rastro oscuro a lo largo de esta. Este rastro oscuro presente sobre el sustrato se debe a la oxidación que se dió entre la esfera de acero rozando contra la superficie del sustrato, creando presión y calor sobre esta última y dejando atrás una acumulación de óxidos sobre el camino que recorrió. Este comportamiento se repite para ambas fuerzas normales aplicadas, y no existe una deformación sobre el sustrato tras el ensayo tribológico. Además de la presencia de oxidación, también se denota desgaste por abrasión, ya que se perciben rayaduras a lo largo de la pista por el contacto directo de la bola de acero con la superficie del sustrato.

4.5.2.2. Recubrimientos de MXene



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.12: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 3 ml MXenes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.13: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 5 ml MXenes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.

Los recubrimientos con MXene presentados en las Figuras 4.12 y 4.13 exhiben pistas tenues y angostas en ambos volúmenes depositados. Estos recubrimientos tras el ensayo tribológico de 10 minutos aun mantienen el sustrato de acero completamente recubierto con material. Las decoloraciones presentes se debe a cambios pequeños en la química superficial y oxidación tras la aplicación de fuerzas y contacto con el ambiente. Se percibe la formación de tribo-capas en la bola y la superficie, por lo que el desgaste presente se da a través de una interacción tribo-capas contra tribo-capas, como era de esperarse del MXene.

4.5.2.3. Recubrimientos de nano-diamantes



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.14: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 3 ml nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.15: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 5 ml nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.

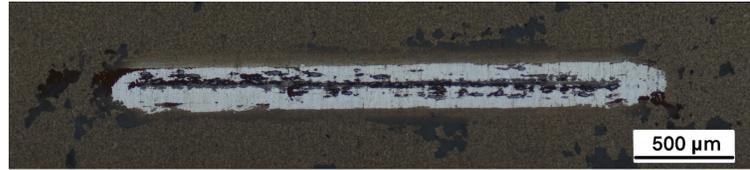
De las Figuras 4.14 y 4.15 se observa que los recubrimientos de nano-diamantes fueron desgastados casi en su totalidad, dejando descubierto el sustrato. Se puede apreciar como existen grandes acumulaciones de material desplazado en los bordes y las esquinas de la pista de desgaste, lo cual indica un desgaste por abrasión, demostrando que el recubrimiento de nano-diamantes es una superficie relativamente blanda. En particular, la pista de la Figura 4.14.b no presenta estas acumulaciones, dado que el material desplazado resultó adherido a la bola de acero.

Por otro lado, se destaca como las pistas de desgaste formadas por 0,2 N para ambos recubrimientos de 3 ml y 5 ml (Figura 4.14.b y 4.15.b respectivamente) tienen un ancho ligeramente mayor que su aquellas pistas formadas con 0,1 N (Figura 4.14.a y 4.15.a). Además, en todas las pistas se encuentra un rastro de material oscuro al centro de esta, al igual que en las pistas vistas en el sustrato sin recubrimiento (4.11), lo cual indica que hubo oxidación en el contacto puntual entre la bola de acero y la muestra, además de contener acumulaciones de material desplazado por abrasión.

4.5.2.4. Recubrimientos del compuesto 1: 50-50



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.16: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 2 ml del compuesto 1: 50 % MXene y 50 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.17: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 4 ml del compuesto 1: 50 % MXene y 50 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.

De las Figuras 4.16 y 4.17 se ve como el primer compuesto probado presenta un comportamiento similar a los recubrimientos de nano-diamantes de las Figuras 4.14 y 4.15. Se observa una acumulación en los bordes de las pistas de desgaste y un rastro oscuro a lo largo del medio. Esto indica que el modo de desgaste es abrasivo, al igual que el recubrimiento de nano-diamantes.

Las pistas de desgaste de este primer compuesto aunque sean similares a las de nano-diamantes en cuanto al modo de desgaste, se denota un ancho ligeramente menor sobre este compuesto más homogéneo, y presentan una forma más uniforme.

4.5.2.5. Recubrimientos del compuesto 2: 90-10



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.18: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 2 ml del compuesto 1: 90 % MXene y 10 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.



(a) Primera pista de desgaste a 0,1 N.



(b) Primera pista de desgaste a 0,2 N.

Figura 4.19: Pistas de desgaste sobre recubrimiento de 4 ml del compuesto 1: 90 % MXene y 10 % Nano-diamantes, obtenidas por microscopía óptica, diferenciadas por fuerza normal aplicada: (a) 0,1N y (b) 0,2N.

Las pistas de desgaste del recubrimiento a partir del segundo compuesto hecho de 90 % MXene y 10 % nano-diamantes (Figura 4.18 y Figura 4.19) se ven similares a aquellas del recubrimiento del primer compuesto. Esto indica que el modo de desgaste presente es el desgaste por abrasión, generando estas acumulaciones de material alrededor del surco y un rastro oscuro al medio. Aunque las pistas en este segundo compuesto presenten una forma más uniforme que el primero, es evidente que la influencia de los nano-diamantes sobre el compuesto es significativamente mayor que aquella de los MXenes, ya que no existe formación de tribocapas, y el sustrato queda casi por completo descubierto tras el ensayo tribológico.

4.5.2.6. Ancho de pistas

En la sección anterior se observó que las pistas de desgaste presentan una terminación distinta de acuerdo al tipo de recubrimiento utilizado. Al haber demostrado que el modo de desgaste presente en los recubrimientos que contienen nano-diamantes es distinto a aquellos

de MXenes, se realiza una comparación de su ancho y geometría.

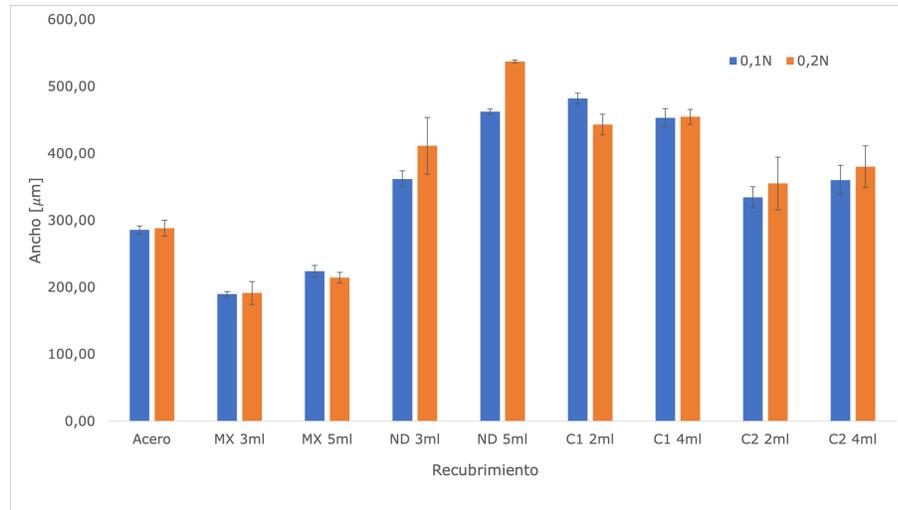


Figura 4.20: Ancho promedio de las pistas de desgaste.

Tabla 4.10: Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste del sustrato de acero.

[μm]	Acero	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.
0,1N	285,73	5,88
0,2N	288,23	11,92

Tabla 4.11: Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos MXenes.

[μm]	MX - 3ml		MX - 5ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	189,88	3,68	224,03	8,83
0,2N	191,40	17,05	214,40	8,05

Tabla 4.12: Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos de nano-diamantes.

[μm]	ND - 3ml		ND - 5ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	361,85	12,15	462,25	3,85
0,2N	411,45	42,30	537,53	2,13

Tabla 4.13: Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos del compuesto 1: 50-50.

[μm]	C1 - 2ml		C1 - 4ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	481,98	7,83	453,25	13,85
0,2N	443,28	15,43	454,65	11,30

Tabla 4.14: Ancho promedio [μm] de las pistas de desgaste de recubrimientos del compuesto 2: 90-10.

[μm]	C2 - 2ml		C2 - 4ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	334,39	15,95	360,28	22,08
0,2N	355,26	39,33	380,15	31,19

De la Figura 4.20 se observa que la fuerza aplicada influye en el ancho de la pista, siendo que a 0,1 N las pistas tienden a presentar un ancho ligeramente menor a aquellas sometidas a 0,2 N, en promedio 4 % menor. Por otro lado, las pistas de los recubrimientos de MXene (Tabla 4.11) presentan un ancho menor que aquellas presentes en los recubrimientos de nano-diamantes (Tabla 4.12), siendo las pistas sobre los recubrimientos de MXene un 40-50 % del ancho de las demás. Las pistas de desgaste del sustrato sin recubrimiento (Tabla 4.10) presentan un ancho mayor a aquel de los MXenes, pero menor que ambos recubrimientos de los compuestos (Tablas 4.13 y 4.14) y los nano-diamantes.

4.5.2.7. Volumen de desgaste

El volumen de desgaste fue calculado como la suma del material removido y el material desplazado, o bien, el agujero y los picos presentes en la pista de desgaste. Si bien se encontraron dos modos de desgaste entre las muestras, tribocapa-tribocapa y abrasión, es posible calcular los volúmenes de desgaste para comparar el efecto del ensayo tribológico sobre los recubrimientos.

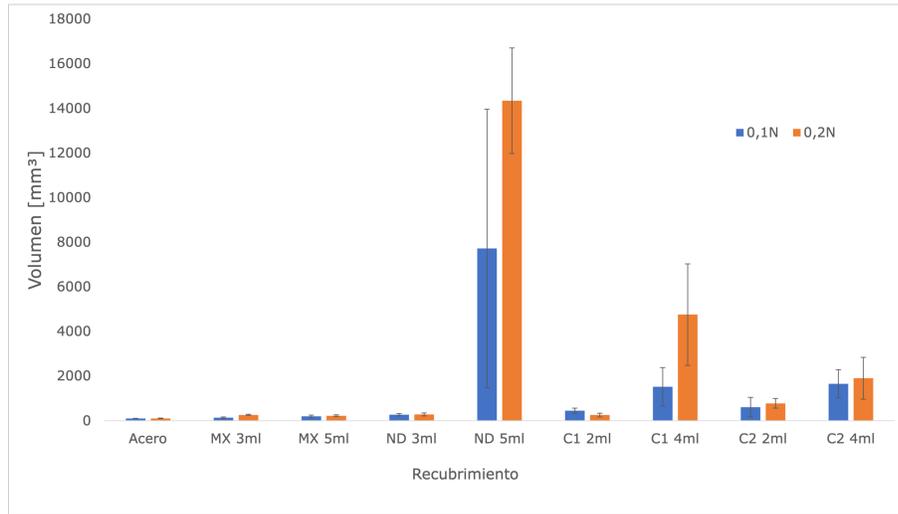


Figura 4.21: Volumen de desgaste tras ensayo tribológico.

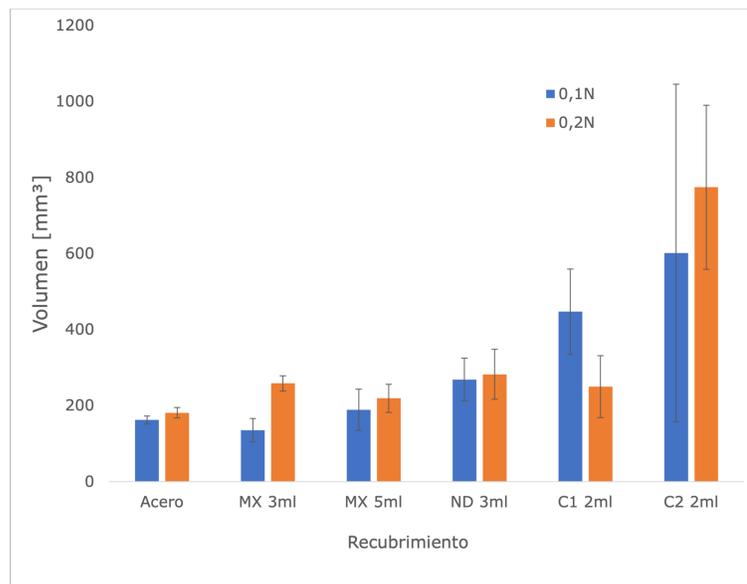


Figura 4.22: Volumen de desgaste excluyendo ND-5ml, C1-4ml, y C2-4ml para mayor claridad.

Tabla 4.15: Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste del sustrato de acero.

[mm^3]	Acero	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.
0,1N	161,69	10,43
0,2N	180,65	13,65

Tabla 4.16: Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos de MXenes.

[mm^3]	MX 3ml		MX 5ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	134,74	30,68	188,47	54,24
0,2N	258,09	20,38	218,84	37,08

Tabla 4.17: Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos de nano-diamantes.

[mm^3]	ND 3ml		ND 5ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	268,40	55,95	7711,52	6242,28
0,2N	281,79	65,86	14337,76	2363,12

Tabla 4.18: Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos del compuesto 1: 50-50.

[mm^3]	C1 2ml		C1 4ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	446,86	112,33	1515,40	858,46
0,2N	249,37	81,34	4752,56	2275,46

Tabla 4.19: Volumen promedio [mm^3] de las pistas de desgaste de los recubrimientos del compuesto 2: 90-10.

[mm^3]	C2 2ml		C2 4ml	
Fuerza	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
0,1N	601,20	443,95	1647,03	631,69
0,2N	774,11	215,69	1896,32	938,01

De la Figura 4.22 se ve como los recubrimientos de nano-diamantes presentan un volumen de desgaste significativamente más alto que cualquier otro recubrimiento específicamente para 5 ml de volumen depositado (Tabla 4.17). Este efecto se ve atenuado al pasar al compuesto 1 (Tabla 4.18) y el compuesto 2 (Tabla 4.19), sin embargo, el volumen de desgaste en ambos casos sigue siendo mayor al encontrado en los recubrimientos de MXene (Tabla 4.16).

Por otro lado, el volumen de desgaste del sustrato sin recubrimiento (Tabla 4.15) es bajo en comparación al resto de los recubrimientos, y se equipara a aquel del recubrimiento de MXenes, aunque este comprende el volumen de los óxidos formados sobre la superficie más las rayaduras hechas por el ensayo. El modo de desgaste abrasivo que trae el uso de nano-diamantes aumenta consecuentemente el volumen de desgaste, incluso para el compuesto 2

el cual solo presenta un 10% de concentración másica de nano-diamantes.

Más allá, se denota que el volumen de desgaste para pistas realizadas bajo una fuerza aplicada de $0,1N$ es ligeramente menor que aquellas pistas bajo $0,2N$, lo que se atribuye a que debido a la presión hay un área de contacto ligeramente mayor. Aún así, se encuentra un caso atípico para el recubrimiento de $2ml$ del compuesto 1, el cual presenta un mayor volumen de desgaste para la pista realizada bajo $0,1N$, lo que se puede atribuir a que parte del volumen de desgaste pudo haberse adherido a la bola de acero y no quedar presente en el área de estudio.

Capítulo 5

Conclusiones

De acuerdo a los objetivos planteados, se puede concluir que estos se lograron en su totalidad. El estudio de las propiedades tribológicas de recubrimientos de MXene, de nano-diamantes, y de dos compuestos distintos a partir de concentraciones distintas de cada nano-material, logró demostrar el comportamiento que facilitan estos nano-materiales en lubricación.

En primera instancia, Las soluciones de MXene con un solvente de isopropanol a una concentración de 4 mg/ml presentaron una dispersión homogénea después de la dispersión con ultrasonido. En contraste, las soluciones de nano-diamantes con el mismo solvente y concentración tuvieron dificultades para mantener una dispersión estable durante una hora, lo que llevó a reducir la concentración a 2 mg/ml y cambiar el solvente a una mezcla 70 % etanol y 30 % agua. Esta modificación permitió una dispersión homogénea durante la primera hora después de la dispersión con ultrasonido. Los compuestos que combinan ambos materiales mantuvieron una dispersión estable y homogénea durante una hora bajo las mismas condiciones utilizadas para las soluciones de MXenes, tanto para el compuesto 1 (50 % de concentración másica de MXenes y 50 % nano-diamantes) y el compuesto 2 (90 % MXenes y 10 % nano-diamantes).

Las deposiciones por spray-coating Se lograron sin mayor dificultad para los recubrimientos de MXene y ambos compuestos. Los recubrimientos de nano-diamantes no presentaban el mismo nivel de homogeneidad que los demás, lo que se le atribuye a la diferencia del solvente utilizado. Dado que la temperatura de evaporación para el etanol y el agua es distinta, ciertas áreas sobre el sustrato se secaban más rápido que otras, lo que resultó en algunas manchas visibles en el recubrimiento, las cuales eran más prominentes con cada uso del aerógrafo. Aún así, los ensayos tribológicos posteriores se realizaron sobre áreas de distribución similar.

El espesor de los recubrimientos varió según la cantidad de solución depositada con el aerógrafo, siguiendo una relación directa. Los recubrimientos de MXene fueron los más delgados, mientras que los de nano-diamantes fueron los más gruesos. Los compuestos que combinaban ambos materiales tuvieron un grosor intermedio. Se observó que los recubrimientos de nano-diamantes presentaban acumulación de material en el borde en contacto con la cinta adhesiva kapton debido a cargas electrostáticas, pero estos valores atípicos se excluyeron en el cálculo del espesor. Los recubrimientos de MXenes no mostraron estas acumulaciones, mientras que los compuestos que contenían nano-diamantes sí las presentaron..

El análisis de la rugosidad superficial de los recubrimientos ayudó a identificar la geometría topológica de ellos. La referencia base fue el acero, el cual exhibía una superficie bastante plana con una leve tendencia a una geometría puntiaguda de picos y valles, mientras que su altura media era de $0,1\mu\text{m}$ por pequeños defectos superficiales. Los recubrimientos de MXene mostraron una disminución en la rugosidad cerca de su altura media a medida que aumentaba el volumen depositado. También tenían picos y valles pronunciados. Los recubrimientos de nano-diamantes resultaron más ásperos que los de MXene, con picos y valles más marcados en los recubrimientos de 3 ml y 4 ml, pero un cambio drástico en los de 5 ml, que presentaron concentración por encima de la altura media y huecos más profundos. Ambos compuestos presentan un comportamiento similar entre ellos, el cual se puede describir como un punto entre los recubrimientos de MXene y nano-diamantes por aparte. El compuesto 1 se asemejó más a los nano-diamantes, mientras que el compuesto 2 se aproximó a los recubrimientos de MXene, lo cual se atribuye directamente a las concentraciones que los comprenden.

Los recubrimientos mostraron diferentes coeficientes de fricción (COF). El sustrato limpio sin recubrimiento tuvo un COF promedio de 0,7 para ambas fuerzas. Los recubrimientos de MXene tuvieron un COF promedio cercano a 0,2 y se mantuvieron estables, lo que los hace adecuados para aplicaciones de lubricación. En contraste, los nano-diamantes tuvieron COFs más altos, con valores de 0.3 y 0.4 para fuerzas de 0,1N y 0,2N, respectivamente. Aunque estos valores fueron menores que el COF del sustrato de acero, mostraron inestabilidad a lo largo del ensayo, lo que indica que no serían ideales para un mayor número de ciclos. Además, los recubrimientos más gruesos (5 ml) tuvieron un COF promedio de 0.8 para ambas fuerzas, mayor que el sustrato sin recubrimiento.

El primer compuesto, con 50 % de nano-diamantes y 2 ml de volumen depositado, mostró el COF promedio más alto: 0,86 para 0,1N y 0,85 para 0,2N, superando ligeramente el valor de los nano-diamantes y el sustrato limpio. Esto se repitió para un recubrimiento de 4 ml a 0,2N, sugiriendo una fuerte influencia de los nano-diamantes en el COF. El compuesto 2, con solo 10 % de nano-diamantes, tuvo un COF promedio más bajo, cerca de 0,6 en todas las iteraciones, pero aún mayor que los recubrimientos de MXene por sí solos. Esto sugiere que incluso con una concentración baja de nano-diamantes, tienen un impacto dominante en el COF en comparación con los MXenes. Además, se observó que las diferencias en el COF eran más pronunciadas debido al cambio de espesor en lugar de la fuerza normal aplicada.

Las pistas de desgaste tras el ensayo tribológico revelan el tipo de desgaste causado por los recubrimientos. El sustrato sin recubrimiento muestra un rastro oscuro atribuido a la oxidación debido a la presión y el calor. Los MXenes muestran un desgaste tribocapa-tribocapa, con bajo volumen y ancho de pista, y dejan el sustrato cubierto, lo que indica una alta durabilidad. En contraste, los recubrimientos de nano-diamantes muestran un desgaste abrasivo con acumulaciones de material en los bordes y esquinas de la pista, dejando el sustrato completamente expuesto y mostrando un rastro oscuro en el centro debido a la oxidación. Los compuestos combinados tienen un comportamiento similar al desgaste de los recubrimientos de nano-diamantes, con bordes más uniformes, lo que sugiere un desgaste por abrasión.

El ancho de estas pistas sigue el comportamiento descrito en el párrafo anterior. Los recubrimientos de MXene presentan las pistas más delgadas, seguidos del sustrato sin recu-

brimiento, el segundo compuesto, el primer compuesto, y por último con el ancho de pistas mayor está el recubrimiento de nano-diamantes, cercano al doble del ancho de los MXenes. El volumen de desgaste sigue este mismo patrón, aunque a diferente escala. Hay una pequeña diferencia en el volumen de desgaste entre las muestras de *3ml* de MXene y *3ml* de nano-diamantes, pero los recubrimientos de nano-diamantes alcanzan un volumen de desgaste más de 50 veces el registrado para los MXenes para los recubrimientos de *5ml*. Este efecto que producen los nano-diamantes se repite en ambos compuestos, ambos mostrando volúmenes de desgaste altos en comparación a los MXenes.

De los estudios de las propiedades tribológicas de recubrimientos de MXenes, nano-diamantes, y dos compuestos con concentraciones distintas de estos dos materiales, se concluye que el uso de nano-diamantes en el compuesto no es beneficioso para aplicaciones de lubricación en conjunto con MXenes. El efecto de los nano-diamantes domina sobre los MXenes, aumentan la aspereza de los recubrimientos y transforman el modo de desgaste a uno predominante abrasivo. Esto indica que se impide la formación de tribocapas, incluso con concentraciones bajas de nano-diamantes dentro del compuesto. Aún así, se podría investigar a futuro el efecto que tendría un arreglo por capas entre estos dos materiales.

Bibliografia

- [1] P. Uzoma, H. Hu, M. Khadem, O. Penkov. (2020). Tribology of 2D Nanomaterials: A Review. *Coatings*. 10. 897. 10.3390/coatings10090897.
- [2] A. Gupta, T. Sakthivel, S. Seal. (2015). Recent Development in 2D Materials Beyond Graphene. *Progress in Materials Science*. 73. 10.1016/j.pmatsci.2015.02.002.
- [3] W. Zhai, N. Srikanth, L. Bing Kong, K. Zhou. (2017). Carbon nanomaterials in tribology. *Carbon*. 119. 10.1016/j.carbon.2017.04.027.
- [4] B. Wyatt, A. Rosenkranz, B. Anasori. (2021). Two-dimensional MXenes: Tunable Mechanical and Tribological Properties. *Advanced Materials*. 33. 10.1002/adma.202007973.
- [5] K. Pal. (2017). Surface Engineering of Nanomaterials: Tribology and its Classification. Department of Mechanical and Industrial Engineering Indian Institute of Technology, Roorkee. s.p.
- [6] K. Pal. (2017). Surface Engineering of Nanomaterials: Friction Tribology. Department of Mechanical and Industrial Engineering Indian Institute of Technology, Roorkee. s.p.
- [7] K. Pal. (2017). Surface Engineering of Nanomaterials: Wear and Corrossion. Department of Mechanical and Industrial Engineering Indian Institute of Technology, Roorkee. s.p.
- [8] K. Pal. (2017). Surface Engineering of Nanomaterials: Lubrication. Department of Mechanical and Industrial Engineering Indian Institute of Technology, Roorkee. s.p.
- [9] K. Pal. (2017). Surface Engineering of Nanomaterials: Effect of Tribology on Surface of Nanomaterials. Department of Mechanical and Industrial Engineering Indian Institute of Technology, Roorkee. s.p.
- [10] P. Grützmacher, S. Suarez, A. Tolosa, C. Gachot, G. Song, B. Wang, V. Presser, F. Mücklich, B. Anasori, A. Rosenkranz. (2021). Superior Wear-Resistance of $Ti_3C_2T_x$ Multilayer Coatings. *ACS Nano* 2021 15 (5), 8216-8224 10.1021/acsnano.1c01555
- [11] J. Spear, B. Ewers, J. Batteas. (2015). 2D-nanomaterials for controlling friction and wear at interfaces. *Nano Today*. 10. 10.1016/j.nantod.2015.04.003.
- [12] V. Danilenko, O. Shenderova. (2012). Advanced Synthesis in Nanodiamond Particles. *Ultrananocrystalline Diamond: Synthesis, Properties and Applications: Second Edition*. 133-164. 10.1016/B978-1-4377-3465-2.00005-0.
- [13] V. Dolmatov. (2007). Detonation-Synthesis Nanodiamonds: Synthesis, Structure, Properties and Applications. *Russian Chemical Reviews*. 76. 339. 10.1070/RC2007v076n04ABEH003643.
- [14] A. Schrand, S. Hens, O. Shenderova. (2009). Nanodiamond Particles: Properties and Perspectives for Bioapplications. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*.

34. 18-74. 10.1080/10408430902831987.

- [15] A. Mengesha, B. Youan. (2013). Nanodiamonds for drug delivery systems. Woodhead Publishing Limited. 10.1016/B978-0-85709-340-0.50013-8.
- [16] S. Reichel. (2021). Propiedades tribológicas de MXenes (nano-láminas de $Ti_3C_2T_X$): influencia de la carga normal y la cantidad de MXene. Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. Departamento de Ingeniería Mecánica. Santiago. 106.

Anexos

Anexo A. Tablas de datos de rugosidad

Tabla A.1: Rugosidad superficial MX.

MX					
3ml	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,3026	0,4105	0,3667	0,35993333	0,04430909
Ssk	12,95	6,506	6,689	8,715	2,995529
Sku	251,7	83,81	90,1	141,87	77,7039797
Sa [micro m]	0,1105	0,2081	0,1796	0,16606667	0,04097807
4ml	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,487	0,3296	0,589	0,4593	0,1297
Ssk	7,961	7,552	8,201	7,8765	0,3245
Sku	102,981	111,5	95,23	103,365	8,135
Sa [micro m]	0,216	0,1677	0,2412	0,20445	0,03675
5ml	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,5563	0,9348	0,854	0,7817	0,1627596
Ssk	2,863	10,51	4,135	5,836	3,34556453
Sku	20,15	161,9	47,25	76,4333333	61,4384019
Sa [micro m]	0,3739	0,4168	0,5698	0,4535	0,08408079

Tabla A.2: Rugosidad superficial ND.

ND					
3ml	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,6818	0,2364	0,3342	0,41746667	0,19112874
Ssk	23,24	0,09039	4,85	9,39346333	9,98193051
Sku	625,2	3,374	113,4	247,324667	270,947419
Sa [micro m]	0,1844	0,186	0,2392	0,2032	0,02546422
4ml	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,2316	0,2434	0,3433	0,27276667	0,05010671
Ssk	1,41	0,8873	10,44	4,24576667	4,38517949
Sku	37,72	22,99	310,5	123,736667	132,198463
Sa [micro m]	0,1732	0,1842	0,218	0,1918	0,0190627
5ml	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	3,429	4,801	4,041	4,09033333	0,56120188
Ssk	-0,8719	0,1441	-1,145	-0,6242667	0,55463886
Sku	3,518	5,04	3,03	3,86266667	0,85600675
Sa [micro m]	2,638	3,84	3,212	3,23	0,49087948

Tabla A.3: Rugosidad superficial Comp. 1.

NDMX1						
2ml	area1	area2	area3	area4	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,1887	0,4669	0,9649	1,019	0,659875	0,34686317
Ssk	9,618	17,08	8,875	10,67	11,56075	3,24973409
Sku	378,6	362,1	99,22	131,6	242,88	128,115925
Sa [micro m]	0,1166	0,1536	0,3529	0,2771	0,22505	0,09476462
4ml	area1	area2	area3	area4	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,411	1,05	0,624	0,8818	0,7417	0,24387122
Ssk	13,37	8,099	11,9	11,6	11,24225	1,93442244
Sku	260	107,3	184,7	163,8	178,95	54,6932583
Sa [micro m]	0,1696	0,4459	0,2217	0,278	0,2788	0,10381245

Tabla A.4: Rugosidad superficial Comp. 2.

NDMX2						
2ml	area1	area2	area3	area4	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,5374	0,7398	0,449	1,346	0,76805	0,34993449
Ssk	10,38	4,017	13,4	12,2	9,99925	3,61734318
Sku	184,8	48,29	242,9	175	162,7475	70,9953855
Sa [micro m]	0,2367	0,4943	0,1536	0,3165	0,300275	0,1259606
4ml	area1	area2	area3	area4	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,5745	0,844	0,2466	0,4298	0,523725	0,21838861
Ssk	7,393	2,721	8,532	11,13	7,444	3,04465392
Sku	110,2	15,85	186,4	182,3	123,6875	69,2443533
Sa [micro m]	0,2886	0,5639	0,1402	0,1867	0,29485	0,1643472

Tabla A.5: Rugosidad superficial Acero.

Acero					
Sin rec.	area1	area2	area3	promedio	stdev
Sq [micro m]	0,1493	0,1159	0,1132	0,12613333	0,01641835
Ssk	-0,407	-0,3172	-0,296	-0,3400667	0,04811385
Sku	4,135	6,533	5,573	5,41366667	0,98544113
Sa [micro m]	0,1161	0,09074	0,08856	0,09846667	0,01250037

Anexo B. Tablas de datos del volumen de desgaste y ancho de pistas

Tabla B.1: Datos del volumen de desgaste y ancho de pistas, parte 1/2.

MX	3ml ; 0,1N		3ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	134742	30678	258085,5	20376,5
Ancho [μm]	189,875	3,675	191,4	17,05
ND	3ml ; 0,1N		3ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	268403	55945	281791,5	65863,5
Ancho [μm]	361,85	12,15	411,45	42,3
NDMX1	2ml ; 0,1N		2ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	446861,5	112333,5	249374,5	81336,5
Ancho [μm]	481,975	7,825	443,275	15,425
NDMX2	2ml ; 0,1N		2ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	601203,25	443951,795	774113,25	215688,553
Ancho [μm]	334,3875	15,9483297	355,2625	39,3274137
Acero	0,1N			
Parámetro	Prom.		Desv. Est.	
Volumen de desgaste [μm^3]	161690,4		10430,52	
Ancho [μm]	285,73		5,88	

Tabla B.2: Datos de volumen de desgaste y ancho de pistas, parte 2/2

MX	5ml ; 0,1N		5ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	188469	54236	218838,5	37077,5
Ancho [μm]	224,025	8,825	214,4	8,05
ND	5ml ; 0,1N		5ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	7711519	6242279	14337764	2363116
Ancho [μm]	462,25	3,85	537,525	2,125
NDMX1	4ml ; 0,1N		4ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	1515398,5	858456,5	4752563	2275460
Ancho [μm]	453,25	13,85	454,65	11,3
NDMX2	4ml ; 0,1N		4ml ; 0,2N	
Parámetro	Prom.	Desv. Est.	Prom.	Desv. Est.
Volumen de desgaste [μm^3]	1647028,25	631685,249	1896316,5	938009,411
Ancho [μm]	360,275	22,0784256	380,15	31,1894413
Acero	0,2N			
Parámetro	Prom.		Desv. Est.	
Volumen de desgaste [μm^3]	180659,85		13652,255	
Ancho [μm]	288,225		11,915	

Anexo C. Tablas de datos del espesor de recubrimientos

Tabla C.1: Espesor medido de los recubrimientos de MXene

3ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	41,03	157,9	66,4	145,5
Medición 2	33,44	116,3	74,46	108,7
Medición 3	45,83	177,3	102,2	146,3
Medición 4	36,5	141,2	57,5	159,3
Medición 5	65,8	141,2	126,7	82,4
Prom.	101,298			
Desv. Est.	45,50805364			
4ml	Vista 1	Vista 2	Vista 4	Vista 3
Medición 1	131,9	171,5	97,14	128,6
Medición 2	103,9	110,6	125,7	162,3
Medición 3	114,7	87,61	132,3	130,6
Medición 4	104,2	180,6	71,05	155,8
Medición 5	137,4	132,7	83,5	121,3
Prom.	124,17			
Desv. Est.	28,24053487			
5ml	Vista 1	Vista 1	Vista 3	Vista 4
Medición 1	146,6	247,3	111,5	183,5
Medición 2	158,4	130,9	176,5	281,9
Medición 3	126,8	123,6	174,3	313,5
Medición 4	106,5	171,4	231,7	291,5
Medición 5	117,7	113,8	93,7	145,3
Prom.	172,32			
Desv. Est.	64,7324231			

Tabla C.2: Espesor medido de los recubrimientos de nano-diamantes.

3ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	116,3	108,8	423,7	30,2
Medición 2	203,4	160,7	104,5	111,9
Medición 3	95,9	266,6	135,2	324,6
Prom.	173,4833333			
Desv. Est.	107,700873			
4ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	272	100,9	539,3	245,6
Medición 2	123,1	102,8	599,1	299,3
Medición 3	229,7	218,9	527,5	190,1
Prom.	287,3583333			
Desv. Est.	166,7651116			
5ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	273,7	723,9	649	468,2
Medición 2	465	293,8	728,1	639,8
Medición 3	71,7	763,3	645,8	600,3
Prom.	526,8833333			
Desv. Est.	207,2207311			

Tabla C.3: Espesor medido de los recubrimientos del Compuesto 1.

2ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	96,44	108,1	115,6	188,6
Medición 2	93,04	85	96,7	135,9
Medición 3	136,1	96,91	115,6	84,76
Medición 4	119,4	78,46	96,7	161,8
Prom.	113,069375			
Desv. Est.	29,01577749			
4ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	126,4	178,1	117,9	172,3
Medición 2	134,4	311,9	126	204,4
Medición 3	127,9	273,1	103,5	180,7
Medición 4	115,9	238,9	101,4	113,8
Prom.	164,1625			
Desv. Est.	61,81654183			

Tabla C.4: Espesor medido para los recubrimientos de 2 ml del Compuesto 2.

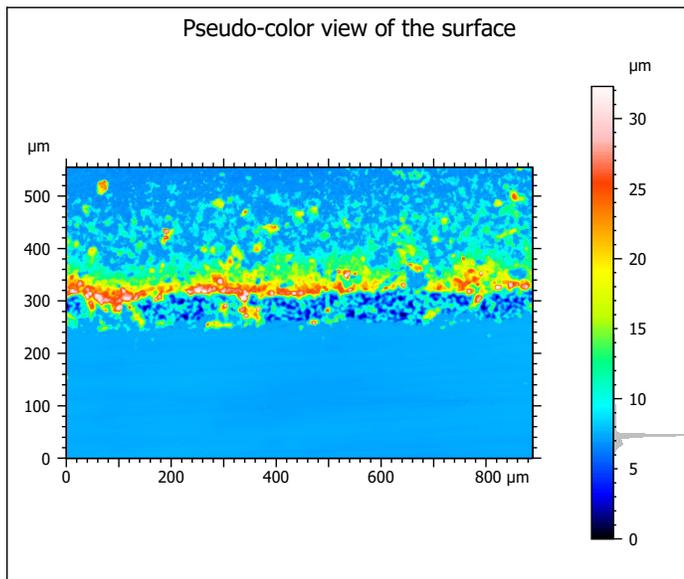
2ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	314,9	262,8	448,1	328,5
Medición 2	141,6	194,7	230,1	314,8
Medición 3	341	119,9	478,2	81,9
Medición 4	242,9	68,5	398,5	214,6
2ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	307,6	345,4	265	203,2
Medición 2	221,9	107,8	110,5	322,3
Medición 3	272,1	183,9	235	135,2
Medición 4	287,9	301,1	267,6	129,3
Prom.	246,150			
Desv. Est.	101,2837			

Tabla C.5: Espesor medido para recubrimientos de 4 ml del Compuesto 2.

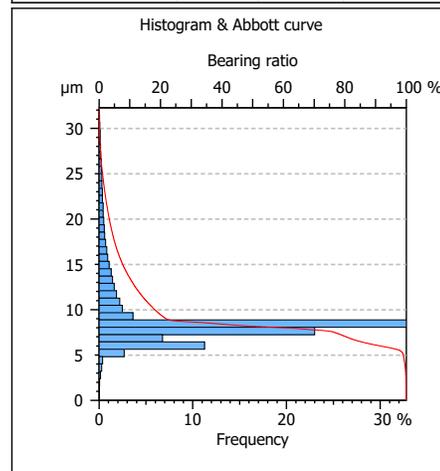
4ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	354,3	504,7	453,9	367,4
Medición 2	684,7	575,6	359,6	154,8
Medición 3	459,6	464,2	338	112,3
Medición 4	747,4	942,5	382,2	231,4
4ml	Vista 1	Vista 2	Vista 3	Vista 4
Medición 1	266,9	322,2	269,4	256,2
Medición 2	261,1	265,6	267,9	305,5
Medición 3	281,5	214	347,7	358,8
Medición 4	295,9	372,4	298,5	364,5
Prom.	371,272			
Desv. Est.	168,0542			

Anexo D. Ejemplo de análisis de espesor con el software MountainsLab.

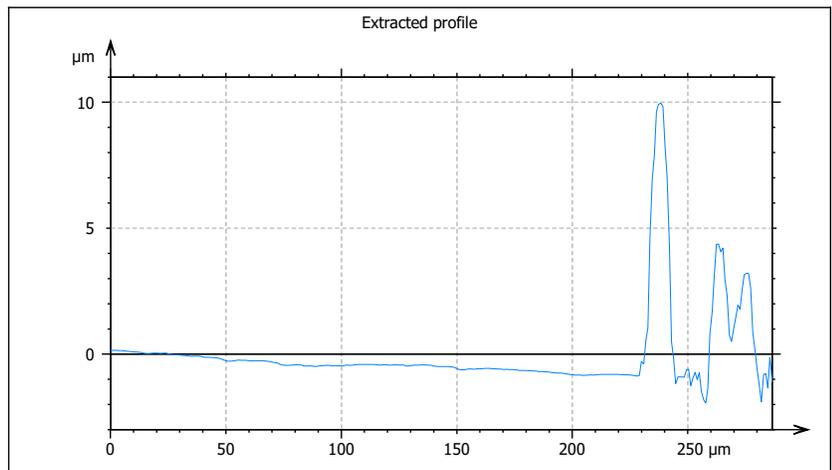
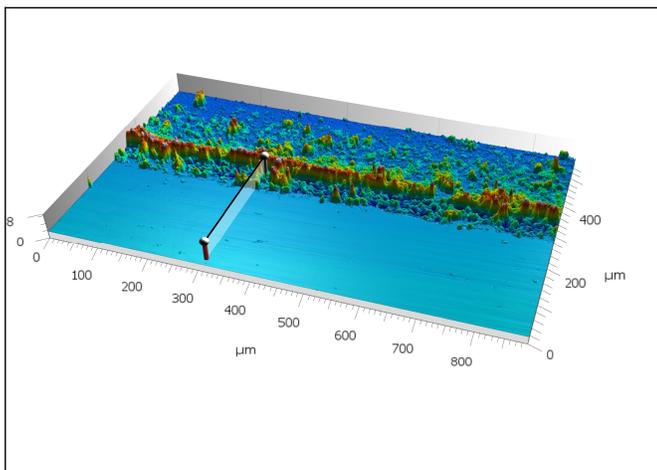
El siguiente es el documento generado para el análisis del espesor de un recubrimiento con el uso del software MountainsLab. Se decidió incluir solamente este ejemplo para el análisis del espesor de un recubrimiento de 4 ml del Compuesto 2, ya que todos los análisis de espesor son análogos a este.



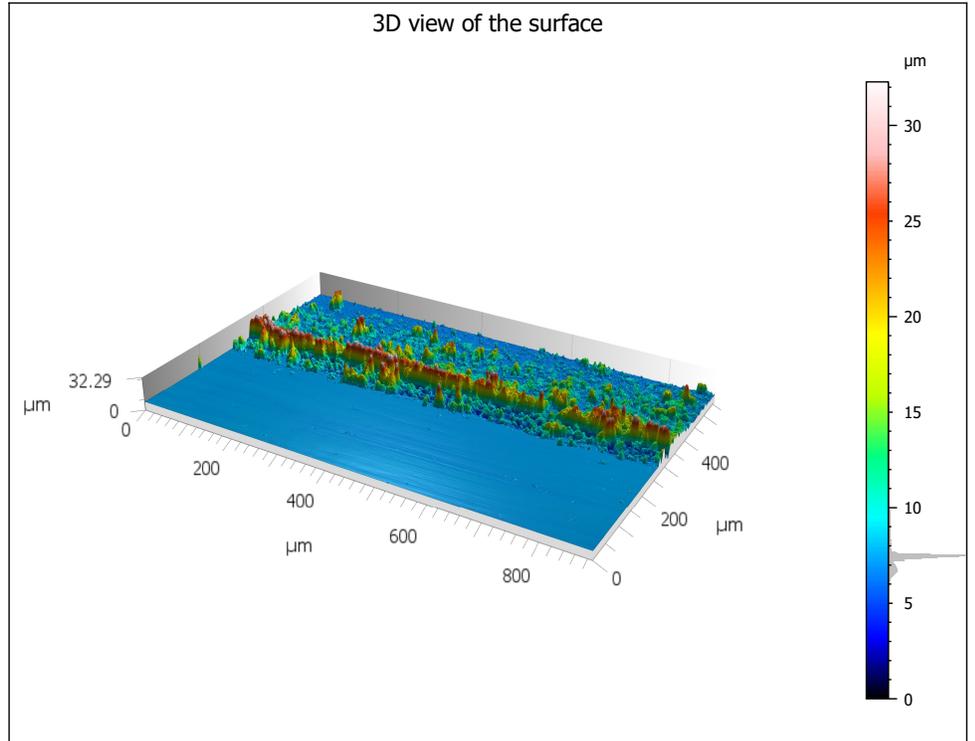
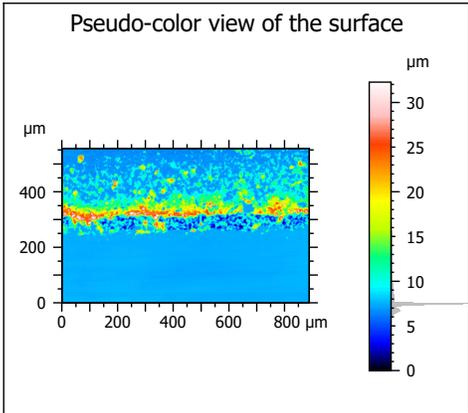
Identity card	
Name:	MXND2_4ml_4mgml_vista2
Studiable type:	Surface
Axis: X	
Length:	888.7 μm
Size:	960 points
Axis: Y	
Length:	555.4 μm
Size:	600 points



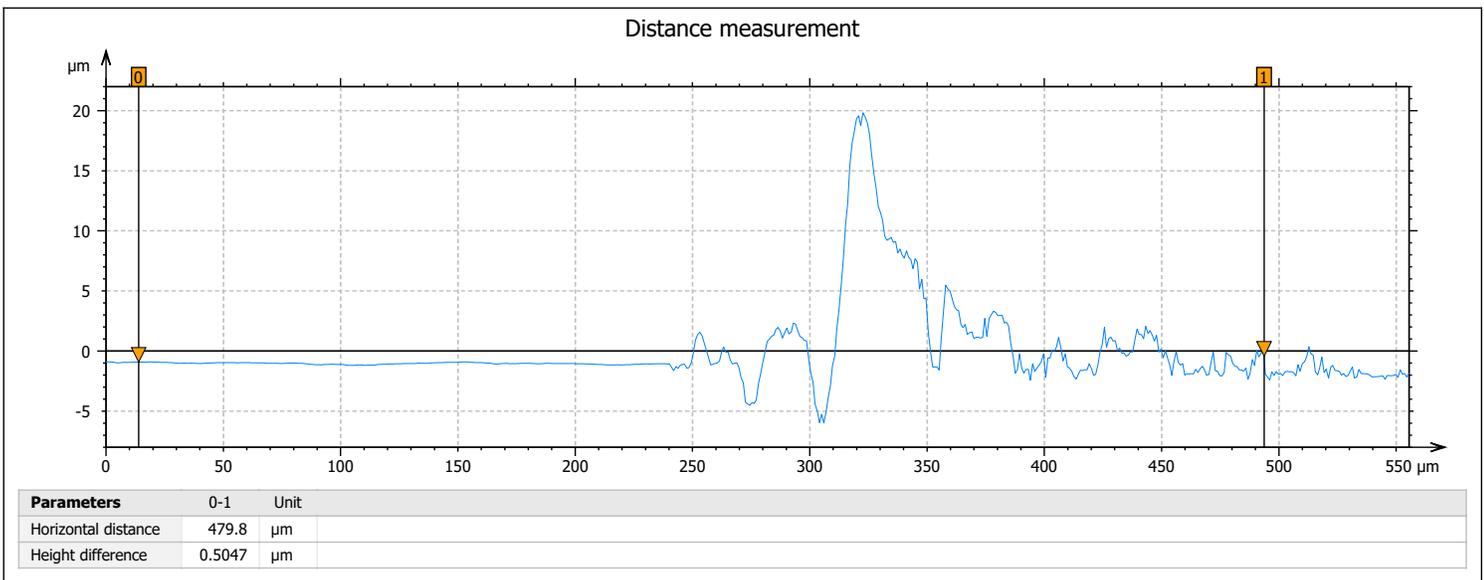
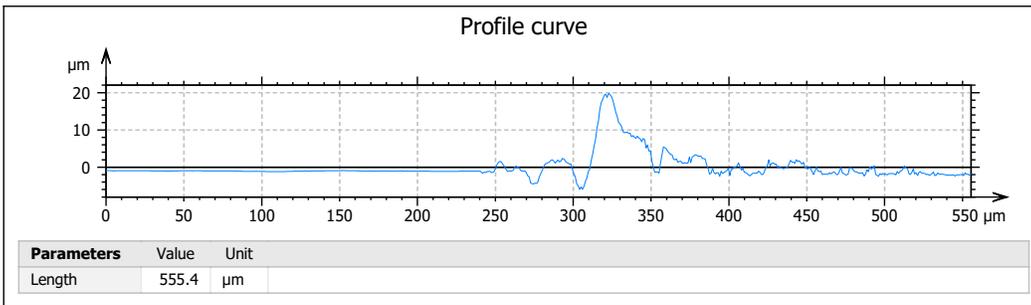
Parameters table			
ISO 25178 - Primary surface			
Sq	3.763	μm	Root-mean-square height
Sz	32.28	μm	Maximum height
Sa	2.336	μm	Arithmetic mean height



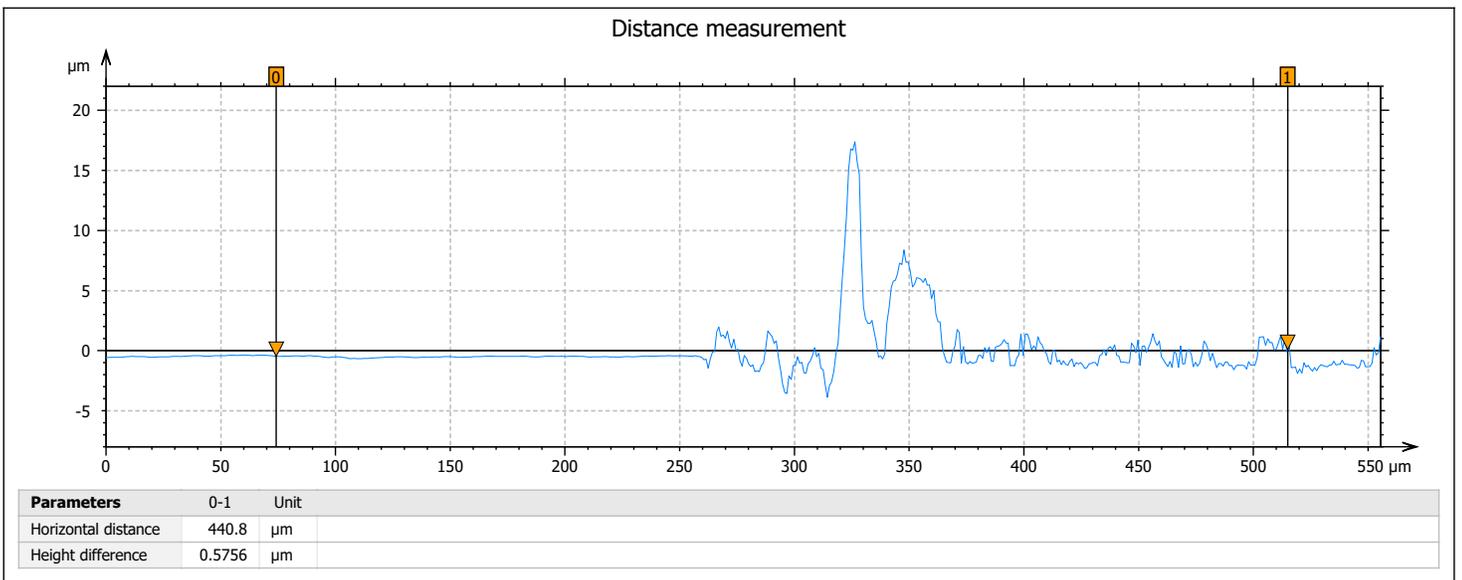
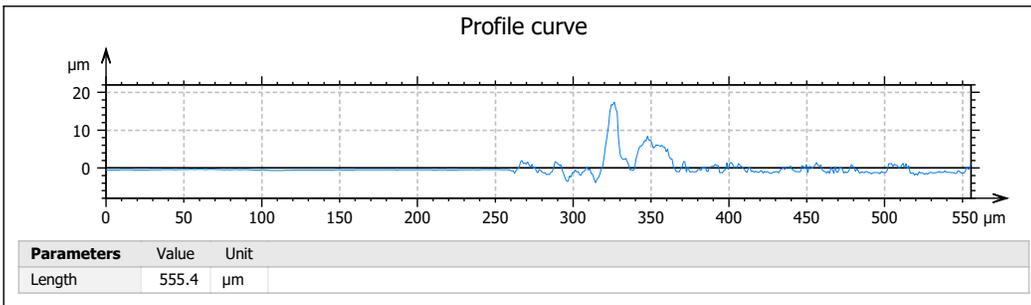
Parameters table			
ISO 4287 - Primary profile			
Amplitude parameters			
Pt	11.91	μm	Total height of raw profile
Pa	0.8637	μm	Arithmetic mean deviation of the raw profile
Pq	1.712	μm	Root-mean-square (RMS) deviation of the raw profile



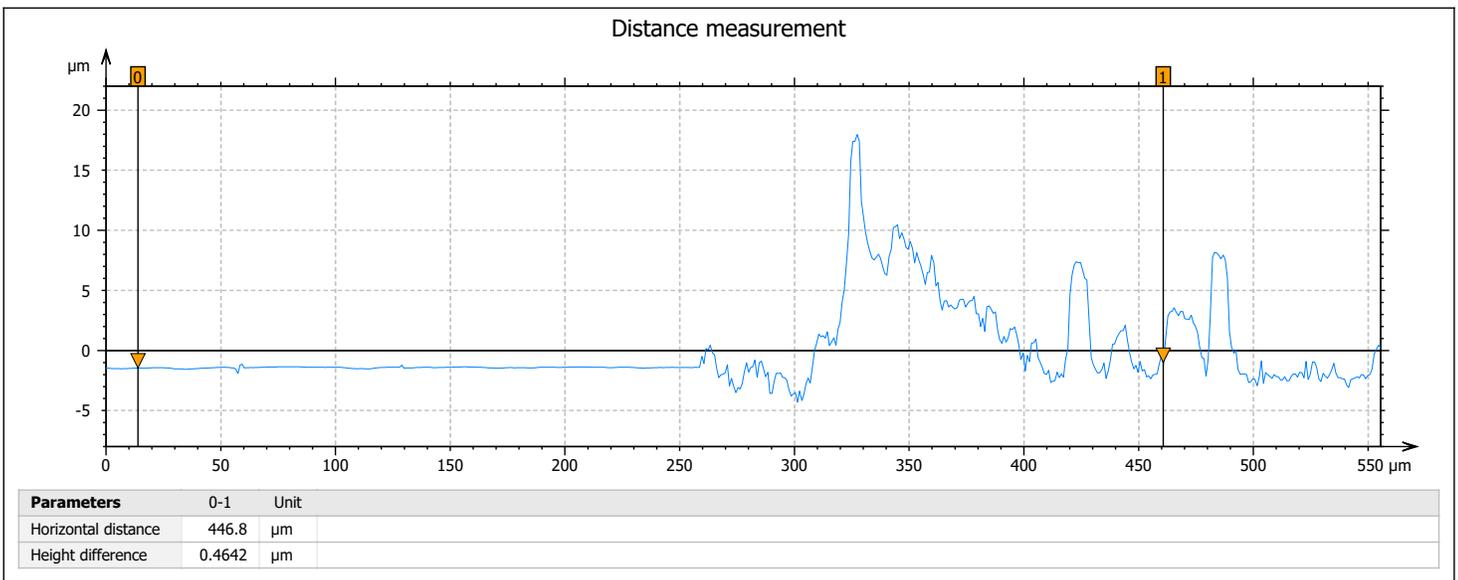
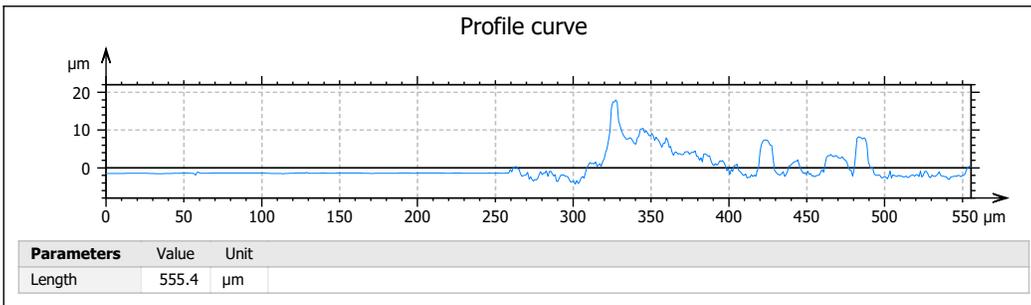
Basic surface topography



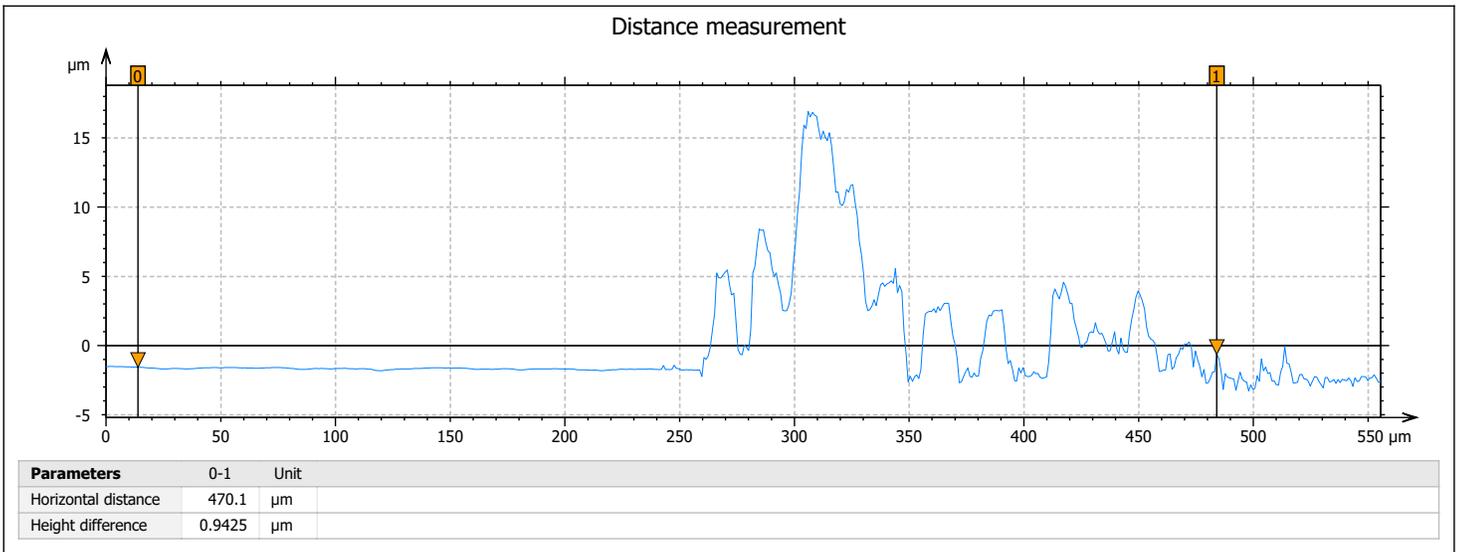
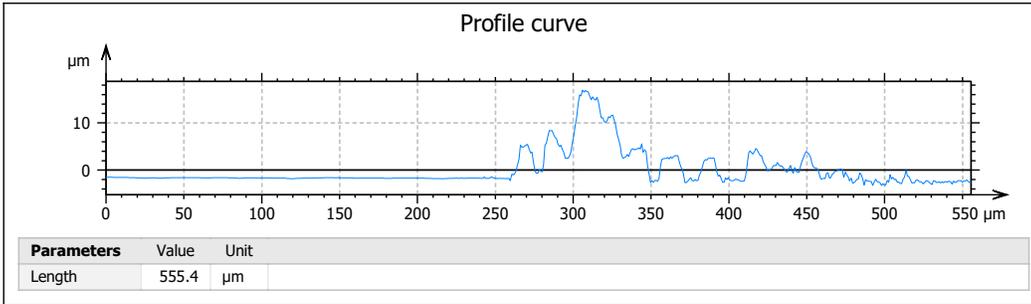
Basic surface topography



Basic surface topography

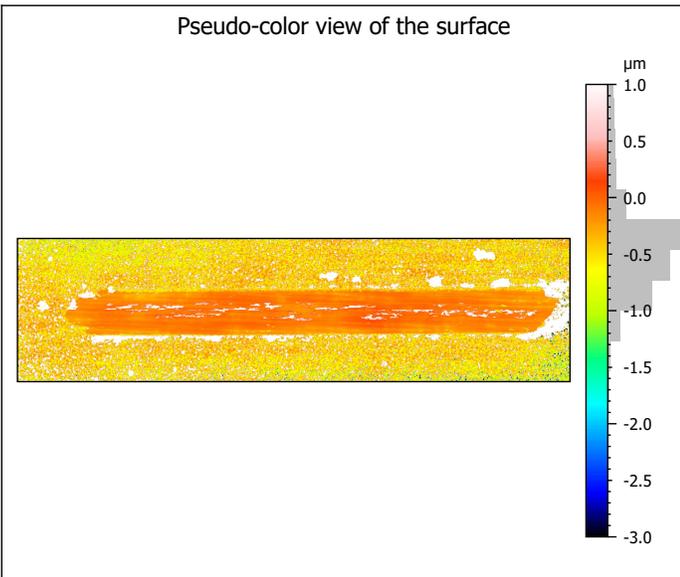


Basic surface topography

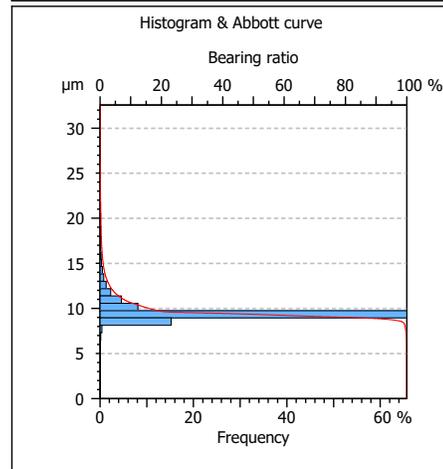


Anexo E. Ejemplo de análisis de una pista de desgaste con el software MountainsLab.

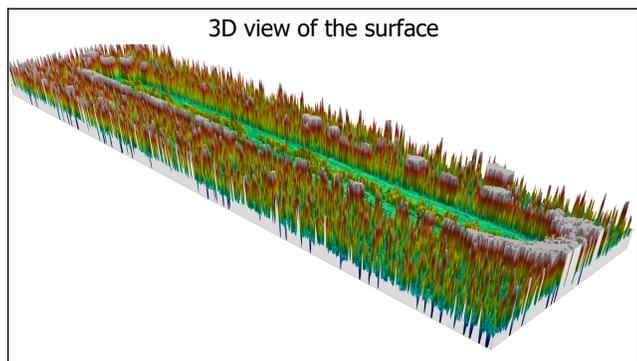
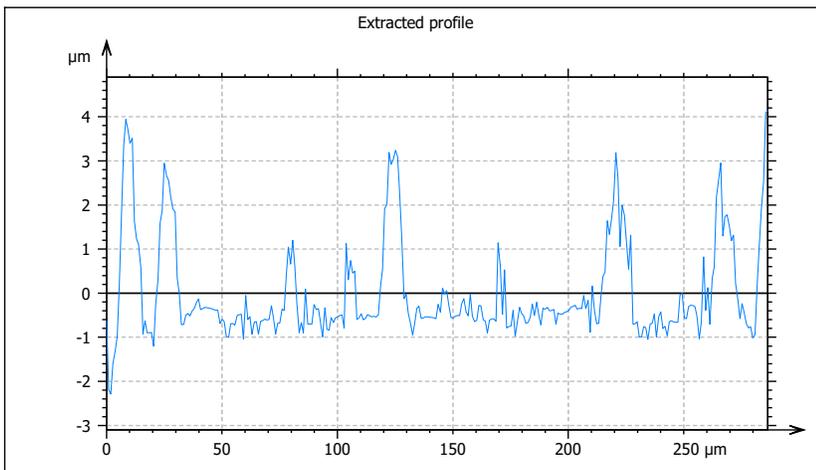
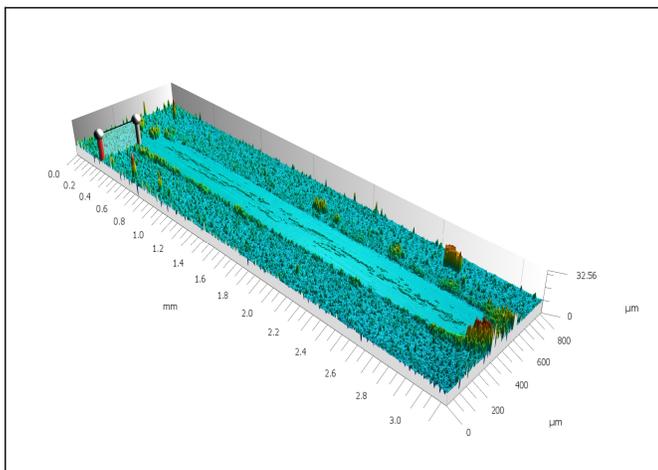
El siguiente es el documento generado para el análisis de una pista de desgaste de un recubrimiento con el uso del software MountainsLab. Se decidió incluir solamente este ejemplo para el análisis de la pista de un recubrimiento de 4 ml del Compuesto 2 bajo una fuerza de 0,1N, ya que todos los análisis de pistas de desgaste son análogos a este.



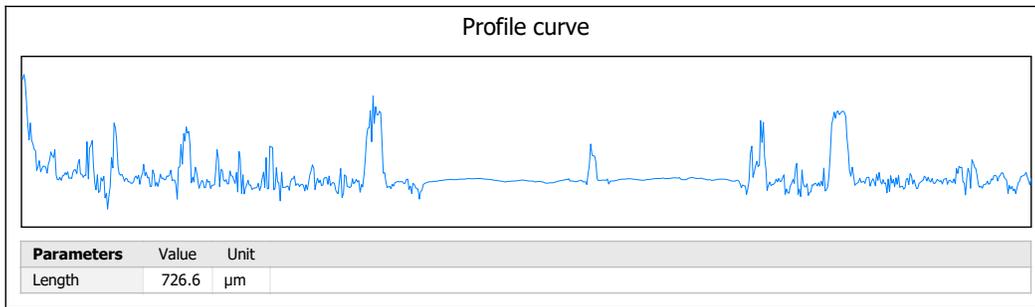
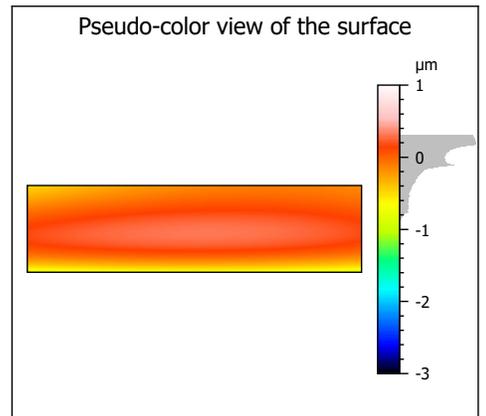
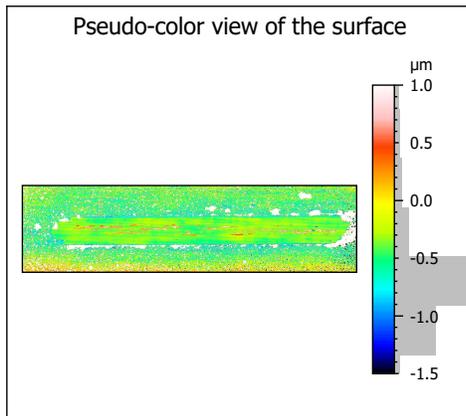
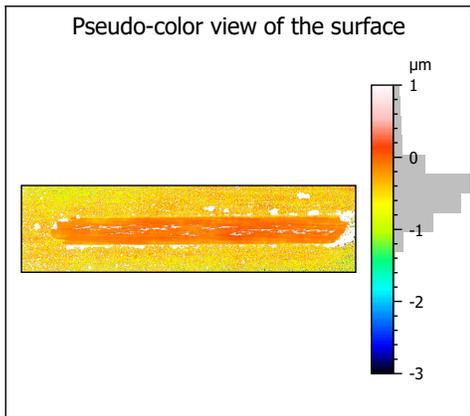
Identity card	
Name:	NDMX2_4ml_0,1N_pista1
Studiable type:	Surface
Axis: X	
Length:	3.132 mm
Size:	3383 points
Axis: Y	
Length:	812.8 µm
Size:	878 points



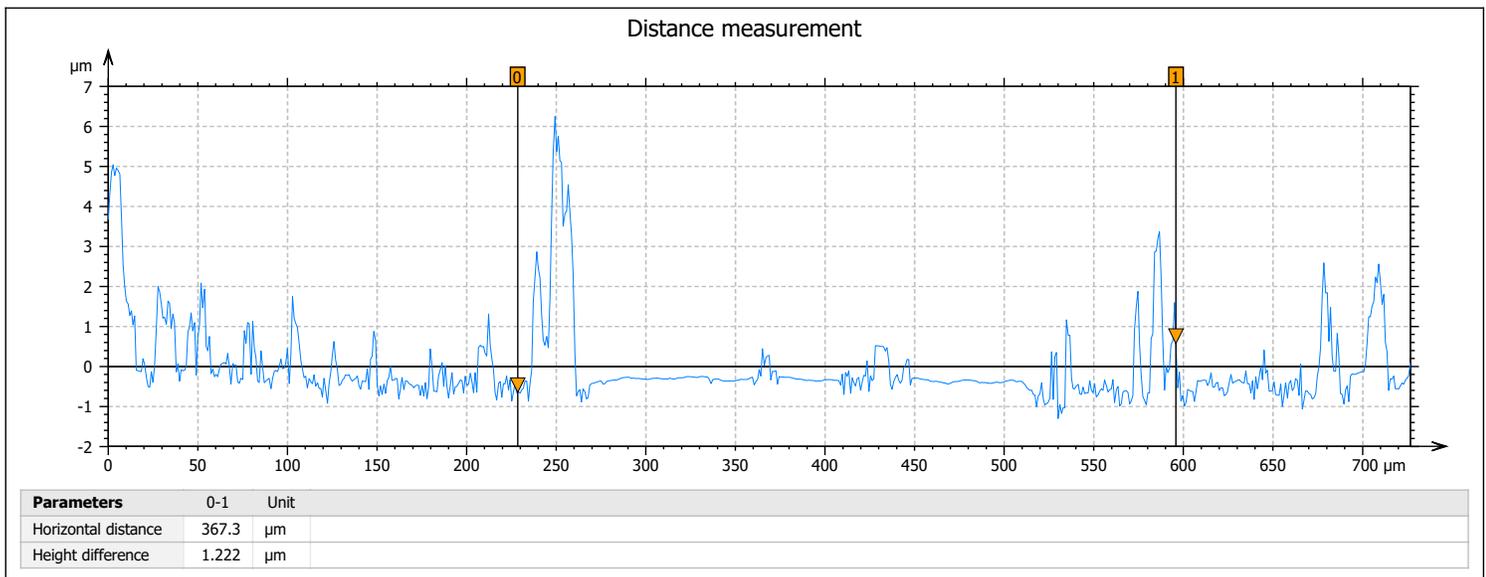
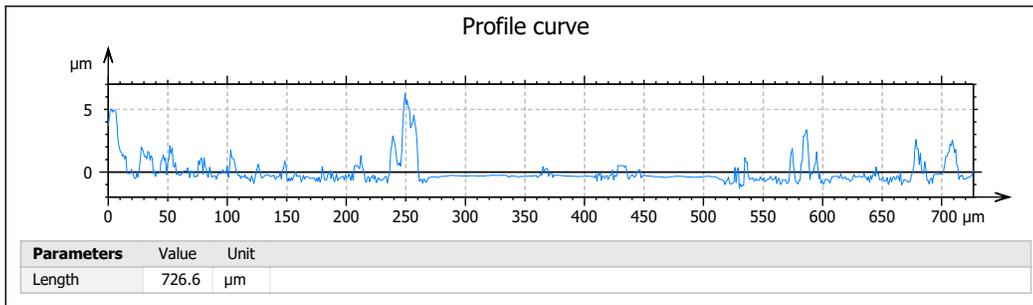
Parameters table			
ISO 25178 - Primary surface			
Sq	1.286	µm	Root-mean-square height
Sz	32.56	µm	Maximum height
Sa	0.6733	µm	Arithmetic mean height



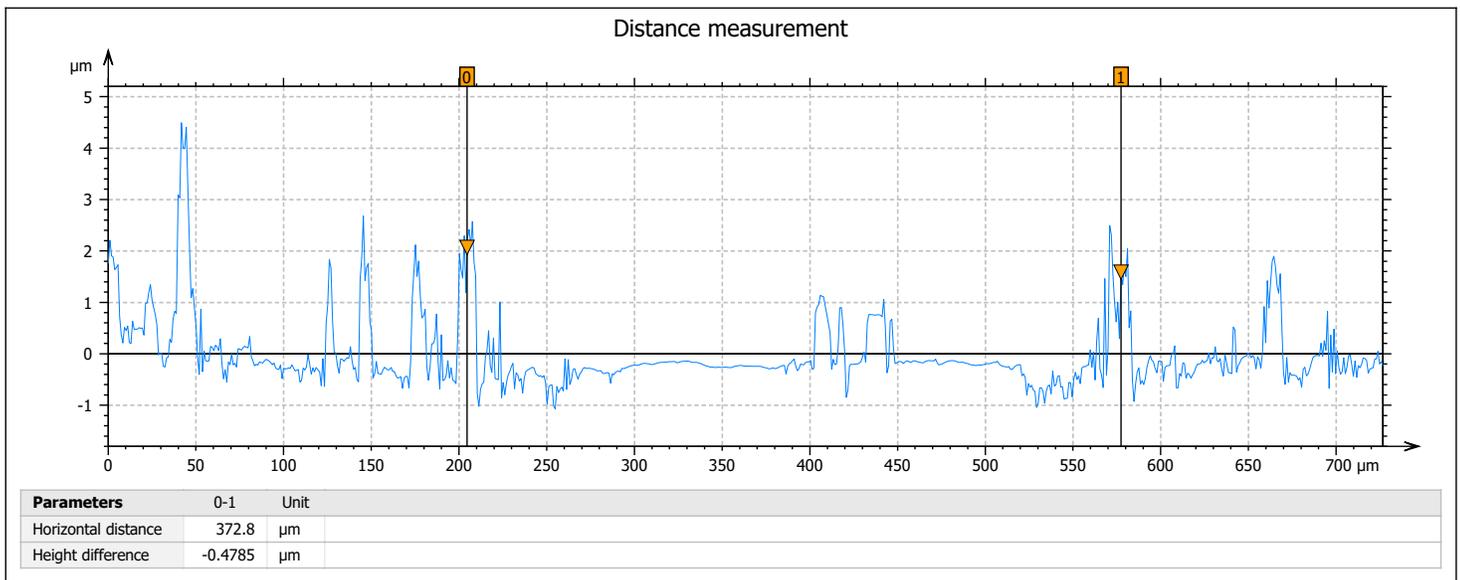
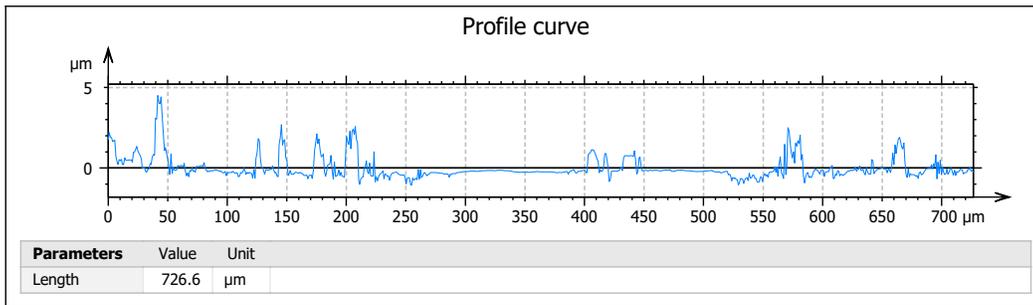
Parameters table			
ISO 4287 - Primary profile			
Amplitude parameters			
Pt	6.425	μm	Total height of raw profile
Pa	0.8358	μm	Arithmetic mean deviation of the raw profile
Pq	1.133	μm	Root-mean-square (RMS) deviation of the raw profile

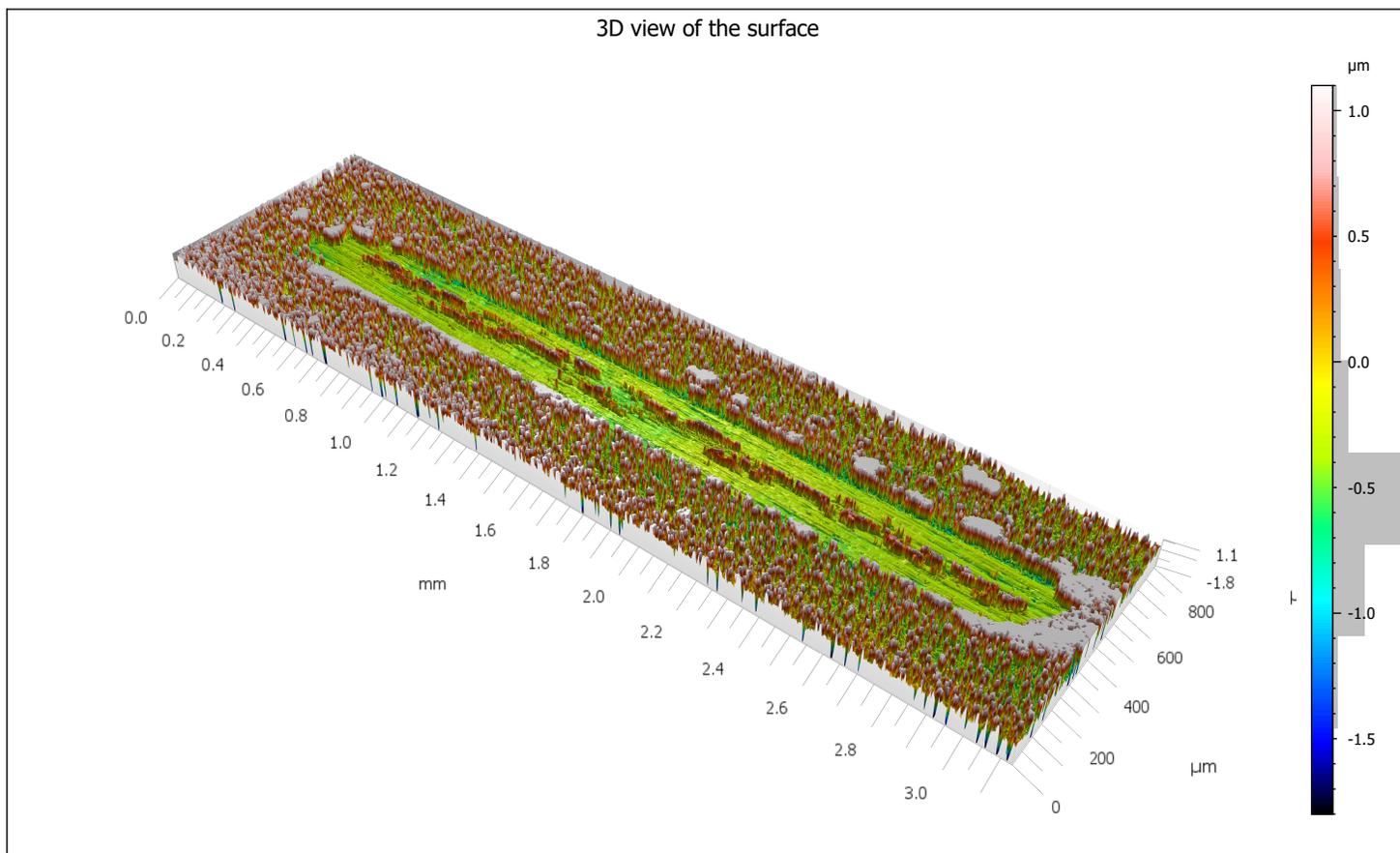


Basic surface topography

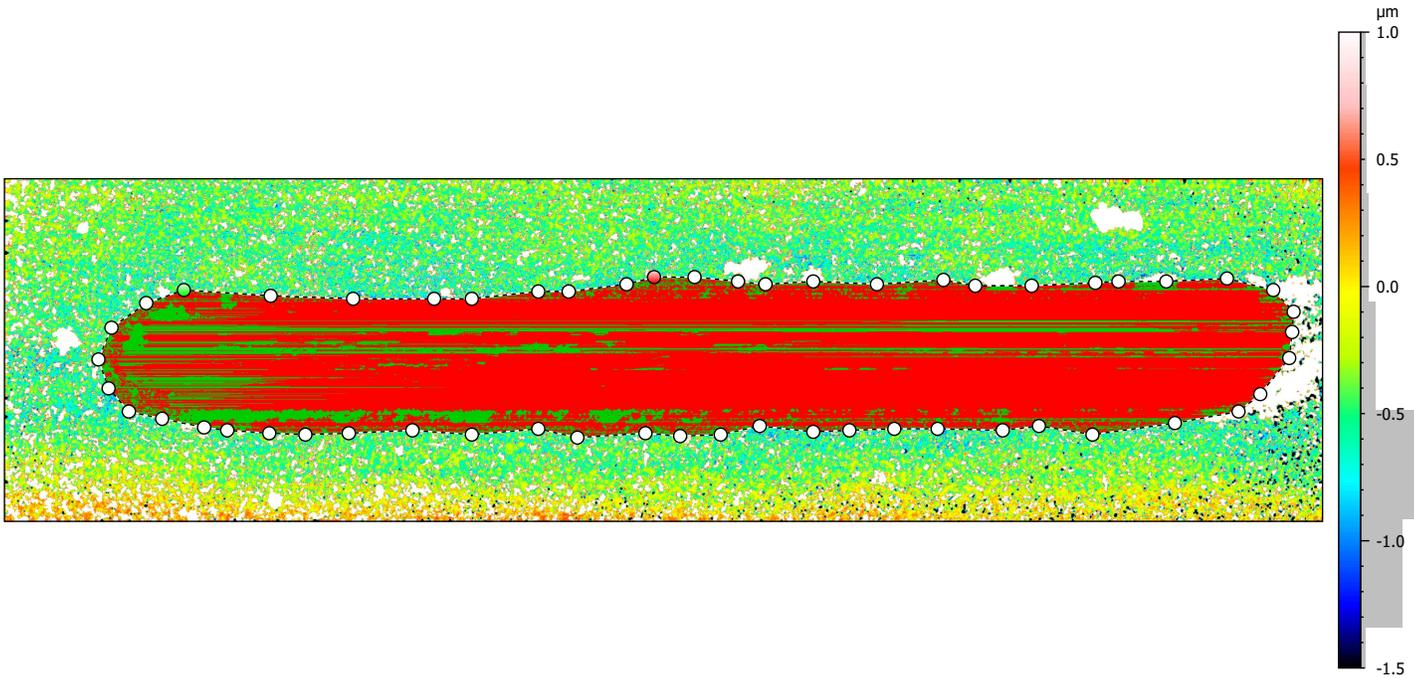


Basic surface topography





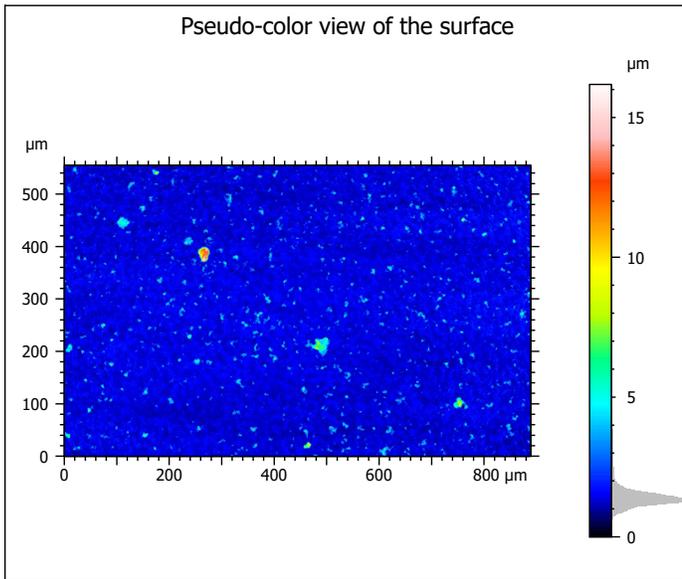
Volume of a hole or a peak



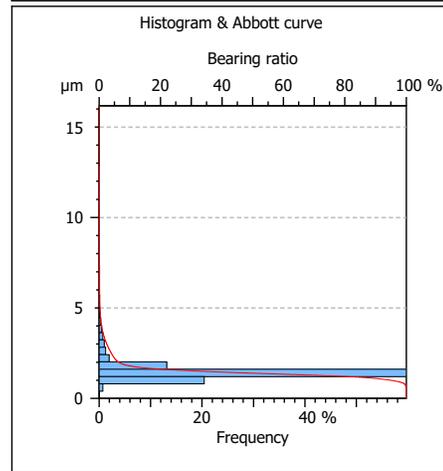
Parameters	Unit	Hole	Peak
Projected area	µm ²	684442	129751
Volume	µm ³	1100790	108965
Max. depth/height	µm	12.24	13.67
Mean depth/height	µm	1.608	0.8398

Anexo F. Ejemplo de análisis de rugosidad con el software MountainsLab.

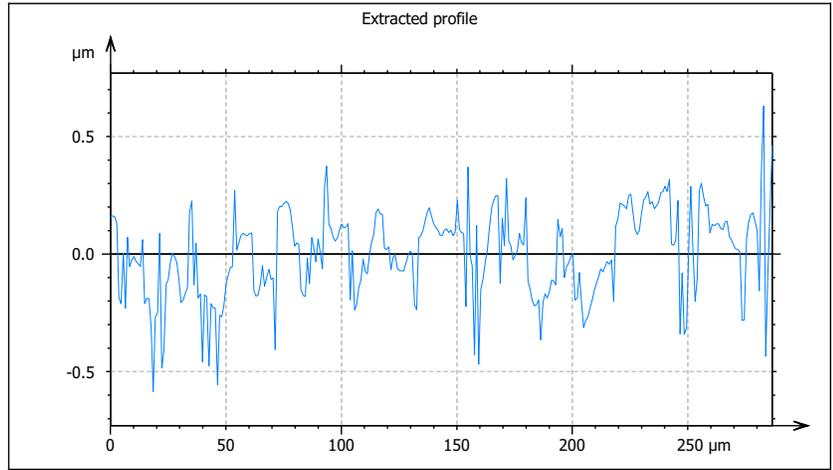
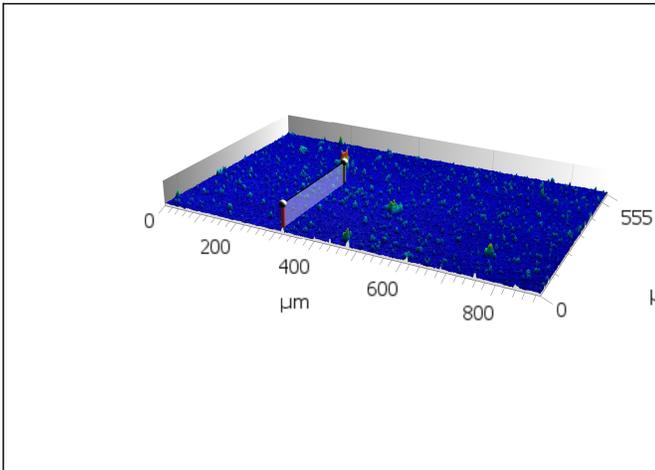
El siguiente es el documento generado para el análisis de rugosidad de un recubrimiento con el uso del software MountainsLab. Se decidió incluir solamente este ejemplo para el análisis de la rugosidad de un recubrimiento de 4 ml del Compuesto 2, ya que todos los análisis de rugosidad son análogos a este.



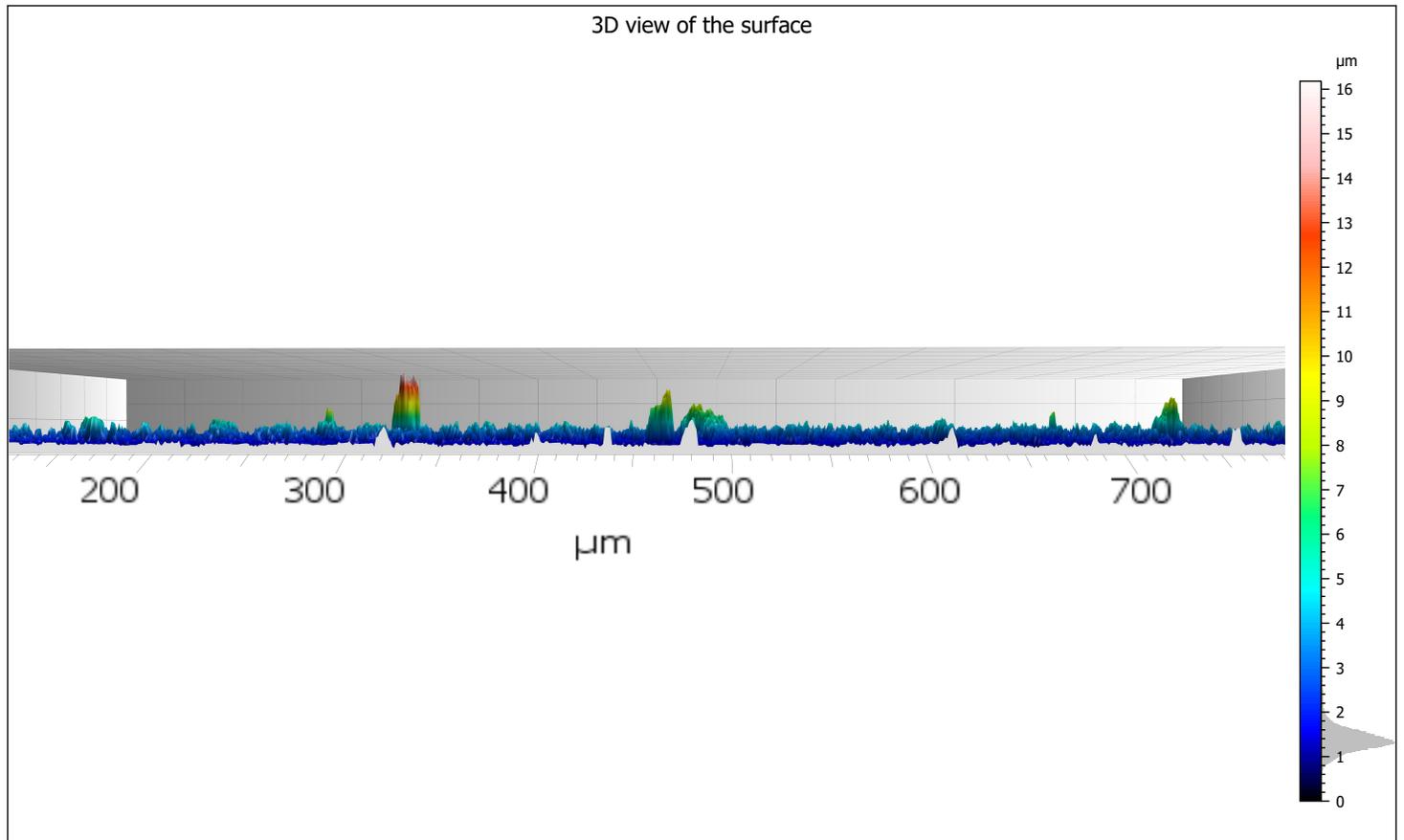
Identity card	
Name:	NDMX2_4ml_muestra1
Studiable type:	Surface
Axis: X	
Length:	888.7 μm
Size:	960 points
Axis: Y	
Length:	555.4 μm
Size:	600 points

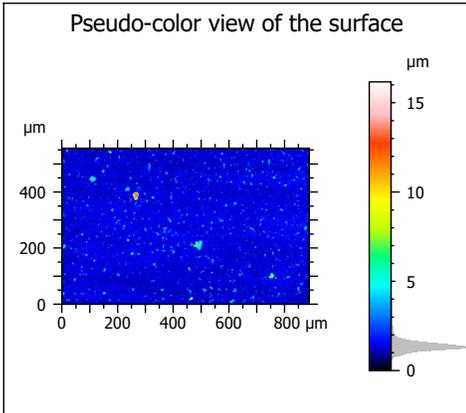


Parameters table			
ISO 25178 - Primary surface			
Sq	0.5743	μm	Root-mean-square height
Sz	16.19	μm	Maximum height
Sa	0.2881	μm	Arithmetic mean height



Parameters table			
ISO 4287 - Primary profile			
Amplitude parameters			
Pt	1.214	μm	Total height of raw profile
Pa	0.1486	μm	Arithmetic mean deviation of the raw profile
Pq	0.1840	μm	Root-mean-square (RMS) deviation of the raw profile





Parameters table	
ISO 25178 - Primary surface	
<i>F: [Workflow] Leveled (three points)</i>	
<i>S-filter (λ_s): None</i>	
Height parameters	
Sq	0.5745 μm
Ssk	7.393
Sku	110.2
Sp	14.70 μm
Sv	1.467 μm
Sz	16.17 μm
Sa	0.2886 μm