



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, BIOTECNOLOGÍA Y
MATERIALES

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES BIO-TRIBOLÓGICAS DE $Ti_3C_2T_x$ Y $MO_2TiC_2T_x$
USADO COMO ADITIVO EN LÍQUIDO SINOVIAL ARTIFICIAL A DISTINTAS
CONCENTRACIONES

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERA CIVIL EN BIOTECNOLOGÍA

COTTY DANITZA QUIROZ ESTEBAN

PROFESOR GUÍA:
ANDREAS ROSENKRANZ

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
FRANCK QUERO
ÁLVARO OLIVERA NAPPA

SANTIAGO DE CHILE
2023

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA
OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERA
CIVIL EN BIOTECNOLOGÍA
POR: COTTY DANITZA QUIROZ ESTEBAN
FECHA: 2023
PROF. GUÍA: ANDREAS ROSENKRANZ

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES BIO-TRIBOLÓGICAS DE $Ti_3C_2T_x$ Y $Mo_2TiC_2T_x$ USADO COMO ADITIVO EN LÍQUIDO SINOVIAL ARTIFICIAL A DISTINTAS CONCENTRACIONES

La bio-tribología estudia la fricción, lubricación y desgaste en sistemas biológicos, como las articulaciones del cuerpo humano. Cuando el cartílago de la articulación se daña, puede requerir ser reemplazado por una prótesis. Para prolongar la vida útil de estos dispositivos, es crucial mejorar su rendimiento tribológico. En este contexto, los MXenes, correspondientes a carburos, nitruros y carbonitruros de metales de transición, han demostrado excelentes propiedades mecánicas/tribológicas así como biológicas. El objetivo es estudiar el efecto respecto a la fricción y resistencia al desgaste de distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$, usados como aditivos en líquido sinovial artificial (LS). Los objetivos específicos son: Estudiar experimentalmente la dispersión de diferentes concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$ en LS, estudiar el ángulo de contacto y tensión superficial del LS con y sin aditivos de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$, analizar la interacción y afinidad del LS con el sustrato correspondiente una aleación de cobalto-cromo dependiendo de concentración de los MXenes, estudiar las propiedades bio-tribológicas para determinar la resistencia al desgaste, caracterizar y analizar los mecanismos de desgaste, encontrar las concentraciones óptimas de cada tipo de MXene, tal que minimice la fricción (COF) y volumen de desgaste. Esta investigación representa un trabajo novedoso, no existiendo en la literatura estudios que vinculen el $Ti_3C_2T_x$ o $Mo_2TiC_2T_x$ con el líquido sinovial. El proceso consta de la preparación del sustrato y de las soluciones a 0,5, 2, 5 y 20 [mg/mL], realización de ensayos de dispersión y caracterización, ensayos bio-tribológicos a 0,5 [N] y 1 [N], y determinación del desgaste. Se obtuvo que ambos MXene en suspensión no decantan, el ángulo de contacto aumenta con la concentración y la tensión superficial del $Ti_3C_2T_x$ tienden a disminuir a medida que aumenta la concentración, mientras que las de $Mo_2TiC_2T_x$ se mantienen constantes. Se concluye que ambos MXene presentan buena estabilidad de dispersión y que la interacción solución-sustrato es hidrofílica. Los ensayos de fricción a 0,5 [N], muestran que solo $Mo_2TiC_2T_x$ logra un efecto beneficioso, siendo 5 [mg/mL] la concentración óptima con una reducción del 15 %. Para 1 [N], $Ti_3C_2T_x$ solo logra una reducción a 20 [mg/mL], con un valor de 4,76 %. Todas las concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ logran una reducción, en general, del 14,29 %. Esto sugiere que el MXene $Mo_2TiC_2T_x$ es más efectivo que el $Ti_3C_2T_x$ referente a la reducción de la fricción. Los análisis de desgaste a 0,5 [N], muestran que todas las concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ logran reducir el volumen de desgaste, siendo 5 [mg/mL] la concentración óptima con una reducción del 77,2 %. En contraste, $Mo_2TiC_2T_x$ solo muestra una reducción del 25,4 % a una concentración de 0,5 [mg/mL]. Se concluye que el $Ti_3C_2T_x$ es más efectivo que el $Mo_2TiC_2T_x$ en la resistencia al desgaste. Para 1 [N], ningún MXene logra disminuir el volumen de desgaste, por lo que hay un efecto no deseado del nanomaterial en esta condición de carga. Este trabajo sienta las bases para futuras investigaciones y sugiere mejoras en la metodología, ya que podría ofrecer una visión más completa de las posibilidades y limitaciones de los MXenes en este campo.

*Para mis padres, quienes siempre creyeron en mis sueños
y me inspiraron a alcanzarlos.*

Agradecimientos

Esta memoria no solo representa el cierre de un capítulo académico, sino que también la culminación de un logro que mi familia y yo hemos perseguido durante años.

Agradezco a mi padre, quien desde pequeños nos inculcó a mi hermano y a mí la importancia de estudiar, y que con su esfuerzo, sacrificio y dedicación, nos permitió convertirnos en los primeros profesionales de la familia. Su propia experiencia con una prótesis de cadera fue la principal motivación detrás de esta investigación. Mi deseo es que este trabajo contribuya a futuras investigaciones en el campo de aplicaciones biomédicas, con el propósito de ayudar a otros a mejorar su calidad de vida.

A mi madre, por transmitirme su espíritu alegre y positividad, lo que me ayudó a desarrollar esta etapa sin perjudicar mi salud mental.

A mi familia por su apoyo y su constante fe en mí y en mis capacidades. Le agradezco a mi pareja por su apoyo emocional, por prepararme comida durante las largas jornadas de escritura y por celebrar cada avance de este estudio.

A mi profesor guía, Andreas Rosenkranz, quien estuvo a mi lado en todo momento, brindándome orientación y confianza incluso cuando yo dudaba. Su vocación hicieron que esta experiencia terminara de la mejor manera posible. Dedico un agradecimiento especial a Darío, quien amablemente atendió a todas mis dudas y me enseñó a utilizar los equipos del laboratorio.

A mis bioamigues, Domi y Alfo, por compartir días completos de estudio en la salita 3 y convertir los momentos de estrés en amenos. A mi amigo Jorge, que cuando era mechona me explicaba pacientemente las materias que no entendía y que sin su ayuda no hubiera sido posible pasar plan común.

Finalmente, agradezco a la Cotty de 9 años, quien jugaba a ser científica y a la de hoy, por elegir esta memoria y permitirme sentirme como tal. Me Agradezco por conocer mis límites, cuidarme y amarme por sobre todo, lo que me permitió sacar mi mejor versión y cosechar los frutos de años de esfuerzo.

Tabla de Contenido

1. Introducción	1
2. Antecedentes	2
2.1. Tribología	2
2.1.1. Fricción	3
2.1.1.1. Mecanismos de fricción	3
2.1.1.2. Factores que condicionan la fricción	4
2.1.2. Desgaste	4
2.1.2.1. Tipos de desgaste	4
2.1.3. Lubricación	5
2.1.3.0.1 Factores que condicionan la lubricación	5
2.2. Nanomateriales	5
2.2.1. MXenes	6
2.2.1.1. Estructura y síntesis	6
2.2.1.2. Mxene de metales de transición dobles ordenados	7
2.2.1.3. Química	9
2.2.1.3.1 Tipos de enlaces	9
2.2.1.3.2 Grupos funcionales superficiales	9
2.2.1.3.3 Elementos T_x Carbono/Nitrógeno	10
2.2.1.3.4 Uso como aditivos en fluidos	10
2.3. Bio-tribología	10
2.3.1. Sistema Bio-tribológico: Prótesis articulares y líquido sinovial	11
2.3.2. Simulación de líquido sinovial	12
2.3.3. Aditivos en fluidos	13
2.3.4. Aspectos biológicos	13
3. Objetivos y limitaciones	15
3.1. Objetivo general	15
3.2. Objetivos específicos	15
3.3. Limitaciones	15
4. Recursos y requerimientos	16
5. Materiales y Metodología	17
5.1. Preparación del sustrato	18
5.2. Rugosidad del sustrato	19
5.3. Preparación de las soluciones	20
5.4. Estabilidad de dispersión	22

5.5.	Ensayos de caracterización	23
5.5.1.	Ángulo de contacto	23
5.5.2.	Tensión superficial	24
5.6.	Ensayos bio-tribológicos	25
5.6.1.	Trabajo de los datos obtenidos	26
5.6.2.	Caracterización de las pistas de desgaste	27
5.6.3.	Pruebas para estudiar el efecto del lavado del sustrato al caracterizar desgaste	31
6.	Resultados y discusión	32
6.1.	Rugosidad del sustrato	32
6.2.	Ensayos con $Ti_3C_2T_x$	33
6.2.1.	Estabilidad de dispersión	33
6.2.2.	Ensayos de caracterización	34
6.2.2.1.	Ángulo de contacto	34
6.2.2.2.	Tensión superficial	36
6.2.3.	Ensayos bio-tribológicos	38
6.2.3.1.	Evolución temporal de fricción	38
6.2.3.2.	Pruebas para estudiar el efecto del lavado del sustrato al ca- racterizar desgaste	44
6.2.3.3.	Ensayos de desgaste	45
6.2.3.3.1	Análisis desgaste en microscopio óptico	45
6.2.3.3.2	Volumen de desgaste	48
6.3.	Ensayos con $Mo_2TiC_2T_x$	51
6.3.1.	Estabilidad de dispersión	51
6.3.2.	Ensayos de caracterización	52
6.3.2.1.	Ángulo de contacto	52
6.3.2.2.	Tensión Superficial	54
6.3.3.	Ensayos bio-tribológicos	55
6.3.3.0.1	Evolución temporal de fricción	55
6.3.3.1.	Ensayos de desgaste	61
6.3.3.1.1	Análisis desgaste microscopio óptico	61
6.3.3.1.2	Volumen de desgaste	64
6.4.	Comparación del uso de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$	67
6.4.1.	Estabilidad de dispersión	67
6.4.2.	Ángulo de contacto	68
6.4.3.	Tensión Superficial	68
6.4.4.	Evolución temporal de fricción	69
6.4.5.	Volumen de desgaste	70
7.	Conclusiones	72
	Bibliografía	75
	Anexos	82
A.	Mecanismos de fricción	82
B.	Tipos de desgaste	84
C.	Composición del líquido sinovial	85

D.	Valores de viscosidad de diferentes estudios	85
E.	COF de la medición 1 y 2 de cada concentración para los MXene $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2Ti_3C_2T_x$	86
F.	Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para los MXene $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2Ti_3C_2T_x$	89

Índice de Tablas

5.1.	Parámetros de rugosidad obtenida en una medición, correspondiente a la medición 7 del sustrato 5.	20
5.2.	Revisión bibliográfica de concentraciones de aditivos usadas en soluciones acuosas.	21
5.3.	Parámetros en ensayos tribológicos con líquido sinovial.	26
6.1.	Rugosidad promedio superficial de los sustratos.	32
6.2.	Parámetros de ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho, diámetro y volumen promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.	35
6.3.	Parámetros de tensión superficial promedio, área, parámetro de forma y volumen promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia	37
6.4.	COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	41
6.5.	COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	42
6.6.	Volumen de desgaste ($[\mu m^3]$) obtenido antes y después de lavar el sustrato utilizado en el ensayo de fricción. Elaboración propia.	44
6.7.	Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos ($[\mu m^3]$), para las mediciones 1 y 2 del MXene $Ti_3C_2T_x$, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	48
6.8.	Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos ($[\mu m^3]$), para las mediciones 1 y 2 del MXene $Ti_3C_2T_x$, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	50
6.9.	Parámetros de ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho, diámetro y volumen promedio de las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$. Elaboración propia.	54
6.10.	Parámetros de tensión superficial promedio, área, parámetro de forma y volumen promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Mo_2TiC_2T_x$. Elaboración propia.	56
6.11.	COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	59
6.12.	COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	61
6.13.	Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos ($[\mu m^3]$), para las mediciones 1 y 2 del MXene $Mo_2TiC_2T_x$, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	65

6.14.	Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos ($[\mu\text{m}^3]$), para las mediciones 1 y 2 del MXene $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	66
6.15.	Ángulo de contacto obtenido para la referencia y concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.	68
6.16.	Tensión superficial obtenida para la referencia y concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.	69
6.17.	COF obtenido para la referencia y concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N]. Elaboración propia.	69
6.18.	Volumen de desgaste obtenido para la referencia y concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N]. Elaboración propia.	71

Índice de Ilustraciones

2.1.	Tribosistema que se componen de dos superficies en contacto (cuerpo y contracuerpo) y, en el medio interfacial, lubricante líquido [5].	2
2.2.	Precursores de MXene y su síntesis. (a) Tres tipos de fases mono-M y el proceso de grabado selectivo de las capas del grupo A (átomos rojos). (b) Los MXene se forman después del grabado selectivo y la formación de terminaciones superficiales T_x (átomos amarillos). (c) Posibles elementos para M, A, X y T en las fases MAX y MXene. El fondo con patrón horizontal de Mn indica que aún no se han sintetizado [25].	7
2.3.	MXenes M_2X , M_3X_2 y M_4X_3 sintetizados experimentalmente y teóricos. Los elementos verde (M') y morado (M'') corresponden a metales de transición. (a) Orden en el plano y orden de divacancia en el plano. (b) Orden fuera del plano. (c) Los metales de transición ocupan sitios aleatorios. El fondo de gradiente sólido indica MXenes sintetizados experimentalmente, mientras que el de rayas diagonales significa que aún no se han sintetizado. El fondo con franjas horizontales representa precursores de la fase MAX realizados experimentalmente. Las terminaciones superficiales no se muestran por simplicidad [25].	8
2.4.	Áreas biotribológicas para la aplicación de materiales 2D: implantes dentales , lentes de contacto, dispositivos cardiovasculares, fijaciones de fracturas óseas, reemplazos totales de rodilla y cadera [2].	11
2.5.	Elementos de las articulaciones sinoviales [60].	12
5.1.	Resumen de la metodología con las principales actividades desarrolladas. Elaboración propia.	18
5.2.	Imagen obtenida del interferómetro de luz blanca (WLI) para determinar rugosidad correspondiente a la medición 7 del sustrato 5.	19
5.3.	Tratamiento realizado en el programa Digital Surf MountainsMap, donde primero se realiza una nivelación por 3 puntos (a), remoción de forma (b) y finalmente, se extrae una vista 3D de la figura final obtenida (c) para medir rugosidad. . .	20
5.4.	Balanza analítica AS 60/220.R2 PLUS. Elaboración propia.	22
5.5.	Equipos de dispersión. Sonicador Qsonica (a) y Baño Ultrasónico Isolab (b). Elaboración propia.	23
5.6.	Krüss Analizador de Forma de Gota. Elaboración propia.	23
5.7.	Ejemplo de imagen obtenida al medir ángulo de contacto, correspondiente a la solución de 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$, medición 5. Elaboración propia.	24
5.8.	Ejemplo de la imagen obtenida al medir tensión Superficial, correspondiente a la solución de 5 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$, medición 2. Elaboración propia.	25
5.9.	Tribómetro multifuncional RTEC MFT-5000. Elaboración propia.	26

5.10.	COF de la referencia y las mediciones 1 y 2 de la solución a 0,5 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$ en LS a una fuerza de 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y el promedio de las mediciones 1 y 2 a 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.	27
5.11.	Pasos realizados para caracterizar la pista de desgaste y determinar el volumen de desgaste. Elaboración propia.	28
5.12.	Imagen de la pista de desgaste obtenida del interferómetro de luz blanca (WLI) tras el ensayo de fricción, correspondiente a la medición 2 de la solución de 0,5 [mg/mL] de $Mo_2TiC_2T_x$	29
5.13.	Tratamiento realizado en el programa Digital Surf MountainsMap, donde primero se realiza una nivelación por 3 puntos (a), remoción de forma (b) y finalmente, se extrae una vista 3D de la figura final obtenida (c) para medir desgaste. . . .	30
5.14.	Etapas para medición de volumen de desgaste, donde primero se extrae el perfil de una curva (a) y se delimita de manera manual la pista de desgaste para determinar el volumen de un hueco y volumen de un pico (b).	31
6.1.	Fotografías obtenidas en los tiempos 0, 15, 30 y 60 [min] de la decantación de la solución de 2 [mL] de LS con $Ti_3C_2T_x$ a 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d).	33
6.2.	Ángulo de contacto promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.	34
6.3.	Tensión superficial promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.	37
6.4.	COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	38
6.5.	COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	39
6.6.	Comparación del COF obtenido bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N] de la concentración 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.	40
6.7.	COF de distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ hasta $t=900$ [s] (a) y $t=100$ [s] (b), a una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	41
6.8.	COF de distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ hasta $t=900$ [s] (a) y $t=100$ [s] (b), a una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	42
6.9.	Imagen del microscopio óptico de la pista de desgaste de la referencia antes y después de lavar el sustrato con un objetivo de 20x (a y b) y 50X (c y d). Elaboración propia.	44
6.10.	Imagen del microscopio óptico de la pista de desgaste de 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$ antes y después de lavar el sustrato con un objetivo de 20x (a y b) y 50X (c y d). Elaboración propia.	45
6.11.	Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) de $Ti_3C_2T_x$ obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia. .	46
6.12.	Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	47

6.13.	Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	49
6.14.	Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	51
6.15.	Fotografías obtenidas en los tiempos 0, 15, 30 y 60 [min] de la decantación de la solución de 2 [mL] de LS con $Mo_2TiC_2T_x$ a 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d). Elaboración propia.	52
6.16.	Ángulo de contacto promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Mo_2TiC_2T_x$. Elaboración propia.	53
6.17.	Tensión superficial promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Mo_2TiC_2T_x$. Elaboración propia.	55
6.18.	COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	56
6.19.	COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	57
6.20.	Comparación del COF obtenido bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N] de la concentración 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Mo_2TiC_2T_x$. Elaboración propia.	58
6.21.	COF de distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ en LS hasta $t=900$ [s] (a) y $t=100$ [s] (b), a una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	59
6.22.	(a) COF de distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ en LS hasta $t=900$ [s] y (b) $t=100$ [s], a una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	60
6.23.	Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) de $Mo_2TiC_2T_x$ obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.	62
6.24.	Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) de $Mo_2TiC_2T_x$ obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia	63
6.25.	Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de carga normal 0,5 [N]. Elaboración propia.	65
6.26.	Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N].	67
A.1.	Fricción adhesiva [14].	82
A.2.	Fricción por deformación de las asperezas entrelazadas [14].	82
A.3.	Mecanismo de fricción por fractura [14].	82
A.4.	Mecanismo de trinquete [14].	83
A.5.	Mecanismo de tercer cuerpo [14].	83
B.1.	Desgaste por adherencia [10].	84
B.2.	Desgaste por abrasión [10].	84
B.3.	Desgaste por fatiga [10].	84
B.4.	Desgaste por deformación plástica [10].	84
C.1.	Composición del líquido sinovial [1].	85
D.1.	Valores de viscosidad de diferentes estudios [1].	85

E.1.	COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Ti_3C_2T_x$ a 0,5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 2 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.	86
E.2.	COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Ti_3C_2T_x$ a 5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 20 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.	87
E.3.	COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Mo_2TiC_2T_x$ a 0,5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 2 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.	88
E.4.	COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Mo_2TiC_2T_x$ a 5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 20 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.	89
F.1.	Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ con carga normal 0,5 [N]. Elaboración propia.	90
F.2.	Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ con carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.	91
F.3.	Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ con carga normal 0,5 [N]. Elaboración propia.	92
F.4.	Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ con carga normal 1 [N]. Elaboración propia.	93

Capítulo 1

Introducción

El cuerpo humano comprende conjuntos móviles de tejido vivo que presentan una gran cantidad de interfaces de contacto. En ellos, se encuentran diversos fluidos para mantener lubricada los componentes en contacto y reducir el desgaste al momento de interactuar [1]. Cualquier alteración en los sistemas de lubricación da como resultado un aumento de la fricción provocando un desgaste anticipado. Cuando el daño es irreversible se requerirá de la sustitución por dispositivos prostéticos [2].

En este contexto, las articulaciones sinoviales son de vital importancia para la biomecánica de las extremidades, facilitando el desplazamiento de estructuras rígidas como son los huesos. Es por ello que las articulaciones dependen de la integridad de sus componentes anatómicos y celulares, como el líquido sinovial, que corresponde a un fluido viscoso, compuesto principalmente por proteínas plasmáticas, componentes celulares, moléculas lubricantes, entre otros, desempeñando un papel fundamental en el mantenimiento y regulación de la fisiología [1].

Para garantizar buenas propiedades de fricción y desgaste a lo largo del tiempo, extendiendo la vida útil de los implantes, los materiales 2D en capas se han convertido en el foco de la investigación [2]. Los carburos, nitruros y carbonitruros de metales de transición 2D, una nueva clase de materiales 2D conocida como MXenes, han demostrado una excelente resistencia al desgaste. Debido a sus excelentes propiedades mecánicas/tribológicas así como a sus propiedades biológicas (antibacterianas/antivirales), pueden ser utilizados como películas protectoras, rellenos en compuestos y como aditivos en líquidos sinoviales dentro de los sistemas bio-tribológicos [2].

Como consecuencia, la presente memoria se orienta a estudiar y analizar los efectos en la fricción y desgaste de distintas concentraciones de la familia de MXenes: $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$, como aditivo en líquido sinovial artificial.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Tribología

La tribología es la ciencia y tecnología que se centra en el estudio de tres fenómenos superficiales: la fricción, que se da entre dos cuerpos en contacto; el desgaste, como efecto natural del uso de un material y lubricación, como medio para disminuir fricción y como consecuencia, evitar el desgaste que se da en los sistemas mecánicos [3]. Los tribosistemas se componen de superficies de contacto y el lubricante (cuando está presente), como se muestra en la Figura 2.1. El Informe de Tendencias Emergentes de la Sociedad de Tribólogos(as) e Ingenieros(as) de Lubricación (STLE), menciona que dicha disciplina científica afecta casi todos los aspectos de nuestra vida cotidiana, encontrándose principalmente en los sectores de transporte, energía, fabricación y medicina/salud [4].

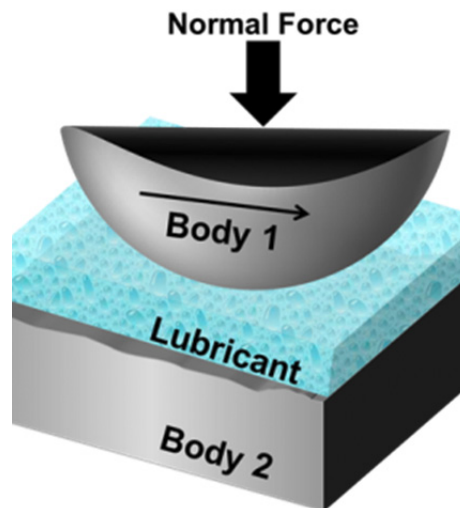


Figura 2.1: Tribosistema que se componen de dos superficies en contacto (cuerpo y contracuerpo) y, en el medio interfacial, lubricante líquido [5].

El término Tribología parece ser algo nuevo, sin embargo, es una disciplina existente desde antes de que la historia se escribiera. El uso de la rueda desde el 3500 A.C., ilustra el interés de nuestros antepasados por reducir la fricción en movimientos de traslación. Los egipcios tenían conocimiento sobre fricción y los lubricantes, pues utilizaban agua o grasa animal como lubricante para el transporte de grandes bloques de piedra para la construcción

de monumentos y pirámides. Con la Revolución Industrial surge el desarrollo tecnológico de las maquinarias de producción y transporte, provocando un crecimiento en la demanda de una mejor tribología para lograr una mayor eficiencia en los equipos [6]. Esto ya que alrededor del 30 % de la energía generada en el mundo se gasta en vencer la fricción en los sistemas mecánicos. La reducción de la fricción en estos casos se puede lograr por medio de la Tribología [7].

2.1.1. Fricción

La fricción es el principio de funcionamiento tanto en elementos de máquinas como en elementos de la vida diaria. Como ejemplo para el primero, se tienen los sistemas de frenos, embragues y acoplamientos de fricción [7]; y para el segundo, cepillos de dientes-crema dental, máquinas de afeitar, zapatos-piso [8].

La fricción se define como la fuerza que se opone al movimiento entre dos superficies o cuerpos en contacto sobre una carga normal aplicada, los cuerpos en cuestión pueden ser un gas y un sólido (fricción aerodinámica), un líquido y un sólido (fricción hidrodinámica) o entre dos sólidos [9]. Puede darse de dos formas: fuerza de fricción estática, que corresponde a la fricción justo en el instante previo en que comienza el movimiento relativo entre dos superficies; o fuerza de fricción dinámica, que corresponde a la fricción cuando ya existe un movimiento relativo [9]. Para estudiar la fricción, se puede utilizar el coeficiente de roce [10], que se define como la fuerza de fricción dividido por la fuerza normal entre dos superficies [9].

Este fenómeno se rige bajo las leyes fundamentales formuladas por Coulomb en 1875 [9]. Estas leyes son [10]:

- La fricción estática siempre es mayor que la fricción dinámica.
- La fricción es independiente de la velocidad de deslizamiento.
- La fricción es proporcional a la carga normal.
- La fricción es independiente del tamaño de la superficie de contacto, si depende de la calidad superficial.

2.1.1.1. Mecanismos de fricción

Entender los mecanismos de fricción es el primer paso para reducir el roce. Los principales mecanismos de fricción seca son: adhesión, deformación plástica, fractura y llamados mecanismos de trinquete y de tercer cuerpo [11, 12].

- Fricción adhesiva: Se da cuando dos superficies se ponen en contacto ocurriendo la adhesión o unión a través de la interfaz, y se requiere una fuerza normal finita, llamada fuerza de adhesión, para separar los dos sólidos [11, 12]. Existen dos tipos de fuerzas adhesivas interatómicas, las fuerzas fuertes, como enlaces covalentes, iónicos, metálicos; y fuerzas débiles, como enlaces de hidrógeno y fuerzas de van der Waals [13].
- Deformación de las asperezas entrelazadas: Estas pueden ser reversible e irreversible (elástica y plástica) [14].
- Fractura: Hay materiales quebradizos, por lo que las asperezas pueden romperse formando residuos de desgaste, contribuyendo a la fricción [14].

- Mecanismo de trinquete: Se da cuando las asperezas dan lugar a que una aspereza suba sobre la otra [12].
- Mecanismo de tercer cuerpo: Se da cuando dos cuerpos sólidos están en contacto y entre ellos hay partículas de desgaste y contaminación, quedando atrapados en la interfaz y formando un “tercer cuerpo”. Aumentan significativamente el coeficiente de fricción [14].

Para mayor comprensión, se muestran los mecanismos de fricción en el Anexo A.

2.1.1.2. Factores que condicionan la fricción

Algunos de los parámetros que influyen en la fricción de elementos de máquina son [15]:

- Carga: Es un factor que no se puede controlar porque es parte de todo el mecanismo. Está constituida por su propio peso y por la fuerza que este transmite.
- Naturaleza de los materiales: Dependiendo de los materiales: dependiendo de la estructura molecular, dos cuerpos presentan mayor o menor fricción.
- Acabado superficial: Entre más rugosas sean las superficies, mayor es la fricción. Esto disminuye si las superficies están más pulidas.

2.1.2. Desgaste

El proceso de desgaste puede definirse como el daño o pérdida de material de la interfase de dos cuerpos, cuando se le ajusta a un movimiento relativo bajo la acción de una fuerza, ya sea deslizamiento, rodadura o impacto [3, 8].

2.1.2.1. Tipos de desgaste

Existen distintos tipos de desgaste, como, por ejemplo, desgaste por deformación plástica, abrasión, fatiga, adherencia y corrosivo. Algunos de los más comunes se definen a continuación.

- Desgaste por adherencia: Ocurre cuando se transfiere material de una superficie a la otra debido a que las fuerzas de deslizamiento producen un alto esfuerzo localizado en las asperezas superficiales, estas asperezas terminan desgarrándose de una de las superficies y adhiriéndose en la otra superficie. Este tipo de desgaste es problemático debido a que produce un aumento de temperatura en la superficie de fricción, lo que induce a un deterioro en las propiedades del material y en la acción de lubricantes lo que genera un aumento de fricción y desgaste [16].
- Desgaste por abrasión: Ocurre entre superficies blandas y con asperezas duras. Estas asperezas pueden ser removidas de una de las superficies producto de la fricción [16]. Pueden encontrarse entre las dos superficies que se deslizan o se podrían incrustar en cualquiera de las superficies provocando la remoción de material de la superficie en contacto [3].
- Desgaste por fatiga: Se produce entre superficie en contacto periódico, donde la fuerza periódica genera un crecimiento de grietas superficiales hasta que el material se fatiga y se generan múltiples bloques irregulares de material [16].

- **Desgaste por deformación plástica:** Es un deterioro superficial que se genera cuando se aplica una carga normal, la cual genera un esfuerzo en la superficie mayor al esfuerzo de fluencia por lo que ocurre una deformación plástica en la superficie, la cual se puede observar como un pequeño surco [14].

Para mayor comprensión, se muestran los tipos de desgaste en el Anexo B.

2.1.3. Lubricación

La lubricación es la reducción de la fricción, roce o desgaste que se genera en las superficies de cuerpos en contacto, que pueden encontrarse en reposo o con movimiento relativo, por la aplicación de algún elemento que se denomina lubricante [17].

Los lubricantes líquidos están constituidos por un aceite base al que le agregan aditivos [17]. El aceite base, es el componente principal del lubricante y determina sus características primarias. Los aditivos se encuentran en una menor concentración en la solución, pero desempeñan un papel clave en la dotación de nuevas propiedades o en la compensación de las desventajas en el aceite base [18].

2.1.3.0.1. Factores que condicionan la lubricación

Existen diversos factores que influyen en una buena lubricación, algunos son:

- **Viscosidad del lubricante:** Es el factor más importante, si es demasiado baja, significa que el lubricante es muy delgado, y no será capaz de formar una cuña de aceite adecuada, por lo que le será imposible generar suficiente presión para separar las superficies móviles. Por el contrario, si es demasiado alta, el espesor de la película de lubricante puede restringir el movimiento relativo entre las dos superficies [17].
- **La carga de trabajo:** Un incremento de la carga tenderá a disminuir la película de aceite. Una carga excesiva tiende a incrementar la fricción y por ende el desgaste de los elementos constitutivos del equipo [17].
- **Diseño del sistema:** Debe haber un espacio adecuado entre las superficies móviles para la correcta lubricación de estas [17].

2.2. Nanomateriales

Los nanomateriales son materiales que tienen al menos una de sus dimensiones en el rango de la nanoescala, es decir, inferior a 100 [nm] [19]. El potencial de esta familia de materiales radica en el desarrollo de importantes propiedades dependientes del tamaño. Estas propiedades son: una mayor área superficial respecto al mismo material a escala macroscópica, generando que el material sea más reactivo [20], y el comportamiento de la materia en la nanoescala, que puede ver dominado por los efectos cuánticos, lo que incide en sus propiedades ópticas, eléctricas y magnéticas. Ambos factores, pueden producir cambios significativos en sus propiedades con respecto a su análogo en volumen, por lo que al disminuir la dimensionalidad se obtiene un nuevo material [20].

Los nanomateriales 2D están formados por capas muy finas como, por ejemplo, nanocapas o películas delgadas con áreas de tamaño indefinido y un espesor entre 1 y 100 [nm] [20]. Algunos nanomateriales 2D de gran relevancia son el grafeno y sus derivados, los dicalcogenuros

de metales de transición (TMD), el nitruro de boro hexagonal (h-BN), el fosforo negro (PN) y los MXenes. Estos han demostrado una excelente resistencia mecánica, inercia química, resistencia al desgaste y fácil cizallamiento [2]. Por otro lado, presentan una biocompatibilidad inherente junto con propiedades antibacterianas y antivirales [2].

2.2.1. MXenes

2.2.1.1. Estructura y síntesis

Dentro de la categoría de materiales 2D destacan los MXenes, que tienen una atención considerable en el campo de la tribología, debido a su estructura similar al grafeno, baja resistencia al cizallamiento y capacidad de autolubricación [21, 22]. Han sido objeto de estudio durante los últimos 4 años debido a sus propiedades físicas y químicas como elasticidad, tenacidad, autolubricación, capacitancia, capacidad de almacenamiento de energía, transmitancia, etc. [10].

Los MXenes son carburos, nitruros y carbonitruros de metales de transición 2D. Fueron descubiertos en 2011, al remover las capas de Al de Ti_3AlC_2 con ácido fluorhídrico (HF) resultando el primer MXene, Ti_3C_2 [23]. Se pueden denotar con la fórmula química $\text{M}_{n+1}\text{X}_n\text{T}_x$ ($n = 1, 2, 3$), donde M es un metal de transición (Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta o W), X es carbono y/o nitrógeno, y T_x representa los grupos funcionales de la superficie (O, OH, Cl y/o F), que están unidas a las capas M externas [23, 22].

Los MXenes se obtienen principalmente de sus precursores MAX, que corresponden a una familia de sólidos con estructuras hexagonales en capas; su fórmula general es $\text{M}_{n+1}\text{AX}_n\text{T}_x$ con A un elemento de los grupos 3 y 4 de la tabla periódica (Al, Ga, Si, Pb, etc) [24]. Su síntesis de arriba hacia abajo se realiza mediante un enfoque de dos pasos compuesto por un proceso selectivo de grabado y exfoliación [22]. Los átomos de la capa A se eliminan selectivamente de la estructura de las fases MAX, mediante un grabado químico con H_2O , HF y/o HCl, lo que da como resultado múltiples capas de monocapas MX con grupos terminales en sus capas externas dependiendo de la solución ácida utilizada [24]. Para una mayor comprensión, se puede observar la Figura 2.2.

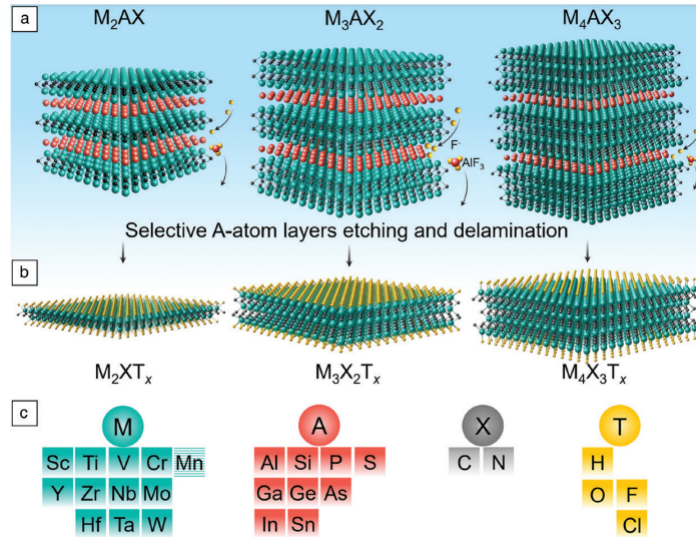


Figura 2.2: Precursores de MXene y su síntesis. (a) Tres tipos de fases mono-M y el proceso de grabado selectivo de las capas del grupo A (átomos rojos). (b) Los MXene se forman después del grabado selectivo y la formación de terminaciones superficiales T_x (átomos amarillos). (c) Posibles elementos para M, A, X y T en las fases MAX y MXene. El fondo con patrón horizontal de Mn indica que aún no se han sintetizado [25].

Este proceso se da debido a que el enlace metálico entre los átomos de la capa M y A en las fases MAX son más débil que el enlace iónico y/o covalente presente entre los átomos M y X, y por lo tanto se puede romper mediante una reacción química cinética y termodinámicamente favorable, en un grabador capaz de disolver los productos de reacción [26, 27]. En la actualidad, se han sintetizado con éxito más de 30 configuraciones diferentes incluidos Ti_2C , Ta_4C_3 , Ti_3CN , Nb_2C , y Mo_2C , y se han predicho más de 100 composiciones estequiométricas de MXenes [23, 28].

2.2.1.2. Mxene de metales de transición dobles ordenados

En el año 2015, se descubrió una nueva clase de MXenes, llamada Mxene de metales de transición dobles ordenados. Estos materiales se caracterizan por combinar dos metales de transición en estructuras ordenadas. Los sitios M de este nuevo miembro constan de dos metales, M' y M'' , en los cuales una o dos capas de metal de transición (M'') se intercalan entre dos capas de otro metal de transición (M'). La presencia de grupos funcionales superficiales añade una mayor diversidad a sus estructuras atómicas y, en consecuencia, a sus propiedades electrónicas y electroquímicas [29].

A diferencia de los MXenes que contienen un solo metal de transición, el número de investigaciones relacionados con la preparación de MXenes de metales de transición dobles ordenados aún es limitada. Esto se debe en gran medida a la complejidad de los métodos sintéticos requeridos para producirlos y a su mayor masa molecular [29]. Según la disposición de los dos metales de transición M' y M'' en los sitios M, los MXenes de metales de transición dobles ordenados podrían clasificarse como MXenes de metales de transición dobles ordenados en el plano (i-MXenes) o ordenados fuera del plano (o-MXenes) [30]. Las fases o-MAX ($M'_2M''_2AX_3$ y $M'_2M''AX_2$) están compuestas de metales de transición dobles ordenados fuera del plano, en los que el metal de transición M' está en la capa exterior mientras que M''

está en la capa interna [29]. En la Figura 2.3, se presenta los precursores y síntesis de los MXene de metales de transición dobles ordenados en el plano y fuera del plano. El presente estudio se enfoca en los MXene de metales de transición dobles ordenados fuera del plano ($M'_{2}M''X_{2}$).

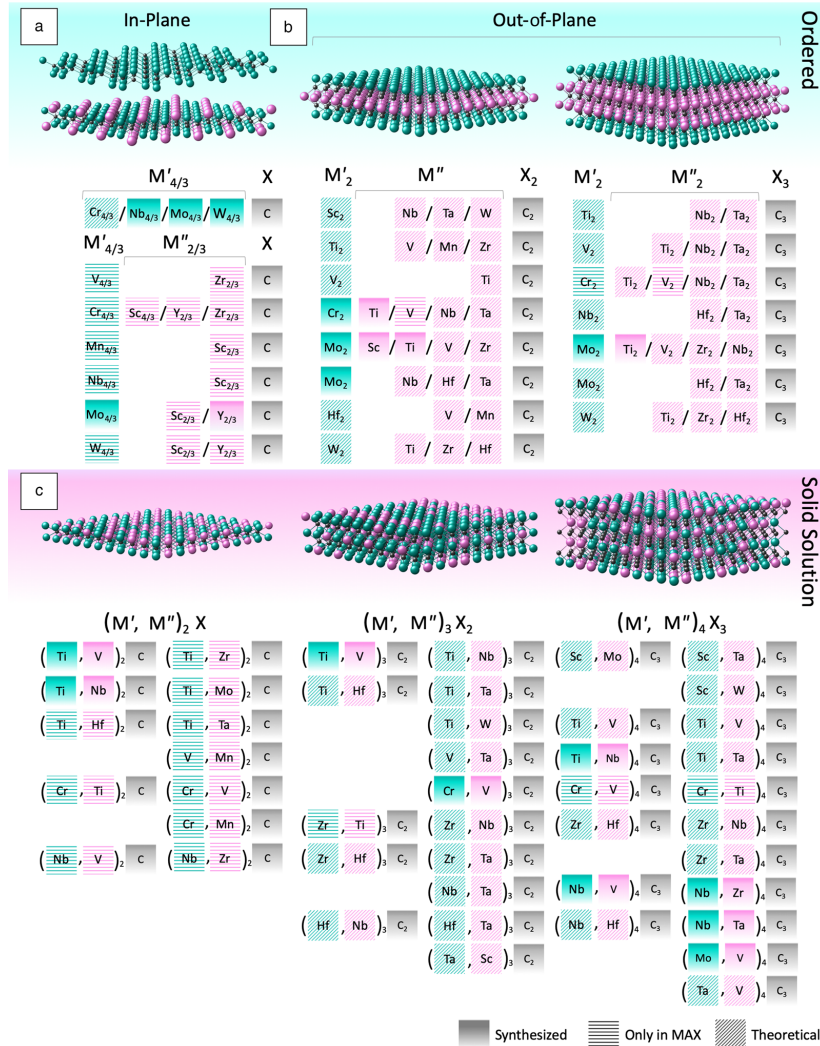


Figura 2.3: MXenes M_2X , M_3X_2 y M_4X_3 sintetizados experimentalmente y teóricos. Los elementos verde (M') y morado (M'') corresponden a metales de transición. (a) Orden en el plano y orden de divacancia en el plano. (b) Orden fuera del plano. (c) Los metales de transición ocupan sitios aleatorios. El fondo de gradiente sólido indica MXenes sintetizados experimentalmente, mientras que el de rayas diagonales significa que aún no se han sintetizado. El fondo con franjas horizontales representa precursores de la fase MAX realizados experimentalmente. Las terminaciones superficiales no se muestran por simplicidad [25].

Los MXenes mono metálicos suelen ser metálicos, mientras que los metales de doble transición ordenados pueden exhibir propiedades semiconductoras o semimetálicas [31]. El metal de transición doble ordenado fuera del plano, $Mo_2Ti_3C_2O_2$ presenta una naturaleza semiconductora en comparación con el $Ti_3C_2O_2$. Este cambio en las propiedades podría atribuirse al acoplamiento espín-órbita de los electrones en los orbitales d de los dos metales de transición

Mo y Ti. Estos MXenes de metales de transición dobles ordenados por semiconductores podrían ofrecer nuevas vías para el desarrollo de dispositivos ópticos y electrónicos [29].

Los MXenes se pueden clasificar en función de su metal de transición principal. Por ejemplo, si el molibdeno es el metal de transición principal de un MXene, se clasifica como un Mo-MXene. Dependiendo de la composición, los Mo-MXenes se separarán en dos categorías: los MXenes basados en Mo y los MXenes que contienen Mo. Los MXenes basados en Mo (por ejemplo, Mo_2CT_x , $\text{Mo}_1,33\text{CT}_x$, Mo_2C y MoN) contienen exclusivamente molibdeno como metal de transición, mientras que los MXenes que contienen Mo (por ejemplo, $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, $\text{Mo}_2\text{ScC}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_4\text{VC}_4\text{T}_x$) contienen dos o más elementos de metal de transición [32]. Los Mo-MXenes son materiales prometedores en aplicaciones termoeléctricas [33], catálisis [34] y baterías [35]. Sus propiedades termoeléctricas medidas son mejores que las de otros carburos y nitruros [36].

2.2.1.3. Química

2.2.1.3.1. Tipos de enlaces

Los enlaces al interior de la nano-láminas corresponden a enlaces covalentes entre Titanio (M) y Carbono, lo que convierte a las nano-láminas en estructuras fuertes y tenaces [37]. Los enlaces entre titanio y los grupos funcionales (F, OH y O) también son enlaces covalentes. Los enlaces entre nano-láminas corresponden a interacciones secundarias, principalmente fuerzas de Van-der-Waals e intermoleculares, por lo que la unión entre nano láminas no es muy fuerte (baja resistencia al cizallamiento) y por su tipo de estructura similar al Grafito tienen la propiedad de auto lubricación [38], [39], [40].

2.2.1.3.2. Grupos funcionales superficiales

En el proceso de exfoliación química en solución de ácido fluorhídrico (HF), los MXenes generalmente terminan con grupos funcionales superficiales OH, O y F [Vibrational]. Estas terminaciones contribuyen a la estabilización estructural por saturación de los electrones de valencia no enlazantes del metal de transición a través de sus orbitales de baja energía [41]. La funcionalización de la superficie tiene una influencia directa en el estado electrónico del material. La evidencia sugiere que los MXenes sin terminaciones muestran una conductividad similar a la del metal, mientras que la funcionalización de la superficie inducirá un comportamiento semiconductor y afectará la función de trabajo [42]. La capacidad de ajuste de la superficie, junto con la actividad química intrínseca de las terminaciones, considera a MXenes como un tipo de material versátil con dominios de aplicación muy extendidos [43, 44].

Las composiciones de los grupos funcionales de superficie influyen en el proceso de delaminación para obtener nanoláminas de una sola capa a partir de MXenes. Ashton et al. determinaron la influencia de F, OH y O en la energía de exfoliación de MXenes multicapa y proporcionaron evidencia de que la presencia de grupos O contribuye a fortalecer la interacción entre capas, mientras que los grupos OH fueron favorables al proceso de delaminación [28].

El tipo de terminaciones superficiales también afecta el espaciado entre capas. Dado que los grupos F tienen una fuerte hidrofobicidad, el aumento del contenido de este grupo da como resultado la disminución de las moléculas de agua entre capas y el espaciado entre capas [28]. Por el contrario, los grupos terminales OH y O le otorgan una naturaleza hidrófila [45].

Los MXenes funcionalizados con oxígeno serían termodinámica y dinámicamente estables [41].

Hasta el momento, sigue faltando una investigación exhaustiva y profunda sobre la relación entre las características estructurales y las propiedades electroquímicas fundamentales de $Ti_3C_2T_x$ MXene [46]. Aún no se ha realizado un estudio en profundidad que explore los mecanismos de fricción y reducción del desgaste de las nanopartículas de $Ti_3C_2T_x$ con especial énfasis en el efecto de las terminaciones superficiales [15].

2.2.1.3.3. Elementos T_x Carbono/Nitrógeno

Los sitios X pueden estar ocupados por carbono, nitrógeno o ambos, en los carbonitruros, se cree que los átomos de C y N ocupan los sitios octaédricos al azar independiente de la estequiometría del carbonitruto [47]. La investigación sobre MXenes de nitruto ha sido limitada, ya que su síntesis presenta desafíos [47], por ejemplo, la transformación de $Ti_{n+1}AlN_n$ a $Ti_{n+1}N_n$ tiene una barrera de energía más alta que la de $Ti_{n+1}AlC_n$ a $Ti_{n+1}C_n$, lo que refleja la limitación termodinámica para grabar el $Ti_{n+1}AlN_n$ debido a la fuerte unión entre Ti y átomos de aluminio [28]. Según los cálculos de DFT, los carburos de metales de transición 2D con diferentes componentes de "X" muestran diferentes características como, por ejemplo, los carburos de metales de transición tienen una estabilidad y una constante de red significativas en comparación con sus contrapartes de nitrutos, mientras que estos últimos tienen una actividad superficial más fuerte. Incluso si la composición es similar, las diferencias estructurales pueden influir significativamente en las propiedades de MXenes [28].

2.2.1.3.4. Uso como aditivos en fluidos

La diversidad química y estructural, sumada a la baja resistencia al cizallamiento y sus características de unión mejoradas, hacen del MXene un material muy atractivo como aditivo lubricante [48, 49, 50, 51], logrando más recientemente un estado robusto de superlubricidad a macroescala, con un coeficiente de fricción (COF) de 0,002 mediante la introducción de nano-láminas de $Ti_3C_2T_x$ con glicerol en interfaces Si3N4/zafiro [52]. Además, recientemente se realizó un estudio comparativo entre el uso de MXene de pocas capas (delaminado) y MXene multi-lámina como aditivo lubricante en agua. En dicho estudio, se midió que la reducción máxima de la tasa de fricción y desgaste para $Ti_3C_2T_x$ en nano-láminas fue de 34 % y 45 % respectivamente. En el caso del polvo multi-capa, fue del 10 % y el 5 % respectivamente, destacando las nano-láminas de MXene por sobre el MXene multi-lámina, mejorando significativamente el rendimiento tribológico del agua [22].

Yang et al. verificó una reducción significativa de la fricción y un mejor rendimiento contra el desgaste al usar nanopartículas de Ti_3C_2 como aditivo lubricante (1 % en peso). Esto se atribuyó a la formación de una película autolubrificante bajo tensión de compresión [53]. En un estudio similar, Zhang et al. demostró que exceder una carga crítica es esencial para inducir una fricción pronunciada y una reducción del desgaste con nanopartículas de $Ti_3C_2(OH)_2$ en aceites base [54]. Liu et al. nanopartículas mixtas de $Ti_3C_2T_x$ en un poli-(alfa) olefina y mostró que la máxima reducción de fricción y desgaste fue encontrado para una concentración de 0,8 % en peso, así como nanopartículas de $Ti_3C_2T_x$ altamente exfoliadas [55].

2.3. Bio-tribología

El término bio-tribología fue introducido por Dowson y Wright en 1973 para cubrir "... todos los aspectos de la tribología relacionados con los sistemas biológicos" [56]. Se define

como la ciencia tribológica que se ocupa de los fenómenos de la fricción, la lubricación y el desgaste de interfaces dentro del cuerpo de los seres vivos [57].

El cuerpo humano es extremadamente complejo, ya que comprende conjuntos móviles de tejido vivo con una gran cantidad de interfaces de contacto como, por ejemplo, desgaste dental, tribología ocular, de las articulaciones y a microniveles en el interior de las células, de los vasos y los capilares [58], desgaste en el tejido muscular a causa del acumulo de plaquetas y en el tejido óseo [58], lubricación en las superficies del pericardio y de la pleura [58], entre otros.

Recientemente, se han propuesto nuevas aplicaciones bio-tribológicas, como se puede observar en la Figura 2.4, estas aplicaciones buscan adaptar la fricción y el desgaste utilizando nanomateriales 2D en implantes dentales, lentes de contacto, dispositivos cardiovasculares, fijaciones de fracturas óseas y prótesis articulares en el cuerpo humano [2]. Esta última, es el enfoque de la presente Memoria.

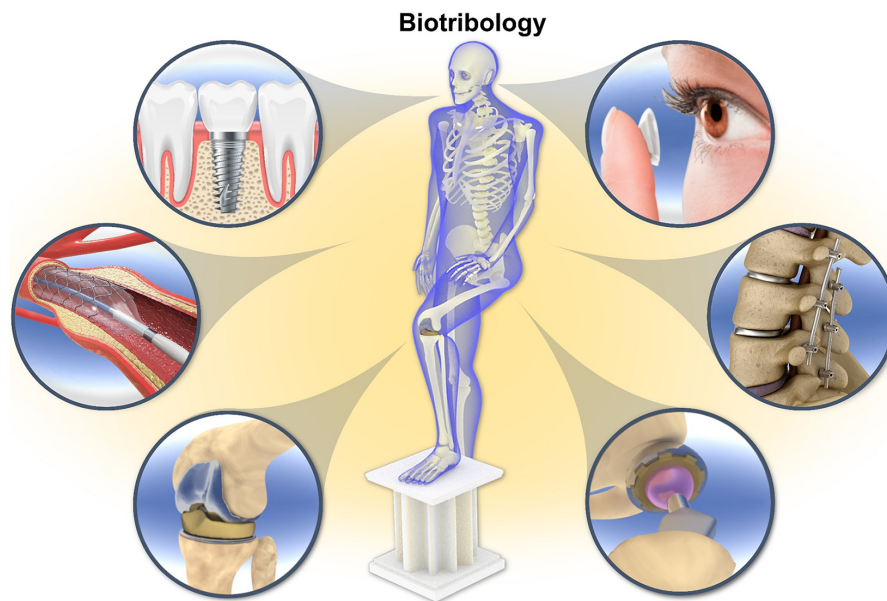


Figura 2.4: Áreas biotribológicas para la aplicación de materiales 2D: implantes dentales, lentes de contacto, dispositivos cardiovasculares, fijaciones de fracturas óseas, reemplazos totales de rodilla y cadera [2].

2.3.1. Sistema Bio-tribológico: Prótesis articulares y líquido sinovial

Las articulaciones del cuerpo humano (rodillas, caderas, columna, etc.) representan sistemas bio-tribológicos de huesos en contacto, recubiertos de cartílago y lubricados con líquido sinovial.

Estas articulaciones sinoviales representan un sistema bio-tribológico único sujeto a soportar tensiones mecánicas variables. El cartílago sinovial, representado en la Figura 2.5, es esencial para el correcto funcionamiento de las articulaciones y tiene una capacidad de curación mínima [59], puede verse dañado por sobrecargas, enfermedades o traumatismos,

conduciendo a un movimiento doloroso o incluso a una discapacidad del movimiento, generalmente, en las articulaciones de la cadera o la rodilla. Ante esto, el único tratamiento efectivo existente es la artroplastia total de cadera y rodilla [2]. Por lo tanto, es esencial mejorar el rendimiento tribológico y disminuir el desgaste de las articulaciones artificiales para evitar el fracaso del implante y prolongar la vida útil.

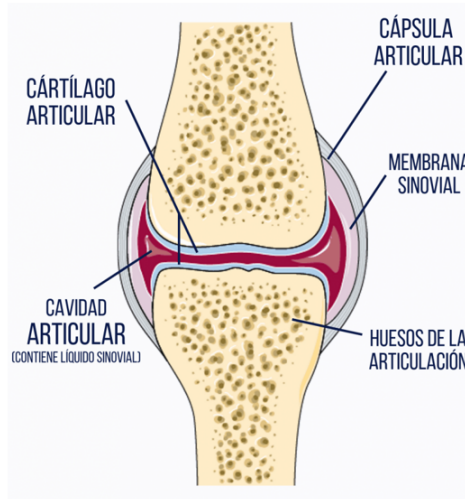


Figura 2.5: Elementos de las articulaciones sinoviales [60].

Si bien se ha logrado un progreso en el diseño de dispositivos biomédicos, aún existen problemas relacionados con la interacción de las superficies de contacto y el cuerpo humano, por lo que se requiere una mayor indagación. En este sentido, las investigaciones actuales se han enfocado en el uso de diversos materiales como grafeno oxidado, polietileno de ultra alto peso molecular, hidroxiapatita, etc. como recubrimiento del implante que suele ser titanio o una aleación de este, para reducir la tasa de desgaste [2]. Respecto al lubricante, se han realizado numerosos estudios sobre las características del líquido sinovial y como la suplementación con este mismo mejora la vida de las articulaciones de reemplazo, analizando en todo el mundo el desarrollo de un líquido sinovial eficaz para este propósito [1]. Sin embargo, falta exploración sobre el mejoramiento de lubricidad mediante aditivos de materiales en el fluido biológico [2].

Se encontró una investigación respecto a la modificación del medio de lubricación con aditivos biocompatibles, correspondiente a nanodiamantes, con el fin de mejorar la longevidad de los componentes de titanio en el cuerpo. Los resultados mostraron que la adición de nanodiamantes en el fluido corporal simulado, produjo una disminución de más de dos veces en la fricción y una reducción de 3 a 4 órdenes de magnitud en el desgaste de las superficies de titanio [61].

2.3.2. Simulación de líquido sinovial

El líquido sinovial corresponde a un líquido espeso y fibroso que se encuentra en las cavidades de las articulaciones sinoviales, reduciendo la fricción entre el cartílago articular y otros tejidos en las articulaciones para lubricarlos y amortiguarlos durante el movimiento [1]. Es

un compuesto de ácido hialurónico (HA) [62, 63], proteínas que representan alrededor del 2% y es idéntico al del plasma sanguíneo [64, 65, 66]. Además, contienen proteoglicano 4 (PRG4) y fosfolípidos de superficie activa (SAPL) [67]. Las moléculas de los líquidos sinoviales se han detallado en la Figura C.1 del Anexo C. Se ha informado que la cantidad de líquido sinovial en la articulación de la rodilla varía de 0,5 a 2 [mL] [1].

Las proteínas y el ácido hialurónico presentes en el líquido sinovial desempeñan el mismo papel que los aditivos en los lubricantes estándar al mejorar la eficacia lubricante [1]. La capacidad lubricante del líquido sinovial está relacionada con su propiedad reológica (estudio de la deformación y el flujo de fluidos bajo presión). Se observa que la viscosidad del líquido sinovial varía con la velocidad de cizallamiento. Los valores de viscosidad informados en estudios realizados por varios investigadores se pueden observar en la Figura D.1 del Anexo D.

En el presente trabajo, se utiliza una simulación de líquido sinovial (producto BZ183 de BIOCHEMAZONE), que denominaremos LS. Es una solución acuosa y miscible en agua que simula los componentes y el pH del líquido sinovial biológico. De acuerdo a la ficha técnica proporcionada por la empresa, tiene un pH de 7.4 ± 0.2 a 25 ± 0.4 °C, posee un punto de ebullición a 100°C, una densidad de 1.05 kg/l, un color ligeramente turbio y es inodoro. Se compone de minerales, aminoácidos, lípidos, fosfolípidos, componentes inorgánicos y orgánicos, proteínas séricas, glucosa, vitaminas, albúmina, mucoproteínas, ácido siálico, ácido hialurónico, urea, lubricante, y gammaglobulinas. Además, contiene sales Na⁺, PO₄³⁻, K⁺, Ca⁺, Cl⁻, estabilizadores, compuestos controladores de viscosidad, lisozimas y sales antifúngicas y antibacteriales.

2.3.3. Aditivos en fluidos

El uso de materiales 2D como aditivos para mejorar la lubricación es potencialmente viable para sistemas que dependen de biofluidos con capacidad de renovación limitada, como el caso de diseños oculares y de carga, los que se pueden introducir en forma de gotas o soluciones inyectables. Los desafíos de los aditivos en fluidos están enfocados en garantizar una buena dispersabilidad y estabilidad coloidal de estas soluciones. Al mismo tiempo, de garantizar la biocompatibilidad, ya que la difusión de elementos tóxicos en el cuerpo humano y los órganos humanos plantea preocupaciones sobre la inflamación y la respuesta crónica del cuerpo [2].

Cabe mencionar que este tema está muy poco explorado. Hasta ahora, solo se ha investigado la aplicación de TMD (MoS₂ y WS₂), lo que implica que el uso de otros materiales 2D es muy prospectivo [18].

2.3.4. Aspectos biológicos

Cabe considerar que la interacción directa de materiales bidimensionales con bacterias puede dañar irreversiblemente los componentes celulares, incluidos los ácidos nucleicos, los lípidos y las proteínas, provocando la muerte celular poco después de la interacción [68, 69, 70, 71], ya que el estrés oxidativo generado a través de la formación de especies de óxidos reactivos afecta los ciclos enzimáticos de las bacterias [69, 72, 73]. Sin embargo, las dimensiones laterales considerablemente grandes y la alta flexibilidad de las láminas 2D, son beneficiosas para envolver bacterias y virus, separándolos así del resto de ambientes. Se ha informado que ciertos materiales 2D inducen respuestas antiinflamatorias en el cuerpo humano, lo que

puede ayudar aún más a combatir las bacterias y los virus [2].

Debido a las terminaciones superficiales existentes en su superficie exterior, los materiales 2D tienden a ser afines a la membrana celular. Sin embargo, debido a varias razones pueden provocar la muerte celular. Por un lado, los bordes afilados de los materiales 2D pueden provocar una ruptura de la membrana (efecto nano-cuchillo), lo que lleva a la muerte del organismo respectivo [74, 75]. Por otro, debido a la naturaleza impermeable de dichos materiales, esta separación corta el acceso a los suplementos esenciales y, en última instancia, provoca la muerte celular [76, 77].

Capítulo 3

Objetivos y limitaciones

3.1. Objetivo general

Estudiar el efecto respecto a la fricción y resistencia al desgaste de distintas concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, usados como aditivos en líquido sinovial artificial (LS).

3.2. Objetivos específicos

1. Estudiar experimentalmente la dispersión de diferentes concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en LS.
2. Estudiar el ángulo de contacto y tensión superficial del LS con y sin aditivos de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.
3. Analizar la interacción y afinidad del LS con el sustrato correspondiente a una aleación de cobalto-cromo dependiendo de concentración de los MXenes.
4. Estudiar las propiedades bio-tribológicas para determinar la resistencia al desgaste.
5. Caracterizar y analizar los mecanismos de desgaste.
6. Encontrar las concentraciones óptimas de cada tipo de MXene, tal que minimice la fricción (COF) y volumen de desgaste.

3.3. Limitaciones

Las limitaciones que presenta la presente Memoria corresponden a:

1. Utilización de LS. Si bien presenta parámetros reológicos similares al líquido sinovial, su composición biológica es distinta.
2. Simplificación de los equipos. Si bien permiten una buena comprensión sobre los efectos de los fenómenos de fricción y desgaste, no permiten simular la cinética y mecánica de las articulaciones humanas.
3. Actualmente existen más de 30 tipos de MXenes. Sin embargo, el presente estudio se enfoca en 2 de ellos.

Capítulo 4

Recursos y requerimientos

Los recursos y requerimientos necesarios para llevar a cabo el trabajo son gestionados y entregados por la Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas y el Departamento de Ingeniería Química, Biotecnología y de Materiales. Los ensayos experimentales son realizados en el Laboratorio del Prof. Andras Rosenkranz, donde se encuentran tanto los equipos como los insumos correspondientes.

Por otro lado, se considera utilizar Microsoft Excel para el análisis de datos, el programa Origin9 para la creación de gráficos, el programa Digital Surf MountainsMap para el tratamiento de los datos y obtención de parámetros de rugosidad y desgaste y, finalmente, LaTeX de OverLeaf para la escritura de la Memoria.

Capítulo 5

Materiales y Metodología

En el presente capítulo, se describe la metodología empleada en esta investigación experimental, la cual se enfoca en estudiar los efectos de distintas concentraciones de los MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ como aditivos en líquido sinovial artificial. Es importante destacar que esta investigación representa un trabajo novedoso, no existiendo previamente en la literatura estudios que vinculen específicamente el uso de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ o $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ con el líquido sinovial. Por lo tanto, la metodología aquí presentada se ha desarrollado de manera iterativa, considerando diversas opciones y ajustes para alcanzar resultados significativos y confiables.

La síntesis de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ se realiza mediante la técnica de grabado selectivo de la fase Ti_3AlC_2 MAX en una solución compuesta por LiF y HCl (0,8 [g] de LiF y 10 [mL] de HCl 9 [M]) durante 24 [h] a temperatura ambiente. Posteriormente, la solución ácida se somete a un proceso de lavado con agua desionizada hasta que el pH alcanza un valor de 5, lo que resulta en la obtención de una suspensión acuosa de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene multicapa [78].

Por otro lado, para la síntesis del MXene multicapa de Mo, se agrega 2 [g] de $\text{Mo}_2\text{TiAlC}_2$ en una solución que contiene 20 [mL] de HF al 48 % y se mantiene a una temperatura de 55 [°C] durante 48 [h]. Luego, las dispersiones obtenidas se someten a un proceso de lavado con agua desionizada hasta que el pH alcanza un valor de 5, y finalmente se realiza una filtración para obtener $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ MXenes multicapa [78].

En la Figura 5.1 se presenta un diagrama de flujo que contiene las etapas desarrolladas para llevar a cabo el estudio.

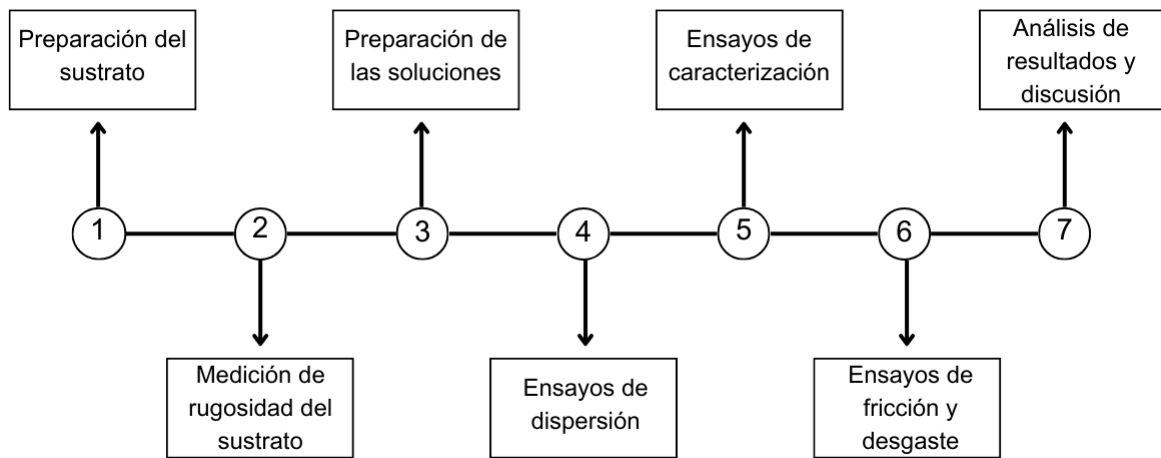


Figura 5.1: Resumen de la metodología con las principales actividades desarrolladas. Elaboración propia.

5.1. Preparación del sustrato

Debido a las exigentes condiciones que impone el cuerpo humano, es esencial seleccionar materiales para implantes médicos que sean altamente biocompatibles con el organismo. Estos materiales deben generar un rechazo mínimo y, al mismo tiempo, demostrar un buen comportamiento mecánico, tribológico y resistencia a la corrosión [79, 80, 81]. El material del sustrato elegido que cumple con estos requisitos, son las aleaciones de cobalto-cromo [79], [80, 81, 82].

Los sustratos son fabricados por el profesor Dr. Max Marian de la Pontificia Universidad Católica de Santiago. Los sustratos corresponden a muestras que imitan las superficies de los implantes. Se fabrican de forma aditiva utilizando un sistema de fusión de polvo basado en láser (LBPF) con la capacidad de realizar una fusión selectiva por láser (SLM) de polvos metálicos.

Su preparación consiste en pulir hasta lograr un acabado efecto espejo. Se utiliza una pulidora, lijas de 100P, 280P, 320P, 400P, 600P, 1000P, 1500P, 2500P, almohadilla de pulido acabado espejo y alúmina al 0,1 %, agua destilada, lavalozas y un soporte.

El número de grano se refiere a la separación entre un grano y otro en una lija. Por lo tanto, una menor numeración de grano indica un lijado más grueso, mientras que una numeración más alta implica un lijado más fino y preciso. Para pulir el sustrato, primero se utiliza la lija de 100P en la pulidora a una velocidad de 300 [rpm] y se abre el paso de agua. Se coloca el sustrato en el soporte y se procede a sujetar el soporte sobre la lija en un punto fijo. En intervalos de 2 [min] se observa el sustrato para corroborar que el lijado sea de manera homogénea y no haya desnivel en el superficie. Una vez que no hay cambios visibles en la superficie con la lija usada, se procede a cambiar por la siguiente de mayor número y el sustrato se rota en 90 [°]. Se procede a lijar hasta que las líneas perpendiculares del lijado anterior desaparezcan por completo. Esto se realiza sucesivamente hasta la lija de 2500P. Luego se utiliza la almohadilla de pulido acabado espejo, que otorga un perfecto efecto espejo, se añade

alúmina de una micra para continuar el lijado más sutil, y lavalozas y agua destilada para disminuir el roce mediante lubricación. Se procede a pulir la muestra moviéndola en sentido contrario al giro por 1 [h] a 150 [rpm].

5.2. Rugosidad del sustrato

Para medir la rugosidad del sustrato se utiliza un interferómetro de luz blanca (WLI) incluido en el equipo multifuncional RTEC MFT-5000, mediante el programa MFT18RAc.

Primeramente, se enciende el equipo, se abre el programa y se deposita el sustrato bajo el lente con objetivo 10x. En el programa se selecciona una iluminación de +16 y con el control del equipo se va disminuyendo la distancia entre el lente y el sustrato. De esta manera, el detector de señal empieza a recibir información, esto se traduce en la pantalla como manchas de color rojo. A continuación, se disminuye la exposición hasta +13 y se procede a enfocar hasta ver claramente la superficie del sustrato. Luego, se selecciona un rango de 25 [μm], lo que quiere decir que el sistema mide la profundidad de la superficie en un rango de -25 a 25 [μm]. Se procede a dar Play y se guarda la imagen, la cual se guarda en un archivo (.bcrf). Se toman 10 imágenes de cada sustrato. En la Figura 5.2 se muestra un ejemplo de la imagen obtenida de una medición.

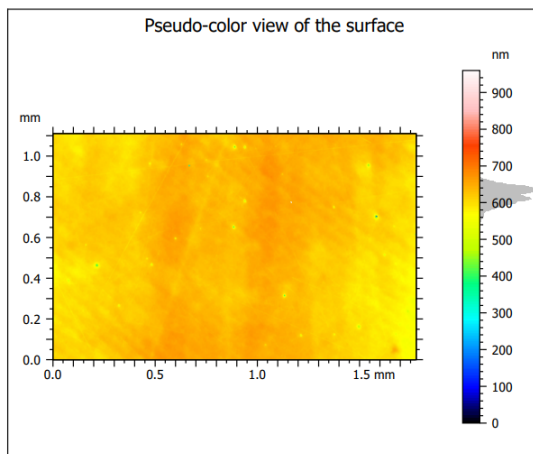


Figura 5.2: Imagen obtenida del interferómetro de luz blanca (WLI) para determinar rugosidad correspondiente a la medición 7 del sustrato 5.

Posteriormente, dichas imágenes se abren en el software Digital Surf MountainsMap, se selecciona topografía 3D, y el programa entrega una plantilla. Se abre la sección Basic Surface Topography.

Luego se abre el archivo (.bcrf) a modificar. A la imagen entregada, se le realizan tratamientos como por ejemplo, nivelar en caso de que la muestra no se encuentre totalmente perpendicular al lente (Figura 5.3 (a)), remoción de forma (Figura 5.3 (b)) y finalmente se estudia la imagen del sustrato en 3D (Figura 5.3 (c)). Por último, se extrae los parámetros de rugosidad (Tabla 5.1). La rugosidad se entrega en un parámetro denominado "Sa" que corresponde a desviación media aritmética de la topografía de la superficie (alturas relativas al

plano que contiene el eje de inclinación de la muestra).

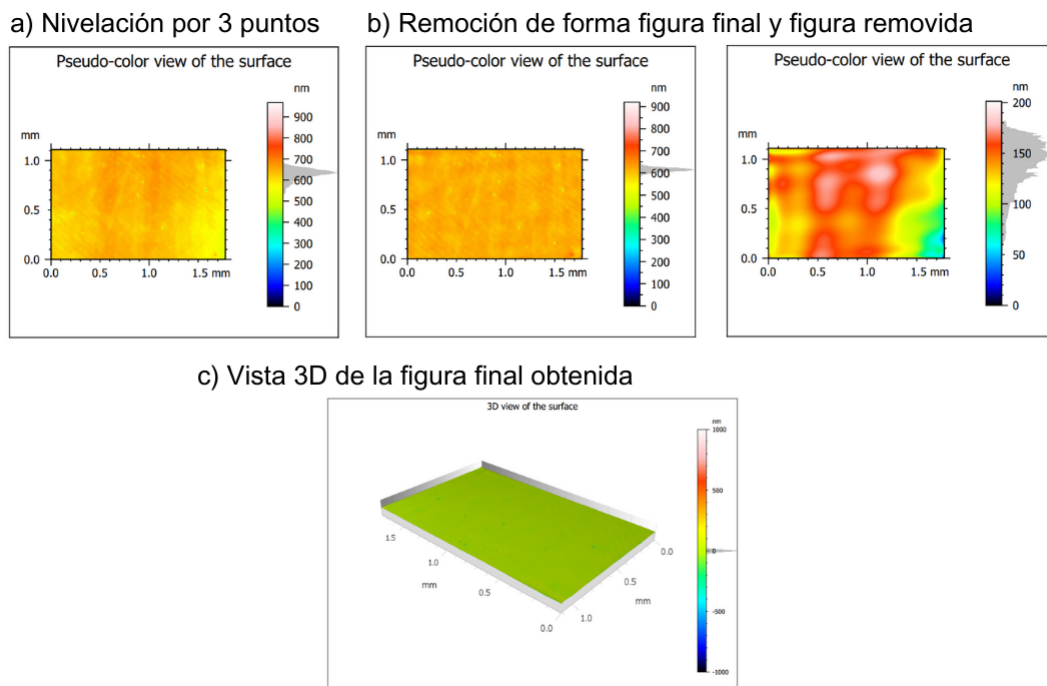


Figura 5.3: Tratamiento realizado en el programa Digital Surf Mountains-Map, donde primero se realiza una nivelación por 3 puntos (a), remoción de forma (b) y finalmente, se extrae una vista 3D de la figura final obtenida (c) para medir rugosidad.

Tabla 5.1: Parámetros de rugosidad obtenida en una medición, correspondiente a la medición 7 del sustrato 5.

Parámetros de altura		
Sq	10,43	[nm]
Ssk	-3,367	-
Sku	123,5	-
Sp	304,8	[nm]
Sv	615,5	[nm]
Sz	920,3	[nm]
Sa	7,296	[nm]

5.3. Preparación de las soluciones

Para las soluciones se utiliza líquido sinovial artificial como solvente al que se le añade el MXene en polvo a distintas concentraciones.

Se utiliza líquido sinovial artificial, llamado LS de ahora en adelante, que corresponde a una solución que imita los componentes y el pH del líquido sinovial natural. El LS proviene

de la empresa Bio Chemazone, Canadá, quien de manera interna proporcionó la hoja de especificaciones del producto. El reactivo es incoloro e inodoro, tiene un pH de 7,4, densidad de 1,05 y punto de ebullición de 100 [°C].

Para la elección de las concentraciones se realiza una búsqueda bibliográfica de soluciones acuosas con distintos aditivos. La información encontrada se muestra en la Tabla 5.2.

Tabla 5.2: Revisión bibliográfica de concentraciones de aditivos usadas en soluciones acuosas.

Material	Concentración	Referencia
Grafeno oxidado	0,2 [mL] de líquido lubricante con grafeno oxidado al 25 %. Aditivos en lubricantes líquidos y sólidos.	[83]
F-MoS ₂	0,2 [mg/mL]. Aditivo en líquido sinovial.	[84]
MoS 2-PDMPC-DS	Inferiores a 0,6 [mg/mL]. Se inyecta en la cavidad articular de las ratas.	[85]
MXene Ti ₃ C ₂ T _x	Inferior a 5 % peso. Aditivo para lubricantes a base de agua.	[86]
MXene Nb ₂ C	0,2 [mg/mL]. Aditivo lubricante a base de agua.	[87]

En la fase inicial de este estudio, se eligieron concentraciones de 0,5 [mg/mL] y 2 [mg/mL] de Ti₃C₂T_x en LS . Después de llevar a cabo los ensayos de caracterización, y de fricción y desgaste, se observó que ambas concentraciones arrojaron resultados similares. Ante esta semejanza, se incorporó una solución con concentración de 5 [mg/mL] de Ti₃C₂T_x, la cual también mostró resultados sin diferencias significativas en comparación con las anteriores. Con el objetivo de indagar en mayores efectos, se decidió aumentar aún más la concentración a 20 [mg/mL], evaluando así el impacto del incremento de Ti₃C₂T_x en el sistema.

Por tanto, se realizan 4 soluciones de 2 [mL] de LS con Ti₃C₂T_x a una concentración de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] en su respectivo frasco vial. Además, se prepara la referencia que corresponde a 2 [mL] de LS. Para medir los gramos de Ti₃C₂T_x se utiliza la Balanza analítica AS 60/220.R2 PLUS, mostrada en la Figura 5.4. Luego dicho material se vierte dentro del frasco vial Clear Glass Screw Top PerkinElmer de 20 [mL] y finalmente, se disuelve en 2 [mL] de LS. Este procedimiento es análogo para el MXene Mo₂TiC₂T_x.



Figura 5.4: Balanza analítica AS 60/220.R2 PLUS. Elaboración propia.

5.4. Estabilidad de dispersión

Se realizan ensayos de dispersión para mezclar y homogeneizar las soluciones. Esto permite garantizar que el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ estén dispersos de manera uniforme en el LS, ya que tienden a aglomerarse o formar grupos en suspensión debido a sus propiedades superficiales. Posteriormente, se deja decantar para estudiar cómo se comporta el nanomaterial en suspensión con el tiempo. La decantación entrega información valiosa sobre la estabilidad de la suspensión y si hay alguna tendencia a la sedimentación o aglomeración de las partículas.

Primero, cada frasco vial se lleva al equipo Sonicador con sonda para pequeños volúmenes Qsonica, mostrado en la Figura 5.5 (a), que se utiliza para agitar las partículas en el medio y homogeneizar las soluciones mediante ondas ultrasónicas. El vial se coloca dentro de una fuente con agua y hielo, ya que las oscilaciones mecánicas del equipo provocan turbulencias y fricción en el líquido generando calor durante el proceso, lo que podría afectar al LS y/o los MXenes cambiando sus propiedades físicas. El vial se sujeta mediante un soporte universal y unas pinzas. Posteriormente, se introduce la punta de la sonda dentro de la solución. Los parámetros utilizados son tiempo de 30 [min], con pulso off y on de 5 [s], y amplitud del 40 %.

Una vez finaliza el sonicado, se lleva el vial al equipo Baño Ultrasónico Isolab, mostrado en la Figura 5.5 (b), el que permite acelerar la disolución y dispersión. Primero se vierte agua dentro del equipo, se introduce el vial, y se deja actuar por 1 [h] a una temperatura entre 25 [°C] y 30 [°C], para mantener dicha temperatura se coloca hielo dentro del equipo o bien se va cambiando constantemente el agua.

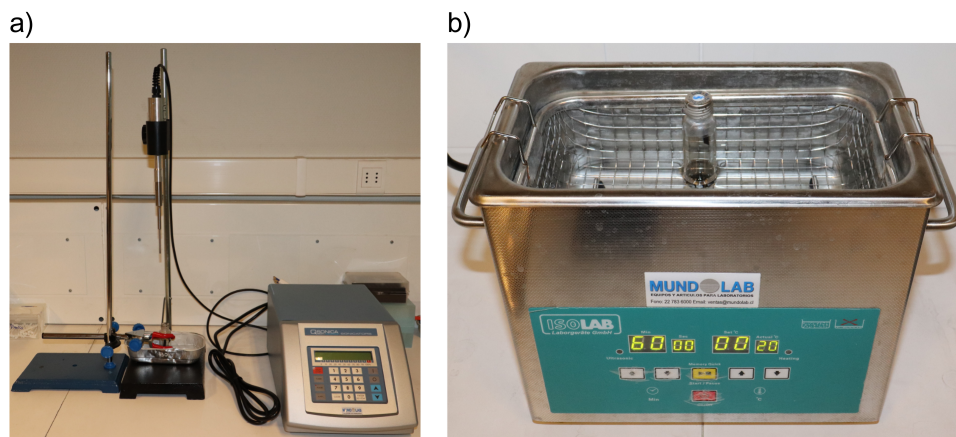


Figura 5.5: Equipos de dispersión. Sonicador Qsonica (a) y Baño Ultrasónico Isolab (b). Elaboración propia.

Obtenida la solución homogénea, se procede a poner el vial sobre un lienzo blanco y se le toma una fotografía con la Cámara Digital Canon Reflex EOS Rebel t7i en los tiempos 0, 15, 30 y 60 [min]. Esto permite estudiar la posible decantación de los nanomateriales en cuestión.

5.5. Ensayos de caracterización

Los ensayos de caracterización se realizan para caracterizar las soluciones y la interacción entre ellas con el sustrato. Para esto, se utiliza el equipo Krüss Analizador de Forma de Gota, mostrado en la Figura 5.6, el cual mediante imagen permite determinar el ángulo de contacto y tensión superficial.



Figura 5.6: Krüss Analizador de Forma de Gota. Elaboración propia.

5.5.1. Ángulo de contacto

El ángulo de contacto es una medida crucial para comprender cómo una sustancia interacciona con una superficie determinada. El ángulo de contacto entre un líquido y un sólido

es aquel que se forma cuando entran en contacto ambos materiales y su valor dependerá de las fuerzas de adherencia entre el sólido y el fluido, además de las fuerzas de cohesión del líquido. La mojabilidad es la capacidad de los sólidos para formar interfaces con los líquidos y viene determinada por el ángulo de contacto θ [88].

El método para medir el ángulo de contacto es el de la gota sésil. Para realizar este ensayo, se enciende el equipo y se abre el programa. Dado que es un equipo que realiza las mediciones mediante imagen, primero se debe realizar una calibración. Se ajusta la cámara del equipo con una inclinación de 2° , se coloca la aguja en su soporte y se fija de tal manera que quede entre el haz de luz y la cámara. Con el calibrador se procede a medir el diámetro de la aguja y establecer la escala de la imagen mostrada en pantalla. Posteriormente, se resetea el programa y se le indica el diámetro de la aguja y código de la jeringa Norm Ject F Luer Solo de 1 [mL].

Luego, se coloca la jeringa dentro de la solución y se aprieta *Refill* para su llenado. Ahora se deposita el sustrato bajo la aguja y se procede a depositar una gota de solución de $2\ \mu\text{L}$ apretando *Drop*, se utiliza este volumen para evitar que la gravedad afecte la forma de la gota y las mediciones. La gota se ilumina con la luz para producir una imagen con bordes nítidos. Se guardan los datos y la imagen. Se realizan 5 mediciones para cada concentración. En la Figura 5.7 se puede observar un ejemplo de la imagen obtenida.

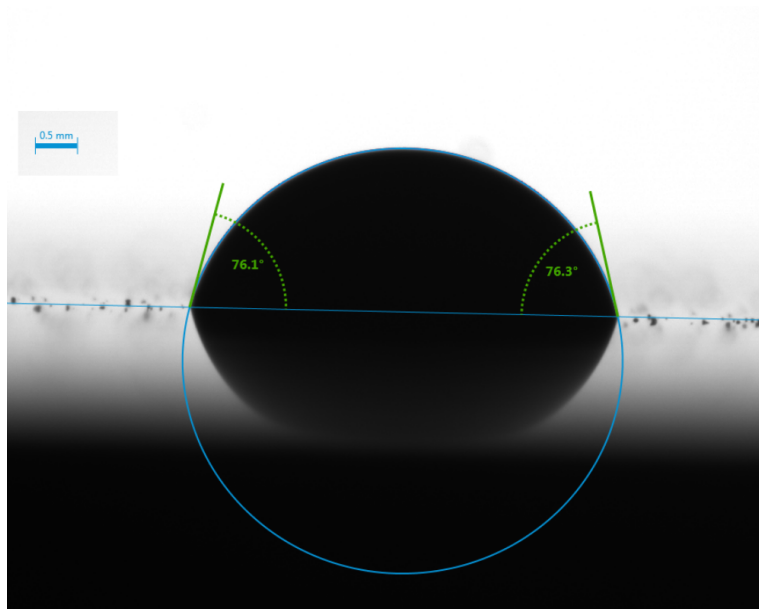


Figura 5.7: Ejemplo de imagen obtenida al medir ángulo de contacto, correspondiente a la solución de $20\ \text{[mg/mL]}$ de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$, medición 5. Elaboración propia.

5.5.2. Tensión superficial

Las moléculas que se encuentran en la superficie de un líquido son atraídas hacia el seno del mismo por las moléculas que se encuentran en su interior. Por otra parte, la fuerza resultante que actúa en un plano tangente a la superficie, por unidad de longitud, se denomina tensión superficial [89].

La tensión superficial se mide mediante el análisis de la forma de una gota de un líquido que pende de la punta de una aguja, en este caso la gota proviene de las soluciones de diferentes concentraciones y la aguja de la jeringa Norm Ject F Luer Solo de 1 [mL]. El método de la gota colgante representa mayor ventaja en cuanto a rapidez, facilidad experimental, confiabilidad y exactitud en los resultados, respecto de métodos experimentales, debido a los avances tecnológicos de equipos ópticos y computacionales [90].

Para medir tensión superficial, la cámara se encuentra sin inclinación. Posteriormente, se coloca la jeringa con la solución en su soporte y poco a poco se libera solución hasta que la gota casi no pueda seguir sosteniéndose en la aguja. El programa determina la tensión superficial y el volumen capaz de resistir. Se toman 10 mediciones por cada concentración, con el fin de obtener datos confiables. En la Figura 5.8 se muestra la imagen obtenida.

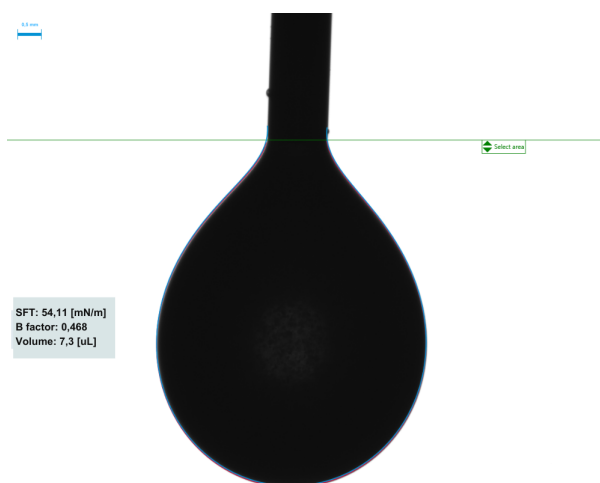


Figura 5.8: Ejemplo de la imagen obtenida al medir tensión Superficial, correspondiente a la solución de 5 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$, medición 2. Elaboración propia.

5.6. Ensayos bio-tribológicos

Para determinar los parámetros que se utilizaran en los ensayos bio-tribológicos, como el volumen del líquido sinovial, fuerza normal, velocidad y material de contracuerpo, se realiza una búsqueda bibliográfica. Sin embargo, no se encuentran referencias previas que vinculen los MXene estudiados con el líquido sinovial. En la Tabla 5.3 se muestran los parámetros encontrados que se utilizaron en ensayos tribológicos para sustratos sumergidos en líquido sinovial. Los parámetros utilizados en el presente trabajo se discuten y definen en base a lo encontrado y a las experiencias previas en relación al nanomaterial en el laboratorio.

Para las pruebas de fricción y desgaste se utiliza el tribómetro multifuncional RTEC MFT-5000, mostrado en la Figura 2.4. Los ensayos se realizan con un volumen de 5 [μ L] de solución a 0,5 [N] y 1 [N] de carga normal, durante 15 [min] de ciclos lineales con un desplazamiento de 5 [mm], velocidad de rodaje de 5 [mm/s], aceleración de 0,1 [mm/s²] y frecuencia de 1 [Hz]. Como contracuerpo se utiliza una bola de Al_2O_3 de 4 [mm] de diámetro. Así se realizan 2 mediciones por fuerza normal y concentración, obteniendo el coeficiente de fricción (COF) de cada pista de desgaste. Cabe mencionar que esto se realiza tanto para

Tabla 5.3: Parámetros en ensayos tribológicos con líquido sinovial.

Parámetros	Valor	Referencia
Material contracuerpo	Metal, polietileno, cerámica.	[81]
Carga normal	1 [N]	[91]
Velocidad de deslizamiento	1 - 20 [mm/s]	[91]
Distancia de deslizamiento	10 [mm]	[91]
Presión	3,5 - 5 [MPa]	[92, 91]
Frecuencia	1 [Hz]	[92]

las distintas concentraciones como para la referencia, para tener una comparativa entre el sustrato con LS y el efecto que tiene el sustrato con las distintas concentraciones.

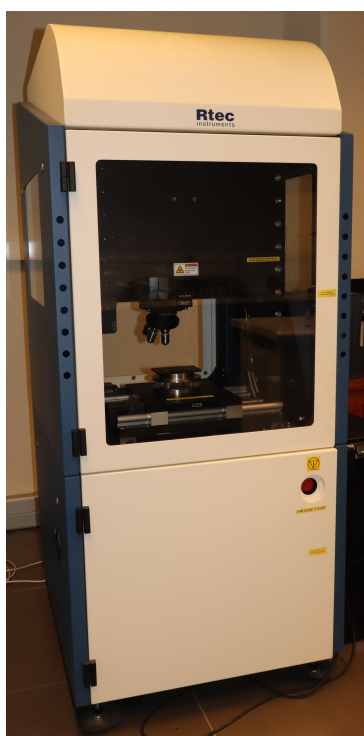


Figura 5.9: Tribómetro multifuncional RTEC MFT-5000. Elaboración propia.

5.6.1. Trabajo de los datos obtenidos

El software del tribómetro proporciona el COF, el cual se puede visualizar mediante un gráfico suavizado en el programa Viewer. Los resultados se guardan en una hoja de cálculo del software Microsoft Excel. Posteriormente, estos datos se procesan en el Programa Origin9 para generar los gráficos a analizar.

En los ensayos de fricción se llevaron a cabo dos mediciones por concentración y fuerza normal. En la Figura 5.10 (a) y (b) se muestra un gráfico que incluye la referencia y las dos mediciones individuales. A partir de estas mediciones se calcula el promedio, obteniendo la Figura 5.10 (c) y (d), lo que permite una comparación más precisa entre las concentraciones

estudiadas. Para el desarrollo de los resultados y análisis, se enfoca exclusivamente en los promedios obtenidos. Las mediciones 1 y 2 de cada concentración, se detallan en las Figuras E.1 y E.2 para el $Ti_3C_2T_x$ y Figuras E.3 y E.4 para el $Mo_2TiC_2T_x$ del Anexo E.

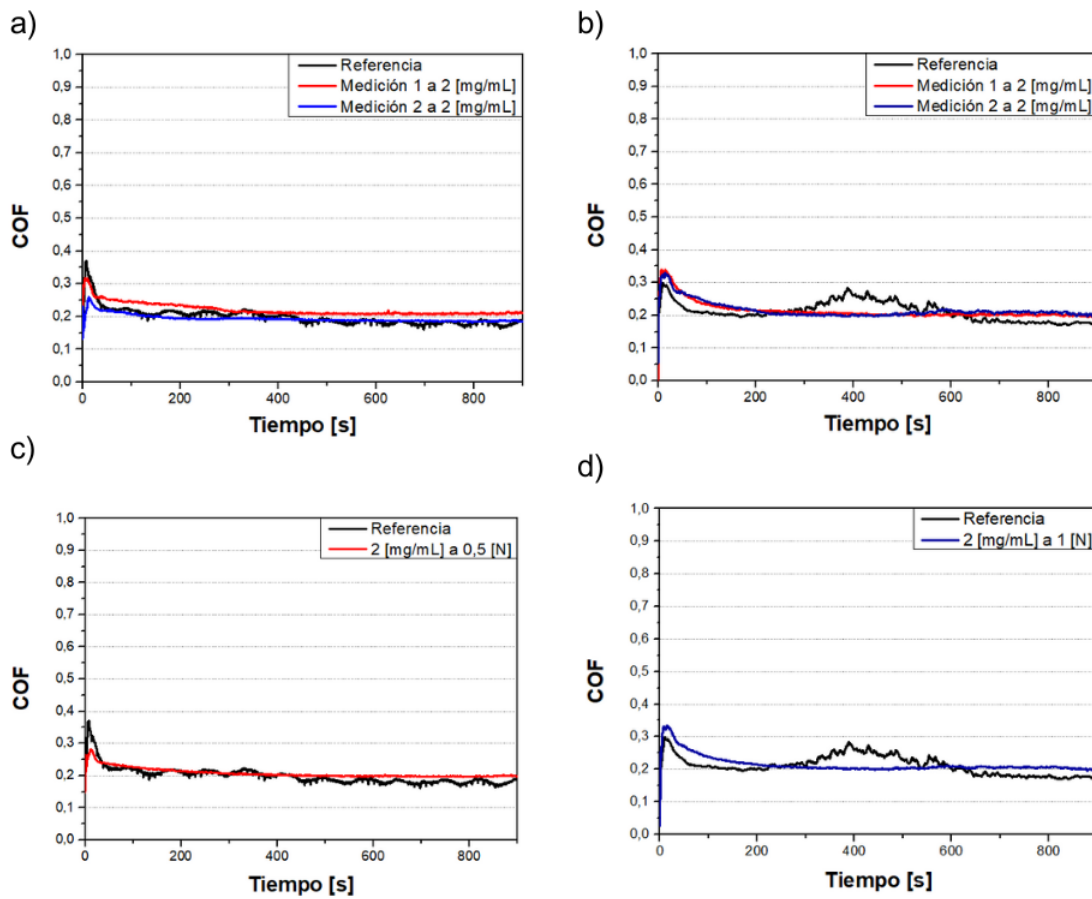


Figura 5.10: COF de la referencia y las mediciones 1 y 2 de la solución a 0,5 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$ en LS a una fuerza de 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y el promedio de las mediciones 1 y 2 a 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.

5.6.2. Caracterización de las pistas de desgaste

En la Figura 5.11 se muestran las etapas para caracterizar las pistas de desgaste y obtener el volumen de desgaste generado tras los ensayos de fricción.

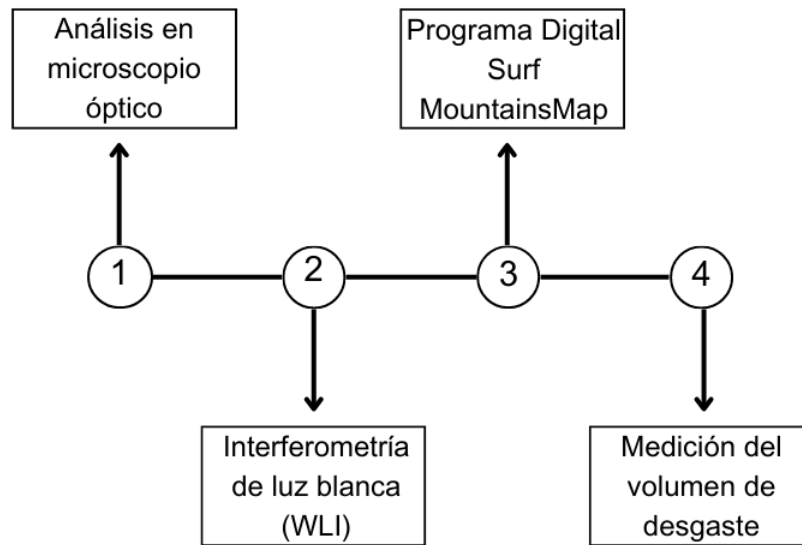


Figura 5.11: Pasos realizados para caracterizar la pista de desgaste y determinar el volumen de desgaste. Elaboración propia.

Luego de los ensayos de fricción, se analizan las pistas de desgaste en el microscopio óptico. Se toman fotografías con un objetivo de 50x en las esquinas y en el centro de cada pista. Se eligen estas zonas ya que en las esquinas hay una velocidad igual a cero y en el centro siempre se tiene la velocidad máxima de la carga normal.

Posteriormente, para estudiar las pistas de desgaste se utiliza el interferómetro de luz blanca (WLI) con un objetivo de 20x para tomar imágenes panorámicas de las pistas generadas en el tribómetro. Un ejemplo de la imagen obtenida del interferómetro de luz blanca se aprecia en la Figura 5.12, que corresponde a la solución con concentración de 0,5 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

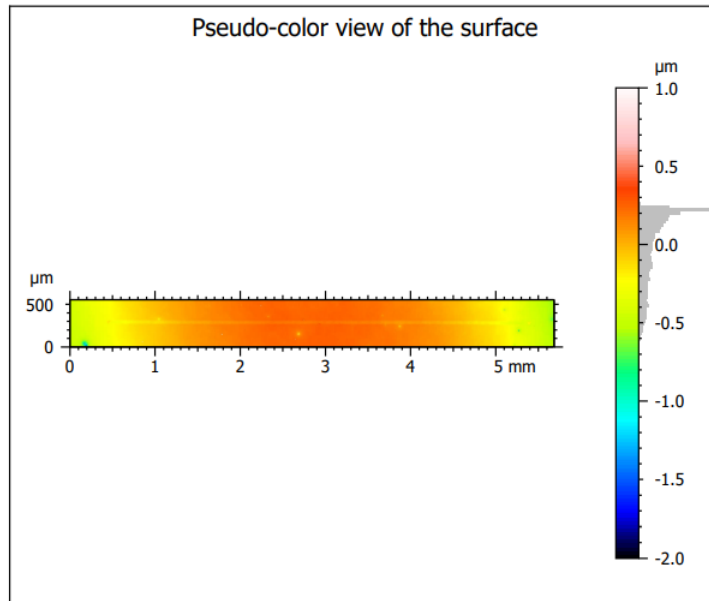


Figura 5.12: Imagen de la pista de desgaste obtenida del interferómetro de luz blanca (WLI) tras el ensayo de fricción, correspondiente a la medición 2 de la solución de 0,5 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

Luego, se realiza un tratamiento a dicha imagen en el programa Digital Surf Mountains-Map, algunos de los tratamientos realizados son nivelación por 3 puntos (Figura 5.13 (a)) y remover forma según el grado de polinomios (Figura 5.13 (b)), finalmente se realiza una imagen en 3D (Figura 5.13 (c)) para observar que la pista de desgaste se muestra nítida, y el sustrato se encuentra nivelado y con un color uniforme.

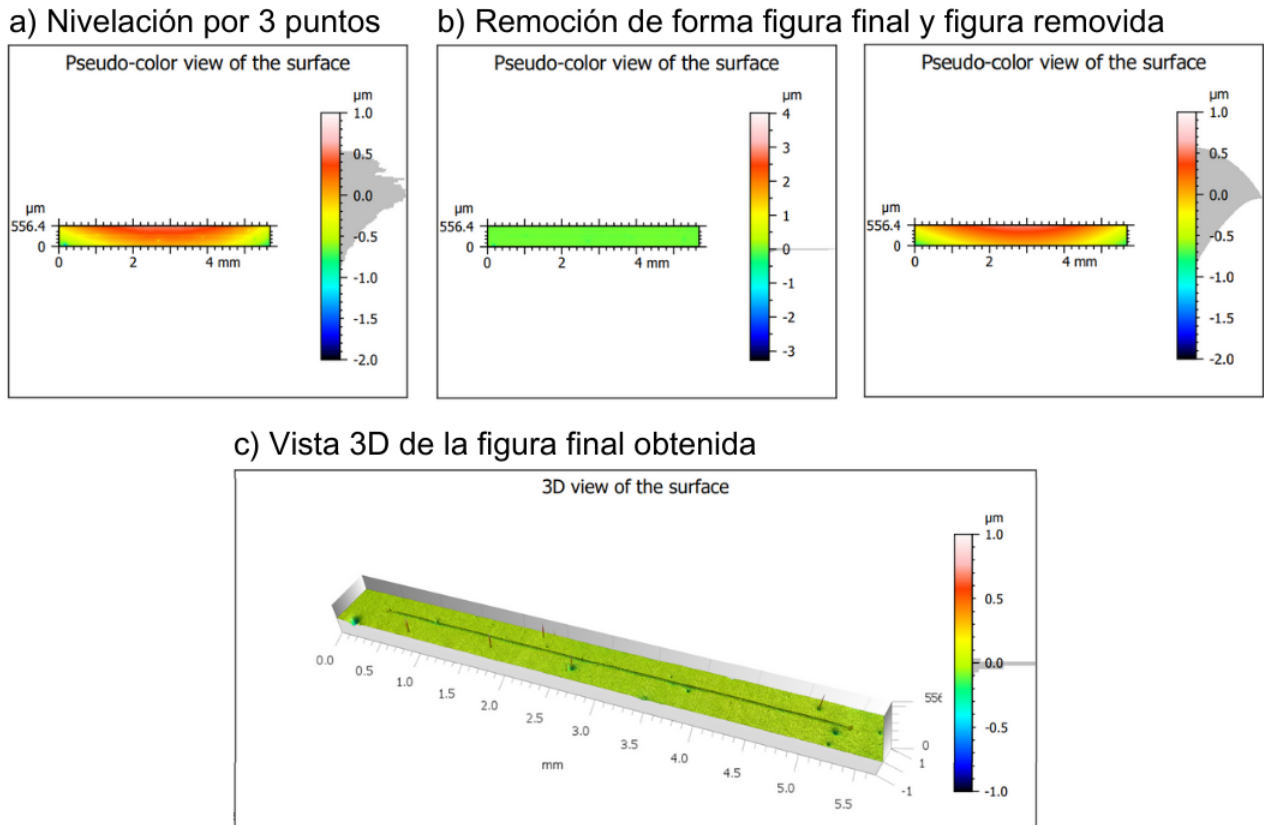
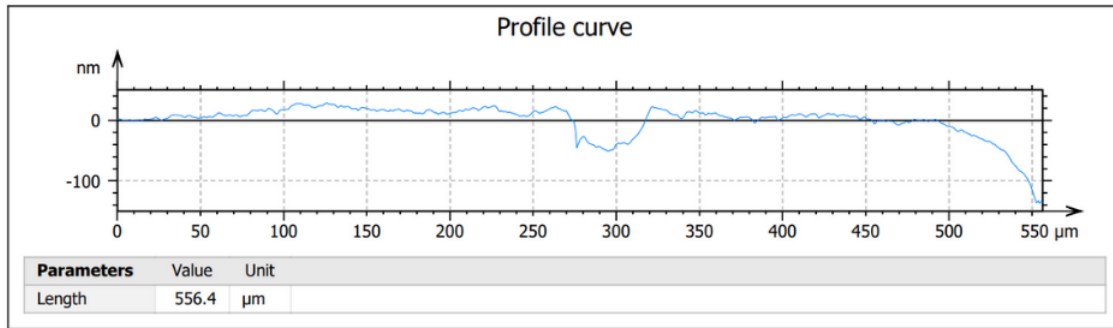


Figura 5.13: Tratamiento realizado en el programa Digital Surf Mountains-Map, donde primero se realiza una nivelación por 3 puntos (a), remoción de forma (b) y finalmente, se extrae una vista 3D de la figura final obtenida (c) para medir desgaste.

Por último, dentro del mismo programa, se extrae un perfil de la curva (Figura 5.14 (a)) para determinar el grosor de la pista de desgaste y posteriormente delimitarla de manera manual (Figura 5.14 (b)). Del área delimitada, el programa establece el “volumen de un hueco o de un pico” para poder obtener el volumen de material desgastado en los ensayos. El hueco representa una región donde se ha eliminado material y el pico representa una región donde se ha agregado material en comparación con la forma inicial del sustrato. La suma de estos dos volúmenes se considera como el volumen de desgaste neto que describe el cambio global en el volumen del objeto después de tener en cuenta tanto la eliminación como la adición de material.

a) Perfil de una curva



b) Volumen de un hueco o un pico

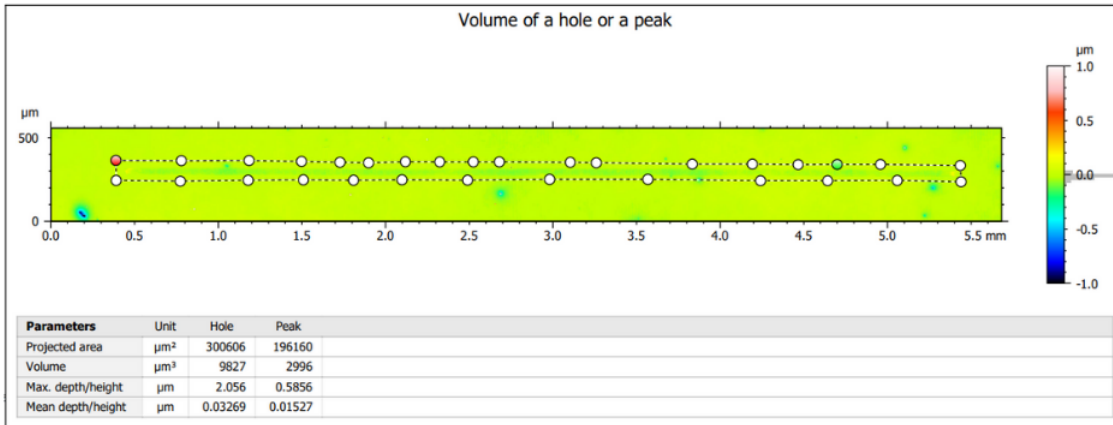


Figura 5.14: Etapas para medición de volumen de desgaste, donde primero se extrae el perfil de una curva (a) y se delimita de manera manual la pista de desgaste para determinar el volumen de un hueco y volumen de un pico (b).

5.6.3. Pruebas para estudiar el efecto del lavado del sustrato al caracterizar desgaste

Se realiza una prueba para determinar la influencia de lavar los sustratos antes de medir desgaste. Para ello, se utiliza una referencia y una solución de $Ti_3C_2T_x$ a 20 [mg/mL]. Se realizan los ensayos bio-tribológicos a 0,5 [N] por 15 [min] y se mide el desgaste mediante interferómetro de luz blanca y software Digital Surf MountainsMap. Además, se analiza el sustrato antes y después de lavar en el microscopio óptico con un objetivo de 20x y 50x.

Capítulo 6

Resultados y discusión

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos junto con sus respectiva discusión, respecto a la preparación del sustrato, caracterización del líquido sinovial y las distintas concentraciones tanto de $Ti_3C_2T_x$ como de $Mo_2TiC_2T_x$, de las pruebas bio-tribológicas realizadas y finalmente, la caracterización de las pistas de desgaste producto de las pruebas de fricción.

6.1. Rugosidad del sustrato

Luego de preparar y pulir los sustratos, se procede a medir su rugosidad. Para ello, se mide la rugosidad de acuerdo al parámetro "*Sa*", que corresponde a la desviación media aritmética de la superficie (alturas relativas al plano que contiene el eje de inclinación de la muestra), ya que generalmente, en la mayoría de los trabajos la rugosidad se representa sólo por medio de este parámetro [93]. "*Sa*" es medida por el software del interferómetro y analizada en el software Digital Surf MountainsMap. En la Tabla 6.1 se muestra el promedio de las 10 mediciones realizadas para cada sustrato junto con su desviación estándar.

Tabla 6.1: Rugosidad promedio superficial de los sustratos.

Sustrato	Sa [nm]
1	$25 \pm 0,02$
2	$11 \pm 0,01$
3	$22 \pm 0,01$
4	$08 \pm 0,01$
5	$19 \pm 0,01$
6	$25 \pm 0,02$
7	$34 \pm 0,01$

De la Tabla 6.1 se extrae que para cada sustrato se tiene un parámetro similar por lo que utilizar las distintas muestras en los ensayos, no debería influenciar en los resultados. El "*Sa*" más bajo corresponde a 8 [nm] y el más alto a 34 [nm], con una desviación estándar bastante pequeña lo que significa que las mediciones son confiables. En general, se tiene una rugosidad promedio de 21 [nm] lo que clasifica como rugosidad muy baja correspondiente a superficies lisas (<100 [nm]) [93].

6.2. Ensayos con $Ti_3C_2T_x$

A continuación se presentan los resultados y discusión respecto del nanomaterial $Ti_3C_2T_x$ usado como aditivo en LS a distintas concentraciones.

6.2.1. Estabilidad de dispersión

Una vez que los frascos viales con las soluciones fueron tratadas en el equipo sonicador de punta por 1 [h] y baño ultrasónico por 1 [h], se lleva a cabo una prueba de decantación del $Ti_3C_2T_x$ en el LS a concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL]. Para ello, se deja reposar los viales con las soluciones y se fotografía para los tiempos de 0, 15, 30 y 60 [min], lo que se puede apreciar en la Figura 6.1.

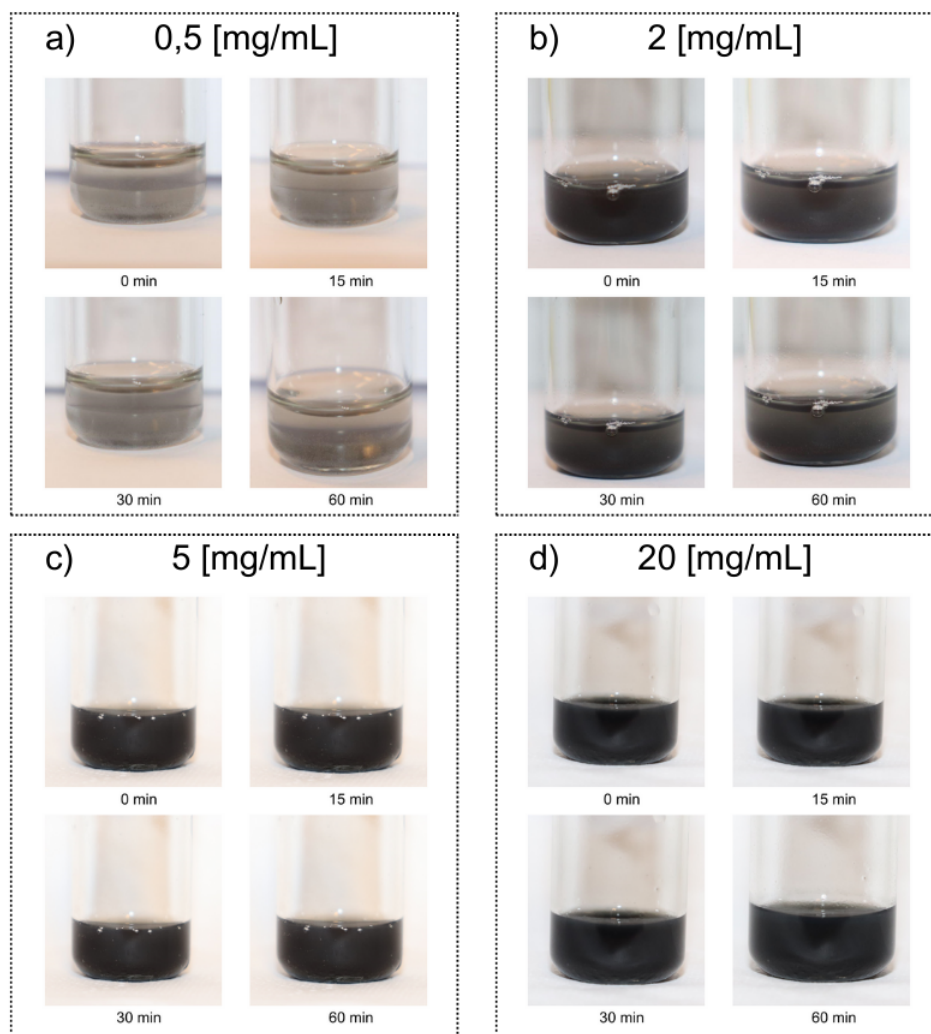


Figura 6.1: Fotografías obtenidas en los tiempos 0, 15, 30 y 60 [min] de la decantación de la solución de 2 [mL] de LS con $Ti_3C_2T_x$ a 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL](d).

De la Figura 6.1 se observa que independiente de la concentración no hay un cambio en la solución hasta al menos los 60 [min]. Se puede decir que el $Ti_3C_2T_x$ se mantiene suspen-

dido en la solución sin decantar durante un largo tiempo, teniendo una buena estabilidad de dispersión en el LS.

Esto permite la reproducibilidad de los resultados al realizar los ensayos de caracterización y los ensayos bio-tribológicos, ya que hay seguridad de estar trabajando con soluciones consistentes en diferentes pruebas.

6.2.2. Ensayos de caracterización

Una vez preparadas las soluciones de 2 [mL] de LS con concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$, se proceden a realizar los ensayos de caracterización.

6.2.2.1. Ángulo de contacto

El ángulo de contacto es una medida crucial para comprender cómo una sustancia interacciona con una superficie determinada. Se mide el ángulo de contacto de la referencia y soluciones mencionadas, mediante gotas de 2 [μ L] que se depositan en el sustrato, a una temperatura de 25 [°C]. Se realizan 5 mediciones por solución. Los resultados recopilados se muestran en la Figura 6.2. El promedio de las mediciones junto con los parámetros como ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho, diámetro y volumen promedio obtenidos se presentan en la Tabla 6.2.

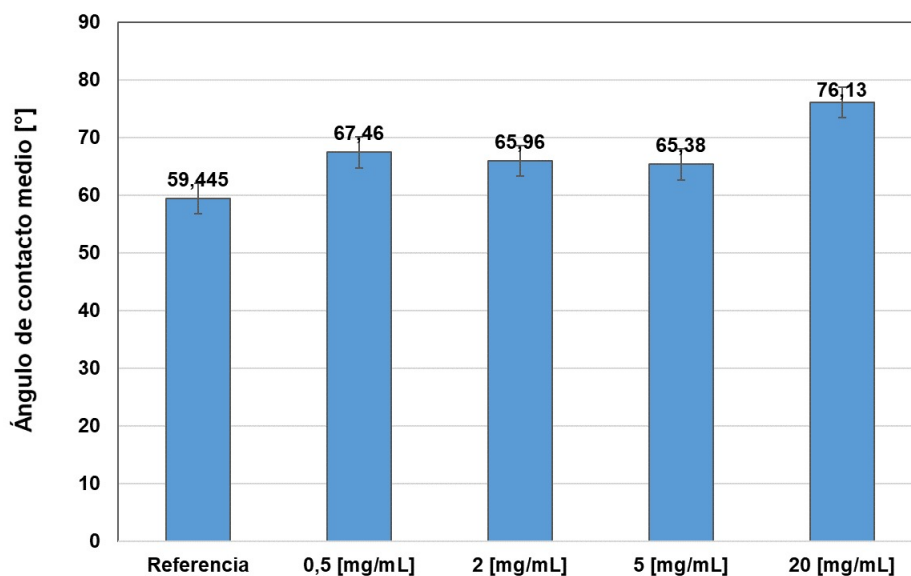


Figura 6.2: Ángulo de contacto promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.

La Figura 6.2 muestra las mediciones de ángulo de contacto realizadas sobre el sustrato de Cr-Co, un material utilizado en la fabricación tanto de prótesis de rodilla como de prótesis de cadera. Se observa que la referencia, solución sin MXene, exhibe el ángulo de contacto promedio más bajo de 59.45 ± 5.58 [°], por otro lado, la solución de 20 [mg/mL] que es la

de mayor concentración, presenta el ángulo más alto de $76,13 \pm 0,29$ [°]. Esto sugiere que el ángulo de contacto aumenta a medida que se incrementa la concentración de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$.

Las concentraciones de 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL] muestran un efecto más positivo en la humectabilidad respecto de las otras concentraciones. Además, se aprecia que para todas las concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$, los ángulo de contacto promedio son menores que 90 [°], generalmente alrededor de 69°. Estos resultados indican que el sustrato poseen una propiedad hidrofílica, por lo que las solución puede desaglomerarse, dispersarse y distribuirse homogéneamente y fácilmente en el sólido, y puede establecer una unión fuerte en la interfaz [94]. Esto es de gran relevancia ya que la mayoría de los nanomateriales 2D se humedecen poco en una matriz determinada debido a su naturaleza hidrofóbica, como por ejemplo, grafeno o los óxidos de grafeno. Una baja humectación implica problemas como mala dispersabilidad, distribución no homogénea, aglomeraciones, y unión imperfecta en la interfaz y porosidades [94].

Esta propiedad es relevante en aplicaciones médicas, como prótesis, donde la interacción efectiva con el líquido sinovial es esencial para el funcionamiento adecuado del dispositivo.

Los resultados muestran que al añadir $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ aumenta el ángulo de contacto, en comparación con la referencia. Esto indica que el aditivo provoca que las interacciones interfaciales de la superficie cambien, ya que disminuye la hidrofiliidad. Varios parámetros pueden afectan el ángulo de contacto y, por tanto, las condiciones de humectación. Por ejemplo, la rugosidad de la superficie y la composición del sólido, el tamaño de la gota y la temperatura de evaporación, la tensión superficial, el grado de contaminación y la presencia de impurezas [94].

Tabla 6.2: Parámetros de ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho, diámetro y volumen promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

Resultado	Referencia	0,5 [mg/mL]	2 [mg/mL]	5 [mg/mL]	20 [mg/mL]
AC promedio (m) [°]	$59,44 \pm 5,58$	$67,46 \pm 1,37$	$65,96 \pm 3,61$	$65,38 \pm 2,26$	$76,13 \pm 0,29$
AC promedio (l) [°]	$59,69 \pm 5,62$	$67,33 \pm 1,44$	$65,81 \pm 3,86$	$65,29 \pm 3,15$	$75,89 \pm 0,62$
AC promedio (r) [°]	$59,44 \pm 5,57$	$67,58 \pm 1,42$	$66,11 \pm 3,42$	$65,47 \pm 1,88$	$76,37 \pm 0,16$
Diámetro promedio [mm]	$2,47 \pm 0,19$	$2,27 \pm 0,16$	$2,36 \pm 0,08$	$2,41 \pm 0,17$	$2,13 \pm 0,09$
Volumen promedio [μL]	$1,83 \pm 0,26$	$1,75 \pm 0,35$	$1,87 \pm 0,12$	$1,95 \pm 0,32$	$1,74 \pm 0,21$

De la Tabla 6.2, se observa que los errores asociados a las mediciones son pequeños, lo que sugiere una buena reproducibilidad de los resultados y un indicador positivo de la confiabilidad de los datos obtenidos. Además, presenta ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho similares, lo que implica que la superficie del sustrato es químicamente homogénea

y que las interacciones entre el las soluciones y el sustrato ocurren de manera uniforme en ambas direcciones. Finalmente, se muestra que los diámetros y volúmenes medio de las gotas son bastante parecidos, independientemente de la concentración, lo que significa una estabilidad en las dimensiones de las gotas estudiadas.

A modo de discusión, los resultados indican que si bien todas las soluciones son hidrofílicas, la adición de $Ti_3C_2T_x$ tiene un efecto negativo en la mojabilidad de la superficie del sustrato de Cr-Co, pues el aumento del ángulo de contacto sugiere que a medida que se incorpora más $Ti_3C_2T_x$, la superficie se vuelve menos propensa a ser mojada por las soluciones. Este cambio en la mojabilidad puede estar relacionado con la interacción entre el aditivo y la superficie del sustrato, así como con la capacidad del MXene para formar una película o recubrimiento sobre la superficie. En general, estos resultados revelan que la concentración de $Ti_3C_2T_x$ es un factor que influye en las propiedades de mojabilidad de la superficie del sustrato, siendo interesante considerar cómo estos cambios en la mojabilidad pueden afectar el comportamiento tribológico en futuros ensayos.

6.2.2.2. Tensión superficial

La determinación de la tensión superficial se realiza mediante el análisis de la forma de una gota que pende de la punta de una aguja, dicha gota se analiza mediante imagen y se determinan los parámetro de tensión superficial promedio, área promedio, parámetro de forma promedio y volumen promedio. Se realizan 10 mediciones para cada solución.

La Figura 6.3, muestra los valores de la tensión superficial promedio de la referencia (2 [mL] de LS) y soluciones de LS con $Ti_3C_2T_x$ a 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] y en la Tabla 6.3 se muestra el resto de los parámetros mencionados.

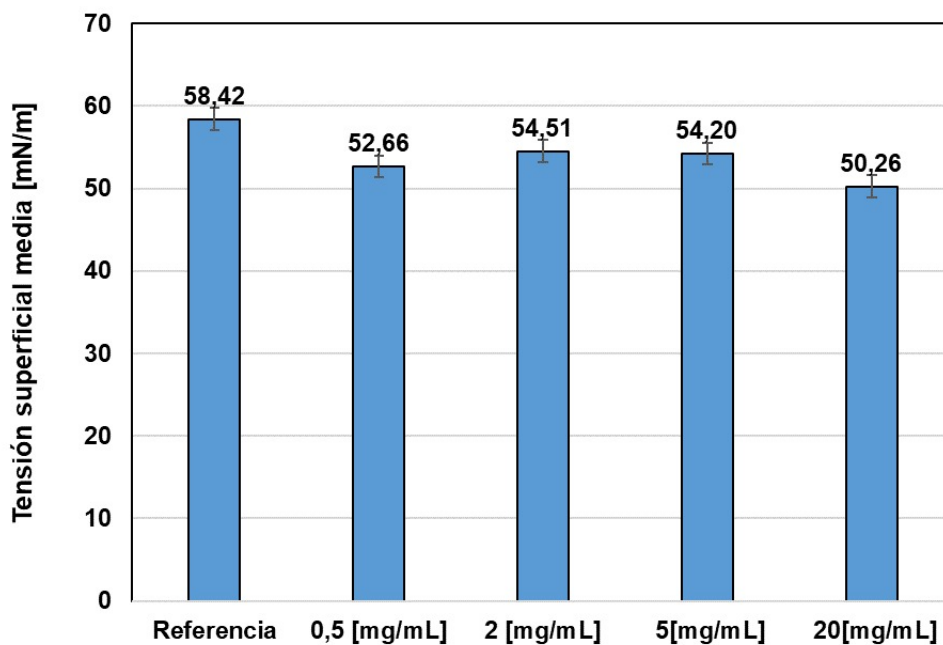


Figura 6.3: Tensión superficial promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.

Tabla 6.3: Parámetros de tensión superficial promedio, área, parámetro de forma y volumen promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia

Resultados	Referencia	0,5 [mg/mL]	2 [mg/mL]	5 [mg/mL]	20 [mg/mL]
Tensión superficial media [mN/m]	$58,42 \pm 1,75$	$52,66 \pm 0,10$	$54,51 \pm 0,31$	$54,20 \pm 0,52$	$50,26 \pm 0,48$
Área media [mm ²]	$15,83 \pm 0,31$	$17,62 \pm 0,15$	$18,05 \pm 0,38$	$18,23 \pm 0,11$	$15,99 \pm 0,21$
Parámetro de forma media	$0,43 \pm 0,01$	$0,47 \pm 0,0$	$0,46 \pm 0,01$	$0,47 \pm 0$	$0,46 \pm 0,00$
Volumen medio [μL]	$6,324 \pm 0,32$	$7,58 \pm 0,16$	$6,29 \pm 0,36$	$7,28 \pm 0,06$	$6,08 \pm 0,11$

De las gráficas anteriores, se observa que la referencia presenta la tensión superficial mayor de $58,42 \pm 1,75$ [mN/m]. A medida que se incorporan las diferentes concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ a la solución, se aprecia una disminución en la tensión superficial respecto de la referencia, y con una tendencia a disminuir a medida que aumenta la concentración del aditivo. Esto sugiere un cambio en la interacción entre el líquido y la superficie del sustrato. Los valores más bajos lo presentan las soluciones de 0,5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] con $52,66 \pm 0,10$ [mN/m] y $50,26 \pm 0,48$ [mN/m] respectivamente. Las concentraciones de 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL] presentan una tensión superficial bastante similar con valores de $54,51 \pm 0,31$ [mN/m] y $54,20 \pm 0,52$ [mN/m].

Cabe mencionar, que ocurre la situación contraria al ángulo de contacto, ya que al añadir el aditivo, el ángulo aumenta respecto de la referencia, y en este caso disminuye.

6.2.3. Ensayos bio-tribológicos

6.2.3.1. Evolución temporal de fricción

A continuación se muestran los resultados y discusión de los ensayos de fricción realizado para las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$, usado como aditivo en LS, a una fuerza normal de 0,5 [N] y 1 [N].

- COF a distintas concentraciones

A continuación, se presentan los gráficos de la evolución del COF, obtenidos luego de trabajar los datos proporcionados por el tribómetro.

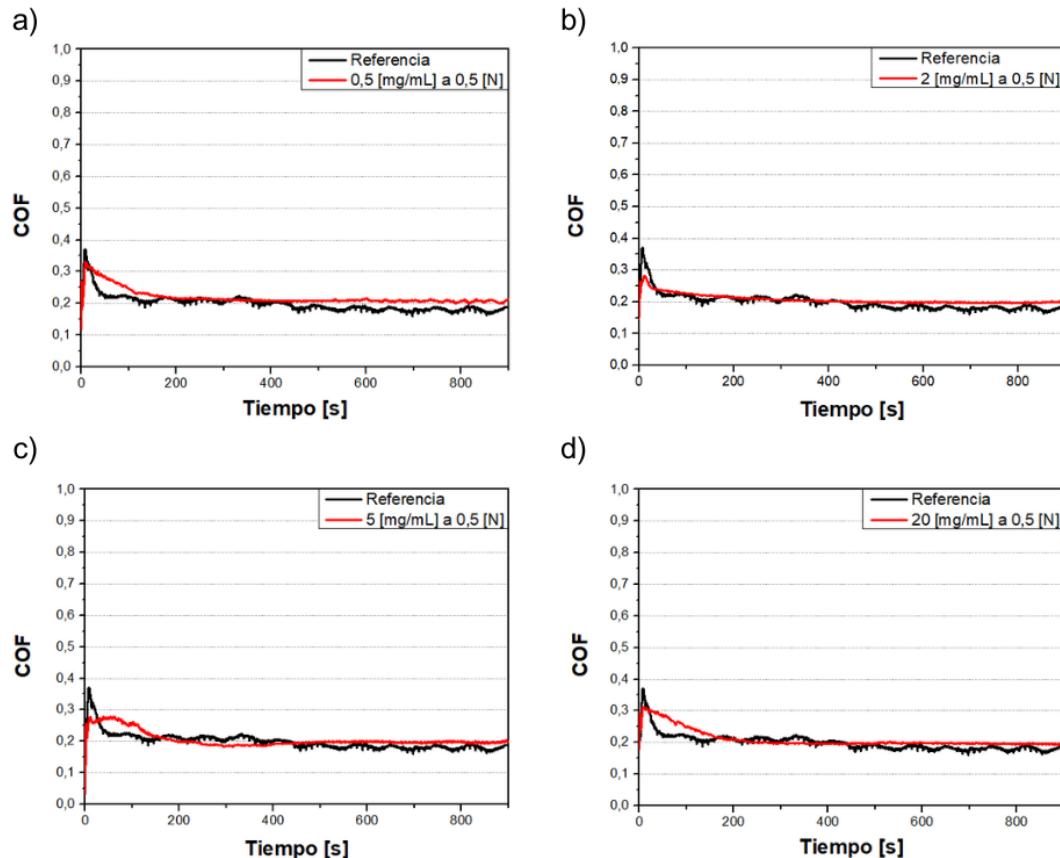


Figura 6.4: COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

En los gráficos mostrados, la línea negra representa la evolución del COF de la referencia bajo una carga normal de 0,5 [N]. Al inicio, parte con un COF de aproximadamente 0,21.

Luego, en los primeros 50 [s], el COF de la referencia alcanza un pico inicial alrededor de 0,37, seguido de una rápida disminución hasta los 100 [s]. Posteriormente, se estabiliza alrededor de un COF promedio de 0,2.

En contraste, la línea roja representa la evolución del COF en las distintas concentraciones. Inicialmente, se observa que todas las soluciones exhiben un COF inicial diferente: 0,5 [mg/mL] comienza en aproximadamente 0,11, 2 [mg/mL] en 0,15, 5 [mg/mL] en 0,04 y 20 [mg/mL] en alrededor de 0,19.

Durante los primeros 50 [s], todas las soluciones experimentan un incremento en el COF, alcanzando valores máximos que oscilan entre 0,27 en 5 [mg/mL] hasta 0,34 en 0,5 [mg/mL]. Posteriormente, disminuye hasta los 300 [s] para más adelante mantenerse estable en torno a 0,2. Cabe mencionar que, en general, la concentración de 0,5 [mg/mL] (Figura 6.4 (a)) presenta el COF promedio más alto con 0,22.

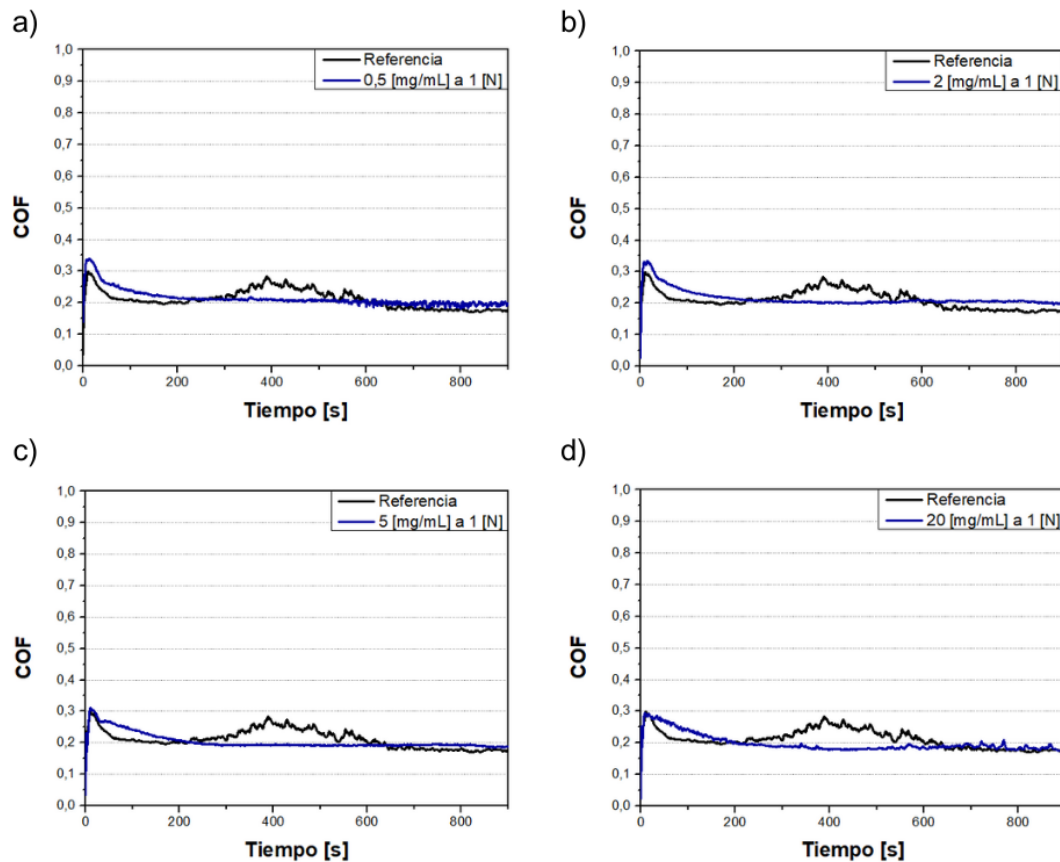


Figura 6.5: COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

La línea negra representa la evolución del COF de la referencia. Inicia en 0,04 y aumenta durante los siguientes 50 [s] hasta llegar a 0,3. Luego, experimenta una disminución hasta los 200 [s], seguida de un nuevo aumento con un pico máximo alrededor de los 400 [s], con un COF

de aproximadamente 0,29. Finalmente, a partir de los 600 [s], se estabiliza en un valor de 0,21.

Por otro lado, la línea azul representa la evolución del COF en las distintas concentraciones a una carga normal de 1 [N]. Inicialmente, la concentración de 0,5 [mg/mL] comienza con un COF de aproximadamente 0,14, mientras que las demás concentraciones se encuentran entre 0,00 y 0,05. En los primeros 50 [s], se observa un aumento gradual del COF, alcanzando un valor máximo cercano o incluso superior a 0,3. Posteriormente, se produce una disminución que se extiende hasta los 300 [s], para luego mantenerse estable en torno a un COF de 0,21.

- **Comparación COF a fuerza normal 0,5 [N] y 1 [N]**

La Figura 6.6 presenta una comparación de la evolución del COF en función del tiempo para dos fuerzas de carga, 0,5 [N] y 1 [N], en presencia de diferentes concentraciones de $Ti_3C_2T_x$.

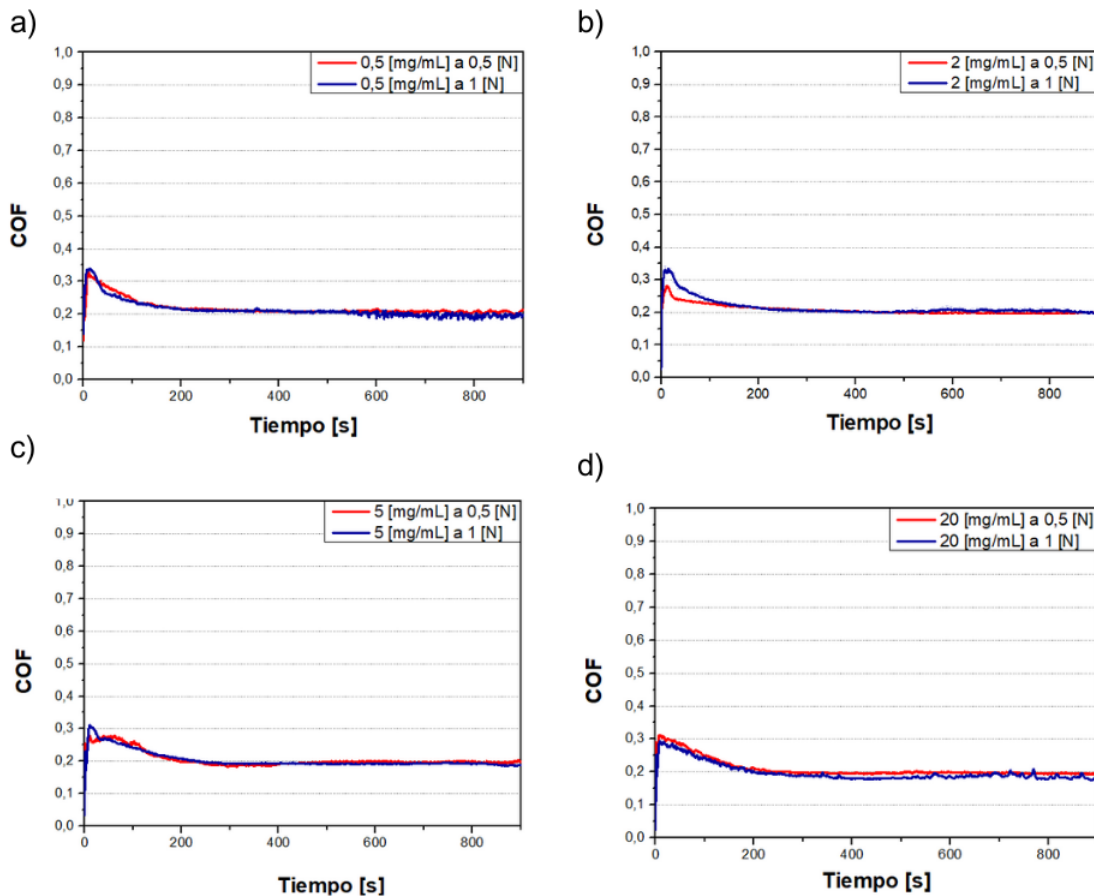


Figura 6.6: Comparación del COF obtenido bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N] de la concentración 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $Ti_3C_2T_x$. Elaboración propia.

Se puede observar que independiente de la concentración de aditivo, el COF tiene un comportamiento similar para ambas fuerzas (0,5 [N] y 1 [N]). Sin embargo, al inicio del ensayo cuando se genera un pico en el COF, se aprecia una diferencia para la concentración

de 2 [mg/mL] en comparación con las otras concentraciones, ya que el pico generado con carga normal 1 [N] es mayor y más prolongado en el tiempo respecto del generado con carga 0,5 [N].

- **Análisis del COF a distintas concentraciones**

Los resultados de la Figura 6.7 ofrecen una visión completa de cómo varía el COF a lo largo del tiempo para diferentes concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N], mientras que la Tabla 6.4 muestra los COF promedio obtenidos.

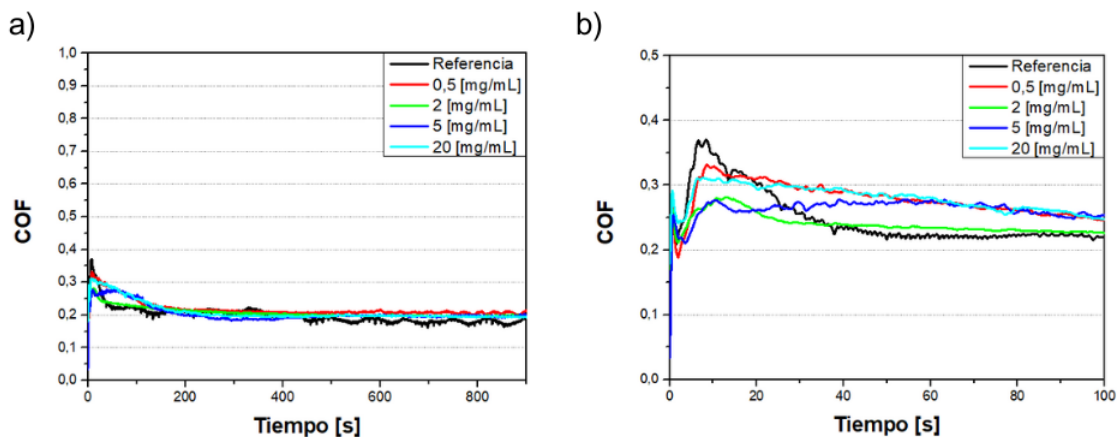


Figura 6.7: COF de distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ hasta $t=900$ [s] (a) y $t=100$ [s] (b), a una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

Tabla 6.4: COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

COF Promedio	0,5 [N]
Referencia	0,20 ± 0,03
0,5 [mg/mL]	0,22 ± 0,02
2 [mg/mL]	0,21 ± 0,02
5 [mg/mL]	0,21 ± 0,03
20 [mg/mL]	0,21 ± 0,03

De la Figura 6.7 (a) se extrae que a partir de los 400 [s], independiente de la concentración, las soluciones presentan mayor COF que la referencia. Sin embargo, de la Figura 6.7 (b), se observa que al inicio del ensayo ocurre lo contrario, la referencia presenta mayor COF seguido de la solución a 0,5 [mg/mL], 20 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL], respectivamente.

Se puede inferir que las soluciones con concentraciones de 2 y 5 [mg/mL] son las óptimas al inicio del ensayo, ya que disminuyen el COF respecto de la referencia. Esto se puede deber a que la concentración de 0,5 [mg/mL] es insuficiente para presentar un cambio significativo y por ello, se comporta similar a la referencia. Por el contrario, la concentración de 20 [mg/mL] puede resultar excesiva, ya que en concentraciones muy altas el nanomaterial tiende a aglomerarse, lo que podría afectar negativamente su capacidad para actuar como lubricante

líquido. Es necesario realizar más estudios y un análisis más detallado para comprender completamente las causas de este comportamiento y su relación con las propiedades del $Ti_3C_2T_x$.

Finalmente, se concluye que a lo largo del tiempo, la adición del nanomaterial no representa una mejoría respecto de la reducción de la fricción, ya que la referencia obtiene el COF promedio menor.

Los resultados de la Figura 6.8 ofrecen una visión completa de cómo varía el COF a lo largo del tiempo para diferentes concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N], mientras que la Tabla 6.5 muestra los COF promedio obtenidos.

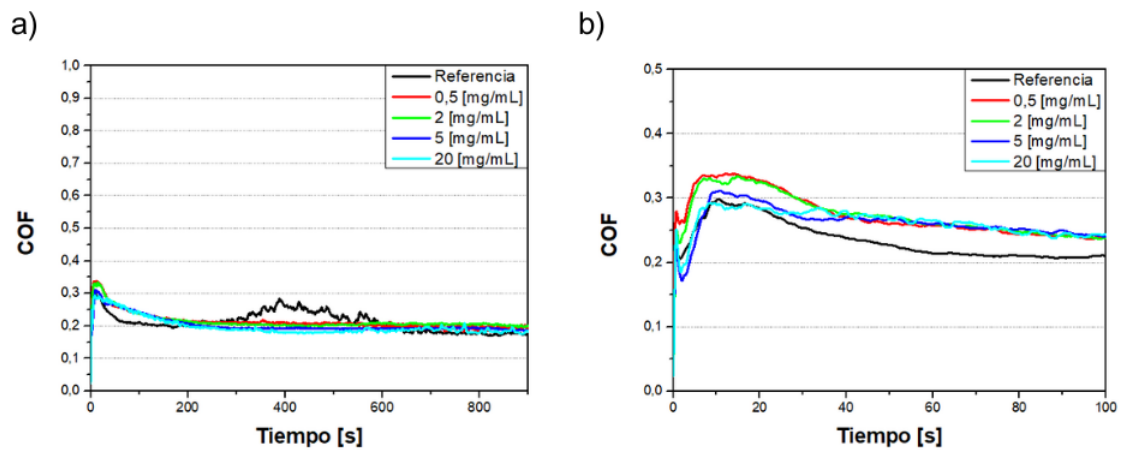


Figura 6.8: COF de distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ hasta $t=900$ [s] (a) y $t=100$ [s] (b), a una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

Tabla 6.5: COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

COF Promedio	1 [N]
Referencia	0,21 ± 0,04
0,5 [mg/mL]	0,22 ± 0,03
2 [mg/mL]	0,22 ± 0,03
5 [mg/mL]	0,21 ± 0,03
20 [mg/mL]	0,20 ± 0,03

De la Figura 6.8 (b) se observa que el COF disminuye a medida que aumenta la concentración, sin embargo, a diferencia del ensayo bajo carga normal de 0,5 [N], el pico inicial es mayor que el de la referencia para todas las concentraciones. Durante los primeros 40 [s], la solución de 0,5 [mg/mL] presenta mayor COF, seguido de 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL], respectivamente. De la Figura 6.8 (a), se aprecia que cada concentración presenta un COF que va disminuyendo con el tiempo hasta lograr una estabilidad por sobre la referencia.

En un ensayo de fricción con fuerza normal 1 [N], el contacto tribológico es más severo que con fuerza normal 0,5 [N], esto ya que se trabaja con más presión sobre la solución y el sustrato por lo que las condiciones en las que se encuentra el nanomaterial son más complejas. Esto se evidencia ya que en la concentración más baja aumenta el COF, y a medida que se aumenta la concentración se va observando una disminución en la fricción, viendo recién en 20 [mg/mL], un comportamiento similar a la referencia.

En resumen, estos resultados confirman la tendencia de que, en general, una mayor concentración de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ puede reducir el COF inicialmente y a lo largo del tiempo. Para estas condiciones, la concentración de 20 [mg/mL] es la más efectiva en la reducción sostenida del COF, con un valor de $0,20 \pm 0,03$. Este hallazgo implica una reducción del 4,76 % respecto de la referencia.

De lo anterior, se puede realizar una comparación entre las cargas normales. Se tiene que la referencia presenta un pico inicial con COF de aproximadamente 0,37 para la carga de 0,5 [N], mientras que con una carga de 1 [N], este valor se sitúa alrededor de 0,3. Bajo una carga de 0,5 [N], el COF disminuye rápidamente durante los primeros 40 [s] y luego se mantiene estable alrededor de 0,20, exhibiendo un comportamiento oscilatorio a lo largo del tiempo. En cambio, bajo una carga de 1 [N], la disminución es más gradual, alcanzando su punto más bajo a los 80 [s]. Luego, a los 200 [s], nuevamente se produce un pico alcanzando un valor de 0,3, luego disminuye hasta los 600 [s] para estabilizarse alrededor de 0,21.

Respecto de las concentraciones, se observa que inicialmente se presentan comportamientos distintos. Bajo una carga normal de 0,5 [N], la concentración más alta y más baja presentan el COF mayor, mientras que las concentraciones intermedias presentan el COF menor. Bajo una carga normal de 1 [N] se observa un comportamiento proporcional, el COF disminuye a medida que aumenta la concentración. A medida que transcurre el tiempo se observa una disminución en el COF de las distintas concentraciones. En ambos casos ocurre un aumento del COF a medida que se incrementa la concentración del aditivo. Por ejemplo, en para ambas cargas el COF promedio más bajo lo tiene la concentración de 20 [mg/mL] y el más alto la concentración de 0,5 [mg/mL].

En general, el COF promedio de las diferentes concentraciones presenta diferencias relativamente pequeñas con la referencia. La referencia tiene un COF ligeramente más bajo de 0,20 y 0,21 para 0,5 [N] y 1 [N], respectivamente, mientras que las concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ tienen COF promedios que oscilan entre 0,20 y 0,22.

A modo de discusión se tiene que la adición del nanomaterial tienen una tendencia a disminuir el COF cuando se aumenta la concentración. Estos resultados pueden parecer inesperados, especialmente cuando se observa que la referencia presenta el COF más bajo (en el caso de 0,5 [N]), por lo que se tiende a pensar que el COF se incrementaría con el aumento de aditivo, lo cual no sucede. Sin embargo, estos resultados pueden entenderse y analizarse desde varios puntos de vista. La fricción es un fenómeno complejo que puede estar influenciado por numerosos factores, incluida la naturaleza de la superficie, la velocidad de deslizamiento y las condiciones específicas de carga [15]. Esto se evidencia al aumentar la carga normal a 1 [N], donde se observa una mejoría en la reducción de la fricción en la carga más alta. Puede que 0,5 [N] no sea la carga normal más adecuada para la eficacia del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ en la reducción de

la fricción, o bien otros factores pueden estar contrarrestando o compensar cualquier efecto beneficioso del aditivo.

Es importante considerar las limitaciones del estudio, como las condiciones experimentales y las concentraciones seleccionadas. Cabe mencionar que los resultados inesperados también pueden indicar áreas de investigación futura, por ejemplo pueden surgir preguntas como la optimización de las condiciones de carga, la evaluación de otros tipos de nanomateriales o la exploración de posibles interacciones químicas en la interfaz de fricción.

6.2.3.2. Pruebas para estudiar el efecto del lavado del sustrato al caracterizar desgaste

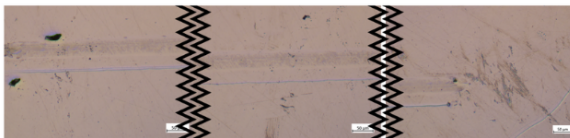
La Figura 6.6 muestra los resultados respecto del volumen de desgaste obtenido antes y después de lavar el sustrato, tras los ensayos de fricción. La prueba se hizo para la concentración de 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N] por 15 [min]. El sustrato se lava en una solución de isopropanol por 5 [min] y luego en acetona por otros 5 [min].

Tabla 6.6: Volumen de desgaste ($[\mu m^3]$) obtenido antes y después de lavar el sustrato utilizado en el ensayo de fricción. Elaboración propia.

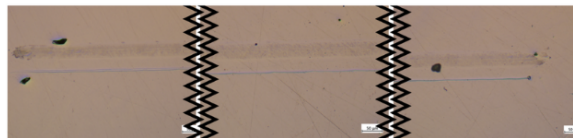
Resultados	Antes de lavar			Después de lavar		
	Hueco	Pico	Suma	Hueco	Pico	Suma
Referencia	10.906	9.234	20.140	9.055	15.716	24.771
20 [mg/mL]	16.813	28.962	45.775	23.506	26.532	50.038

Las Figuras 6.9 y 6.10 muestran las imágenes obtenidas del microscopio óptico con un objetivo de 20x y 50x, para la referencia y para la concentración de 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$, respectivamente.

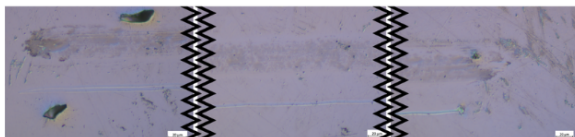
a) Antes de lavar el sustrato



b) Después de lavar el sustrato



c) Antes de lavar el sustrato



d) Después de lavar el sustrato

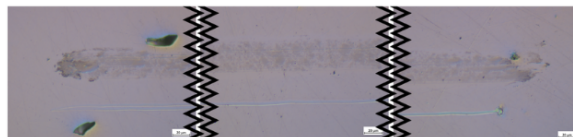
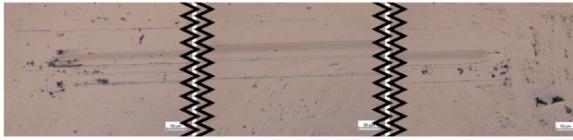
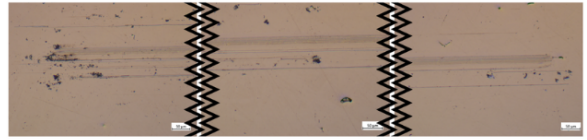


Figura 6.9: Imagen del microscopio óptico de la pista de desgaste de la referencia antes y después de lavar el sustrato con un objetivo de 20x (a y b) y 50X (c y d). Elaboración propia.

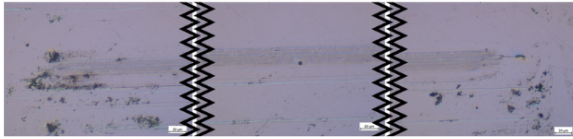
a) Antes de lavar el sustrato



b) Después de lavar el sustrato



c) Antes de lavar el sustrato



d) Después de lavar el sustrato

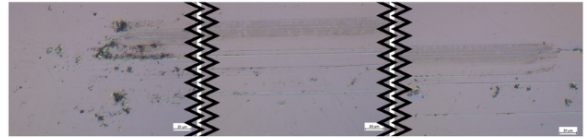


Figura 6.10: Imagen del microscopio óptico de la pista de desgaste de 20 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$ antes y después de lavar el sustrato con un objetivo de 20x (a y b) y 50X (c y d). Elaboración propia.

Los resultados muestran que no hay una diferencia significativa entre los volúmenes obtenidos, por lo que se decide lavar los sustratos antes de realizar el análisis de desgaste. Esto permite tener imágenes en el microscopio más limpias y nítidas.

6.2.3.3. Ensayos de desgaste

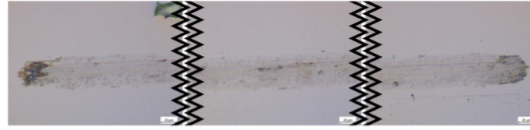
A continuación, se muestran los resultados y discusión de la caracterización y análisis de las pistas de desgaste producidas en las pruebas de fricción para ambas fuerzas normales.

6.2.3.3.1. Análisis desgaste en microscopio óptico

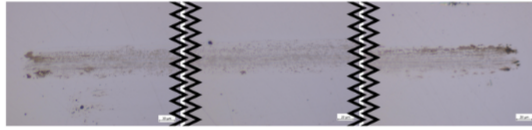
Se analiza la pista de desgaste generada en el sustrato de aleación de cobalto-cromo mediante el microscopio óptico con un objetivo de 50x. Esto permite comprender visualmente los efectos del lubricante con distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ en los ensayos de fricción con una velocidad de rodaje igual a 5 [mm/s] y con carga normal de 0,5 [N] y 1 [N].

Las imágenes obtenidas bajo el microscopio óptico se muestran en la Figura 6.11 y Figura 6.12 para la carga normal 0,5 [N] y 1 [N], respectivamente.

a) Referencia a 0,5 [N]



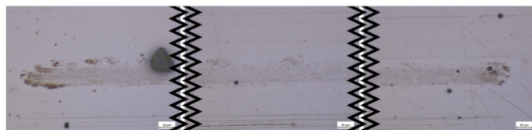
b) 0,5 [mg/mL]



c) 2 [mg/mL]



d) 5 [mg/mL]



e) 20 [mg/mL]



Figura 6.11: Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) de $Ti_3C_2T_x$ obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

En la Figura 6.11 (a) se presenta la pista de desgaste de la referencia a una carga normal de 0,5 [N]. Esta pista muestra bordes definidos y redondeados, con áreas de color café oscuro en los extremos izquierdo y derecho, lo que indica aglomeración de óxido, que son partículas de desgaste, debido a la abrasión generada por la carga normal, lo que se evidencia por las líneas horizontales que señalan eliminación de material superficial y que siguen la misma dirección que el movimiento.

Respecto a la concentración 0,5 [mg/mL], la Figura 6.11 (b) muestra, al igual que la referencia, una pista de desgaste con acumulación de óxido en los extremos, aunque con un color café rojizo menos intenso. Los bordes están ligeramente definidos con una geometría más rectangular.

En cuando a la concentración 2 [mg/mL], Figura 6.11 (c), se observa una pista de desgaste con bordes difusos, con acumulación de oxido en el extremo derecho y una considerablemente menor en el extremo izquierdo.

En la pista de desgaste de la concentración 5 [mg/mL], Figura 6.11 (d), se aprecian bordes poco definidos, con acumulación de óxido en ambos extremos pero mayormente en el extremo izquierdo, además, se observan líneas de abrasión que no se observan en las concentraciones menores.

Finalmente, en la concentración de 20 [mg/mL], Figura 6.11 (e), se exhiben bordes difusos, con baja acumulación de óxido en los extremos y líneas de abrasión más notorias que en 5

[mg/mL], además presenta múltiples líneas de abrasión que conllevan a una área de desgaste mayor.

Se puede concluir que a medida que aumenta la concentración se observan áreas de desgaste más anchas, con bordes menos definidos que la referencia y con menos acumulación de óxido. También se percibe que para las concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ el centro de la pista de desgaste presenta un color más tenue y suave que en los extremos. Esto se debe a que en el centro de la pista es donde hay mayor velocidad, lo que supone un desgaste menos abrasivo que en el caso de los extremos. Por último, en las concentraciones 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] se aprecian líneas de abrasión horizontales, lo que implica acumulación de óxido en esas zonas.

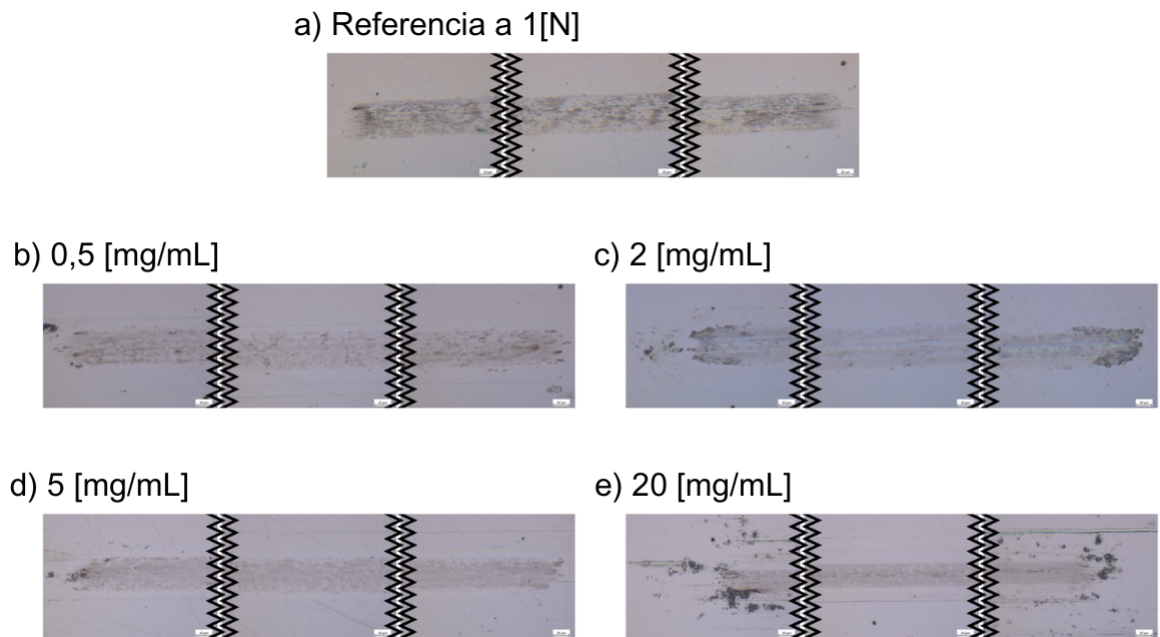


Figura 6.12: Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia

Al aumentar la carga normal a 1 [N], se puede apreciar en la Figura 6.12 que las pistas de desgaste son más anchas que en el caso anterior. En el caso de la referencia, Figura 6.12 (a), se identifica una pista de desgaste clara y definida, con un color café intenso uniforme a lo largo de toda la pista, lo que podría sugerir una aglomeración de partículas de abrasión en todas las zonas. Los bordes son definidos y rectangulares, y no se observa acumulación de óxido en los extremos izquierdo ni derecho.

Respecto a la concentración 0,5 [mg/mL], Figura 6.12 (b), se aprecia una pista de desgaste similar a la referencia pero menos marcada ya que presenta un color más tenue. Los bordes son definidos y no presenta acumulación de óxido en los extremos. Además se observan algunas líneas de abrasión poco distinguibles.

La concentración 2 [mg/mL], Figura 6.12 (c), muestra una pista de desgaste con bordes irregulares, en los extremos derecho e izquierdo presenta aglomeración de óxido y colores café y tonalidades moradas lo que podría indicar que haya ocurrido alguna reacción química en la superficie. Además presenta línea de abrasión solo al inicio, extremo izquierdo, no así en el centro ni en el extremo derecho.

La Figura 6.12 (d) corresponde a la pista de desgaste utilizando la solución de 5 [mg/mL], se puede ver que es más tenue que el resto de las imágenes, con bordes difusos y que presenta una mínima acumulación de óxido en el extremo izquierdo y nada de acumulación de partículas de desgaste en el extremo derecho.

Finalmente, la concentración de 20 [mg/mL], Figura 6.12 (e), exhibe una pista de desgaste con bordes irregulares y acumulación de partículas de desgaste (zonas oscuras) concentradas y desordenadas en la pista, esto se puede deber a que es una concentración alta de $Ti_3C_2T_x$ y puede tender a aglomerarse, generando mayor desgaste abrasivo. Además, se presentan líneas de abrasión marcadas y definidas lo que implica que se acumule más óxido en los extremos de la pista.

En resumen, el análisis en el microscopio óptico permitió determinar que las pistas de desgaste son más tenue que las referencias, por lo que al agregar el aditivo de $Ti_3C_2T_x$, visualmente, se observa menor desgaste por abrasión. La menor aglomeración de óxido la tiene la concentración de 2 [mg/mL] en el ensayo con carga normal 0,5 [N] y, 0,5 [mg/mL] y 5 [mg/mL] en el ensayo con carga normal 1 [N]. Las imágenes capturadas brindan una perspectiva visual que complementa los datos cuantitativos obtenidos en los ensayos bio-tribológicos.

6.2.3.3.2. Volumen de desgaste

En esta sección, se presentan los resultados obtenidos de las mediciones de volumen de un hueco, volumen de un pico, y finalmente, el volumen de desgaste que corresponde a la suma de los volúmenes anteriormente mencionados, para las diferentes concentraciones y condiciones de carga.

En la tabla 6.7, se presenta un resumen de los datos obtenidos en la medición 1 y 2 de cada solución para la carga normal de 0,5 [N].

Tabla 6.7: Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos (μm^3), para las mediciones 1 y 2 del MXene $Ti_3C_2T_x$, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

Resultados	Medición 1			Medición 2		
	Hueco	Pico	Suma	Hueco	Pico	Suma
Referencia	5.140	24.607	29.747	13.135	52.487	65.622
0,5 [mg/mL]	3.226	21.706	24.932	12.160	2.901	15.061
2 [mg/mL]	15.476	11.998	27.474	11.552	649	12.201
5 [mg/mL]	8.484	5.782	14.266	6.929	647	7.576
20 [mg/mL]	17.793	5.521	23.314	10.451	547.0	10.451

Se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico de la Tabla 6.7, lo que se puede ver en la Figura F.1 del Anexo F.

Además, se determina el promedio de la suma de la Tabla 6.7, que corresponde al volumen de material desgastado en los ensayos como se explica en la sección anterior. Los resultados se pueden observar en la Figura 6.13.

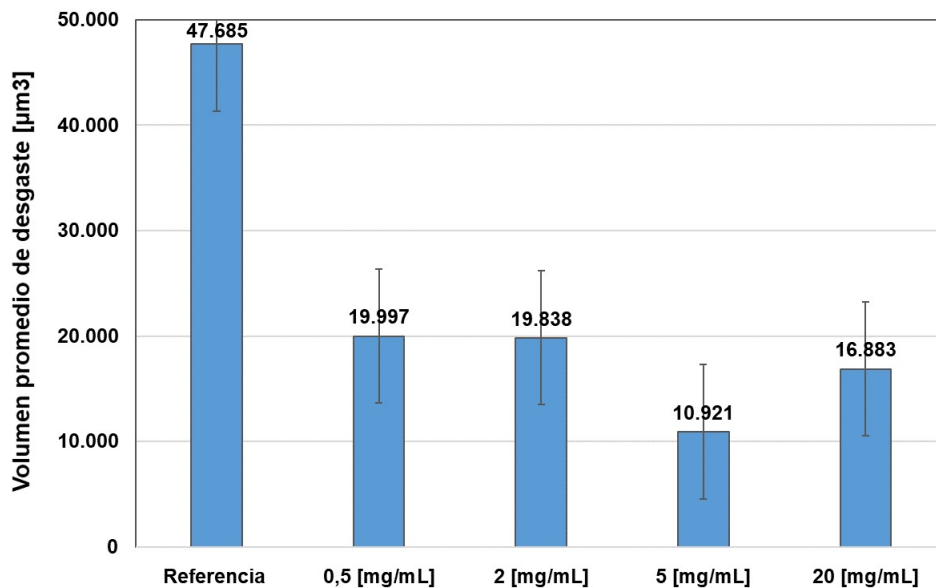


Figura 6.13: Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

De la Figura 6.13 se observa que la referencia exhibe el mayor volumen de desgaste con un valor de 47.685 [μm^3]. Esto se puede deber a que no contiene aditivo de $Ti_3C_2T_x$.

Respecto de las concentraciones, 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 20 [mg/mL] presentan volúmenes de desgaste bastante similares entre sí, con valores de 19.997 [μm^3], 19.838 [μm^3] y 16.883 [μm^3], siendo el mayor por poca diferencia la solución de 0,5 [mg/mL].

Por otro lado, la concentración de 5 [mg/mL] muestra un volumen de desgaste significativamente menor, registrando un valor de 10.921 [μm^3]. Esto representa una disminución considerable del volumen de desgaste en un 77,2%, en comparación con la referencia. Estos resultados sugieren que la concentración de 5 [mg/mL] de $Ti_3C_2T_x$ es óptima para minimizar el desgaste entre las superficies cuando se aplica una carga normal de 0,5 [N]. Este hallazgo es importante para la aplicación donde la reducción del desgaste es fundamental para aumentar la vida útil de las prótesis articulares.

Una posible explicación es que la concentración de 5 [mg/mL] podría estar formando un tribocapa eficaz entre las superficies en contacto, reduciendo el desgaste. Sin embargo, a concentraciones más altas, como 20 [mg/mL], es posible que el aditivo $Ti_3C_2T_x$ comience a aglomerarse o no pueda distribuirse de manera efectiva en la interfaz, lo que resulta en un

rendimiento menos efectivo en la reducción del desgaste. Cabe mencionar que el mecanismo exacto detrás de esta reducción puede ser complejo y debe ser objeto de futuras investigaciones.

Por otro lado, cuando se aumenta la carga normal a 1 [N], se aprecian resultados diferentes. En la Tabla 6.8 se muestra un resumen de los volúmenes de hueco, pico y desgaste obtenidos en las mediciones 1 y 2 para una carga normal de 1 [N].

Tabla 6.8: Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos ($[\mu m^3]$), para las mediciones 1 y 2 del MXene $Ti_3C_2T_x$, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

Resultados	Medición 1			Medición 2		
Parámetros	Hueco	Pico	Suma	Hueco	Pico	Suma
Referencia	8.676	10.166	18.842	13.504	2.849	16.353
0,5 [mg/mL]	13.053	842.4	13.053	20.422	1.855	22.277
2 [mg/mL]	18.757	2.360	21.117	20.494	6.130	26.624
5 [mg/mL]	11.079	938.3	11.079	31.433	10.903	42.336
20 [mg/mL]	6.170	311.4	6.170	27.606	27.455	55.061

Se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico de la Tabla 6.8, lo que se puede ver en la Figura F.2 del Anexo F.

Además, se determina el promedio de la suma de la Tabla 6.8, que corresponde al volumen de material desgastado en los ensayos como se explica en la sección anterior. Los resultados se pueden observar en la Figura 6.14.

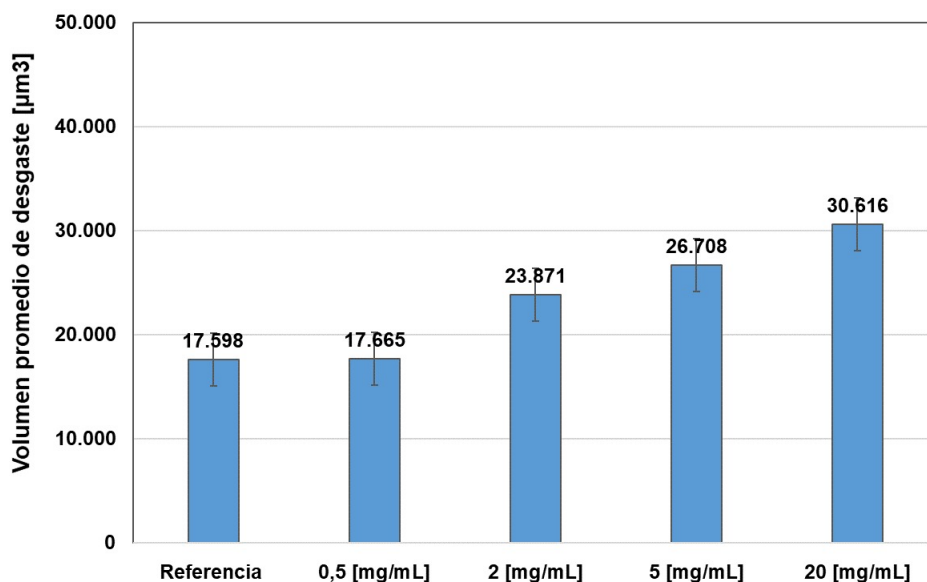


Figura 6.14: Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

En este caso el volumen de desgaste es mayor que la referencia en todas las soluciones. La Figura 6.14 muestra que el volumen de desgaste se incrementa a medida que aumenta la concentración, La concentración de 0,5 [mg/mL] tiene el volumen de desgaste más bajo, con 17.665 [μm^3], mientras que la concentración de 20 [mg/mL] presenta el volumen de desgaste más alto, con 30.616 [μm^3].

Se observa una relación directamente proporcional entre la concentración del aditivo $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y el volumen de desgaste en estas condiciones. Esto se puede deber a que la fuerza 1 [N] ejerce una influencia significativa en el desgaste de las muestras y que el efecto del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ como aditivo se ve superado por la mayor fuerza aplicada.

Los resultados obtenidos sugieren que bajo una carga normal de 1 [N], el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ como aditivo no es tan efectivo para reducir el desgaste en comparación con una carga de 0,5 [N]. Esto destaca la importancia de considerar tanto la carga aplicada como la concentración del aditivo para futuros estudios.

6.3. Ensayos con $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$

6.3.1. Estabilidad de dispersión

Una vez que los frascos viales con las soluciones fueron tratadas en el equipo sonicador de punta por 1 [h] y baño ultrasónico por 1 [h], se lleva a cabo una prueba de decantación del $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en el LS a concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL]. Para ello, se deja reposar los viales con las soluciones y se fotografía para los tiempos de 0, 15, 30 y 60 [min], lo que se puede apreciar en la Figura 6.15.

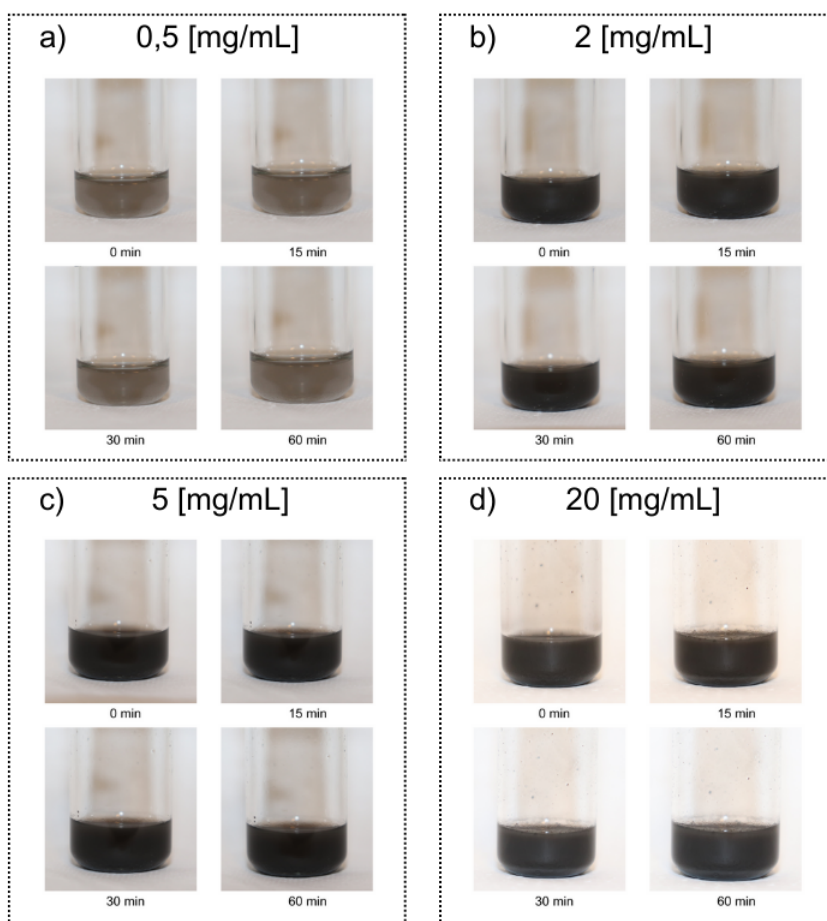


Figura 6.15: Fotografías obtenidas en los tiempos 0, 15, 30 y 60 [min] de la decantación de la solución de 2 [mL] de LS con $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ a 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d). Elaboración propia.

Se observa que independiente de la concentración y del tiempo no hay un cambio en la solución hasta al menos los 60 [min]. Se puede decir que el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ se mantiene suspendido en la solución sin decantar durante un largo tiempo, teniendo una buena dispersabilidad en el LS. Esto permite realizar los ensayos de caracterización y los ensayos bio-tribológicos con una solución homogénea, además de la reproducibilidad de los resultados y seguridad de trabajar con muestras homogéneas.

6.3.2. Ensayos de caracterización

Se realizan los ensayos de caracterización para analizar el comportamiento de la referencia y las soluciones con concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

6.3.2.1. Ángulo de contacto

El ángulo de contacto es una medida crucial para comprender cómo una sustancia interacciona con una superficie determinada. Se mide el ángulo de contacto de la referencia y soluciones mencionadas, mediante gotas de 2 [μL] que se depositan en el sustrato, a una temperatura de 25 [$^{\circ}\text{C}$]. Se realizan 5 mediciones por solución. Los resultados recopilados se

muestran en la Figura 6.16, que muestra el ángulo de contacto promedio para la referencia y soluciones. La Tabla 6.9 exhibe los parámetros como ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho, diámetro y volumen promedio obtenidos.

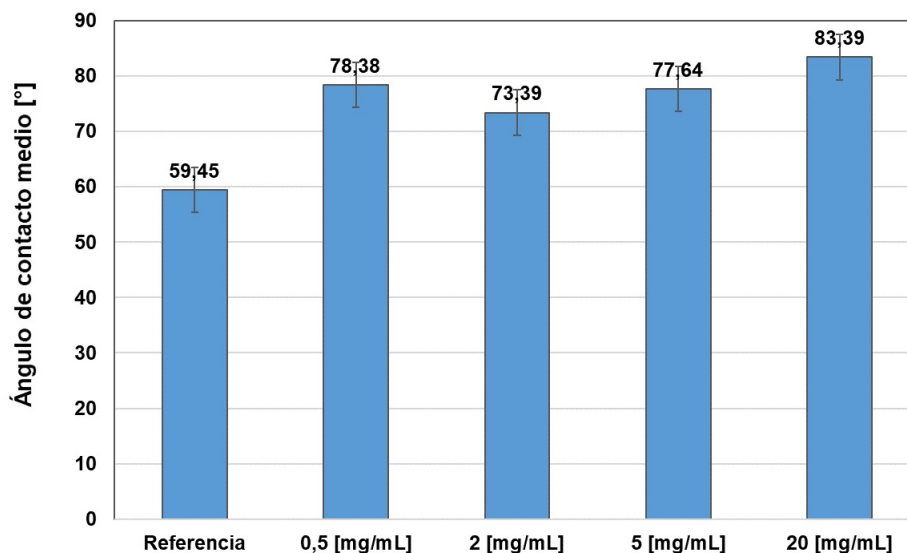


Figura 6.16: Ángulo de contacto promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

En cuanto a la referencia, esta presenta el ángulo de contacto promedio más bajo con un valor de $59,45 \pm 5,58$ [°], lo que indica una mejor mojabilidad y una mayor afinidad entre la superficie y el líquido, en comparación con la adición de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

Respecto de las concentraciones, se observa que las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL], presentan un ángulo de contacto promedio similar entre sí, alrededor de los $76,47 \pm 1,66$ [°]. La concentración de 20 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ exhibe el mayor ángulo de contacto promedio con $83,39 \pm 0,32$ [°], mientras que la solución sin $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ exhibe el ángulo de contacto promedio más bajo. Esto indica una clara relación proporcional entre el ángulo de contacto y la concentración del aditivo.

Por otra parte, dado que para todas las concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ el ángulo de contacto promedio entrega ángulos menores a 90 [°], se puede identificar una propiedad hidrofílica del sustrato para todas las soluciones, lo que indica que la solución puede desaglomerarse, dispersarse y distribuirse homogéneamente y fácilmente en el sólido, y puede establecer una unión fuerte en la interfaz [94]. Esto es de gran relevancia ya que la mayoría de los nanomateriales 2D se humedecen poco en una matriz determinada debido a su naturaleza hidrofóbica, como por ejemplo, grafeno o los óxidos de grafeno. Una baja humectación implica problemas como mala dispersabilidad, distribución no homogénea, aglomeraciones, y unión imperfecta en la interfaz y porosidades [94].

En resumen, el ángulo de contacto tiende a aumentar a medida que se incrementa la con-

centración de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, al igual como ocurre con el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$. Estos resultados indican que la adición de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ tiende a disminuir la humectabilidad de la superficie del sustrato. El aditivo provoca que las interacciones interfaciales de la superficie cambien, ya que disminuye la hidrofiliidad. Varios parámetros pueden afectar el ángulo de contacto y, por tanto, las condiciones de humectación. Por ejemplo, la rugosidad de la superficie y la composición del sólido, el tamaño de la gota y la temperatura de evaporación, la tensión superficial, el grado de contaminación y la presencia de impurezas [94].

Tabla 6.9: Parámetros de ángulo de contacto promedio izquierdo y derecho, diámetro y volumen promedio de las distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

Resultados	Referencia	0,5 [mg/mL]	2 [mg/mL]	5 [mg/mL]	20 [mg/mL]
AC promedio (m) [°]	59,44 ± 5,58	78,38 ± 1,25	73,39 ± 1,39	77,64 ± 2,34	83,39 ± 0,32
AC promedio (l) [°]	59,69 ± 5,62	78,60 ± 1,21	73,13 ± 1,43	77,57 ± 2,19	83,34 ± 0,63
AC promedio (r) [°]	59,44 ± 5,57	78,16 ± 1,30	73,65 ± 1,58	77,71 ± 2,58	83,44 ± 0,14
Diámetro promedio [mm]	2,47 ± 0,19	2,13 ± 0,12	2,33 ± 0,18	2,22 ± 0,07	2,37 ± 0,12
Volumen promedio [μL]	1,83 ± 0,26	1,86 ± 0,25	2,16 ± 0,48	2,05 ± 0,13	2,844 ± 0,41

De la Tabla 6.9, se observa errores pequeños, lo que indica mediciones confiables y reproducibilidad de los resultados. Por otro lado, se tiene valores de ángulo de contacto derecho e izquierdo similares para todos los casos, lo que indica que la superficie del sustrato es químicamente homogénea y que las interacciones entre las soluciones y el sustrato ocurren de manera uniforme en ambas direcciones. Finalmente, se muestra que los diámetros y volúmenes promedio de las gotas son bastante parecidos, independientemente de la concentración, lo que significa una estabilidad en las dimensiones de las gotas estudiadas.

6.3.2.2. Tensión Superficial

La determinación de la tensión superficial se realiza mediante el análisis de la forma de una gota que pende de la punta de una aguja, dicha gota se analiza mediante imagen y se determinan los parámetro de tensión superficial promedio, área promedio, parámetro de forma promedio y volumen promedio. Se realizan 10 mediciones para cada solución.

En la Figura 6.17, se puede observar los valores de la tensión superficial promedio de la referencia y soluciones de LS con $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ a 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL]. En la Tabla 6.10 se muestra el resto de los parámetros mencionados.

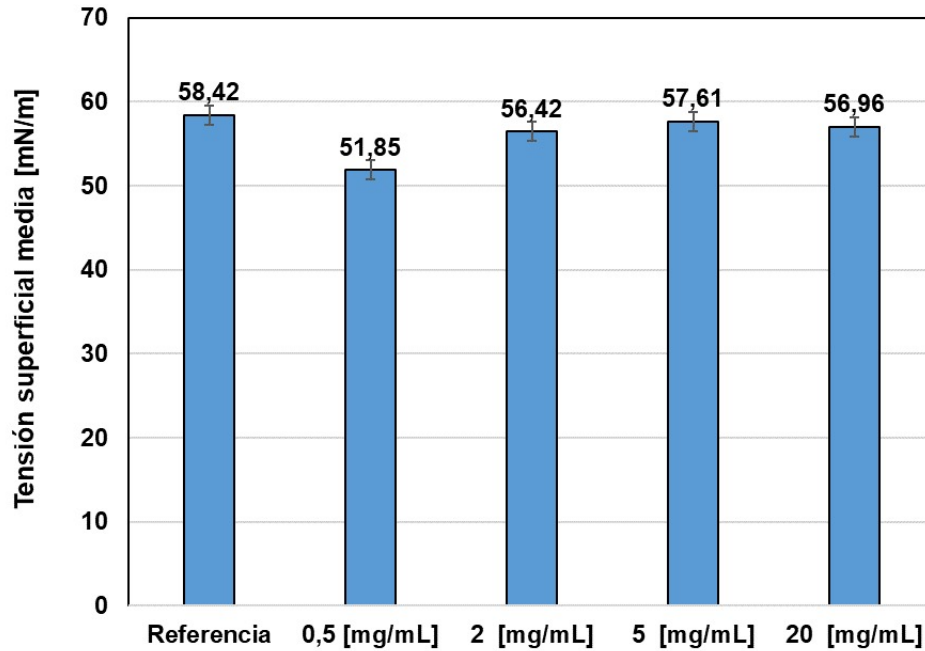


Figura 6.17: Tensión superficial promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

Se observa que la referencia presenta la tensión superficial mayor con un valor de $58,42 \pm 1,75$ [mN/m]. Cuando se incorporan las diferentes concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ a la solución, se observa una disminución en la tensión superficial respecto de la referencia, lo que sugiere un cambio en la interacción entre el líquido y la superficie del sustrato.

En general, las concentraciones estudiadas tienen una tensión superficial promedio parecida, siendo la menor la de 0,5 [mg/mL], con un valor de $51,85 \pm 0,29$ [mN/m]. La Figura 6.17 sugiere que la tensión superficial tiende a mantenerse constante cuando se añade $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

6.3.3. Ensayos bio-tribológicos

6.3.3.0.1. Evolución temporal de fricción

A continuación se muestran los resultados y discusión de los ensayos de fricción realizado para las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, usado como aditivo en LS, a una fuerza normal de 0,5 [N] y 1 [N].

- **COF a distintas concentraciones**

A continuación, se presentan los gráficos de los COF promedio obtenidos luego de trabajar los datos proporcionados por el tribómetro.

Tabla 6.10: Parámetros de tensión superficial promedio, área, parámetro de forma y volumen promedio para la referencia y concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

Resultados	Referencia	0,5 [mg/mL]	2 [mg/mL]	5 [mg/mL]	20 [mg/mL]
Tensión superficial promedio [mN/m]	$58,42 \pm 1,75$	$51,85 \pm 0,29$	$56,42 \pm 0,14$	$57,61 \pm 0,58$	$56,96 \pm 0,29$
Área promedio [mm ²]	$15,83 \pm 0,31$	$16,77 \pm 0,21$	$18,42 \pm 0,17$	$18,27 \pm 0,15$	$18,66 \pm 0,14$
Parámetro de forma promedio	$0,43 \pm 0,01$	$0,46 \pm 0,00$	$0,46 \pm 0,00$	$0,46 \pm 0,00$	$0,46 \pm 0,00$
Volumen promedio [μL]	$6,03 \pm 0,14$	$6,45 \pm 0,11$	$7,45 \pm 0,10$	$7,40 \pm 0,07$	$7,55 \pm 0,07$

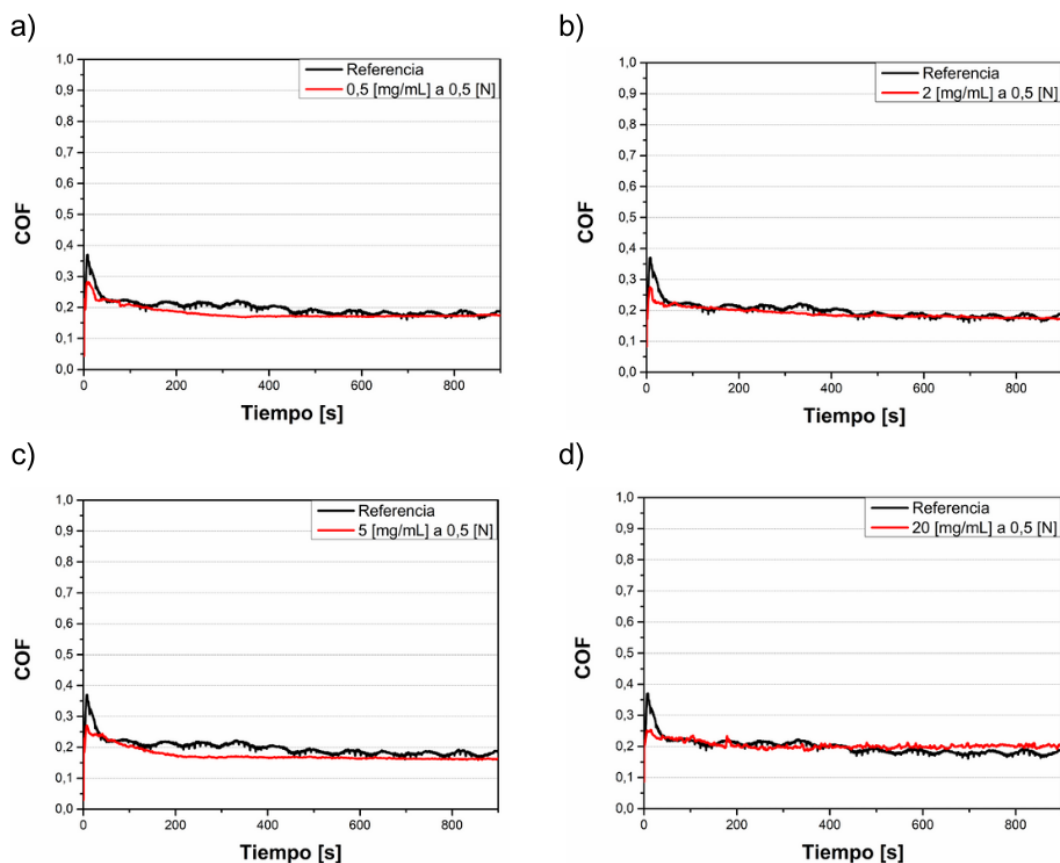


Figura 6.18: COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

En los gráficos mostrados, la línea negra representa la evolución del COF de la referencia bajo una carga normal de 0,5 [N]. Su comportamiento se describe en la Figura 6.4.

De la evolución del COF a lo largo del tiempo, se observa un patrón característico en las distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Inicialmente, tanto la concentración de 0,5 [mg/mL] como la de 5 [mg/mL] comienzan con un COF de 0,05, mientras que las concentraciones de 2 [mg/mL] y 20 [mg/mL] parten con un valor de 0,1.

Durante los primeros 50 [s], todas las soluciones experimentan un incremento en el COF, alcanzando valores máximos que oscilan entre 0,25 y 0,3. Posteriormente, se observa una disminución constante en el COF hasta llegar a los 200 [s], momento a partir del cual el COF se mantiene estable. Se estabiliza en torno a un COF de 0,17 y 0,2 que corresponde a los picos de las concentraciones de 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL], respectivamente.

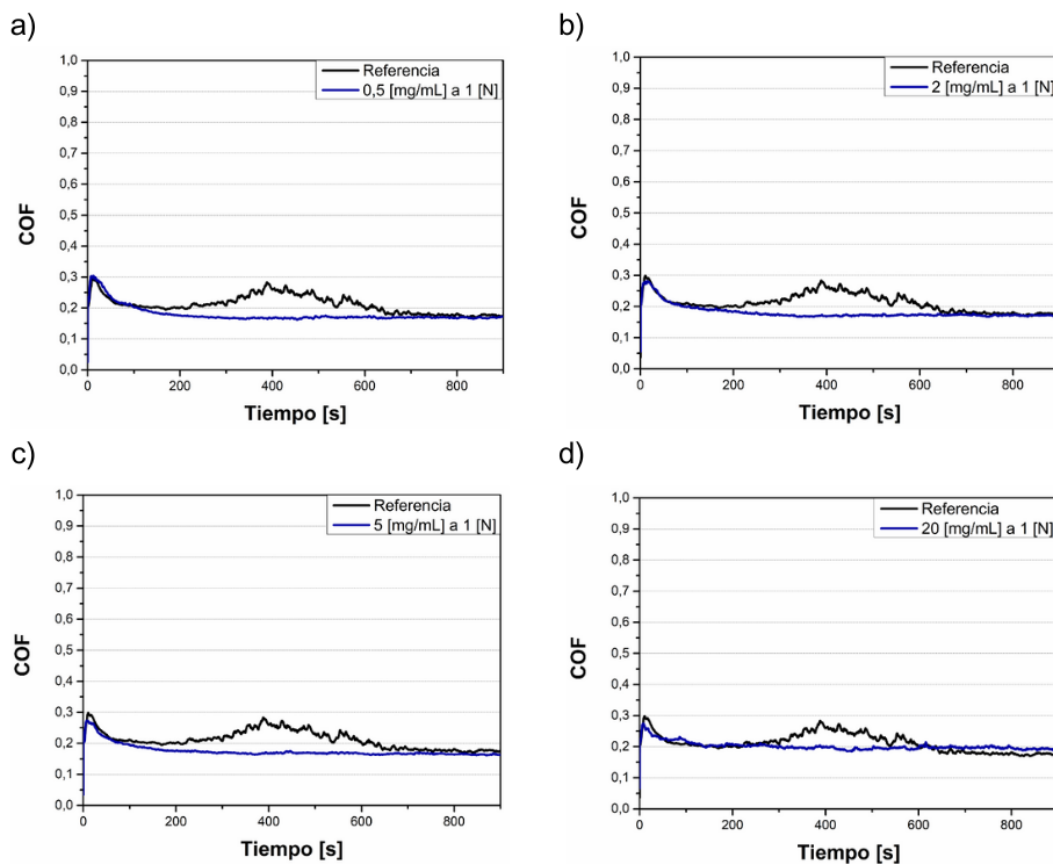


Figura 6.19: COF promedio de la solución con 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

La Figura 6.19 muestra la evolución del COF de las distintas concentraciones cuando el ensayo se realiza bajo una carga normal de 1 [N]. Inicialmente, se observa que todas las soluciones presentan un aumento en el COF dentro de los primeros 50 [s], alcanzando un valor alrededor de 0,3. Este pico inicial es similar al observado en la referencia. Sin embargo, poste-

riormente, se produce una rápida disminución en el COF, que converge hacia un valor estable alrededor de 0,18 para la mayoría de las concentraciones. La excepción es la concentración de 20 [mg/mL], que muestra un COF promedio ligeramente superior de aproximadamente 0,20 con oscilaciones en el tiempo.

En términos generales, las concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ exhiben un comportamiento bastante similar en la evolución del COF bajo carga normal de 1 [N]. Sin embargo, es importante destacar que al final del ensayo, la concentración de 0,5 [mg/mL] presenta el COF más bajo entre todas las concentraciones.

Estas comparaciones se realizan en base a las distintas concentraciones y la referencia, cuyo comportamiento se describe en la Figura 6.5.

- **Comparación COF a fuerza normal 0,5 [N] y 1 [N]**

La Figura 6.20 presenta una comparación de la evolución del COF en función del tiempo para dos fuerzas de carga, 0,5 [N] y 1 [N], en presencia de diferentes concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

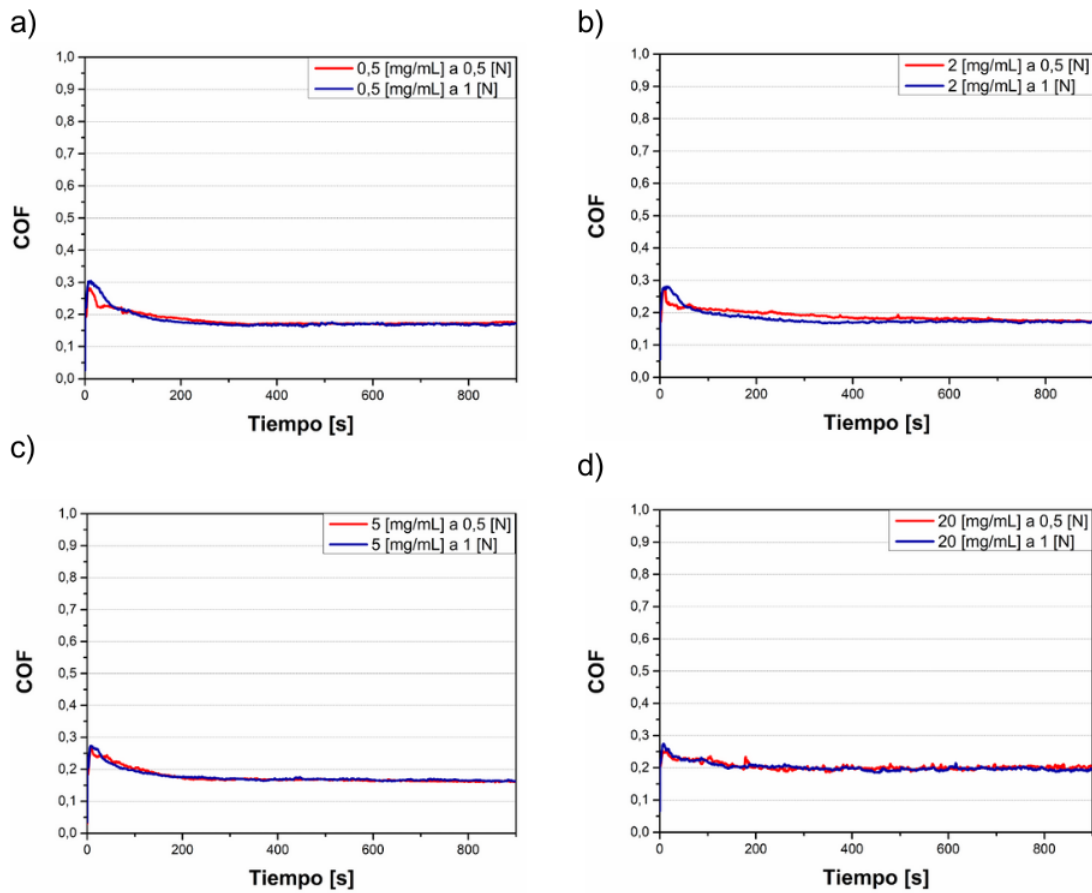


Figura 6.20: Comparación del COF obtenido bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N] de la concentración 0,5 [mg/mL] (a), 2 [mg/mL] (b), 5 [mg/mL] (c) y 20 [mg/mL] (d) de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

Se observa que independiente de la concentración de aditivo de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, el comportamiento del COF es bastante similar para ambas fuerzas. Sin embargo, al inicio del ensayo, cuando se genera un pico en el COF, se aprecia una diferencia para la concentración de 0,5 [mg/mL] y 2 [mg/mL] en comparación con las otras concentraciones, ya que el pico generado con carga normal 1 [N] es mayor y más prolongado en el tiempo respecto del generado con carga 0,5 [N].

- **Análisis del COF a distintas concentraciones**

Los resultados de la Figura 6.21 ofrecen una visión completa de cómo varía el COF a lo largo del tiempo para diferentes concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N], mientras que la Tabla 6.11 muestra los COF promedio obtenidos.

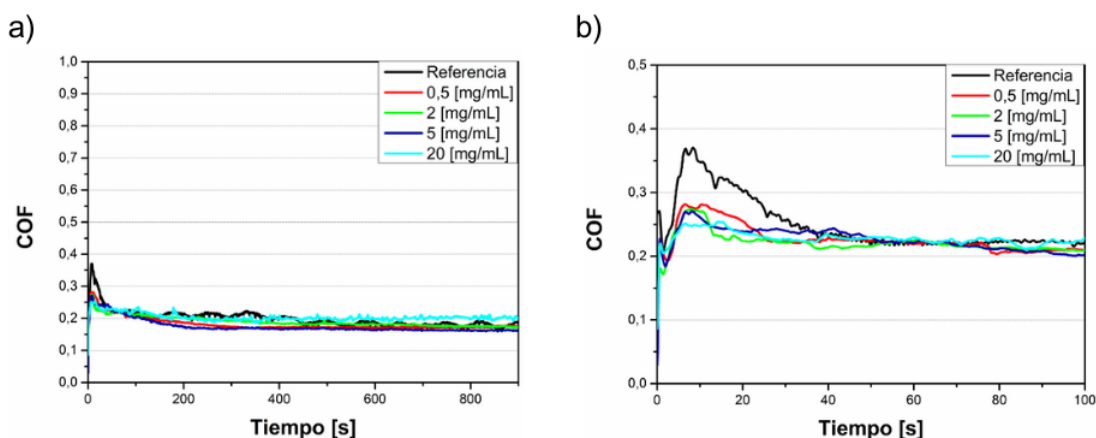


Figura 6.21: COF de distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en LS hasta $t=900$ [s] (a) y $t=100$ [s] (b), a una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

Tabla 6.11: COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

COF Promedio	0,5 [N]
Referencia	$0,20 \pm 0,03$
0,5 [mg/mL]	$0,18 \pm 0,02$
2 [mg/mL]	$0,19 \pm 0,02$
5 [mg/mL]	$0,17 \pm 0,05$
20 [mg/mL]	$0,20 \pm 0,04$

De la Figura 6.21 (b), se observa que en los primeros 40 [s] del ensayo, el COF disminuye a medida que aumenta la concentración, siendo el más bajo la concentración de 20 [mg/mL]. Sin embargo, a medida que avanza el tiempo ocurre lo contrario, pues como muestra la Figura 6.21 (a), la concentración de 20 [mg/mL] presenta el mayor COF, con un valor de 0,20. Se destaca que la concentración de 5 [mg/mL] presenta el menor COF a lo largo del tiempo, con un valor de $0,17 \pm 0,05$. Esto sugiere que dicha concentración es la óptima bajo esta

condición de carga.

A modo de discusión, interpretar estos resultados puede ser complejo, ya que inicialmente sugieren que una mayor concentración parece reducir el COF, lo que podría interpretarse como una mejora en las propiedades de lubricación. Sin embargo, con el tiempo, la concentración de 20 [mg/mL] muestra un aumento en el COF, lo que indica que no hay comportamiento lineal. Esto se puede deber a que la concentración de 20 [mg/mL] es excesiva, por lo que el nanomaterial tiende a aglomerarse a medida que pasa el tiempo, lo que podría afectar negativamente su capacidad para actuar como lubricante líquido. Por otro lado, la concentración de 0,5 [mg/mL] podría ser insuficiente para lograr un cambio significativo en el COF en comparación con la referencia, lo que explicaría su comportamiento similar. Es necesario realizar más estudios y un análisis más detallado para comprender completamente las causas de este comportamiento y su relación con las propiedades del $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

En resumen, estos resultados sugieren que la concentración óptima de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ para minimizar la fricción bajo una carga normal de 0,5 [N] podría estar en el rango intermedio, particularmente la concentración de 5 [mg/mL], donde se observa una reducción significativa y sostenida del COF en comparación con las otras concentraciones.

Los resultados de la Figura 6.22 ofrecen una visión completa de cómo varía el COF a lo largo del tiempo para diferentes concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 1 [N], mientras que la Tabla 6.12 muestra los COF promedio obtenidos.

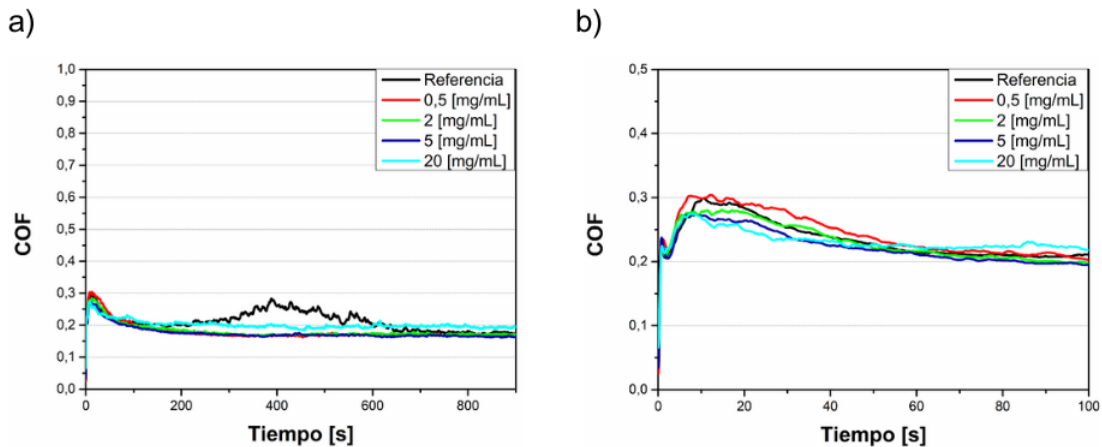


Figura 6.22: (a) COF de distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en LS hasta $t=900$ [s] y (b) $t=100$ [s], a una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

Se observa de la Figura 6.22 (b) que al igual que el caso anterior, el COF disminuye a medida que aumenta la concentración, sin embargo, se diferencia en que la concentración de 0,5 [mg/mL] alcanza un pico inicial mayor que la referencia. De la Figura 6.22 (a) se observa que el COF mayor a lo largo del ensayo, lo tiene la concentración de 20 [mg/mL], lo que sugiere nuevamente una respuesta no lineal del COF a la concentración, donde concentraciones extremadamente altas pueden tener un efecto negativo a largo plazo, en las propiedades de lubricación.

Tabla 6.12: COF promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

COF Promedio	1 [N]
Referencia	0,21 ± 0,04
0,5 [mg/mL]	0,18 ± 0,03
2 [mg/mL]	0,18 ± 0,02
5 [mg/mL]	0,18 ± 0,03
20 [mg/mL]	0,20 ± 0,03

Por otro lado, las concentraciones más bajas, como 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL], muestran el COF más pequeño a lo largo del tiempo, lo que podría considerarse un comportamiento óptimo en términos de reducción de la fricción. Se destaca que 2 [mg/mL] presenta el error más bajo.

Estos resultados confirman la tendencia de que, en general, una mayor concentración de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ puede reducir el COF inicialmente. Sin embargo, a medida que pasa el tiempo, a concentraciones muy altas, como 20 [mg/mL], se observa un aumento en el COF, lo que indica un comportamiento no deseado. Las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL] son las más efectiva en la reducción sostenida del COF, con una reducción de la fricción del 14,29 %, respecto de la referencia.

De lo anterior, se puede realizar una comparación entre las cargas normales. La comparación de la evolución de la referencia se describe y analiza anteriormente Figura 6.8. Respecto de las concentraciones, se observa que inicialmente en ambas cargas normales, el COF disminuye a medida que aumenta la concentración. Cabe mencionar que el COF de las concentraciones bajo carga normal 0,5 [N] alcanzan valores menores al inicio del ensayo. Por ejemplo, con una concentración de 0,5 [mg/mL], se observa un pico con un COF inferior a 0,3 para una carga de 0,5 [N], pero supera 0,3 para una carga de 1 [N]. A medida que transcurre el tiempo, en ambos casos, se manifiesta un comportamiento contrario al inicio del ensayo. En la etapa inicial, la concentración de 20 [mg/mL] muestra el COF más bajo, pero al final del ensayo, exhibe el valor más alto, indicando un comportamiento no lineal en ambas situaciones.

6.3.3.1. Ensayos de desgaste

A continuación, se muestran los resultados y discusión de la caracterización y análisis de las pistas de desgaste producidas en las pruebas de fricción para ambas cargas normales.

6.3.3.1.1. Análisis desgaste microscopio óptico

Se analiza la pista de desgaste generada en el sustrato de aleación de cobalto-cromo mediante el microscopio óptico. Esto permite comprender visualmente los efectos del lubricante con distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en los ensayos de fricción con una velocidad de rodaje igual a 5 [mm/s] y con carga normal de 0,5 [N] y 1 [N].

Las imágenes obtenidas bajo el microscopio óptico se muestran en la Figura 6.23 y Figura

6.24 para la carga normal 0,5 [N] y 1 [N], respectivamente.

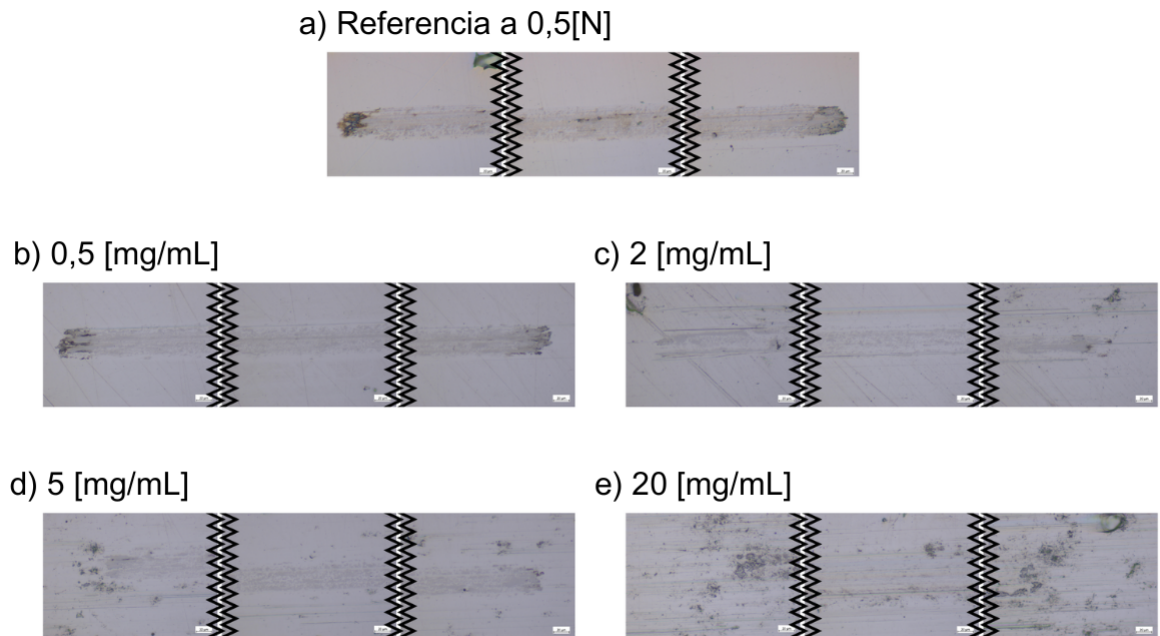


Figura 6.23: Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

En la Figura 6.23 (a) se presenta la pista de desgaste de la referencia bajo una carga normal de 0,5 [N]. Esta pista muestra bordes definidos y redondeados, con áreas de color café oscuro en los extremos izquierdo y derecho, lo que indica aglomeración de óxido, que son partículas de desgaste, debido a la abrasión generada por la carga normal, lo que se evidencia por las líneas horizontales que señalan eliminación de material superficial y que siguen la misma dirección que el movimiento.

Respecto a la concentración 0,5 [mg/mL], Figura 6.23 (b), se muestra una pista de desgaste similar a la referencia con acumulación de óxido en los extremos, aunque de color más tenue, lo que indica menos acumulación de óxido. Los bordes son redondeados y definidos y la pista presenta un color más tenue que la referencia.

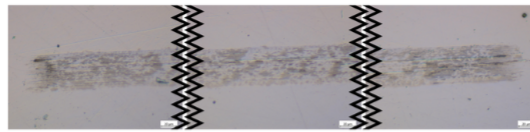
En cuanto a la concentración de 2 [mg/mL], Figura 6.23 (c), se aprecia una pista de desgaste con bordes difusos y sin acumulación de óxido en los extremos. La pista muestra un color uniforme y tenue, con una gran cantidad de líneas de abrasión y una apariencia difusa y poco visible.

En la pista de desgaste de la concentración 5 [mg/mL], Figura 6.23 (d), se observan bordes poco definidos con una forma rectangular, con muy baja acumulación de óxido, principalmente en el extremo izquierdo. Se observan líneas de abrasión a lo largo de toda la pista.

Finalmente, en la concentración de 20 [mg/mL], Figura 6.23 (e), se aprecian bordes irregulares y difusos, con una acumulación significativa de óxido en ambos extremos. La pista muestra una mayor cantidad de líneas de abrasión que las otras concentraciones, siendo visualmente más notorias y definidas. Además, se observa que esta concentración presenta un área de desgaste mayor.

Se puede concluir que las concentraciones de 0,5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] presentan la mayor acumulación de óxido en sus extremos, mientras que las concentraciones de 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL] muestran zonas de color claro en los extremos, indicando la ausencia de acumulación de partículas de abrasión. También, se observa que a medida que aumenta la concentración, las áreas de desgaste se vuelven más anchas, con bordes menos definidos que la referencia y menos acumulación de óxido. También se percibe que para las concentraciones de 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] del MXene el centro de la pista de desgaste presenta un color más tenue y suave que en los extremos. Esto se debe a que en el centro de la pista es donde hay mayor velocidad, lo que supone un desgaste menos abrasivo que en el caso de los extremos. Por último, en estas mismas concentraciones se aprecian líneas de abrasión horizontales, lo que implica acumulación de óxido en esas zonas y puede ser que por eso, no se aprecia esta acumulación de óxido en los extremos de la pista.

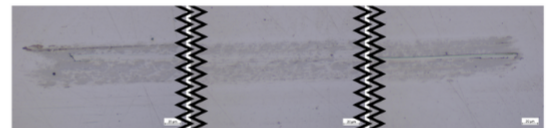
a) Referencia a 1[N]



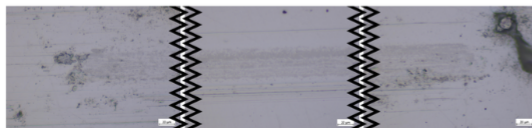
b) 0,5 [mg/mL]



c) 2 [mg/mL]



d) 5 [mg/mL]



e) 20 [mg/mL]

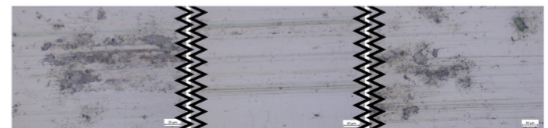


Figura 6.24: Pistas de desgaste de la referencia (a) y de las soluciones a 0,5 [mg/mL] (b), 2 [mg/mL] (c), 5 [mg/mL] (d) y a 20 [mg/mL] (e) de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ obtenidas mediante el microscopio óptico, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia

Al aumentar la carga normal a 1 [N], se puede apreciar en la Figura 6.24 que las pistas de desgaste son más anchas en comparación con la carga normal de 0,5 [N].

En el caso de la referencia, Figura 6.24 (a), se identifica una pista de desgaste clara y

definida, con un color café intenso uniforme a lo largo de toda la pista, lo que podría sugerir una aglomeración de partículas de abrasión en todas las zonas. Los bordes son definidos y rectangulares, y no se observa acumulación de óxido en los extremos izquierdo ni derecho.

Respecto a la concentración 0,5 [mg/mL], Figura 6.24 (b), se aprecia una pista de desgaste menos marcada, más clara y difusa en comparación con la referencia. Los bordes son claros y redondeados. Los extremos presentan muy baja acumulación de óxido siendo levemente el extremo izquierdo el de mayor acumulación. Además, se observan algunas líneas de abrasión al inicio del ensayo.

La concentración 2 [mg/mL], Figura 6.24 (c), exhibe una pista de desgaste con bordes definidos y que tienden a ser redondeados, sin aglomeración de óxido en los extremos derecho e izquierdo. Toda la pista de desgaste presenta un color uniforme y solo al inicio y final se observa una línea de abrasión.

En cuanto a la concentración de 5 [mg/mL], Figura 6.24 (d), se caracteriza por bordes irregulares y difusos, con una pequeña acumulación de óxido en el extremo izquierdo. La pista presenta múltiples líneas de abrasión y una apariencia difusa y clara.

Por último, la concentración de 20 [mg/mL], Figura 6.24 (e), muestra una pista de desgaste ancha, con una notable aglomeración de óxido en los extremos y numerosas líneas de abrasión tanto en los extremos como en el centro.

En resumen, al aumentar la concentración de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, se observa que aumenta el ancho de la pista de desgaste y la acumulación de óxido, y que la pista adquiere un color más tenue.

El análisis en el microscopio óptico permite determinar que las pistas de desgaste son más tenue que las referencias, por lo que al agregar el aditivo de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, visualmente, se observa menor desgaste por abrasión. La menor aglomeración de óxido la tiene la concentración de 2 [mg/mL] para los ensayos de ambas cargas. Como se menciona en la sección *Uso de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$* , las imágenes capturadas brindan una perspectiva visual que complementa los datos cuantitativos obtenidos en los ensayos bio-tribológicos.

6.3.3.1.2. Volumen de desgaste

En esta sección, se exponen los resultados obtenidos de las mediciones de volumen de un hueco, volumen de un pico, y finalmente, el volumen de desgaste que corresponde a la suma de los volúmenes anteriormente mencionados, para las diferentes concentraciones y condiciones de carga.

En la tabla 6.13, se presenta un resumen de los datos obtenidos en la medición 1 y 2 de cada solución para la carga normal de 0,5 [N].

Se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico de la Tabla 6.13, lo que se puede ver en la Figura F.3 del Anexo F.

Además, se determina el promedio de la suma de la Tabla 6.13, que corresponde al volu-

Tabla 6.13: Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos (μm^3), para las mediciones 1 y 2 del MXene $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, bajo una carga normal de 0,5 [N]. Elaboración propia.

Resultados	Medición 1			Medición 2		
Parámetros	Hueco	Pico	Suma	Hueco	Pico	Suma
Referencia	5.140	24.607	29.747	13.135	52.487	65.622
0,5 [mg/mL]	7.576	50.756	58.332	9.827	2.996	12.823
2 [mg/mL]	6.985	46.631	53.616	19.670	10.580	30.250
5 [mg/mL]	9.100	8.517	17.617	2.045	56.798	94.070
20 [mg/mL]	11.259	49.232	60.491	15.258	41.579	56.837

men de material desgastado en los ensayos. Los resultados se pueden observar en la Figura 6.25.

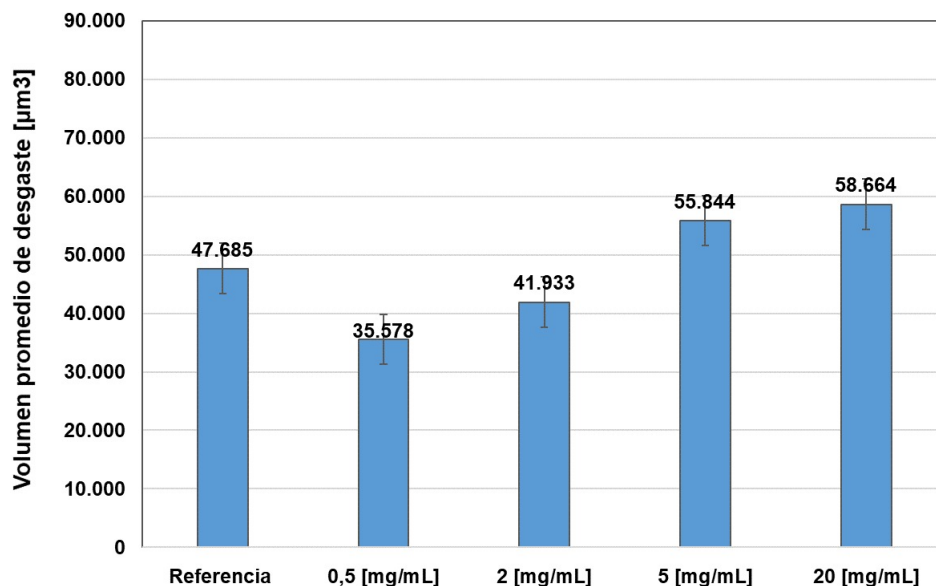


Figura 6.25: Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de carga normal 0,5 [N]. Elaboración propia.

De la Figura 6.25 se observa que, las concentraciones y la referencia exhiben valores cercanos entre sí. Las concentraciones de 0,5 [mg/mL] y 2 [mg/mL] presentan el volumen de desgaste más bajo con 35.578 μm^3 para el primero y 41.933 μm^3 para el segundo, lo que representa una reducción del desgaste del 25.4 % y 12,06 % en comparación con la referencia (47.685 μm^3). Las concentraciones de 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] superan el valor de la referencia, con volúmenes de desgaste de 55.844 μm^3 y 58.664 μm^3 , respectivamente.

Los resultados indican una tendencia general de aumento en el volumen de desgaste a medida que la concentración de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ aumenta. La concentración de 0,5 [mg/mL]

muestra una mejora significativa en comparación con la referencia, lo que sugiere que esta concentración es la más óptima para minimizar el desgaste en estas condiciones de prueba específicas. Las concentraciones de 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] no logran mejorar la resistencia al desgaste y son bastante similares, por lo que la adición de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en un rango dentro de estas concentraciones puede no ser efectiva en la reducción del desgaste en este sistema.

Estos resultados muestran la importancia de seleccionar cuidadosamente la concentración de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ para maximizar sus efectos beneficiosos.

A continuación, se muestran y analizan los resultados al aumentar la carga normal a 1 [N]. En la tabla 6.14, se presenta un resumen de los datos obtenidos en la medición 1 y 2 de cada solución cuando la condición de fuerza corresponde a 1 [N].

Tabla 6.14: Volumen obtenido de un hueco, pico y la suma de ellos ($[\mu\text{m}^3]$), para las mediciones 1 y 2 del MXene $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, bajo una carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

Resultados	Medición 1			Medición 2		
Parámetros	Hueco	Pico	Suma	Hueco	Pico	Suma
Referencia	8.676	10.166	18.842	13.504	2.849	16.353
0,5 [mg/mL]	22.062	6.925	28.987	12.619	6.329	18.948
2 [mg/mL]	77.629	3.276	80.905	22.629	12.739	35.368
5 [mg/mL]	5.109	94.075	56.471	11.264	8.938	20.202
20 [mg/mL]	6.416	65.616	72.032	34.318	15.833	94.070

Se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico de la Tabla 6.14, lo que se puede ver en la Figura F.4 del Anexo F.

Además, se determina el promedio de la suma de la Tabla 6.14, que corresponde al volumen de material desgastado en los ensayos, lo que se puede observar en la Figura 6.26.

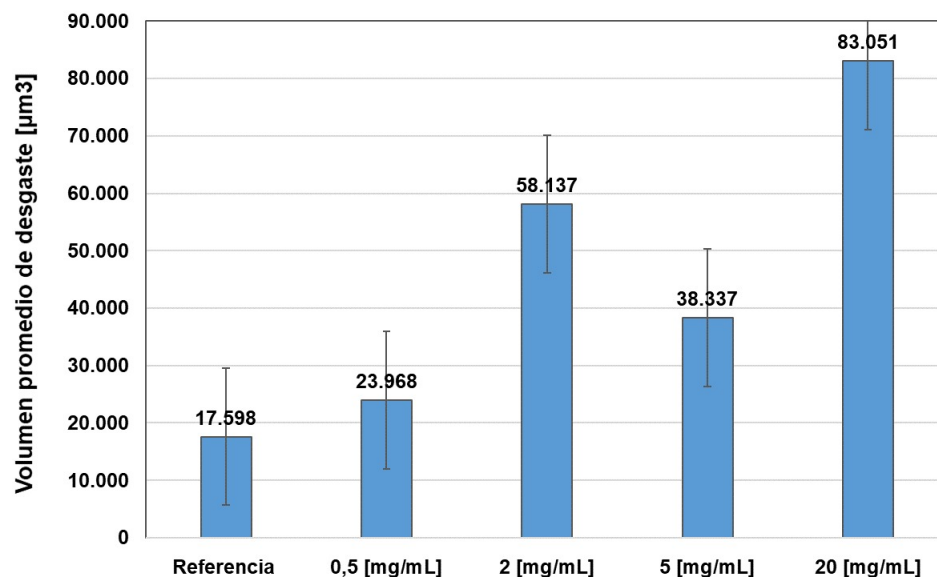


Figura 6.26: Volumen de desgaste promedio de la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N].

La Figura 6.26 presenta el volumen de desgaste promedio para la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 1 [N]. Se observa que la referencia presenta el menor volumen de desgaste con un valor de 17.598 [μm^3], seguida por las concentraciones 0,5 [mg/mL] y 5 [mg/mL] con valores de 23.968 [μm^3] y 38.337 [μm^3], respectivamente. Las concentraciones de 2 [mg/mL] y 20 [mg/mL] presentan valores aún más altos con 58.137 [μm^3] y 83.051 [μm^3].

Los resultados indican una tendencia de aumento en el volumen de desgaste a medida que aumenta la concentración de $Mo_2TiC_2T_x$. La concentración de referencia exhibe el menor volumen de desgaste, lo que indica un mejor rendimiento en la resistencia al desgaste en comparación con las soluciones con aditivos de $Mo_2TiC_2T_x$. Si bien la concentración de 0,5 [mg/mL] muestra el menor volumen de desgaste entre las concentraciones, supera a la referencia en un 36,21 %. Finalmente, se concluye que hay un efecto no deseado del nanomaterial en esta condición específica de carga.

6.4. Comparación del uso de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$

Para facilitar la comprensión, se muestran tablas que resumen los resultados de ángulo de contacto, tensión superficial, COF y volumen de desgaste para los MXene estudiados bajo ambas cargas normales.

6.4.1. Estabilidad de dispersión

Tanto para el $Ti_3C_2T_x$ como para el $Mo_2TiC_2T_x$, se mantiene una buena estabilidad dispersiva, no ocurriendo decantación ni cambios al menos en los primeros 60 [min], independiente de la concentración. Esto permite realizar los ensayos de caracterización y tribológicos con

seguridad de estar trabajando con soluciones consistentes en diferentes pruebas. Además, posibilita la reproducibilidad de los resultados.

6.4.2. Ángulo de contacto

La Tabla 6.15 muestra un resumen de los resultados obtenidos para ángulo de contacto de la referencia y concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$.

Tabla 6.15: Ángulo de contacto obtenido para la referencia y concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$. Elaboración propia.

Mxene	$Ti_3C_2T_x$	$Mo_2TiC_2T_x$
Referencia	$59,44 \pm 5,58$	$59,44 \pm 5,58$
0,5 [mg/mL]	$67,46 \pm 1,37$	$78,38 \pm 1,25$
2 [mg/mL]	$65,96 \pm 3,61$	$73,39 \pm 1,39$
5 [mg/mL]	$65,38 \pm 2,26$	$77,64 \pm 2,34$
20 [mg/mL]	$76,13 \pm 0,29$	$83,39 \pm 0,32$

Para ambos nanomateriales, se observa que hay una tendencia general de aumento del ángulo de contacto a medida que se incrementa la concentración en las soluciones. Además, los ángulo de contacto de las concentraciones son mayores que el valor de la referencia. Esto indica que ambas adiciones de MXene tienen un efecto negativo en la mojabilidad de la superficie del sustrato. Sin embargo, las soluciones con $Ti_3C_2T_x$ y con $Mo_2TiC_2T_x$ muestran ángulo de contacto promedio que son menores a $90 [^\circ]$, lo sugiere que si bien aumenta el ángulo de contacto respecto de la referencia, el sólido poseen una propiedad hidrofílica, lo que implica una buena capacidad de mojabilidad del sustrato.

Por otro lado, se exhibe que los ángulo de contacto del $Mo_2TiC_2T_x$ son significativamente mayores que los obtenidos para el $Ti_3C_2T_x$. Esto implica que el $Ti_3C_2T_x$ presenta una mejor mojabilidad en la superficie del sustrato cobalto-cromo, mientras que el $Mo_2TiC_2T_x$ es más hidrofóbico en relación a este tipo de MXene.

La adición de estos Mxenes tiene un efecto negativo en la mojabilidad de la superficie del sustrato, pues la disminución del ángulo de contacto sugiere que a medida que se incorpora el aditivo, la superficie se vuelve menos propensa a ser mojada por las soluciones. Este cambio en la mojabilidad puede estar relacionado con la interacción entre el aditivo y la superficie del sustrato, así como con la capacidad del MXene para formar una película o recubrimiento sobre la superficie. En general, estos resultados revelan que la concentración de los MXene estudiados es un factor que influye en las propiedades de mojabilidad de la superficie del sustrato.

6.4.3. Tensión Superficial

La Figura 6.16 muestra un resumen de los resultados obtenidos para la tensión superficial de la referencia y concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$.

En ambos MXene se observa que la tensión superficial de las concentraciones son menores que el valor de la referencia. La tensión superficial de un líquido es la cantidad de energía

Tabla 6.16: Tensión superficial obtenida para la referencia y concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$. Elaboración propia.

MXene	$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$	$\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$
Referencia	$58,42 \pm 1,75$	$58,42 \pm 1,75$
0,5 [mg/mL]	$52,66 \pm 0,10$	$51,85 \pm 0,29$
2 [mg/mL]	$54,51 \pm 0,31$	$56,42 \pm 0,14$
5 [mg/mL]	$54,20 \pm 0,52$	$57,61 \pm 0,58$
20 [mg/mL]	$50,26 \pm 0,48$	$56,96 \pm 0,29$

necesaria para aumentar su superficie por unidad de área [95]. Esta definición implica que las soluciones con MXene presenta una menor resistencia para aumentar su superficie. En este sentido, los aditivos de MXene estudiados permiten mayor capacidad de mojar, ya que un líquido con una tensión superficial baja, tiende a extenderse más fácilmente sobre las superficies y mojarlas. Esto es beneficioso, ya que esta aplicación requiere que el líquido se adhiera y se distribuya de manera uniforme en el sustrato. Además, indica una mayor fluidez y penetración del líquido en la superficie lo que es ideal para el uso del MXene como lubricante líquido.

En el caso de las concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, se observa una tendencia a permanecer relativamente constante, mientras que en el caso del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$, se aprecia una ligera disminución en los resultados a medida que la concentración aumenta, por tanto, en concentraciones más altas se tiene una menor cohesión superficial.

6.4.4. Evolución temporal de fricción

La Figura 6.17 muestra un resumen de los resultados obtenidos para el COF de la referencia y concentraciones del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, bajo cargas normales de 0,5 [N] y 1 [N].

 Tabla 6.17: COF obtenido para la referencia y concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N]. Elaboración propia.

MXene	$\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$		$\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$	
	0,5 [N]	1 [N]	0,5 [N]	1 [N]
Referencia	$0,20 \pm 0,03$	$0,21 \pm 0,04$	$0,20 \pm 0,03$	$0,21 \pm 0,04$
0,5 [mg/mL]	$0,22 \pm 0,02$	$0,22 \pm 0,03$	$0,18 \pm 0,02$	$0,18 \pm 0,03$
2 [mg/mL]	$0,21 \pm 0,02$	$0,22 \pm 0,03$	$0,19 \pm 0,02$	$0,18 \pm 0,02$
5 [mg/mL]	$0,21 \pm 0,03$	$0,21 \pm 0,03$	$0,17 \pm 0,05$	$0,18 \pm 0,03$
20 [mg/mL]	$0,21 \pm 0,03$	$0,20 \pm 0,03$	$0,20 \pm 0,04$	$0,20 \pm 0,03$

• Bajo carga normal de 0,5 [N]

En ambos nanomateriales se identifica una tendencia consistente en relación con el comportamiento del COF. Al inicio del ensayo, tanto el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ como el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ exhiben COF más bajos en comparación con la referencia. Además, estos valores de COF disminuyen

a medida que se incrementa la concentración de los nanomateriales, esta disminución es evidente solo hasta alcanzar una concentración de 5 [mg/mL], ya que a 20 [mg/mL] se tiene un comportamiento diferente para el MXene $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$.

Luego del pico inicial, se aprecia que en ambos casos los COFs van disminuyendo hasta lograr una estabilidad pasado los 400 [s]. La diferencia radica en que el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ logra una estabilidad por sobre la referencia y el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ por debajo.

En el ensayo con $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ el COF mayor lo presenta la concentración de 0,5 mg/mL y 20 [mg/mL], respectivamente. Además, tanto en el caso de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ como en el de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, parece haber una concentración óptima en el rango intermedio, alrededor de 5 [mg/mL], donde se observa una reducción significativa y sostenida del COF en comparación con las otras concentraciones. Al parecer la concentración de 0,5 [mg/mL] parece ser insuficiente para un cambio significativo, mientras que la de 20 [mg/mL] podría ser excesiva debido a la tendencia del nanomaterial a aglomerarse.

Finalmente, bajo esta condición de carga, solo $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ reduce el COF en un 15 %, respecto de la referencia.

- **Bajo carga normal de 1 [N]**

En ambos casos, se observa una tendencia general de que el COF disminuye a medida que aumenta la concentración de MXene en la solución durante los primeros 100 [s]. Aunque el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ presenta valores menores respecto del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$. Esto sugiere que la presencia de estos nanomateriales puede mejorar las propiedades de lubricación. Además, ambos comparten la similitud de que concentración más baja (0,5 [mg/mL]) muestra un pico inicial con un COF más alto que la referencia. Esto indica que, en el corto plazo, una baja concentración de MXene puede no ser efectiva en la reducción de la fricción.

Referente al comportamiento a lo largo del tiempo, se observa una evolución distinta. El $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ mantiene un comportamiento lineal respecto del inicio del ensayo, ya que el COF disminuye a medida que aumenta la concentración. Cabe mencionar que, solo la concentración de 20 [mg/mL] logra mantenerse por debajo de la referencia. Por otro lado, el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ tiende a aumentar a medida que se incrementa la concentración.

Se destaca que para el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ todas las concentraciones logran una estabilidad por debajo de la referencia. Esto sugiere que el MXene $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ es más efectivo que el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$, referente a la reducción de la fricción, bajo esta condición de carga. Además, presenta una reducción del COF del 14,29 % para 3 de sus 4 concentraciones, mientras que el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ solo en 20 [mg/mL] muestra una reducción, con un valor de 4,76 %.

Estos resultados resaltan la importancia de considerar el tipo de MXene y las condiciones experimentales al evaluar su efecto en las propiedades de lubricación.

6.4.5. Volumen de desgaste

La Figura 6.18 muestra un resumen de los resultados obtenidos para el volumen de desgaste tanto para $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ como para el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, bajo cargas normales de 0,5 [N] y 1 [N].

Tabla 6.18: Volumen de desgaste obtenido para la referencia y concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2TiC_2T_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N] y 1 [N]. Elaboración propia.

MXene	$Ti_3C_2T_x$		$Mo_2TiC_2T_x$	
	0,5 [N]	1 [N]	0,5 [N]	1 [N]
Referencia	47.685 μm^3	17.598 μm^3	47.685 μm^3	17.598 μm^3
0,5 [mg/mL]	19.997 μm^3	17.665 μm^3	35.578 μm^3	23.968 μm^3
2 [mg/mL]	19.838 μm^3	23.871 μm^3	41.933 μm^3	58.137 μm^3
5 [mg/mL]	10.921 μm^3	26.708 μm^3	55.844 μm^3	38.337 μm^3
20 [mg/mL]	16.883 μm^3	30.616 μm^3	58.664 μm^3	83.051 μm^3

En la condición de carga 0,5 [N], se observa una tendencia interesante. El volumen de desgaste al usar $Ti_3C_2T_x$ tiende a disminuir con el aumento de la concentración, siendo su óptimo la concentración de 5 [mg/mL]. En cambio, al usar $Mo_2TiC_2T_x$ el volumen aumenta con el aumento de la concentración, siendo la óptima 0,5 [mg/mL]. El $Ti_3C_2T_x$ exhibe valores de volumen de desgaste notablemente inferiores en comparación con el $Mo_2TiC_2T_x$. La concentración de $Ti_3C_2T_x$ de 5 [mg/mL] muestra una reducción del desgaste del 77,2 %, mientras que la concentración de $Mo_2TiC_2T_x$ de 0,5 [mg/mL] solo logra una reducción del desgaste del 25,4 %.

En la condición de carga 1 [N], para ambos MXene, a medida que aumenta la concentración del aditivo, el volumen de desgaste tiende a aumentar, siendo la referencia quien presenta el menor volumen de desgaste. Esto sugiere que las concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ son más efectivas en la reducción del desgaste. Al igual que para 0,5 [N], los valores de volumen de desgaste son mayores para el $Mo_2TiC_2T_x$.

En términos generales, $Ti_3C_2T_x$ muestra un mejor rendimiento en la reducción del desgaste en comparación con $Mo_2TiC_2T_x$, especialmente bajo una carga normal de 0,5 [N]. La concentración óptima de $Ti_3C_2T_x$ varía según la carga. Bajo 0,5 [N], 5 [mg/mL] es la concentración más efectiva, mientras que bajo 1 [N], 20 [mg/mL] es la más efectiva. En contraste, la concentración óptima de $Mo_2TiC_2T_x$ es de 0,5 [mg/mL] para ambas cargas.

Estos resultados indican que la elección del tipo de MXene y la concentración óptima dependen de las condiciones de carga específicas y que es necesario un análisis detallado para determinar la combinación más efectiva para reducir el desgaste en aplicaciones específicas.

Una posible explicación para el mejor rendimiento de $Ti_3C_2T_x$ podría ser su estructura laminar y su capacidad para formar una película lubricante más efectiva en la superficie del sustrato, reduciendo así el contacto directo entre las superficies y disminuyendo el desgaste. $Mo_2TiC_2T_x$, por otro lado, podría tener propiedades menos favorables en términos de formación de películas lubricantes, lo que resulta en un mayor desgaste en comparación.

Capítulo 7

Conclusiones

Se logra explorar las propiedades tribológicas del líquido sinovial simulado (LS) y de las soluciones de LS con $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ y $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ a concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL], 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL] .

Se concluye que en ambos MXene, independiente de la concentración, se mantiene una buena estabilidad dispersiva, al menos en los primeros 60 [min], lo que asegura la consistencia de las soluciones a lo largo de las pruebas y facilita la reproducibilidad de los resultados.

Respecto a los ensayos de caracterización, se tiene que para ambos nanomateriales, los ángulo de contacto son mayor que el de la referencia, y aumenta a medida que se incrementa la concentración del MXene. Esto indica una disminución en la mojabilidad, ya que la superficie se vuelve menos propensa a ser mojada por las soluciones. Este cambio en la mojabilidad puede estar relacionado con la interacción entre el aditivo y la superficie del sustrato, así como con la capacidad del MXene para formar una película o recubrimiento sobre la superficie. Sin embargo, los ángulo de contacto obtenidos son menores a 90 [°]. Esto indica una propiedad hidrofílica y una buena afinidad de las soluciones con el sustrato cobalto-cromo. Este hallazgo es de gran relevancia ya que la mayoría de los nanomateriales 2D se humedecen poco debido a su naturaleza hidrofóbica. Además, se concluye que la superficie del sustrato es químicamente homogénea y que las interacciones entre las soluciones y el sustrato ocurren de manera uniforme en ambas direcciones, esto se evidencia en los valores de ángulo de contacto derecho e izquierdo que son muy similares para todos los casos.

Respecto de la tensión superficial, las concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ presentan una tendencia a permanecer relativamente constante, mientras que en el caso del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$, se aprecia una ligera disminución en los resultados a medida que la concentración aumenta, lo que demuestra un comportamiento contrario a la tendencia del ángulo de contacto. En este sentido, los aditivos de MXene estudiados permiten mayor capacidad de mojar, ya que un líquido con una tensión superficial baja, tiende a extenderse más fácilmente sobre las superficies, lo que contribuye a que el líquido se adhiera y se distribuya de manera uniforme en el sustrato.

Referente a la evolución del COF, las concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ bajo condiciones de 0,5 [N] presentan un comportamiento diferente al inicio y al final del ensayo. Inicialmente, las concentraciones de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ muestran una disminución del COF en comparación con la referencia, lo que sugiere un efecto positivo de estas concentraciones en la reducción de la

fricción. Sin embargo, la evolución del COF muestra un comportamiento contrario, todas las concentraciones presentan un COF promedio mayor que la referencia. Este fenómeno indica que, con el tiempo, el COF disminuye al aumentar la concentración de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$. No obstante, esta disminución no logra mantenerse por debajo del valor de referencia, lo que plantea interrogantes sobre la eficacia de estas concentraciones en la reducción sostenida de la fricción. Es necesario realizar más estudios y un análisis más detallado para comprender completamente las causas de este comportamiento y su relación con las propiedades del $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$.

Bajo una carga normal de 1 [N], se tiene un comportamiento coherente al inicio y final del ensayo. Se concluye que el COF disminuye a medida que aumenta la concentración de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$. Sin embargo, solo la concentración de 20 [mg/mL] presenta una mejoría, con un COF promedio de 0,20 lo que implica una reducción de la fricción del 4,76 %.

Referente al $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N], se observa un comportamiento complejo en la evolución del COF. Al inicio, todas las concentraciones de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ muestran una disminución del COF en comparación con la referencia, disminuyendo a medida que aumenta la concentración, lo que sugiere un efecto positivo de la adición de este MXene en la etapa inicial del ensayo. Sin embargo este comportamiento cambia a lo largo del tiempo. No obstante, se concluye que la concentración de 5 [mg/mL] es la más óptima para este caso, presentando un COF promedio de 0,17, con una reducción de la fricción del 15 %.

Al aumentar la carga normal a 1 [N], el COF se mantiene constante para las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 5 [mg/mL], y aumenta con la concentración de 20 [mg/mL]. Sin embargo, el COF promedio de todas las concentraciones es inferior al valor de referencia. Se concluye que la adición de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ reduce la fricción para todas las concentraciones estudiadas, en un 14,29 %.

Respecto de los ensayos de desgaste, se concluye que al utilizar $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ bajo una carga normal de 0,5 [N], el volumen de desgaste tiende a disminuir a medida que aumenta la concentración, siendo 5 [mg/mL] la que reduce significativamente el desgaste en un 77,2 %. En cuanto al uso de $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, se tiene que la concentración de 0,5 [mg/mL] presenta el volumen de desgaste más bajo, con una reducción del desgaste del 25,4 %. Se concluye que el $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ es más efectivo que el $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$ en la resistencia al desgaste, bajo esta carga. Esto se complementa con lo observado en el microscopio óptico, donde la pista de desgaste de ambas concentraciones presentan una descripción visual similar. Presentan bordes poco definidos, con un color del centro de la pista más tenue y suave que en los extremos, y ambas presentan líneas de abrasión en mayor cantidad que concentraciones menores.

Cuando se aumenta la carga normal a 1 [N] ninguna concentración logra un volumen de desgaste menor a la referencia y ocurre el efecto contrario a la carga normal de 0,5 [N]. Tanto para el uso de $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ como para $\text{Mo}_2\text{TiC}_2\text{T}_x$, el volumen de desgaste aumenta con las concentraciones más altas. Por tanto, en ambos nanomateriales la concentración de 0,5 [mg/mL] tiene el volumen de desgaste más bajo. Este comportamiento se evidencia en las pistas de desgaste observadas en el microscopio óptico, ya que para esta carga, son más anchas en comparación con la carga normal de 0,5 [N] y aumenta su área de desgaste a medida que aumenta la concentración. Se concluye que, bajo una carga normal de 1 [N], los MXene estudiados no son tan efectivos para reducir el desgaste pues hay un efecto no

deseado del nanomaterial en esta condición específica de carga. Esto destaca la importancia de considerar tanto la carga aplicada como la concentración del aditivo para futuros estudios.

A modo de resumen respecto de las propiedades bio-tribológicas, los ensayos de fricción revelaron que el nanomaterial $Ti_3C_2T_x$ muestra resultados comparables a la referencia, mientras que exhibe una buena resistencia al desgaste. Por otro lado, el nanomaterial $Mo_2TiC_2T_x$ presenta un buen desempeño en los ensayos de fricción, pero no exhibió una resistencia al desgaste tan destacada. Estos hallazgos resaltan las diferencias en el rendimiento de estos materiales en aplicaciones biológicas relacionadas con la fricción y el desgaste.

Los resultados iniciales son prometedores y sugieren que la concentración de $Ti_3C_2T_x$ en el líquido sinovial puede desempeñar un papel importante en la resistencia al desgaste de los sustratos de cobalto-cromo, aunque puede depender de otras variables. Sin embargo, es fundamental realizar análisis estadístico más detallado para obtener conclusiones sólidas.

Cabe destacar que este estudio es una contribución innovadora a la literatura, ya que hasta la fecha no se habían realizado investigaciones específicas sobre la interacción de $Ti_3C_2T_x$ o $Mo_2TiC_2T_x$ con el líquido sinovial. Estos resultados proporcionan una base para comprender el efecto de los MXenes respecto de la fricción y el desgaste en aplicaciones biomédicas. Esto abre la puerta a futuras investigaciones que podrían considerar, la adición de más mediciones y repeticiones para fortalecer la confiabilidad de los resultados. Además, se podría mejorar la calidad del líquido sinovial artificial o considerar el uso de líquidos sinoviales más similares a los biológicos. Por otra parte, podrían realizarse ensayos de fricción durante periodos más prolongados para evaluar el comportamiento tribológico del nanomaterial a largo plazo. Se podría ampliar los tipos de MXenes investigados, asimismo, sería útil estudiar un rango aún más amplio de concentraciones. Eso podría ofrecer una visión más completa de las posibilidades y limitaciones de los MXenes en el campo de la bio-tribología.

Bibliografía

- [1] “Prekasan, d., saju, k. k. (2016). review of the tribological characteristics of synovial fluid. *procedia technology*, 25, 1170–1174. doi:10.1016/j.protcy.2016.08.235.”
- [2] “Marian, m. berman, d. nečas, d. emami, n. ruggiero, a. rosenkranz, a. 2022. roadmap for 2d materials in biotribological/biomedical applications – a review, *advances in colloid and interface science*, volume 307, 2022, 102747, issn 0001-8686. [en línea] disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102747>.”
- [3] “Treviño, m. tribología: Fricción, desgaste y lubricación. [en línea] https://www.academia.edu/39270348/tribología_fricción_desgaste_y_lubricación.”
- [4] “Nn 2017. report on emerging issues and trends in tribology and lubrication engineering. stle – society of tribologists and lubrication engineers.”
- [5] “Anton paar wiki. (s. f.). anton paar. basics of tribology. [en línea] disponible en: <https://wiki.anton-paar.com/en/basics-of-tribology/>.”
- [6] “Linares, o. capítulo 1. generalidades de la tribología fundamentos de la lubricación, fricción y el desgaste.[en línea] disponible en: <http://www.mantenimientomundial.com/notas/histrib.pdf>.”
- [7] “Granizo, José la tribología y sus aplicaciones en la industria revista ciencia unemi, vol. 3, núm. 4, agosto, 2010, pp. 64-71 universidad estatal de milagro.”
- [8] “Investigación, vinculación tecnológica e interacción social en la facultad técnica umsa. revista tecnológica. (2003). issn 1729-7532. vol.1 n°3.”
- [9] “Asm handbook: Friction, lubrication, and wear technology, introduction to friction, vol 18, (1992)..”
- [10] “Stefan helmut reichel knox (2021). propiedades tribológicas de mxenes (nano-láminas de ti3c2tx): influencia de la carga normal y la cantidad de mxene. memoria para optar al título de ingeniero civil mecánico. fcfm.”
- [11] “F.p. bowden, d. tabor. the friction and lubrication of solids. clarendon press, oxford (1950) ..”
- [12] “B. bhushan. introduction to tribology. john wiley, new york (2002).”
- [13] “D. maugis. contact, adhesion and rupture of elastic solids. springer-verlag, berlin (1999)..”
- [14] “Michael nosonovsky, bharat bhushan, multiscale friction mechanisms and hierarchical surfaces in nano- and bio-tribology, *materials science and engineering: R: Reports*, volume 58, issues 3–5, 2007, pages 162-193, issn 0927-796x, <https://doi.org/10.1016/j.msere.2007.09.001>.”

- [15] “Rosenkranz, a., grützmacher, p. g., espinoza, r., fuenzalida, v. m., blanco, e., escalona, n., zhang, z. (2019). multi-layer $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{Tx}$ -nanoparticles (mxenes) as solid lubricants – role of surface terminations and intercalated water. *applied surface science*. doi:10.1016/j.apsusc.2019.07.171.”
- [16] “W. hong, w. cai, s. wang, m. m. tomovic, mechanical wear debris feature, detection, and diagnosis: A review, *chinese journal of aeronautics*, (2018), 31(5): 867–882. <https://doi.org/10.1016/j.cja.2017.11.016>.”
- [17] “Díaz, j.j. (2006). documento de apoyo a la gestión de mantenimiento, para la selección y aplicación de lubricantes. universidad austral de chile. [en línea] <http://cybertesis.uach.cl/tesis/uach/2006/bmfcid542d/sources/bmfcid542d.pdf>.”
- [18] “Xiao, h., liu, s. (2017). 2d nanomaterials as lubricant additive: A review. *materials design*, 135, 319–332. doi:10.1016/j.matdes.2017.09.029.”
- [19] “G. a. ozin and a. c. arsenault, *nanochemistry*, rsc publishing, cambridge, uk, 2005.”
- [20] “Berlanga, i. (2013). síntesis y caracterización de nanomateriales 0d, 1d y 2d. universidad autónoma de madrid facultad de ciencias. disponible en: https://repositorio.uam.es/bitstream/handle/10486/660464/berlanga_mora_isadora.pdf.”
- [21] “Marian, m., tremmel, s., wartzack, s., song, g., wand, b., yu, j. and rosenkranz, a. 2020. mxene nanosheets as an emerging solid lubricant for machine elements – towards increased energy efficiency and service life. *applied surface science*, vol. 523, pp. 146503. issn 01694332. disponible en: <<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.146503>>.”
- [22] “Marquéz, j. 2022. el uso de mxene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ para lubricación sólida - efecto del número de láminas en sus propiedades tribológicas. [en línea] disponible en: <https://repositorio.uchile.cl/handle/2250/187087>.”
- [23] “Wu, z., shang, t., deng, y., tao, y., yang, q. (2020). the assembly of mxenes from 2d to 3d. *advanced science*, 7(7), 1903077. doi:10.1002/advs.201903077.”
- [24] “Khazaei, m., mishra, a., venkataramanan, n. s., singh, a. k., yunoki, s. (2019). recent advances in mxenes: From fundamentals to applications. *current opinion in solid state and materials science*. doi:10.1016/j.cossms.2019.01.002.”
- [25] “Hong, w, wyatt, b, nemani, k, anasori, b. (2020). double transition-metal mxenes: Atomistic design of two-dimensional carbides and nitrides. *mrs bulletin*. 45. 850-861. 10.1557/mrs.2020.251.”
- [26] “Vahidmohammadi, a., rosen, j. and gogotsi, y. 2021. the world of two-dimensional carbides and nitrides (mxenes). *science* [en línea], vol. 372, no. 6547. [consulta: 25 de noviembre, 2022]. issn 0036-8075. disponible en: <<https://doi.org/10.1126/science.abf1581>>.”
- [27] “Vahidmohammadi, a., kayali, e., orange, j. and beidaghi, m. 2019. techniques for mxene delamination into single-layer flakes. 2d metal carbides and nitrides (mxenes): Structure, properties and applications [en línea], pp. 177–195.[consulta: 25 de noviembre, 2022]. disponible en: <https://doi.org/10.1007/978-3-030-19026-2_11>.”
- [28] “Wei, y., zhang, p., soomro, r. a., zhu, q., xu, b. (2021). advances in the synthesis of 2d mxenes. *advanced materials*, 2103148. doi:10.1002/adma.202103148.”
- [29] “Venkateshalu, s., tomboc, g. m., kim, b., li, j., lee, k. (2022). ordered double transition metal mxenes. *chemnanomat*, 8(11). <https://doi.org/10.1002/cnma.202200320>.”

- [30] “Vahidmohammadi, a., rosen, j., gogotsi, y. (2021). the world of two-dimensional carbides and nitrides (mxenes). *science*, 372(6547). <https://doi.org/10.1126/science.abf1581>.”
- [31] “Li, l. (2016). lattice dynamics and electronic structures of $\text{ti}_3\text{c}_2\text{o}_2$ and $\text{mo}_2\text{tic}_2\text{o}_2$ (mxenes): The effect of mo substitution. *computational materials science*, 124, 8-14.”
- [32] “Zhao, l., li, b. (2020). synthesis and recent applications of mxenes with mo, v or nb transition metals: a review. *tungsten*, 2(2), 176–193. doi:10.1007/s42864-020-00048-4.”
- [33] “M. khazaei, m. arai, t. sasaki, m. estili, y. sakka, two-dimensional molybdenum carbides: potential thermoelectric materials of the mxene family, *phys. chem. chem. phys.* 16 (2014) 7841–7849.”
- [34] “T. matsumoto, y. nagashima, t. yamazaki, j. nakamura, fuel cell anode composed of mo_2c catalyst and carbon nanotube electrodes, *electrochem. solid state lett.* 9 (3) (2006) a160–a162.”
- [35] “H.-j. zhang, k.-x. wang, x.-y. wu, y.-m. jiang, y.-b. zhai, c. wang, x. wei, j.-s. chen, $\text{moo}_2/\text{mo}_2\text{c}$ heteronanotubes function as high-performance li-ion battery electrode, *adv. funct. mater.* 24 (22) (2014) 3399–3404.”
- [36] “H. kim, b. anasori, y. gogotsi, h.n. alshareef, thermoelectric properties of two-dimensional molybdenum-based mxenes, *chem. mater.* 29 (15) (2017) 6472–6479.”
- [37] “Z. fu, n. wang, d. legut, c. si, q. zhang, s. du, t.c. germann, j.s. francisco, r. zhang, rational design of flexible two-dimensional mxenes with multiple functionalities, *chem. rev.* 119 (2019) 11980–12031. doi:10.1021/acs.chemrev.9b00348.”
- [38] “M. hu, t. hu, z. li, y. yang, r. cheng, j. yang, c. cui, x. wang, surface functional groups and interlayer water determine the electrochemical capacitance of $\text{ti}_3\text{c}_2\text{t}_x$ mxene, *acs nano*. 12 (2018) 3578–3586. <https://doi.org/10.1021/acsnano.8b00676>.”
- [39] “C. zhang, j. wang, x. wang, interlayer coupling in two dimensional titanium carbide mxenes, *phys. chem. chem. phys.* 18 (2016) 20256-20260. <https://doi.org/10.1039/c6cp01699e>.”
- [40] “D. zhang, m. ashton, a. ostadhossein, a.c.t. van duin, r.g. hennig, s.b. sinnott, computational study of low interlayer friction in $\text{tin}+1\text{cn}$ ($n = 1, 2, \text{ and } 3$) mxene, *acs appl. mater. interfaces*. 9 (2017) 34467–34479. <https://doi.org/10.1021/acsam.7b09895>.”
- [41] “Hu , m. hu , z. li , h. zhang , c. zhang , j. wang y x. wang , *phys. química química física* , 2016, 18 , 20256 —20260. [en línea] <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2017/ra/c7ra11139h>.”
- [42] “M. khazaei, m. arai, t. sasaki, c.-y. chung, n. s. venkataramanan, m. estili, y. sakka, y. kawazoe, *adv. funct. mater.* 2013, 23, 2185.”
- [43] “H. lin, z. shi, s. he, x. yu, s. wang, q. gao, y. tang, *chem. sci.* 2016, 7, 3399.”
- [44] “E. s. sim, y.-c. chung, *appl. surf. sci.* 2018, 435, 210.”
- [45] “Naguib, m., mochalín, v. n., barsoum, m. w., gogotsi, y. (2013). 25th anniversary article: Mxenes: A new family of two-dimensional materials. *advanced materials*, 26(7), 992–1005. doi:10.1002/adma.201304138.”
- [46] “Hu, m., hu, t., li, z., yang, y., cheng, r., yang, j., ... wang, x. (2018). surface functional groups and interlayer water determine the electrochemical capacitance of $\text{ti}_3\text{c}_2\text{tx}$ mxene. *acs nano*, 12(4), 3578–3586. doi:10.1021/acsnano.8b00676 .”

- [47] “Vahidmohammadi, a. rosen, j. gogotsi, y. (2021). the world of two-dimensional carbides and nitrides (mxenes). vol 372, issue 6547. doi: 10.1126/science.abf1581.”
- [48] “Wyatt, b.c., rosenkranz, a. and anasori, b. 2021. 2d mxenes: Tunable mechanical and tribological properties. advanced materials [en línea], vol. 33, no. 17, pp. 2007973. issn 15214095. disponible en: <<https://doi.org/10.1002/adma.202007973>>.”
- [49] “Xianghua zhang, maoquan xue, xinghua yang, zhiping, wang, guangsi lu, zhide huang, xiaoli sui and changsheng li. 2014. preparation and tribological properties of ti₃c₂(oh)₂ nanosheets as additives in base oil. rsc advances [en línea], vol. 5, no. 4, pp. 2762–2767. disponible en: <<https://doi.org/10.1039/c4ra13800g>>.”
- [50] “Maoquan xue, zhiping wang, feng yuan, xianghua zhang, wei wei, hua tang and changsheng li. 2017. preparation of tio₂/ti₃c₂tx hybrid nanocomposites and their tribological properties as base oil lubricant additives. rsc advances [en línea], vol. 7, no. 8, pp. 4312–4319. disponible en: <<https://doi.org/10.1039/c6ra27653a>>.”
- [51] “Zhang, f.x., su, x., tang, g.g. and xu, j. 2021. construction and tribological behaviors of mxenes/mos₂ heterojunction with 2d/2d structure in liquid paraffin. chalcogenide letters [en línea], vol. 18, no. 5, pp. 225–235. disponible en: <https://www.chalcogen.ro/225_zhangfx.pdf>.”
- [52] “Yi, s., li, j., liu, y., ge, x., zhang, j. and lu, j. 2021. in-situ formation of tribofilm with ti₃c₂tx mxene nanoflakes triggers macroscale superlubricity. tribology international, vol. 154, pp. 106695. issn 0301-679x. disponible en: <<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106695>>.”
- [53] “Y. meng, f. su, y. chen, supercritical fluid synthesis and tribological applications of silver nanoparticle-decorated graphene in engine oil nanofluid, scientific reports 6 (2016) 31246..”
- [54] “W. dai, b. kheireddin, h. gao, y. kan, a. clearfield, h. liang, formation of anti-wear tribofilms via α -zrp nanoplatelet as lubricant additives, lubricants 4(3) (2016) 28..”
- [55] “P. njiwa, a. hadj-aïssa, p. afanasiev, c. geantet, f. bosselet, b. vacher, m. belin, t. le mogne, f. dassenoy, tribological properties of new mos₂ nanoparticles prepared by seed-assisted solution technique, tribology letters 55(3) (2014) 473-481..”
- [56] “Dowson d, wright v. bio-tribology. in: Proceedings of the conference on the rheology of lubrication. the institute of petroleum, the institution of mechanical engineers and the british society of rheology; 1973. p. 81–8..”
- [57] “Capus, e. (2018). bio tribologia - tribologia verde. universidad técnica de ambato. [en línea] [consultado: 22 de noviembre, 2022] disponible en: <https://es.scribd.com/document/375642121/bio-tribologia-tribologia-verde>.”
- [58] “Ruggiero, a. d agostino, c. (2016). investigaciones biotribológicas en acoplamientos característicos de las prótesis articulares: primeros resultados experimentales. técnica industrial, noviembre 2016, 315: 38-47. [en línea] disponible en: <https://www.tecnicaindustrial.es/wp-content/uploads/numeros/105/5206/a5206.pdf>.”
- [59] “Wick p, louw-gaume ae, kucki m, krug hf, kostarelos k, fadeel b, et al. classification framework for graphene-based materials. angew chem int ed 2014; 53(30):7714–8..”
- [60] “Paradigmia. (2020). articulaciones sinoviales - curso aparato locomotor. [en línea] disponible en: <https://paradigmia.com/cursos/locomotor/modulos/generalidades-de-las->

- articulaciones/temas/articulaciones-sinoviales/.”
- [61] “Shirani a, hu q, su y, joy t, zhu d, berman d. combined tribological and bactericidal effect of nanodiamonds as a potential lubricant for artificial joints. *acs appl mater interfaces* 2019;11(46):43500–8..”
- [62] “W.m. lai, s.c. kuei, v.c. mow rheological equations for synovial fluids *journal of biomecheng* (1998).”
- [63] “D.j. mccarty(13th ed), *synovial fluid, arthritis and allied conditions in: Mccarty dj andkoopman wj eds, a textbook of rheumatology, 1, williams wilkins, baltimore* (1997).”
- [64] “Pretep.e.a. gurakar-osborne, kashyapm.l *synovial fluid lipoproteins:review of current concepts and new directions seminar arthritis rheum* (1993)..”
- [65] “Simkin p.a, *arthiritis and allied conditions, a text book of rheumatology, editors d.j. mccarty, w.j koopman, lea febiger, philadelphia*, 1993..”
- [66] “A. weinberger, p.a. simkin *plasma proteins in synovial fluidsof normal human joints semin arthritis rheum* (1993)..”
- [67] “Alice mae pendleton, *bio fluid lubrication for artificial joints, dissertation*, 2008..”
- [68] “Hu x-l, shang y, yan k-c, sedgwick ac, gan h-q, chen g-r, et al. *lowdimensional nanomaterials for antibacterial applications. j mater chem b* 2021;9 (17):3640–61..”
- [69] “Mohammed h, kumar a, bekyarova e, al-hadeethi y, zhang x, chen m, et al. *antimicrobial mechanisms and effectiveness of graphene and graphenefunctionalized biomaterials. a scope rev front bioeng biotechnol* 2020;8:465..”
- [70] “Rasool k, helal m, ali a, ren ce, gogotsi y, mahmoud ka. *antibacterial activity of ti₃c₂tx mxene. acs nano* 2016;10(3):3674–84..”
- [71] “Zhao j, huang s, ravisankar p, zhu h. *two-dimensional nanomaterials for photoinduced antibacterial applications. acs appl bio mater* 2020;3(12): 8188–210..”
- [72] “Gokce c, gurcan c, besbinar o, unal ma, yilmazer a. *emerging 2d materials for antimicrobial applications in the pre- and post-pandemic era. nanoscale* 2022;14 (2):239–49..”
- [73] “Kurapati r, kostarelos k, prato m, bianco a. *biomedical uses for 2d materials beyond graphene: current advances and challenges ahead. adv mater weinheim* 2016;28(29):6052–74..”
- [74] “Malina t, marsalkova e, holá k, tucek j, scheibe m, zboril r, et al. *toxicity of graphene oxide against algae and cyanobacteria: nanoblade-morphology-induced mechanical injury and self-protection mechanism. carbon* 2019;155:386–96..”
- [75] “Palmieri v, papi m, conti c, ciasca g, maullucci g, spirito m de. *the future development of bacteria fighting medical devices: the role of graphene oxide. expert rev med devices* 2016;13(11):1013–9..”
- [76] “Zou x, zhang l, wang z, luo y. *mechanisms of the antimicrobial activities of graphene materials. j am chem soc* 2016;138(7):2064–77..”
- [77] “Hegab hm, elmekawy a, zou l, mulcahy d, saint cp, ginic-markovic m. *the controversial antibacterial activity of graphene-based materials. carbon* 2016; 105:362–76..”
- [78] “Lim, k. r. g., shekhirev, m., wyatt, b. c., anasori, b., gogotsi, y., seh, z. w. (2022). *fundamentals of mxene synthesis. nature synthesis*, 1(8), 601-614.

- <https://www.nature.com/articles/s44160-022-00104-6>.”
- [79] “Ríos-puerta, k. (2022). aleaciones metálicas para aplicaciones ortopédicas: una revisión sobre su respuesta al estrés fisiológico y a los procesos de corrosión. <https://www.redalyc.org/journal/6078/607870799002/html/>.”
- [80] “Zujur, d., Álvarez-barreto, j. f. (2016). prótesis en artroplastia total de cadera y recubrimientos bioactivos de quitosano para mejorar su desempeño. *revista ingeniería biomédica*, 10(19), 33-43.”
- [81] “Ruggiero, a., d’agostino, c. (2016). investigaciones biotribológicas en acoplamientos característicos de las prótesis articulares: primeros resultados experimentales. *técnica industrial*, 315, 38-47.”
- [82] “Baraja s. (2015). comportamiento tribológico de aleaciones cobalto-cromo para su uso como biomateriales. grado en ingeniería mecánica. españa, universidad de valladolid, escuela de ingenierías industriales. [en línea] disponible en: <https://uvadoc.uva.es/bitstream/handle/10324/19657/tfg-i-485.pdf?sequence=1&allowed=y>.”
- [83] “Liu, a., wang, p., zhang, j., ye, w., wei, q. (2019). restoration effect and tribological behavior of hyaluronic acid reinforced with graphene oxide in osteoarthritis. *journal of nanoscience and nanotechnology*, 19(1), 91–97. doi:10.1166/jnn.2019.16443.”
- [84] “Chen, t., zou, h., wu, x., chen, y., situ, b., zheng, l., yang, g. (2019). fullerene-like mos₂ nanoparticles as cascade catalyst improving lubricant and antioxidant abilities of artificial synovial fluid. *acs biomaterials science engineering*. doi:10.1021/acsbomaterials.9b00372.”
- [85] “Qiu, w., zhao, w., zhang, l., wang, h., li, n., chen, k., zhang, h., wang, y. (2022). a solid–liquid composite lubricating “nano-snowboard” for long-acting treatment of osteoarthritis. *advanced functional materials*, 32(46), 2208189. <https://doi.org/10.1002/adfm.202208189>.”
- [86] “Nguyen, h. t., chung, k.-h. (2020). assessment of tribological properties of ti₃c₂ as a water-based lubricant additive. *materials*, 13(23), 5545. doi:10.3390/ma13235545.”
- [87] “Cheng, h., zhao, w. (2022). regulating the nb₂c nanosheets with different degrees of oxidation in water lubricated sliding toward an excellent tribological performance. *friction* 10, 398–410. <https://doi.org/10.1007/s40544-020-0469-x>.”
- [88] “García cebadera, a. (2010). estudio del ángulo de contacto y de la mojabilidad a alta temperatura de fases líquidas en la sinterización de metales. tesis de licenciatura. escuela politécnica superior.”
- [89] “Adamson aw. (1967). *physical chemistry of surfaces*, 2 edn. interscience.”
- [90] “Fuentes, j. lópez de ramos, a. (2001). nuevo método para medir la tensión superficial mediante la técnica de la gota colgante. *información tecnológica*. 12(2): 181-188.”
- [91] “Bortel, e., charbonnier, b., heuberger, r. (2015). development of a synthetic synovial fluid for tribological testing. *lubricants*, 3(4), 664-686. <https://doi.org/10.3390/lubricants3040664>.”
- [92] “De vries, e. g., van minnen, b. s., wu, y., matthews, d., van der heide, e. (2023). tribological behaviour of a synthetic synovial fluid and polyurethane in biomedical implants.

- biotribology, 33-34, 100242. <https://doi.org/10.1016/j.biotri.2023.100242>.”
- [93] “Won kang, k. (2017). caracterización superficial de aleaciones para implantes mediante técnicas espectroscópicas y microscopía electrónica de barrido. tesis de doctorado para obtener el título de doctor en ingeniería. facultad de ingeniería de la universidad nacional de la plata. <https://core.ac.uk/download/pdf/296396189.pdf>.”
- [94] “Malaki, m., varma, r. s. (2023). wetting of mxenes and beyond. nano-micro letters, 15(1). <https://doi.org/10.1007/s40820-023-01049-x>.”
- [95] “Arteaga jiménez, a. (2014). tensión superficial y elasticidad de gibbs de la superficie libre de una solución iónica en presencia de moléculas anfífilicas (master’s thesis, benemérita universidad autónoma de puebla).”

Anexos

Anexo A. Mecanismos de fricción

A continuación, se presentan los mecanismos fundamentales de fricción mencionados en el cuerpo del informe, con el fin de una mayor comprensión.



Figura A.1: Fricción adhesiva [14].



Figura A.2: Fricción por deformación de las asperezas entrelazadas [14].

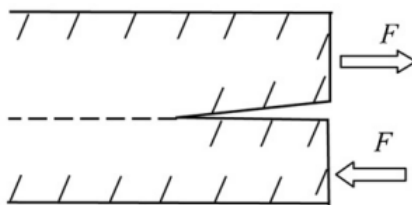


Figura A.3: Mecanismo de fricción por fractura [14].

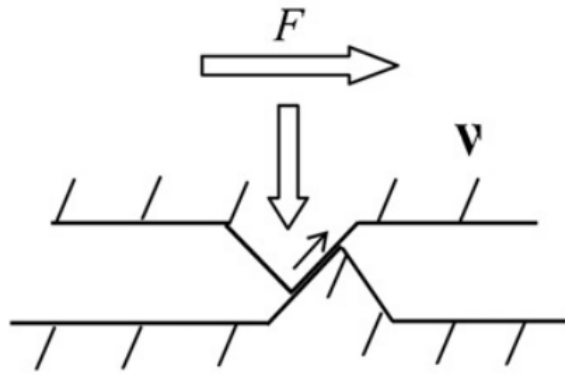


Figura A.4: Mecanismo de trinquete [14].



Figura A.5: Mecanismo de tercer cuerpo [14].

Anexo B. Tipos de desgaste

A continuación, se presentan los distintos tipos de desgaste mencionados en el cuerpo del informe, con el fin de una mayor comprensión.

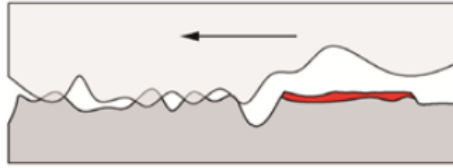


Figura B.1: Desgaste por adherencia [10].

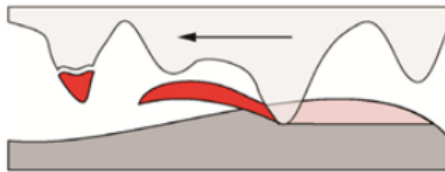


Figura B.2: Desgaste por abrasión [10].

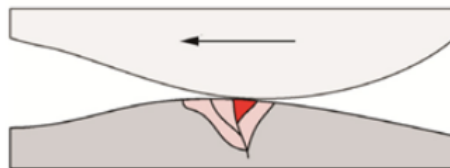


Figura B.3: Desgaste por fatiga [10].

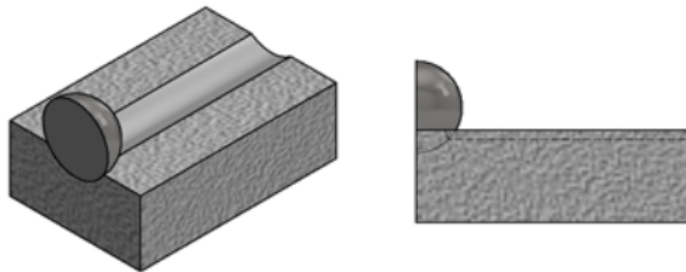


Figura B.4: Desgaste por deformación plástica [10].

Anexo C. Composición del líquido sinovial

Las composiciones del líquido sinovial se detallan en la siguiente Figura.

Molecules	Notation	Concentration
proteoglycan 4	PRG 4	0.05-0.35 mg/ml
hyaluronic acid	HA	1-4 mg/ml
surface active phosphor lipids	SAPL	0.1 mg/ml

Figura C.1: Composición del líquido sinovial [1].

Anexo D. Valores de viscosidad de diferentes estudios

Los valores de viscosidad del líquido sinovial informados en estudios realizados por varios investigadores se pueden observar en la siguiente Figura.

Viscosity at zero shear rate, η_0 (Pa s)	Collection Method	References
>20	Normal aspiration	Cooke et al [31]
10-34	Normal aspiration	Safari et al [32]
1-40	Post-mortem	Schurz , Ribitsch [33]
6-12	Post-mortem	Schurz [34]
29	Normal	Mazzucco et al [23]
83	Normal	Petcharatana B [35]

Figura D.1: Valores de viscosidad de diferentes estudios [1].

Anexo E. COF de la medición 1 y 2 de cada concentración para los MXene $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2Ti_3C_2T_x$

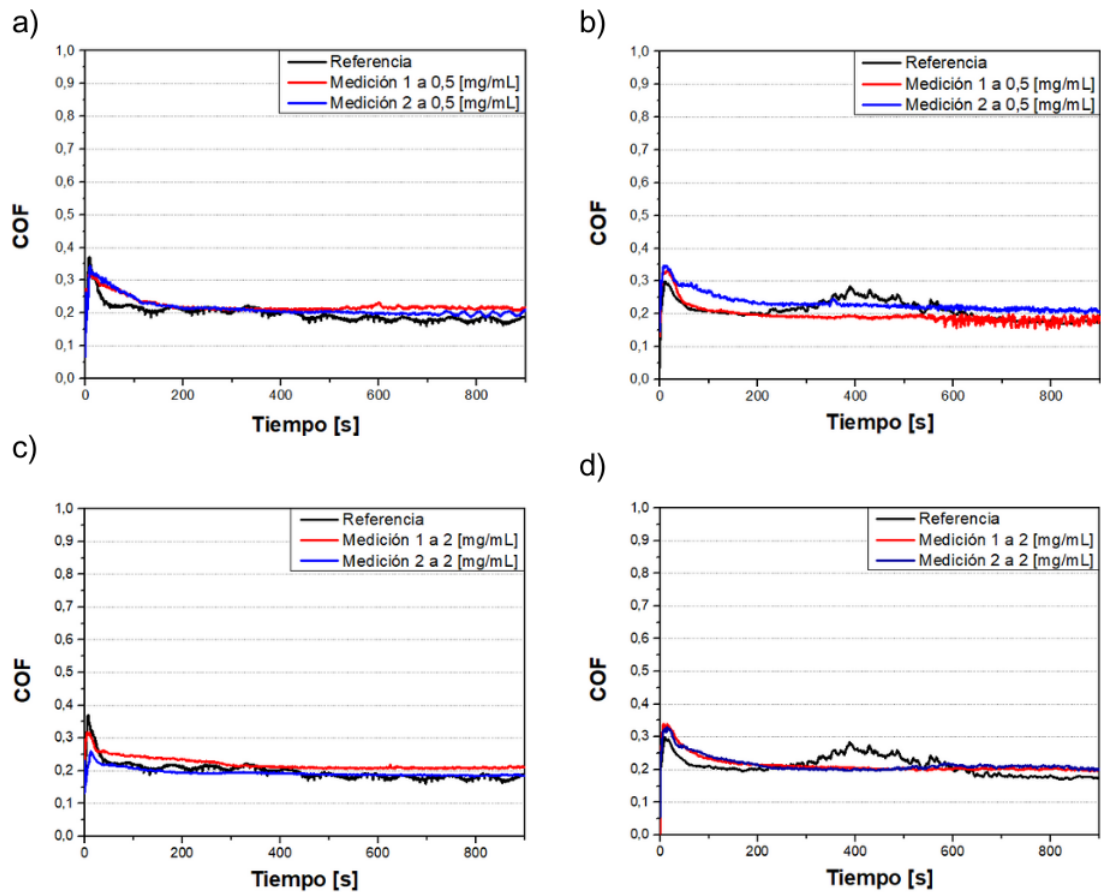


Figura E.1: COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Ti_3C_2T_x$ a 0,5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 2 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.

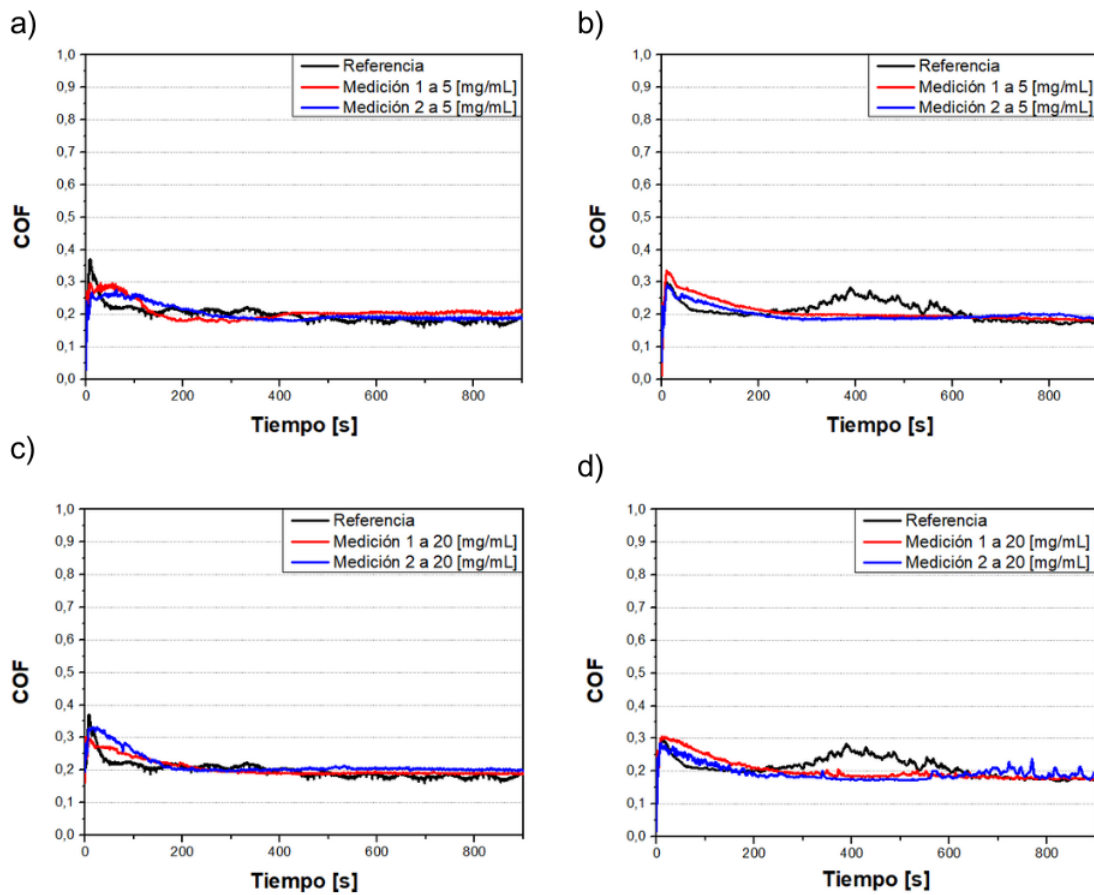


Figura E.2: COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Ti_3C_2T_x$ a 5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 20 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.

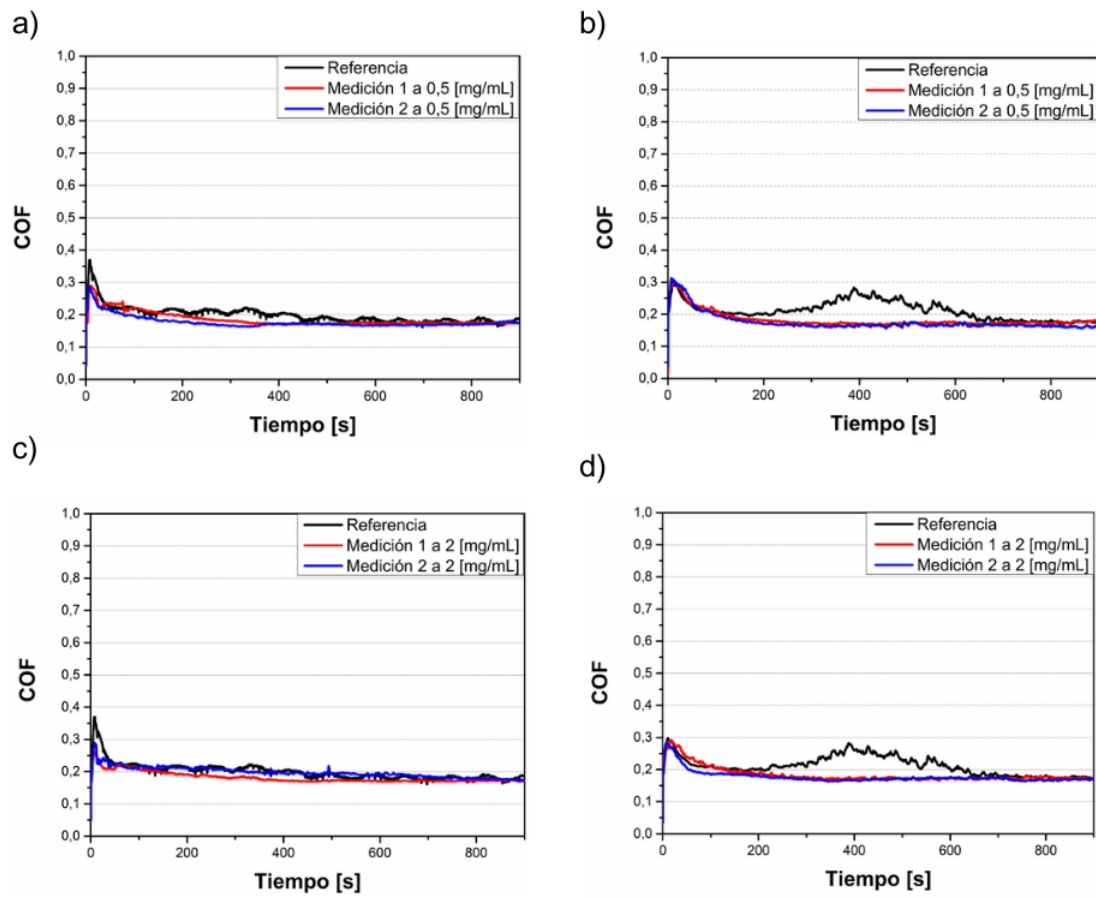


Figura E.3: COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $\text{Mo}_2\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ a 0,5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 2 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.

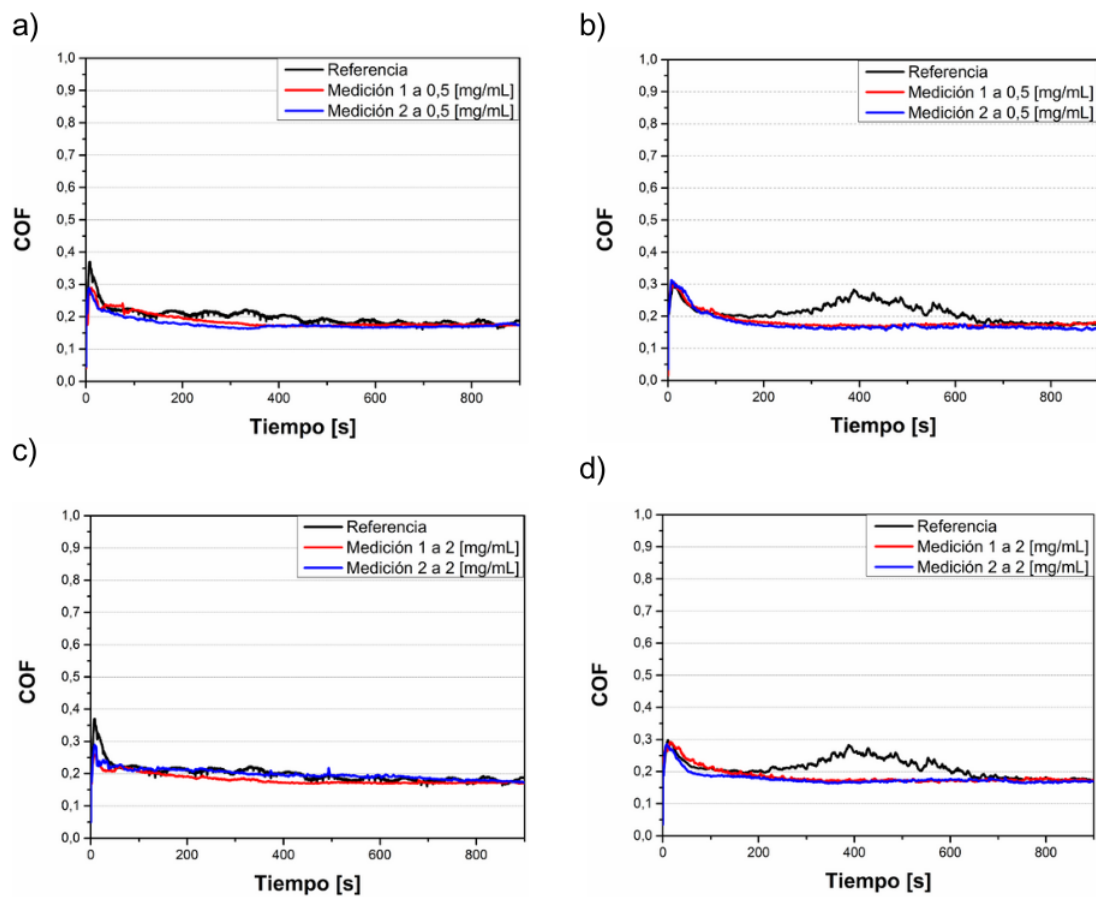


Figura E.4: COF de la medición 1 y 2 de la concentración de $Mo_2Ti_3C_2T_x$ a 5 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (a) y 1 [N] (b), y a 20 [mg/mL] bajo carga normal 0,5 [N] (c) y 1 [N] (d). Elaboración propia.

Anexo F. Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para los MXene $Ti_3C_2T_x$ y $Mo_2Ti_3C_2T_x$

Referente al uso del $Ti_3C_2T_x$, se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico de la Tabla 6.7, dichos resultados se presentan en la Figura F.1.

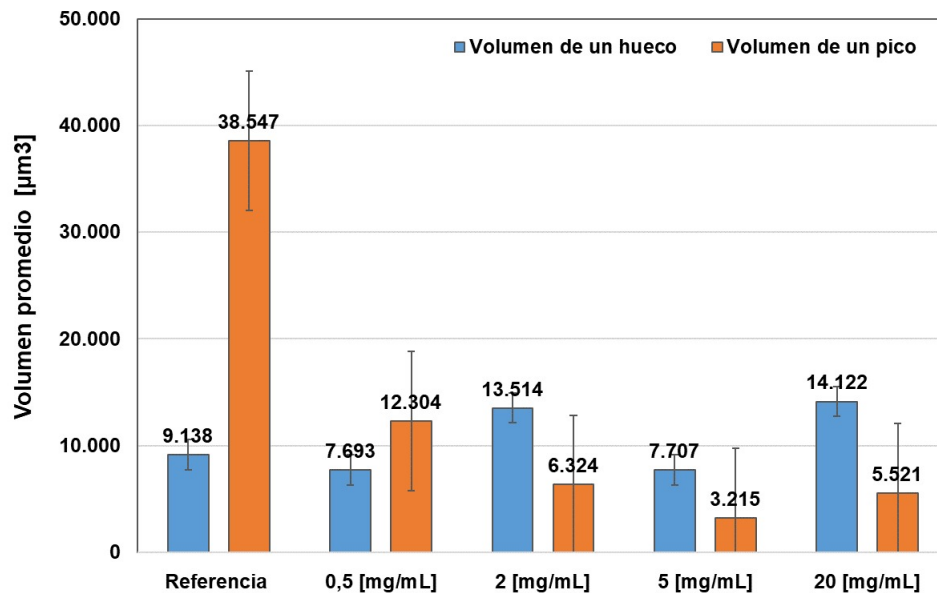


Figura F.1: Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ con carga normal 0,5 [N]. Elaboración propia.

En relación al volumen de un hueco, se observa que las concentraciones de 0,5 [mg/mL] y 5 [mg/mL] presentan una reducción por debajo de la referencia (9.138 [μm^3]) y notablemente similares entre sí (alrededor de 7.700 [μm^3]). La concentración de 2 [mg/mL] y 20 [mg/mL] presenta un volumen de hueco mayor que la referencia y que el resto de las concentraciones, siendo 20 [mg/mL] la mayor con 14.122 [μm^3].

Por otro lado, el volumen de un pico de la referencia se destaca por ser significativamente mayor que en todas las concentraciones. En cuanto a las variaciones entre las concentraciones, se aprecia que el volumen del pico tiende a disminuir entre 0,5 [mg/mL] y 5 [mg/mL] pasando de 12.304 [μm^3] a 3.215 [μm^3], pero experimenta un aumento en la concentración del 20[mg/mL] alcanzando los 5.521 [μm^3].

En la Figura F.2 se muestra el volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ con carga normal de 1 [N].

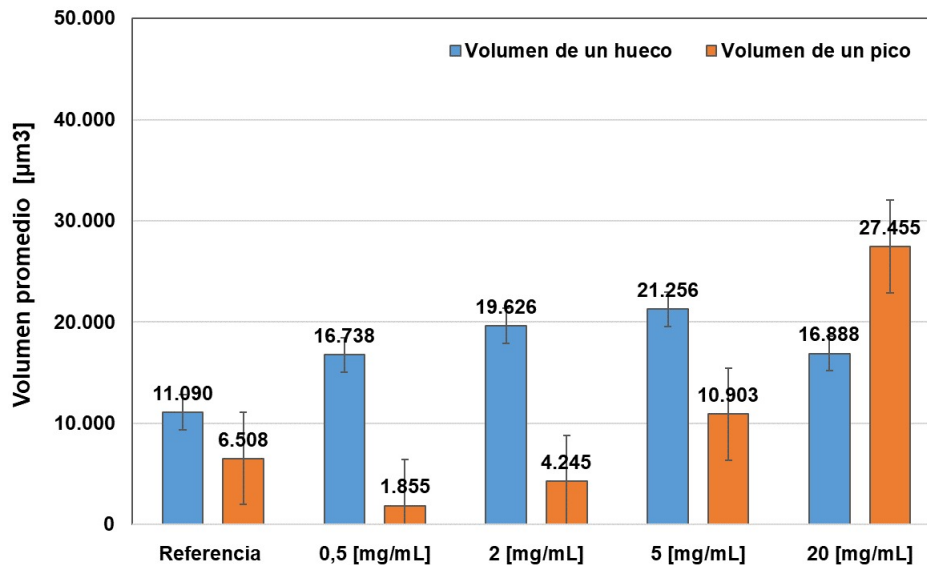


Figura F.2: Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Ti_3C_2T_x$ con carga normal de 1 [N]. Elaboración propia.

En relación al volumen de un hueco, se observa que la referencia presenta el menor valor, con $11.090 \mu m^3$, es decir, para todas las concentraciones se tiene un volumen de hueco mayor, siendo el más alto el de la concentración 5 [mg/mL], que alcanza los $21.256 \mu m^3$.

En cuanto al volumen de un pico, se observa un desgaste de $6.508 \mu m^3$ en la referencia. Por debajo de él, se encuentran las soluciones de 0,5 [mg/mL] y 2 [mg/mL], con valores de $1.855 \mu m^3$ y $4.245 \mu m^3$, respectivamente. Por encima de la referencia se encuentran las concentraciones de 5 [mg/mL] y 20 [mg/mL], con valores de $10.903 \mu m^3$ y $27.455 \mu m^3$, respectivamente.

Respecto del uso de $Mo_2Ti_3C_2T_x$, se tiene que de la Tabla 6.13, se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico, dichos resultados se presentan en la Figura F.3.

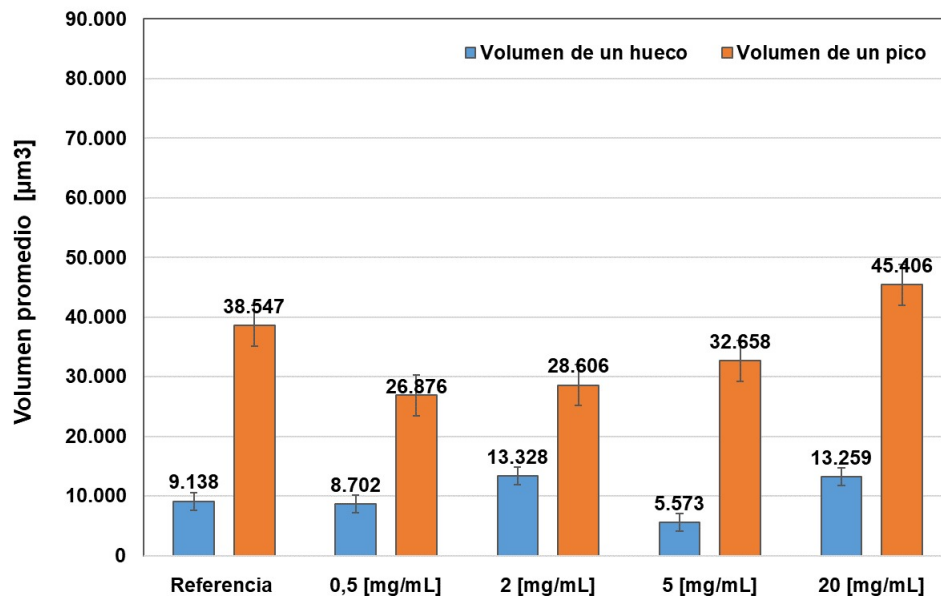


Figura F.3: Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2Ti_3C_2T_x$ con carga normal 0,5 [N]. Elaboración propia.

En relación al volumen de un hueco, se observa que las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 20 [mg/mL] presentan un volumen similar entre sí, alrededor de $13.400 [\mu m^3]$ y están por sobre la referencia ($9.138 [\mu m^3]$) en aproximadamente un 32 %. La concentración de 5 [mg/mL] presenta el volumen de hueco más bajo, incluso que la referencia, con un volumen de $5.573 [\mu m^3]$.

Respecto al volumen de un pico se puede observar las otras concentraciones y la referencia presentan valores cercanos entre sí. El volumen más bajo es para la concentración de 0,5 [mg/mL] con $26.876 [\mu m^3]$.

De la Tabla 6.14, se determina el promedio de las mediciones 1 y 2 para los datos de volumen de un hueco y pico, dichos resultados se presentan en la Figura F.4.

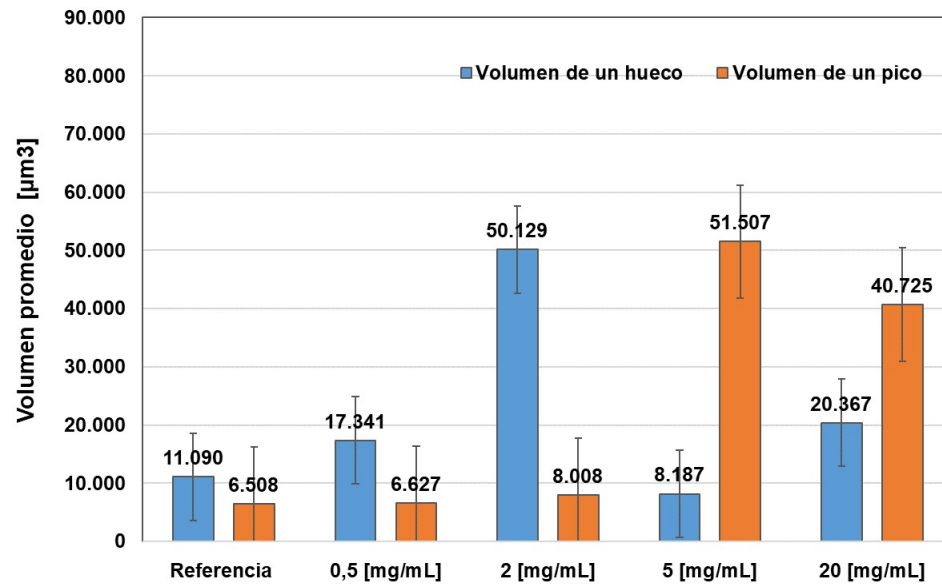


Figura F.4: Volumen de desgaste promedio de un hueco y un pico para la referencia y las distintas concentraciones de $Mo_2Ti_3C_2T_x$ con carga normal 1 [N]. Elaboración propia.

Respecto del volumen promedio de un hueco, se observa que no hay una tendencia clara, sin embargo, se puede decir que las concentraciones de 0,5 [mg/mL], 2 [mg/mL] y 20 [mg/mL] son mayores a la referencia (11.090 [μm^3]), con valores de 17.341 [μm^3], 50,129 [μm^3] y 20.367 [μm^3], respectivamente. Por otro lado, se tiene la concentración de 5 [mg/mL] que presenta un valor menor a la referencia de 8.187 [μm^3].

Respecto del volumen de un pico, se observa que la referencia presenta el menor valor con un volumen de 6.508 [μm^3]. Se aprecia que, en general, el volumen de un pico aumenta con la concentración de $Mo_2Ti_3C_2T_x$.