

COMPOSICIÓN MEJORADA DE LUBRICANTE

CAMPO DE LA INVENCION

La invención se refiere a la composición mejorada de lubricante que comprende un aceite base con grafeno derivado de un gas que contiene carbono y los métodos para formar dicha composición de lubricante.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los lubricantes son importantes en los dispositivos mecánicos para mitigar el desgaste, por ejemplo, reduciendo la fricción y el desgaste y mejorando la transferencia de calor entre los componentes mecánicos y reduciendo la corrosión y proporcionando protección térmica a los componentes mecánicos.

Es deseable proporcionar lubricantes con propiedades mejoradas, tales como tener mayor lubricidad, y/o coeficiente de fricción para proporcionar una mayor protección a los componentes mecánicos.

Es objeto de la invención abordar una o más deficiencias del arte previo y/o proporcionar una alternativa útil.

La referencia a cualquier arte previo en esta especificación no es, y no debe ser tomada como, un reconocimiento o cualquier forma de sugerencia de que el arte previo forma parte del conocimiento general común de una persona experta en la técnica.

BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION

En un primer aspecto de la invención, se proporciona una composición de lubricante que comprende: un aceite base o lubricante totalmente formulado; y nanopartículas de grafeno derivadas de un gas que contiene carbono dispersado en el aceite base o lubricante totalmente formulado.

En un segundo aspecto de la invención, se proporciona un método para preparar una composición de lubricante que comprende: dispersión de nanopartículas de grafeno derivadas de un gas que contiene carbono en un aceite base o lubricante totalmente formulado.

En una modalidad, la composición del lubricante es un concentrado lubricante. En otra modalidad, la composición del lubricante es un lubricante acabado.

En una modalidad, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de alrededor de 0,001 % en peso. Preferiblemente, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de alrededor de 0,01 % en peso. La mayoría de las veces, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de alrededor de 0,1 % en peso. Aún más preferiblemente, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de alrededor de 1 % en peso. Aún más preferiblemente, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de alrededor de 10 % en peso.

En una modalidad, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de hasta alrededor de 20 % en peso. Sin embargo, en algunas modalidades, las nanopartículas de grafeno están presentes en una cantidad de hasta alrededor de 10 % en peso, 2 % en peso, 1 % en peso o 0,01 % en peso. Por ejemplo, en una o más formas la composición puede comprender nanopartículas de grafeno en una cantidad de: 0,001 % en peso hasta 0,01 % en peso, o 0,01 % en peso hasta 1 % en peso o, 0,1 % en peso hasta 1 % en peso, o 1 % en peso hasta 2 % en peso, o 2 % en peso hasta 10 % en peso, o 10% en peso o hasta 20 % en peso.

La persona experta apreciará que la proporción en peso de nanopartículas de grafeno dependerá de la aplicación prevista, y por ejemplo, si la composición del lubricante está en forma de concentrado o un lubricante completamente formulado.

En una modalidad, el grafeno está sustancialmente libre de impurezas metálicas y semi-metálicas. En una forma, las impurezas metálicas o semi-metálicas se seleccionan del grupo que consiste en: Fe, Co, Cu, Mo, Ni, Si, y óxidos de los mismos. Por sustancialmente libre se significa que hay menos de 1 ppm total de las impurezas metálicas o semi-metálicas. Preferiblemente menos de 1 ppb total de las impurezas metálicas o semi-metálicas. Aún

más preferiblemente, las impurezas metálicas o semi-metálicas son menores que el límite detectable.

En una modalidad, la composición del lubricante está sustancialmente libre de óxido de grafeno y/u óxido de grafeno reducido. Por sustancialmente libre se entiende que las nanopartículas de grafeno comprenden óxido de grafeno y/u óxido de grafeno reducido en una cantidad de 1 % en peso o menos del grafeno, preferiblemente 0,1 % en peso o menos, más preferiblemente 0,01 % en peso o menos, y más preferiblemente menos que el límite detectable.

En una modalidad, las nanopartículas de grafeno tienen un tamaño de alrededor de 2 nm hasta alrededor de 250 nm.

En una modalidad, las nanopartículas de grafeno comprenden, consisten esencialmente en, consisten en, o están en forma de plaquetas o escamas.

En una modalidad, las nanopartículas de grafeno comprenden, consisten esencialmente en, consisten en, o se forman a partir de múltiples capas de grafeno.

En una modalidad, la composición de lubricante comprende además un dispersante. Aunque en otras formas, la composición de lubricante no comprende un dispersante. En las modalidades en las que está presente un dispersante, se prefiere que el dispersante esté presente en una cantidad de alrededor de 0,001 % en peso hasta alrededor del 2 % en peso.

En una forma de la modalidad anterior, el dispersante se selecciona del grupo que consiste en: poliisobutileno succinimidas, (2-metoximetiletoxi) propanol, ácido octadecanoico, 12-hidroxi-polímero con alfa-hidro-omega-hidroxipoli (oxi1,2-etanodiilo, fraccionador de reformador catalítico, sulfonado, polímeros con formaldehído, sales de sodio, poli(oxi-1,2-etanodiilo), sal de a-sulfo-w-[2,4,6tris(1-feniletil)fenoxi]-amonio, etoxilatos de triestirilfenol, derivados de óxido de polialquileno de alcoholes, propano-1,2-diol, nafta, aceite base y combinaciones de los mismos con aceite mineral.

En una modalidad del segundo aspecto, el método comprende proporcionar nanopartículas de grafeno derivadas de un gas que contiene carbono.

En una encarnación del segundo aspecto, el paso de dispersión de las nanopartículas de grafeno comprende: formar una mezcla de nanopartículas de grafeno en el aceite base o lubricante completamente formulado; y someter la mezcla a un mezclado de alto cizallamiento.

En una forma de la modalidad anterior, el mezclado de alto cizallamiento se realiza a una tasa de cizallamiento de alrededor de 40,000 a alrededor de 60,000 s^{-1} .

En una forma de la modalidad anterior, el paso de someter la mezcla a un mezclado de alto cizallamiento se lleva a cabo durante un tiempo de alrededor de 5 minutos a alrededor de 72 horas.

En una modalidad del segundo aspecto, el método comprende además la adición de un dispersante a la mezcla.

En una modalidad del segundo aspecto, el método comprende además la producción de nanopartículas de grafeno a partir de un gas que contiene carbono.

En un tercer aspecto de la invención, se proporciona una composición lubricante formada de acuerdo con el método del segundo aspecto de la invención, y/o modalidades de la misma, y/o formas de la misma.

En un cuarto aspecto de la invención, se prevé el uso de una composición de lubricante de acuerdo con el primer o tercer aspecto de la invención, y/o las modalidades de la misma, y/o formas de la misma como un concentrado lubricante o un lubricante acabado.

Cualquiera de las características descritas en este documento puede combinarse en cualquier combinación con una o más de las otras características descritas en este documento dentro del alcance de la invención.

Las características preferidas, las modalidades y las variaciones de la invención se pueden discernir a partir de la siguiente Descripción detallada, que proporciona información suficiente para aquellos expertos en la técnica para realizar la invención. La Descripción Detallada no debe considerarse como una limitación del alcance de la Breve Descripción precedente en modo alguno.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a una composición de lubricante que comprende un aceite base o lubricante totalmente formulado con grafeno derivado de un gas que contiene carbono dispersado en el mismo y los métodos de formación de dicha composición de lubricante. Los inventores han encontrado que el uso de grafeno derivado de un gas que contiene carbono permite una dispersión más larga y mejor del grafeno en el aceite base o lubricante completamente formulado en comparación con el grafeno hecho de otras maneras, por ejemplo, grafeno derivado del grafito.

Los inventores han encontrado que la composición de lubricante de la presente invención exhibe una o más de protección mejorada contra el desgaste, transferencia de calor, protección mecánica del calor, y reduce la corrosión de los componentes mecánicos.

El grafeno derivado de un gas que contiene carbono es diferente del grafeno que se produce a partir del grafito. Los enfoques típicos para producir grafeno a partir de grafito incluyen procesos físicos como la exfoliación micro-mecánica del grafito o procesos químicos como el método Hummer modificado.

La exfoliación del grafito produce grafeno al eliminar capas de grafeno del grafito. Un problema con este método es que el grafeno resultante incluye cualquier impureza que esté presente en el grafito original, tales impurezas incluyen Fe, Co, Cu, Mo, Ni, Y Si (y óxidos de los mismos). En una composición de lubricante no es deseable la presencia de estas impurezas, ya que tienen un efecto nocivo sobre la dispersión del grafeno en el aceite base y la función resultante de la composición de lubricante, y en algunos casos pueden ser perjudiciales para las operaciones mecánicas y los componentes metálicos.

El método de Hummer modificado implica la oxidación química del grafito al óxido de

grafeno (GO). El óxido de grafeno puede reducirse químicamente a un óxido de grafeno reducido (rGO). Brevemente, el método incluye tratar el grafito con una solución oxidante que puede incluir, por ejemplo, permanganato de potasio, ácido sulfúrico y peróxido de hidrógeno para convertir el grafito en óxido de grafeno. El óxido de grafeno contiene grupos funcionales oxidados como hidroxilo, epoxi y grupos carboxilo. El óxido de grafeno puede reducirse a rGO utilizando métodos conocidos por los expertos en la técnica, por ejemplo, procesos químicos, térmicos o electroquímicos. Aunque este proceso de reducción es adecuado para reducir la densidad general de los grupos funcionales oxidados, el rGO resultante aún incluye grupos funcionales oxidados. La presencia de óxido de grafeno, óxido de grafeno reducido, o estos grupos funcionales oxidados en una composición de lubricante no son deseables, ya que tienen un efecto perjudicial sobre la dispersión del grafeno en el aceite base y la función resultante de la composición del lubricante y pueden en algunos casos ser perjudiciales para las operaciones mecánicas y componentes metálicos.

Además, el uso de varios reactivos químicos para promover la conversión de grafito a grafeno / GO / rGO también agrega impurezas químicas al grafeno resultante / GO / rGO que es indeseable en una composición lubricante, ya que estos igualmente tienen un efecto perjudicial en el lubricante, por ejemplo, por las razones expresadas anteriormente.

Además de la cuestión de impurezas, estos métodos a menudo resultan en poco control sobre el tamaño final del grafeno resultante / GO / rGO en términos de tamaño de partícula y espesor de capa, y a menudo está en forma de grafeno multicapa / GO / rGO con una amplia gama de tamaños de partículas.

En contraste con lo anterior, el grafeno derivado del gas que contiene carbono es de alta pureza. La ausencia de estas impurezas evita los efectos nocivos que estas impurezas tendrían en la composición de lubricante.

Las composiciones de lubricantes pueden formarse formando una mezcla de un aceite base (que puede ser, por ejemplo, uno o más aceites base minerales, aceites base semisintéticos, aceites base totalmente sintéticos, o mezclas de los mismos, de otro modo conocidos como aceites base del Grupo 1, Grupo 2, Grupo 3, Grupo 4, Grupo 5) o lubricante totalmente formulado con grafeno en una cantidad típicamente de: 0,001 % en peso hasta 0,01 % en peso, o 0,01 % en peso hasta 1 % en peso, o 0,1 % en peso hasta 1 % en peso,

o 1 % en peso hasta 2 % en peso, o 2 % en peso hasta 10 % en peso, o 10 % en peso a 20 % en peso, dependiendo de la aplicación prevista. El grafeno está típicamente en la forma de nanopartículas de grafeno que tienen un tamaño en el intervalo de alrededor de 2 nm y hasta alrededor de 250 nm y exhiben la morfología de escama o de plaqueta.

La mayoría de los casos en los que se desea un concentrado lubricante, el grafeno puede estar presente en una cantidad de desde: 0,001 % en peso hasta 0,01 % en peso, 0,01 % en peso hasta 1 %, 0,1 % en peso hasta 1 % en peso, 1 % en peso hasta 2 % en peso, 2 % en peso hasta 10 % en peso, 10 % en peso hasta el 20 % en peso. En tales casos, el concentrado lubricante puede almacenarse durante un período de tiempo antes de diluirse para formar un lubricante terminado. Debido a la alta concentración de grafeno y que el concentrado lubricante puede almacenarse durante un período de tiempo antes de su uso, la dispersión del grafeno en el aceite base es importante. Una ventaja del grafeno derivado del gas que contiene carbono es que debido a su alta pureza, para una fracción de peso dada, la composición del lubricante tiene una mayor carga de partículas de grafeno que en comparación con el grafeno derivado de fuentes menos puras, por ejemplo, el grafeno derivado del gas que contiene carbono puede utilizarse en una cantidad potencialmente hasta 100 veces menor que otros grafenos para lograr la misma o mayor carga de partículas que contribuye a las propiedades mejoradas de la composición de lubricante.

El concentrado lubricante puede diluirse con uno o más aceites base que pueden ser iguales o diferentes al aceite base del concentrado lubricante para formar el lubricante terminado.

De modo alternativo, cuando se desea un lubricante acabado, el grafeno puede estar presente en una cantidad de desde 0,001 % en peso hasta 0,01 %, 0,01 % en peso hasta 1 % en peso, 0,01 % en peso hasta 1 %, 1 % en peso hasta 2 % en peso, 2 % en peso hasta 10 % en peso, 10 % en peso hasta 20 % en peso.

En cualquier caso, el grafeno se agrega al aceite base y se somete a una mezcla de alto cizallamiento para suspender el grafeno en el aceite base. Los inventores han encontrado que mezclar a una tasa de cizallamiento de al menos $40,000\text{ s}^{-1}$ es beneficioso para dispersar el grafeno en el aceite base. El mezclado de alto cizallamiento puede ocurrir

por un período de alrededor de 5 minutos a alrededor de 72 horas dependiendo de la naturaleza del grafeno, el tipo de aceite base y la presencia de aditivos.

También se puede utilizar un dispersante para aumentar la estabilidad o homogeneidad de la dispersión y prolongar la vida útil del producto. Si se utiliza un dispersante, esto se añade típicamente en cantidad de alrededor de 0,001 % en peso hasta alrededor de 2 % en peso. Se puede utilizar una gama de dispersantes adecuados, por ejemplo, tensioactivos iónicos y no iónicos, polímeros, copolímeros y mezclas de los mismos. Los dispersantes adecuados incluyen: poliisobutileno succinimidas, propanol (2-metoximetiletoxi), ácido octadecanoico, 12-hidroxi-polímero con alfa-hidro-omega-hidroxipoli (oxi1,2-etanodiilo, fraccionador reformador catalítico, sulfonado, polímeros con formaldehído, sales de sodio, Poli(oxi-1,2-etanodiilo), sal de a-sulfo-w-[2,4,6tris(1-feniletil)fenoxi]-amonio, etoxilatos de triestirilfenol, derivados de óxido de polialquilenos de alcoholes, propano-1,2-diol, nafta o dispersantes disponibles comercialmente como DYSPERBYK 194N, DYSPERBYK 192, DYSPERBYK 199, DYSPERBYK 2013, DYSPERBYK 2015, Triton X-100, Brij L23, BrijO10, Ecoteric T20, Hydrapol RP40, Hydrapol RP90, Tersperse 2020, Tersperse 2218, Tersperse 2218, Tersperse 2288, Tersperse 2500, Tersperse 2510, y combinaciones de lo anterior.

Ejemplo 1

Los concentrados lubricantes se prepararon mezclando aceites base minerales, aceites base semisintéticos, y aceites base totalmente sintéticos con grafeno derivado de un gas que contiene carbono en un % en peso que van desde 0,001 % en peso hasta 0,01 %, 0,01 % en peso hasta 1 %, 0,01 % en peso hasta 1 %, 1 % en peso hasta 2 %, 2 % en peso hasta 10 % en peso, 10 % en peso hasta 20 % en peso utilizando un mezclador de alto cizallamiento. Los concentrados de lubricante entonces se diluyeron a una concentración final de grafeno de 0,001 % en peso hasta 0,01 %, 0,01 % en peso hasta 1 %, 0,01 % en peso hasta 1 %, 1 % en peso hasta 2 % en peso, 2 % en peso hasta 10 % en peso, 10 % en peso hasta 20 % en peso para los lubricantes terminados, dependiendo de la concentración inicial y la concentración final previstas.

Los lubricantes terminados fueron sometidos a pruebas de desgaste de bolas ASTM 4 modificadas y comparados con los resultados del mismo aceite base o lubricante

completamente formulado solo sin grafeno. Los resultados se muestran en **la Tabla 1** a continuación:

Tabla 1: Resultados modificados de la prueba ASTM

Modificado ASTM D2783	Prueba de presión extrema para fluidos lubricantes	Mejora de hasta el 5 %
Modificado ASTM D4172	Prueba preventiva de desgaste para fluidos lubricantes	Mejora de hasta el 20 %

Ejemplo 2

En este ejemplo se informan los resultados experimentales obtenidos mediante la mezcla de aceites base del Grupo 3 y del Grupo 4 con grafeno al 0,01 % en peso utilizando un mezclador de alto cizallamiento en ausencia de un dispersante.

El grafeno fue de grafeno multicapa con tamaños de partícula en el intervalo de 2 – 250 nm.

La Tabla 2 a continuación ilustra que la adición de grafeno resultó en mejoras significativas en el COF (coeficiente de fricción) de los aceites base del Grupo 3 y del Grupo 4.

Tabla 2: Los resultados muestran una mejora de la COF en un aceite base del Grupo 3

Descripción	Promedio de COF	Concentración de grafeno (% en peso)	Δ COF de control (%)	Tamaño de partícula de grafeno	Dispersante

				(nm)	
Grupo 3 Aceite base (control)	0,164	0,00	No aplicable	2 - 250	No aplicable
Aceite base del grupo 3	0,095	0,01	-42,10	2 - 250	No aplicable
Aceite base del grupo 3	0,096	0,01	-41,50	2 - 250	No aplicable
Aceite base del grupo 3	0,101	0,01	-38,40	2 - 250	No aplicable
Grupo 4 Aceite base (control)	0,103	0,00	No aplicable	2 - 250	No aplicable
Aceite base del grupo 4	0,089	0,01	-13,50	2 - 250	No aplicable
Aceite base del grupo 4	0,094	0,01	-8,70	2 - 250	No aplicable
Aceite base del grupo 4	0,094	0,01	-8,70	2 - 250	No aplicable

Ejemplo 3

Este ejemplo informa los resultados experimentales obtenidos mediante la mezcla de un aceite disponible comercialmente de Shell con 0,01 % en peso de grafeno utilizando un mezclador de alto cizallamiento en presencia de un dispersante.

El grafeno fue de grafeno multicapa con tamaños de partícula en el intervalo de 2 – 250 nm.

La Tabla 3 a continuación ilustra que la adición de grafeno resultó en mejoras significativas en el COF (coeficiente de fricción) del aceite de Shell disponible

comercialmente.

Tabla 3: Los resultados muestran una mejora de la COF en un aceite disponible comercialmente de Shell

Descripción	Promedio de COF	Concentración de grafeno (% en peso)	Δ COF de control (%)	Tamaño de partícula de grafeno (nm)	Dispersante
Aceite de Shell (control)	0,098	0,00	No aplicable	2 - 250	No aplicable
Aceite de Shell	0,090	0,01	-8,16	2 - 250	Sí

El experimento se repitió con una gama de dispersantes incluyendo: poliisobutileno succinimidas, propanol (2-metoximetiletoxi), ácido octadecanoico, 112-hidroxi-polímero con alfa-hidro-omega-hidroxipoli (oxi1,2-etanodiilo, fraccionador de reformador catalítico, sulfonado, polímeros con formaldehído, sales de sodio, Sal de poli(oxi-1,2-etanodiilo), a-sulfo-w-[2,4,6tris(1-feniletil)fenoxi]-amonio, etoxilatos de triestirilfenol, derivados de óxido de polialquileno de alcoholes, propano-1,2-diol. En cada caso, los experimentos arrojaron resultados similares.

Una persona experta en la técnica apreciará que muchas modalidades y variaciones se pueden hacer sin apartarse del ámbito de la invención actual. La referencia a lo largo de esta especificación a “una modalidad” o “una modalidad” significa que una característica, estructura o característica particular descrita en relación con la modalidad se incluye en al menos una modalidad de la presente invención. Por lo tanto, la aparición de las frases “en una modalidad” o “en una modalidad” en varios lugares a lo largo de esta especificación no

se refieren necesariamente a la misma modalidad. Además, las características, estructuras o características particulares pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más combinaciones.