

II] MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTOS

CAPÍTULO II

MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTOS

1. MATERIALES UTILIZADOS EN LA EXPERIMENTACIÓN

En este trabajo se han realizado ensayos para determinar el comportamiento de los líquidos iónicos, a través del ensayo de fricción y desgaste.

En los ensayos tribológicos se ha realizado, el contacto entre una bola de acero AISI 52100 y probetas de INCONEL 600 para determinar el comportamiento tribológico de los distintos líquidos iónicos empleados. Estos ensayos se realizaron a varias temperaturas: 25°C, 100°C y 200°C. A continuación se desarrollan las características de la probeta de Inconel 600 y la bola de acero del punzón.

1.1. Inconel 600

Como se describió en el capítulo anterior, el INCONEL 600 apareció en 1931, para equipos usados en la industria láctea, pero debido a sus buenas características mecánicas y excelente comportamiento frente a la corrosión a altas temperaturas, sus aplicaciones se incluyen en elementos para hornos, sector químico, alimenticio y nuclear.

En la siguiente tabla, se puede ver la composición química en porcentajes, entre dos valores, máximo y mínimo:

Tabla 2.1. Composición química Inconel 600

Composición Química								
	Ni	Cr	Fe	Si	Mn	Cu	C	S
Max	-	17	10	0,15	1	0,5	0,15	0,15
Min	72	14	6	0	0	0	0	0

La densidad del Inconel 600 varía entre 8.373 y 8.457 kg/m³. En la tabla 2.2 podemos observar las propiedades mecánicas:

Tabla 2.2. Propiedades mecánicas del Inconel 600

Módulo de Young (GPa)	207	217,6
Módulo de Cizalladura (GPa)	76	79,9
Módulo de elasticidad (GPa)	164,2	172,6
Ratio de Poisson	0,29	0,3018
Límite elástico (MPa)	221	262
Resistencia a la tracción (MPa)	517	586
Resistencia a la compresión (MPa)	241	462
Resistencia a la flexion (MPa)	221	262
Elongación (%)	25	35
Dureza Vickers (HV)	135	170
Resistencia a la fatiga a 10 ⁷ ciclos (MPa)	220	365
Tenacidad (MPam ^{1/2})	120	150
Coefficiente de pérdida mecánica	5E-4	1.3E-3

Las propiedades térmicas, se resumen en la tabla siguiente:

Tabla 2.3. Propiedades térmicas del Inconel 600

Temperatura de fusion (°C)	1355 - 1415
Temperatura máxima de servicio(°C)	882 - 982
Temperatura minima de servicio (°C)	-273
Conductividad térmica (W/mK)	14.7 - 15.93
Calor específico (J/kgk)	461 - 479.8
Coefficiente expansion térmica	12.42 - 13.06

Además de las propiedades anteriormente nombradas, se pueden nombrar una serie de propiedades características del Inconel 600:

- Resistencia eléctrica: $98 - 108 \mu\Omega/\text{cm}$
- Es opaco
- Inflamable
- Muy buena resistencia a la corrosión al agua dulce y salada
- Muy buena resistencia a la corrosión en medios ácidos débiles y buena en medios ácidos fuertes
- Muy buena resistencia a la corrosión en medios alcalinos débiles y fuertes
- Muy buena resistencia a la corrosión en disolventes orgánicos, radiación solar y oxidación.

En resumen, todas estas propiedades mecánicas, térmicas y frente a corrosión, son las que hacen que sea un material muy usado en equipamientos en industria química, en equipos de tratamientos térmicos, aeronáutica, componentes electrónicos y en reactores nucleares.

1.2. Punzón de acero

En el punzón de los ensayos pin-on-disk (figura 2.1.) se colocaron bolas de acero AISI 52100 templado, con un diámetro de 1,59 mm (1/16”).

Las bolas de acero son suministradas por la empresa Tecmicro.



Figura 2.1. Punzón con bola de acero.

2. LUBRICANTES USADOS EN LA EXPERIMENTACIÓN

2.1. Lubricante mineral

Se trata de un aceite base HN 95-10, cedido por la empresa Repsol-YPF. Las características de dicho lubricante se describen a continuación.

Tabla 2.4. Características del lubricante mineral.

Características	Método	Valores
Nº de muestras		10
Densidad a 15 °C (Kg/l)	ASTM D 1298	0,890
Destilación P.I. (°C)	ASTM D 1160	392
Destilación 5 % (°C)	ASTM D 1160	447
Destilación 10 % (°C)	ASTM D 1160	470
Destilación 40 % (°C)	ASTM D 1160	487
Destilación 50 % (°C)	ASTM D 1160	500
Destilación 60 % (°C)	ASTM D 1160	507
Destilación 70 % (°C)	ASTM D 1160	513
Destilación 80 % (°C)	ASTM D 1160	520
Destilación 90 % (°C)	ASTM D 1160	529
Destilación 95 % (°C)	ASTM D 1160	541
Destilación P. F. (°C)	ASTM D 1160	559
Recogido (%V)	ASTM D 1160	98
Azufre Total (%P)	ASTM D 4294	1,06
Corrosión Cobre	ASTM D 130	1B
Color ASTM	ASTM D 1500	2,5
Inflam. P/M (°C)	ASTM D 93	248
Inflam. V/A (°C)	ASTM D 92	261
C. Ramsbottom (%P)	ASTM 524	0,10
C. Conradson (%P)	TABLAS	0,15
Cenizas (%P)	ASTM D 482	0,00
Congelación (°C)	ASTM D 97	-9
Viscosidad 40 °C (cSt)	ASTM D 445	112,48
Viscosidad 100 °C (cSt)	ASTM D 445	11,96
Viscosidad 100 °F (SSU)	ASTM D 2161	490
Viscosidad 210 °F (SSU)	ASTM D 2161	64
Viscosidad 50 °C (°E)	ASTM D 445	8,96

Tabla 2.4. Características del lubricante mineral (continuación)

Índice de viscosidad	ASTM D 2270	95
I. Refracción (60 °C)	ASTM D 1747	1,4755
I. Refracción (20 °C)	ASTM D 1747	1,4885
Nº Neutral (mgKOH/g)	ASTM D 664	0,04
Pto. Anilina (°C)	ASTM D 611	102,4
Emulsión 82 °C (ml)	ASTM D 1401	0 (30')
Vol. Noack (%P)	DIN 51581	3,8
Espumas F/E 1 (ml)	ASTM D 892	110/0
Espumas F/E 2 (ml)	ASTM D 892	60/0
Espumas F/E 3 (ml)	ASTM D 892	40/0
C. Aromáticos (%)	BRANDES G.	7,7
C. Parafínicos (%)	BRANDES G.	62,1
C. Nafténicos (%)	BRANDES G.	30,2
Contenido PCA (%)	IP 346	0,5

Termogravimetría

Este análisis se realiza en un analizador Shimadzu TGA-50. La muestra se coloca en la termobalanza, realizándose el ensayo en atmósfera de N₂ (hasta 400 °C) o en aire (hasta 500 °C). La velocidad de calentamiento es de 10 °C/min.

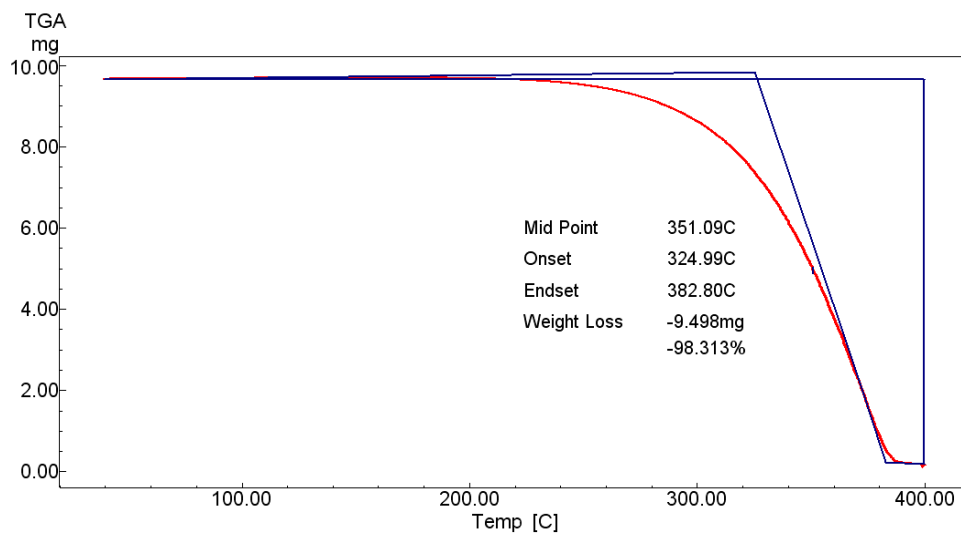


Figura 2.2. Análisis termogravimétrico en N₂ del aceite base mineral.

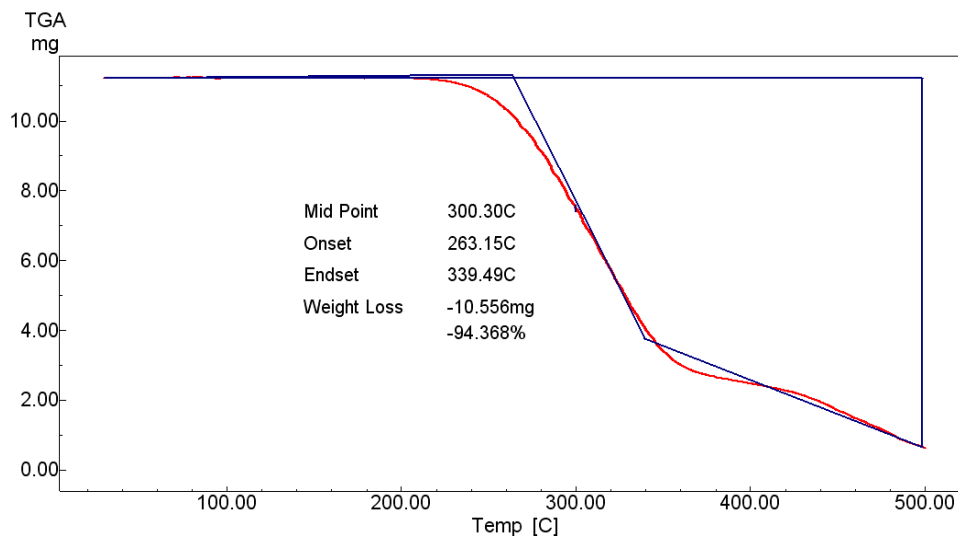


Figura 2.3. Análisis termogravimétrico en aire del aceite base mineral.

2.2. Líquido iónico L-108

Denominamos L-108 al tetrafluoroborato de 1-octil, 3-metilimidazolio (ver Figura 2.4). Es el aditivo utilizado con flúor y boro en el anión, en este caso con la cadena más larga de las utilizadas.

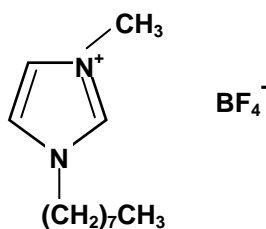


Figura 2.4. Estructura molecular del L108.

Propiedades físicas

- * Temperatura de fusión: -82 °C.
- * Temperatura de descomposición: 415 °C.
- * Densidad (20 °C): 1,12 g/cm³.
- * Viscosidad (20 °C): 344,35 mm²/s.

Termogravimetría

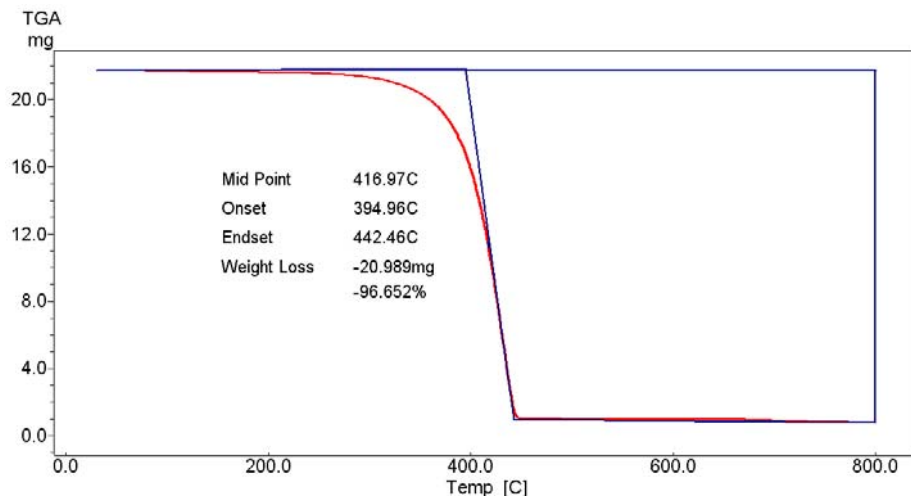


Figura 2.5. Análisis termogravimétrico en N₂ del L108.

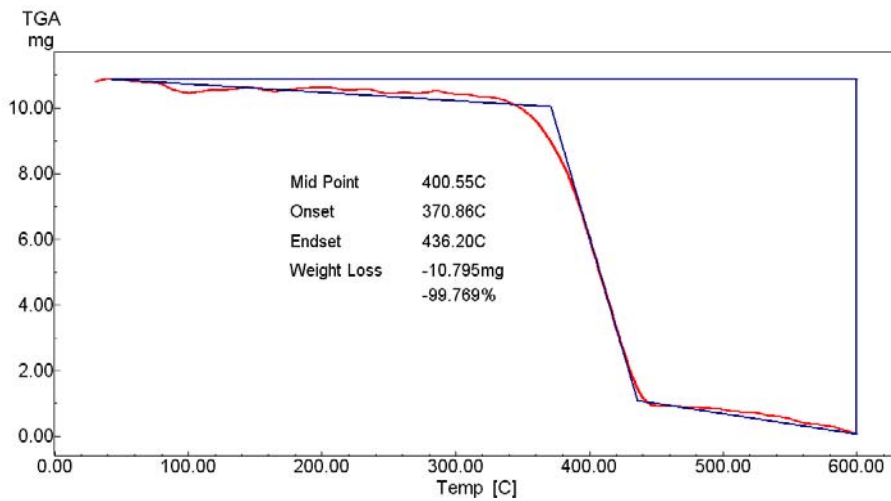


Figura 2.6. Análisis termogravimétrico en aire del L108.

Espectroscopía infrarroja

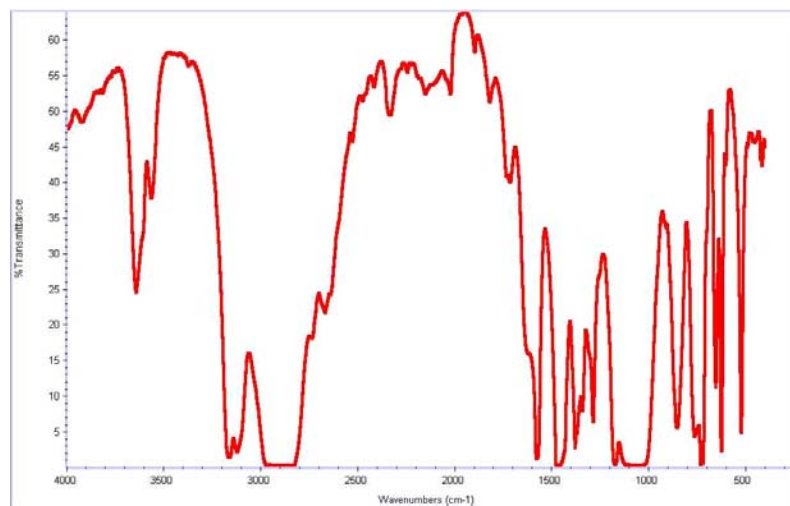


Figura 2.7. Espectro infrarrojo del L108.

2.3. Líquido iónico L-P106

Denominamos L-P106 al hexafluorofosfato de 1-hexil, 3-metilimidazolio (Figura 2.8.), un líquido iónico de cadena larga, conteniendo flúor y fósforo en su anión.

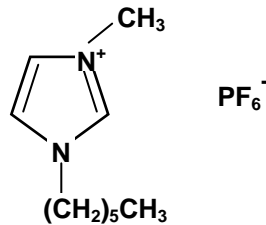


Figura 2.8. Estructura molecular del L-P106.

Propiedades físicas

- * Temperatura de fusión: -74 °C.
- * Temperatura de descomposición: 375 °C.
- * Densidad (20 °C): 1,30 g/cm³.
- * Viscosidad (20 °C): 547,70 mm²/s.

Termogravimetría

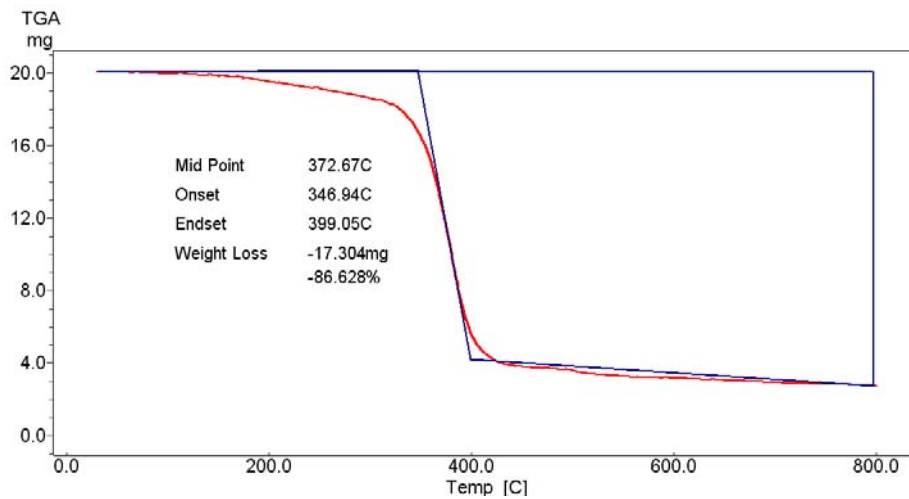


Figura 2.9. Análisis termogravimétrico en N₂ del L-P106.

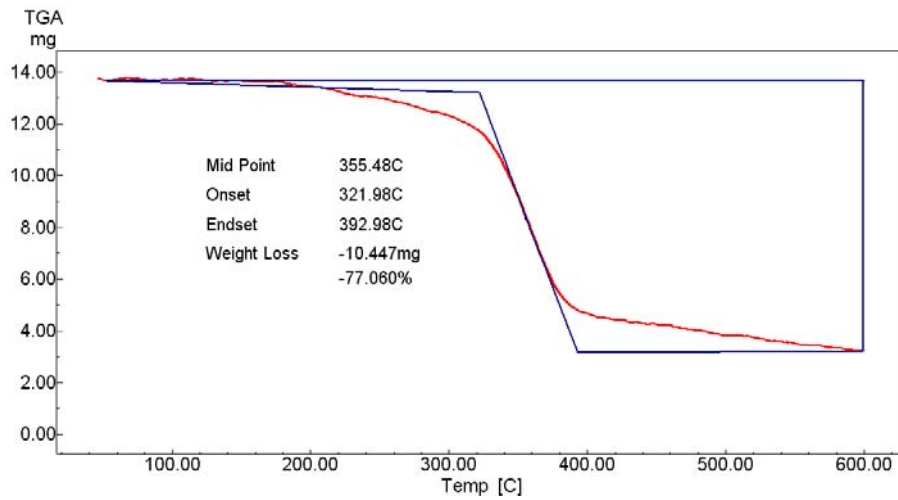


Figura 2.10. Análisis termogravimétrico en aire del L-P106.

Espectroscopía infrarroja

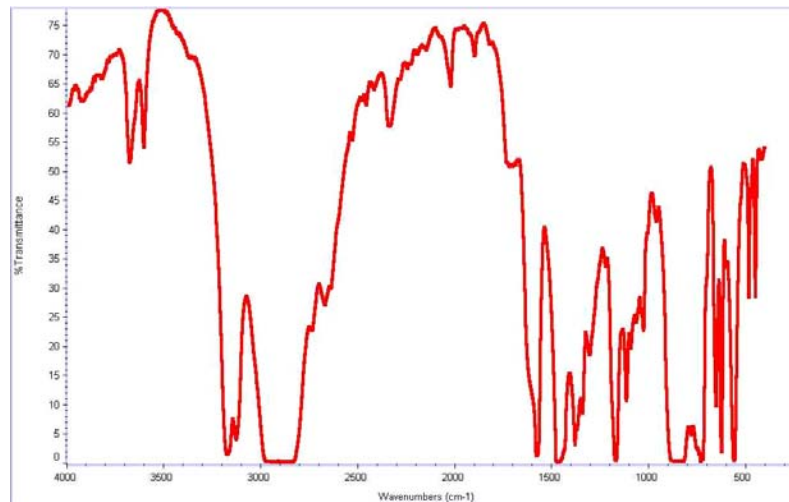


Figura 2.11. Espectro infrarrojo del L-P106.

3. EQUIPOS UTILIZADOS EN LA EXPERIMENTACIÓN

3.1. Tribómetro

Los estudios tribológicos se realizaron en el tribómetro modelo MT/30/SCM/T (figura 2.12), fabricado por Microtest, de tipo punzón sobre disco, de acuerdo con la norma ASTM G99 [4].

Los datos de los ensayos de fricción y desgaste se registran en tiempo real mediante el programa informático MT4001 acoplado al tribómetro. Este programa permite exportar los resultados a ficheros Excel de tipo ASCII.

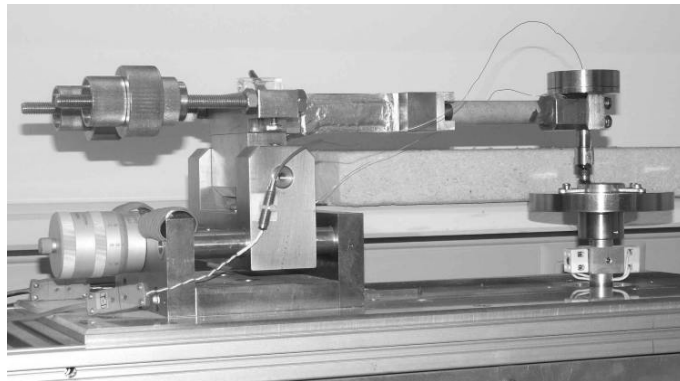


Figura 2.12. Tribómetro Microtest MT/30/SCM/T

En todos los ensayos de fricción y desgaste se utilizó la configuración de contacto punzón sobre disco, tal y como se muestra en el esquema de la figura 2.13.

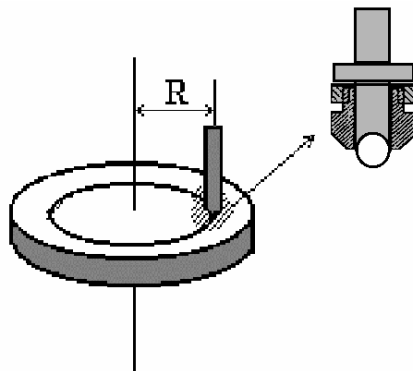


Figura 2.13. Detalle de la configuración de contacto y del punzón de acero.

3.2. Cortadora de precisión

El corte de las probetas para los ensayos de tribología se ha llevado a cabo con una cortadora de precisión ISOMET 4000 de la casa BUEHLER (ver figura 2.14).



Figura 2.14. Cortadora de precisión.

3.3. Pulidora metalográfica

Para el pulido de las probetas se ha utilizado una pulidora de la casa Buehler, modelo Phoenix Beta como la que se muestra en la figura 2.15.

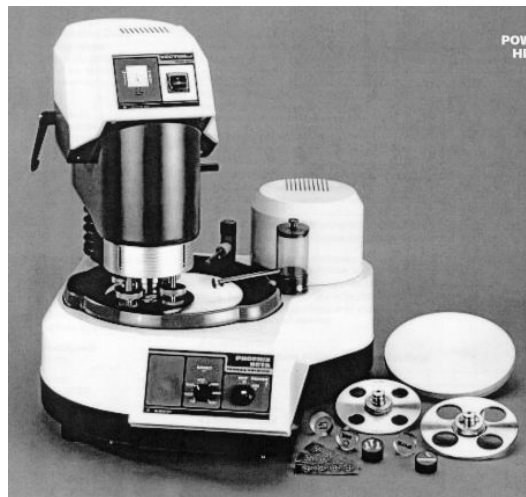


Figura 2.15. Pulidora metalográfica.

3.4. Rugosímetro

Para medir la rugosidad de las probetas se ha utilizado el rugosímetro de laboratorio Profiltest SM-7. Este equipo permite evaluar y medir la rugosidad según

tres normas: DIN, ISO y CNOMO. En el presente trabajo se ha utilizado la norma DIN 4768 [5].

Tanto con la norma DIN como con la ISO se puede seleccionar tanto el recorrido entre puntos de lectura o *cut off* (a elegir entre 0,25, 0,8 y 2,5 mm) como el número de puntos de lectura (entre 2 y 32). El valor de *cut off* se elegirá en función de la rugosidad media esperada en las probetas.

El rugosímetro va equipado con una pantalla digital LCD y un teclado de membrana con autorrepetición que permiten, junto con el menú, la configuración y ejecución de todas las funciones.

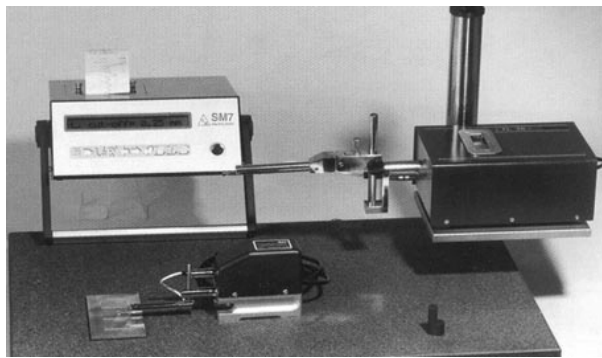


Figura 2.16. Rugosímetro SM-7.

3.5. Microscopía óptica

Para el estudio morfológico y metalográfico de los materiales sometidos a fricción y desgaste se ha utilizado el microscopio óptico Leica DMR (ver figura 2.17). Este microscopio lleva acoplado un analizador de imagen que utiliza el software Optimas. La medición de la anchura de las huellas de desgaste se ha realizado gracias a este software.

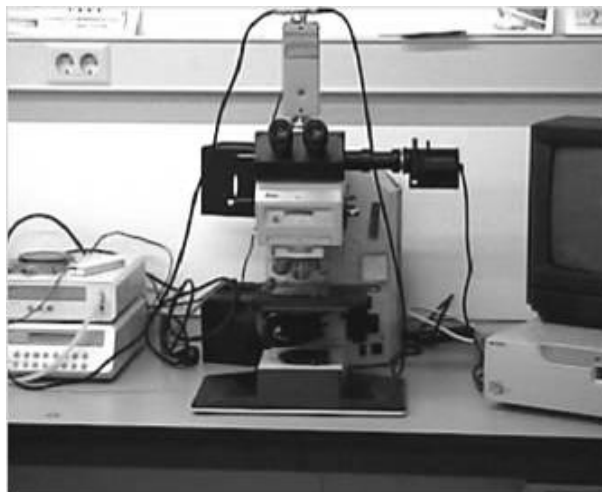


Figura 2.17. Microscopio óptico Leica DMR.

3.6. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El equipo utilizado ha sido el microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N (ver figura 2.18), con las siguientes características:

- Resolución de imagen de electrones secundarios: 3,5 nm.
- Aumentos: x8 – x300.000 (> 60 etapas).
- Voltaje de aceleración: 0,5 – 30 KV, ajustable por pasos.
- Corriente de sonda: 1 pA – 1 mA ajustables.
- Fuente de electrones: Filamento de W, polarización automática, con alineamiento electrónico del cañón.
- Lentes: Supresión de histéresis, corriente de sonda con ajuste manual o automático, corrección de astigmatismo manual y electrónica.
- Enfoque manual y automático con ajuste grueso y fino, rastreo automático de foco.
- Cámara y platina con motorización de los ejes X e Y.
- Detectores:
 1. Secundarios.
 2. Retrodispersados en modo composición y topográfico.



Figura 2.18. Microscopio electrónico de barrido.

El equipo lleva acoplados dos microanalizadores por dispersión de energía de rayos X (EDS):

- Detector de Rayos X Xray: Es un detector de Si(Li) de 138 eV de resolución, con ventana ultrafina para detección de elementos desde B hasta U (ver figura 2.19.a).
- Detector de Rayos X Xflash detector: Detector de Si, con sistema de enfriamiento Peltier y ventana de Be de 7,5 μm (ver figura 2.19.b).

Estos analizadores nos permiten la realización de mapas elementales, perfiles de distribución y cálculo semicuantitativo de la composición elemental en un punto, en un área o en toda la imagen. La profundidad de estos análisis realizados mediante EDS varía entre 1 y 2 μm , aumentando al disminuir el número atómico de la muestra.



a) Detector de Xray



b) Detector Xflash

Figura 2.19. Microanalizadores acoplados al microscopio electrónico de barrido.

3.7. Espectrofotómetro infrarrojo

Como ya se ha comentado, se ha utilizado el espectrómetro FT-IR Nicolet Magna FT-550 para la obtención de los espectros de los líquidos iónicos. Las características de este aparato son:

- Rango de Trabajo: 200 – 6400 cm^{-1} .
- Detector DTGS-CsI.
- Diámetro de apertura variable.
- Interferómetro de sistema AutoTune (alineación dinámica).
- Purga continua de CO_2 .
- Accesorio interno de reflectancia total atenuada, dotado con cristal de ZnSe, que nos permite obtener espectros de infrarrojo de sólidos y líquidos en un rango de trabajo de 650 – 6400 cm^{-1} .
- Librería de espectros.
- Celda de gases para análisis de los gases desprendidos en el analizador termogravimétrico.



Figura 2.20. Espectrómetro infrarrojo.

3.8. Espectroscopía de fotoelectrones de rayos X

Los análisis de rayos X por espectroscopía de fotoelectrones (XPS) han sido realizados en la Universidad de Alicante con un equipo de Physical Electronics, modelo 5701 Imaging XPS System. El sistema está dotado de un reactor de alto vacío con sistema de introducción de Muestras Kenotec. Algunas de sus prestaciones son:

- Detección y análisis cuantitativo de elementos ligeros (Li, B, C, N, O y F).
- Análisis de la composición y estructura de recubrimientos.
- Caracterización de superficies de biomembranas.
- También se han realizado análisis con un VG Escalab 200 R, equipo que cuenta con las siguientes características:
- Detector hemiesférico con 5 channeltrons (energía de paso: 2-200 eV).
- Fuente de rayos X con ánodo doble de Mg/Al, 300 W, 11 KV.
- Vacío de $3 \cdot 10^{-9}$ Torr.
- Cámara de pretratamiento en atmósfera y temperatura controladas.
- Cañón de iones en cámara de pretratamiento y cámara de análisis (ISS).
- Cañón de electrones para espectroscopía Auger.

Esta técnica nos permite obtener información acerca de la composición superficial de las muestras, ya que sólo los electrones de la superficie de las muestras o de unas pocas capas atómicas por debajo de ésta contribuyen al espectro obtenido. Las energías de ligadura obtenidas mediante XPS nos permiten conocer el estado químico de los elementos presentes en la superficie de las muestras. Estas energías de ligadura han sido referenciadas al pico del C 1s (284,6 eV) como una norma interna del sistema. La precisión es de $\pm 0,1$ eV.

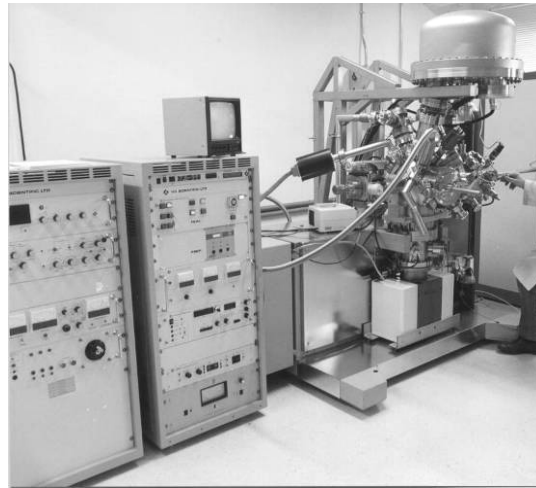


Figura 2.21. Analizador por XPS Escalab VG 200 R.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL DE LOS ENSAYOS DE FRICCIÓN Y DESGASTE

Partimos de la barra de INCONEL 600, cortándose las probetas necesarias para los ensayos en la cortadora antes nombrada. Una vez obtenidas las probetas, se pulen y se mide su rugosidad, siendo válidas si su rugosidad máxima está por debajo de 0,20. Después de esto, se realiza el ensayo de desgaste y fricción con el tribómetro. Una vez finalizado el ensayo, se mide la huella de desgaste en la pieza con el microscopio óptico, obteniendo así el volumen de desgaste total. Los valores de fricción son recogidos por el programa informático del tribómetro. Una vez realizado esto, las probetas, las bolas usadas para realizar el desgaste y las partículas formadas, son analizadas en el microscopio electrónico, donde también se analizan sus espectros EDS, para analizar los elementos que los componen. Por último, y debido a los resultados que se obtuvieron en la disminución del desgaste a 200°C con el LP-106, se analizaron con XPS las probetas a 100°C y 200°C.

El proceso experimental seguido se puede ver resumido en diagrama de flujo de la figura 2.22.

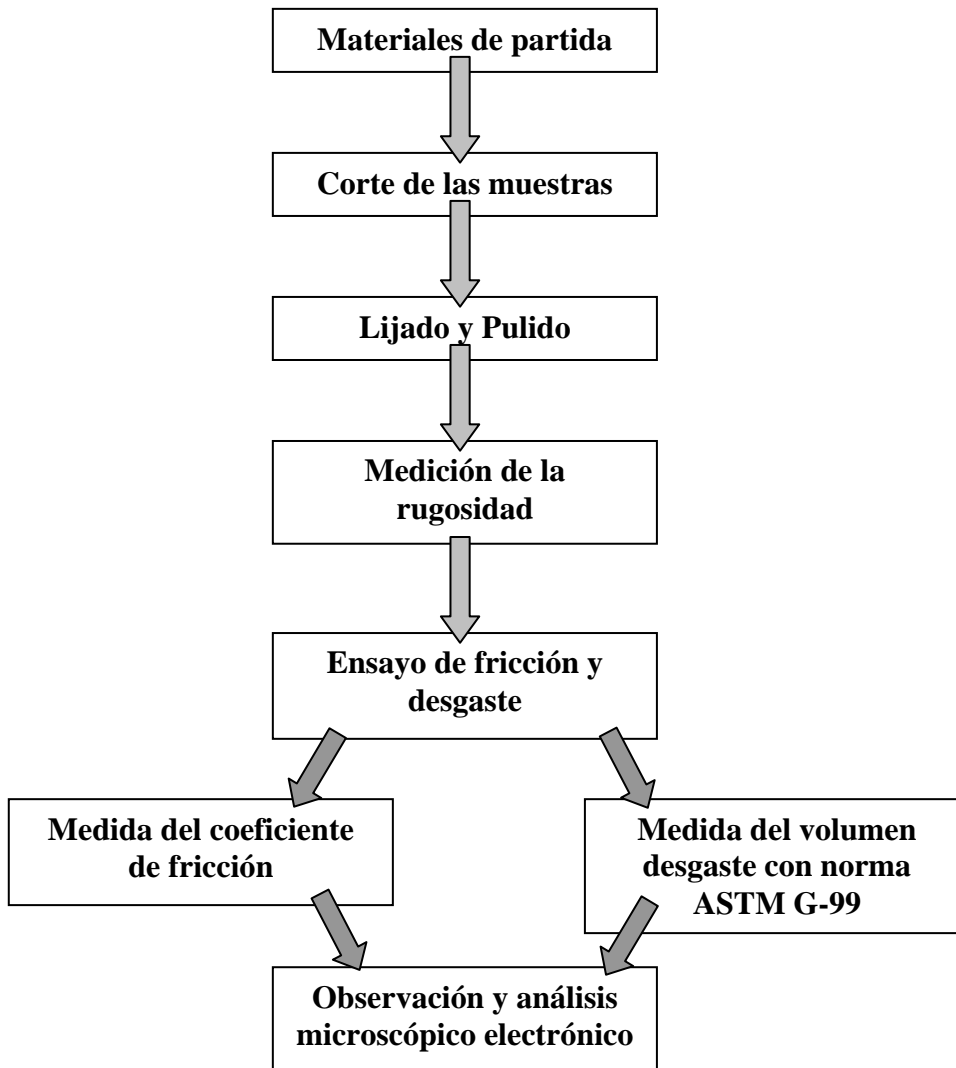


Figura 2.22. Procedimiento experimental seguido en los ensayos de fricción y desgaste.

4.1. Preparación de las probetas

Partimos de una barra de INCONEL 600 de 20 mm de diámetro, que se corta a una altura de 15 mm.

Se pule la superficie de las probetas hasta conseguir una rugosidad media R_a menor de $0,2 \mu\text{m}$. Para conseguir esta rugosidad se han utilizado discos de carburo de silicio de granulometrías: 400, 600, 1200 y 4000. El tiempo empleado con cada disco es de 3 minutos con una fuerza de 30 N

Una vez preparadas las probetas de Inconel 600, se tomaron los valores de rugosidad media (R_a) y máxima (R_{max}). De acuerdo con la norma DIN 4768 se han realizado medidas en tres direcciones distintas.

4.2. Presión de contacto

Teniendo en cuenta la configuración del contacto de punzón sobre disco, la presión de contacto se puede calcular aplicando la expresión de Hertz para el caso de una esfera sobre una superficie plana. Para una fuerza de 2,45N, la presión obtenida es de 0,92 MPa.

4.3. Medida de los coeficientes de fricción

Los datos de fricción se registran en tiempo real mediante el programa informático que acompaña al tribómetro, proporcionando las gráficas de fricción-distancia y fricción-tiempo para cada uno de los ensayos realizados. Estas gráficas se podrán observar en el Capítulo 3.

4.4. Medida del volumen de desgaste

La observación de las huellas de desgaste se realiza mediante el microscopio óptico conectado al sistema de análisis de imagen "Optimas". Se ha dividido la huella obtenida en 3 sectores y para cada sector se tomaron 10 medidas de la anchura de la huella, obteniéndose así un total de 30 medidas de la anchura de huella para cada uno de los ensayos.

El volumen de desgaste de cada una de las pruebas se determina a través de la anchura de la huella según la ecuación desarrollada a continuación y que se especifica en la norma ASTM G-99:

$$W = 2\pi R \left[r^2 \arcsen \left(\frac{d}{2r} \right) - \left(\frac{d}{4} \right) (4r^2 - d^2)^{1/2} \right] \quad \text{(Ec. 2.1)}$$

Donde:

R: radio de giro huella de desgaste.

d: anchura huella desgaste.

r: radio esférico del punzón.

El volumen de desgaste producido durante el ensayo, se calcula a partir de una anchura de huella que se corresponde con la media aritmética de las 30 medidas tomadas a lo largo de la superficie desgastada. Posteriormente se divide W por los metros de recorrido del ensayo para obtener el factor de desgaste (K) y poder comparar los distintos ensayos realizados.

4.5. Ensayos de fricción y desgaste con lubricación por LI.

Para la realización de los ensayos de fricción y desgaste se sitúa la probeta en el tribómetro previamente calibrado. A continuación, se extienden 0,5 ml del líquido iónico que va a ser usado como lubricante en la superficie de la probeta de Inconel 600, y se da comienzo al ensayo.

Todos los ensayos se llevaron a cabo con los siguientes parámetros:

- Punzón de acero: AISI 52100 de 0,8 mm de radio.
- Radio de giro: 6 mm.
- Velocidad: 0,15 ms^{-1} .
- Distancia recorrida: La distancia recorrida en los ensayos es de 850 m.
- Atmósfera de laboratorio.
- Cantidad de líquido iónico suministrada: 0,5 ml.
- Carga aplicada: Para todos los ensayos se utilizó una carga fija de 2,45 N. (presión de contacto de 0,92 GPa).