



**industriales**  
etsii

**Escuela Técnica  
Superior  
de Ingeniería  
Industrial**

# **UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA**

**Escuela Técnica Superior de Ingeniería  
Industrial**

## **Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno**

**TRABAJO FIN DE GRADO**

**GRADO EN INGENIERIA EN TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES**

**Autor: Rubén Pérez Sánchez**

**Director: Dr. Francisco J. Carrión Vilches**

**Codirector: María Dolores Avilés González**



**Universidad  
Politécnica  
de Cartagena**

**Cartagena, 26 de julio de 2018**

# Índice de contenidos

Capítulo 1. Introducción .....	12
1.1 Tribología .....	12
1.1.1 Desarrollo histórico de la tribología .....	12
1.1.2 Fricción .....	17
1.1.3 Desgaste .....	19
1.1.4 Lubricación .....	24
1.1.4.1 Objetivo y campos de aplicación .....	25
1.1.4.2 Sistema lubricante .....	25
1.1.4.3 Tipos de lubricación .....	28
1.1.4.4 Tipos de lubricantes .....	30
1.2 Líquidos iónicos.....	31
1.2.1 Definición .....	31
1.2.2 Composición química .....	31
1.2.3 Propiedades físico-químicas .....	32
1.2.3.1 Viscosidad .....	32
1.2.3.2 Densidad.....	32
1.2.3.3 Toxicidad.....	33
1.2.3.4 Punto de fusión.....	33
1.2.3.5 Solubilidad .....	33
1.2.3.6 Miscibilidad.....	33
1.2.3.7 Conductividad eléctrica.....	34
1.2.3.8 Presión de vapor .....	34
1.2.3.9 Estabilidad térmica .....	34
1.2.4 Los líquidos iónicos como lubricantes.....	35
1.2.5 Aplicaciones de los líquidos iónicos.....	35
1.3 Grafeno .....	36

1.3.1	Obtención del grafeno.....	36
1.3.2	Propiedades del grafeno.....	37
1.3.3	Utilidades del grafeno.....	38
	Capítulo 2. Objetivos.....	39
	Capítulo 3. Materiales, métodos y procedimiento experimental.....	40
3.1	Materiales empleados.....	40
3.1.1	Grafeno.....	40
3.1.2	Zafiro.....	41
3.1.3	Acero AISI 52100.....	41
3.1.4	Acero AISI 316L.....	42
3.1.5	Líquido iónico.....	43
3.2	Equipos utilizados.....	43
3.2.1	Pulidora metalográfica.....	43
3.2.2	Balanza.....	45
3.2.3	Termómetro e higrómetro.....	45
3.2.4	Baño ultrasonidos.....	46
3.2.5	Rugosímetro.....	46
3.2.6	Tribómetro.....	47
3.2.7	Perfilómetro.....	48
3.2.8	Microscopio óptico.....	49
3.2.9	Microscopio electrónico de barrido (SEM).....	50
3.2.10	Estufa de vacío.....	52
3.2.11	Dispersador.....	52
3.2.12	Homogeneizador ultrasónico.....	53
3.3	Procedimiento experimental.....	54
3.3.1	Pulido de probeta AISI 316L.....	54
3.3.2	Medida de la rugosidad.....	54

3.3.3	Preparación de ensayos .....	55
3.3.3.1	DPa Puro .....	55
3.3.3.2	DPa + 0,1% Grafeno .....	55
3.3.3.3	Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) .....	55
3.3.3.4	Capa fina de Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) .....	55
3.3.4	Ensayo de fricción y desgaste .....	55
3.3.5	Observación y análisis en microscopio (Leica) .....	56
3.3.6	Medida del volumen de desgaste (Perfilometría) .....	56
3.3.7	Observación y análisis en microscopio electrónico de barrido (SEM).....	57
Capítulo 4. Análisis de resultados .....		58
4.1	Ensayos de lubricación con DPa (Acero AISI 52100 – AISI 316L).....	58
4.1.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	58
4.1.2	Desgaste de la probeta .....	59
4.1.3	Mecanismos de desgaste .....	59
4.1.3.1	Microscopía óptica .....	59
4.1.3.2	Microperfilometría óptica de no contacto .....	61
4.1.3.3	Microscopía electrónica de barrido .....	61
4.1.3.4	Mapas elementales .....	63
4.2	Ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno (Acero AISI 52100 – AISI 316L) .....	64
4.2.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	64
4.2.2	Desgaste de la probeta .....	65
4.2.3	Mecanismos de desgaste .....	65
4.2.3.1	Microscopía óptica .....	65
4.2.3.2	Microperfilometría óptica de no contacto .....	67
4.2.3.3	Microscopía electrónica de barrido .....	67
4.2.3.4	Mapas elementales .....	69

4.3	Ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno (Zafiro – AISI 316L).....	70
4.3.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	70
4.3.2	Desgaste de la probeta .....	71
4.3.3	Mecanismos de desgaste .....	71
4.3.3.1	Microscopía óptica .....	71
4.3.3.2	Microperfilometría óptica de no contacto .....	73
4.3.3.3	Microscopía electrónica de barrido .....	73
4.3.3.4	Mapas elementales .....	75
4.4	Ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).....	76
4.4.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	76
4.4.2	Desgaste de la probeta .....	77
4.4.3	Mecanismos de desgaste .....	77
4.4.3.1	Microscopía óptica .....	77
4.4.3.2	Microperfilometría óptica de no contacto .....	78
4.4.3.3	Microscopía electrónica de barrido .....	79
4.4.3.4	Mapas elementales .....	80
4.5	Ensayo de lubricación con capa fina: agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) Lineal.....	81
4.5.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	81
4.5.2	Desgaste de la probeta .....	82
4.5.3	Mecanismos de desgaste .....	82
4.5.3.1	Microscopía óptica .....	82
4.5.3.2	Microperfilometría óptica de no contacto .....	83
4.5.3.3	Microscopía electrónica de barrido .....	84
4.5.3.4	Mapas elementales .....	85
4.6	Ensayo de lubricación con capa fina: agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro – AISI 316L) Lineal .....	85

4.6.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	85
4.6.2	Desgaste de la probeta .....	86
4.6.3	Mecanismos de desgaste .....	87
4.6.3.1	Microscopía óptica .....	87
4.6.3.2	Microperfilometría óptica de no contacto .....	88
4.6.3.3	Microscopía electrónica de barrido .....	89
4.6.3.4	Mapas elementales .....	89
4.7	Comparación de los resultados .....	90
4.7.1	Comparación ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).....	90
4.7.2	Comparación ensayos de lubricación con DPa, DPa + 0,1% Grafeno y agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L). .....	93
4.7.3	Comparación ensayos de lubricación con capa fina: Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L). .....	95
	Capítulo 5. Conclusiones y perspectivas futuras .....	98
	Bibliografía.....	100

# Índice de figuras

Figura 1. Transporte de estatuas mediante patines lubricados. ....	13
Figura 2. Ilustraciones de los experimentos de Leonardo da Vinci sobre el rozamiento. ...	14
Figura 3. Modelo de rugosidad del rozamiento de Coulomb. ....	15
Figura 4. Pieza con desgaste adhesivo. ....	20
Figura 5. Desgaste por abrasión. a) Desgaste de dos cuerpos. (b) Desgaste de tres cuerpos .....	21
Figura 6. Desgaste abrasivo.....	21
Figura 7. Desgaste por fatiga superficial.....	22
Figura 8. Mecanismos de desgaste. ....	23
Figura 9. Película de lubricante entre dos cuerpos en contacto.....	24
Figura 10. Curva de Stribeck.....	27
Figura 11. Mapa regímenes de lubricación. ....	27
Figura 12. Lubricación límite. ....	29
Figura 13. Lubricación hidrodinámica. ....	29
Figura 14. Lubricación hidrostática.....	29
Figura 15. Muestra de grafeno.....	40
Figura 16. Propiedades del zafiro. ....	41
Figura 17. Estructura química DPa.....	43
Figura 18. Pulidora metalográfica. ....	44
Figura 19. Papeles de desbaste. ....	44
Figura 20. Balanza electrónica. ....	45
Figura 21. Termómetro.....	45
Figura 22. Baño ultrasonidos.....	46
Figura 23. Rugosímetro. ....	47
Figura 24. Tribómetro circular. ....	48
Figura 25. Tribómetro lineal.....	48
Figura 26. Perfilómetro. ....	49
Figura 27. Microscopio óptico. ....	50
Figura 28. Microscopio óptico de barrido. ....	51
Figura 29. Estufa de vacío. ....	52
Figura 30. Dispersador. ....	53
Figura 31. Homogeneizador ultrasónico. ....	53

Figura 32. Diagrama procedimiento experimental.....	54
Figura 33. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (DPa).....	58
Figura 34. Huella de la probeta a 10x (DPa).....	60
Figura 35. Huella de la bola a 20x (DPa).....	60
Figura 36. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con DPa.....	61
Figura 37. Micrografía de la huella a 100x (DPa).....	62
Figura 38. Micrografía de la huella a 200x (DPa).....	62
Figura 39. Mapas elementales de la probeta lubricada con DPa.....	63
Figura 40. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (DPa + 01% Grafeno)..	64
Figura 41. Huella de la probeta a 10x (DPa + 01% Grafeno). ..	66
Figura 42. Huella de la bola a 20x (DPa + 01% Grafeno). ..	66
Figura 43. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con DPa + 01% Grafeno. ....	67
Figura 44. Micrografía de la huella a 100x (DPa + 01% Grafeno). ....	68
Figura 45. Micrografía de la huella a 200x (DPa + 01% Grafeno). ....	68
Figura 46. Mapas elementales de la probeta lubricada con DPa + 01% Grafeno .....	69
Figura 47. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (DPa + 01% Grafeno)..	70
Figura 48. Huella de la probeta a 10x (DPa + 01% Grafeno). ....	72
Figura 49. Huella de la bola a 10x (DPa + 01% Grafeno). ....	72
Figura 50. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con DPa + 01% Grafeno. ....	73
Figura 51. Micrografía de la huella a 100x (DPa + 01% Grafeno). ....	74
Figura 52. Micrografía de la huella a 200x (DPa + 01% Grafeno). ....	74
Figura 53. Mapas elementales de la probeta lubricada con DPa + 01% Grafeno. ....	75
Figura 54. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (Agua + ( DPa +0,1% Grafeno)). ....	76
Figura 55. Huella de la probeta a 10x (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)). ....	77
Figura 56. Huella de la bola a 20x (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)).....	78
Figura 57. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)). ....	78
Figura 58. Micrografía de la huella a 100x (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)). ....	79
Figura 59. Micrografía de la huella a 200x (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)). ....	79
Figura 60. Mapas elementales de la probeta lubricada con (Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)). ....	80



Figura 61. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	81
Figura 62. Huella de la probeta a 10x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	83
Figura 63. Huella de la bola a 20x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	83
Figura 64. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	84
Figura 65. Micrografía de la huella a 80x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	84
Figura 66. Mapas elementales de la probeta lubricada con (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	85
Figura 67. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	86
Figura 68. Huella de la probeta a 10x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	87
Figura 69. Huella de la bola a 20x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	88
Figura 70. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	89
Figura 71. Micrografía de la huella a 80x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	89
Figura 72. Mapas elementales de la probeta lubricada con (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).	90
Figura 73. Variación del coeficiente de fricción con la distancia de los ensayos de lubricación con DPa+0,1%Grafeno (Acero AISI 52100 –AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).	91
Figura 74. Comparativa del coeficiente de fricción de los ensayos de lubricación con DPa+0,1%Grafeno (Acero AISI 52100 –AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).	92
Figura 75. Comparativa del factor de desgaste de los ensayos de lubricación con DPa+0,1%Grafeno (Acero AISI 52100 –AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).	92
Figura 76. Variación del coeficiente de fricción con la distancia de los ensayos de lubricación con DPa, DPa+0,1%Grafeno y agua + 1 % (DPa + 0,1 % Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).	93
Figura 77. Comparativa del coeficiente de fricción de los ensayos de lubricación con DPa, DPa+0,1%Grafeno y agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).	94
Figura 78. Comparativa del factor de desgaste de los ensayos de lubricación con DPa, DPa+0,1%Grafeno y agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).	95

Figura 79. Variación del coeficiente de fricción con la distancia de los ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1%Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L). .....	96
Figura 80. Comparativa del coeficiente de fricción de los ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1%Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L)...	97
Figura 81. Comparativa del factor de desgaste de los ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1%Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).....	97

# Índice de tablas

Tabla 1. Composición química Acero AISI 52100. ....	41
Tabla 2. Características adicionales.....	42
Tabla 3. Composición química Acero 316L.....	42
Tabla 4. Propiedades térmicas y eléctricas del acero AISI 316L. ....	42
Tabla 5. Propiedades mecánicas del acero AISI 316L. ....	43
Tabla 6. Propiedades perfilómetro.....	49
Tabla 7. Propiedades estufa de vacío.....	52
Tabla 8. Valores más representativos (DPa). ....	58
Tabla 9. Coeficiente de fricción. ....	59
Tabla 10. Volumen y factor de desgaste.....	59
Tabla 11. Valores más representativos (DPa + 01% Grafeno).....	64
Tabla 12. Coeficiente de fricción. ....	65
Tabla 13. Volumen y factor de desgaste.....	65
Tabla 14. Valores más representativos (DPa + 01% Grafeno).....	70
Tabla 15. Coeficiente de fricción. ....	71
Tabla 16. Volumen y factor de desgaste.....	71
Tabla 17. Coeficiente de fricción. ....	76
Tabla 18. Volumen y factor de desgaste.....	77
Tabla 19. Valores más representativos (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).....	81
Tabla 20. Coeficiente de fricción. ....	82
Tabla 21. Volumen y factor de desgaste.....	82
Tabla 22. Valores más representativos (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).....	86
Tabla 23. Coeficiente de fricción. ....	86
Tabla 24. Volumen y factor de desgaste.....	87



# Capítulo 1. Introducción

---

## 1.1 Tribología

La **tribología** [1] se define como la ciencia y tecnología de las superficies sólidas que interactúan en movimiento. Estudia la fricción, lubricación y prevención del desgaste que se produce en estas durante el contacto que mantienen, con el objetivo de comprender las interacciones superficiales y poder ofrecer mejoras en determinadas aplicaciones.

La tribología es interdisciplinaria, es decir, no se trata de una única ciencia ya que se basa en el conocimiento de diversos ámbitos como son, por ejemplo: la física, la química, la mecánica, la termodinámica, la ingeniería de materiales, y mucho más.

La palabra [2] procede del griego “*tribos*” que significa “frotar o rozar”, por lo que la traducción literal de esta palabra sería “*la ciencia del rozamiento*”. El término no se hizo realmente popular hasta 1966, con la publicación del informe Jost [3], llevado a cabo por el Ministerio de Educación y Ciencia de Gran Bretaña, el cual, analizó el impacto que tiene la tribología en la economía, poniendo de manifiesto que el PIB de las naciones obtendría beneficios si se empleasen mejores prácticas tribológicas.

Como se ha comentado anteriormente, la tribología implica:

- ❖ **Fricción:** resistencia al movimiento que sufre un cuerpo, al moverse en contacto con otro.
- ❖ **Lubricación:** usar un fluido con el propósito de disminuir la fricción y el desgaste.
- ❖ **Desgaste:** pérdida de material de la superficie de un cuerpo a consecuencia de la fricción y del movimiento.

### 1.1.1 Desarrollo histórico de la tribología

A lo largo de la historia [4], con el fin de favorecer a los seres humanos, se han dado evidencias de que se llevaban a cabo ciertas medidas con el fin de influir en la fricción y prevenir el desgaste de los materiales.

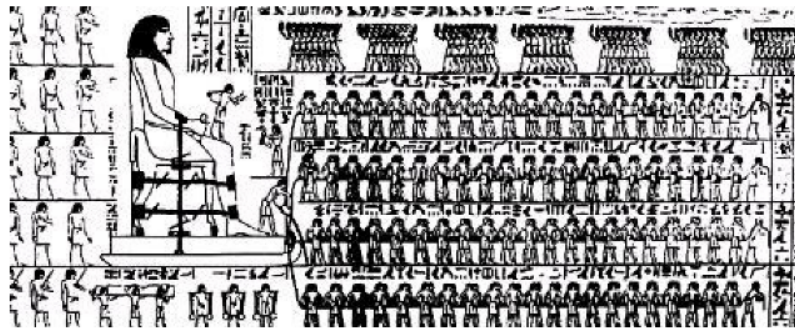


Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

El ser humano siempre ha buscado usar lubricantes eficientes. Por ejemplo, los chinos, en el 3500 a.C., aprovechaban el efecto lubricante del agua; los egipcios, en el 1400 a.C., utilizaban grasas animales o aceite de oliva. A comienzo 1900, se descubrió la idoneidad del aire como lubricante.

El rodamiento debe su nombre y su origen a los "elementos rodantes", las maderas redondas que utilizaban los egipcios en tiempos de faraones. Este método permitía aumentar la velocidad de trabajo, solucionar el problema de la fricción y que las tareas fueras menos duras.



*Figura 1.* Transporte de estatuas mediante patines lubricados.

Como se puede apreciar en la imagen anterior, existen evidencias gráficas sobre cómo el transporte de algunas estatuas egipcias en el 1.880 a.C., aproximadamente, se realizaba ya con patines lubricados.

La base del trono del faraón se humedecía con aceite de oliva para lubricarla y conseguir así, reducir la fricción que se producía.

En épocas posteriores se utilizaban principalmente grasas animales y aceites vegetales como lubricantes.

En el año 1500, Leonardo da Vinci comenzó a estudiar el tema de la fricción, examinando el coeficiente de rozamiento en un plano inclinado.

También realizó estudios sobre rozamiento en superficies horizontales, inclinadas y rodamientos lisos. De estos estudios surgieron la *primera y segunda ley de rozamiento de Leonardo da Vinci*.

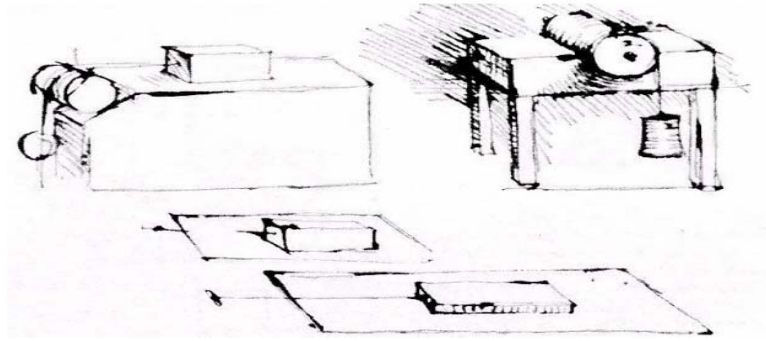


Figura 2. Ilustraciones de los experimentos de Leonardo da Vinci sobre el rozamiento.

Aunque el comienzo real de la tribología se sitúa en el Renacimiento. Sin embargo, los conocimientos sobre fricción y desgaste no conllevan nuevos desarrollos de los lubricantes.

En el siglo XVII Guillaume Amontons, redescubrió las leyes del rozamiento estudiando el deslizamiento seco de dos superficies planas. Las conclusiones que este obtuvo son las siguientes:

- ❖ La fuerza de rozamiento se opone al movimiento de un cuerpo que se desliza sobre un plano.
- ❖ La fuerza de rozamiento es proporcional a la fuerza normal que ejerce el plano sobre el cuerpo.
- ❖ La fuerza de rozamiento es independiente de la superficie aparente de contacto.

Además, debe tenerse en cuenta que la fuerza de rozamiento depende de la adhesión y de la abrasión.

En 1699, presentó dos leyes a la Academia Real en 1699, las cuales constituyen la base de la comprensión empírica de la **tribología**.

Por su parte, Desagulier (1683-1744) reconocía la importancia tanto de la adhesión como de la cohesión para el proceso de fricción. Sin embargo, no pudo poner su idea de acuerdo con las leyes de rozamiento cuantitativas.

Newton (1687) definió el parámetro conocido como **viscosidad dinámica**.

La **viscosidad dinámica**, se toma del tiempo que tarda en fluir un líquido a través de un tubo capilar a una determinada temperatura y se define como:



$$\mu = \frac{\tau}{\frac{\partial u}{\partial y}} \quad (1)$$

Se mide en "poises" (g/cm x s) y es inherente a cada líquido en particular pues depende de su masa.

Coulomb (1736 - 1806), por otra parte, desarrolló la rugosidad superficial y la fricción mixta y trató la relación entre las fuerzas horizontales y la componente del peso.

Según el modelo de Coulomb, *el coeficiente de rozamiento de una superficie de este tipo depende de la carga*, es decir, que la **fuerza de rozamiento es proporcional al peso**.

El rozamiento es únicamente función del ángulo medio de inclinación de la rugosidad. Cuanto más lisa sea la superficie, más pequeño debe ser el rozamiento. Una consecuencia que llevó al reconocimiento del modelo de Coulomb. Sin embargo, el modelo tenía un fallo determinante: no dispone de componentes disipativos. Según Coulomb, la fricción de deslizamiento no es un proceso que consuma energía.

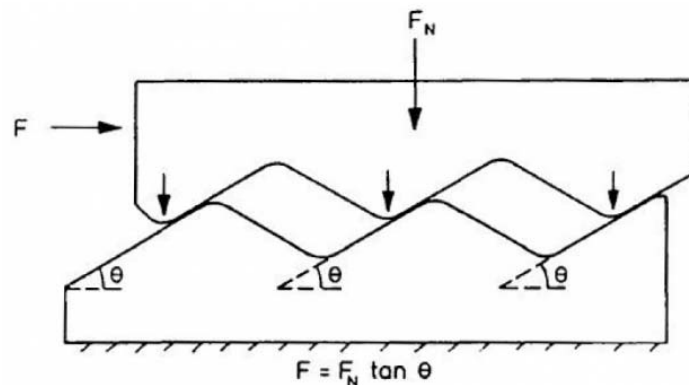


Figura 3. Modelo de rugosidad del rozamiento de Coulomb.

En la imagen anterior se puede apreciar que la fuerza normal, FN, se distribuye entre las elevaciones con el mismo ángulo de inclinación.

En la Revolución Industrial (1750 - 1850) se llevaron a cabo avances en el desarrollo de lubricantes. Esto se debió a los diversos conocimientos de mecánica de fluidos, el flujo viscoso, la creciente demanda del desarrollo industrial de volumen y calidad de los lubricantes y a la rápida sustitución de los aceites vegetales y animales por aceites minerales.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

Ya en el siglo XIX, los componentes de lubricación sufrieron un gran avance en la industrialización. En este momento existía una gran necesidad de cojinetes de fabricación industrial. En la mayoría de los casos, los rodamientos se guiaban por una corona que los mantenía a una distancia constante entre sí y evitaba un contacto entre ambos.

El periodo comprendido entre 1850 y 1925 se conoce como el de los "avances técnicos". De lubricación sólida se pasa a lubricantes líquidos, para la lubricación de rodamientos y correderas. En aquella época se necesitaban cantidades casi ilimitadas de lubricante barato: el aceite lubricante mineral podía emplearse en casi cualquier ámbito.

Tras la Primera Guerra Mundial, es cuando realmente comienza la verdadera tribología. Cargas, velocidad y temperaturas elevadas marcaron un mayor desgaste del par de fricción. Los lubricantes tuvieron que adaptarse a unas condiciones más estrictas.

Los conceptos modernos de aditivación de lubricantes comenzaron en los años 30 del último siglo. Aparecieron mejoradores del índice de viscosidad, mejoradores del punto de escurrimiento, inhibidores de la oxidación y la corrosión, etc.

A su vez, y debido a los grandes desgastes que se producían por las altas temperaturas, comenzaron a desarrollarse los aceites sintéticos.

Tras la Segunda Guerra Mundial, se comparaban los aceites sintéticos con el lubricante sólido de disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ), un lubricante óptimo para condiciones excepcionales.

En el último siglo, con el fin de poder asegurar una buena lubricación, el uso de aceites lubricantes sintéticos se ha incrementado. Estos se caracterizan, por ejemplo, por una alta estabilidad térmica, bajo coeficiente de rozamiento, miscibilidad en agua y son altamente inflamables.

Por otro lado, en algunos casos también se hace uso de las grasas – materiales semifluidos compuestos por un aceite (mineral, sintético o vegetal) y un agente espesante (jabón, litio, calcio, aluminio, espesantes inorgánicos, etc.) –. En muchas ocasiones se utilizan estas en lugar de los aceites ya que no se mueven de la zona donde se aplican.

El campo de aplicación de los lubricantes es muy importante, ya que "*sin lubricación, nada funciona*".





## 1.1.2 Fricción

La fricción [5] se puede definir como la fuerza de resistencia que se opone al movimiento, o a los intentos de iniciar el movimiento entre dos superficies que se encuentran en contacto.

Este tipo de fuerza [6] es tangencial a la superficie y opuesta al movimiento y al sentido del cuerpo. La fricción se puede calcular a partir de la siguiente ecuación [7]:

$$F_r = \mu N \quad (2)$$

Por su parte, el rozamiento [8] se produce por las imperfecciones que se pueden encontrar en las superficies ya que, aunque una superficie se considere lisa por su aspecto a simple vista, siempre presenta alguna irregularidad microscópica. Por tanto, este depende tanto de la naturaleza como del acabado que presenten las superficies que se encuentran en contacto.

Para que exista fricción [9], las superficies que se encuentran en contacto deben permanecer unidas a través de una fuerza normal, siendo el valor de la fuerza de fricción proporcional al de esta fuerza.

También depende de otro factor, el *coeficiente de fricción* ( $\mu$ ), que se define como la relación existente entre la fuerza de fricción ( $F_r$ ) y la fuerza aplicada en dirección normal ( $N$ ). Es un parámetro adimensional.

Como se ha mencionado anteriormente, este coeficiente depende de una serie de factores [10,11] como son el acabado de la superficie, la velocidad, el tipo de lubricante, la presión, el tipo de material, etc. Si se quiere reducir este efecto, se pueden lubricar o pulir las superficies, por ejemplo.

Hay que destacar dos coeficientes de fricción [7], como son:

- ❖ **Coeficiente de rozamiento estático:** antes de iniciar el movimiento, este coeficiente representa la máxima fuerza que el cuerpo puede soportar.
- ❖ **Coeficiente de rozamiento dinámico:** una vez iniciando el movimiento, es el coeficiente que representa la fuerza que es necesaria aplicar para que el cuerpo se mantenga en movimiento.



Estos coeficientes mencionados anteriormente, proceden de las fuerzas esenciales de fricción [12].

- ❖ **Fricción estática:** es la resistencia que opone un cuerpo que se encuentra en reposo a deslizarse sobre otra superficie, es decir, se opone a iniciar el movimiento.

El *coeficiente de fricción estático*,  $\mu_e$ , es la relación entre la máxima fuerza de fricción estática (instante a partir del cual un objeto está a punto de iniciar el movimiento) y la fuerza normal.

$$\mu_e = \frac{F_e}{N} \quad (3)$$

- ❖ **Fricción dinámica:** es aquella que se da cuando un objeto que se encuentra en estado de reposo comienza a moverse.

El *coeficiente de fricción dinámico*,  $\mu_d$ , es la relación de la fuerza de rozamiento que actúa sobre un cuerpo que está en movimiento y la fuerza normal que contribuye a mantener unidas las dos superficies.

$$\mu_d = \frac{F_d}{N} \quad (4)$$

Además, se cumple que la fuerza de fricción estática es mayor que la fuerza de fricción dinámica, debido a que para que un cuerpo inicie un movimiento, se necesita aplicar más fuerza que para que este mantenga la velocidad una vez iniciado dicho movimiento.

Todas las formas de fricción o rozamiento se pueden clasificar en tres clases:

- ❖ **Fricción por deslizamiento** [13]: se produce en las superficies de dos cuerpos sólidos, no lubricados, que se encuentran en contacto y que desliza uno sobre otro en sentidos opuestos. También se conoce como rozamiento de Coulomb o rozamiento seco.

Depende de la fuerza normal que oprime una superficie contra otra y de la naturaleza de los materiales que se encuentren en contacto.



- ❖ **Fricción por rodadura** [14]: se produce cuando un cuerpo se encuentra en contacto con otra superficie y rueda sobre esta, deformándose continuamente, ambos o uno de ellos.

El coeficiente de fricción por rodadura,  $\mu_r$ , representa la proporcionalidad entre el módulo de la fuerza de fricción por rodadura y el módulo de la fuerza normal.

- ❖ **Fricción en fluidos** [10]: en un líquido, dicha fricción se opone al movimiento de unas moléculas sobre otras. La fricción interna que se produce en los fluidos se denomina *viscosidad*.

Debido a esta fricción interna (viscosidad), hay que realizar una fuerza para que una capa de fluido se deslice sobre otra o para que una superficie se deslice sobre otra si entre ambas existe una capa de fluidos.

La viscosidad disminuye si aumenta la temperatura.

### 1.1.3 Desgaste

El desgaste [15] es la pérdida de material que se produce en la superficie de un cuerpo que se encuentra en contacto con otro, cuando estos se encuentran en movimiento relativo.

Según la Norma ASTM G40-05 [16], se puede definir como el “*daño que se produce en una superficie sólida, generalmente con pérdida progresiva de material, debido al movimiento relativo entre la superficie y otra sustancia o sustancias en contacto con ella*”.

Los factores [15] que favorecen el desgaste son:

- ❖ **Diferencias existentes en las propiedades de los materiales que están en contacto** (dureza, composición química, elasticidad, fragilidad, etc).
- ❖ **Presencia de otros factores** como puede ser el polvo, gas, partículas de desgaste, óxidos, degradación de lubricantes, etc.)
- ❖ **Condiciones que superan los límites:** temperatura, presión, lubricación (inadecuado o ausente), etc.



El desgaste no se puede eliminar totalmente, pero se puede intentar reducir teniendo controlados los factores que se han indicado anteriormente.

Los mecanismos de desgaste [17] pueden actuar, y a veces lo hacen, en presencia de un lubricante. Además, estos procesos pueden aparecer de forma simultánea, e incluso puede ser muy difícil seleccionar la manera concreta para contrarrestar el desgaste e identificar el mecanismo predominante.

A continuación, se desarrollan los principales tipos de desgaste que se pueden dar:

- ❖ **Desgaste por adherencia** [18]: ocurre cuando dos superficies metálicas puestas en contacto bajo carga forman fuertes uniones adhesivas en las zonas en las que las asperezas entran en contacto. Este tipo de desgaste se produce por transferencia de material de un elemento a otro.

Cuando se tienen materiales que presentan diferentes durezas, la transferencia suele ir del material más blando al más duro. Puede ocurrir de forma muy rápida, incluso llegando a gripar piezas móviles en sistemas mecánicos.



Figura 4. Pieza con desgaste adhesivo.

- ❖ **Desgaste por abrasión** [19]: caracterizado por deformación en el contacto. Se produce cuando hay dos superficies en contacto y una de ellas resulta ser mucho más dura, produciéndose en la más blanda un cierto desgaste.

Dependiendo del tipo de contacto puede darse abrasión de dos y tres cuerpos [20]:



- ❖ **Abrasión de dos cuerpos:** ocurre cuando se presiona una superficie de mayor dureza e irregular con otra de menor dureza.
- ❖ **Abrasión de tres cuerpos:** se presenta cuando en medio de dos superficies hay partículas de mayor dureza. Las partículas abrasivas transmiten la fuerza aplicada

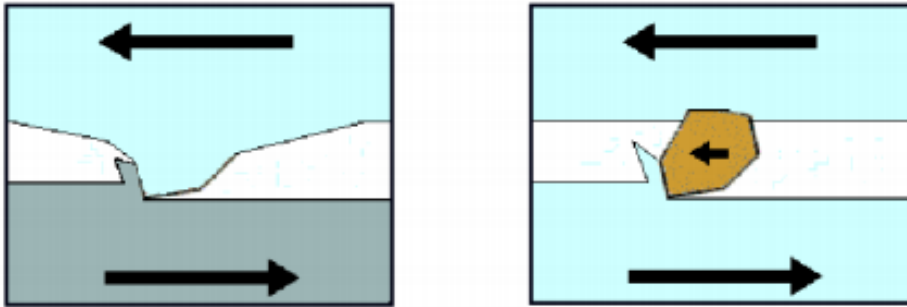


Figura 5. Desgaste por abrasión. a) Desgaste de dos cuerpos. (b) Desgaste de tres cuerpos

Algunas de las causas de este tipo de desgaste son [21]:

- ❖ Las asperezas con mayor dureza se insertan en la superficie del otro cuerpo en contacto.
- ❖ Las partículas libres con una dureza elevada, que se producen en el proceso de desgaste o son propias del medio, se adhieren a los elementos que componen la máquina.

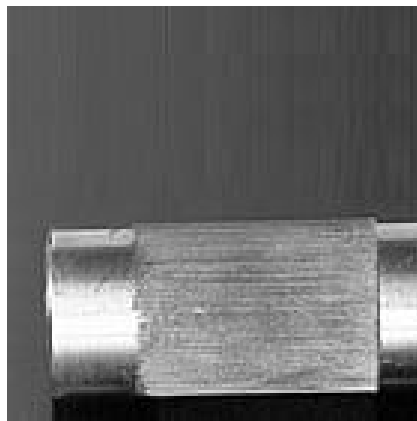
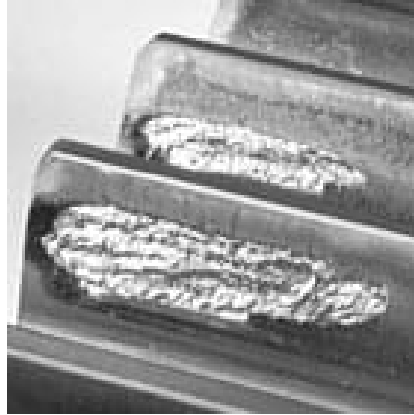


Figura 6. Desgaste abrasivo.

- ❖ **Desgaste por fatiga superficial** [22]: en este tipo de desgaste, se produce una carga cíclica en las zonas próximas a la superficie, debido a las numerosas



repeticiones que tiene que soportar el material, ya sea producto del deslizamiento, impacto o rodadura. Las grietas comienzan en estas regiones, propagándose y dando lugar a partículas libres que se separan de la superficie, apareciendo desgaste.



*Figura 7. Desgaste por fatiga superficial.*

- ❖ **Desgaste por erosión** [23]: proceso de eliminación de metal debido a la incidencia de partículas sólidas sobre una superficie.

El ángulo formado entre la partícula y la superficie tiene relación con el desgaste producido. Los materiales dúctiles se deforman y se endurecen cuando se les golpea perpendicularmente, ángulo crítico  $20^\circ$ , el metal provoca una eliminación de material por acción de corte. Por agrietamiento fallan los materiales frágiles cuando la fuerza de impacto es normal.

- ❖ **Desgaste por corrosión** [24]: este tipo de desgaste se produce por reacciones químicas o electroquímicas entre las superficies y el ambiente. Algunos medios corrosivos son: oxígeno, agua del mar, ácidos, sustancias químicas, etc.

- ❖ **Desgaste por oxidación** [22]: el rozamiento que se produce por el deslizamiento de una superficie sobre otra, ocasiona una formación y eliminación continuada de óxido.

Debido al contacto que se produce entre las asperezas de las superficies, se ocasiona un arranque de la capa de óxido, pero este óxido vuelve a aparecer en las



zonas de la superficie donde se había provocado el arranque y se vuelve a repetir el proceso.

- ❖ **Desgaste por fretting** [25]: se produce cuando entre dos superficies que se encuentran en contacto, se producen movimientos oscilatorios con una pequeña amplitud.
- ❖ **Desgaste por cavitación** [26]: este tipo de desgaste se presenta cuando se forman burbujas de vapor en la superficie de un cuerpo y son capaces de formar agujeros en su superficie a través del arranque de partículas.

A continuación, se muestra una tabla en la que se recogen los principales tipos de desgaste que se dan, según la naturaleza de los cuerpos que interactúan.

Naturaleza de los cuerpos que interactúan	Movimiento relativo	Desgaste por	Mecanismo de desgaste fundamental			
			Fatiga	Abrasión	Adhesión	Corrosión mecánica
<b>Metal-Metal</b>	Deslizamiento	Deslizamiento	X	X	X	X
	Rodadura	Rodadura	X	X	X	X
	Choque	Impacto	X	X	X	X
	Vibración	Frotamiento	X	X	X	X
<b>Metal-Líquido</b>	Flujo	Cavitación	X	-	-	X
<b>Metal-Líquido-Partículas</b>	Flujo	Erosión	X	X	-	X
<b>Metal-Mineral</b>	Deslizamiento	Deslizamiento	X	X	-	X
	Choque	Impacto	X	X	-	X

Figura 8. Mecanismos de desgaste. [27]



## 1.1.4 Lubricación

La lubricación [28] tiene la misión de minimizar el rozamiento que se produce entre dos superficies que se encuentran en contacto, con movimiento relativo, de forma que se produzca el menor daño en ellas.

Para evitar el desgaste, cuando las superficies se deslizan una sobre otra en contacto, el lubricante que se coloque entre estas debe tener el espesor suficiente para que como se ha mencionado anteriormente, el rozamiento sea mínimo.

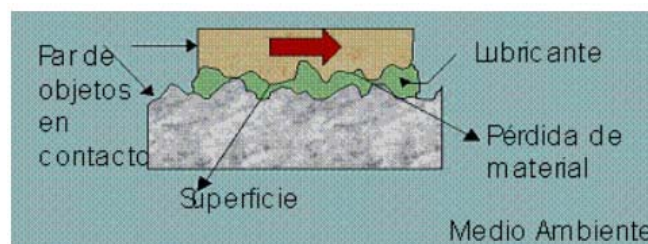


Figura 9. Película de lubricante entre dos cuerpos en contacto.

Como lubricantes se pueden emplear aceites minerales, agua, aire o lubricantes sintéticos.

Esteban Adrogué (2013) señala que [29] *“estudios desarrollados en diferentes partes del mundo y avalados por la STLE (Asociación de Tribología e Ingenieros en Lubricación por sus siglas en inglés), establecen que más del 50% del desgaste de rodamientos son causados por una lubricación deficiente, el 80% del desgaste es causado por la contaminación de los lubricantes y que el 30% de los lubricantes son cambiados cuando aún pueden seguir trabajando”*.

Los lubricantes, brindan, por ejemplo, los beneficios que se listan a continuación, si se utilizan en la cantidad adecuada [30]:

1. Minimizan el desgaste y la fricción de las piezas que se encuentran en movimiento.
2. Se produce un ahorro de energía.
3. Reducción de ruido y vibraciones.
4. Reducción de las temperaturas de las piezas.
5. Amortiguar impactos.





## 6. Disipación del calor.

### 1.1.4.1 Objetivo y campos de aplicación

El objetivo principal de la lubricación [31], es, como se ha mencionado anteriormente, minimizar o evitar en la medida de lo posible, el contacto directo entre los cuerpos que se encuentran en movimiento.

Dependiendo las condiciones bajo las cuales se trabaje, el lubricante puede tener una naturaleza u otra: sólida, líquida o gaseosa pero su coeficiente de fricción siempre será próximo a cero.

Los principales campos de aplicación [28] son:

- ❖ Cojinetes de rodamiento y cojinetes de deslizamiento.
- ❖ Cojinetes del cigüeñal y bielas de un motor.
- ❖ Cojinetes de turbinas de centrales.

Por último, mencionar que el estudio de la lubricación se basa en la:

- ❖ Mecánica de fluidos.
- ❖ Termodinámica y transmisión de calor.
- ❖ Mecánica de sólidos y materiales.

### 1.1.4.2 Sistema lubricante

Un *sistema lubricante* [19] se basa en la presencia de un fluido lubricante que se sitúa entre dos superficies que soportan una carga y que mantienen un movimiento relativo la una respecto de la otra.

La lubricación depende de las propiedades químicas y físicas del lubricante que se emplee. Las propiedades químicas establecen el correcto comportamiento bajo lubricación límite, mientras que las propiedades físicas estipulan la habilidad que tiene el lubricante para actuar bajo condiciones de lubricación hidrodinámica.



Algunas de las funciones principales [32] que tienen los lubricantes son: controlar la fricción y el desgaste, reducir las tensiones térmicas de los materiales mecánicos mediante la eliminación del calor o proteger de la corrosión a los elementos.

Además, se basa en los siguientes principios: [33]:

- ❖ Por medio de la presión hidrodinámica e hidrostática producida por el lubricante, que permite resistir la carga aplicada, evitar el contacto que se da entre las superficies (Lubricación hidrodinámica y elastohidrodinámica).
- ❖ Se utilizan finas películas producidas a partir de aditivos, con velocidades bajas y/o cargas altas, para proteger del contacto entre las asperezas a las superficies. Dichas películas químicas se encargan de proteger del esfuerzo producido por la abrasión y la fricción del contacto (lubricación límite).

Además, entre dos superficies que se encuentran en contacto aparece lo que se conoce como *régimen de lubricación*, el cual puede variar dependiendo de factores como por ejemplo la velocidad, viscosidad del lubricante, la carga, etc

El modelo [34] para la lubricación más aceptado en contactos deslizantes es el que formuló en 1902 Stribeck y que se conoce como *curva de Stribeck*.

Asimismo, en dicho modelo también se puede observar la variación de la fricción con respecto al parámetro de Hersey, que viene dado por:

$$\frac{\eta x v}{F_N} \quad (5)$$

Donde:

v: velocidad de deslizamiento.

$\eta$ : viscosidad dinámica.

$F_N$ : fuerza normal aplicada.

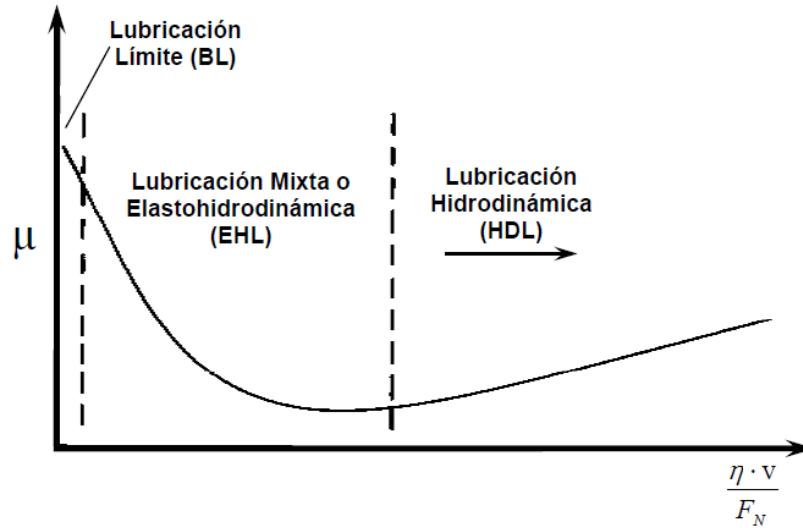


Figura 10. Curva de Stribeck.

La fricción se reduce al incrementar la velocidad de deslizamiento hasta una situación de película completa o mixta, en los contactos deslizantes lubricados. Tras esta situación de película completa o mixta, la fricción puede disminuir, mantenerse constante o aumentar con la velocidad de deslizamiento, de acuerdo con los efectos térmicos o la viscosidad.

Sin embargo, este modelo descrito, no puede explicar el valor de fricción que se obtiene cuando depende la fuerza aplicada y las superficies que se encuentran en contacto se adhieren la una a la otra.

Más recientemente, se ha propuesto un nuevo mapa de lubricación [35] como se puede apreciar en la *Figura 11*.

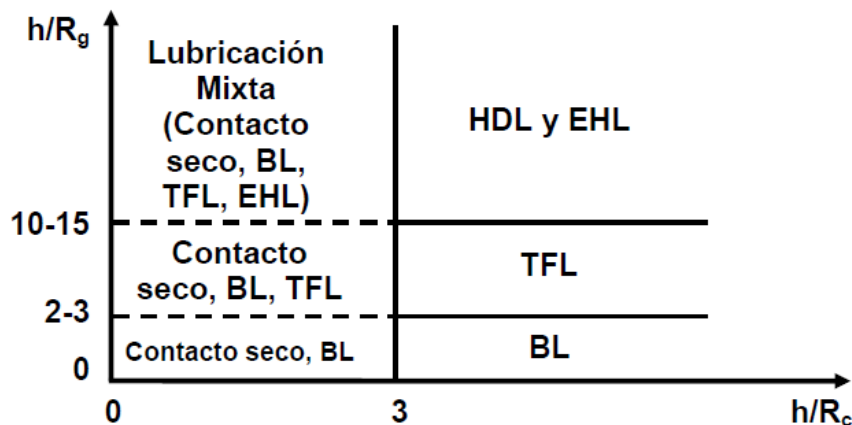


Figura 11. Mapa regímenes de lubricación.



En este mapa se definen los siguientes conceptos:

h: espesor de película.

Rc: rugosidad combinada de las dos superficies.

Rg: radio efectivo de las moléculas del lubricante.

Las superficies en contacto que presentan muchas asperezas se ven sometidas a una deformación elástica, causando un régimen de EHL. La viscosidad y los coeficientes de viscosidad-presión del lubricante son los parámetros críticos de este régimen

Al aumentar la presión de contacto, y sobrepasar la EHL, decrece el espesor de película (h) y ocasiona en las asperezas cierta deformación plástica. Cuando el espesor mencionado anteriormente, desciende por debajo de la rugosidad de las superficies presentes, el mecanismo fundamental necesario para soportar la carga pasa a ser el contacto entre las asperezas (zona de lubricación límite o BL).

Entre la zona EHL y BL, existe una región de transición, denominada régimen de lubricación de película fina o TFL, debido al comportamiento tribológico y al valor del espesor de la película (h). Se puede obtener una lubricación adecuada, para superficies muy pulidas, aun cuando el espesor es menor que la rugosidad combinada de ambas superficies.

Además, en la TFL debido a que la viscosidad presenta una influencia importante y la película que se crea es relativamente gruesa, el lubricante que se genera es móvil.

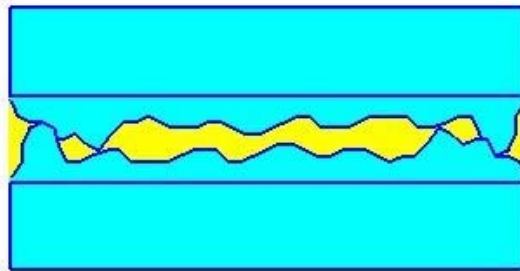
Por último, la BL se caracteriza porque se forman películas adsorbidas tanto de forma física como de forma química [33].

### 1.1.4.3 Tipos de lubricación

Respecto a los tipos de lubricación existentes, se puede distinguir los siguientes [36]:

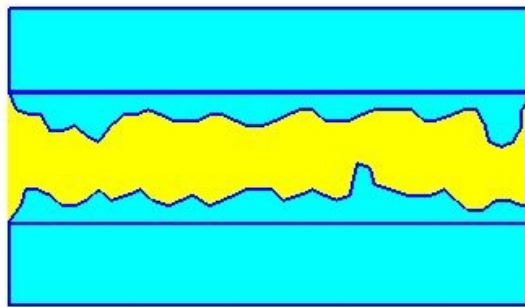
- ❖ **Lubricación límite:** existe contacto parcial metal-metal debido a que la película de lubricante es muy fina. La capa de fluido siempre tiene menor espesor que el tamaño de las irregularidades.

En este tipo de lubricación es importante la composición química.



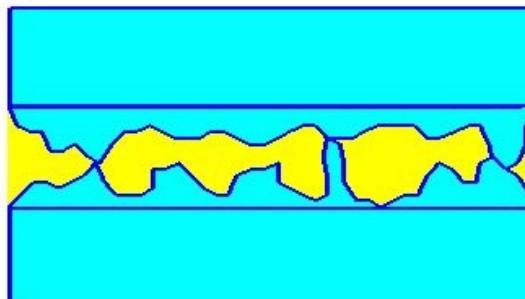
*Figura 12.* Lubricación límite.

- ❖ **Lubricación hidrodinámica:** la capa de lubricante que separa ambas superficies aporta una estabilidad ya que el espesor del lubricante es lo suficientemente denso como para que no se produzca contacto metal-metal y además es mayor que las irregularidades existentes. Este tipo de lubricación necesita de un flujo apropiado de lubricante para poder mantener ambas superficies separadas.



*Figura 13.* Lubricación hidrodinámica.

- ❖ **Lubricación hidrostática:** consiste en introducir a presión el fluido lubricante entre las dos superficies, con el fin de crear una película y no se requiera movimiento relativo para mantenerla.



*Figura 14.* Lubricación hidrostática.



#### 1.1.4.4 Tipos de lubricantes

Los principales tipos de lubricantes [37] son:

❖ **Líquidos:** la mayor parte de los lubricantes empleados siempre son líquidos. Según su origen pueden ser minerales, derivados casi todos ellos del petróleo, o aceites sintéticos. Algunos lubricantes de este tipo contienen aditivos con el fin de mejorar sus propiedades naturales o para aportarles nuevas propiedades.

❖ **Gaseosos:** los gases se emplean como lubricantes en rodamientos lubricados por gas que operan en regímenes aerostáticos o aerodinámicos, donde los lubricantes líquidos se congelarían o se descompondrían, o también por ejemplo en ambientes donde existe peligro de contaminación.

Algunas de las ventajas que presenta este tipo de lubricación son: baja pérdida de presión, coeficientes de fricción bajos, mínima generación de calor debido a la fricción, etc.

❖ **Grasas:** son lubricantes que se generan a partir de aceites de origen mineral espesados, la mayoría de las veces con jabones, y presentan la ventaja de que no se mueven de la zona en la que se aplican.

❖ **Sólidos:** se ha incrementado el uso de los lubricantes sólidos debido a ciertas operaciones que se llevan a cabo en máquinas bajo condiciones de presión extrema, temperatura, radiación u otros efectos donde los aceites o las grasas no pueden ser utilizados por dichas condiciones descritas.

Debido a su composición, este tipo de lubricantes presenta unas propiedades óptimas de lubricación y consiste en una delgada película formada por un sólido que se coloca entre dos superficies que se encuentran bajo rozamiento con el objetivo de minimizar la fricción y el desgaste.

El lubricante sólido más empleado es el grafito.

Además de la clasificación realizada anteriormente, los lubricantes también se pueden clasificar según su naturaleza [38]:

❖ **Vegetales:** son extraídos de plantas y frutos, pero se utilizan poco en la lubricación industrial ya que no presentan un gran poder lubricante.



- ❖ **Animales:** son extraen de la lana, los huesos y los tejidos adiposos de los animales marinos y terrestres. Al igual que los lubricantes de origen vegetal, son poco usados en la lubricación industrial.
- ❖ **Minerales:** son los más que más se usan en la industria debido a sus propiedades. Se pueden clasificar en: derivados de los hidrocarburos, petróleo, carbón de piedra; grafito, etc.

## 1.2 Líquidos iónicos

### 1.2.1 Definición

Los líquidos iónicos (LIs) [39] son fluidos compuestos por iones que son estables a temperatura ambiente o a bajas temperaturas. Presentan una gran variedad de propiedades como pueden ser: alta estabilidad térmica, amplio rango electroquímico, alta conductividad, baja volatilidad e inflamabilidad, que los hacen útiles para gran número de aplicaciones.

La mayoría de los LIs que se han empleado hasta ahora en tribología, son derivados de imidazolio con los aniones  $(\text{BF}_4)^-$  o  $(\text{PF}_6)^-$ . Sin embargo, en presencia de agua, estos aniones pueden dar lugar a la formación de HF, que es altamente corrosivo y tóxico. Como consecuencia, se han estudiado LIs basados en aniones más hidrofóbicos como bis-(trifluorometanosulfonyl) imida  $[(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-]$ , pero la presencia de azufre y flúor podría ser un inconveniente en aplicaciones industriales.

Los LIs dan lugar a nanoestructuras ordenadas en disolución. La organización de las moléculas de LI en agua está siendo investigada en la actualidad [40]. Sin embargo, el estudio de la estructura y comportamiento tribológico de los LIs como aditivos es muy limitado [41,42]. La determinación de las interacciones de superficie en la interfase es un aspecto fundamental para desarrollar las posibles aplicaciones industriales.

### 1.2.2 Composición química

Los líquidos iónicos (LIs) están formados [43] por cationes orgánicos y aniones poliatómicos, muy asimétricos y voluminosos, unidos por fuerzas atractivas más débiles que las sales iónicas convencionales. La mayoría de los cationes presentan una naturaleza



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

aromática con átomos de nitrógeno en el anillo y heterociclos nitrogenados, mientras que los aniones suelen estar compuestos por diferentes elementos químicos.

El catión y el anión que componen los LIs [44], presentan tamaños muy diferentes, en contraposición a las sales tradicionales. Las fuerzas de atracción catión-anión son más débiles que las fuerzas de atracción presentes en las sales convencionales, debido a que los iones que forman los LIs son de mayor tamaño y más asimétricos.

### 1.2.3 Propiedades físico-químicas

Las propiedades físicas y químicas que presentan los LIs [45], se puede modificar tanto cambiando la estructura de los aniones y los cationes, como variando las combinaciones que se producen entre estos.

A continuación, se describen algunas de las propiedades más importantes tanto físicas como químicas de los líquidos iónicos.

#### 1.2.3.1 Viscosidad

La viscosidad [46] que presentan los líquidos iónicos viene dada por su tendencia a formar puentes de hidrógeno y por la resistencia de sus interacciones de Van der Waals.

Destacar que, los líquidos iónicos presentan una viscosidad mayor que los disolventes convencionales por su naturaleza iónica [47].

#### 1.2.3.2 Densidad

La densidad [48] es una de las propiedades con la que se puede caracterizar a los líquidos iónicos ya que es muy sencilla de medir y sobre la cual no existe posibilidad de error. Además, es una propiedad poco sensible a las variaciones que se produzcan de temperatura.

Por lo general, los líquidos iónicos son más densos que el agua.

En caso de que sea necesario, la densidad de los LIs [44] se puede modificar cambiando la longitud de la cadena del sustituyente del anillo de imidazolio. La densidad disminuye conforme va creciendo el número de carbonos presentes en la cadena.





### **1.2.3.3 Toxicidad**

La toxicidad de los líquidos iónicos en el aire es insignificante por las bajas presiones de vapor que estos presentan [49]. Hay muchas diferencias entre los diferentes líquidos iónicos de acuerdo con la toxicidad y los valores que se obtienen son semejantes a los disolventes convencionales.

Tras varios estudios que se han realizado, se ha podido comprobar que ciertos líquidos iónicos son biodegradables e inofensivos, mientras que otros son tóxicos y como se ha comentado anteriormente, la toxicidad es similar a la de disolventes orgánicos convencionales, con la diferente de que los líquidos iónicos no son volátiles [50].

### **1.2.3.4 Punto de fusión**

Los líquidos iónicos tienen un intervalo de punto de fusión [51] cercano a la temperatura ambiente e inferior al punto de ebullición.

La temperatura de fusión en los líquidos iónicos [49] varía entre 90°C y 200°C.

Además, el punto de fusión indica el límite inferior del intervalo de temperatura donde un líquido iónico es válido para usarse como disolvente.

Por último, también se ha detectado que, al incorporar cationes más asimétricos y mayores, se produce una disminución del punto de fusión [52].

### **1.2.3.5 Solubilidad**

La solubilidad de los líquidos iónicos en los disolventes orgánicos [43] depende de la constante dieléctrica del disolvente. Cuando dicha constante es mayor de 6, el disolvente es miscible con el líquido iónico, a excepción del agua.

La solubilidad [53] está directamente relacionada con la polaridad, tanto en los líquidos iónicos como en cualquier disolvente.

### **1.2.3.6 Miscibilidad**

Cuando los líquidos iónicos contienen aniones pequeños, generalmente estos son solubles en agua. Por el contrario, cuando los líquidos iónicos presentan aniones grandes se generan líquidos iónicos hidrofóbicos [54].



La capacidad que tienen los líquidos iónicos para mezclarse con el agua depende de la variación que sufra el anión [55].

Los LIs suelen ser inmiscibles con disolventes no polares.

La estructura de los líquidos iónicos [56] es la responsable de los diagramas de fase de las mezclas binarias. Los ésteres, que son disolventes con alta polaridad, muestran una solubilidad variable con los LIs, teniéndose en cuenta la naturaleza de estos.

### **1.2.3.7 Conductividad eléctrica**

Respecto a la conductividad eléctrica [57], comentar que a temperatura ambiente esta es baja en los líquidos iónicos y sufre un incremento con la temperatura.

Además, esta propiedad es inversamente proporcional a la viscosidad, puesto que, a mayor viscosidad, menos conductividad iónica.

A partir de las interacciones iónicas que se producen entre los iones que forman parte del líquido iónico, desde las coulombicas hasta las de Van Der Waals, se determina el valor de la conductividad eléctrica [44].

### **1.2.3.8 Presión de vapor**

Los líquidos iónicos presentan una baja presión de vapor debido a que estos muestran una frágil interacción coulombica entre iones, a diferencia de las sales fundidas.

El tener una presión de vapor muy baja hace que los líquidos iónicos no se evaporen, por lo que se convierten en manejables y con ello, posibles sustitutos de los disolventes orgánicos volátiles [43].

### **1.2.3.9 Estabilidad térmica**

La estabilidad térmica de los LIs aumenta su valor con el tamaño del anión y el valor de la capacidad calorífica de estos se ve aumentado con la temperatura y con el número de átomos [58].



Además, esta se define como la temperatura a partir de la cual comienza un cambio en la curva de análisis termogravimétrico. El límite superior de dicha temperatura en los LIs se encuentra entre los 350°C y 400°C, generalmente [46].

## 1.2.4 Los líquidos iónicos como lubricantes

Los líquidos iónicos han puesto de manifiesto su buen comportamiento como lubricantes y como aditivo de lubricantes desde la perspectiva de la ciencia de materiales [39, 59].

Los LIs poseen diversas y útiles propiedades que lo hacen ser un buen lubricante como son, por ejemplo: elevada estabilidad térmica, baja temperatura de fluidez o baja volatilidad [44].

Además, en lubricación, otras propiedades que tienen los líquidos iónicos que pueden ser útiles son la estructura en redes tridimensionales que se da en los líquidos iónicos puros y el ordenamiento nanoestructurado cuando se hallan en disolución [60].

## 1.2.5 Aplicaciones de los líquidos iónicos

A continuación, se enumeran las aplicaciones más destacadas que presentan los líquidos iónicos [61]:

- ❖ Capacidad para disolver multitud de sustancias.
- ❖ Adhesivo en la fabricación de pinturas nuevas.
- ❖ Empleados como fluidos en ingeniería.
- ❖ Aumentar la estabilidad de células fotovoltaicas.
- ❖ Solventes de uso industrial y catalizadores de reacciones homogéneas en síntesis orgánica e inorgánica. [62]
- ❖ Medio de almacenamiento y conducción de energía en celdas de combustible y celdas solares (aeronáutica).
- ❖ Como un componente de dispositivos electrónicos para mejorar la vida de las baterías.



## 1.3 Grafeno

El grafeno [63] es un elemento bidimensional y nanométrico, que está compuesto por una sola capa de átomos de carbono, los cuales se encuentran unidos mediante enlaces con hibridación  $sp^2$ , formando anillos hexagonales de átomos de carbono, sobre una superficie uniforme y levemente ondulada. El grafeno es una forma alotrópica del carbono, igual que lo son el diamante o el grafito.

Hoy en día, es el material más resistente que existe en la naturaleza y sin embargo, su grosor varía entre 1-10 átomos de carbono.

Además, se distribuye en polvo o en láminas:

- ❖ **Grafeno en polvo:** el proceso para obtener esta forma de grafeno es barato y se produce una mayor cantidad de producto, pero se pierden muchas de las propiedades ideales de este material, ya que es complejo conseguir monocapas. Por todo lo comentado, el grafeno en polvo se utiliza en situaciones y/o campos donde no es necesario el empleo de un material de gran calidad.
- ❖ **Grafeno en lámina:** a diferencia del grafeno en polvo, el grafeno en láminas el proceso de producción tiene un coste muy elevado, pero se obtiene un material de gran calidad y muy resistente. Se emplea en campos como la informática o la electrónica, entre otros.

Su descubrimiento se debe a los doctores Konstantin Novoselov y Andre Geim en el año 2004 y ambos ganadores del Premio Nobel de Física en 2010.

### 1.3.1 Obtención del grafeno

Hay maneras muy diversas de obtener el grafeno, pero este debe tener un estado lo más puro posible, con la finalidad de poder aprovechar todas las virtudes que este ofrece.

Los métodos principales de obtención de grafeno son los siguientes [64]:

- ❖ **Exfoliación de grafito:** con la ayuda de un material adherente, se deben extraer láminas de una porción de grafito. Mediante este método se consigue obtener un grafeno con bastante pureza, pero las cantidades que se consiguen son mínimas.



- ❖ **Deposición de átomos de carbono:** para obtener grafeno a partir de este método, hay que calentar el carbono lo suficiente para que quede suspendido en el aire y después, dejarlo enfriar para que este se pose sobre un sustrato y forme así láminas de grafeno. Mediante este proceso se consiguen grandes cantidades de grafeno, pero la producción implica unos costes muy elevados.
- ❖ **Oxidación-Reducción de óxido de grafeno:** haciendo uso de reacciones redox, se puede purificar el óxido de grafeno hasta conseguir que se convierta en grafeno. Para ello, se oxida el grafeno mediante sustancias químicas y a continuación, se reduce con elementos compuestos de carbono para rellenar los huecos formados en el proceso descrito.
- ❖ **Obtención de grafeno de forma artificial:** también se pueden obtener grafeno de manera artificial colocando y moviendo moléculas de óxido de carbono sobre una superficie de cobre.

Las particularidades [65] se reproducen mediante la colocación de moléculas de óxido de carbono, en la ubicación correcta, sobre una superficie de cobre. Con la ayuda de un microscopio de barrido electrónico, se empujan estas moléculas. La propagación de los electrones a lo largo de la superficie de cobre se ve modificada por las moléculas, lo que ofrece como resultado, propiedades cualitativamente similares a las del grafeno.

### 1.3.2 Propiedades del grafeno

Entre todas las propiedades más destacadas [66, 67] que presenta el grafeno, se destacan las siguientes:

- ❖ Alta conductividad térmica y eléctrica.
- ❖ Alta flexibilidad.
- ❖ Alta dureza (resistente al rayado).
- ❖ Capacidad aislante.
- ❖ Hoy en día, es el material más resistente que existe.
- ❖ Permite formar nuevos compuestos químicos con diferentes propiedades, reaccionando químicamente con otras sustancias.



- ❖ Material muy ligero.
- ❖ Se calienta menos que otro material al conducir los electrones (menor efecto Joule).
- ❖ Consume menos electricidad que el silicio.
- ❖ Excelente conductor de electricidad.
- ❖ Material transparente.

### 1.3.3 Utilidades del grafeno

Debido a la multitud de ventajas y propiedades que presenta el grafeno, sus utilidades y ámbitos de aplicación son prácticamente ilimitados:

A continuación, se recoge un listado de algunos de los posibles campos de aplicación de este material:

En electrónica [68] se emplea por ejemplo en la fabricación de microchips, de transistores o en la creación de pantallas flexibles. El grafeno presenta una serie de propiedades que puede ayudar a la creación de dispositivos más potentes.

La buena conductividad del grafeno y su alta transmitancia óptica favorece su uso para la fabricación de electrodos conductores transparentes [69], de cristal líquido [70], y OLEDs (Organic Light-Emitting Diodes) [71].

También se puede emplear en ingeniería de tejidos y medicina regenerativa [72].

Además, tiene un gran potencial para ser usado como lubricante sólido [73] o como aditivo en lubricantes convencionales [74].

Construcción de células solares con electrodos hechos de grafeno en lugar de plata y óxido de indio (ITO) y estaño; convertir la luz en electricidad, detección e emisión de THz en el infrarrojo lejano; sensores químicos de alta sensibilidad y se podrían mejorar los supercondensadores haciendo uso del grafeno [75].



## Capítulo 2. Objetivos

---

El objetivo de este proyecto es el estudio tribológico de nuevos lubricantes basados en líquidos iónicos próticos libres de haluros y grafeno con el fin de obtener nuevos nanolubricantes más eficientes y respetuosos con el medio ambiente.

Con esto se pretende:

- ❖ Preparar los nuevos nanolubricantes mediante dispersión de grafeno en líquido iónico.
- ❖ Determinar el comportamiento tribológico de las nuevas mezclas lubricantes en el par acero 52100-acero inoxidable y en el par zafiro-acero inoxidable.
- ❖ Preparar dispersiones de líquido iónico prótico y grafeno en base agua.
- ❖ Estudiar el comportamiento tribológico del par acero inoxidable-zafiro lubricado con agua modificada por líquido iónico prótico y grafeno en base acuosa.
- ❖ Comparar los resultados de coeficientes de fricción y tasas de desgaste obtenidos, así como realizar estudios de superficie.



## Capítulo 3. Materiales, métodos y procedimiento experimental

---

En este trabajo se han llevado a cabo diversos ensayos de fricción y desgaste con el fin de estudiar el comportamiento de un líquido iónico empleado como lubricante, tanto en estado puro como en disolución con agua, a través del contacto entre una probeta de acero inoxidable AISI 316L y una bola de zafiro o acero AISI 52100, colocados en un punzón.

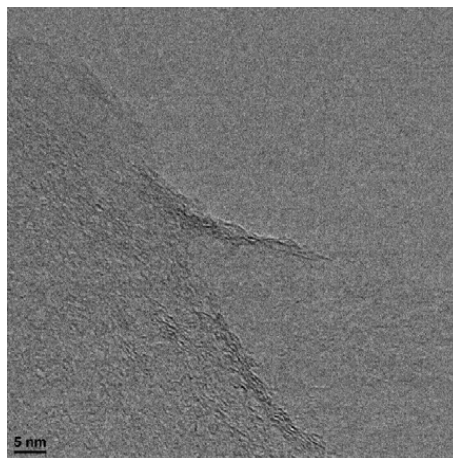
En el presente capítulo se van a desarrollar tres apartados con el fin de conocer en primer lugar, los distintos materiales empleados en los ensayos, a continuación, los aparatos que han intervenido en cada una de las fases del proceso y por último los pasos que se han seguido en cada uno de los ensayos realizados.

### 3.1 Materiales empleados

#### 3.1.1 Grafeno

El grafeno que se ha empleado, cuyo fabricante es IOLITEC y comercialmente conocido como CP-0080 [76], contiene un 96,41% de carbono y un 3,59% de oxígeno.

En la *Figura 15*, se puede apreciar una muestra del grafeno empleado, observado en el microscopio electrónico de transmisión (TEM).



*Figura 15.* Muestra de grafeno.





### 3.1.2 Zafiro

Las bolas de zafiro ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) que se han empleado han sido proporcionadas por la empresa GoodFellow y tienen un radio de 0,75mm.

En este trabajo, dichas bolas se han colocado en el punzón del tribómetro para que ejercer una presión sobre la probeta de acero en cada uno de los diferentes ensayos realizados.

Las características más representativas de la bola de zafiro son las siguientes:



Figura 16. Propiedades del zafiro.

### 3.1.3 Acero AISI 52100

El acero AISI 52100 [77, 78] es un elemento de elevada dureza debido a su alto contenido en carbono, resistencia al desgaste y a la compresión, acabado superficial y tolerancias dimensionales.

La bola de acero del punzón empleada en algunos de los ensayos de fricción y desgaste es de radio 0,8mm. La composición química que presenta este elemento es la que se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 1. Composición química Acero AISI 52100.

%C	%Si (máx.)	%Mn	%P (máx.)	%S (máx.)	%Cr	%Ni	%Mo	Otros
0,95 – 1,10	0,35	0,25 – 0,45	0,025	0,025	1,30 – 1,60	-	-	-

A continuación, se enumeran una serie de características adicionales (físicas, mecánicas, térmicas, eléctricas y magnéticas):



Tabla 2. Características adicionales.

Propiedades	Símbolo	U.d.M	Tipo	Notas	Valores
Densidad	$\delta$	[g/cm <sup>3</sup> ]	Física	Temp. ambiente	7,80
Módulo de Young	E	[GPa]	Mecánica	-	200
Calor específico	c	[J/kg-K]	Térmica	Temp. ambiente	464
Coefficiente de expansión térmica lineal	$\alpha$	[10 <sup>-6</sup> /°C]	Térmica	(DT=0 - 100°C)	12,3
Conductividad térmica	$\lambda$	[W/(m x K)]	Térmica	Temp. ambiente	42,4
Resistividad eléctrica	$\rho$	[ $\Omega$ x m x 10 <sup>-9</sup> ]	Eléctrica	-	215
Permeabilidad magnética relativa	$\mu$	-	Magnética	Ferromagnético	> 300

### 3.1.4 Acero AISI 316L

Para los ensayos de fricción y desgaste realizados, se han utilizado probetas de acero AISI 316L con un espesor de 5 mm obtenidas a partir de chapas.

La composición química [79] de este elemento se recoge en la *Tabla 3*.

Tabla 3. Composición química Acero 316L.

%C (máx.)	%Si (máx.)	%Mn (máx.)	%P (máx.)	%S (máx.)	%Cr	%Ni	%Mo	%Ni (máx.)
0,030	0,75	2,00	0,045	0,030	16,0 – 18,0	10,0 – 14,0	2,0 - 3,0	0,10

A continuación, se muestran las propiedades térmicas y eléctricas (*Tabla 4*) y las propiedades mecánicas (*Tabla 5*) asociadas a este tipo de acero.

Tabla 4. Propiedades térmicas y eléctricas del acero AISI 316L.

Punto de fusión	1380 – 1400 °C
Temperatura máxima de servicio	750 – 925 °C
Temperatura mínima de servicio	-273 °C
Conductividad térmica	13 – 17 W/m.°C
Calor específico	490 – 530 J/kg.°C
Coefficiente de dilatación térmica	15 – 18 x 10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup>
Resistividad eléctrica	69 – 81 $\mu\Omega$ .cm <sup>2</sup>



Tabla 5. Propiedades mecánicas del acero AISI 316L.

<b>Densidad</b>	7870 – 8070 kg/m <sup>3</sup>
<b>Módulo de Young</b>	190 – 205 GPa
<b>Límite elástico</b>	170 – 310 MPa
<b>Resistencia a la tracción</b>	480 – 620 MPa
<b>Resistencia a la compresión</b>	170 – 310 MPa
<b>Alargamiento</b>	30 – 50 %
<b>Dureza</b>	170 – 220 HV

### 3.1.5 Líquido iónico

Se ha utilizado el líquido iónico prótico *Palmitato de Bis (2-hidroxietil)amonio* (DPA), cuya estructura química es la que se muestra a continuación:

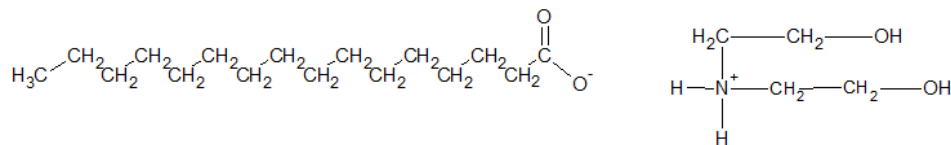


Figura 17. Estructura química DPA.

Las disoluciones que se han preparado son al 1% en peso del líquido iónico prótico en agua y su viscosidad se estima como la del agua ( $1 \times 10^{-3}$  Pa·s).

## 3.2 Equipos utilizados

En este apartado se van a describir todos los equipos necesarios para poder llevar a cabo los experimentos realizados.

### 3.2.1 Pulidora metalográfica

La pulidora metalográfica es un aparato que ha sido empleado para eliminar de las muestras las asperezas a partir del desbaste y pulido de las mismas, para conseguir así, que las probetas usadas en los ensayos tribológicos sean muestras pulidas, libres de deformaciones y adecuadas para su análisis.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

En concreto, se ha empleado una pulidora modelo Phoenix Beta, de la marca Buehler, la cual está compuesta por:

- ❖ Control manual de la velocidad de giro del disco que oscila entre 50 y 600 rpm.
- ❖ Sistema de refrigeración alimentado con agua de la red. Se acoplaron a la pulidora metalográfica papeles de desbaste (*Figura 19*) para usar con agua con números de granulaciones 600, 1200, 2400 granos por  $\text{cm}^2$  para cada probeta AISI 316L.



*Figura 18.* Pulidora metalográfica.



*Figura 19.* Papeles de desbaste.



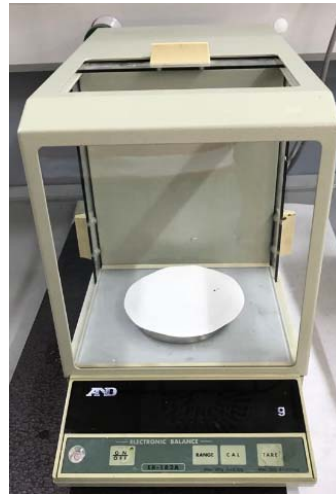
Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

### 3.2.2 Balanza

Para este trabajo se ha hecho uso de una balanza electrónica, que es un instrumento que sirve para medir la masa de un determinado elemento.

La empleada para este trabajo en concreto es la balanza de la marca A&D y modelo ER-182A.



*Figura 20.* Balanza electrónica.

### 3.2.3 Termómetro e higrómetro

Ha sido utilizado para medir las condiciones ambientales presentes en cada uno de los ensayos realizados. En ellos se ha medido la temperatura y humedad.

El modelo disponible en el laboratorio y empleado en este trabajo ha sido Hygrometer 6000.



*Figura 21.* Termómetro.



### 3.2.4 Baño ultrasonidos

El baño de ultrasonidos es un equipo que se ha utilizado para limpiar tanto el punzón como la bola.

El modelo utilizado para este trabajo ha sido el baño de ultrasonidos de P Selecta.



Figura 22. Baño ultrasonidos.

### 3.2.5 Rugosímetro

La rugosidad [80] son pequeñas asperezas que se hallan en la superficie de un cuerpo y están condicionadas a las propiedades del material y al proceso de fabricación. La rugosidad es la medida más utilizada para determinar la textura de una superficie.

Los rugosímetros [81] son instrumentos empleados para medir las imperfecciones que presentan las superficies, es decir, determinan la rugosidad en superficies y poder conocer así, la calidad de una superficie. Por muy pulida que esté una superficie, nunca es completamente lisa, siempre tiene imperfecciones.

El parámetro empleado para medir la rugosidad ha sido:

- ❖ **Ra**: se define como la media aritmética de todas las medidas que el equipo ha ido adquiriendo, es decir, es el valor medio de la rugosidad medida. Viene dado por:

$$Ra = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |J_i| \quad (6)$$



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

En este trabajo, se ha empleado el rugosímetro *Profiltest SM7* y su función principal ha sido la de medir la rugosidad de las probetas. Dicha rugosidad puede ser medida y evaluada a partir de tres normas diferentes: DIN, ISO y CNOMO y en el desarrollo de este trabajo, en concreto, se ha empleado la norma DIN4768.

Como se puede observar en la *Figura 23*, el aparato está formado por:

- ❖ Una pantalla digital LCD.
- ❖ Un teclado de membrana con autorrepetición que permiten, junto con el menú, la configuración y ejecución de todas las funciones.



*Figura 23.* Rugosímetro.

### 3.2.6 Tribómetro

El tribómetro [82] es un instrumento creado por Coulomb que sirve para medir el coeficiente de fricción por deslizamiento de los cuerpos. Permite demostrar las leyes de rozamiento.

Para los distintos ensayos circulares tribológicos-se ha utilizado el tribómetro ISC 200, de tipo punzón sobre disco, de acuerdo con la norma ASTM G99, ya que para todos los ensayos pin on disc de fricción y desgaste se usó la configuración de contacto punzón sobre disco.



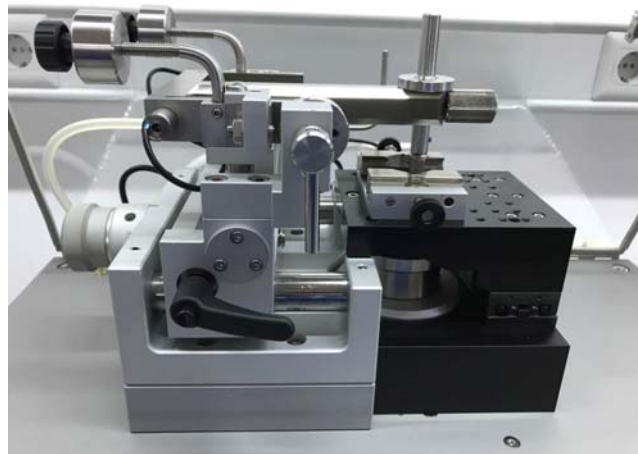
Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*



*Figura 24. Tribómetro circular.*

En cuanto a los distintos ensayos lineales tribológicos se ha utilizado un tribómetro diferente, modelo TBR de Anton Paar (*Figura 25*).



*Figura 25. Tribómetro lineal.*

### **3.2.7 Perfilómetro**

El perfilómetro [83] es un equipo empleado para medir la rugosidad de una superficie. La mayoría de estos dispositivos miden la diferencia vertical entre el punto de una superficie en nanómetros alta y baja.

Se ha empleado el perfilómetro óptico Taylor Hobson Talysurf CLI 500 disponible en el laboratorio para calcular la pérdida de volumen en la probeta y la tasa de desgaste. Además, también ha permitido obtener las imágenes topográficas de la superficie en 3D.

Permite obtener los parámetros en relación a:





Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

- ❖ Medición de micro-alturas.
- ❖ Tamaño y consistencia del granulado.
- ❖ Áreas y volúmenes.
- ❖ Topografía superficial.
- ❖ Rugosidad.

Implementa además el Software Talymap para el análisis de resultados.

Las principales características de este equipo son las que se recogen en la siguiente tabla.

Tabla 6. Propiedades perfilómetro.

<b>Rango de medida</b>	100 x 50 x 50 mm
<b>Alcance del foco</b>	1000 $\mu\text{m}$
<b>Distancia de trabajo</b>	10 mm
<b>Peso máximo de la muestra</b>	10 kg
<b>Nivel de ruido</b>	18 nm
<b>Diámetro del punto</b>	14 $\mu\text{m}$
<b>Límite de la pendiente en superficies reflectantes</b>	$\pm 30$

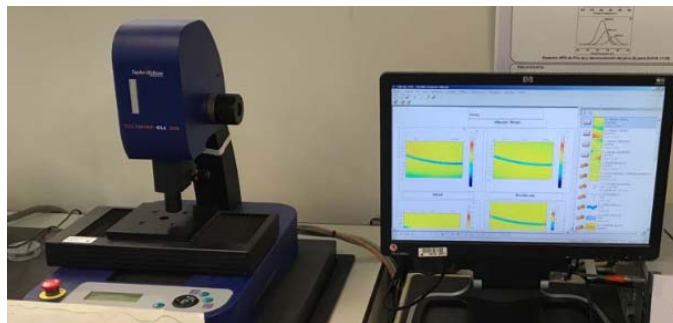


Figura 26. Perfilómetro.

### 3.2.8 Microscopio óptico

La microscopía Óptica [84] es una técnica que se emplea para obtener imágenes aumentadas de una muestra a través de los rayos luminosos que se reflejan en esta y haciendo uso de una lente.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

La palabra microscopio [85] proviene de la combinación de dos palabras griegas: *micrós* (pequeño) y *scopéo* (mirar).

El microscopio óptico es un instrumento que permite examinar muestras muy pequeñas, imperceptibles a simple vista, aumentando su tamaño. Es el microscopio más básico (siglo XVII) y su funcionamiento consiste en el uso de luz visible y un juego de lentes para aumentar las imágenes de las muestras.

El microscopio óptico se ha empleado para el estudio morfológico y metalográfico de los materiales sometidos a fricción y desgaste.

Para el análisis de las huellas se ha usado el microscopio óptico Leica DMR.



Figura 27. Microscopio óptico.

### 3.2.9 Microscopio electrónico de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido o SEM [86] permite construir imágenes ampliadas haciendo incidir sobre una muestra, un barrido de un haz de electrones de alta energía.

Esta emplea para construir la imagen un haz de electrones en lugar de un haz de luz.

El microscopio electrónico de barrido utilizado ha sido el Hitachi S-3500N, el cual está configurado para obtener imágenes tanto en alto vacío como en presión variable. Así



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

mismo, está capacitado para obtener buenos resultados a bajo voltaje, lo que permite en algunos casos evitar el pretratamiento de las muestras.

Presenta las siguientes características:

- ❖ Resolución de imagen de electrones secundarios de al menos 3,0 nm, en modo de alto vacío.
- ❖ Rango de magnificación desde 18x hasta 300000x, en más de 60 etapas.
- ❖ Cámara infrarroja.
- ❖ Enfoque manual y automático con ajuste grueso y fino. Rastreo automático del foco.
- ❖ Detectores: secundarios y retrodispersados en modo composición y topográfico.
- ❖ Voltaje de aceleración de 0,5 a 30 kV, ajustable por pasos.
- ❖ Corriente de sonda con ajuste manual o automático, ajustable de 1 pA a 1 mA
- ❖ Sistema de lentes con supresión de histéresis.
- ❖ Fuente de electrones con filamento de W, polarización automática y alineamiento electrónico del cañón.
- ❖ Monitorización de los ejes X e Y.



Figura 28. Microscopio óptico de barrido.



### 3.2.10 Estufa de vacío

Se ha utilizado una estufa de vacío Binder VD23, con calefacción y posibilidad de conexión a vacío para los ensayos de lubricación con capa fina.

Las características principales de la estufa disponible en el laboratorio son las recogidas en la *Tabla 7*.

Tabla 7. Propiedades estufa de vacío.

<b>Presión mínima soportada</b>	0,01 mbar
<b>Potencial nominal</b>	0,8 kW
<b>Rango de calentamiento</b>	Temperatura ambiente – 200 °C
<b>Resolución</b>	1 °C
<b>Precisión</b>	±3 °C



Figura 29. Estufa de vacío.

### 3.2.11 Dispersador

Para la preparación de las diferentes dispersiones de agua, grafeno y líquidos iónicos empleados como lubricante se ha utilizado el dispersador IKAT25digital ULTRA-TURRAX.



Figura 30. Dispersador.

### 3.2.12 Homogeneizador ultrasónico

La homogeneización ultrasónica [87] es un proceso mecánico empleado para reducir las partículas pequeñas presentes en un líquido con el fin de que estas queden uniformes.

Dichas partículas pueden ser líquidas o sólidas. La reducción del diámetro promedio de las partículas aumenta el número de partículas individuales, dando lugar a una disminución de la distancia media entre estas y a un aumento del área superficial.

Se ha utilizado un homogeneizador ultrasónico Labsonic M de Sartorius para mejorar la dispersión del grafeno y el líquido iónico en la preparación de las dispersiones con agua.



Figura 31. Homogeneizador ultrasónico.



### 3.3 Procedimiento experimental

Para cada uno de los ensayos que se ha realizado en este trabajo, se ha llevado a cabo una serie de procesos, los cuales van a ser desarrollados a continuación.

El siguiente diagrama representa de forma gráfica el proceso empleado:

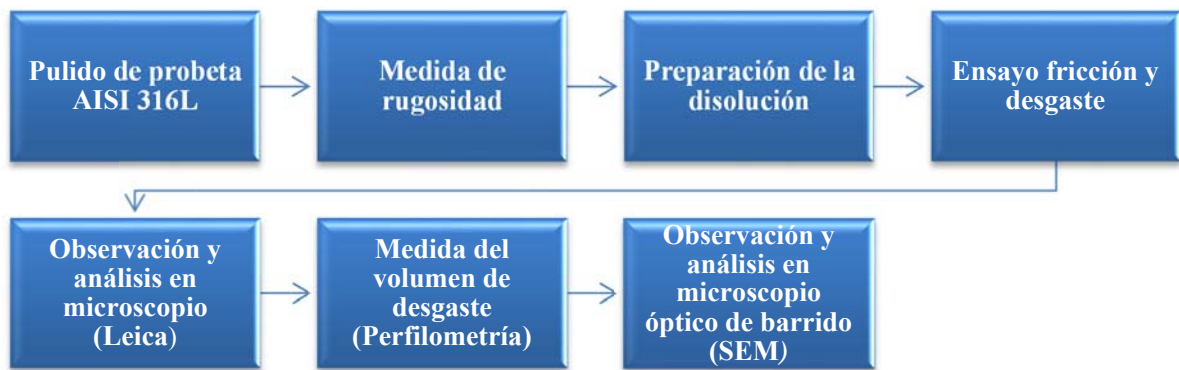


Figura 32. Diagrama procedimiento experimental.

#### 3.3.1 Pulido de probeta AISI 316L

Las probetas empleadas en los diversos ensayos presentan una serie de impurezas en la superficie, que necesitan ser eliminadas antes de su uso.

Ha sido necesario desbastar y pulir las probetas, ya que estas venían cortadas de fábrica a partir de una chapa de acero AISI 316L, hasta alcanzar el estado óptimo final.

Para llevar a cabo el pulido se ha empleado la pulidora metalográfica anteriormente descrita (*Apartado 3.2.1*), a la cual se le han ido incorporando diferentes hojas de lija de carburo de silicio de granulometrías decrecientes y platos de prepulido y pulido, acompañados de una suspensión de alúmina.

#### 3.3.2 Medida de la rugosidad

Una vez se tienen preparadas las probetas y son aptas para su uso, se ha de comprobar con el rugosímetro que los valores de rugosidad media,  $R_a$ , de estas se encuentran dentro del límite admisible para la realización de los ensayos, es decir, son menores de  $0,15\mu\text{m}$ . De acuerdo con la norma DIN 4768 se han realizado medidas en tres direcciones.



### **3.3.3 Preparación de ensayos**

#### **3.3.3.1 DPa Puro**

Se ponen aproximadamente 0,2 gramos de líquido iónico sobre la probeta de acero inoxidable. Este ha estado un mínimo de 24 h en la estufa a 55°C para eliminar la humedad.

#### **3.3.3.2 DPa + 0,1% Grafeno**

Se prepara la dispersión de grafeno a un 0,1% en líquido iónico, es decir, se pone en un mortero 0,1% de grafeno y a continuación, se añade DPa hasta completar el 100% de la cantidad necesaria para nuestros ensayos. Posteriormente, se procede a molienda mecánica durante 10 minutos y se pone en la estufa a 55°C para eliminar la humedad.

Se ponen aproximadamente 0,2 gramos de la dispersión sobre la probeta de acero inoxidable.

#### **3.3.3.3 Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)**

Para la preparación de la dispersión se ha utilizado un 1% de dispersión DPa + 0,1% Grafeno preparada anteriormente y 99% de agua pura tipo II. Se ha sometido a ultrasonidos al 100% de amplitud durante 15 minutos y, posteriormente, se ha agitado con el dispersador durante 30 segundos a 1600 rpm.

#### **3.3.3.4 Capa fina de Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)**

Se han generado capas finas, cubriendo la superficie de los discos de acero con la disolución de agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno). Posteriormente, se introducen 3 horas en la estufa de vacío a 60°C y 200mbar, hasta la evaporación total del agua, manteniéndolos en un desecador durante 24 horas, tras extraerlo de la estufa.

### **3.3.4 Ensayo de fricción y desgaste**

Para la realización de los ensayos de fricción y desgaste se ha colocado la probeta, con el lubricante utilizado según el tipo de ensayo sobre su superficie, en el tribómetro previamente calibrado.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

Condiciones del ensayo:

#### **Ensayo tribológico, punzón sobre disco.**

- ❖ Bola: Acero AISI 52100/Zafiro (dependiendo del ensayo).
- ❖ Disco AISI 316L
- ❖ Distancia: 300 - 600 m
- ❖ Carga: 0,98N
- ❖ Velocidad de giro: 0,1 m/s
- ❖ Radio de giro: 9 mm
- ❖ Radio de la bola del punzón: 0,75 y 0,8 mm
- ❖ Atmósfera de laboratorio
- ❖ Temperatura ambiente y humedad relativa inferior a 40% (Controlada con Gel de Sílice).

#### **Ensayo tribológico, lineal oscilatorio.**

- ❖ Bola: Acero AISI 52100/Zafiro (dependiendo del ensayo).
- ❖ Disco AISI 316L
- ❖ Distancia: 88 m
- ❖ Carga: 0,25N
- ❖ Amplitud 5mm
- ❖ Frecuencia 20Hz
- ❖ Radio de la bola del punzón: 0,75 y 0,8 mm
- ❖ Atmósfera de laboratorio

### **3.3.5 Observación y análisis en microscopio (Leica)**

En este paso del proceso, se ha analizado la huella de la bola y se han realizan micrografías haciendo uso de diferentes aumentos.

### **3.3.6 Medida del volumen de desgaste (Perfilometría)**

Para estudiar el volumen de desgaste, primero, se obtiene el área del agujero y el del exterior de la huella a analizar, utilizando el perfilómetro. Una vez hallados dichos valores, es necesario hacer uso de las siguientes ecuaciones:





**Ensayos lineales:**

- ❖ Volumen de agujero ( $\text{mm}^3$ ) = Área agujero ( $\text{mm}^2$ ) x carrera (mm)
- ❖ Volumen de pico ( $\text{mm}^3$ ) = Área exterior ( $\text{mm}^2$ ) x carrera (mm)
- ❖ Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ ) = Volumen de agujero ( $\text{mm}^3$ ) - Volumen de pico ( $\text{mm}^3$ )
- ❖ Factor de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ ) = Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ ) / Carga x Distancia

Donde:

Carrera = 5 mm, en los ensayos lineales.

Carga = 0,25 N

**Ensayos pin on disc:**

- ❖ Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ ) =  $[2 \times \pi \times r]$  x Volumen desgaste trozo / Longitud arco
- ❖ Factor de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ ) = Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ ) / Carga x Distancia

Donde:

r = 9mm, en los ensayos pin on disc

Carga = 0,98 N

Los valores obtenidos de las mediciones del desgaste se recogen en el *Capítulo 4*.

### **3.3.7 Observación y análisis en microscopio electrónico de barrido (SEM)**

Se analizan los componentes que hay en la superficie de la probeta, pudiendo examinar distintas partes y partículas de esta.

Además, también se obtiene una mejor imagen de la huella, con mejor resolución, se determinan los mecanismos de desgaste, y se adquiere información acerca de la superficie que se está estudiando, realizando microanálisis de energías dispersivas de rayos X (EDX) y mediante el estudio de mapas elementales.



## Capítulo 4. Análisis de resultados

### 4.1 Ensayos de lubricación con DPa (Acero AISI 52100 – AISI 316L)

#### 4.1.1 Evolución del coeficiente de fricción

En la figura que se muestra a continuación (*Figura 33*), se observa la evolución del coeficiente de fricción ( $\mu$ ), a lo largo de los 500 metros de distancia sobre los cuales se ha desarrollado el ensayo.

Además, se puede apreciar una zona inicial transitoria que presenta una señal oscilante, desde el comienzo del ensayo hasta alcanzar los 150 metros.

A partir de este primer tramo de deslizamiento, se puede ver cómo los valores del coeficiente de fricción se mantienen estables hasta el final del ensayo (steady-state), en torno al valor medio obtenido en la serie de tres ensayos (*Tabla 9*).

Tabla 8. Valores más representativos (DPa).

Distancia (m)	$\mu_{\text{máx}}$	$\mu_{\text{steady-state}}$
124	0,72	-
150-500	-	0,286

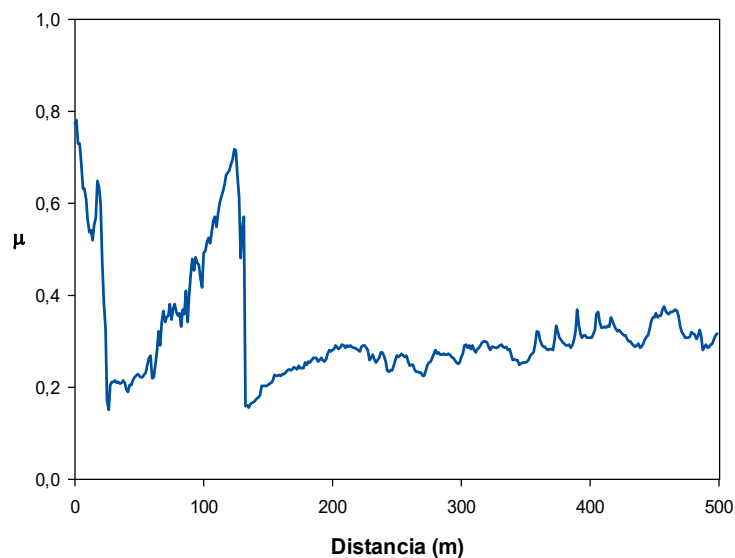


Figura 33. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (DPa).



Tabla 9. Coeficiente de fricción.

Coeficiente de fricción ( $\mu$ )	
Media	0,336
Desviación	0,029

## 4.1.2 Desgaste de la probeta

En la *Tabla 10*, se muestran los valores obtenidos de la pérdida de volumen por unidad de carga y distancia recorrida, de la probeta de AISI 316L, expresados en volumen de desgaste y factor de desgaste.

Tabla 10. Volumen y factor de desgaste.

	Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ )	Factor de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ )
Media	$1,24 \times 10^{-2}$	$2,52 \times 10^{-5}$
Desviación	$6,62 \times 10^{-4}$	$1,35 \times 10^{-6}$

## 4.1.3 Mecanismos de desgaste

El desgaste superficial sufrido en la probeta de acero se cuantifica, y se muestra mediante la utilización de técnicas de microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto y microscopía electrónica de barrido. En cambio, las posibles interacciones triboquímicas superficiales han sido estudiadas a través de mapas elementales.

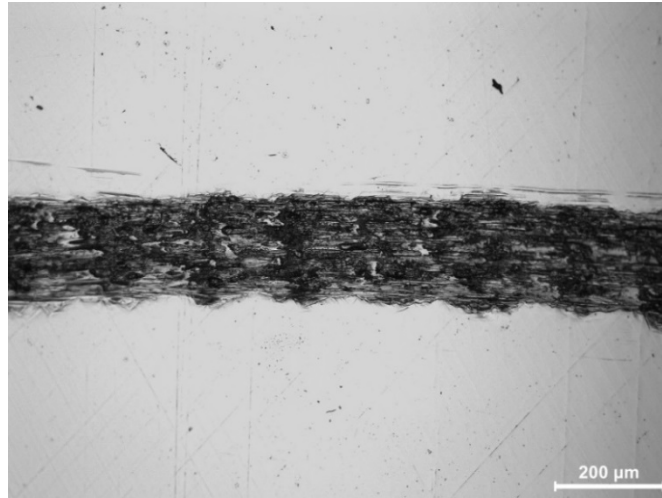
### 4.1.3.1 Microscopía óptica

En la *Figura 34*, se puede observar la huella de desgaste. En ella se puede apreciar que la probeta ha sufrido desgaste abrasivo, como muestran las líneas paralelas horizontales dentro de la huella, junto con una deformación plástica en los bordes de la misma y en su interior, como señalan las marcas transversales dentro de la huella.



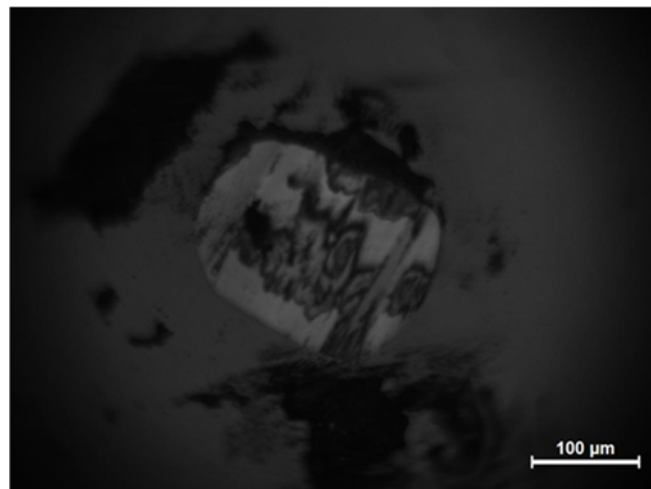
Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*



*Figura 34.* Huella de la probeta a 10x (DPa).

La *Figura 35* muestra la huella obtenida sobre la bola acero AISI 52100. Se puede apreciar un desgaste producido por el contacto acero-acero.

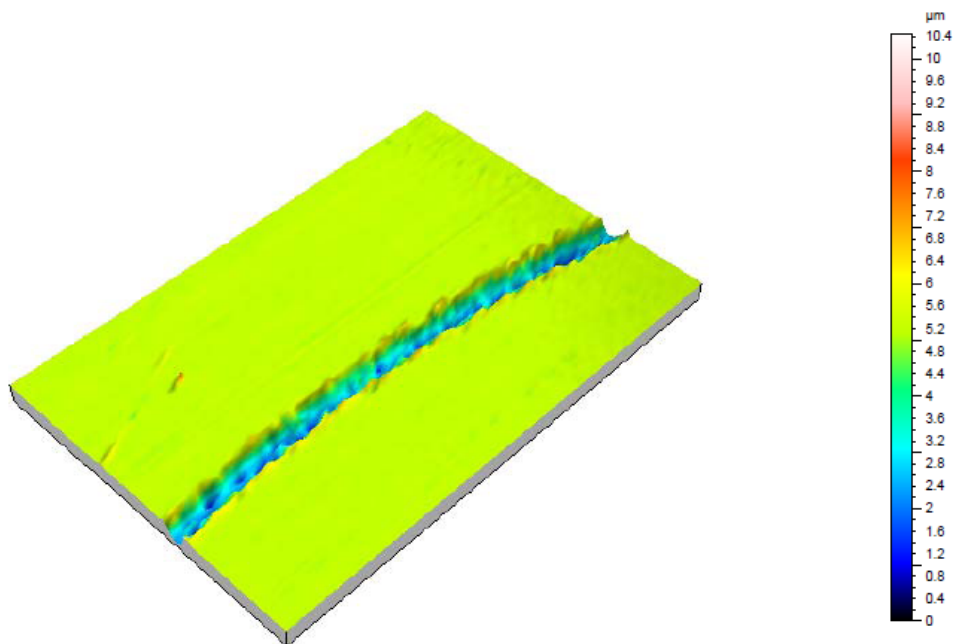


*Figura 35.* Huella de la bola a 20x (DPa).



### 4.1.3.2 Microperfilometría óptica de no contacto

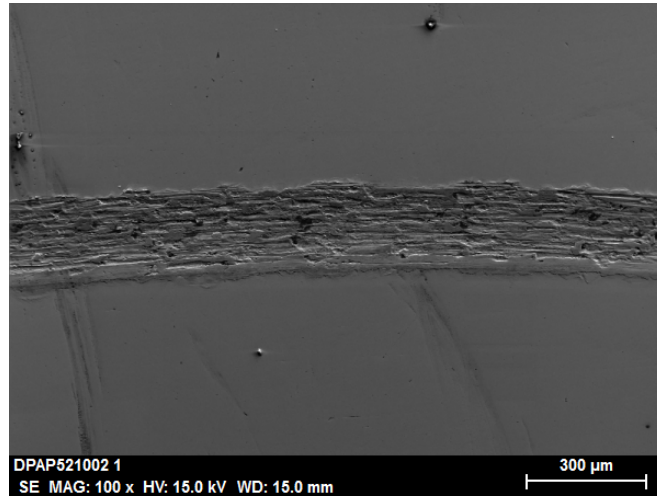
La *Figura 36*, muestra la morfología de la huella de desgaste de la superficie de la probeta de acero AISI 316L debida al arranque de material producido por la bola de acero AISI 52100, así como la acumulación de material deformado plásticamente a lo largo de los bordes de la huella.



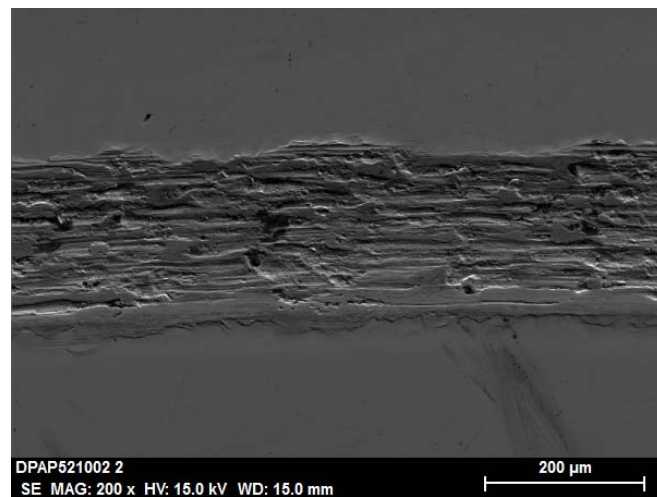
*Figura 36.* Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con DPa.

### 4.1.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Mediante el microscopio electrónico de barrido, se han obtenido con mayor precisión, las huellas de desgaste, anteriormente analizadas (*Apartado 4.1.3.1*), producidas en la probeta AISI 316L.



*Figura 37. Micrografía de la huella a 100x (DPa).*

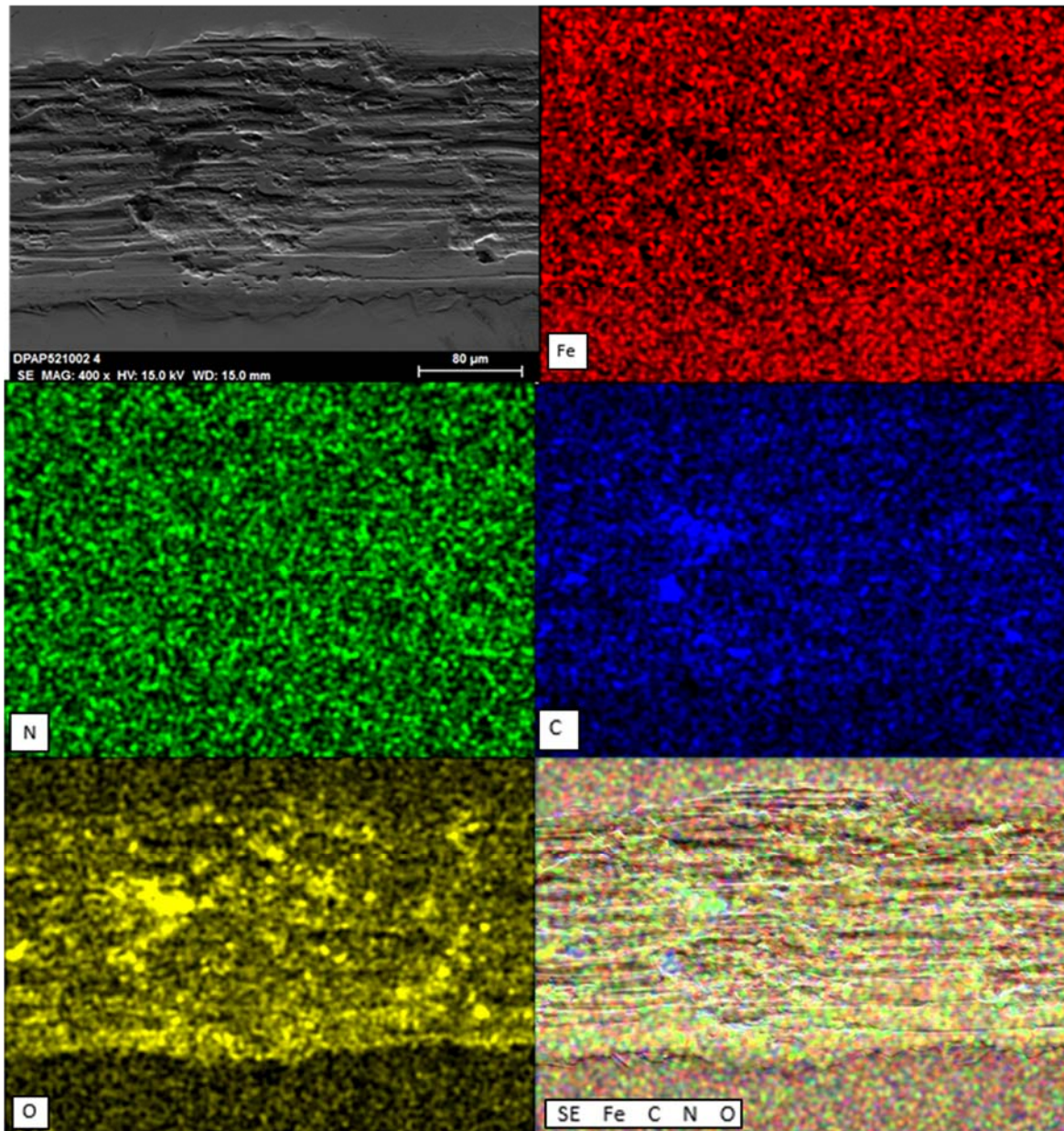


*Figura 38. Micrografía de la huella a 200x (DPa).*



#### 4.1.3.4 Mapas elementales

Los mapas elementales (*Figura 39*), obtenidos con EDX para adquirir la composición elemental, muestran un desgaste severo. Debido a ello, se puede observar cómo se ha eliminado cierta parte de la capa protectora en el disco y ha provocado oxidación en el interior de la huella.



*Figura 39.* Mapas elementales de la probeta lubricada con DPa.



## 4.2 Ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno (Acero AISI 52100 – AISI 316L)

### 4.2.1 Evolución del coeficiente de fricción

En la figura que se muestra a continuación (*Figura 40*), se observa la evolución del coeficiente de fricción ( $\mu$ ), a lo largo de los 500 metros de distancia sobre los cuales se ha desarrollado el ensayo.

En esta, además, se puede apreciar una zona inicial transitoria desde el comienzo del ensayo hasta alcanzar los 180 metros. Este tramo, presenta picos de fricción, que pueden ser debidos a la mala dispersión de las partículas de grafeno.

A partir de los 180 metros de distancia de deslizamiento, se puede ver cómo los valores del coeficiente de fricción se han visto reducidos, manteniéndose estables hasta el final del ensayo (steady-state), en torno al valor medio obtenido en la serie de tres ensayos (*Tabla 12*).

Tabla 11. Valores más representativos (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100-AISI 316L).

Distancia (m)	$\mu_{\text{máx}}$	$\mu_{\text{steady-state}}$
81	0,73	-
180-500	-	0,182

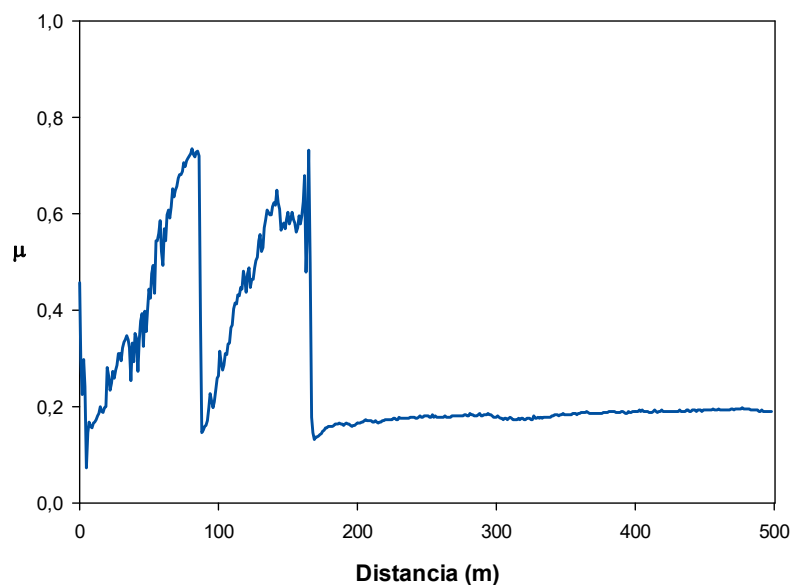


Figura 40. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100-AISI 316L).





Tabla 12. Coeficiente de fricción.

<b>Coeficiente de fricción (<math>\mu</math>)</b>	
<b>Media</b>	0,267
<b>Desviación</b>	0,020

## 4.2.2 Desgaste de la probeta

En la *Tabla 13*, se muestran los valores obtenidos de la pérdida de volumen por unidad de carga y distancia recorrida de la probeta de AISI 316L, expresados en volumen de desgaste y factor de desgaste.

Tabla 13. Volumen y factor de desgaste.

	<b>Volumen de desgaste (<math>\text{mm}^3</math>)</b>	<b>Factor de desgaste (<math>\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}</math>)</b>
<b>Media</b>	$4,06 \times 10^{-3}$	$8,29 \times 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$6,86 \times 10^{-5}$	$1,40 \times 10^{-7}$

## 4.2.3 Mecanismos de desgaste

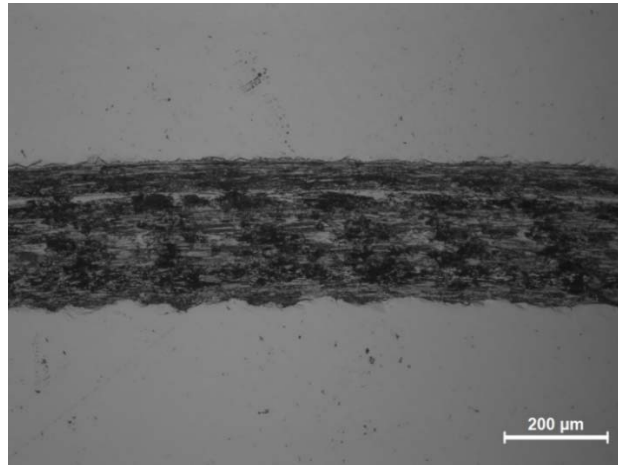
Mediante la utilización de diferentes técnicas como son la microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto y microscopía electrónica de barrido se ha analizado el desgaste sufrido en la probeta de acero de este ensayo. Por otro lado, las interacciones tribo-químicas superficiales se han estudiado mediante mapas elementales.

### 4.2.3.1 Microscopía óptica

En la huella de desgaste que aparece en la *Figura 41*, se puede observar que la probeta ha sufrido desgaste abrasivo, como muestran las líneas paralelas horizontales dentro de la huella.

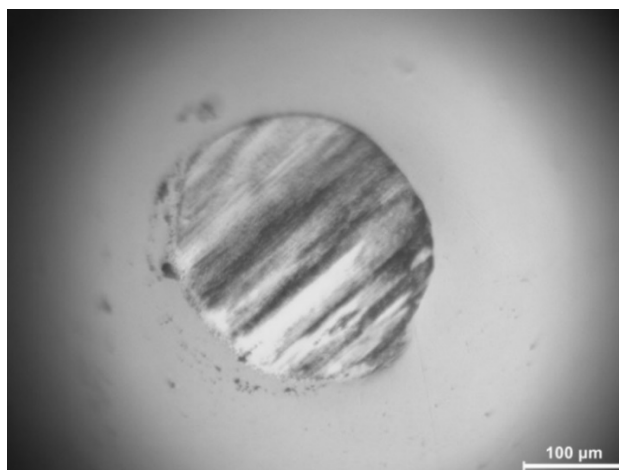


Por otro lado, hay marcas transversales, las cuales nos indican que no solo se ha producido deformación plástica en los bordes de la huella, sino también en su interior.



*Figura 41.* Huella de la probeta a 10x (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100-AISI 316L).

La *Figura 42*, muestra la huella obtenida sobre la bola acero AISI 52100. Se puede apreciar el desgaste producido por el contacto acero-acero.

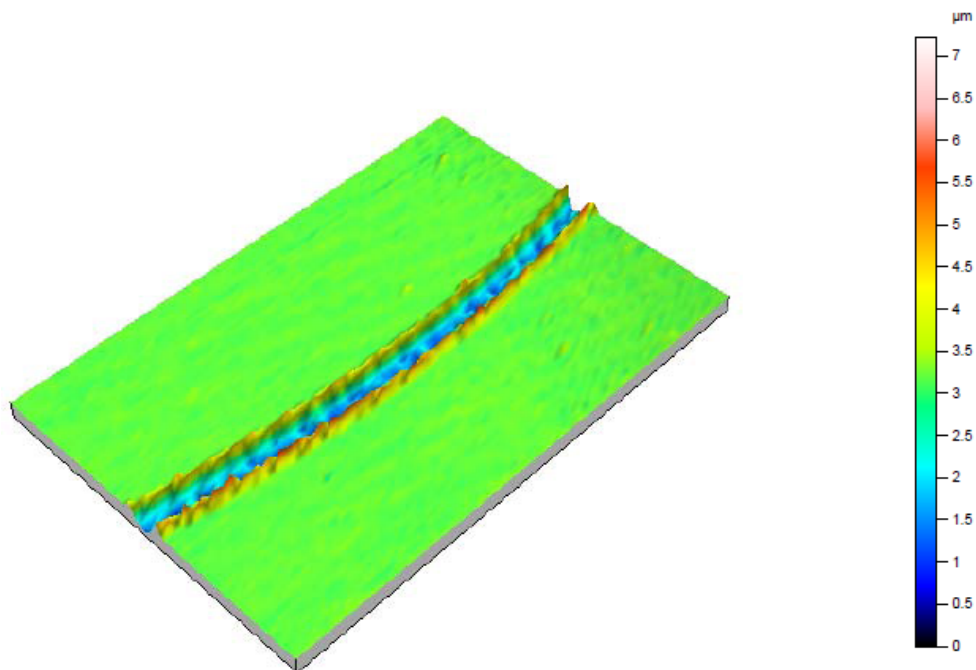


*Figura 42.* Huella de la bola a 20x (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100-AISI 316L).



### 4.2.3.2 Microperfilometría óptica de no contacto

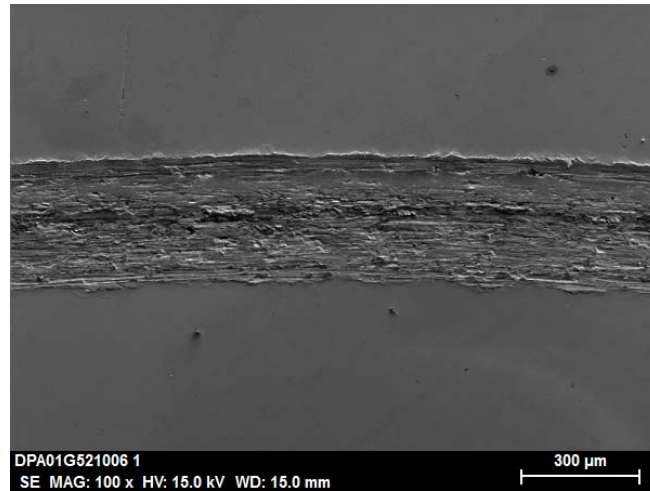
La *Figura 43*, muestra la morfología de la huella de desgaste de la superficie de la probeta de acero AISI 316L debido al arranque de material producido por la bola de acero AISI 52100, así como la acumulación de material deformado plásticamente a lo largo de los bordes de la huella.



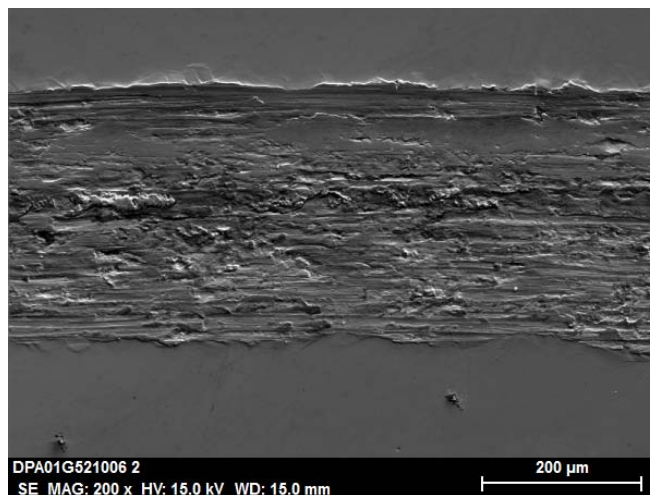
*Figura 43.* Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con DPa + 0,1% Grafeno (Acero AISI 52100-AISI 316L).

### 4.2.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Mediante el microscopio electrónico de barrido, se han obtenido con mayor precisión, las huellas de desgaste, anteriormente analizadas (*Apartado 4.2.3.1*), producidas en la probeta AISI 316L.



*Figura 44.* Micrografía de la huella a 100x (DPA + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100-AISI 316L).

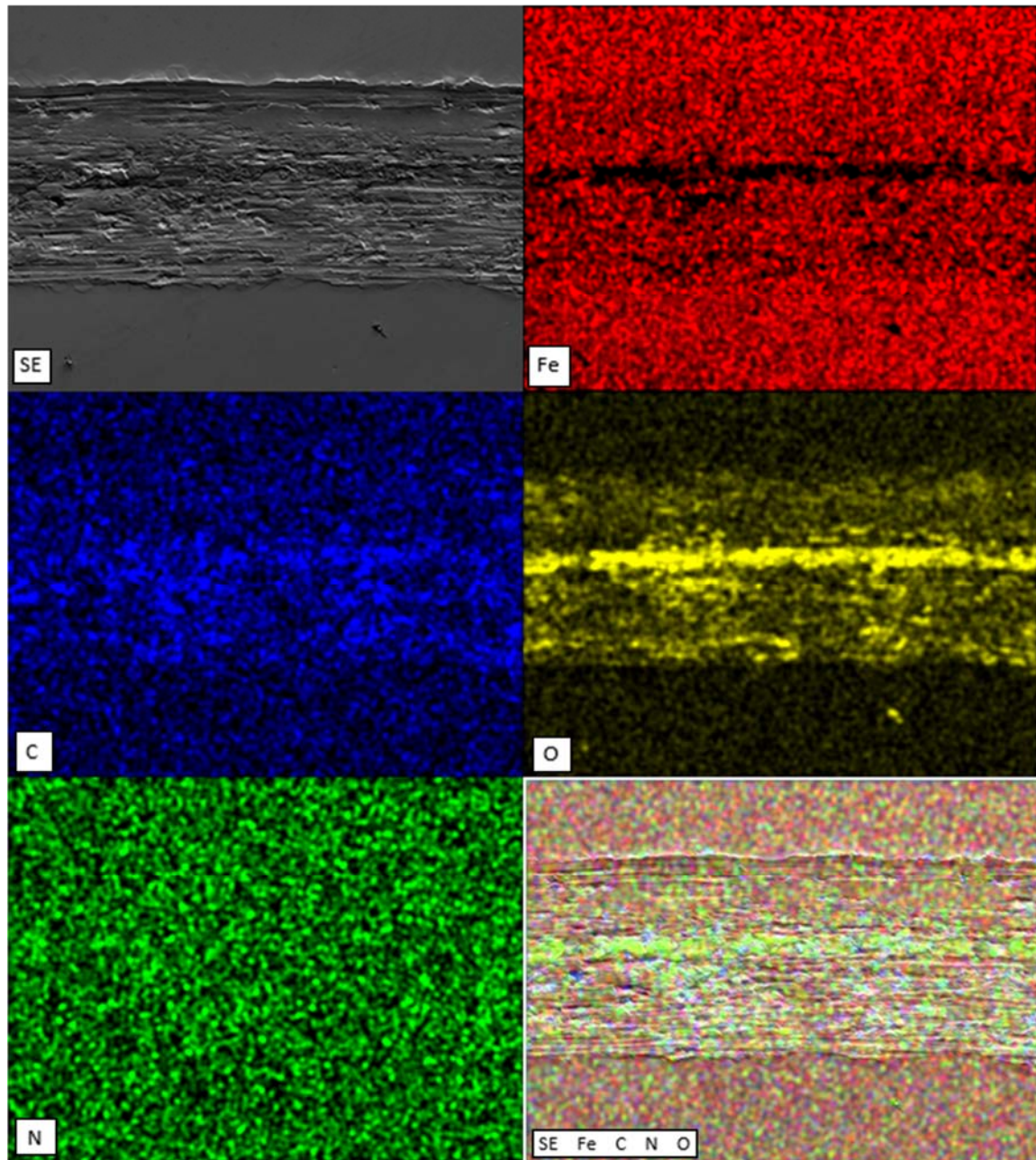


*Figura 45.* Micrografía de la huella a 200x (DPA + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100-AISI 316L).



#### 4.2.3.4 Mapas elementales

En estos mapas elementales (*Figura 46*) se puede observar como en las zonas que hay menos hierro, provocado por el contacto bola-probeta, se produce una mayor oxidación. Esto se ve, de forma clara, en la banda central de la huella del mapa elemental de oxígeno.



*Figura 46.* Mapas elementales de la probeta lubricada con DPa + 0,1% Grafeno (Acero AISI 52100-AISI 316L).



## 4.3 Ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno (Zafiro – AISI 316L)

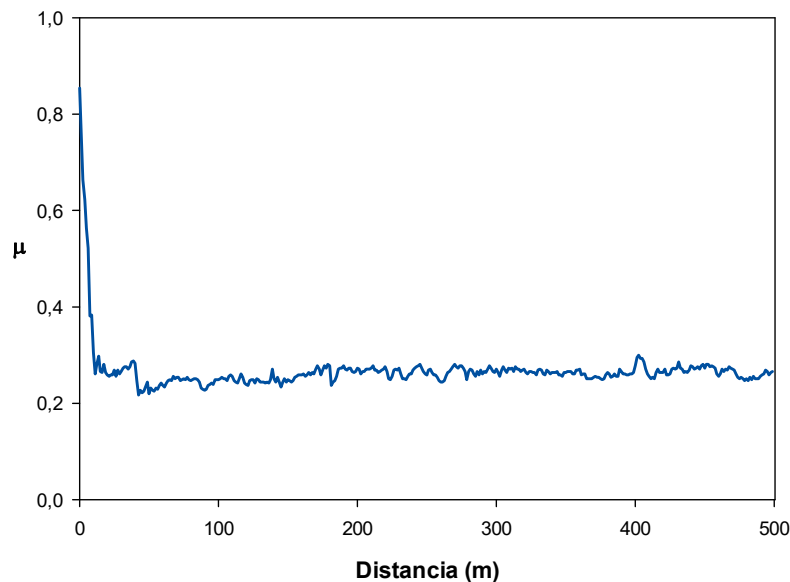
### 4.3.1 Evolución del coeficiente de fricción

En la figura que se muestra a continuación (*Figura 47*), se observa la evolución del coeficiente de fricción ( $\mu$ ), a lo largo de los 500 metros de distancia sobre los cuales se ha desarrollado el ensayo.

En esta, además, se puede apreciar cómo desde el inicio, hasta alcanzar los 500 metros que ponen fin al ensayo, el coeficiente de fricción se mantiene prácticamente constante alrededor del valor medio obtenido en la serie de tres ensayos (*Tabla 15*).

Tabla 14. Valores más representativos (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro-AISI 316L).

Distancia (m)	$\mu_{\text{máx}}$	$\mu_{\text{steady-state}}$
-	-	-
40-500	-	0,259



*Figura 47.* Variación del coeficiente de fricción con la distancia (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro-AISI 316L).



Tabla 15. Coeficiente de fricción.

Coeficiente de fricción ( $\mu$ )	
<b>Media</b>	0,256
<b>Desviación</b>	0,021

### 4.3.2 Desgaste de la probeta

En la *Tabla 16*, se muestran los valores obtenidos de la pérdida de volumen por unidad de carga y distancia recorrida de la probeta de AISI 316L, expresados en volumen de desgaste y factor de desgaste.

Tabla 16. Volumen y factor de desgaste.

	Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ )	Factor de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ )
<b>Media</b>	$6,5 \times 10^{-4}$	$1,74 \times 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$6,76 \times 10^{-5}$	$4,42 \times 10^{-7}$

### 4.3.3 Mecanismos de desgaste

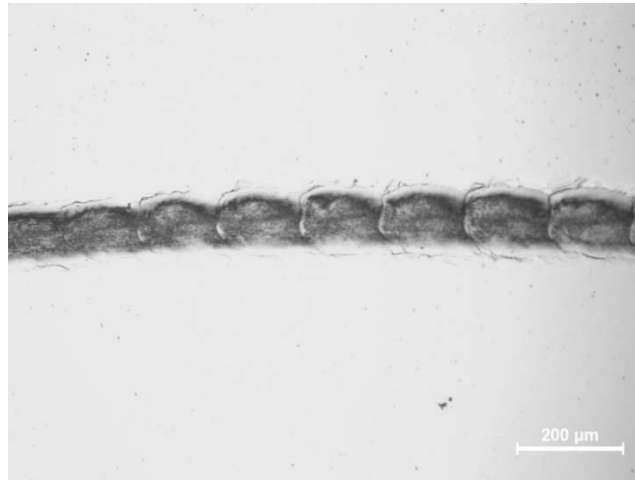
Para poder mostrar y analizar el desgaste y las posibles interacciones tribo-químicas superficiales producidas en la probeta de acero, se han utilizado las siguientes técnicas:

microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto, microscopía electrónica de barrido y estudio de mapas elementales.

#### 4.3.3.1 Microscopía óptica

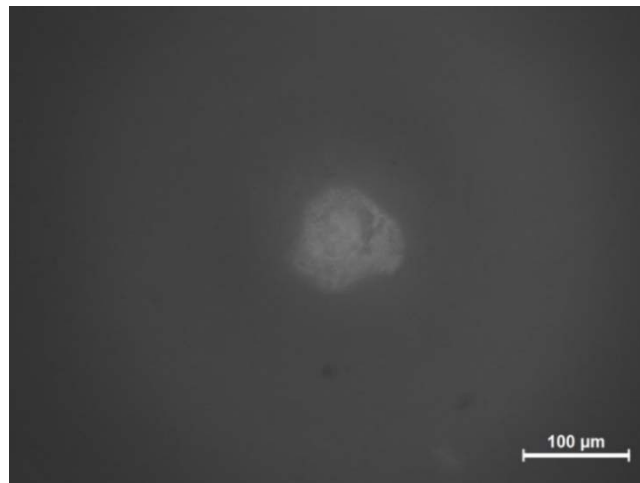
En la *Figura 48*, se muestra la huella de desgaste en la que se puede observar como la probeta ha sufrido un desgaste abrasivo.

También muestra tanto en los bordes como en el interior de esta, signos típicos de una deformación plástica.



*Figura 48.* Huella de la probeta a 10x (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro-AISI 316L).

La *Figura 49* muestra la huella obtenida sobre la bola de zafiro del punzón. Se pueden apreciar partículas de desgaste desprendidas de la probeta de acero adheridas a la bola, lo que indica que se ha producido un desgaste adhesivo.



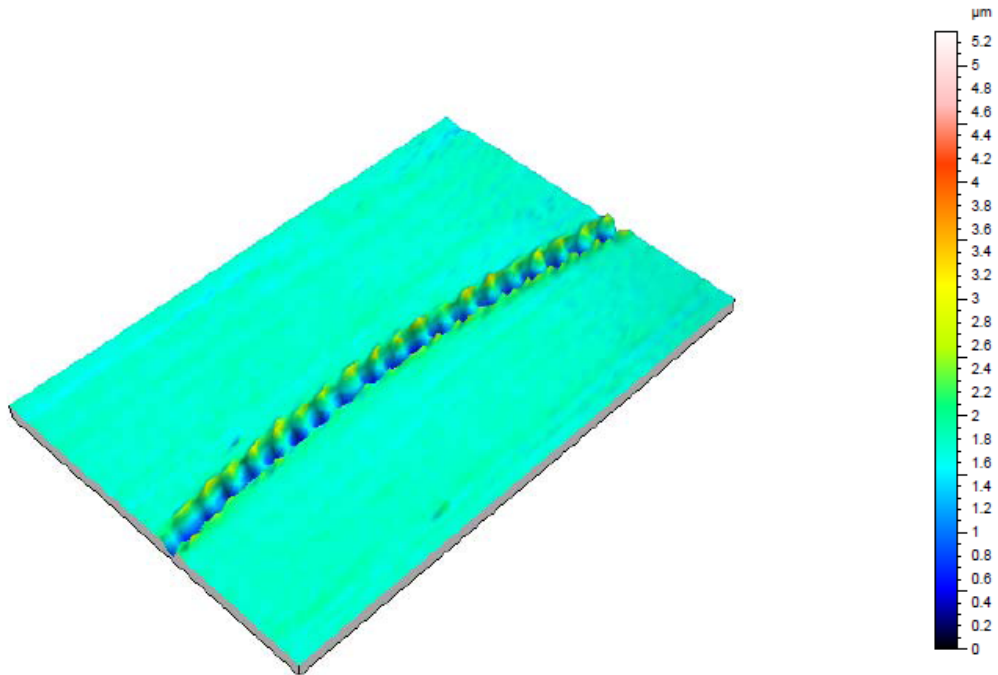
*Figura 49.* Huella de la bola a 10x (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro-AISI 316L).





### 4.3.3.2 Microperfilometría óptica de no contacto

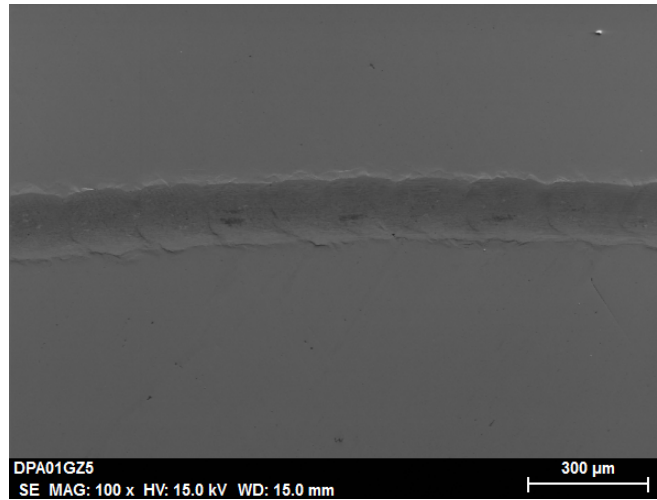
La *Figura 50*, muestra la morfología de la huella de desgaste de la superficie de la probeta de acero AISI 316L debido al arranque de material producido por la bola de zafiro, así como la acumulación de material deformado plásticamente a lo largo de los bordes de la huella. La profundidad no es continua, sino que se observan variaciones periódicas debido al efecto *stick-slip* [88].



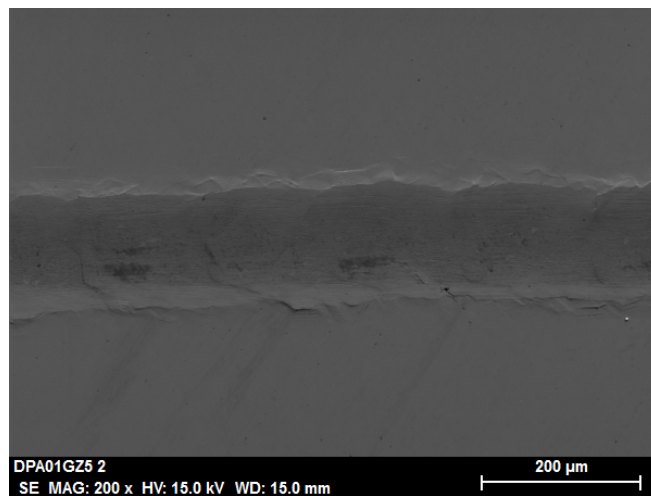
*Figura 50.* Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con DPa + 0,1% Grafeno (Zafiro-AISI 316L).

### 4.3.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Mediante el microscopio electrónico de barrido, se han obtenido con mayor precisión, las huellas de desgaste, anteriormente analizadas (*Apartado 4.3.3.1*), producidas en la probeta AISI 316L.



*Figura 51. Micrografía de la huella a 100x (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro-AISI 316L).*

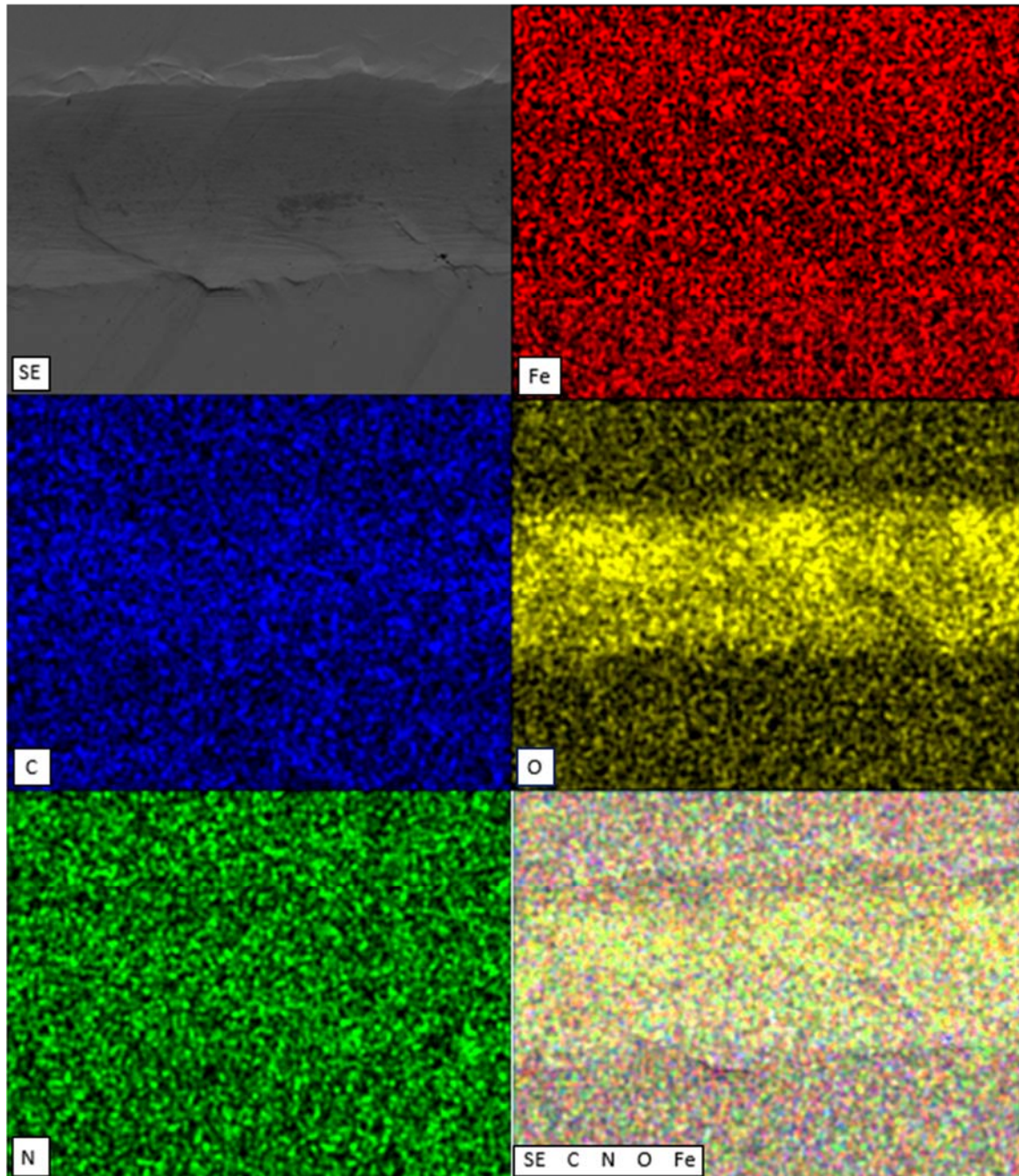


*Figura 52. Micrografía de la huella a 200x (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro-AISI 316L).*



#### 4.3.3.4 Mapas elementales

Los mapas elementales (*Figura 53*) muestran una concentración de oxígeno, evidente, dentro de la huella de desgaste.



*Figura 53.* Mapas elementales de la probeta lubricada con DPa + 0,1% Grafeno (Zafiro-AISI 316L).



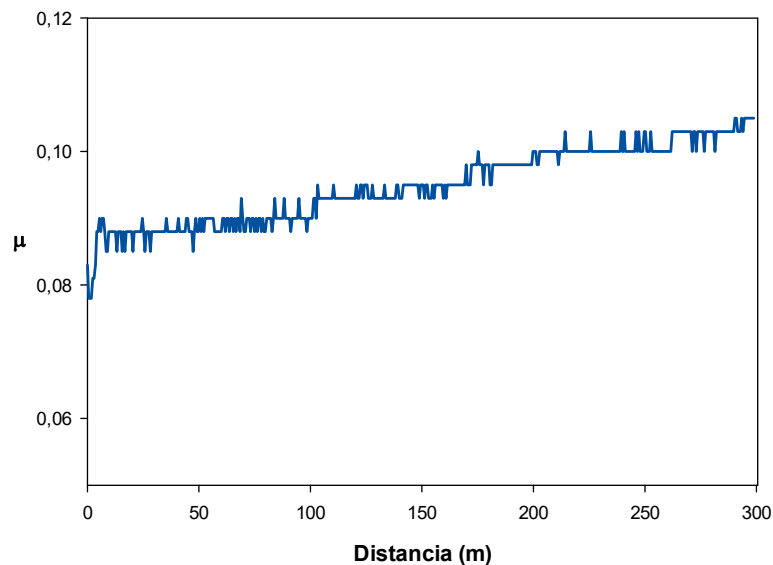
## 4.4 Ensayos de lubricación con agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L)

### 4.4.1 Evolución del coeficiente de fricción

En la *Figura 54*, se observa la evolución del coeficiente de fricción ( $\mu$ ), a lo largo de los 300 metros de distancia sobre los cuales se ha desarrollado el ensayo.

En esta, además, se puede apreciar cómo a lo largo del deslizamiento total del ensayo, el coeficiente de fricción se comporta de una manera muy estable, estando este en torno al valor medio obtenido en la serie de tres ensayos, 0,094.

En un principio, se realizó algún otro ensayo de mayor distancia, pero a partir de los primeros 300 metros el agua se evaporaba, así que el coeficiente de fricción aumentaba considerablemente, habiendo contacto en seco (*Tabla 17*).



*Figura 54.* Variación del coeficiente de fricción con la distancia (Agua + (DPA +0,1% Grafeno)).

Tabla 17. Coeficiente de fricción.

Coeficiente de fricción ( $\mu$ )	
Media	0,094
Desviación	0,003



## 4.4.2 Desgaste de la probeta

En la *Tabla 18*, se muestran los valores obtenidos de la pérdida de volumen por unidad de carga y distancia recorrida de la probeta de AISI 316L, expresados en volumen de desgaste y factor de desgaste.

Tabla 18. Volumen y factor de desgaste.

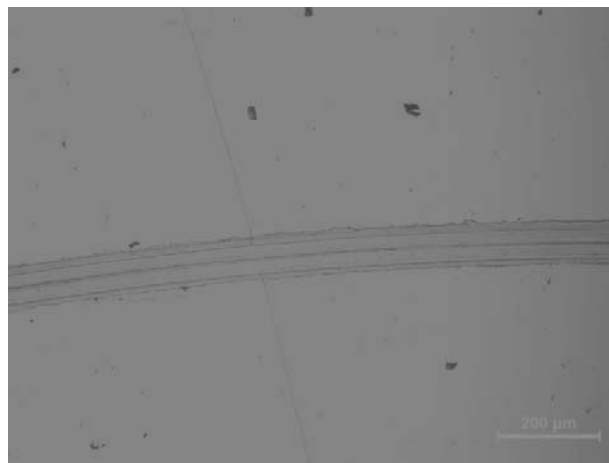
	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Factor de desgaste (mm <sup>3</sup> /N·m)
<b>Media</b>	1,02x10 <sup>-3</sup>	3,46x10 <sup>-6</sup>
<b>Desviación</b>	8,66x10 <sup>-5</sup>	2,95x10 <sup>-7</sup>

## 4.4.3 Mecanismos de desgaste

En este tipo de ensayo la probeta de acero ha sufrido un desgaste superficial el cual se cuantifica y se muestra mediante la utilización de técnicas de microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto y microscopía electrónica de barrido. También mencionar que las posibles interacciones tribo-químicas superficiales se han estudiado realizando mapas elementales.

### 4.4.3.1 Microscopía óptica

En la huella de desgaste de la *Figura 55*, se puede observar como la probeta no ha sufrido prácticamente desgaste, en cambio sí que se puede ver deformación plástica en los bordes de la misma y en el interior, como demuestran las marcas transversales dentro de la huella.



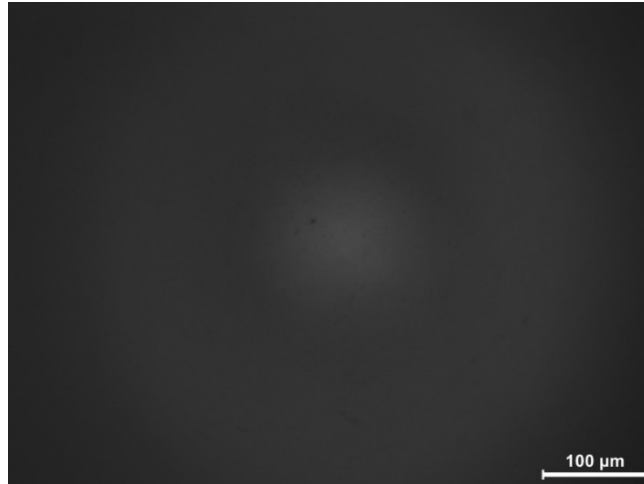
*Figura 55.* Huella de la probeta a 10x (Agua + 1%(DPA + 0,1% Grafeno)).



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

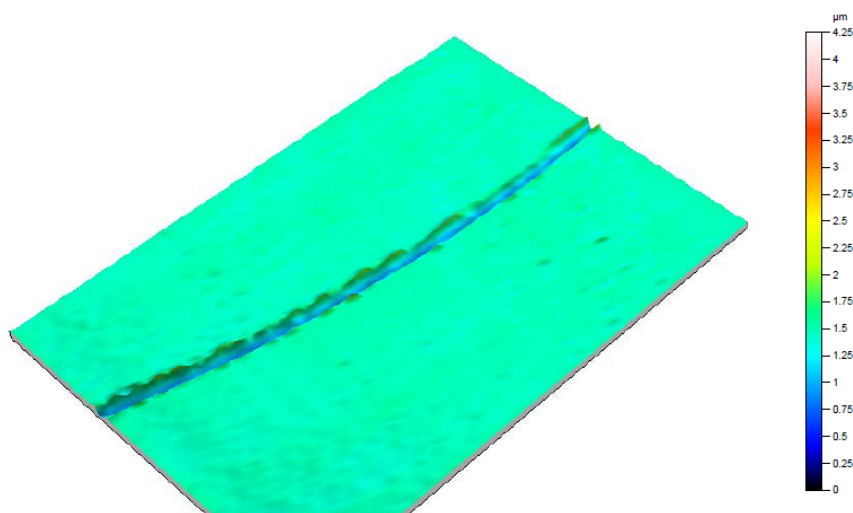
La *Figura 56*, muestra la bola de acero AISI 52100 después del ensayo. Se puede observar una huella prácticamente inapreciable, es por ello, que se puede afirmar que no se ha producido daño evidente.



*Figura 56.* Huella de la bola a 20x (Agua + 1%(DPA + 0,1% Grafeno)).

#### 4.4.3.2 Microperfilometría óptica de no contacto

La *Figura 57*, muestra la morfología de la huella de desgaste de la superficie de la probeta de acero AISI 316L debida al arranque de material producido por la bola de acero AISI 52100, así como la acumulación de material deformado plásticamente a lo largo de los bordes de la huella.



*Figura 57.* Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con (Agua + 1%(DPA + 0,1% Grafeno)).



Rubén Pérez Sánchez

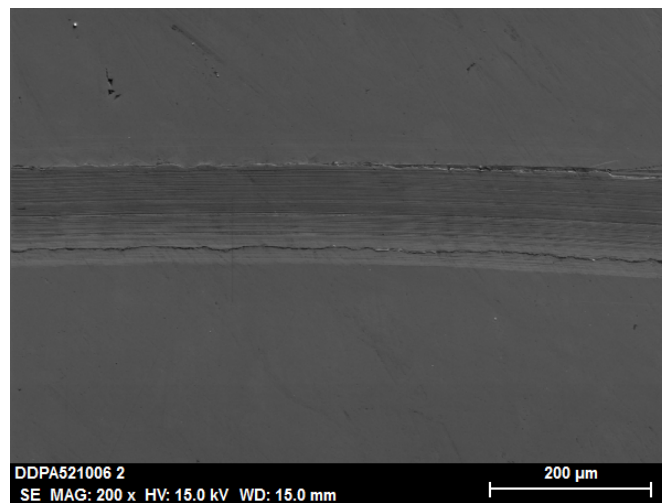
*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

### 4.4.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Mediante el microscopio electrónico de barrido, se han obtenido con mayor precisión, las huellas de desgaste, anteriormente analizadas (*Apartado 4.4.3.1*), producidas en la probeta AISI 316L.



*Figura 58.* Micrografía de la huella a 100x (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)).

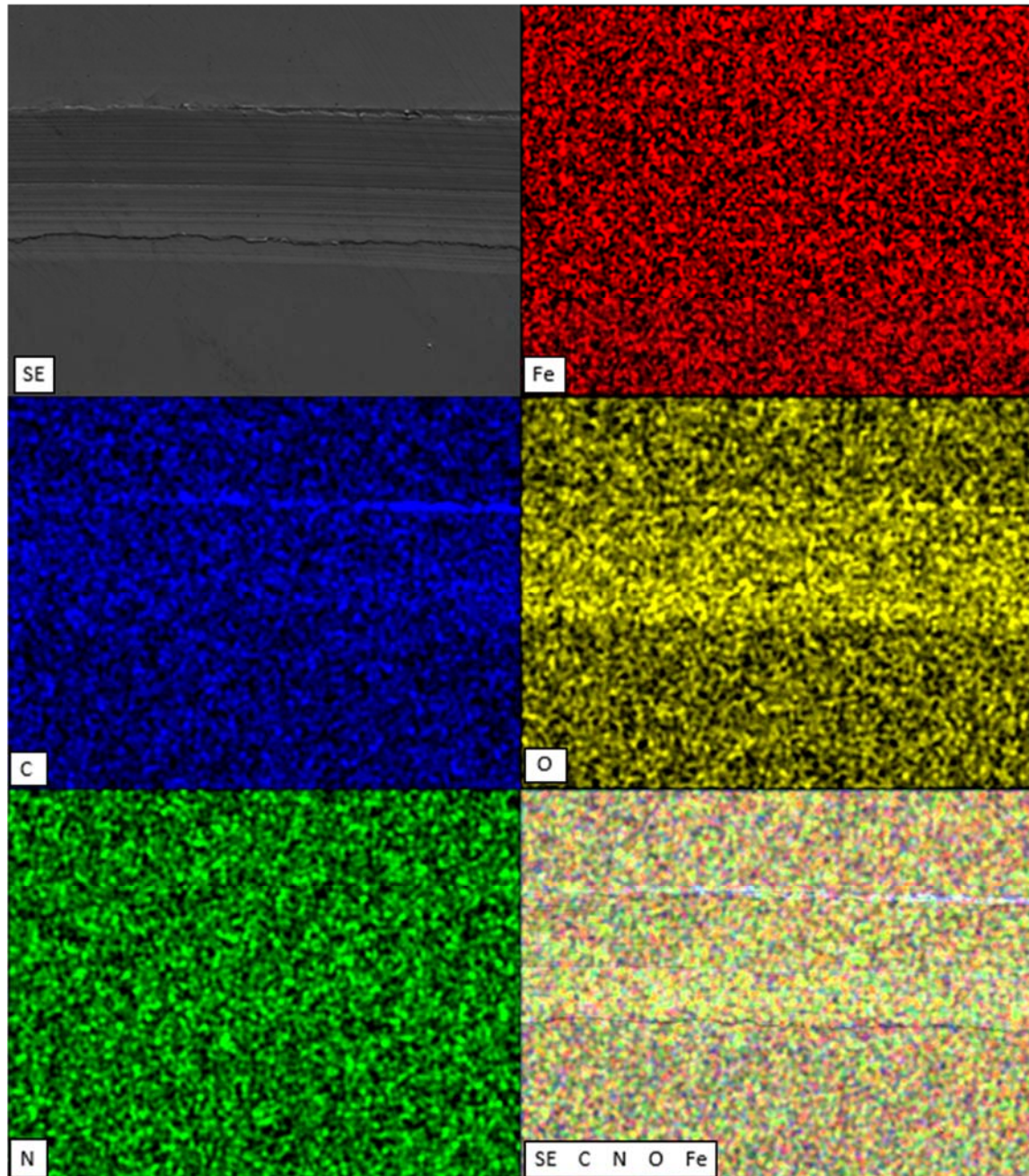


*Figura 59.* Micrografía de la huella a 200x (Agua + 1%(DPa + 0,1% Grafeno)).



#### 4.4.3.4 Mapas elementales

Los mapas elementales (*Figura 60*) muestran como existe una mayor concentración de carbono y oxígeno, sobre todo, en las zonas deformadas plásticamente en el borde de la huella.



*Figura 60.* Mapas elementales de la probeta lubricada con (Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).





## 4.5 Ensayo de lubricación con capa fina: agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) Lineal

### 4.5.1 Evolución del coeficiente de fricción

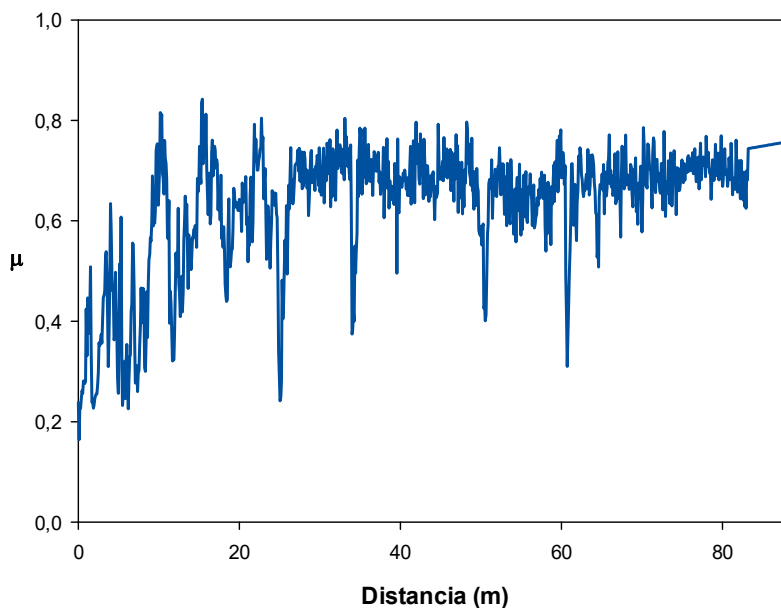
En la *Figura 61*, se observa la evolución del coeficiente de fricción ( $\mu$ ), a lo largo de los 88 metros de distancia sobre los cuales se ha desarrollado el ensayo.

En esta, además, se puede apreciar una zona inicial llamada *periodo transitorio* desde el comienzo del ensayo hasta alcanzar los 26 metros.

A partir de este tramo de deslizamiento, se produce un pequeño incremento de los valores del coeficiente de fricción que se mantienen más o menos estables hasta el final del ensayo, en torno al valor medio obtenido en la serie de tres ensayos (*Tabla 20*).

Tabla 19. Valores más representativos (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).

Distancia (m)	$\mu_{\text{steady-state}}$
-	-
26-88,8	0,683



*Figura 61.* Variación del coeficiente de fricción con la distancia (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).



Tabla 20. Coeficiente de fricción.

Coeficiente de fricción ( $\mu$ )	
<b>Media</b>	0,635
<b>Desviación</b>	0,058

## 4.5.2 Desgaste de la probeta

En la *Tabla 21*, se muestran los valores obtenidos de la pérdida de volumen por unidad de carga y distancia recorrida de la probeta de AISI 316L, expresados en volumen de desgaste y factor de desgaste.

Tabla 21. Volumen y factor de desgaste.

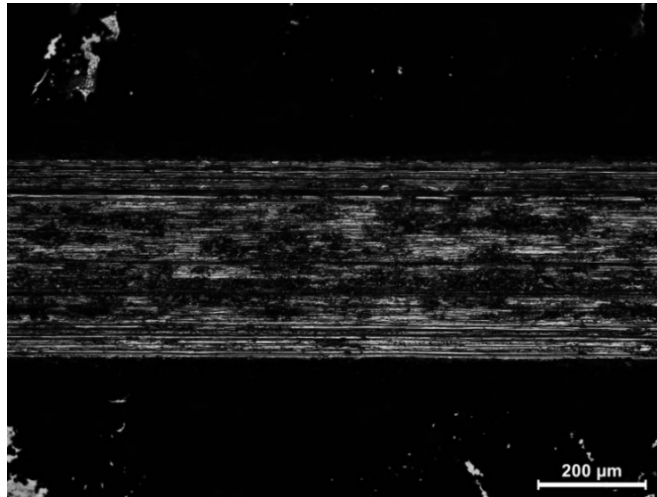
	Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ )	Factor de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ )
<b>Media</b>	$8,92 \times 10^{-3}$	$1,96 \times 10^{-1}$
<b>Desviación</b>	$9,31 \times 10^{-4}$	$2,05 \times 10^{-2}$

## 4.5.3 Mecanismos de desgaste

El desgaste superficial y las posibles interacciones tribo-químicas en la probeta se muestran mediante la utilización de técnicas de microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto, microscopía electrónica de barrido y mediante el estudio de mapas elementales.

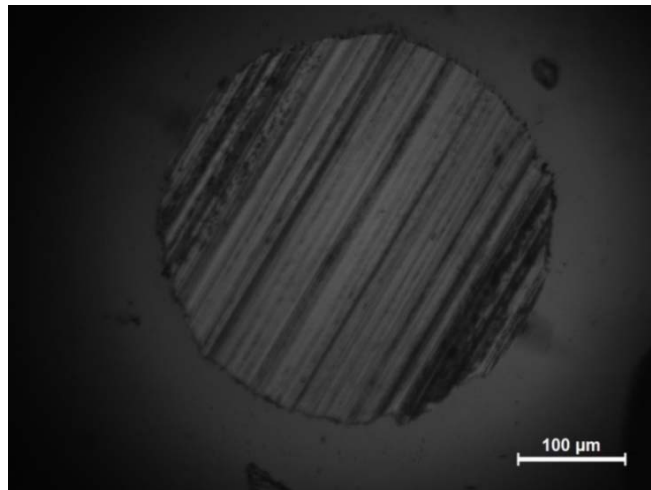
### 4.5.3.1 Microscopía óptica

En la *Figura 62*, se puede observar la huella de desgaste. En ella, se muestra como la probeta ha sufrido desgaste por abrasión, muestra de ello son las líneas paralelas horizontales que recorren la huella.



*Figura 62.* Huella de la probeta a 10x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).

La *Figura 63* muestra la huella obtenida sobre la bola acero AISI 52100. Se puede apreciar un desgaste abrasivo bastante evidente producido por el contacto acero-acero.



*Figura 63.* Huella de la bola a 20x (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).

#### **4.5.3.2 Microperfilometría óptica de no contacto**

La *Figura 64*, muestra la morfología de la huella de desgaste de la superficie de la probeta de acero AISI 316L debida al arranque de material producido por la bola de acero AISI 52100, así como la acumulación de material deformado plásticamente a lo largo de los bordes de la huella.

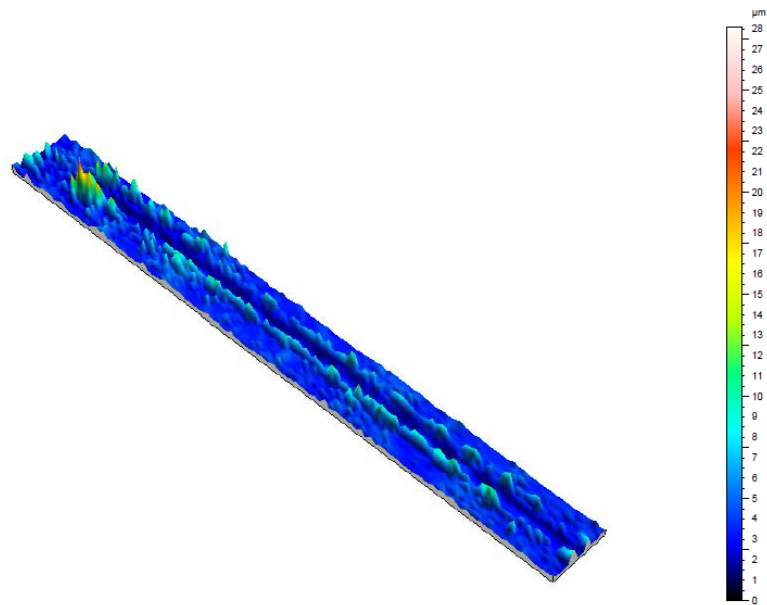


Figura 64. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con (agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno)).

### 4.5.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Mediante el microscopio electrónico de barrido, se han obtenido con mayor precisión, las huellas de desgaste, anteriormente analizadas (*Apartado 4.5.3.1*), producidas en la probeta AISI 316L.

Resaltar que a lo largo de la huella hay acumulación de material en los bordes, viéndose incrementada dicha acumulación en los extremos.

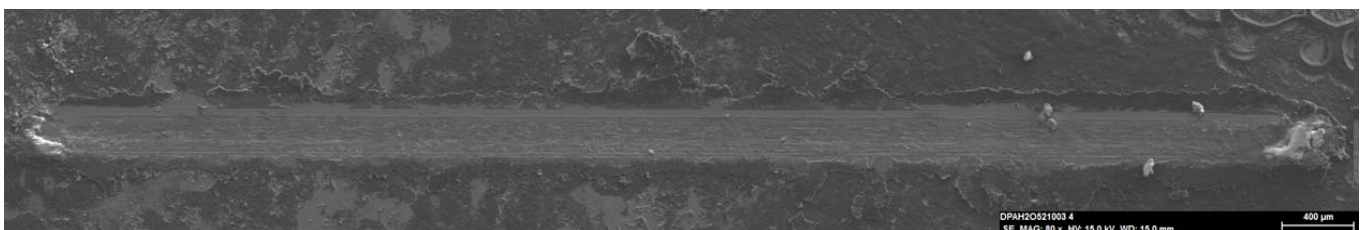
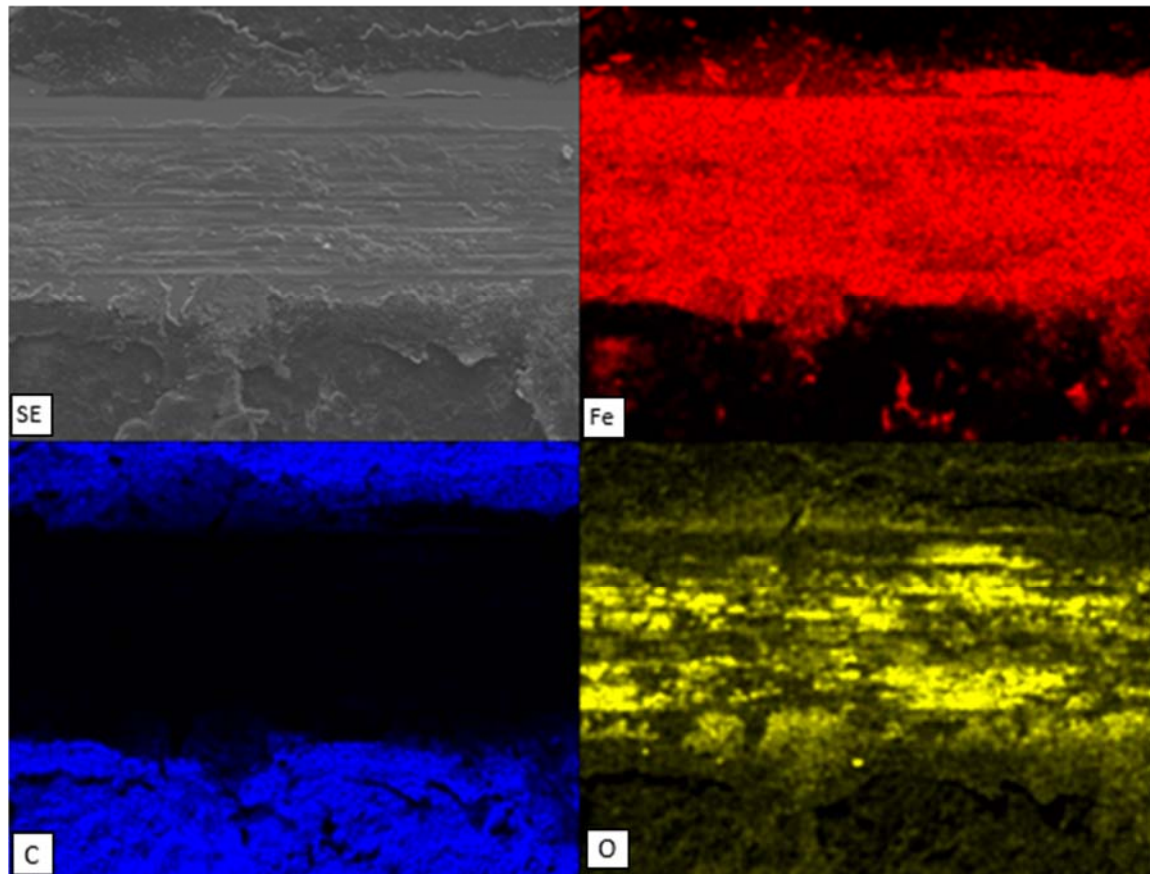


Figura 65. Micrografía de la huella a 80x (agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno)).



#### 4.5.3.4 Mapas elementales

En los mapas elementales (*Figura 66*) se puede observar como hay mayor concentración de carbono en la parte exterior de la huella que en el interior, donde ha ido desapareciendo la capa fina por el contacto bola-probeta. Por otro lado, situación contraria con el hierro y oxígeno, más cantidad en el interior que en el exterior.



*Figura 66.* Mapas elementales de la probeta lubricada con (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno).

## 4.6 Ensayo de lubricación con capa fina: agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Zafiro – AISI 316L) Lineal

### 4.6.1 Evolución del coeficiente de fricción

En la figura que se muestra a continuación (*Figura 67*), se observa la evolución del coeficiente de fricción ( $\mu$ ), a lo largo de los 88 metros de distancia sobre los cuales se ha desarrollado el ensayo.

En esta, además, se puede apreciar una zona inicial transitoria, que va desde el comienzo del ensayo hasta alcanzar los 5 primeros metros, donde el coeficiente de fricción



aumenta mediante fluctuaciones acusadas. A partir de los 5 metros de distancia de deslizamiento, se puede observar cómo los valores del coeficiente de fricción se mantienen estables hasta el final del ensayo, en torno al valor medio obtenido en la serie de tres ensayos (*Tabla 23*).

Tabla 22. Valores más representativos (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).

Distancia (m)	$\mu_{\text{steady-state}}$
5-88,8	0,889

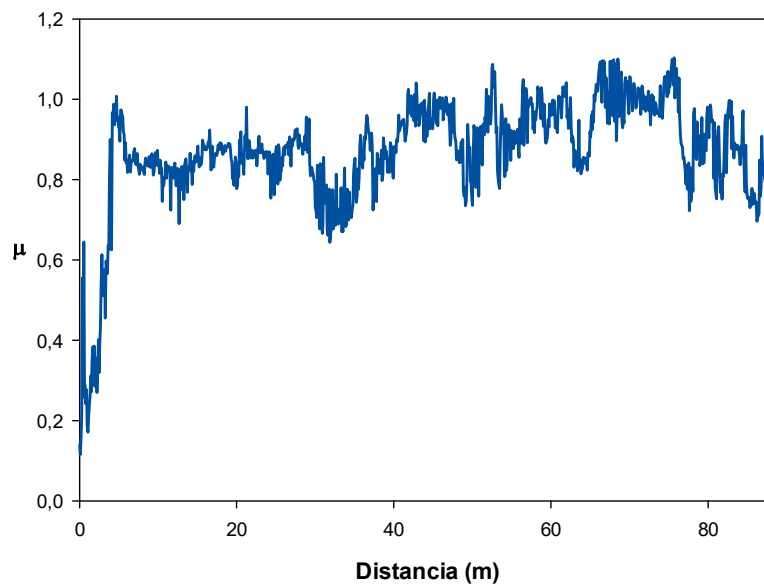


Figura 67. Variación del coeficiente de fricción con la distancia (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).

Tabla 23. Coeficiente de fricción.

Coeficiente de fricción ( $\mu$ )	
Media	0,847
Desviación	0,047

## 4.6.2 Desgaste de la probeta

En la *Tabla 24*, se muestran los valores obtenidos de la pérdida de volumen por unidad de carga y distancia recorrida de la probeta de AISI 316L, expresados en volumen de desgaste y factor de desgaste.



Tabla 24. Volumen y factor de desgaste.

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Factor de desgaste (mm <sup>3</sup> /N·m)
Media	$9,65 \times 10^{-5}$	$2,12 \times 10^{-3}$
Desviación	$1,1 \times 10^{-5}$	$3,05 \times 10^{-4}$

### 4.6.3 Mecanismos de desgaste

El desgaste superficial sufrido en la probeta de acero se cuantifica, y se muestra mediante la utilización de técnicas de microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto y microscopía electrónica de barrido. Las interacciones tribo-químicas y el desgaste superficial se han estudiado realizando técnicas de microscopía óptica, microperfilometría óptica de no contacto, microscopía electrónica de barrido y mapas elementales.

#### 4.6.3.1 Microscopía óptica

En la huella de desgaste que se muestra en la *Figura 68*, se pueden observar unas líneas paralelas dentro de la huella, que ponen de manifiesto que la probeta ha sufrido un leve desgaste de tipo abrasivo.

Además, también se pueden apreciar unas marcas transversales dentro de la huella, haciendo ver que la probeta ha sufrido una deformación plástica tanto en los bordes como en su interior.

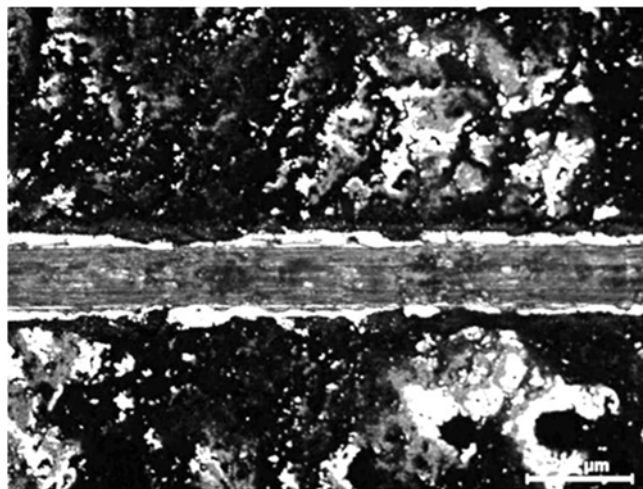


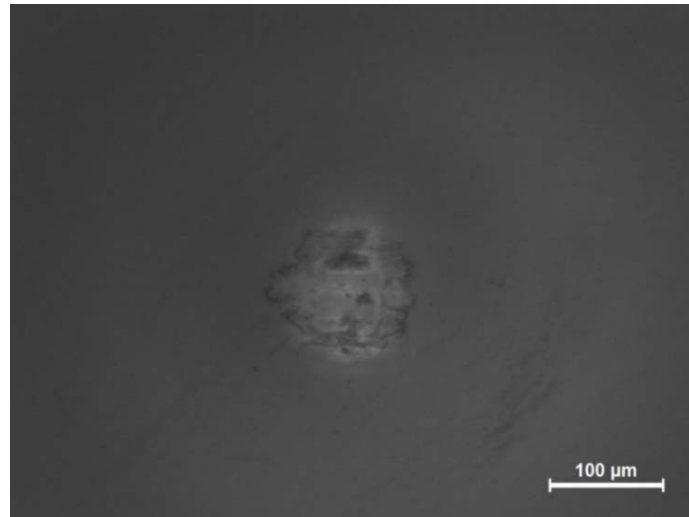
Figura 68. Huella de la probeta a 10x (agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno)).



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

La *Figura 69* muestra la huella obtenida sobre la bola acero AISI 52100. Se puede apreciar un desgaste abrasivo producido por el contacto acero-zafiro, y partículas de desgaste desprendidas de la probeta de acero adheridas a la bola, lo que indica que también ha habido desgaste por adhesión.



*Figura 69.* Huella de la bola a 20x (agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno)).

#### **4.6.3.2 Microperfilometría óptica de no contacto**

La *Figura 70*, muestra la morfología de la huella de desgaste de la superficie de la probeta de acero AISI 316L debida al arranque de material producido por la bola de zafiro, así como la acumulación de material deformado plásticamente a lo largo de los bordes de la huella.



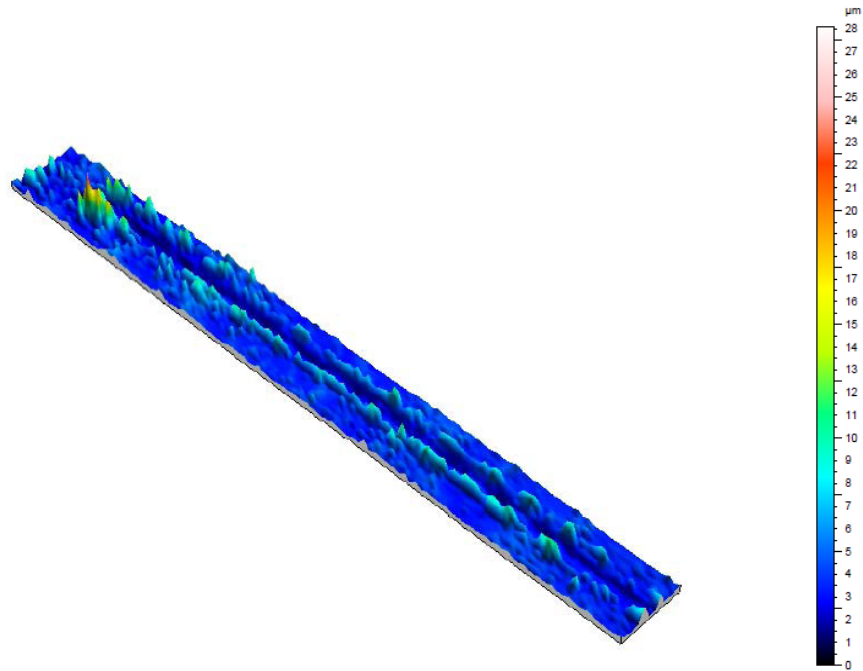


Figura 70. Imagen 3D de la huella de desgaste sobre la probeta lubricada con (agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno)).

#### 4.6.3.3 Microscopía electrónica de barrido

Mediante el microscopio electrónico de barrido, se han obtenido con mayor precisión, las huellas de desgaste, anteriormente analizadas (*Apartado 4.6.3.1*), producidas en la probeta AISI 316L.

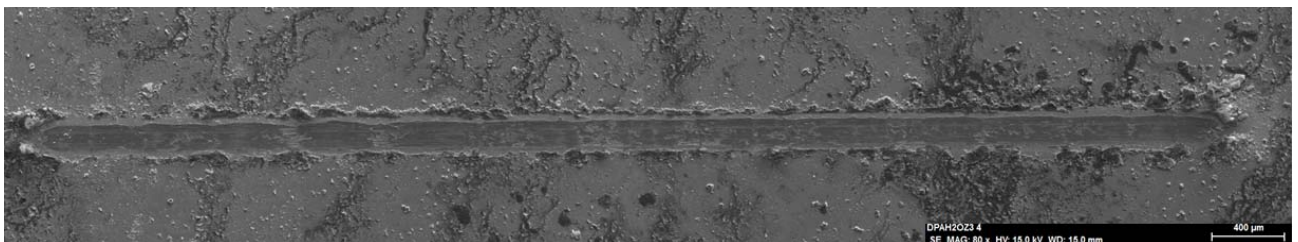
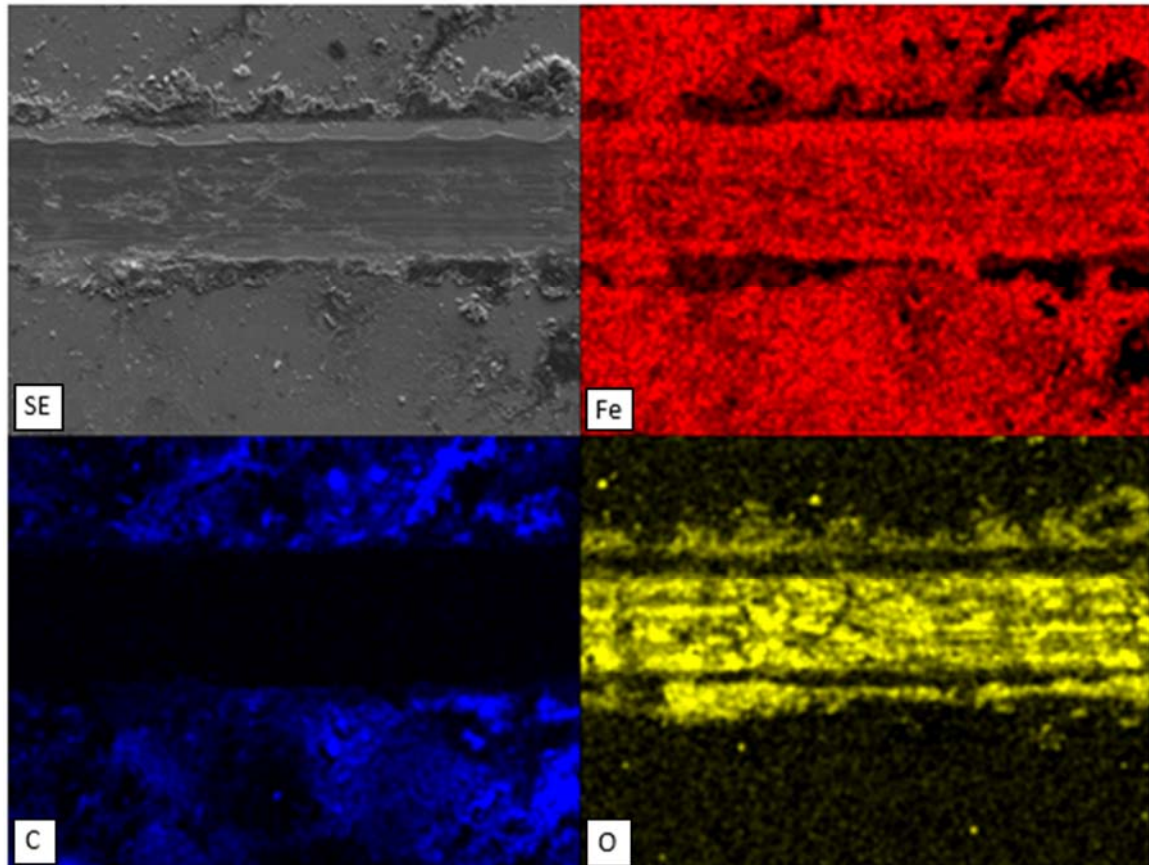


Figura 71. Micrografía de la huella a 80x (agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno)).

#### 4.6.3.4 Mapas elementales

En los mapas elementales (*Figura 72*) se puede observar como hay mayor concentración de carbono en la parte exterior de la huella que en el interior, donde ha ido desapareciendo la capa fina por el contacto bola-probeta. Por otro lado, se puede observar una mayor cantidad de oxígeno en el interior que en el exterior.



*Figura 72.* Mapas elementales de la probeta lubricada con (agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno)).

## 4.7 Comparación de los resultados

### 4.7.1 Comparación ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L)

La *Figura 73* muestra la evolución del coeficiente de fricción,  $\mu$ , durante los 500 metros de distancia de deslizamiento de los dos ensayos de lubricación con DPa + 0,1% Grafeno. La diferencia entre ambos reside en la bola empleada para cada uno de ellos, acero y zafiro respectivamente.

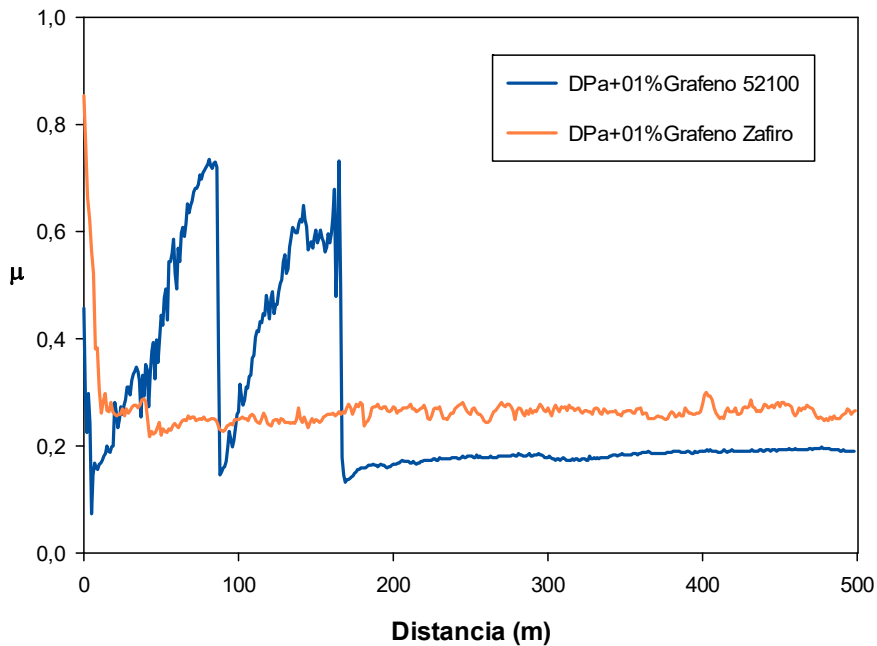


Figura 73. Variación del coeficiente de fricción con la distancia de los ensayos de lubricación con DPA+0,1%Grafeno (Acero AISI 52100 –AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).

Como se puede observar en las gráficas, en los primeros 180 metros, el ensayo con bola de acero AISI 52100 presenta unos picos de fricción bastante elevados que pueden ser debidos a la generación de tribocapas, mientras que el otro ensayo no tiene ningún pico destacado.

En los últimos 320 metros, ambos coeficientes se mantienen constantes, siendo un 31% más elevado el de zafiro.

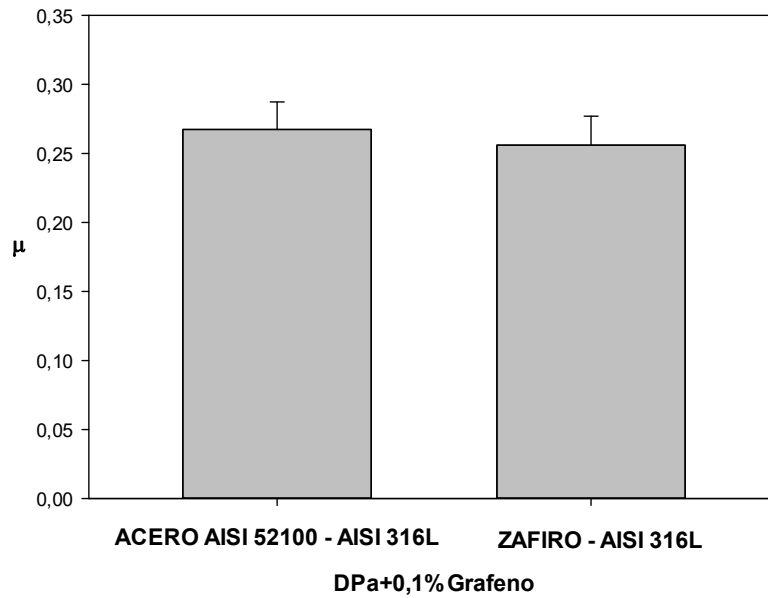


Figura 74. Comparativa del coeficiente de fricción de los ensayos de lubricación con DPa+0,1%Grafeno (Acero AISI 52100 –AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).

La Figura 75 indica que el contacto producido entre la bola, colocada en el punzón, cuyo material es acero AISI 52100 y el disco de AISI 316L, provoca un factor de desgaste más elevado que en el caso de la bola de zafiro. En concreto, un 79% de diferencia entre un ensayo y otro. Esto puede ser debido, a que el grafeno ha quedado adherido a la bola de zafiro, haciendo efectiva la tribocapa.

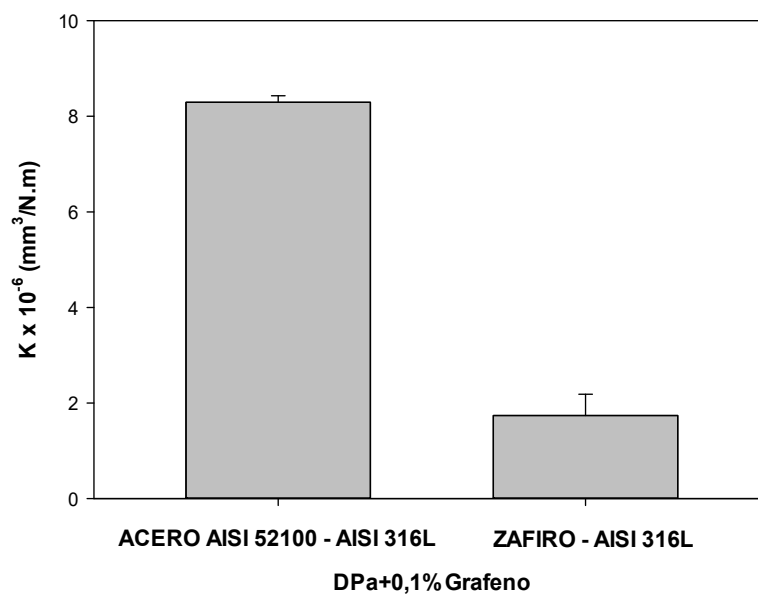
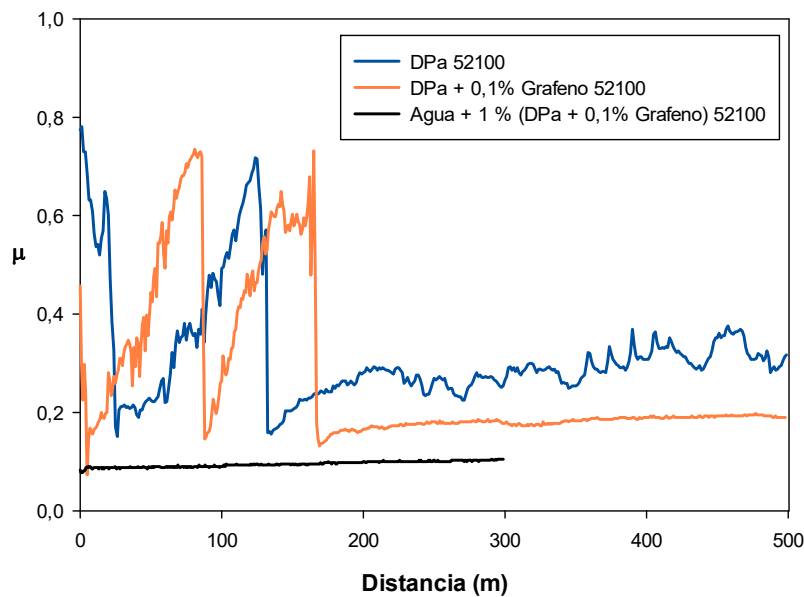


Figura 75. Comparativa del factor de desgaste de los ensayos de lubricación con DPa+0,1%Grafeno (Acero AISI 52100 –AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).



#### 4.7.2 Comparación ensayos de lubricación con DPa, DPa + 0,1% Grafeno y agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).

La *Figura 76* muestra la evolución del coeficiente de fricción,  $\mu$ , durante 500 metros, en el caso de DPa y DPa + 0,1% Grafeno y 300 metros en el de agua + 1% (DPa + 0,1 % Grafeno). Para todos ellos se ha empleado la bola de acero AISI 52100.

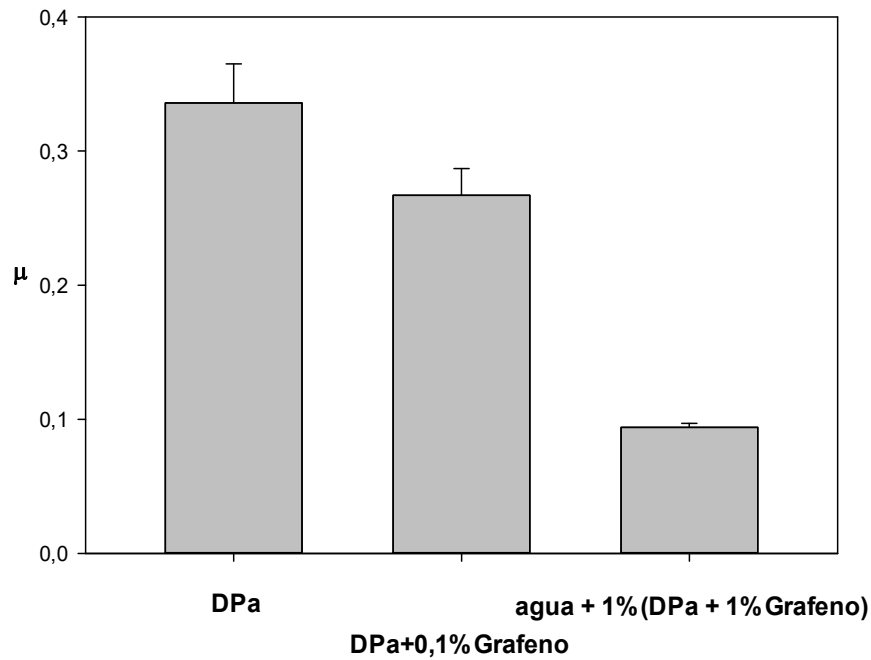


*Figura 76.* Variación del coeficiente de fricción con la distancia de los ensayos de lubricación con DPa, DPa+0,1%Grafeno y agua + 1 % (DPa + 0,1 % Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).

Como se observa en la gráfica, se compara los diferentes ensayos realizado con pin on disc.

Por un lado, se puede ver que el DPa y DPa + 0,1% Grafeno en sus primeros 150-180 metros, se producen una serie de picos elevados hasta llegar a una estabilización del coeficiente de fricción, siendo mucho más constante y menor en el caso DPa + 0,1% Grafeno.

Por otro lado, el ensayo realizado con agua + 1 % (DPa + 0,1% Grafeno) mantiene un coeficiente más estable de comienzo a fin, siendo este, el que presenta un promedio de coeficiente de fricción menor.



*Figura 77.* Comparativa del coeficiente de fricción de los ensayos de lubricación con DPa, DPa+0,1%Grafeno y agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).

La *Figura 78* indica que la adición de grafeno ha reducido el factor de desgaste en un 67% respecto al de DPa. Esto puede deberse a la formación de una capa protectora de grafeno entre las superficies de contacto que facilita el deslizamiento y reduce la tribo-corrosión, disminuyendo así el desgaste. Además, en el ensayo de lubricación con DPa puro, el arranque en seco produce un desgaste adicional y genera partículas abrasivas.

Por otro lado, el menor desgaste se produce en el ensayo de agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno), obteniendo una diferencia de un 86% respecto al DPa.

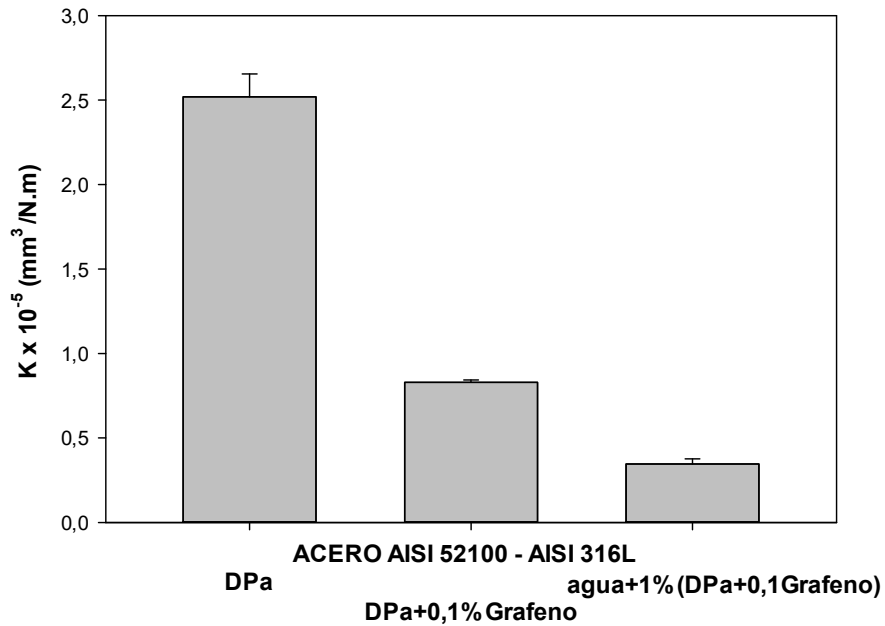
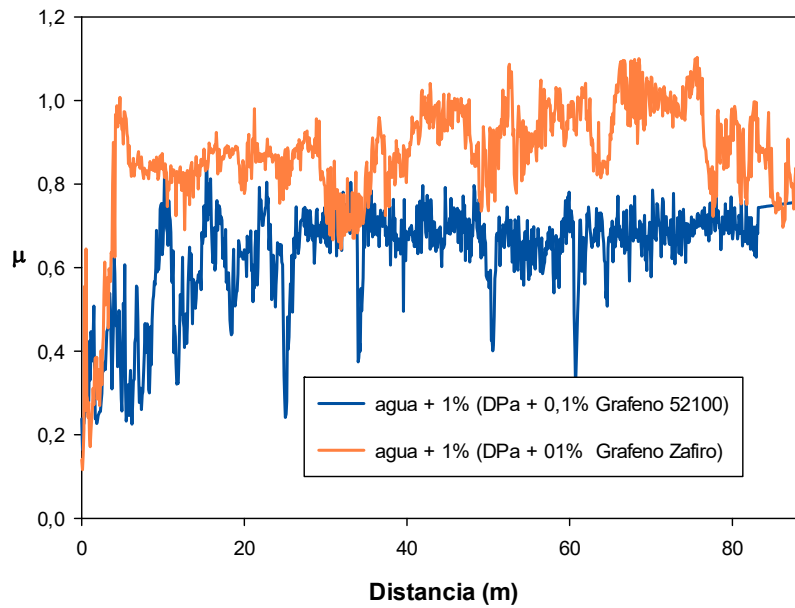


Figura 78. Comparativa del factor de desgaste de los ensayos de lubricación con DPa, DPa+0,1%Grafeno y agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L).

#### 4.7.3 Comparación ensayos de lubricación con capa fina: Agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).

La Figura 79 muestra la evolución del coeficiente de fricción,  $\mu$ , durante 88 metros y en ella, se compara la capa fina de agua + 1% (DPa + 0,1% Grafeno), utilizando diferentes materiales para el punzón, acero AISI 52100 y zafiro. En este caso, el ensayo es lineal.



*Figura 79.* Variación del coeficiente de fricción con la distancia de los ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1%Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).

Como se pone de manifiesto en la gráfica, ambos ensayos siguen una progresión ascendente muy parecida con picos, en casi todo su recorrido. La prueba realizada con bola de zafiro tiene un coeficiente de fricción mayor al de acero AISI 52100.

De dichos ensayos no se ha obtenido el coeficiente esperado, puesto que tiene un promedio muy elevado en comparación con los no lineales.



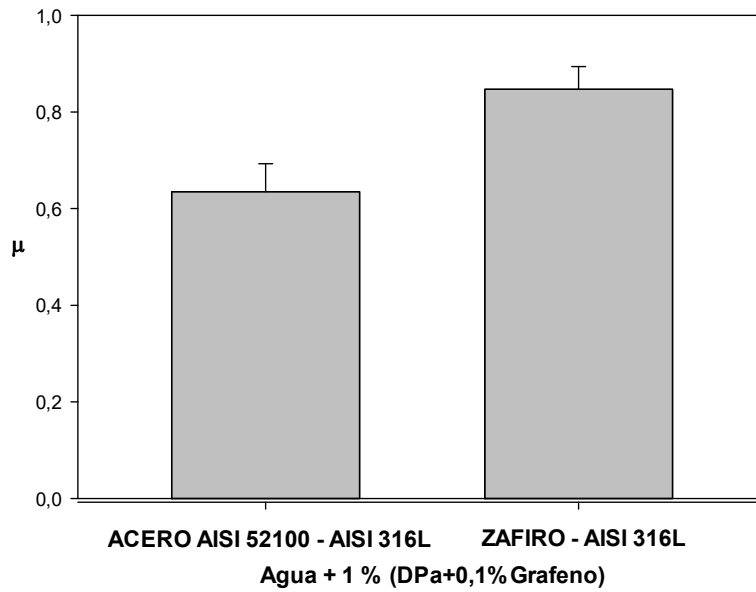


Figura 80. Comparativa del coeficiente de fricción de los ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1%Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L).

La Figura 81 indica que el contacto producido entre la bola, colocada en el punzón, cuyo material es acero AISI 52100 y el disco de AISI 316L, provoca un factor de desgaste mucho más elevado que en el caso de la bola de zafiro. En concreto, un 98% de diferencia entre un ensayo y otro.

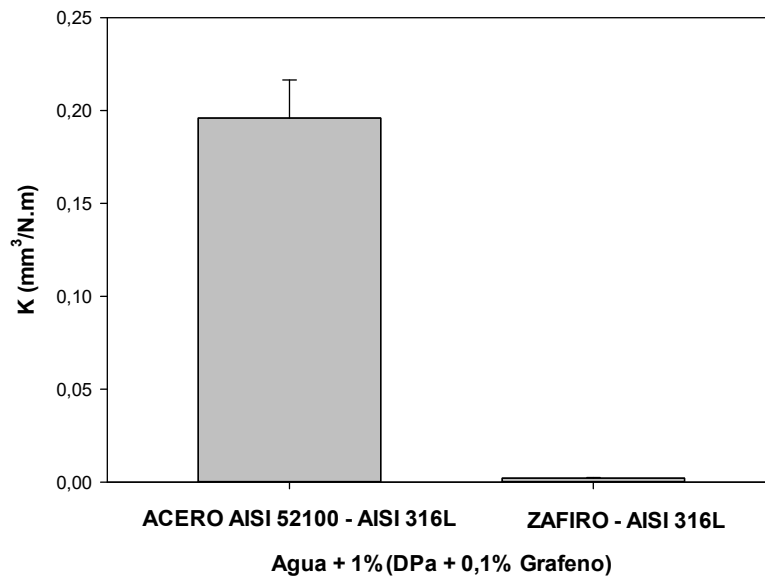


Figura 81. Comparativa del factor de desgaste de los ensayos de lubricación con agua + 1% (DPa + 0,1%Grafeno) (Acero AISI 52100 – AISI 316L) y (Zafiro – AISI 316L)



## Capítulo 5. Conclusiones y perspectivas futuras

---

Se ha estudiado el comportamiento tribológico del líquido iónico prótico DPa, de la dispersión de un 0,1% de grafeno en el mismo y de una dispersión de agua con un 1% (DPa+0,1%G) mediante ensayos en configuración punzón sobre disco en los contactos AISI 52100-AISI 316L y zafiro-AISI 316L.

Se han preparado capas finas mediante la evaporación controlada de agua de la dispersión (Agua + 1% (DPa + 0,1 Grafeno)). Se ha estudiado su comportamiento frente a fricción y desgaste mediante ensayos lineales oscilatorios en los contactos AISI 52100-AISI 316L y zafiro-AISI 316L.

A continuación, tras las pruebas llevadas a cabo, destacar que:

- ❖ En el contacto AISI 52100-AISI 316L se observan valores más elevados de tasa de desgaste que en el caso de contacto cerámico-acero.
- ❖ La adición de un 0,1% Grafeno al DPa disminuye el factor de desgaste en un 67% y el coeficiente de fricción en un 20,5%, en el contacto AISI 316L - AISI 52100.
- ❖ En la dispersión de agua con un 1% (DPa+0,1% Grafeno), es donde se produce un mayor descenso del coeficiente de fricción respecto al DPa puro, llegando a un valor promedio de 0,094.

En cuanto al factor de desgaste, también se obtiene un descenso de un 72% respecto al DPa.

La dispersión en agua de DPa+0,1% Grafeno presenta el mejor comportamiento lubricante de todos los estudiados.

- ❖ En los ensayos realizados en capa fina se han obtenido valores excesivamente altos, en ambos contactos, no siendo así los resultados esperados.

Por último, como futuras mejoras:



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

- ❖ Seguir realizando pruebas con agua + 1% (DPA + 0,1% Grafeno), intentando cada vez mejorar los resultados, puesto que de este se han obtenido los mejores valores.
- ❖ Realizar nuevos ensayos para mejorar los resultados obtenidos en capa fina, utilizando diferentes parámetros de carga, velocidades y procedimientos en su realización. Además, realizar capa fina en pin on disc.
- ❖ Estudiar la adición de grafeno a otros líquidos iónicos próticos.



## Bibliografía

---

- [1] Moore, D.F. (1975). *Principles and applications of tribology*. Dublín, Irlanda: Pergamon Press.
- [2] Sahoo, P. (2011). *Engineering Tribology*. Nueva Delhi, India: PHI Learning Private Limited.
- [3] Valls, M. (2008). *Lubricantes para uso industrial y aeroespacial. Líquidos Iónicos en el contacto aleaciones base níquel/acero*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.
- [4] Fritsche GmbH & co. KG. *La historia de la tribología*. Recuperado de <http://www.lubricacion-centralizada.es/la-historia-de-la-tribologia/>
- [5] Hewitt, P.G. (2004). *Conceptual Physics*. México: Pearson.
- [6] Velázquez, C.A. (2016). *Mecánica Vectorial para Ingenieros. Estática*. Bloomington, Indiana: Palibrio.
- [7] Robinson, P. (2010). *Laboratory Manual for Conceptual Physics, 11th Edition*. San Francisco, Estados Unidos: Pearson.
- [8] López, J. (2013). *Módulo 2 Física*. Madrid, España: Paraninfo.
- [9] De la Roche, J., González, J.M., Restrepo, E., Arango, P.J., y Sequeda, F. (2012). Lubricantes sólidos: del espacio exterior al taller metalmecánico. *Metal Actual*, (23), 56-59.
- [10] González, V.M. (2004). *Física fundamental*. Santa María la Ribera, México: Editorial Progreso.
- [11] Miravete, A., Larrodé, E., Castejón, L., y Cuartero, J. (2002). *Los transportes en la Ingeniería Industrial*. Zaragoza, España: Editorial Reverté.
- [12] Pérez, H. (2014). *Física General*. México: Grupo Editorial Patria.
- [13] Riley, W.F., y Sturges, L.D. (1995). *Engineering Mechanics.Statics*. Nueva Jersey, Estados Unidos: John Wiley & Sons, Inc.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

- [14] Tipler, P.A., y Mosca, G. (2003). *Physics for Scientists and Engineers, Fifth Edition*. Nueva York, Estados Unidos: W.H Freeman and Company.
- [15] Cadenas, M. (2010). *Tribología: Fricción, Desgaste y Lubricación*. Fundación Metal Asturias.
- [16] ASTM International. (2005). *ASTM G40-05. Standard Terminology Relating to Wear and Erosion*.
- [17] Martínez, F. (2002). *La tribología. Ciencia y técnica para el mantenimiento*. México: Editorial Limusa.
- [18] Espinosa, T. (2011). *Estudio del comportamiento tribológico y de las interacciones de superficie de nuevos nanofluidos iónicos*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.
- [19] López, C. (2017). *Uso de aleaciones de Ti como implantes dentales. Estudio de la tribocorrosión en medios biológicos*. Universidad Politécnica de Cartagena, España.
- [20] Gutiérrez, W. (2014). *Resistencia al desgaste abrasivo de recubrimientos producidos por proyección térmica para aplicaciones navales*. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia.
- [21] Vélez, L.M. (2008). *Materiales industriales. Teoría y aplicaciones*. Medellín, Colombia: Instituto Tecnológico Metropolitano.
- [22] García, J. (2008). *Desgaste de cobre nanoestructurado obtenido por mecanizado por extrusión bajo gran deformación*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.
- [23] Sampén, L. (2003). Pautas para el diseño de partes metálicas resistentes al desgaste. *Industrial Data*, 6(2), 74-78. doi: <http://dx.doi.org/10.15381/idata.v6i2.6083>.
- [24] Kalpakjian, S., y Schmid, S.R. (2002). *Manufacturing, Engineering and Technology*. Nueva Jersey, Estados Unidos: Prentice-Hall Inc.
- [25] Treviño, A. M. (2004). *Desarrollo de una metodología para pruebas de erosión*. Universidad Autónoma de Nuevo León, México.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

[26] Gómez, F.C y Alcaraz, D.J. (2004). *Manual básico de corrosión para ingenieros*. Murcia, España: Servicio de Publicaciones Universidad de Murcia.

[27] Rodríguez, M. (2013). *Aspectos básicos sobre la clasificación del desgaste*. Recuperado de <http://www.monografias.com/trabajos96/aspectos-basicos-clasificacion-del-desgaste/aspectos-basicos-clasificacion-del-desgaste.shtml>

[28] Díaz del Castillo, F. (2007). *Tribología: fricción, desgaste y lubricación*. Recuperado de <http://profefelipe.mex.tl/imagesnew/4/6/9/5/1/TRIBOLOGIA.pdf>

[29] Mantenimiento Mundial. (2002, 26 de agosto). *La lubricación como elemento fundamental del Mantenimiento de Clase Mundial*. México: Mantenimiento Mundial. Recuperado de <http://www.mantenimientomundial.com/sites/mm/notas/lubLubricacion.pdf>

[30] Sánchez, F.T., Pérez, A., Sancho, J.L., y Rodríguez, P.J. (2007). *Mantenimiento mecánico de máquinas*. Castellón, España: Universitat Jaume I.

[31] Sanz, S. (2010). *Sistema de lubricación (Motores)*. Madrid, España: Editex.

[32] Hsu, S.M. (2004). Molecular Basis of Lubrication. *Tribology International*, 37(7), 553-559.

[33] Pettersson, A. (2007). High-performance base fluids for environmentally adapted lubricants. *Tribology International*, 40(4), 638-645.

[34] Andersson, S., Söderberg, A., Björklund, S. (2007). Friction models for sliding dry, boundary and mixed lubricated contacts. *Tribology International*, 40(4), 580-587.

[35] Zhang, C. (2005). Research on thin film lubrication: state of the art. *Tribology International*, 38(4), 443-448.

[36] Escuela Tecnológica del Instituto Técnico Central. *Elementos utilizados para la lubricación*. Recuperado de <https://sites.google.com/site/procesosdemanufacturaetitc/tipos-de-procesos/elementos-utilizados-para-la-lubricacion>

[37] Stepina, V., y Vesely, V. (1992). *Lubricants and Special Fluids*. Praga, República Checa: Elsevier.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

[38] Liu, S., Yang, F., Zhang, C., Ji, H., Hong, P., y Deng, C. (2009). Optimization of process parameters for supercritical carbon dioxide extraction of Passiflora seed oil by response Surface methodology. *The Journal of Supercritical Fluids*, 48, 9-14.

[39] Minami, I. (2009). Ionic liquids in tribology. *Molecules*, 14(6), 2286-2305.

doi:10.3390/molecules14062286

[40] Łuczak, J., Hupka, J., Thöming, J., y Jungnickel, C. (2008). Self-organization of imidazolium ionic liquids in aqueous solution. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 329(3), 125-133.

[41] Phillips, B.S., y Zabinski, J.S. (2004). Ionic liquid lubrication effects on ceramics in a water environment. *Tribology Letters*, 17(3), 533-541.

[42] Xie, G., Liu, S., Guo, D., Wang, Q., y Luo, J. Investigation of the running-in process and friction coefficient under the lubrication of ionic liquid/water mixture. *Applied Surface Science*, 255(12), 6408-6414.

[43] García Bernal, E., De los Ríos, A.P., Hernández Fernández, F.J., LarrosaGuerrero, A., Ginestá, A., Sánchez Segado, S., Lozano, L.J. y Godínez, C. (2011). Aplicación de los líquidos iónicos en la industria química. *IV Jornadas de Introducción a la Investigación de la UPCT*, (4), 66-68.

[44] Rodríguez, I. (2017). *Líquidos iónicos. Propiedades, síntesis y aplicaciones*. Universidad Nacional de Educación a Distancia, Madrid.

[45] Earle, M.J., y Seddon, K.R. (2000). Ionic Liquids. Green Solvents for the Future. *Pure and Applied Chemistry*, 72(7), 1391-1398.

[46] Bonhôte, P., Dias, A.P., Papageorgiou, N., Kalyanasundaram, K., y Grätzel M. (1996). Hydrophobic, highly conductive ambient-temperature molten salts. *Inorg. Chem*, 35(5), 1168-1178.

[47] Baker, N., Baker, G.A., Kane, M.A., y Bright, F.V. (2001). The cybotactic region surrounding fluorescent probes dissolved in 1-butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate: effects of temperature and added carbon dioxide. *J. Phys. Chem. B*, 105(39), 9663-9668. doi: 10.1021/jp0103528.



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

[48] Franco-Vega, A., Palou, E., Ramírez-Corona, N., y López-Malo, A. (2014). Líquidos iónicos: una alternativa “verde” para procesos de extracción en la industria de alimentos. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos* 8, (1), 15-26.

[49] Salvador Romero, A. (2008). Líquidos iónicos a temperatura ambiente: un nuevo medio para las reacciones químicas. *Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, 102(1), 79-90. Recuperado de <http://www.rac.es/ficheros/doc/00680.pdf>

[50] Matzke, M., Stolte, S., Thiele, K., Juffernholz, T., Arning, J., Ranke, J., Welz-Biermann, U., Jastorff, B. (2007). The influence of anion species on the toxicity of 1-alkyl-3-methylimidazolium ionic liquids observed in an (eco)toxicological test battery. *Green Chemistry*, (9), 1198-1207.

[51] Liu, S., Yang, F., Zhang, C., Ji, H., Hong, P., y Deng, C. (2009). Optimization of process parameters for supercritical carbon dioxide extraction of Passiflora seed oil by response Surface methodology. *The Journal of Supercritical Fluids*, (48), 9-14.

[52] González Álvarez, J. (2012). *Nuevas fases estacionarias para cromatografía de gases y recubrimientos para microextracción en fase sólida basados en líquidos iónicos*. Universidad de Oviedo, Oviedo, España.

[53] Arenas, N. (2015). *Tribología del contacto acero-zafiro con aditivos iónico y grafeno*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.

[54] Widegren, J.A., Laesecke, A., y Magee, J.W. (2005). The Effect of Dissolved Water on the Viscosities of Hydrophobic Room-Temperature Ionic Liquids. *Chemical Communications*, (12), 1610-1612. doi: 10.1039/b417348a.

[55] Reyes, Y. (2013). *Líquidos iónicos, características, propiedades, usos y perspectivas*. Instituto Politécnico Nacional, México.

[56] Martínez Fuente, D. (2012). *Líquidos iónicos y nanotubos de carbono de pared múltiple como lubricantes de contactos policarbonato-acero inoxidable*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.

[57] Greaves, T.L., y Drummond, C.J. (2008). Protic Ionic Liquids: Properties and Application. *Chemical Reviews*, 108 (1), 206–237. doi: 10.1021/cr068040u.





Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

[58] Kong, M.J. (2009). Los líquidos iónicos a temperatura ambiente (RTILs): Propiedades, aplicaciones y perspectivas futuras. *Revista de Química*, 31(1-2), 31-38.

[59] Bermúdez, M.D.; Jiménez, A.E.; Sanes, J.; Carrión, F.J. (2009). Ionic Liquids as Advanced Lubricant Fluids. *Molecules*, 14(8), 2888-2908.

[60] Sanes Molina, J. (2008). *Líquidos iónicos como lubricantes de contactos polímero-metal. Preparación y propiedades de las primeras dispersiones de líquidos iónicos y de nanopartículas en polímeros*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.

[61] Molina, M. A. (2011, 11 de junio). Líquidos iónicos. Murcia, España: *Academia de Ciencias de la Región de Murcia*.

[62] Castillo, F. (2015). Líquidos Iónicos: Métodos de Síntesis y Aplicaciones. *Redalyc*, (49), 52-56.

[63] Graphenano Nanotechnologies. (2017). *El grafeno: propiedades y aplicaciones*. Yecla, España: Graphenano Nanotechnologies.

[64] Ciencia con Humanismo. *Los 4 métodos principales de obtención de grafeno*. Recuperado de <http://cienciaconhumanismo.blogspot.com.es/p/los-4-metodos-principales-de-obtencion.html>

[65] Gomes, K.K., Mar, W., Ko, W., Guinea, F., y Manoharan, H.C. (2012). Designer Dirac fermions and topological phases in molecular Graphene. *Nature*, (483), 306-310. doi: 10.1038/nature10941.

[66] Dirección General de Armamento y Material. Subdirección General de Tecnología e Innovación. (2013). *Monografías de SOPT nº12. Propiedades y Aplicaciones del grafeno*. Madrid, España: Ministerio de Defensa.

[67] Koratkar, N.A. (2013). *Graphene in Composite Materials: Synthesis, Characterization and Applications*. Lancaster, Pensilvania: DEStech Publications, Inc.

[68] Ray, S.C. (2015). *Applications of Graphene and Graphene-Oxide based Nanomaterials*. Oxford, Reino Unido: Elsevier.

[69] Bae, S., Kim, H., Lee, Y., Xu, X., Park, J-S., Zheng, Y., Balakrishnan, J., Lei, T., Ri Kim, H., Song, Y.I., Kim, Y-J., Kim, K.S., Ozyilmaz, B., Ahn, J-H., Hong, B.H., y Iijima,



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

S. (2010). Roll-to-roll production of 30-inch graphene films for transparent electrodes. *Nature*, 5 (8), 574-578.

[70] Schniepp, H.C., Li, J-L., McAllister, M.J., Sai, H., Herrera-Alonso, M., Adamson, D.H., Prud'homme, R.K., Car, R., Saville, D.A., y Aksay, I.A. (2006). Functionalized single graphene sheets derived from splitting graphite oxide. *J. Phys. Chem*, 110 (17), 8535-8539.

[71] Matyba, P., Yamaguchi, H., Eda, G., Chhowalla, M., Edman, L., y Robinson, N.D. (2010). Graphene and mobile ions: the key to all plastic, solution processed light emitting devices. *ACS Nano*, 4(2), 637-642.

[72] Nayak, T.R., Andersen, H., Makam, V.S., Khaw, C., Bae, S., Xu, X., Ee, P-L.R., Ahn, J-H., Hong, B.H., Pastorin, G., y Özyilmaz, B. (2011). Graphene for controlled and accelerated osteogenic differentiation of human mesenchymal stem cells. *ACS Nano*, 5(6), 4670-4678.

[73] Berman, D., Erdemir, A., y Sumant, A.V. (2013). Few layer graphene to reduce wear and friction on sliding steel surfaces. *Carbon*, 54, 454-459.

[74] Lin, J., Wang, L., y Chen, G. (2011). Modification of graphene platelets and their tribological properties as a lubricant additive. *Tribol. Lett.*, 41, 209-215.

[75] Gyraud, N. (2013). El grafeno: ¿simple moda o material del futuro? *Energética XXI*, (135), 83-84.

[76] Saurín, N. (2016). *Estudio tribológico de nuevos nanofluidos iónicos y nanomateriales*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España.

[77] RGPBALLS. (2018). *Bolas de acero al cromo AISI 52100*. Milán, Italia: RGPBALLS. Recuperado de <https://www.rgpballs.com/es/bolas-de-acero-al-cromo-aisi-52100-100cr6/>

[78] Aceros SISA. *Tabla aceros SAE – AISI*. Naucalpan, Estado de México: Aceros SISA. Recuperado de <http://sisal.com.mx/pdf/Aceros%20SISA%20Tabla%20de%20Aceros%20SAE%20AISII%20Servicio%20Industrial%20S.A.%20de%20C.V..pdf>



Rubén Pérez Sánchez

*Estudio de lubricación utilizando líquidos iónicos próticos con grafeno*

[79] Aceros Otero. *AISI 316L*. Recuperado de [http://www.acerosotero.cl/planchas\\_acero\\_inoxidable\\_aisi\\_316l.html](http://www.acerosotero.cl/planchas_acero_inoxidable_aisi_316l.html)

[80] Luque, F.J. (2014). *Control y verificación de productos fabricados*. Málaga, España: IC Editorial.

[81] TYP-Mediciones. *Medidores de Rugosidad, Rugosímetros. Aspectos Generales de los Rugosímetros*. Recuperado de <http://www.typmediciones.com/rugosímetros.html>

[82] Maroto, J.A. *Tribómetro*. Jaén, España: Universidad de Jaén. Recupero de <http://www4.ujaen.es/~jamaroto/M20.HTML>

[83] Prucommercialre. (2011, 16 de octubre). *¿Qué es un perfilómetro?* Recuperado de <http://www.prucommercialre.com/que-es-un-perfilometro/>

[84] Barroso, S., Gil, J.R., y Camacho, A.M. (2010). *Introducción al conocimiento de los materiales y a sus aplicaciones*. Madrid, España: UNED.

[85] Mundo Microscopio. El microscopio óptico. Recuperado de <https://www.mundomicroscopio.com/>

[86] Hernández, H., y Espejo, E. (2002). *Mecánica de fractura y análisis de falla*. Bogotá, Colombia: El Malpensante.

[87] Hielscher. Homogeneización y mezcla por ultrasonidos. Recuperado de [https://www.hielscher.com/es/homogenize\\_01.htm](https://www.hielscher.com/es/homogenize_01.htm)

[88] Jiménez Martínez, M. (2011). *Formación de películas lubricantes límite en deslizamiento de alúmina contra acero lubricado por fluidos compatibles con el medio ambiente*. Universidad Politécnica de Cartagena, Cartagena, España