

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE
INGENIERÍA INDUSTRIAL**



PROYECTO FINAL DE CARRERA
**“Estudio del comportamiento
tribológico a alta temperatura de
Inconel 600 contra acero en presencia
de lubricantes iónicos”**

Titulación: Ingeniería Industrial
Alumno/a: Martín Joaquín Ruiz Cid
Directores: M^a Dolores Bermúdez Olivares
Ana Eva Jiménez Ballesta

Cartagena, 2 de Septiembre de 2008

Agradecimientos:

En primer lugar me gustaría agradecer todo el apoyo prestado a Maria Dolores Bermúdez y Ana Eva Jiménez, así como a todo el Departamento de Ingeniería de Materiales y Fabricación de la Universidad Politécnica de Cartagena.

Por supuesto, quiero recordar y agradecer a mis padres, Martín y Juani y hermanos, Pedro José y Mariana Elena todo el apoyo prestado ya que sin ellos este proyecto y otras muchas cosas no hubieran sido posibles.

Tengo que citar a mis cuñados Juande, Maria José, Quique, Marta, Miguel Ángel, Jesús y Pablo que también han estado ahí dando su apoyo en los momentos necesarios.

También destacar a mi ahijada Elena y futuro ‘sobri’ que han estado ahí alegrándome la vida en muchas ocasiones.

Por ultimo, y no menos importante por ello, quiero nombrar a mi novia Ana Belén que ha estado ahí desde el principio de este ciclo universitario de mi vida, soportando los momentos malos y buenos que he pasado y apoyándome siempre sin esperar nada a cambio. Gracias.

Por todo esto, y por lo que os debo os quiero hacer partícipes de este proyecto y de los futuros logros que puedan venir.

ÍNDICE

I. INTRODUCCIÓN

1. Concepto de Tribología	2
2. El fenómeno de fricción	2
3. El fenómeno de desgaste	3
4. Fricción y desgaste. Relación	4
5. Daño superficial	5
5.1. Tipo de daño superficial	5
6. Conceptos sobre lubricación	9
6.1. Principios de lubricación	9
7. Conceptos sobre aceites lubricantes	12
7.1. Aceites base	12
8. Conceptos sobre líquidos iónicos	15
8.1. Propiedades físico-químicas de los LI	16
8.2. Organización estructural de los LI	17
8.2.1. Estructura de los LI puros	17
8.2.1.1. Organización estructural en estado sólido	17
8.2.1.2. Organización estructural en estado líquido	18
8.2.2. Estructura de los LI en disolución	18
8.2.2.1. Influencia de la presencia de agua	19
8.3. Propiedades lubricantes de los LI	20
8.4. Aplicaciones de los LI en ingeniería	22
8.4.1. Aplicaciones en operaciones a alta presión	22
8.4.2. Aplicaciones como materiales verdes	23
8.4.3. Aplicaciones para la propulsión aeroespacial	25
9. Aleaciones de Níquel	26
9.1. Evolución histórica	26
9.2. Aplicaciones de las aleaciones de Níquel	29
9.3. Inconel 600 y sus aplicaciones	30
9.4. Estudios sobre Inconel 600 y sus aplicaciones nucleares	32
10. Objetivos	33

II. MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTOS

1. Materiales utilizados en la experimentación	35
1.1. Inconel 600	36
1.2. Punzón de acero	38
2. Lubricantes usados en la experimentación	38

2.1. Líquido iónico L-108.....	38
2.2. Líquido iónico AM-101	40
2.3. Líquido iónico L-P106.....	42
3. Equipos utilizados en la experimentación	44
3.1. Tribómetro	44
3.2. Cortadora de precisión.....	45
3.3. Pulidora metalográfica.....	46
3.4. Rugosímetro	46
3.5. Microscopia óptica	47
3.6. Microscopia electrónica de barrido (SEM)	47
3.7. Espectrofotómetro infrarrojo.....	49
3.8. Horno	50
4. Procedimiento experimental de los ensayos de fricción y desgaste	51
4.1. Preparación de las probetas	53
4.2. Presión de contacto	53
4.3. Medida de los coeficientes de fricción.....	53
4.4. Medida del volumen de desgaste	53
4.5. Ensayos de fricción y desgaste con lubricación por LI.....	54

III. DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE LOS ENSAYOS TRIBOLÓGICOS

1. Introducción	56
2. Ensayos de fricción y desgaste con lubricación mediante líquidos iónicos	57
2.1. Resultados de fricción	57
2.2. Resultados de desgaste	60
3. Mecanismo de desgaste e interacción superficial	63
3.1. Lubricación con AM-101 a 25° C.....	63
3.2. Lubricación con AM-101 a 100° C	66
3.3. Lubricación con AM-101 a 200° C	69
3.4. Lubricación con líquido iónico L-108 a 300° C	72
3.5. Lubricación con líquido iónico L-P106 a 300° C	75
3.6. Ensayos de larga duración con Inconel 600.....	78
3.6.1. Ensayo de larga duración con AM-101 a 100° C.....	78
3.6.2. Ensayo de larga duración con L108 a 300° C	79

V. CONCLUSIONES.....	81
Conclusiones	82

BIBLIOGRAFÍA	83
---------------------------	-----------

ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS UTILIZADOS

AM	Aceite mineral
BL.....	Lubricación límite
d.....	Anchura de la huella de desgaste
EDS	Espectrometría de rayos X por energías dispersivas
EHL.....	Lubricación elastohidrodinámica
F_f	Fuerza de fricción
F_n	Fuerza normal
HDL	Lubricación hidrodinámica
K.....	Tasa de desgaste
L102	Tetrafluoroborato de 1-etil, 3-metilimidazolio
L108	Tetrafluoroborato de 1-octil, 3-metilimidazolio
L-P106.....	Hexafluorofosfato de 1-hexil, 3-metilimidazolio
LI.....	Líquido iónico
r	Radio esférico del punzón
R	Radio de giro de la huella de desgaste
SEM	Microscopía electrónica de barrido
SLM	Membranas líquidas soportadas
TFL	Lubricación de película fina
XPS.....	Espectrometría fotoelectrónica de rayos X
v	Velocidad de deslizamiento
W	Volumen de desgaste
η	Viscosidad dinámica
μ	Coefficiente de fricción
ν	Viscosidad cinemática

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN.

1. CONCEPTO DE TRIBOLOGIA.

En el año 1966 se estableció el concepto actual de la palabra tribología, la cual proviene del griego “τριβος” (tribos), que significa “frotamiento”. Ese año se publicó el conocido como “informe Jost”, el cual analizaba el impacto económico de la tribología, asegurando que si se aplicaran los conocimientos sobre tribología, el PIB de las naciones tendría notables beneficios.

Así pues, la tribología tiene por objeto el estudio de materias tales como la lubricación, la fricción y el desgaste de materiales. Se define como la ciencia y tecnología de los fenómenos que tienen lugar en la interfase de contacto entre dos sistemas.

La creciente competitividad en los mercados de producción mundiales hace que se demanden procesos de fabricación óptimos de los que resulten productos con precios competitivos.

2. EL FENOMENO DE FRICCIÓN.

Se define la fricción como la resistencia al movimiento relativo entre dos materiales que están en contacto. En 1781, tras varios ensayos, fue Coulomb quien emitió la hipótesis de que la fricción entre dos materiales se debe a las rugosidades superficiales que éstos presentan. En efecto, si se observa la superficie de un material en el microscopio, se puede apreciar que la superficie no es perfectamente lisa, sino que es rugosa, formando crestas y valles.

El coeficiente de fricción “ μ ”, es el parámetro representativo, este expresa la pérdida de energía cinética y que se debe básicamente a dos fenómenos. Por un lado, el de deformación de las superficies en contacto, y por otro, el de disipación de calor. Matemáticamente, el coeficiente de fricción μ es el cociente entre la fuerza de fricción y la fuerza normal:

$$\mu = \frac{F_f}{F_n} \quad (\text{Ec. 1.1})$$

El fenómeno de la fricción de un contacto está influido por gran cantidad de parámetros, incluyendo la geometría de las superficies en contacto, sus propiedades, las condiciones ambientales y el lubricante utilizado.

3. EL FENOMENO DE DESGASTE

Según la norma ASTM G40-05 [6], podríamos definir “desgaste” 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.

En la industria, el desgaste tiene un tremendo efecto ya que la mayoría de equipos que funcionan gracias al movimiento relativo entre las piezas que lo componen es muy elevada, lo que genera inevitablemente este fenómeno. El coste de los problemas producidos por el desgaste en EE.UU. se estima que está entorno a los 8 millones de dólares anuales. Esto es debido a que el desgaste va removiendo material constructivo de ciertas piezas, y esto por tanto determina la vida útil de numerosos equipos como motores de automóvil, articulaciones artificiales y frenos de aeronaves.

Los mecanismos de desgaste se clasifican en dos categorías principales:

➤ **Desgaste con un elemento químico activo adicional:**

Se produce si los efectos del desgaste mecánico, definidos posteriormente, se combinan con un desgaste cuyo origen es un agente químico externo. Al ocurrir esto, los efectos son sinérgicos, o sea, se da lugar a una pérdida de material y degradación superficial mucho mayor que si simplemente sumamos los dos mecanismos observados independientemente. La corrosión o la oxidación son dos ejemplos del caso que hemos descrito.

➤ **Desgaste mecánico:**

Se produce por procedimientos puramente mecánicos, sin la actuación de sustancias que provoquen efectos de naturaleza química. A su vez, dentro de este grupo encontramos diferentes procesos que producen desgaste:

- **Erosión.** Es producida por el ataque de un fluido portador de partículas abrasivas a una superficie determinada. Es imprescindible el movimiento relativo entre el fluido y la superficie.
- **Adhesión.** En este caso, la superficie más blanda sufre arranque de material por parte de la más dura debido a las interacciones entre las microrugosidades de cada una. Este material arrancado, que queda atrapado entre ambas superficies, va creciendo progresivamente absorbiendo nuevas

partículas desgastadas, pudiendo llegar incluso al límite de producirse microsoldaduras. Si forzamos a estas superficies a moverse tangencialmente, parte de las uniones se deformarán de manera que se producirán más arranques de fragmentos de la superficie más blanda.

- **Abrasión.** El desgaste se produce debido a la puesta en contacto de un material duro con otro más blando, en cuyo caso hablamos de “abrasión de dos cuerpos”. Sin embargo, existe otra forma de abrasión que se produce cuando el daño es producido por alguna partícula abrasiva ajena al contacto, a menudo contaminantes. En tal caso, hablamos de “abrasión de tres cuerpos”

- **Fatiga superficial.** Si las superficies en cuestión sufren algún tipo de carga cíclica, el material próximo a la superficie puede generar grietas que con los sucesivos ciclos de carga se irán propagando y ramificando. Este entramado de grietas dará lugar a partículas libres que se desprenderán fácilmente de la superficie.

Todos estos mecanismos de desgaste pueden actuar, y a menudo lo hacen, en presencia de un lubricante. Además, no son procesos excluyentes, sino que pueden aparecer de forma simultánea.

4. FRICCIÓN Y DESGASTE. RELACIÓN.

Son dos fenómenos que están relacionados, debido a la influencia que puede producir uno sobre otro.

En el desgaste se producen partículas que quedan atrapadas entre las superficies que están en contacto, influyendo en la fricción. Además, en las uniones se generan temperaturas muy altas en períodos cortos de tiempo, afectando al proceso de deformación y, por lo tanto, al desgaste.

El calor que se genera durante el proceso, genera altas temperaturas, dependiendo a su vez de las condiciones de funcionamiento, de la carga, velocidad y rapidez con la que se elimine el calor, por lo que dependerá de las propiedades térmicas de las superficies que están en contacto.

El fenómeno de la fricción está relacionado con el contacto superficial, donde es notable la influencia de la naturaleza de las superficies, su composición y microestructura.

Prácticamente se puede decir que son los mismos parámetros y los mismos tipos de fenómenos lo que afectan a la fricción y al desgaste.

Por otro lado, observar cómo evoluciona la fricción en un sistema nos puede ayudar a distinguir procesos o cambios en los mecanismos de desgaste, por lo que su observación en conjunto nos da una información valiosa sobre el comportamiento tribológico del material.

Por tanto, la fricción y el desgaste deben considerarse fenómenos relacionados pero no equivalentes, aunque no sean independientes. El desgaste puede dar lugar a modificaciones superficiales que influyan sobre la fricción, tales como formación de películas y cambios de rugosidad. Por su parte, la fricción, mediante un efecto de calentamiento o de esfuerzos de tracción, puede modificar el comportamiento del material y, por tanto, influir en el desgaste. En este caso, la acumulación de partículas de desgaste en la interfase metal-polímero puede dar lugar, como hemos comentado, a un menor arranque de material, a pesar del aumento del coeficiente de fricción.

5. DAÑO SUPERFICIAL

El daño superficial se define como el cambio topográfico o microestructural, o ambos, en una capa superficial del material. El daño superficial surge en la superficie de los materiales sometidos a contactos.

El diagnóstico superficial en relación con los mecanismos y procesos que causan el daño, y la relación de esos mecanismos con la geometría, las propiedades del material y otras características del tribosistema es una metodología de uso creciente para la más profunda comprensión de las variables tribológicas. El objetivo final de los trabajos tribológicos es disponer de mejores tribosistemas.

Frecuentemente, el daño superficial está generado por diferentes micromecanismos, que actúan en etapas consecutivas, alterando la superficie. El daño observado es el efecto acumulado, a macroescala, de dichos micromecanismos.

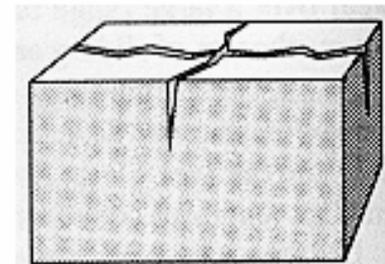
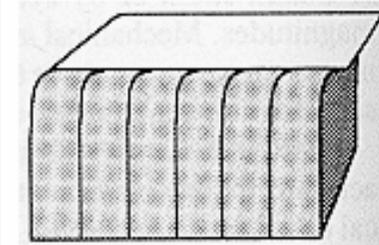
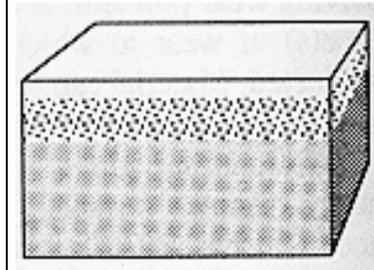
5.1. Tipos de daño superficial

En un principio, un tribosistema puede presentar un único tipo de daño, pero en general, la estructura es una combinación de dos o más tipos. El examen y la interpretación pueden ser bastante complejos, pero es conveniente una clasificación de tipos ideales de daño superficial, como se presenta a continuación:

1. Daño superficial con cambio de material.
2. Daño superficial con pérdida de material: Desgaste.
3. Daño superficial con ganancia de material.
4. Corrosión.

1. Daño superficial con cambio de material.

- **Cambios estructurales:** Daño por cambios estructurales como puede ser el envejecimiento, templado, transformación de fases, recristalización, etc.
- **Deformación plástica:** Daño caracterizado por deformaciones residuales en la capa superficial, de carácter local o generalizado. El caso extremo se presenta en un cambio en la forma.
- **Agrietado superficial:** Daño causado por excesivas tensiones locales de contacto o por variaciones cíclicas de tensiones generadas mecánica o térmicamente. Las tensiones de origen mecánico pueden provocar una densa estructura de fisuras paralelas mientras que las tensiones térmicas cíclicas generan una red de fisuras.



2. Daño superficial con pérdida de material: Desgaste.

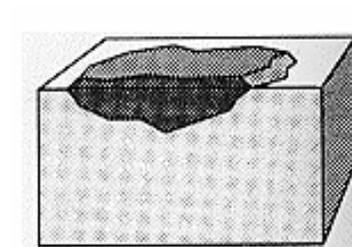
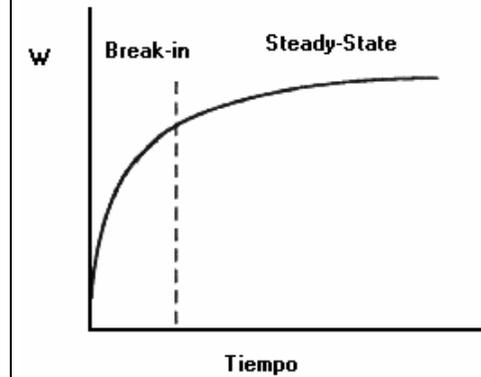
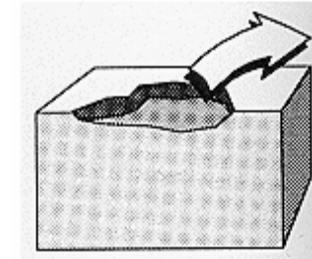
- La pérdida de material de la superficie genera partículas de desgaste de varios tamaños y formas. Los elementos fundamentales en el proceso de arrastre del material pueden ser fractura por cizalla, fractura frágil, por fatiga, extrusión, disolución química, difusión, etc.

3. Daño superficial con ganancia de material.

- Se produce por transferencia de material de una superficie a otra.

4. Corrosión:

- Degradación del material por reacciones químicas con elementos ambientales o de la superficie opuesta.



6. CONCEPTOS SOBRE LUBRICACIÓN. [1]

En la vida actual los lubricantes se han convertido en un elemento esencial. Los motores de nuestros coches y sus cajas de cambio trabajan silenciosamente gracias a los sofisticados aceites y grasas que utilizan, mientras que los discos duros de nuestros ordenadores confían en delgadas películas orgánicas para hacer que los cabezales de lectura-escritura se muevan con seguridad a elevadas velocidades.

Desde los primeros días de la civilización humana se ha practicado la lubricación. Sin embargo, su estudio como ciencia comienza en el siglo XVII, con el desarrollo de los cojinetes y rodamientos. A principios del siglo XX, con la llegada de los automóviles y los motores de vapor, comenzó el desarrollo de los complejos lubricantes modernos consistentes en un aceite base y aditivos químicos. Fue entonces cuando se inició la búsqueda de aditivos que solucionaran, o ayudaran a solucionar, una serie de problemas como la corrosión, la no dispersión de partículas, la combustión ácida y el desgaste. Sin embargo, este desarrollo ha sido eminentemente empírico, no llegándose a entender detalladamente los mecanismos químicos existentes en la lubricación.

En la actualidad, una de las mayores fuerzas conductoras detrás del desarrollo de los lubricantes es el medio ambiente, es decir, la disminución del consumo de combustible. Un hecho que no es muy conocido es que el consumo de combustible puede reducirse significativamente cambiando únicamente el lubricante utilizado. Por ejemplo, es posible disminuir hasta en un 5% el combustible que consumen los automóviles actuales sustituyendo el típico aceite multigrado por uno de “fricción modificada” de menor viscosidad.

6.1. Principios de lubricación

La lubricación se consigue gracias a las propiedades físicas y químicas de la sustancia lubricante que se sitúa entre dos superficies en movimiento y bajo carga. Las propiedades físicas determinan su habilidad para operar bajo condiciones de lubricación hidrodinámica, y las propiedades químicas son cruciales para un buen comportamiento bajo lubricación límite. Estos conceptos serán aclarados más adelante.

Los dos principios básicos en los que se basa la lubricación actual son:

- Evitar el contacto entre las superficies gracias a la presión hidrostática e hidrodinámica generada por el fluido lubricante, que permite soportar la carga aplicada (Lubricación hidrodinámica y elastohidrodinámica, HDL y EHL).

- Bajo cargas altas y/o velocidades bajas, se utilizan finas películas químicas generadas a partir de los aditivos para proteger a las superficies del inevitable contacto entre las asperezas. Estas películas químicas protegen del esfuerzo cortante provocado por la fricción y la abrasión del contacto (Lubricación límite o BL).

El régimen de lubricación existente entre dos superficies en contacto deslizante puede cambiar de uno a otro dependiendo de la carga, velocidad, viscosidad del lubricante, geometría del contacto y rugosidad superficial de ambas superficies.

Stribeck en 1902 formuló el modelo más aceptado para los contactos deslizantes con lubricación, en el cual se describió la variación de la fricción con respecto al parámetro de Hersey ($\eta \cdot v / F_N$), donde “v” es la velocidad de deslizamiento, “ η ” la viscosidad dinámica y F_N la fuerza normal aplicada (figura 1.5) De este estudio se desprende el hecho de que un aumento de espesor de la capa de lubricante no tiene por qué disminuir la fricción.

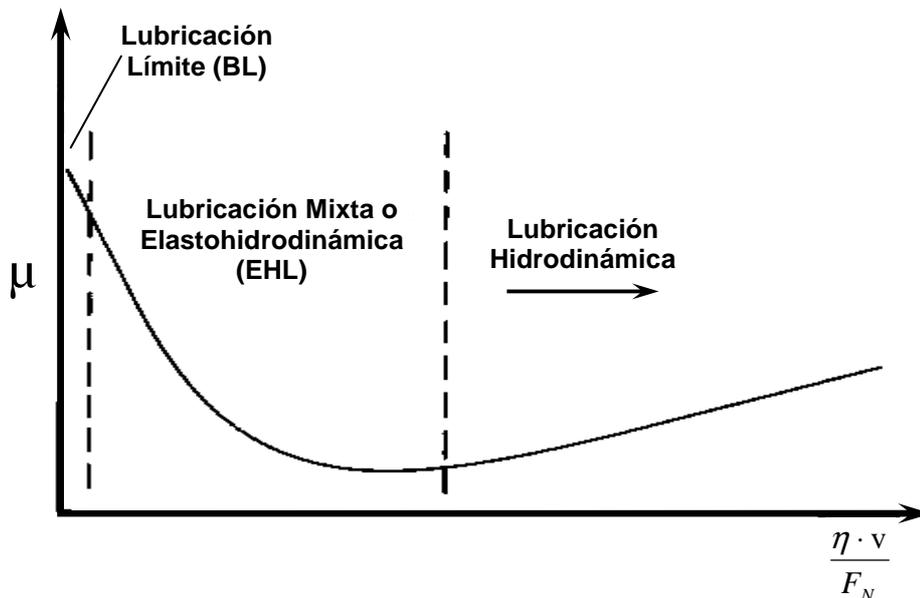


Figura 1.1 Curva de Stribeck.

En los contactos deslizantes lubricados, la fricción disminuye al aumentar la velocidad de deslizamiento hasta una situación de película mixta o completa, después de la cual, la fricción del contacto puede mantenerse constante, aumentar o disminuir con la velocidad de deslizamiento, dependiendo de la viscosidad y de los efectos térmicos. Sin embargo, este modelo no es capaz de explicar el valor de fricción obtenido cuando éste depende de la fuerza aplicada y las superficies en contacto se adhieren una a otra.

Más recientemente [1], se ha propuesto un nuevo mapa de lubricación que se puede ver en la figura 1.6. En esta figura se define:

- h como el espesor de película.
- R_g como el radio efectivo de las moléculas del lubricante.
- R_c como la rugosidad combinada de las dos superficies.

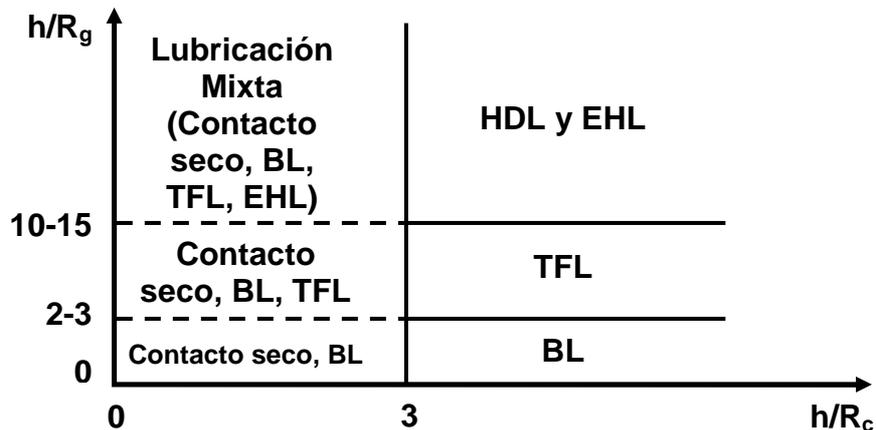


Figura 1.2. Mapa de los regímenes de lubricación.

Cuando las superficies entran en contacto, muchas asperezas sufren una deformación elástica, dando lugar a un régimen de EHL. Los parámetros críticos de este régimen son la viscosidad y los coeficientes de viscosidad–presión del lubricante. Si seguimos aumentando la presión de contacto más allá de la EHL se produce la deformación plástica de las asperezas y el espesor de película (h) decrece. Cuando h cae por debajo del rango de la rugosidad de las superficies, el contacto entre las asperezas se convierte en el mecanismo dominante para soportar la carga, encontrándonos dentro de la BL.

Existe una región de transición entre la EHL y la BL, tanto por el valor de “ h ” como por el comportamiento tribológico. Esta zona de transición se denomina régimen de lubricación de película fina o TFL, donde el valor de “ h ” puede llegar a ser del orden de nanómetros. A pesar de estos valores, para superficies muy pulidas, incluso con un espesor de película menor que la rugosidad combinada de las superficies en contacto, se puede llegar a obtener una buena lubricación.

El recientemente definido régimen TFL tiene mecanismos de trabajo claramente diferenciados del resto, ya que la adsorción superficial del lubricante da lugar a modificaciones en la alineación de las moléculas del líquido en varias de las capas cercanas a la superficie sólida, produciéndose una ordenación molecular en el lubricante hasta cierto grado.

La principal diferencia entre la BL y la TFL, es que en esta última el lubricante es móvil debido a que la película es relativamente gruesa, y la viscosidad tiene una influencia importante.

Finalmente destacar que la BL está caracterizada por la formación de películas adsorbidas, tanto de forma física como química. Bajo las condiciones de este régimen, la temperatura alcanzada en el contacto de las asperezas puede ser suficiente como para causar la reacción química entre el lubricante y las superficies sólidas, generándose una capa adsorbida que protege las superficies. Sin embargo, la naturaleza exacta de estas capas y la cinética química del proceso no son totalmente conocidas.

7. CONCEPTOS SOBRE ACEITES LUBRICANTES.

Los lubricantes tienen funciones que van desde controlar la fricción y el desgaste, hasta eliminar el calor para reducir las tensiones térmicas de los elementos mecánicos, pasando por la protección de los elementos frente a la corrosión. En el futuro tienen que ser más respetuosos con el medio ambiente, tener un mayor nivel de operación y un menor coste total de su ciclo de vida que los usados hoy día. Para la mayoría de las aplicaciones, la elección convencional es un lubricante basado en aceites minerales, cuyas propiedades son bien conocidas y queda caracterizado normalmente por la viscosidad y el índice de viscosidad (IV).

De forma experimental se determina la viscosidad que suele darse como viscosidad absoluta o dinámica (η) o bien como viscosidad cinemática (ν). La viscosidad cinemática se obtiene normalizando la viscosidad absoluta con la densidad del fluido. La unidad de la viscosidad absoluta es el Poise (P; $\text{g}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ o $\text{mPa}\cdot\text{s}$), mientras que la unidad de la viscosidad cinemática es el Stoke (St o $\text{cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$). A causa de su elevado valor, la viscosidad absoluta se da usualmente en cP y la viscosidad cinemática en cSt. El índice de viscosidad (IV) de un lubricante, indica el cambio en el valor de viscosidad del aceite dentro de un rango de temperaturas dado.

Pero si se decide la elección de un lubricante sintético, como son los basados en ésteres sintéticos, para una determinada aplicación además de la viscosidad se tienen que evaluar otras propiedades adicionales, como la conductividad térmica y la polaridad.

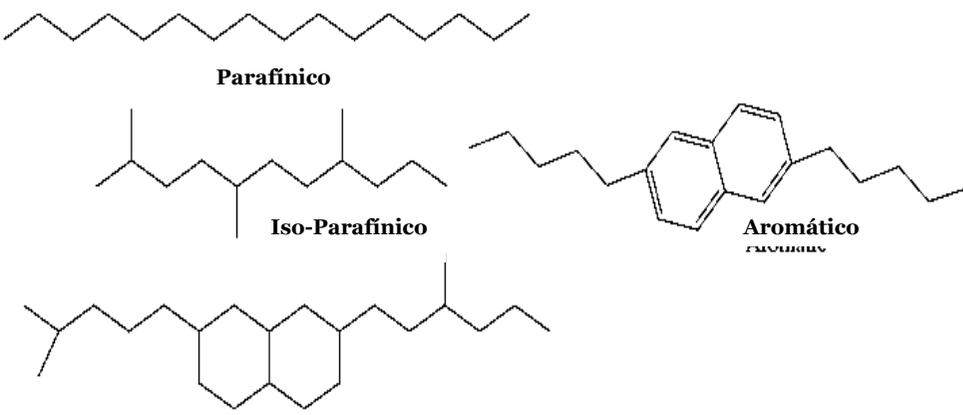
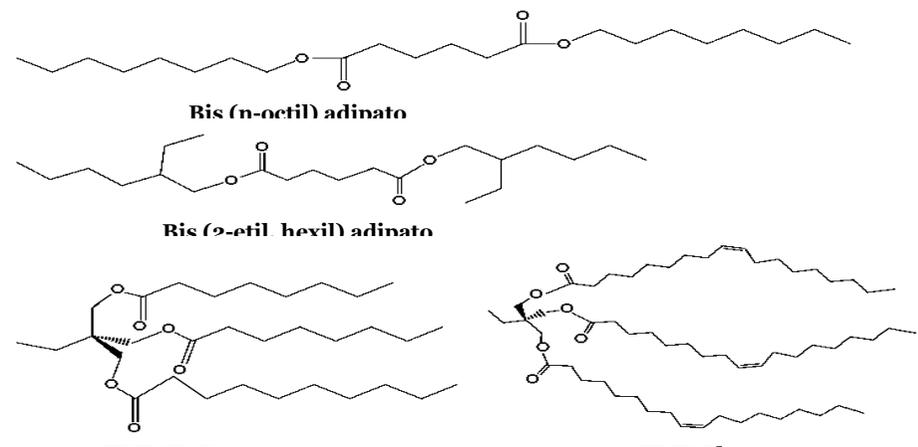
7.1. Aceites base

El aceite lubricante es en realidad una mezcla de dos tipos de componentes. Por un lado, el aceite base, que en un lubricante típico se encuentra en una proporción del 75 al 95%, y por otro lado, los aditivos, que mejoran las propiedades químicas del aceite base. Las propiedades físicas del lubricante vendrán dadas por el tipo de aceite base que lo componga.

Principalmente, tenemos dos tipos de aceites base:

- Aceites minerales
- Aceites sintéticos

A continuación en el siguiente esquema se pueden ver algunos aspectos mas sobre estos aceites bases.

TIPOS DE ACEITE	REPRESENTACIONES
<p>Aceites Minerales</p> <p>Obtención: Destilación</p> <p>Tipos</p> <ul style="list-style-type: none"> Parafínicos Nafténico Aromáticos 	 <p>Parafínico</p> <p>Iso-Parafínico</p> <p>Nafténico</p> <p>Aromático</p>
<p>Aceites Sintéticos</p> <p>Polialfaolefinas (PAO)</p> <p>Ésteres</p> <ul style="list-style-type: none"> Polialquilenglicol (PAG) Triglicéridos Diésteres Poliol Ésteres Ésteres Complejos 	 <p>Bis (n-octil) adinato</p> <p>Bis (2-etil hexil) adinato</p> <p>TMP C8-C10</p> <p>TMP Oleato</p>

8. CONCEPTOS SOBRE LIQUIDOS IONICOS (LI). [1]

Los líquidos iónicos pueden ser vistos como un nuevo y destacado tipo de disolventes, o como un tipo de material que tiene una historia larga y útil. Si introducimos el término “ionic liquid” en la base de datos ISI, obtenemos una media de 30 referencias anuales hasta el año 1995, creciendo hasta más de 1600 en la primera mitad de 2008.

Este interés creciente se debe claramente a que se ha llegado a la conclusión de que estos materiales, usados formalmente para aplicaciones especializadas en electroquímica, pueden tener aplicación en otros muchos campos. El número de patentes de aplicaciones ha crecido desde unas pocas en 1980 a más de 800 en 2004.

Los LI, podrían ser definidos, en contraste con las sales fundidas convencionales, como sales con una temperatura de fusión por debajo del punto de ebullición del agua y que a menudo son estables en dicha sustancia.

La composición química general de estos materiales es sorprendentemente consistente, incluso aunque la composición específica y las propiedades físicas y químicas varían enormemente. La mayoría tiene una estructura compuesta por un catión orgánico y un anión inorgánico poliatómico. Debido a que existen muchas combinaciones posibles de cationes y aniones, el número potencial de LI es enorme, del orden de 10¹⁸. Descubrir un nuevo tipo es relativamente fácil, pero determinar su utilidad requiere una inversión mucho más sustancial en la determinación de sus propiedades físicas y químicas.

En sus inicios, estos materiales fueron desarrollados para su uso como electrolitos, aunque como un nuevo tipo no convencional de disolvente, estos materiales han ido ganando importancia y un particular interés. Esto es debido a las importantes características que poseen: una volatilidad prácticamente nula, con una presión de vapor casi cero ya que están compuestos completamente de iones; inflamabilidad despreciable; un amplio rango de líquidos, es decir, una alta estabilidad térmica y un bajo punto de fusión; y una miscibilidad controlada con los compuestos orgánicos y con agua.

8.1. Propiedades físico-químicas de los LI.

<i>Punto de fusión.</i>	<i>Temperatura de descomposición.</i>	<i>Viscosidad.</i>
<p>Los líquidos iónicos con aniones altamente fluorados (BF_4^-, PF_6^-, $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-$, CF_3COO^-, etc.) son generalmente líquidos a bajas temperaturas, formando estructuras cristalinas al solidificar, produciéndose una cristalización lenta. Empíricamente se ha observado que el punto de fusión decrece según el siguiente orden: $\text{Cl}^- > \text{PF}_6^- > \text{BF}_4^-$.</p>	<p>El límite superior del rango de líquidos es usualmente fronterizo con la temperatura de descomposición térmica en los LI, ya que la mayoría de líquidos iónicos no son volátiles. La presencia de cationes orgánicos restringe la estabilidad, teniendo lugar la pirólisis a temperaturas entre 350 y 450 °C. Así, las temperaturas de descomposición varían con el tipo de anión, cumpliéndose el siguiente orden: $\text{Cl}^- < \text{PF}_6^- \approx \text{BF}_4^- < (\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-$.</p>	<p>Las viscosidades de los LI a temperatura ambiente van desde unos 10 cP hasta valores de más de 500 cP, dependiendo su valor fuertemente de la temperatura, la presión y las impurezas. Para LI con el mismo anión, la tendencia es que a cadenas alquilo más largas, se obtengan fluidos más viscosos.</p>
<i>Miscibilidad.</i>	<i>Polaridad.</i>	<i>Densidad.</i>
<p>La miscibilidad de los LI con el agua puede variar de completamente miscible a casi totalmente inmisible, cambiando el anión de Cl^- a PF_6^-. Sin embargo, el agua es la impureza más común en los LI, encontrándose incluso en los hidrófobos, que pueden llegar a absorber rápidamente la humedad del ambiente. En lo que se refiere a los disolventes no polares, se ha determinado que los LI tienden a ser inmiscibles con ellos.</p>	<p>Se ha determinado [40] que la constante dieléctrica “ϵ” de los LI se encuentra entre 8,8 y 15,2, disminuyendo este valor al aumentar la longitud de la cadena alquílica. Para un mismo anión, la polaridad del LI decrece al aumentar la longitud de cadena. Pero también tiene una influencia importante la naturaleza del anión.</p>	<p>Las densidades registradas para los LI varían entre 1,12 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y 2,4 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Ésta parece ser la propiedad física menos sensible a las variaciones de temperatura, como se ha observado en algunos estudios.</p>

8.2. Organización estructural de los Líquidos Iónicos.

El conocimiento de la estructura de los LI puede jugar un papel muy importante a la hora de su aplicación. Por ello, se están llevando a cabo intentos para relacionar la fuerza de los enlaces entre el catión y el anión, la simetría o el tamaño de los aniones con las propiedades físicas y químicas de los LI.

8.2.1. Estructura de los LI puros

8.2.1.1. Estructura en estado sólido

Se ha comprobado que en estado sólido, los LI puros forman una red de cationes y aniones conectados por puentes de hidrógeno en la que cada anillo de imidazolio se encuentra rodeado por tres aniones y viceversa. Diversos estudios indican que el ordenamiento tridimensional se realiza de forma estratificada, con zonas diferenciadas de cationes y aniones formando una extensa red (ver figuras 1.3 y 1.4).

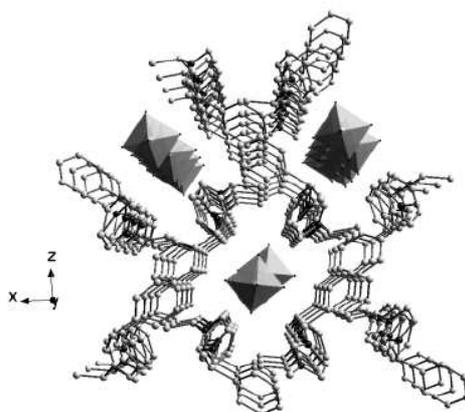


Figura 1.3 Estructura cristalina del hexafluorofosfato de 1,3-dimetilbenzilimidazolio (los octaedros representan los aniones de hexafluorofosfato).

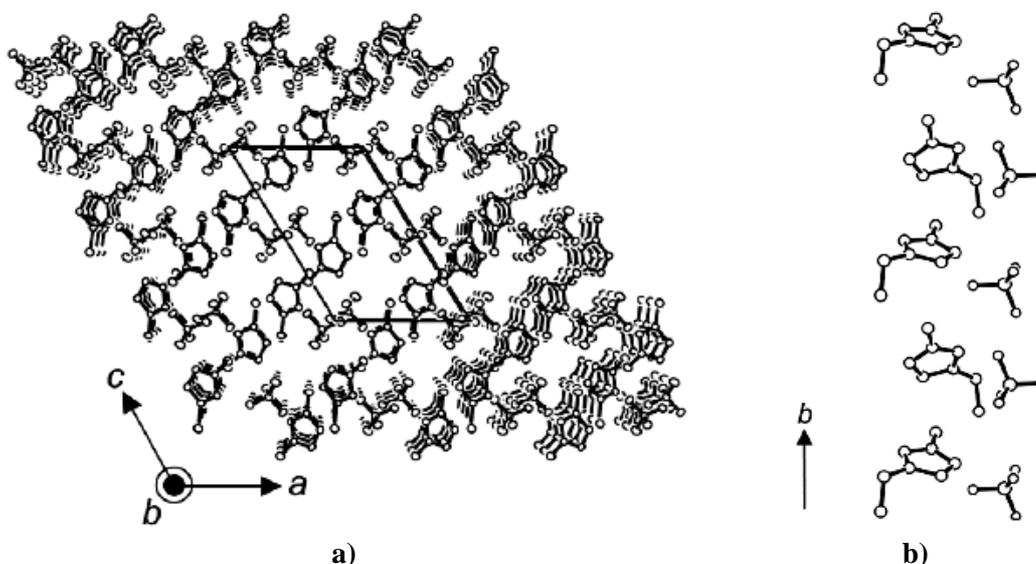


Figura 1.4 Estructura cristalina del tetrafluoroborato de 1-etil, 3-metilimidazolio: a) Empaquetamiento molecular; b) Estructura estratificada de aniones y cationes.

8.2.1.2. Estructura en estado líquido

Normalmente se produce un aumento del 10-15% del volumen entre el estado cristalino y el estado líquido de los LI, por lo que las distancias ión-ión o átomo-átomo son similares en ambos estados. Las similitudes entre la estructura de los LI en estado sólido y líquido se mantienen como consecuencia de las fuerzas coulómbicas entre los cationes y aniones. Por este motivo, la estructura de los LI puros en estado líquido se puede asimilar también a una red supramolecular polimérica, en la que cada anión está rodeado de tres cationes y viceversa, conectados por puentes de hidrógeno (figura 1.12).

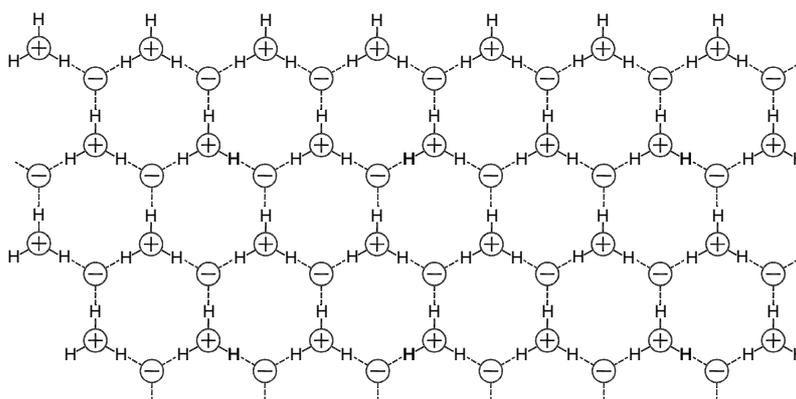


Figura 1.5 Ordenamiento de los LI puros. Estructura supramolecular polimérica en estado líquido.

8.2.2. Estructura de los LI en disolución

La incorporación de otras moléculas a los LI puede producir cambios en sus propiedades físico-químicas y en algunos casos provocar la formación de nanoestructuras de regiones polares y no polares (figura 1.13).

Estudios recientes de simulación por ordenador predicen que, en fase líquida, los LI de 1-alquil, 3-metilimidazolio podrían estructurarse en este tipo de dominios de distinta polaridad.

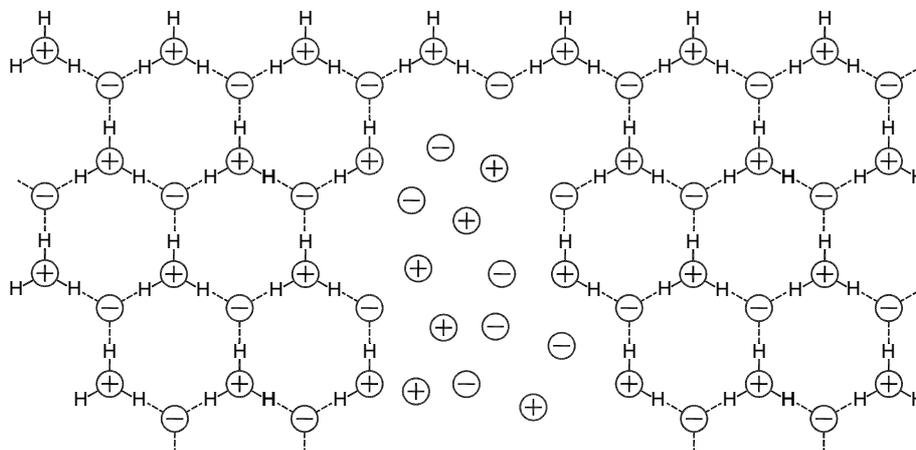


Figura 1.6 Ordenamiento de los LI en presencia de otras moléculas.

8.2.2.1. Influencia de la presencia de agua

El primer autor en postular que los LI “húmedos” no debían considerarse como disolventes homogéneos, sino como materiales nanoestructurados en regiones polares y no-polares, fue Compton. Esta hipótesis permitía explicar las enormes diferencias encontradas en las propiedades físicas de los LI secos y húmedos. Estas nanoestructuras permitirían que las moléculas neutras quedaran en las regiones menos polares, mientras que la difusión de las especies iónicas se produciría de forma rápida a través de las regiones polares o húmedas.

Los LI en disolución son también capaces de mantener en gran medida la estructura de enlaces de hidrógeno, incluso con disolventes de baja constante dieléctrica. Los LI diluidos infinitamente en otras moléculas pueden formar pares de iones separados por el disolvente, de forma que un aumento en la concentración del LI puede llevar a la formación de agregados de pares de iones. A medida que la concentración del LI aumenta, se pueden formar agregados de tres iones e incluso mayores, que pueden coexistir en equilibrio a diferentes concentraciones.

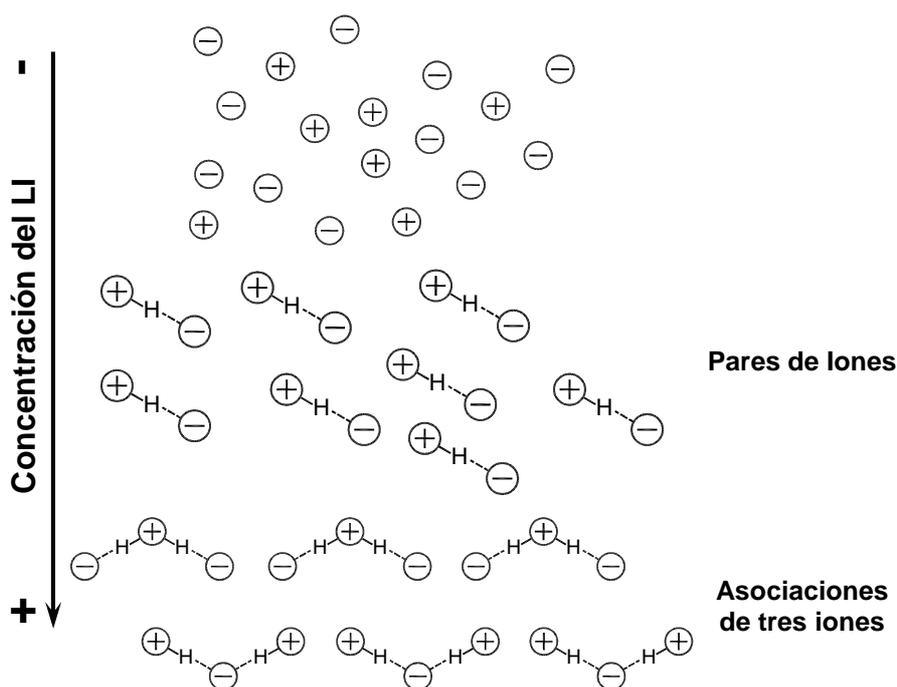


Figura 1.7 LI en disolución. Equilibrio iónico a diferentes concentraciones.

Finalmente, resumiendo podríamos decir que mientras que los LI puros, tanto en estado sólido como en estado líquido, se pueden describir como estructuras supramoleculares unidas por enlaces de hidrógeno, cuando se mezclan con otras moléculas se deben considerar como materiales nanoestructurados en regiones polares y no polares.

8.3. Propiedades lubricantes de los LI.

Los líquidos iónicos poseen características singulares, como su presión de vapor casi inexistente, su bajo punto de fusión, su alta estabilidad térmica, su inflamabilidad y su miscibilidad con los compuestos orgánicos, los hacen un material ideal para su aplicación como lubricantes en campos como la aeronáutica, la electrónica, sistemas de refrigeración y las computadoras.

La estructura dipolar única de los LI podría permitir su fácil adsorción por parte de las superficies en deslizamiento, de modo que se forme una capa límite efectiva. Esta adsorción físico/química de los LI se podría ver reforzada por la existencia de enlaces de hidrógeno con la superficie, de forma que sus propiedades tribológicas se vean mejoradas, sobre todo como lubricantes de TFL y lubricación límite.

Anteriormente se comentó, que existe un régimen de transición entre la lubricación elastohidrodinámica y la lubricación límite que se denomina de película fina o TFL. Uno de los modelos propuestos para explicar este tipo de lubricación es el denominado “Modelo de películas formadas por líquidos ordenados”, modelo que, según lo expuesto más arriba, se puede aplicar a la lubricación por LI.

En este modelo se considera que la capa lubricante se encuentra confinada dentro de un delgado espesor entre dos superficies en movimiento, produciendo que las moléculas del lubricante tiendan a ordenarse durante el proceso de fricción. En estudios realizados sobre LI confinados entre dos paredes paralelas, se ha observado como los cationes de la interfase se orientan respecto de la superficie con un cierto ángulo produciéndose una distribución perpendicular de cargas, independientemente del tipo de paredes utilizadas.

Sin embargo, el comportamiento ante la fricción y el desgaste de los LI depende de los materiales utilizados en el contacto tribológico y de las condiciones de deslizamiento.

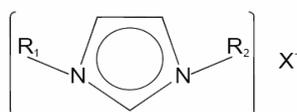
Entre los LI más estudiados se encuentran las sales de 1-alkil, 3-metilimidazolio. Al comienzo de este trabajo se habían realizado muy escasos estudios en los que se mostraba a estos LI como un prometedor y versátil nuevo tipo de lubricante base.

Los LI han demostrado unos resultados tribológicos excelentes para diversos contactos como el acero/acero, acero/cobre, acero/SiO₂, Si₃N₄/SiO₂, acero/sialón y Si₃N₄/sialón.

Al igual que en el resto de propiedades de los LI, es de esperar que tanto la naturaleza del anión como la longitud de la cadena alquilo tengan un efecto significativo en el comportamiento tribológico de los LI. La estructura en redes tridimensionales que se producen en los LI puros y su ordenamiento nanoestructurado cuando se encuentran en disolución, son propiedades que pueden resultar muy útiles en lubricación.

En las siguientes tablas se muestran un resumen de los resultados de los estudios tribológicos que se habían llevado a cabo con anterioridad al comienzo del presente trabajo usando los LI como lubricantes en estado puro, también se muestra un resumen de las características estructurales de los líquidos iónicos usados y que son derivados del imidazolio.

Los valores obtenidos en estos estudios demuestran que el comportamiento tribológico de los LI supera al de otros lubricantes como el PFPE en contactos como el cerámico-cerámico, acero-cerámico y acero-acero.



X	R ₁	R ₂	Nomenclatura
BF ₄ ⁻	CH ₃	C ₂ H ₅	L102
		C ₆ H ₁₃	L106
		C ₈ H ₁₇	L108
	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	L206
		C ₈ H ₁₇	L208
PF ₆ ⁻	CH ₃	C ₄ H ₉	L-P104
		C ₆ H ₁₃	L-P106
		C ₈ H ₁₇	L-P108
	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	L-P206
	C ₈ H ₁₇	L-P208	
	C ₃ H ₇	C ₈ H ₁₇	L-P308
(CF ₃ SO ₂) ₂ N ⁻	CH ₃	C ₂ H ₅	L-F102
		C ₄ H ₉	L-F104
		C ₁₀ H ₂₁	L-F110
	C ₂ H ₅	C ₆ H ₁₃	L-F206
Br ⁻	CH ₃	C ₄ H ₉	L-Br104
		C ₆ H ₁₃	L-Br106
C ₂ H ₅		L-To102	
		L-Es102	
C ₄ H ₉		L-Cl104	
		L-Os104	
(C ₂ F ₅ SO ₂) ₂ N ⁻		C ₈ H ₁₇	L-BT108
Me ₂ PO ₄ ⁻		CH ₃	L-Dm101

Tabla 1.1 Designación de los líquidos iónicos derivados del imidazolio

8.4. Aplicaciones de los LI en Ingeniería.

Debido a su extremadamente baja volatilidad, los LI son llamados a menudo “disolventes verdes”, en contraste con los tradicionales compuestos orgánicos volátiles. Debido a sus propiedades únicas, han sido extensamente usados como disolventes o como catalizadores en una gran variedad de reacciones. También se ha explorado su habilidad como disolventes en procesos de extracción y separación, gracias a su hidrofobicidad regulable y a su capacidad de disolución.

8.4.1. Aplicación en operaciones a alta presión.

Los líquidos iónicos poseen propiedades muy adecuadas para su aplicación en ingeniería, de las cuales se pueden destacar algunas como su bajo efecto negativo sobre la salud humana, su estabilidad térmica y química, bajo poder corrosivo, etc. Es por ello por lo que estos son cada vez más utilizados en aplicaciones de ingeniería química. Para aplicaciones a altas presiones han demostrado también tener baja compresibilidad, buenas propiedades lubricantes y adecuada solubilidad de gases.

A continuación vamos a analizar algunos estudios sobre estas características de los líquidos iónicos y aspectos de ellos que las condicionan:

- *Bajo poder corrosivo:* los estudios realizados sobre varios LI revelaron que la estructura química del catión y el tipo de anión tienen un gran efecto en el poder corrosivo de los LI.
- *Baja compresibilidad:* esta característica es muy importante en las aplicaciones hidráulicas, pues una baja compresibilidad nos asegura un alto rendimiento de la máquina hidráulica.
- *Alta estabilidad térmica:* los experimentos de termogravimetría a alta presión y alta temperatura han mostrado que la mayoría de los LI analizados tienen una alta estabilidad térmica a altas temperaturas (200-350 °C). La larga duración de los tests ha demostrado que dicha estabilidad es independiente de la presión. Además también se ha demostrado que los LI tienen baja tendencia a inflamarse.
- *Buenas propiedades lubricantes:* estudios sobre la abrasión en motores utilizando como lubricantes líquidos iónicos y aceites lubricantes

convencionales han demostrado que el desgaste producido es menor en presencia de los primeros. También los estudios tribológicos han aportado datos sobre el mejor comportamiento de los líquidos iónicos frente a otros lubricantes, y esto puede ser explicado por el hecho de que los líquidos tienen una única estructura dipolar que le permite un mejor comportamiento.

Finalmente, después de analizar los LI podemos decir que sus propiedades físicas y químicas hacen que sean muy adecuados para ser usados en aplicaciones a alta presión y en procesos mecánicos.

8.4.2. Aplicación como materiales “verdes”.

En el campo de la ingeniería, existen diversas áreas en las que los LI se están aplicando como nuevos materiales “verdes”:

- *Membranas líquidas soportadas (SLM)*: Las SLM son un tipo único de membranas de sólidos porosos impregnadas con líquido. Sin embargo, tienen problemas de pérdidas del líquido por vaporización o disolución que quedan eliminados al usar los LI.
- *Plastificantes*: La necesidad de plastificantes con propiedades térmicas y de volatilidad mejoradas, que puedan ser usados a baja temperatura ha motivado la investigación de los LI en este campo, encontrándose buenos resultados para el PMMA (polimetilmetacrilato).
- *Dispersantes y tensoactivos*: En general, se han utilizado LI “no-convencionales” como aditivos en la formulación de sistemas de recubrimientos.
- *Sistemas de energía solar*: La conversión de la energía solar en calor necesita fluidos térmicos con propiedades físicas y térmicas únicas, que no siempre pueden alcanzarse con los materiales comerciales. Los LI tienen una estabilidad térmica y unas capacidades caloríficas superiores a los fluidos térmicos convencionales, siendo capaces de almacenar cantidades considerables de calor. Se han investigado las características térmicas y de corrosión de varios LI que pueden utilizarse en este tipo de aplicaciones. También se ha propuesto su uso como electrolitos en las células solares, debido a sus buenas propiedades eléctricas y su compatibilidad con las resinas epoxi utilizadas en la construcción de estas células.

- *Industria electroquímica:* La amplia ventana de potencial electroquímico y la buena conductividad eléctrica (hasta 4 V y 10 mS·cm⁻¹ respectivamente) de los LI, así como el amplio rango de líquido y la habilidad para la solvatación de compuestos han provocado su uso como electrolitos de baterías, células de combustible, etc. Se ha demostrado que los LI miscibles con agua pueden tener una aplicación importante en campos como la electrocatálisis y la síntesis bioelectroquímica, así como para fabricar electrolitos compuestos de LI/polímero.
- *Cristales líquidos:* Aunque se han identificado numerosas moléculas termotrópicas, sólo se han estudiado un número limitado de estructuras cristalinas de los LI.
- *Química analítica:* Los LI han sido utilizados en cromatografía de gases, cromatografía líquida (HPLC) y electroforesis.
- *Biosensores:* Se ha demostrado recientemente que diversos LI de imidazolio, usados ampliamente en otras aplicaciones, tienen un gran potencial como disolventes biosensores para sustancias poco solubles en agua como los pesticidas, fungicidas y drogas ilícitas.
- *Combustible para reactores de uso espacial:* La naturaleza de los LI está siendo investigada para desarrollar nuevos materiales con alta densidad de energía que puedan ser usados como monopropulsores líquidos para cohetes.
- *Mineralogía:* La síntesis de LI con índices de refracción mayores de 1,4 permite su uso como fluidos de inmersión para el examen de las inclusiones en gemas y minerales.
- *Lubricantes:* Los LI tienen todas las propiedades que un buen lubricante necesita: baja volatilidad, alta estabilidad térmica, y baja temperatura de fluidez. En el siguiente apartado se hará una revisión de los resultados obtenidos en lubricación con estos materiales.
- *Otras:* Otras aplicaciones más puntuales de los LI han sido el desarrollo de un termómetro óptico y de una tinta libre de disolventes orgánicos.

Desde 1990, y de forma gradual, las compañías han ido incorporando los LI a sus procesos industriales: en el proceso de cloración y de extracción de ácido de BASF; en procesos de fase líquida de Eastman Chemical; en un proyecto de baterías de Degussa. Sin embargo, la implementación de los LI en la industria tiene aún ciertos retos:

- La falta de datos sistemáticos de sus propiedades físicas. Se están realizando esfuerzos para recopilar datos de las distintas familias de LI, así como para desarrollar bases de datos que puedan ser consultadas a la hora de decidir qué LI utilizar para una reacción o aplicación particular.
- Sintetizar LI libres de impurezas como el agua, haluros, plata y otros iones metálicos. Como se ha comentado anteriormente, estas impurezas tienen un gran impacto en sus propiedades físicas.
- Determinar si los LI son de verdad “verdes”: si se degradan con el tiempo, si son potencialmente dañinos a largo plazo, cómo manejar sus residuos, etc. Existen grupos de investigación conjuntos con la industria para determinar los peligros ecotoxicológicos de los LI y proponer una estrategia que considere el ciclo total de vida de estos nuevos materiales. Diversos grupos trabajan en el reciclaje y tratado de los residuos producidos por los LI.

8.4.3. Aplicación para la propulsión aeroespacial.

En la actualidad se esta estudiando mucho la aplicación de los líquidos iónicos a la propulsión aeroespacial, y es que las propiedades de estos hacen que sean candidatos ideales para dichas aplicaciones.

La despreciable presión de vapor de los líquidos iónicos y la importante conductividad hacen que sean ideales para propulsión micro-eléctrica, en la cual se consigue una fuerte fuerza de empuje generada por micro-gotas y que permiten crear un sistema de propulsión con un bajo gasto de liquido y por tanto con una baja contaminación en el despegue.[3]

En la figura se puede observar el sistema de micro-propulsión, descrito anteriormente:

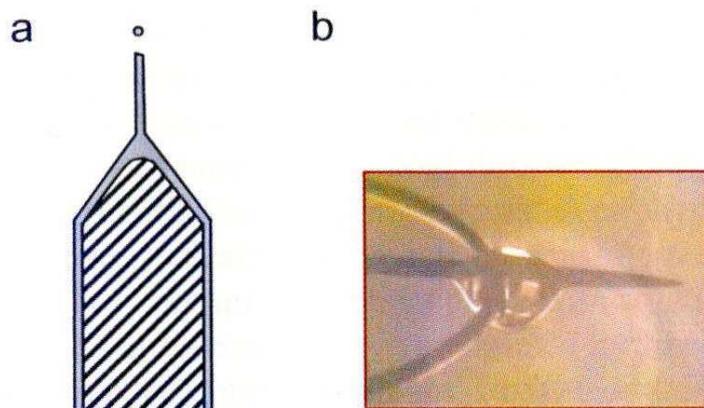


Figura1.8. Representación esquemática del sistema de micro-propulsión.

9. ALEACIONES DE NIQUEL.

9.1. Evolución histórica [2]

Las aleaciones de níquel han sido usadas desde el principio de la civilización, en aleaciones base cobre: en herramientas, monedas y armas rudimentarias. El primer uso industrial de una aleación base níquel fue en 1905 con la aleación MONEL 400 (N04400), desarrollada para ambientes acuosos, con elevada resistencia mecánica y a la corrosión. A partir de este material, Paul D. Merica descubrió el uso del aluminio y el titanio como formadores de fases endurecedoras en las aleaciones de níquel, desarrollando NIMONIC (Ni-Cr-Ti), con un buen comportamiento a alta temperatura. En 1920, las investigaciones sobre la mejora de la resistencia a la corrosión, llevaron a la adición de molibdeno, desarrollando HASTELLOY (Ni-Cr-Mo), con resistencia a la corrosión, especialmente en ambientes reductores. En 1924, se introduce MONEL K-500 (N05500), endurecido por envejecimiento, con una elevada resistencia mecánica.

En 1931, se desarrolla la aleación Ni-Cr-Fe INCONEL 600, que fue usado inicialmente en la industria láctea, existiendo en la actualidad una gran variedad de aleaciones dentro de esta familia conocida como INCONEL en la industria, principalmente caracterizadas por una buena resistencia a la corrosión por el contenido en cromo, resistencia mecánica y buen comportamiento a elevada temperatura. Dentro de la familia del INCONEL, distinguimos el INCONEL 690 (N06690), como una mejora de la serie 600, y en 1950, debido a la escasez de níquel aparece INCOLOY 800 (N08800), desarrollado para reemplazar al INCONEL 600 en electrodomésticos.

Las extremas condiciones de funcionamiento de los álabes de las turbinas en aeronáutica, llevaron durante los años 40 al desarrollo de las aleaciones NIMONIC 80 y NIMONIC 80A (N07080), ya que las condiciones de funcionamiento de los álabes de los reactores a elevada temperatura, requieren el empleo de materiales de elevada resistencia al creep. Siguiendo esta línea de trabajo, se desarrollaron al comienzo de los años 70 las aleaciones INCONEL 718 (N07718), INCONEL 625 (N06625) e INCONEL 617 (N06617), con elevada resistencia mecánica y a la corrosión. En principio, aunque desarrollados para la industria aeronáutica, podemos encontrarlos en muy diversas aplicaciones donde la resistencia mecánica y a la corrosión son requerimientos básicos de diseño.

En los años 50, se desarrolló para la industria química INCOLOY 825 (N08825) y CARPENTER 20Cb-3 (N08020), contando además de níquel, cromo y hierro, con cobre y molibdeno. En los años 70, las mejoras técnicas en los procesos de fundición, permitieron la

aparición de HASTELLOY C (N1002), HASTELLOY B-2 (N10665) y una mejora de la aleación HASTELLOY Ni-Cr, naciendo HASTELLOY B (N1001)

En los años 80, la demanda de materiales con buen comportamiento frente a polución y procesos en la industria química, llevó al desarrollo de HASTELLOY C-22 (N260022). En la siguiente década se desarrolló NICROFER 5923 Mo (N06059), INCONEL 686 (N06686), y la aleación HASTELLOY C-2000 (N06200), proporcionando una mejor resistencia a la corrosión general y localizada en medios oxidantes y reductores por incremento del contenido en cromo, molibdeno, tungsteno y cobre.

El incremento del uso de las aleaciones de níquel en la producción de gas natural llevó al desarrollo de la aleación INCOLOY 925 (N09925), endurecida por envejecimiento. Para aplicaciones de alta temperatura en industria petroquímica, se desarrollaron INCONEL 725 y CARPENTER 625PLUS (N07716); y para aplicaciones en ambientes oxidantes: INCONEL 601(N06601), HASTELLOY 214 (N07214) y HR-160 (N12160), y NICROFER 603 GT y 45TM.

A continuación, se incluye un gráfico (figura 1.15) en el que se pueden observar distintas aleaciones base níquel, variando su composición por adición de varios elementos. Una de las aleaciones centrales en el desarrollo de los materiales base níquel es la aleación 600, señalada en la figura 1.15 y utilizada en el presente proyecto.

- Cromo y aluminio: protectores superficial.
- Molibdeno, wolframio y niobio: elementos refractarios para resistir a alta temperatura.

En la siguiente tabla podemos ver algunas de las aleaciones mostradas en el gráfico anterior [2]:

Número UNS	Nombre Común	Composición Química
S35045	Alloy 803	Ni 32-37 Cr 25-29 C 0,06-0,01 Al 0,15-0,6 Ti 0,15-0,6
N02200	Nickel 200	Ni 99 min C 0,15 max Cu 0,25 max Fe 0,4 max Mn 0,35 max S 0,01 max Si 0,035 max
N02201	Níckel 201	Ni 99 min C 0,2 max Cu 0,25 max Fe 0,4 max Mn 0,35 max S 0,01 max Si 0,035 max
N02211	Ncíkel 211	Ni 99 min C 0,15 max Cu 0,25 max Fe 0,75 max Mn 0,35 max S 0,01 max Si 0,035 max
N05500	Alloy k-500	Ni 63-70 Al 2,3- 3,15 C 0,25 max Fe 2 max Mn 1,5 max S 0,01 max Si 0,5 max Ti 0,35-0,85
N06004	65Ni-15Cr	Ni 57 min C 0,15 max Cr 14-18 Mn 1 max S 0,01 max Si 0,75-1.6
N06600	Alloy 600	Ni 72 min C 0,15 max Cr 14-17 Cu 0,5 max Fe 6-11 Mn 1 max S 0,0015 max Si 0,5 max
N06601	Alloy 601	Ni 58-73 Al 1-1,7 C 0,1 max Cr 21-25 Cu 1 max Fe 6-11 Mn 1 max S 0,0015 max Si 0,5 max

Tabla 1.3 Composición de algunas aleaciones base níquel

Su buena resistencia a la corrosión tanto en medios ácidos y alcalinos, como oxidantes y reductores, su buena resistencia mecánica, su buen comportamiento a elevada temperatura y su resistencia al creep; provoca una infinidad en las aplicaciones de estas aleaciones y su continua evolución, apareciendo casi todos los años nuevas aleaciones con unas propiedades específicas para unos requerimientos requeridos.

9.2. Aplicaciones de las aleaciones de níquel

Las aleaciones base níquel se utilizan para un amplio rango de aplicaciones en ambientes corrosivos, de alta temperatura y resistencia mecánica. La resistencia a la corrosión puede ser requerida en aplicaciones en medios acuosos y ambientes de alta temperatura, donde son posibles una gran variedad de mecanismos de ataque. Teniendo en cuenta otras aplicaciones,

donde se requiere una buena resistencia mecánica bajo diversos esfuerzos, como fatiga o creep, lleva a un amplio abanico en el uso de las aleaciones de níquel, desplazando en muchas aplicaciones al acero inoxidable. Las aplicaciones de las aleaciones de níquel son en general:

- Instalaciones en ambientes acuosos, agua de mar y aplicaciones atmosféricas.
- Producción de gas natural
- Procesos de la industria química.
- Procesos petroquímicos y refinería.
- Turbinas de gas.
- Misiles, cohetes e industria aeronáutica.
- Tratamientos térmicos y procesos térmicos.
- En centrales de producción de energía eléctrica.
- Aplicaciones eléctricas: en forma de cables donde están sometidas a altas temperaturas
- Aplicaciones en la industria de automoción
- Resistencia a la corrosión en metales fundidos
- Resistencia a la corrosión en sales fundidas

9.3. Inconel 600 y sus aplicaciones

Dentro de las distintas aleaciones base níquel [3], encontramos INCONEL 600, desarrollado en 1931, con un contenido en níquel del 72%, 16% en cromo y un 8% en hierro. Seguiremos hablando de sus propiedades en el capítulo 2 referente a materiales usados; para continuar, podemos encontrar INCONEL 600 en diversas aplicaciones que se describen a continuación:

- **Industria de la automoción:** se utiliza Inconel 600 en una gran variedad de aplicaciones, debido a sus propiedades mecánicas a alta temperatura y excelente resistencia a la corrosión. La principal aplicación es en bujías, colectores de admisión, fuelles, catalizadores y silenciadores. INCONEL 600 se usa en la fabricación de fuelles, por sus características frente fatiga, junto con su resistencia a alta temperatura y a la corrosión por sales.
- **Gas natural:** es una de las fuentes de energía más abundantes del planeta. Antiguamente, en esta industria se usaba principalmente acero, reservándose el uso de las aleaciones de níquel para válvulas o instrumentación. Actualmente, la resistencia a la corrosión de las tuberías de aleaciones de níquel son requeridas por:
 - Buen comportamiento a alta temperatura (hasta 260°C) y presión.
 - Aumentar métodos de recuperación tales como inyección de vapor o CO₂.

- Consideraciones de peso, especialmente en aplicaciones mar a dentro.
 - Necesidad de una mayor resistencia a la corrosión en aplicaciones de sulfuro de hidrogeno, dióxido de carbono y cloro.
-
- **Industrias petroquímicas y de refino:** Las condiciones adversas de corrosión y las elevadas temperaturas que se alcanzan en los procesos como en el refino de crudo y la producción de diversos productos como etileno, amoniaco y cloruro de vinilo, llevan al uso de estas aleaciones. Para el caso del INCONEL 600, encontramos su aplicación en la producción de cloruro de vinilo, donde se alcanzan temperaturas por encima de los 650°C, siendo el INCONEL 600 muy resistente al cloro libre en el proceso.
 - **Centrales Térmicas y Nucleares:** donde deberán resistir las altas temperaturas y corrosión de los gases de combustión. El INCONEL 600 se ha usado en plantas de energía nuclear; en reactores de agua a presión (PWR), para las tuberías del generador de vapor, boquillas y placas desviadoras. Esta siendo sustituido por INCONEL 690, con más contenido en cromo, con mejor comportamiento a la corrosión.
 - **Industria de la madera y papel:** el INCONEL 600 ha desempeñado un papel crucial en las operaciones de digestores de pulpa continuos o por lotes durante más de treinta años.
 - **Procesos térmicos e industria de los tratamientos térmicos.** Los requisitos en la elección del material son: resistencia a alta temperatura, a la corrosión en atmósferas específicas, fatiga térmica y shock térmico, así como resistencia al creep; junto con facilidad de fabricación y reparación de componentes. Los procesos de corrosión típicos en esta industria son: oxidación, carburización, halogenación, nitruración y sulfatación. El INCONEL 600 se utiliza en la fabricación de tubos radiantes, ofreciendo larga vida de servicio, largo tiempo entre revisiones y de ahí la elevada reducción de costes de mantenimiento. Encontramos también INCONEL 600 en silenciadores de caldera y almas de cables en procesos de térmicos y de sinterizado.
 - **Presencia de corrosión por sales fundidas:** es importante en tratamientos térmicos, procesamiento de metales e industrias de refinado de metales así como sistemas de energía solar y nuclear; donde las sales pueden proporcionar el medio de transferencia de calor y almacenamiento. La corrosión procede normalmente de la oxidación, seguida de la disolución de las especies oxidantes en los fluidos. El

Inconel 600 se utiliza cuando se necesita una alta resistencia mecánica, o están presentes compuestos sulfúricos.

En común con otras aleaciones metálicas, las aleaciones de níquel pueden sufrir **ataque por metales fundidos**, tanto uniformemente o selectivamente a lo largo del borde de grano. INCONEL 600 se puede utilizar en contacto con sodio fundido, con menor resistencia a la corrosión hasta la temperatura de 650°C, pero incrementándose ésta significativamente por encima de 700°C, particularmente bajo condiciones de fluido, donde los gradientes de temperatura pueden alcanzar los efectos de transferencia de masa. Altos niveles de oxígeno en el sodio también tienden a incrementar la corrosión, mientras que el carbono puede causar carburización, aunque menos que en los aceros inoxidable. También se usa en contacto con potasio fundido. El litio fundido es mucho más agresivo, produciéndose transferencia de masa por encima de 425°C. También se usa en mercurio fundido hasta temperaturas de 500°C, sin presentar ningún tipo de corrosión intergranular o pérdida de resistencia mecánica.

Las características mecánicas y térmicas del Inconel 600 serán descritas en el siguiente capítulo.

9.4. Estudios sobre Inconel 600 y sus aplicaciones nucleares.

En la actualidad se estudia bastante el Inconel y sus propiedades frente al desgaste al ser una aleación muy usada en la industria. Revisando las bases de datos de ISI se puede observar la gran cantidad de artículos y estudios sobre esta aleación. En este proyecto se va a hacer referencia a alguno.

Principalmente, lo que más se estudia es la evolución del desgaste del Inconel en la industria nuclear. A continuación se va a hablar del comportamiento del Inconel a 575 K en ambiente acuoso.

En las **plantas nucleares** el desgaste de los tubos de los generadores de vapor debido al FIV (flow-induced-vibration), es decir debido a la vibración generada por los caudales que circulan por ellas, es muy estudiado ya que es uno de los mecanismos de degradación que provoca la fuga de sustancias radioactivas. En otras palabras, fenómenos de desgaste por fricción, fatiga, ... tienen un efecto importante sobre la vida de los tubos, y por lo tanto sobre la seguridad de la central.

Usando la ecuación de Archard tradicional podemos predecir el desgaste, asumiendo que el coeficiente de desgaste de dicha ecuación es constante, lo cual nos da un resultado en el que se puede ver que el volumen de desgaste es linealmente proporcional a la longitud de deslizamiento y a la carga normal.

Sin embargo la realidad no es así, y esta ecuación no explica adecuadamente el comportamiento de desgaste, ya que lo que verdaderamente ocurre nos da un desgaste no lineal con la distancia de deslizamiento. Para explicar esto aparece la ecuación de Archard modificada, en la cual lo que se hace es cambiar el coeficiente de desgaste por una expresión que depende de la distancia de deslizamiento, lo que hace que el desgaste pase del comportamiento inicial, lineal, al real que es parabólico.

Los ensayos para medir el desgaste del Inconel se hicieron para Inconel 600 y 690 frente al acero STS 304 (material de los soportes de apoyo de los tubos). Las conclusiones que se pueden extraer de los ensayos de desgaste por deslizamiento y rayado y que afectan al contacto entre los tubos de la central nuclear y los soportes son:

- El coeficiente de fricción para Inconel 690 fue de 0,4 y para 600 fue de 0,3. el coeficiente de desgaste para el Inconel 690 fue de 142×10^{-15} y para el 600 fue de $98,1 \times 10^{-5}$. Como vemos el Inconel 690 tiene valores altos en todos los casos, así podemos decir que el Inconel 600 tiene aproximadamente un 17% más de resistencia al desgaste que el Inconel 690.

- En rayado, la fricción depende mucho de la carga normal aplicada y de la amplitud de la vibración. El coeficiente de fricción disminuye con el incremento de la carga normal y la disminución de la amplitud de la vibración. La fuerza de fricción obtenida en los ensayos fue mayor para el Inconel 690 que para el Inconel 600.

- El coeficiente de desgaste para Inconel 690 fue $16,2 \times 10^{-15}$ Pa⁻¹ y para Inconel 600 fue de $9,3 \times 10^{-5}$ Pa⁻¹. Así vemos que el Inconel 690 tiene menos resistencia al desgaste que el Inconel 600 a temperatura ambiente.

10. OBJETIVOS.

El presente proyecto presenta resultados obtenidos en ensayos utilizando los líquidos iónicos LI-108, LP-106 y AM-101 en contacto INCONEL 600/AISI 152100, continuando así una de las líneas de investigación del Departamento de Ingeniería de Materiales y Fabricación de la Universidad Politécnica de Cartagena.

En este marco nos proponemos, al inicio del presente trabajo, alcanzar los siguientes objetivos:

- Determinación de las características de los LI como lubricantes en contactos acero/INCONEL 600, estableciendo medidas de fricción y desgaste.
- Establecer la variación del desgaste y coeficiente de fricción en función de la temperatura del ensayo y el líquido iónico empleado.
- Determinar el mecanismo de desgaste a alta temperatura mediante la observación de las huellas producidas en los ensayos pin-on-disk.

CAPÍTULO II

MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTOS.

1. MATERIALES UTILIZADOS EN LA EXPERIMENTACIÓN.

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

En los ensayos tribológicos se ha realizado el contacto entre bolas de acero AISI 52100 y probetas de INCONEL 600 para determinar el comportamiento tribológico de los distintos líquidos iónicos empleados. Estos ensayos se realizaron a varias temperaturas: 25°C, 100°C, 200°C y 300°C. A continuación se desarrollan las características de la probeta de Inconel 600 y la bola de acero del punzón.

1.1. Inconel 600

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

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

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

Tabla 2.1. Composición química Inconel 600

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

Módulo de Young (GPa)	207	217,6
Módulo de Cizalladura (GPa)	76	79,9
Módulo de elasticidad (GPa)	164,2	172,6
Ratio de Poisson	0,29	0,3018
Límite elástico (MPa)	221	262
Resistencia a la tracción (MPa)	517	586

Resistencia a la compresión (MPa)	241	462
Resistencia a la flexión (MPa)	221	262
Elongación (%)	25	35
Dureza Vickers (HV)	135	170
Resistencia a la fatiga a 10^7 ciclos (MPa)	220	365
Tenacidad (MPam ^{1/2})	120	150
Coefficiente de pérdida mecánica	5E-4	1.3E-3

Tabla 2.2. Propiedades mecánicas del Inconel 600

Las propiedades térmicas, se resumen en la tabla siguiente:

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

Tabla 2.3. Propiedades térmicas del Inconel 600

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

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

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

1.2. Punzón de acero

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

Las bolas de acero son suministradas por la empresa Tecmicro.



Figura 2.1. Punzón con bola de acero.

2. LUBRICANTES USADOS EN LA EXPERIMENTACION.

En los ensayos realizados se han utilizado dos tipos de líquidos iónicos, los derivados del imidazolio y los derivados del amonio.

2.1. Líquido iónico L-108

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

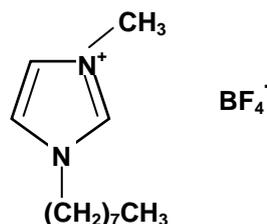


Figura 2.2. Estructura molecular del L108.

Propiedades físicas:

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

Termogravimetría:

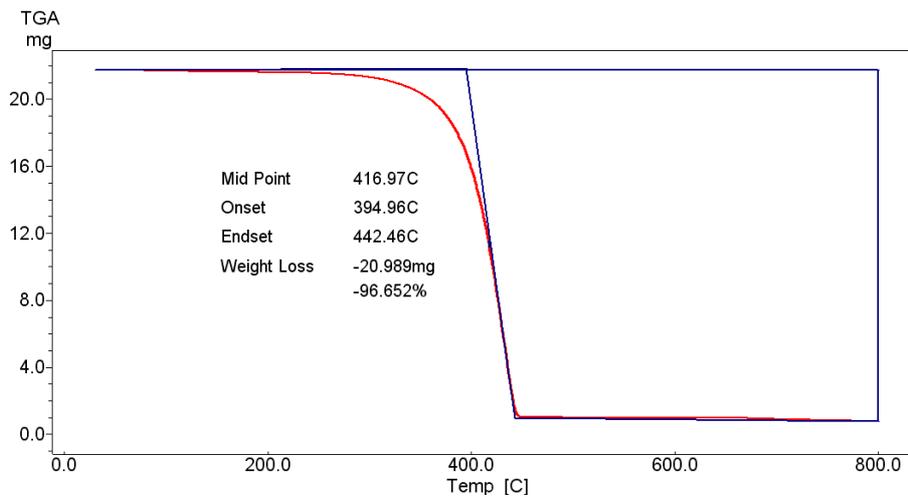


Figura 2.3. Análisis termogravimétrico en N₂ del L108.

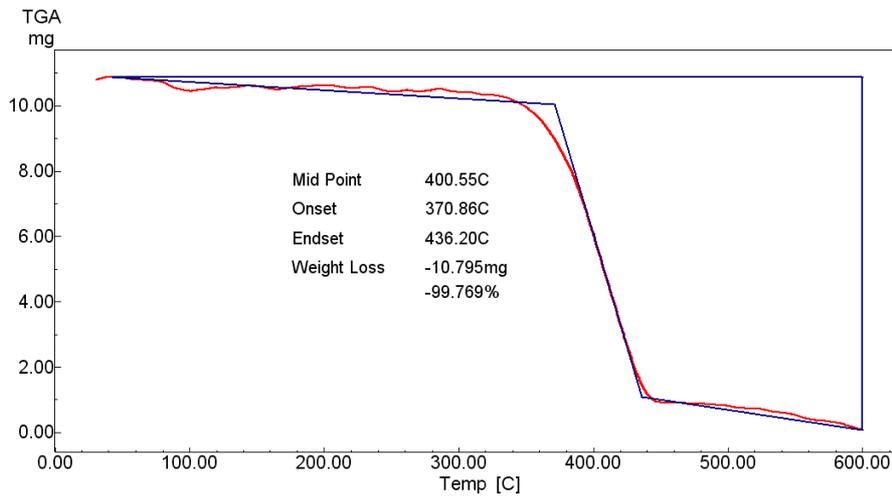


Figura 2.4. Análisis termogravimétrico en aire del L108.

Espectroscopía infrarroja:

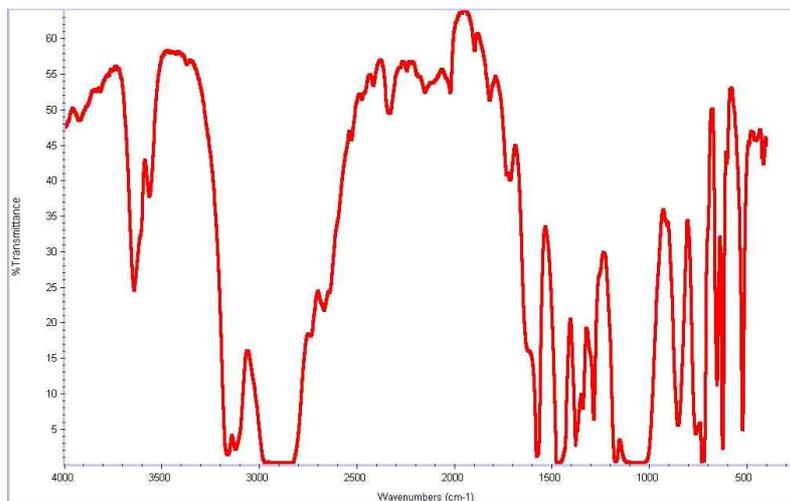


Figura 2.5. Espectro infrarrojo del L108.

2.2. Líquido iónico L-P106

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

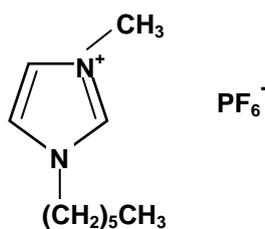


Figura 2.5. Estructura molecular del L-P106.

Propiedades físicas:

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

Termogravimetría:

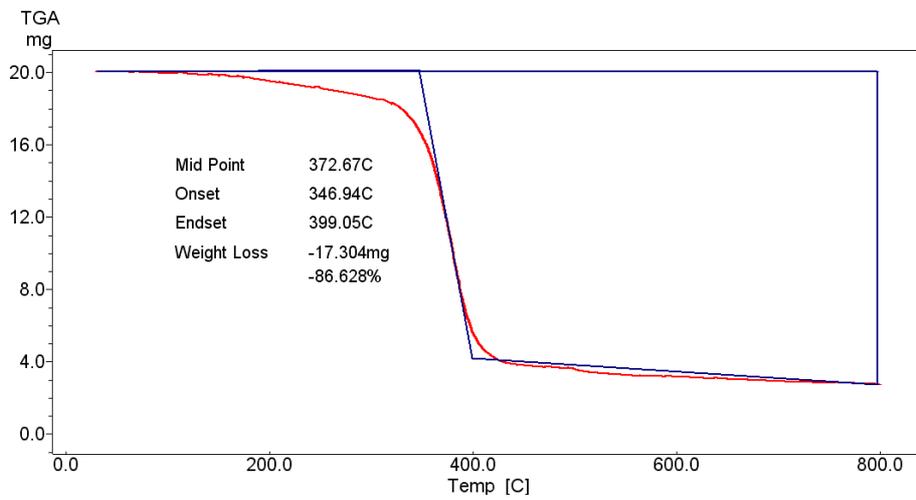


Figura 2.6. Análisis termogravimétrico en N₂ del L-P106.

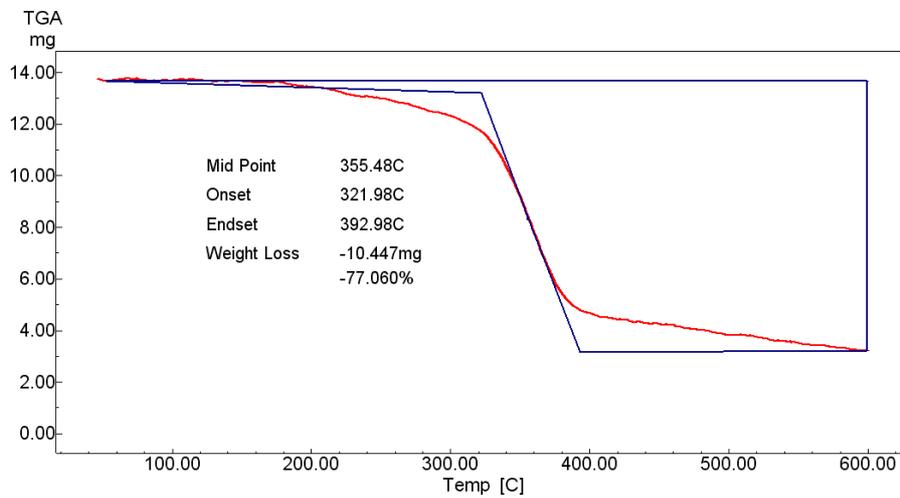


Figura 2.7. Análisis termogravimétrico en aire del L-P106.

Espectroscopía infrarroja:

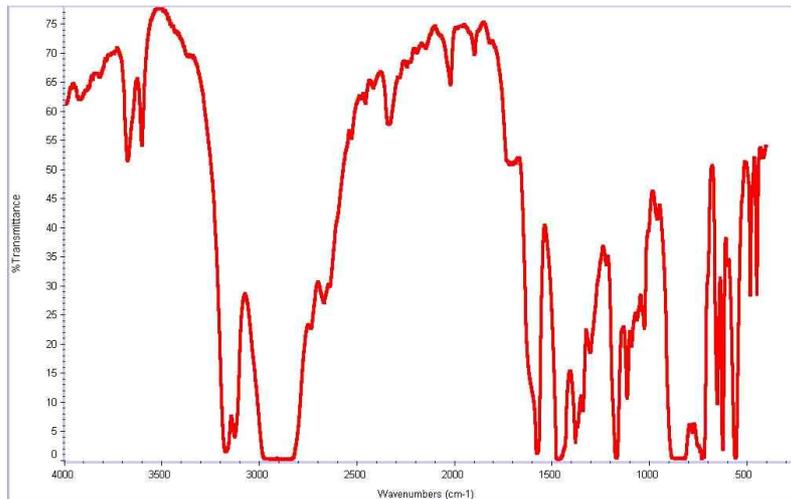


Figura 2.8. Espectro infrarrojo del L-P106.

2.3. Líquido iónico AM-101

Denominamos AM-101 líquido iónico derivado del amonio con aniones cloruro.

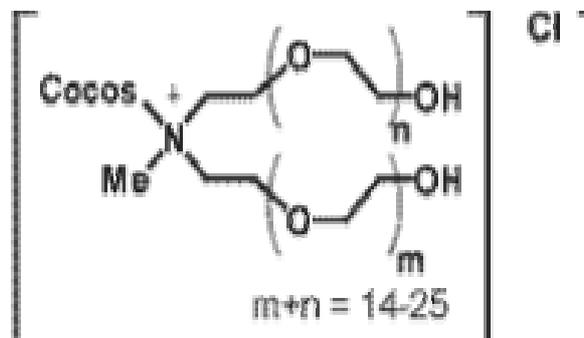


Figura 2.9. Estructura molecular del AM-101.

Propiedades físicas:

- ★ Temperatura de fusión: 10-12 °C.
- ★ Temperatura de descomposición: 300°C.
- ★ Densidad (20 °C): 1,06 g/cm³.
- ★ Viscosidad (20 °C): 1360 mPa s.

Termogravimetría:

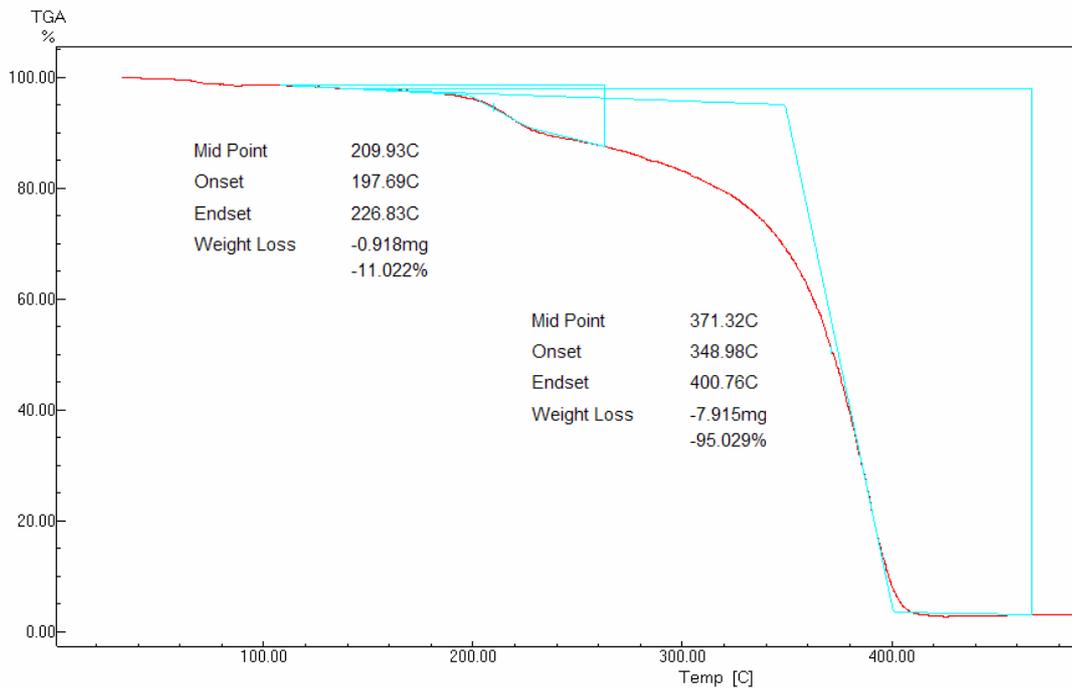


Figura 2.10. Análisis termogravimétrico en N₂ del AM-101.

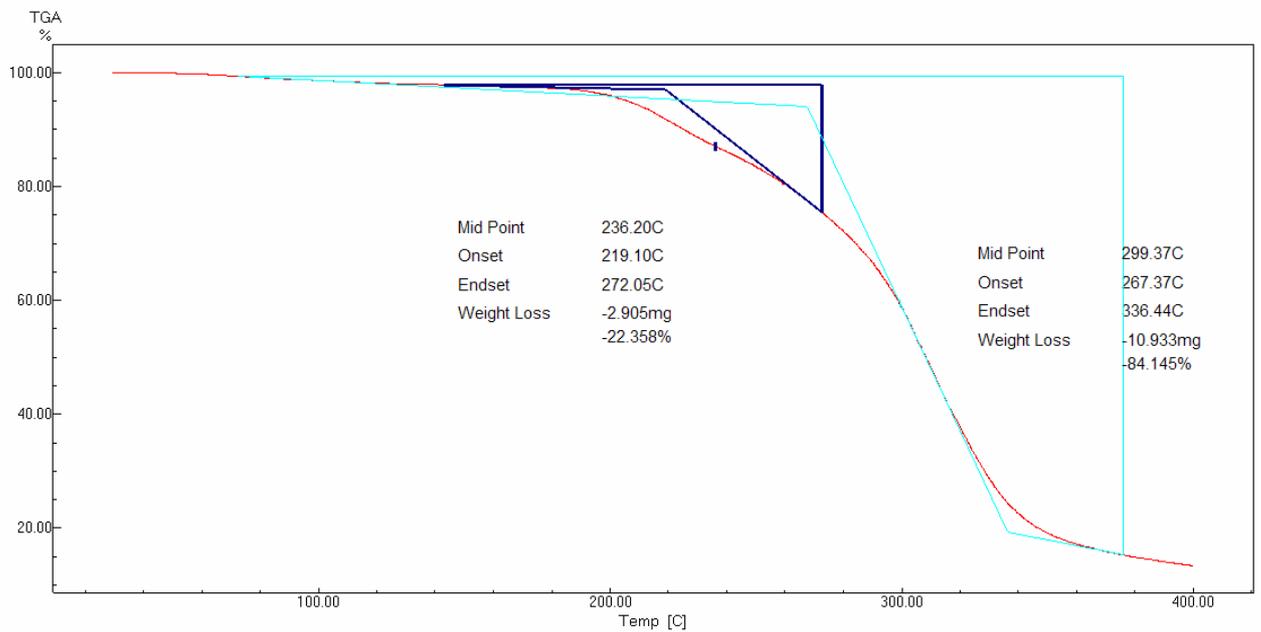


Figura 2.11. Análisis termogravimétrico en aire del AM-101.

Espectroscopía infrarroja:

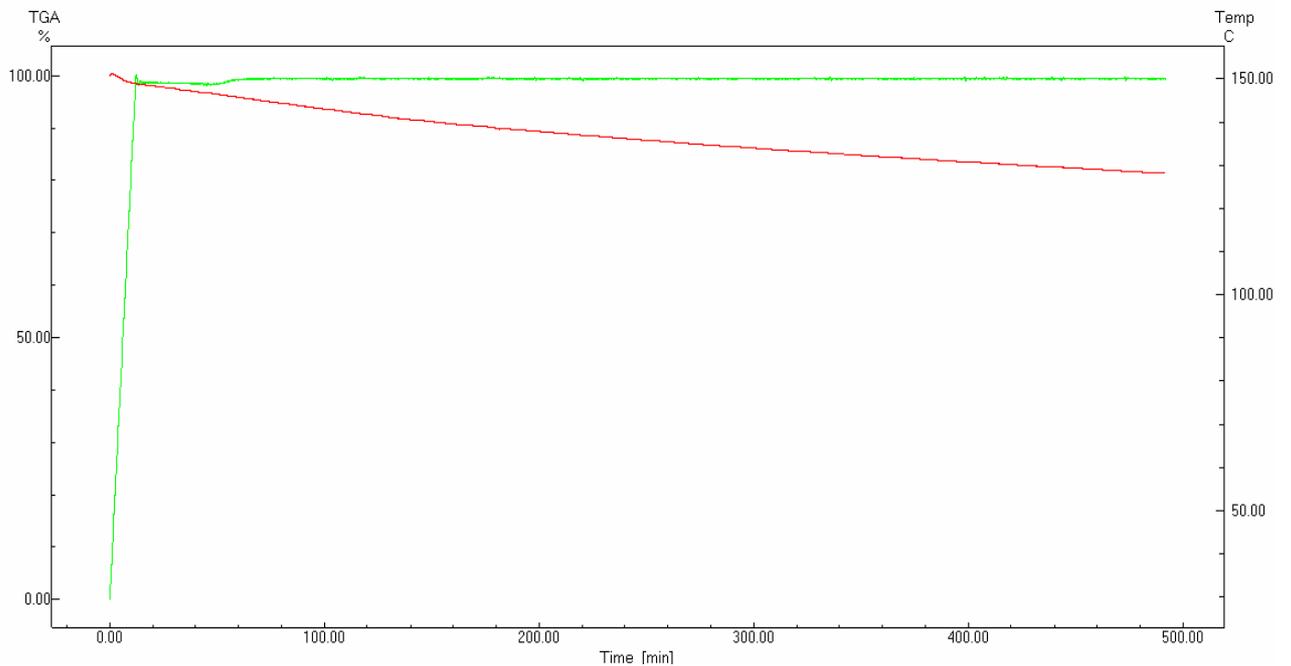


Figura 2.12. Ensayo estabilidad 8 horas a 150°C.

3. EQUIPOS UTILIZADOS EN LA EXPERIMENTACION.

3.1. Tribómetro

Los estudios tribológicos se realizaron en el tribómetro modelo MT/30/SCM/T (figura 2.13), fabricado por Microtest, de tipo punzón sobre disco, de acuerdo con la norma ASTM G99.

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

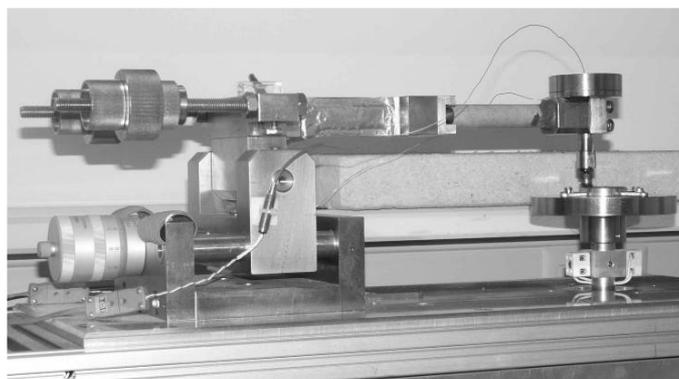


Figura 2.13. Tribómetro Microtest MT/30/SCM/T

En todos los ensayos de fricción y desgaste se utilizó la configuración de contacto punzón sobre disco, tal y como se muestra en el esquema de la figura 2.14.

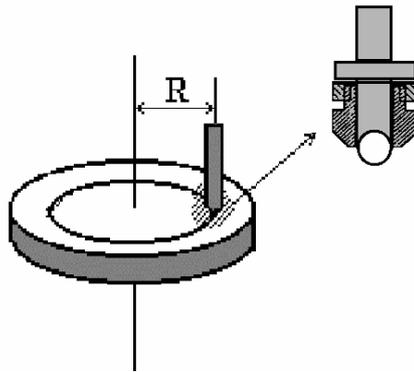


Figura 2.14. Detalle de la configuración de contacto y del punzón de acero.

3.2. Cortadora de precisión

El corte de las probetas para los ensayos de tribología se ha llevado a cabo con una cortadora de precisión ISOMET 4000 de la casa BUEHLER (ver figura 2.15).



Figura 2.15. Cortadora de precisión.

3.3. Pulidora metalográfica

Para el pulido de las probetas se ha utilizado una pulidora de la casa Buehler, modelo Phoenix Beta como la que se muestra en la figura 2.16.



Figura 2.16. Pulidora metalográfica.

3.4. Rugosímetro

Para medir la rugosidad de las probetas se ha utilizado el rugosímetro de laboratorio Profiltest SM-7. Este equipo permite evaluar y medir la rugosidad según tres normas: DIN, ISO y CNOMO. En el presente trabajo se ha utilizado la norma DIN 4768.

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

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

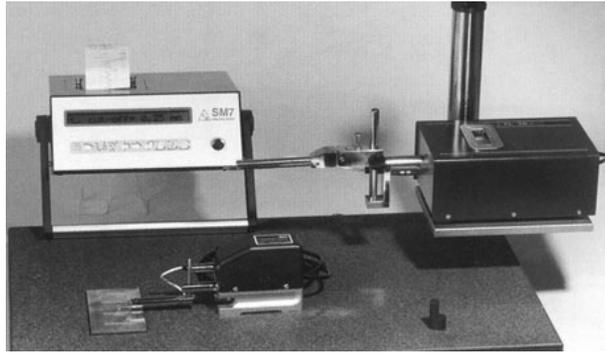


Figura 2.17. Rugosímetro SM-7.

3.5. Microscopía óptica

Para el estudio morfológico y metalográfico de los materiales sometidos a fricción y desgaste se ha utilizado el microscopio óptico Leica DMR (ver figura 2.18). Este microscopio lleva acoplado un analizador de imagen que utiliza el software Optimas. La medición de la anchura de las huellas de desgaste se ha realizado gracias a este software.

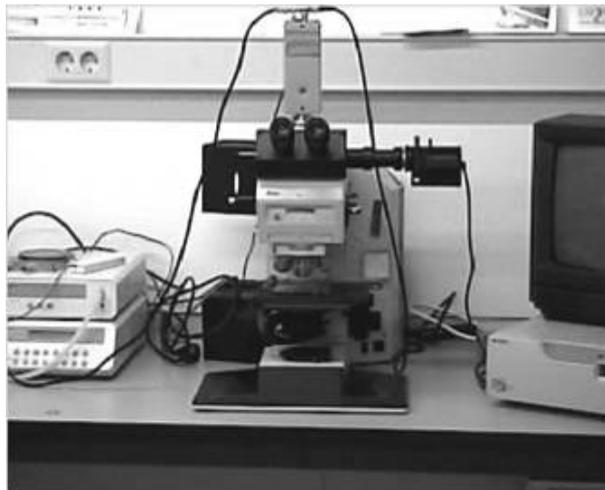


Figura 2.18. Microscopio óptico Leica DMR.

3.6. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El equipo utilizado ha sido el microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N (ver figura 2.19), con las siguientes características:

- Resolución de imagen de electrones secundarios: 3,5 nm.
- Aumentos: x8 – x300.000 (> 60 etapas).
- Voltaje de aceleración: 0,5 – 30 KV, ajustable por pasos.
- Corriente de sonda: 1 pA – 1 mA ajustables.

- Fuente de electrones: Filamento de W, polarización automática, con alineamiento electrónico del cañón.
- Lentes: Supresión de histéresis, corriente de sonda con ajuste manual o automático, corrección de astigmatismo manual y electrónica.
- Enfoque manual y automático con ajuste grueso y fino, rastreo automático de foco.
- Cámara y platina con motorización de los ejes X e Y.
- Detectores:
 1. Secundarios.
 2. Retrodispersados en modo composición y topográfico.

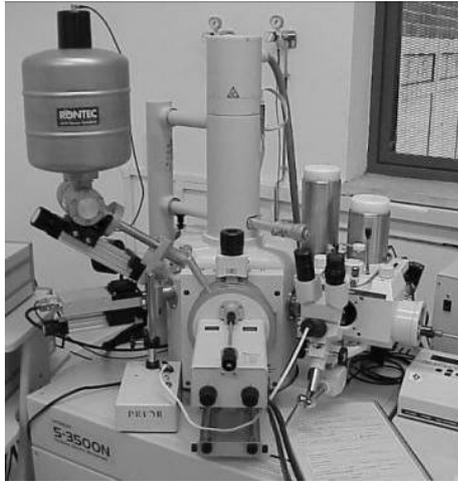


Figura 2.19. Microscopio electrónico de barrido.

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

- Detector de Rayos X Xray: Es un detector de Si(Li) de 138 eV de resolución, con ventana ultrafina para detección de elementos desde B hasta U (ver figura 2.20.a).
- Detector de Rayos X Xflash detector: Detector de Si, con sistema de enfriamiento Peltier y ventana de Be de 7,5 μm (ver figura 2.20.b).

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



a) Detector de Xray



b) Detector Xflash

Figura 2.20. Microanalizadores acoplados al microscopio electrónico de barrido.

3.7. Espectrofotómetro infrarrojo

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

- Rango de Trabajo: $200 - 6400 \text{ cm}^{-1}$.
- Detector DTGS-CsI.
- Diámetro de apertura variable.
- Interferómetro de sistema AutoTune (alineación dinámica).
- Purga continua de CO₂.
- Accesorio interno de reflectancia total atenuada, dotado con cristal de ZnSe, que nos permite obtener espectros de infrarrojo de sólidos y líquidos en un rango de trabajo de $650 - 6400 \text{ cm}^{-1}$.
- Librería de espectros.
- Celda de gases para análisis de los gases desprendidos en el analizador termogravimétrico.



Figura 2.21. Espectrómetro infrarrojo.

3.8. Horno.

Los ensayos realizados, que son estudio de este proyecto han sido a alta temperatura. Para conseguir elevar la temperatura se utiliza un horno como el que se puede observar en la figura 2.22.



Figura 2.22. Horno.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL DE LOS ENSAYOS DE FRICCIÓN Y DESGASTE.

Partimos de una barra de INCONEL 600, cortándose las probetas necesarias para los ensayos en la cortadora antes nombrada. Una vez obtenidas las probetas, se pulen y se mide su rugosidad, siendo válidas si su rugosidad máxima está por debajo de $0,20\ \mu\text{m}$. Después de esto, se realiza el ensayo de desgaste y fricción con el tribómetro. Una vez finalizado el ensayo, se mide la huella de desgaste en la pieza con el microscopio óptico, obteniendo así el volumen de desgaste total. Los valores de fricción son recogidos por el programa informático del tribómetro. Una vez realizado esto, las probetas, las bolas usadas para realizar el desgaste y las partículas formadas, son analizadas en el microscopio electrónico, donde también se analizan sus espectros EDS, para analizar los elementos que los componen.

El proceso experimental seguido se puede ver resumido en diagrama de flujo de la figura 2.23.

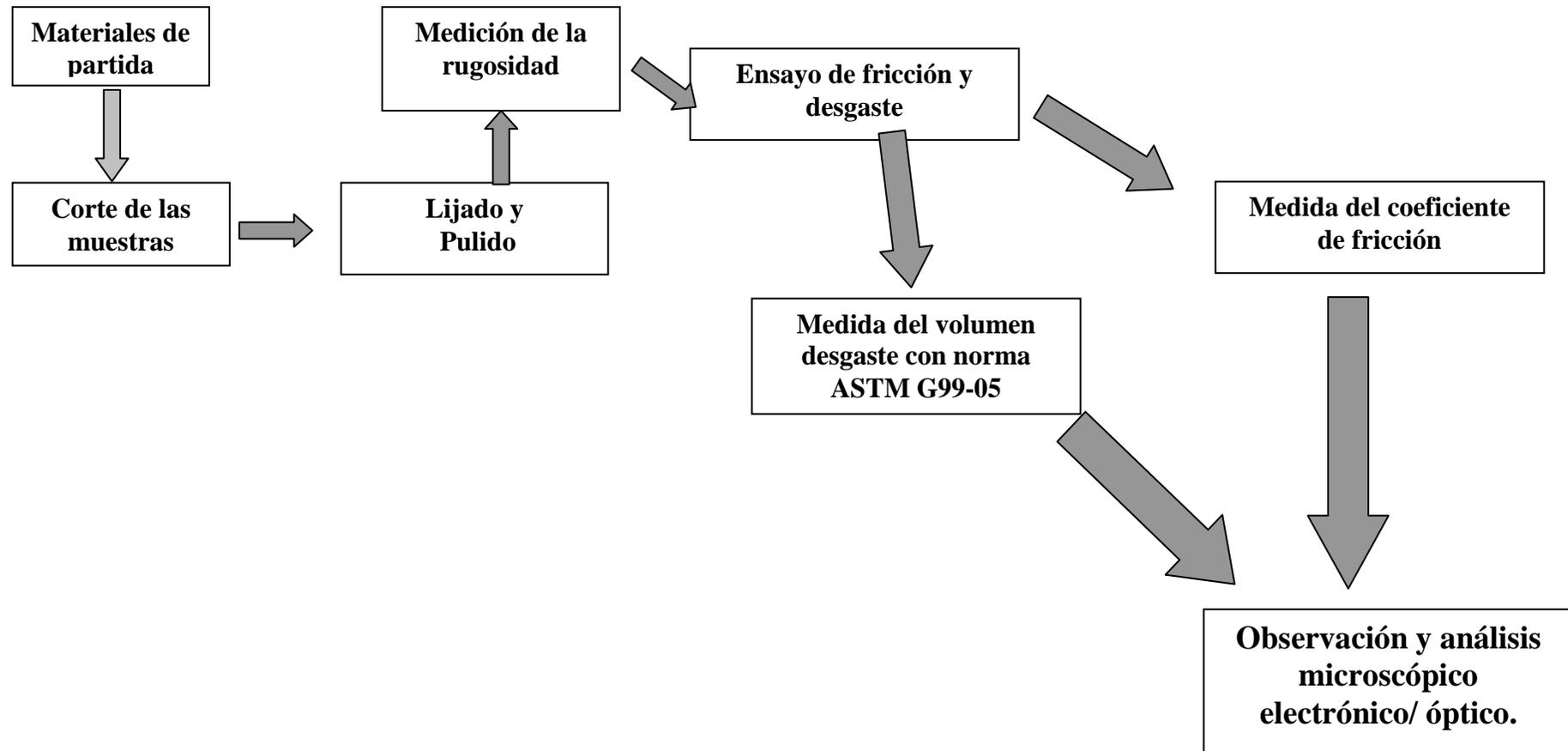


Figura 2.23. Procedimiento experimental seguido en los ensayos de fricción y desgaste.

4.1. Preparación de las probetas

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

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

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

4.2. Presión de contacto

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

4.3. Medida de los coeficientes de fricción

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

4.4. Medida del volumen de desgaste

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

El volumen de desgaste de cada una de las pruebas se determina a través de la anchura de la huella según la ecuación desarrollada a continuación y que se especifica en la norma ASTM G-99 [4]:

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

Donde:

R: radio de giro huella de desgaste.

d: anchura huella desgaste.

r: radio esférico del punzón.

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

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

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

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

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

CAPÍTULO III

DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE LOS ENSAYOS TRIBOLÓGICOS.

1. Introducción.

Los ensayos tribológicos realizados con el par acero AISI 52100/Inconel 600 se resumen a continuación:

- Ensayos de fricción y desgaste utilizando el líquido iónico AM101 a diferentes temperaturas: 25°C, 100°C y 200°C.
- Ensayos de fricción y desgaste utilizando como lubricante el líquido iónico L-P106 a 300°C.
- Ensayo de fricción y desgaste utilizando como lubricante, el líquido iónico L-108 a 300°C.

En todos ellos las condiciones de velocidad ($0,15 \text{ ms}^{-1}$), distancia recorrida (850 m) y fuerza aplicada (2,45 N), son las mismas. Para los líquidos iónicos AM-101 y L-108 se han llevado a cabo ensayos a 100° C y 300° C, respectivamente con una distancia de deslizamiento de 1700 m, que se han denominado de larga duración. Los líquidos iónicos nombrados se caracterizaron en el capítulo II del presente trabajo.

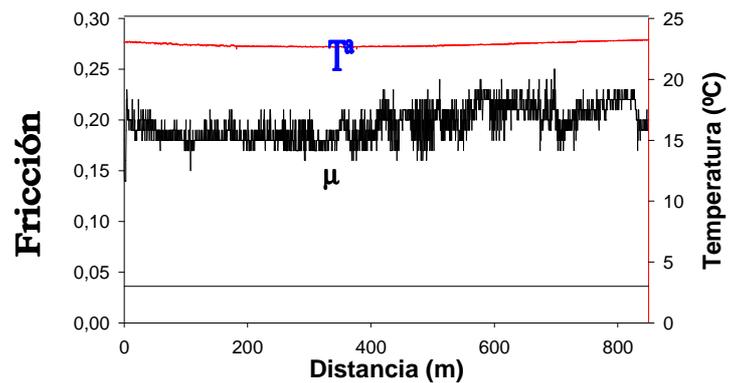
En el apartado 2 se estudian los fenómenos tribológicos acaecidos en los ensayos de líquidos iónicos, especificando las tasas de desgaste y los valores del coeficiente de fricción.

En el apartado 3 se observarán las huellas en las probetas usadas para el ensayo, así como en las bolas de acero empleadas. Asimismo, se acompaña el análisis con el espectro obtenido con el microscopio electrónico, para observar los elementos presentes en las huellas. Este apartado se complementa con las micrografías y análisis de partículas formadas durante el ensayo.

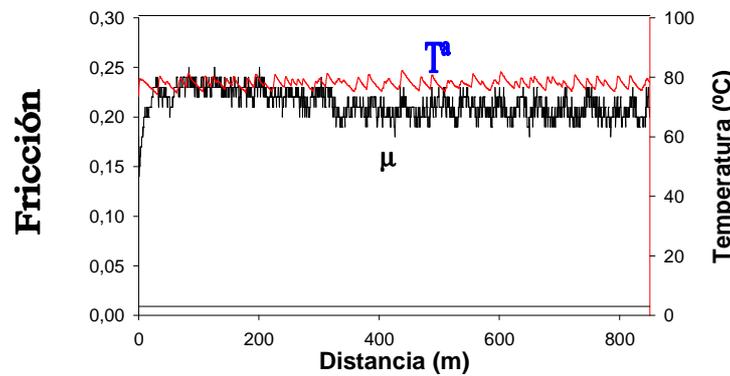
2. Ensayos de fricción y desgaste con lubricación mediante líquidos iónicos.

2.1. Resultados de fricción

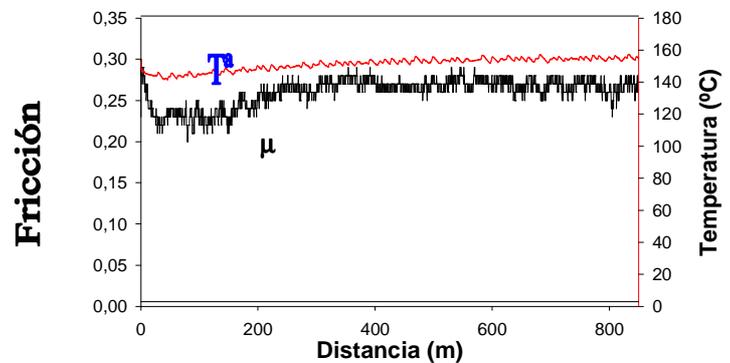
El software asociado al tribómetro descrito en el capítulo II permite recoger los valores del coeficiente de fricción con la distancia recorrida. Con los datos obtenidos, y representándolos en una gráfica distancia recorrida-coeficiente de fricción, se obtienen los resultados obtenidos en las figuras 3.1, 3.2 y 3.3. También se representan los valores de la T^a alcanzados en el líquido.



a) Lubricante AM101 a 25°C.



b) Lubricante AM101 a 100°C.



c) Lubricante AM101 a 200°C.

Figura 3.1. Evolución de los coeficientes de fricción con la distancia recorrida del lubricante AM 101 a 25 °C, 100 °C y 200 °C.

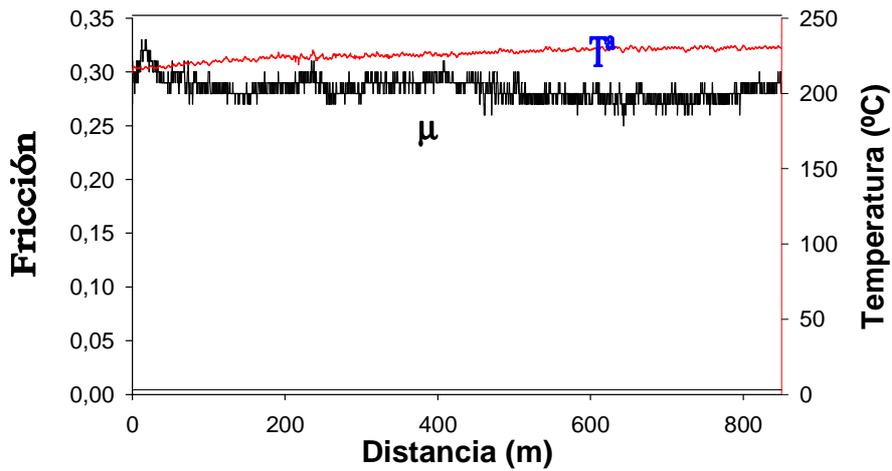


Figura 3.2. Evolución de los coeficientes de fricción con la distancia recorrida del lubricante L108 a 300°C.

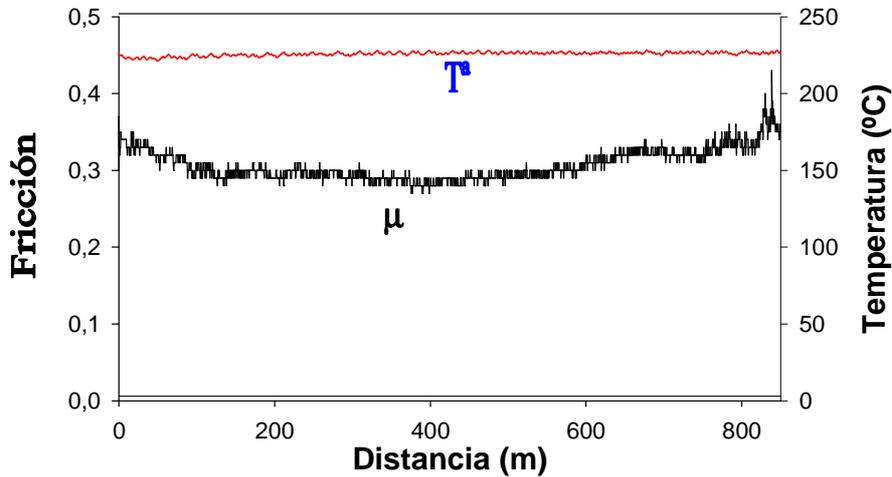


Figura 3.3. Evolución de los coeficientes de fricción con la distancia recorrida del lubricante L-P 106 a 300°C.

Los valores medios de los coeficientes de fricción se resumen en la tabla 3.1. Los valores entre paréntesis indican la desviación de los valores obtenidos. Para el líquido iónico AM-101 el valor del coeficiente de fricción podemos observar que aumenta bastante a los 200°C. Así podemos ver como es parecido el nivel de coeficiente de fricción para L-108 y L-P106 a 300°C y AM-101 a 200 °C .

Tabla 3.1. Coeficientes de fricción de los ensayos de lubricación

Coeficientes de fricción (Desviación estándar en paréntesis)				
Carga = 2.45 N; Velocidad= 0.15 m/s; Distancia = 850 m				
AM 101			L 108	L-P 106
25°C	100°C	200°C	300° C	300° C
0,222 (0,014)	0,215 (0,010)	0,274 (0,017)	0,278 (0,005)	0,265 (0,035)

En la grafica de la figura 3.4 se puede observar cómo para el L-108 el coeficiente de fricción se mantiene constante a 25° C y 200° C para, posteriormente, sufrir un fuerte incremento al pasar a 300° C. Respecto al L-P106 vemos cómo el coeficiente de fricción se incrementa proporcionalmente con la temperatura, alcanzando el valor máximo al llegar a los 300° C. Los valores de fricción de los ensayos a 25° C, 100° C y 200° C han sido obtenidos de bibliografía consultada y referenciada como [4].

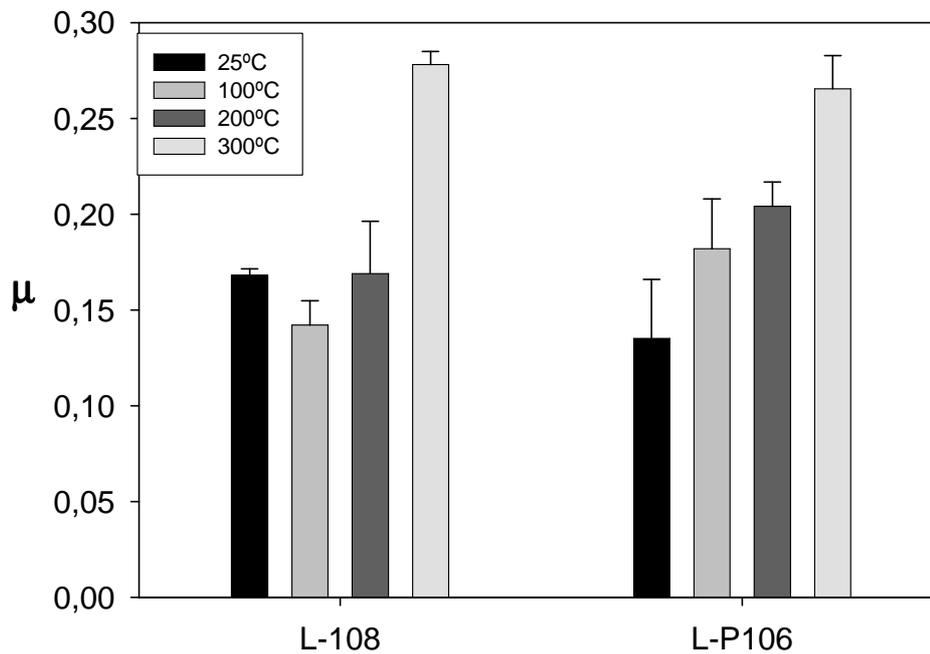


Figura 3.4. Coeficientes de fricción de los ensayos de lubricación con L-108 y L-P106 a 25°C, 100°C, 200°C y 300° C.

En la figura 3.5 comparamos los tres líquidos iónicos y se puede observar cómo a temperatura ambiente el coeficiente de fricción es mayor para el AM-100 y más bajo para el L-P106, obteniéndose un valor intermedio para el L-108.

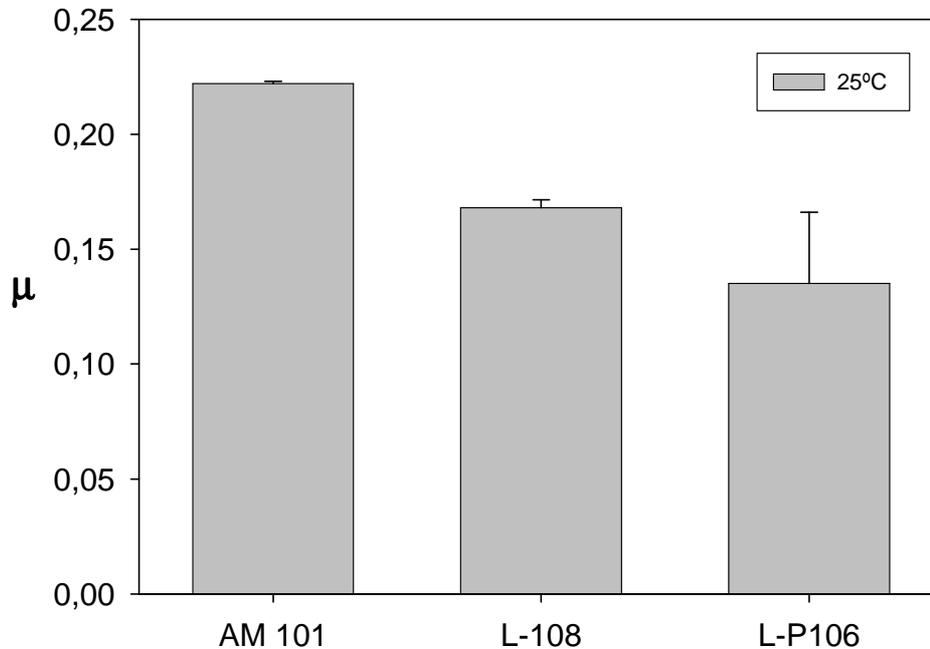


Figura 3.5. Coeficientes de fricción de los ensayos de lubricación a 25° C con AM-101, L-108 y L-P106.

2.2. Resultados de desgaste

En la tabla 3.2 se indican las tasas de desgaste obtenidas para cada ensayo. Las medidas tomadas son las que se han obtenido con la medición de la huella a través del software que acompaña al microscopio óptico descrito en el capítulo II. La figura 3.6 representa los resultados para el L-108 y el L-P106. Ambos líquidos iónicos presentan un valor alto de desgaste a 300° C. Para el AM-101 podemos ver cómo aumenta bastante a los 100° C y vuelve a disminuir a los 200° C.

Tabla 3.2. Tasas de desgaste de los ensayos de lubricación (mm³m⁻¹).

Tasa de desgaste (K) (mm ³ /m) (Desviación estándar en paréntesis)				
Carga = 2.45 N; Velocidad= 0.15 m/s; Distancia = 850 m				
AM 101			L 108	L-P 106
25°C	100°C	200°C	300° C	300° C
8,4302e-5 (6,2080e-6)	1,3081e-4 (9,6851e-6)	3,8265e-5 (5,7011e-7)	1,5071e-4 (2,1374e-5)	4,1857e-4 (2,4371e-5)

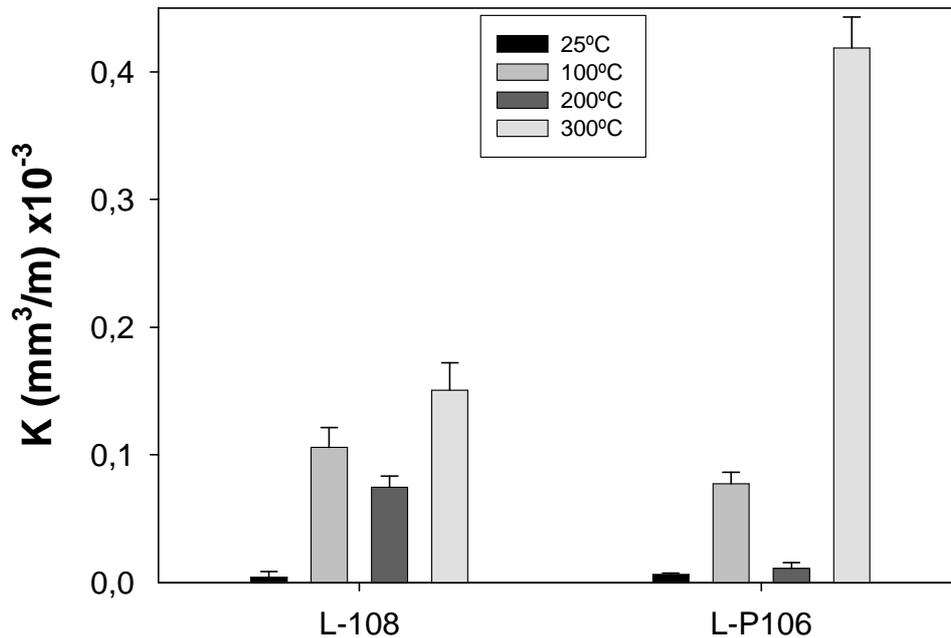


Figura 3.6. Tasas de desgaste de los ensayos de lubricación del L 108 y L-P 106 a 25° C, 100° C, 200° C y 300° C. En este proyecto solo se estudiará el ensayo a 300°C.

En la figura 3.6 podemos observar la evolución del desgaste para L-108 y L-P106. el comportamiento del L-108 puede considerarse bueno a todas las temperaturas de ensayo. Sin embargo, en el caso del L-P106, además de observarse el fallo del lubricante a 300° C, también destaca el buen comportamiento que tiene a 200° C, con una tasa de desgaste del mismo orden que la obtenida a temperatura ambiente. Observando esto podemos decir que a alta temperatura (300° C) tiene mejor comportamiento como lubricante el líquido iónico L-108 que el L-P106. Así, el uso de L-108 como lubricante supone una reducción en torno al 60 % en la tasa de desgaste respecto al L-P106 a 300°C. Sin embargo, a 200° C el uso de L-P106 supone una reducción del 80% de la tasa de desgaste respecto a la obtenida con el L-108.

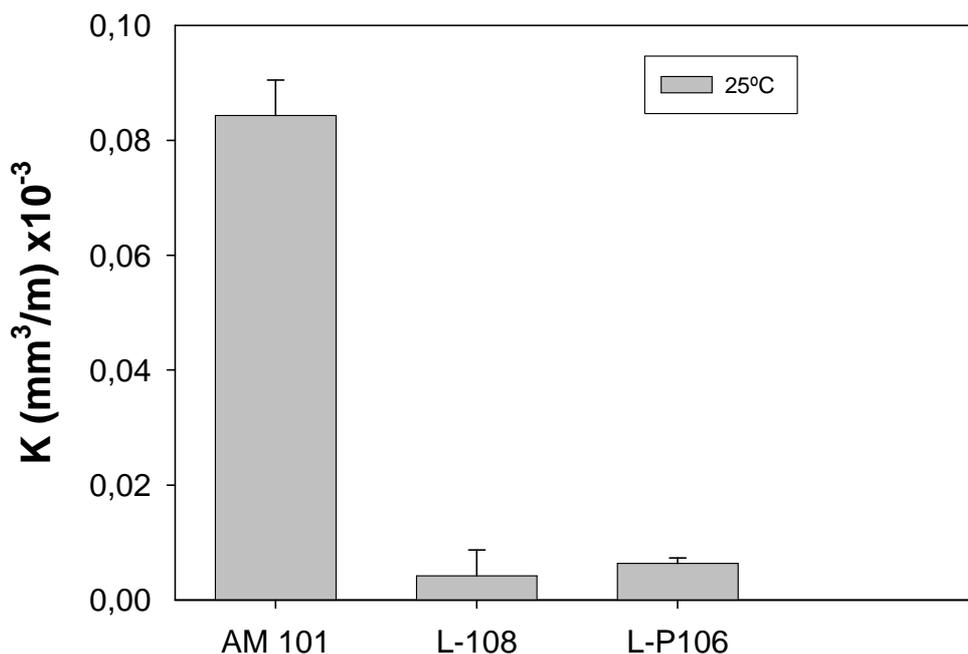


Figura 3.7. Comparativa de tasas de desgaste de los ensayos de lubricación a 25°C.

En la figura 3.7 se puede observar la tasa de desgaste a temperatura ambiente de los tres líquidos iónicos. Se puede observar que el líquido iónico AM-101 presenta una tasa de desgaste mucho mayor que el L-108 y el L-P106.

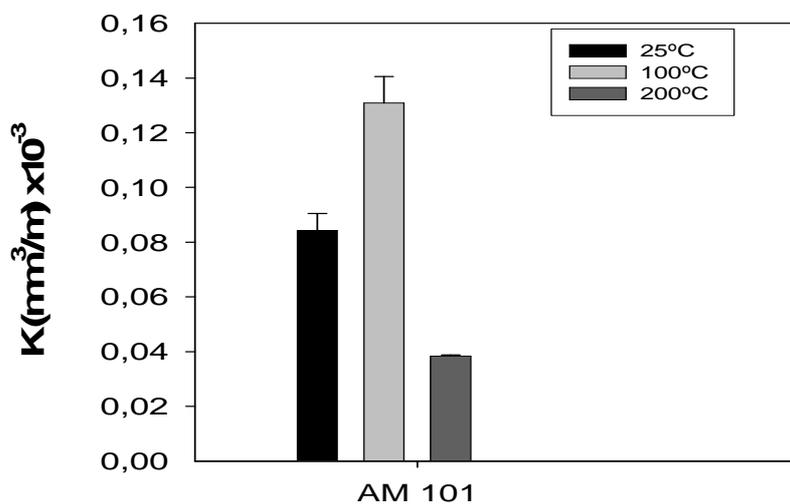


Figura 3.8. Comparativa de tasas de desgaste de los ensayos con el líquido iónico AM 101 a 25°C, 100°C y 200° C.

En la figura 3.8 se representa la tasa de desgaste del líquido iónico AM-101 a diferentes temperaturas. Podemos observar que la tasa de desgaste disminuye a 200° C, como ocurría en el caso de los líquidos derivados del imidazolio estudiados.

3. Mecanismo de desgaste e interacción superficial

3.1. Lubricación con líquido iónico AM 101 a 25°C.

En la figura 3.9 se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600, usando como lubricante el líquido iónico AM 101. El ensayo se realizó a 25°C.

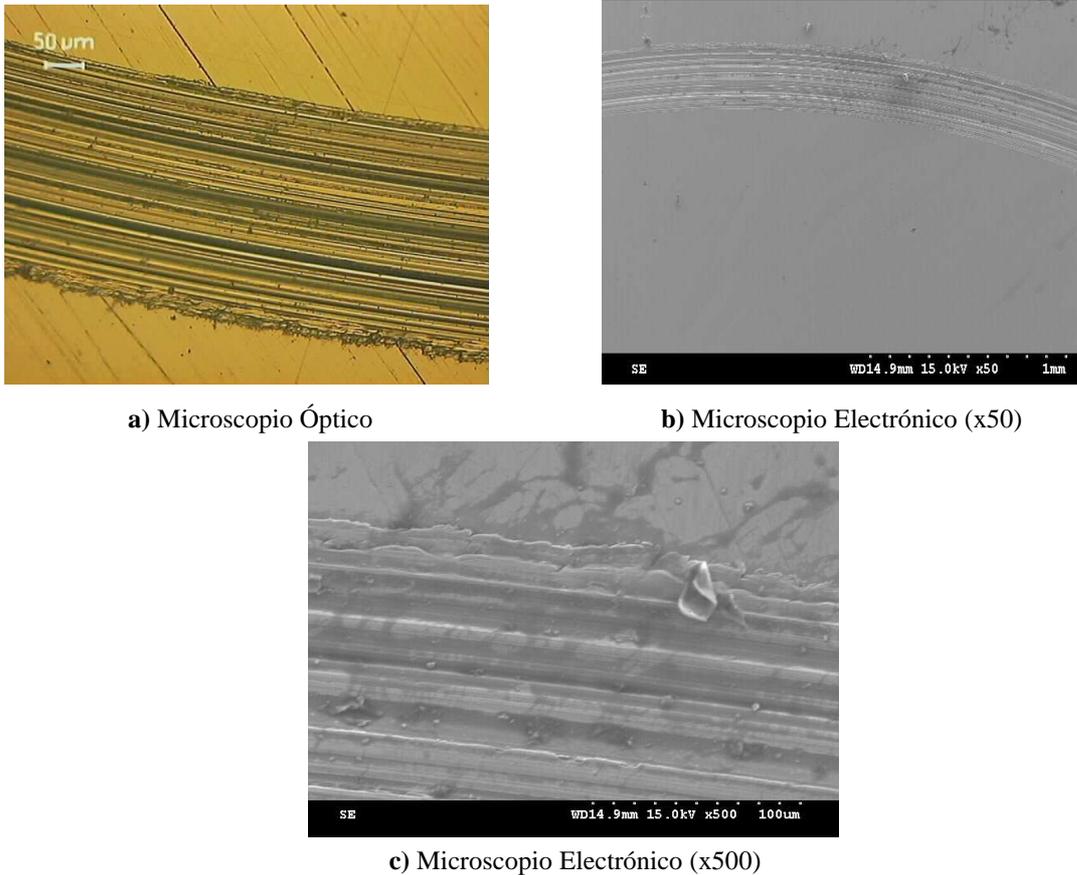


Figura 3.9. Micrografías de la huella de desgaste (AM101, 25°C)

Se puede observar que el mecanismo predominante de desgaste es el de abrasión con surcos paralelos en el interior de la huella, que se corresponden con los obtenidos en la superficie de la bola de acero, como se aprecia en las micrografías de la figura 3.10.

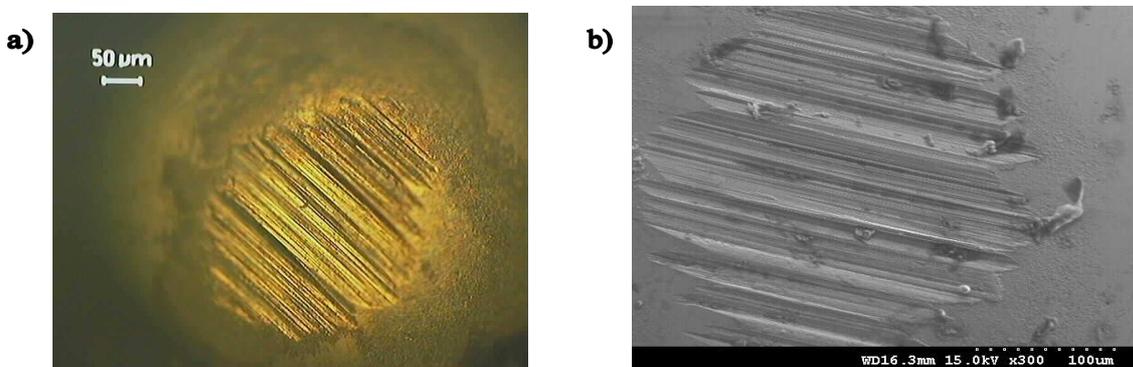


Figura 3.10. a) Micrografía óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (AM 101, 25°C).

Se aprecian así mismo signos de desgaste por adhesión, debido a que existen zonas donde se ha producido deformación plástica con acumulación de material en los bordes de las huellas y adhesión de partículas a la bola. Sin embargo, el mecanismo principal de desgaste es el abrasivo.

Se analizó la superficie de la huella tras la lubricación con AM-101 a 25° C, obteniendo el espectro EDS que nos da idea de los elementos que la compone. Se observa la presencia de Níquel, junto con Cromo y Hierro, elementos de la aleación Inconel 600 (figura 3.11).

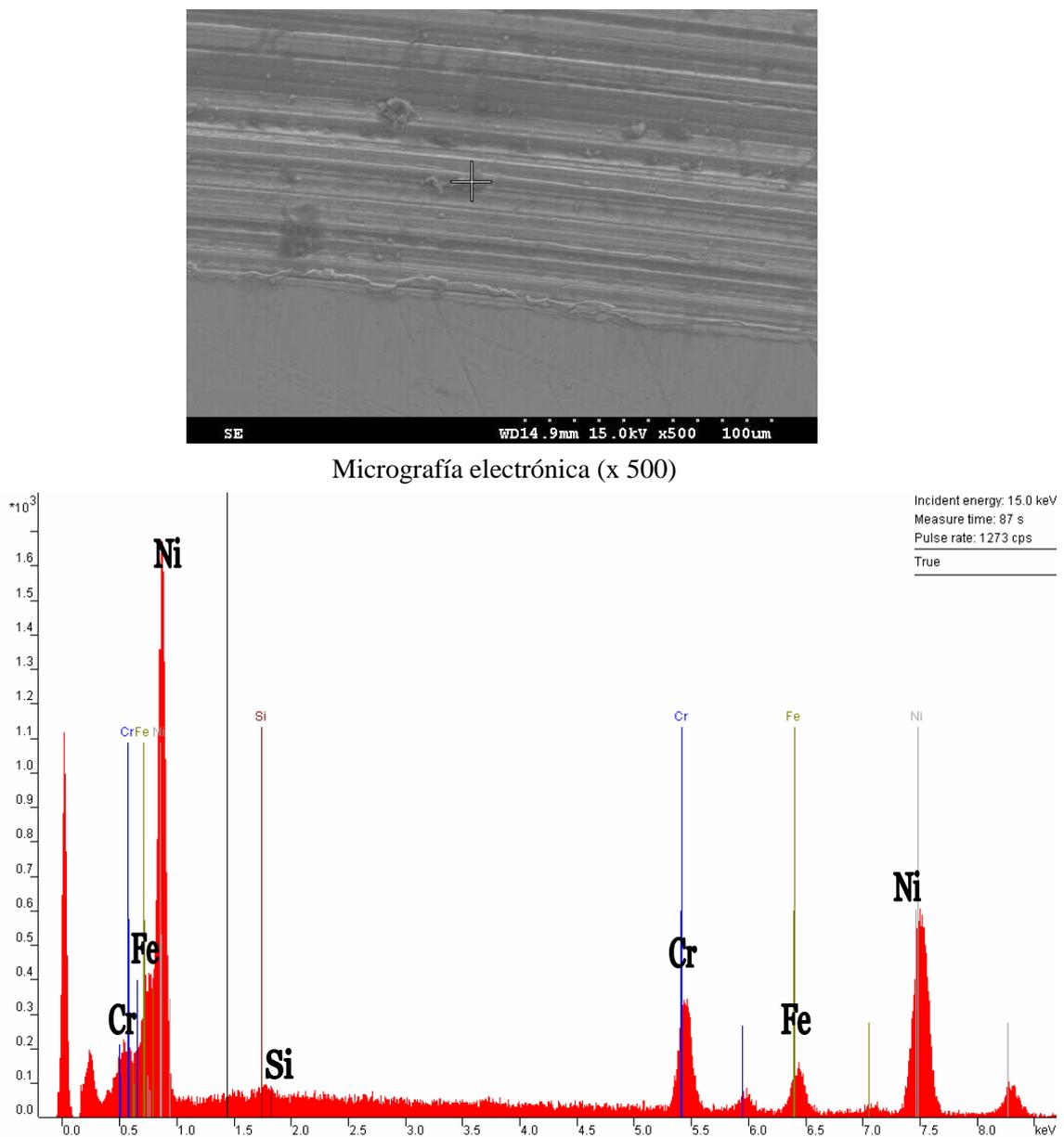
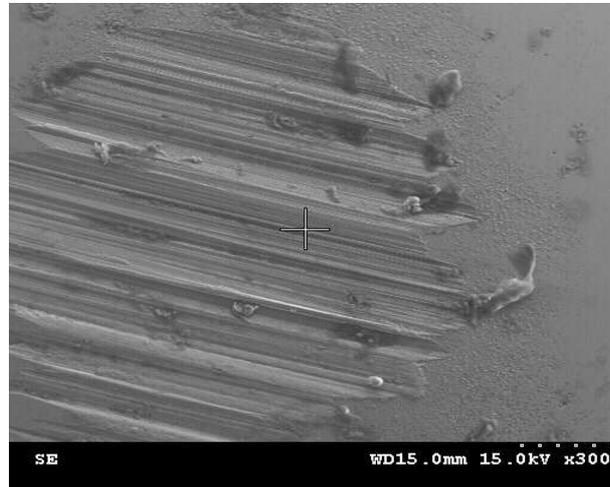


Figura 3.11. Espectro de la huella de desgaste en Inconel 600 (AM 101, 25°C).

También se analizó la huella de desgaste de la bola (figura 3.12):



Micrografía electrónica (x 300)

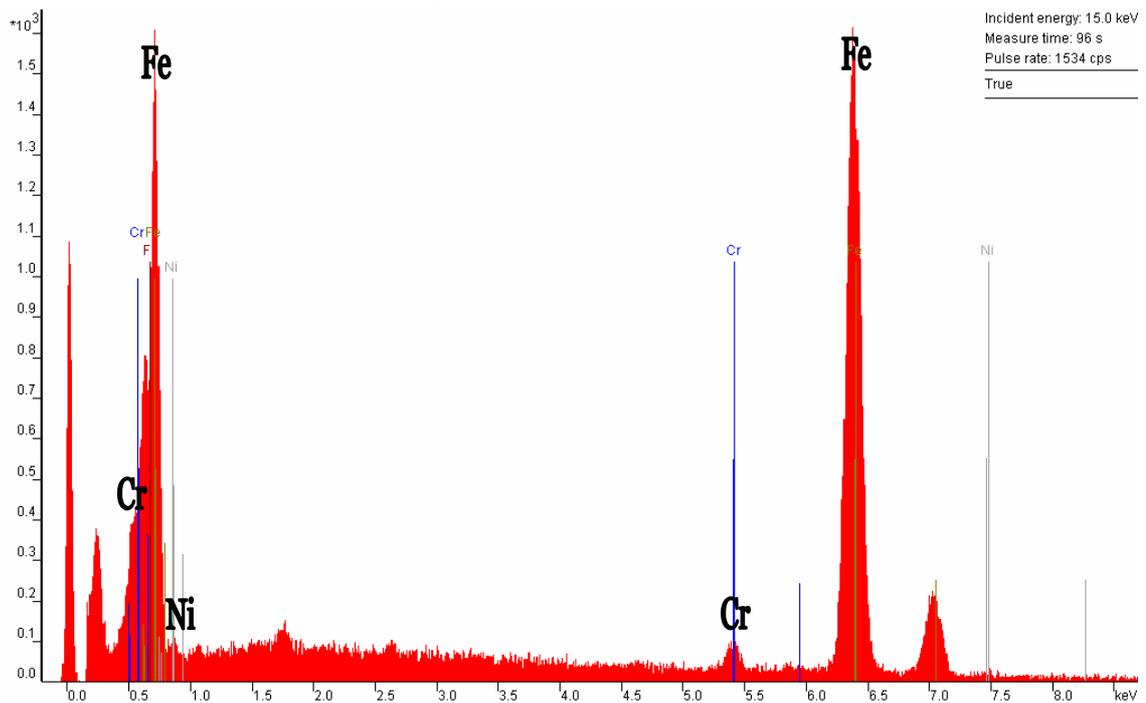


Figura 3.12. Espectro de la huella de desgaste en la bola de acero (AM 101, 25°C).

En el espectro EDS de la huella de la bola (figura 3.12) se puede observar la presencia de níquel, lo que indica una transferencia de material de la probeta de Inconel 600 a la bola de acero.

3.2. Lubricación con líquido iónico AM 101 a 100°C.

En la figura 3.8. se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600, usando como lubricante el líquido iónico AM 101. El ensayo se realizó a 100°C.

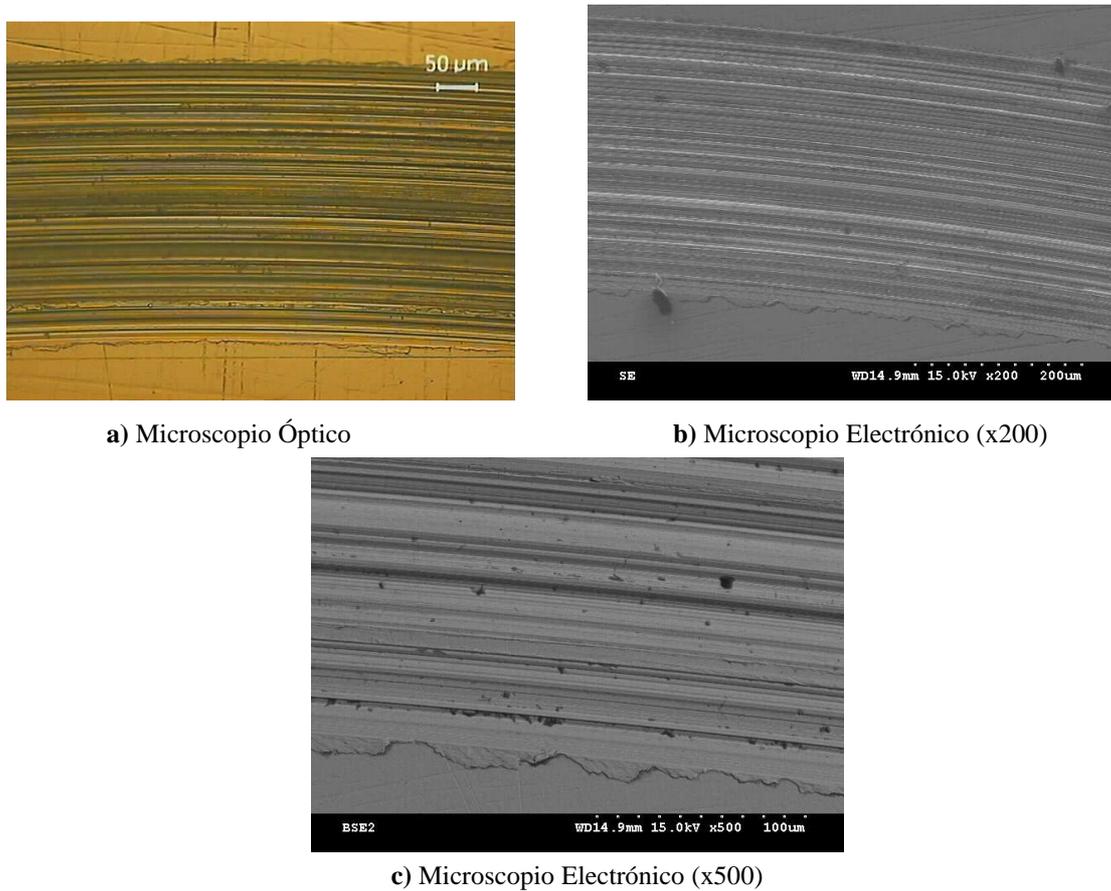


Figura 3.13. Micrografías de la huella de desgaste (AM101, 100°C)

Podemos observar también el desgaste de la bola de acero usada en el ensayo:

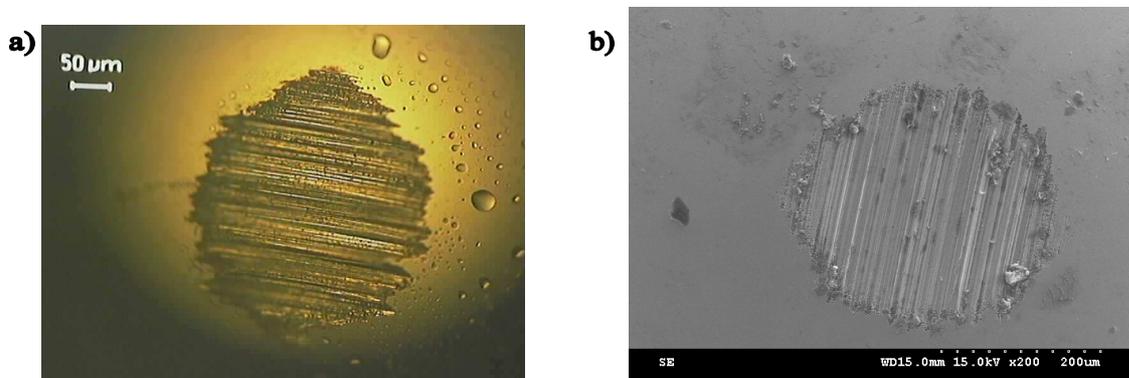


Figura 3.14. a) Micrografía óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (AM 101, 100°C).

En las figuras anteriores se aprecian signos de desgaste por adhesión, y zonas donde se ha producido una severa deformación plástica en los bordes de las huellas. Sin embargo, el mecanismo principal de desgaste es el abrasivo, como ocurría a 25° C, y como ponen de manifiesto los surcos paralelos, tanto en el interior de las huellas sobre el Inconel como en la bola de acero.

La obtención del espectro EDS de la huella nos da idea de los elementos que la componen. Se observa la presencia de Níquel, junto con Cromo y Hierro, elementos de la aleación del Inconel 600 (figura 3.15). Tanto el mecanismo de desgaste como la composición son similares a los que tienen lugar a temperatura ambiente (ver figura 3.11)

Espectro EDS de la huella:

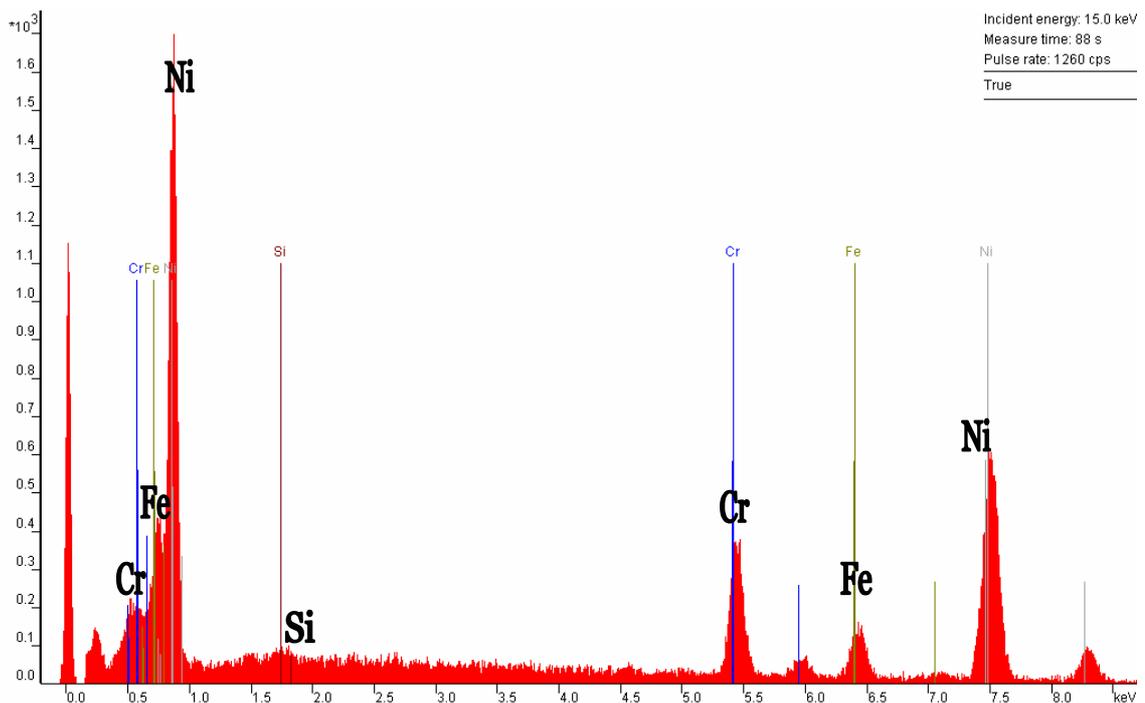
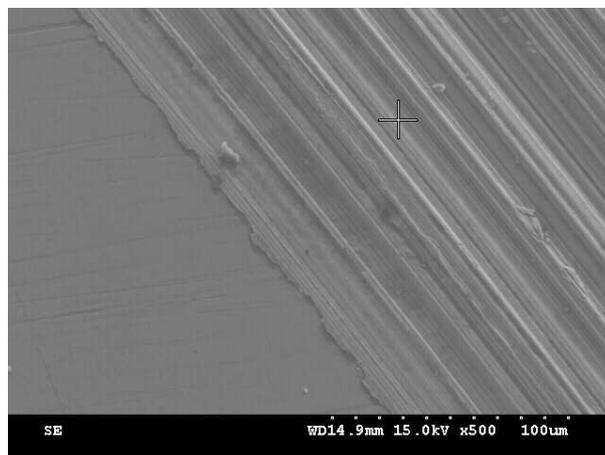


Figura 3.15. Espectro de la huella de desgaste en Inconel 600 (AM 101, 100°C).

También se analizó la huella de desgaste de la bola de acero utilizada en el ensayo:

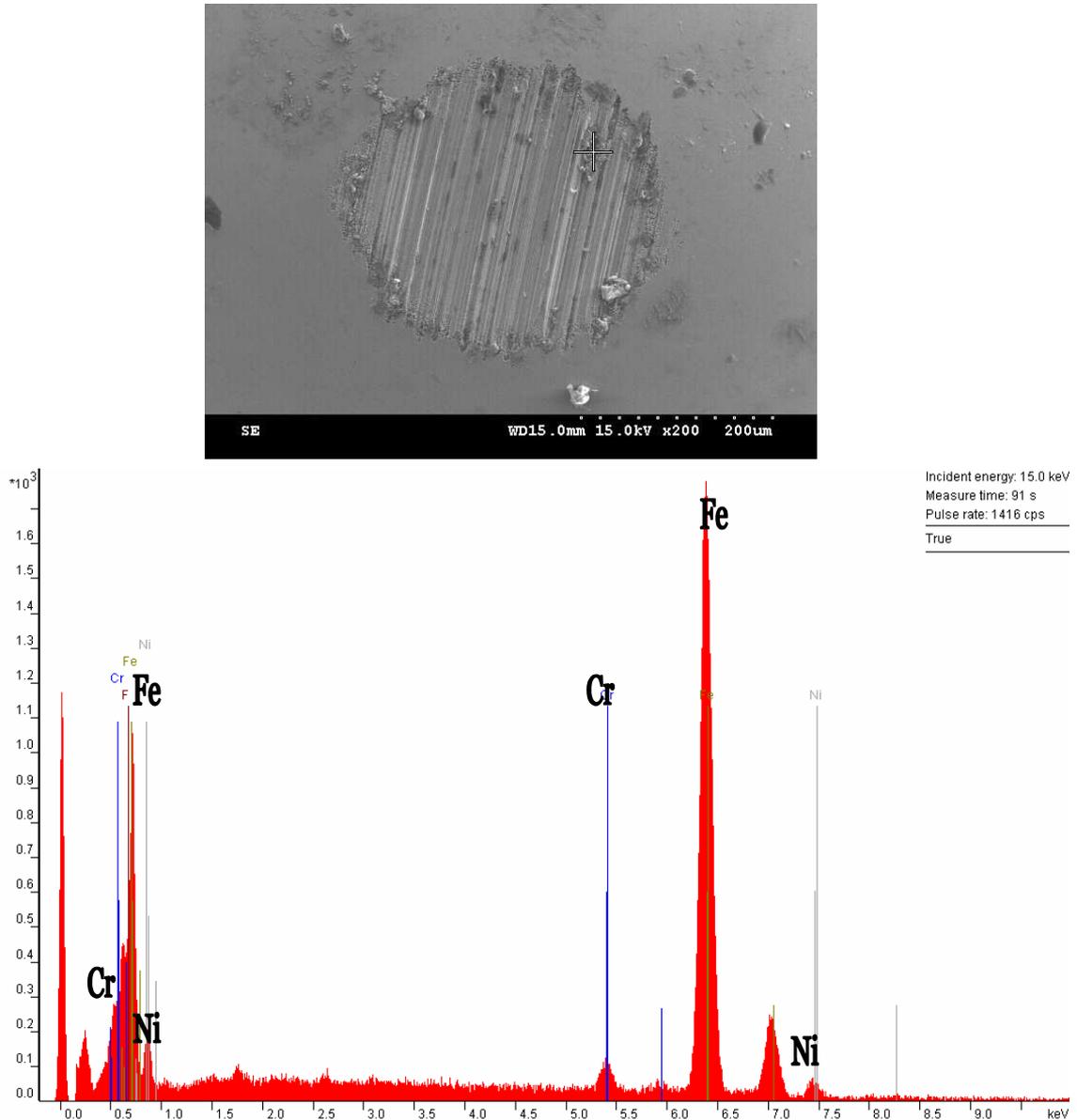
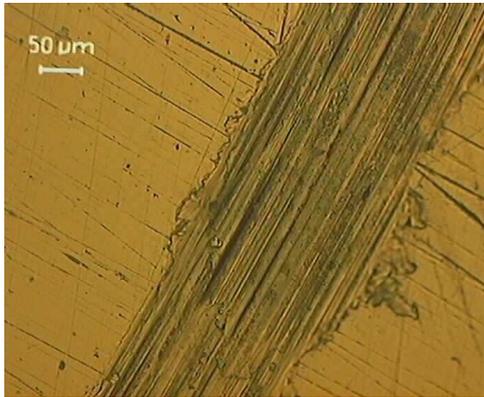


Figura 3.16. Espectro de la huella de desgaste en la bola de acero (AM 101, 100°C).

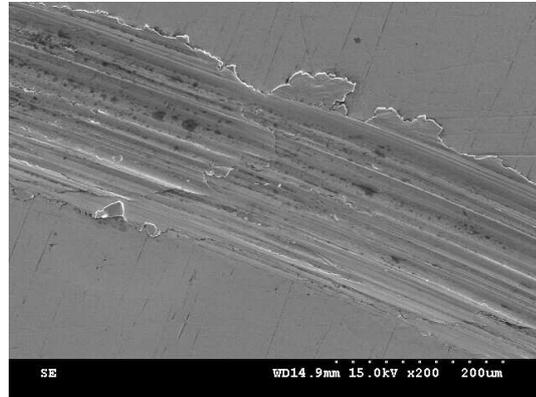
En la figura 3.16 se muestra el espectro EDS de la huella de desgaste en la bola de acero pudiéndose ver un pico de níquel, lo que nos dice que ha habido algo de transferencia de material del Inconel a la bola, y un pico muy intenso de hierro como corresponde a la composición de la bola de acero AISI 52100. De nuevo, los mecanismos principales y la composición son semejantes a los observados a temperatura ambiente (figura 3.12).

3.3. Lubricación con líquido iónico AM 101 a 200°C.

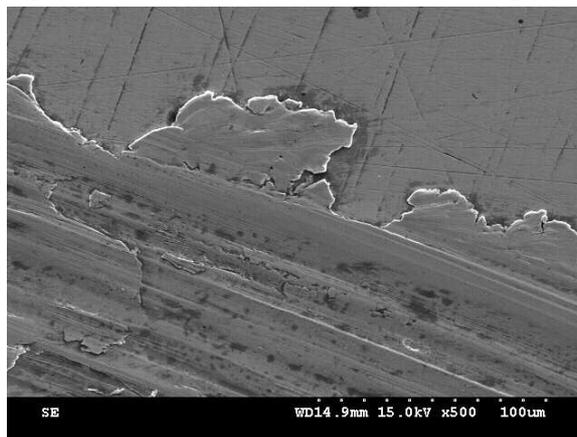
En la figura 3.17 se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600, usando como lubricante el líquido iónico AM 101. El ensayo se realizó a 200°C.



a) Microscopio Óptico



b) Microscopio Electrónico (x200)



c) Microscopio Electrónico (x500)

Figura 3.17. Micrografías de la huella de desgaste (AM101, 200°C)

Podemos observar también el desgaste de la bola de acero usada en el ensayo:

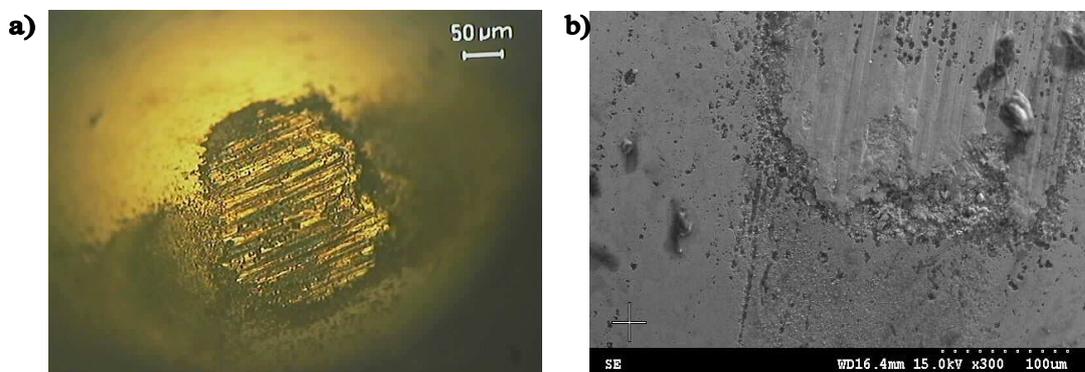


Figura 3.18. a) Micrografía óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (AM 101,200°C).

Como se puede apreciar en la figura 3.17, vemos claramente una severa deformación plástica en los bordes de las huellas lo que nos indica que hay principalmente desgaste por adhesión. También hay algo de desgaste por abrasión, como ponen de manifiesto los surcos paralelos, tanto en el interior de las huellas sobre el Inconel como en la bola de acero (figura 3.18). Por tanto, la principal diferencia en el mecanismo de desgaste es el incremento de la deformación plástica a 200 °C, con respecto a 25 °C y a 100° C.

El análisis llevado a cabo de la superficie de la huella tras la lubricación con el AM-101 a 200° C, nos dió el espectro EDS que nos da idea de los elementos que la componen. Se observa la presencia de Níquel, junto con Cromo y Hierro, elementos de la aleación Inconel 600 (figura 3.19), sin que exista presencia de óxidos.

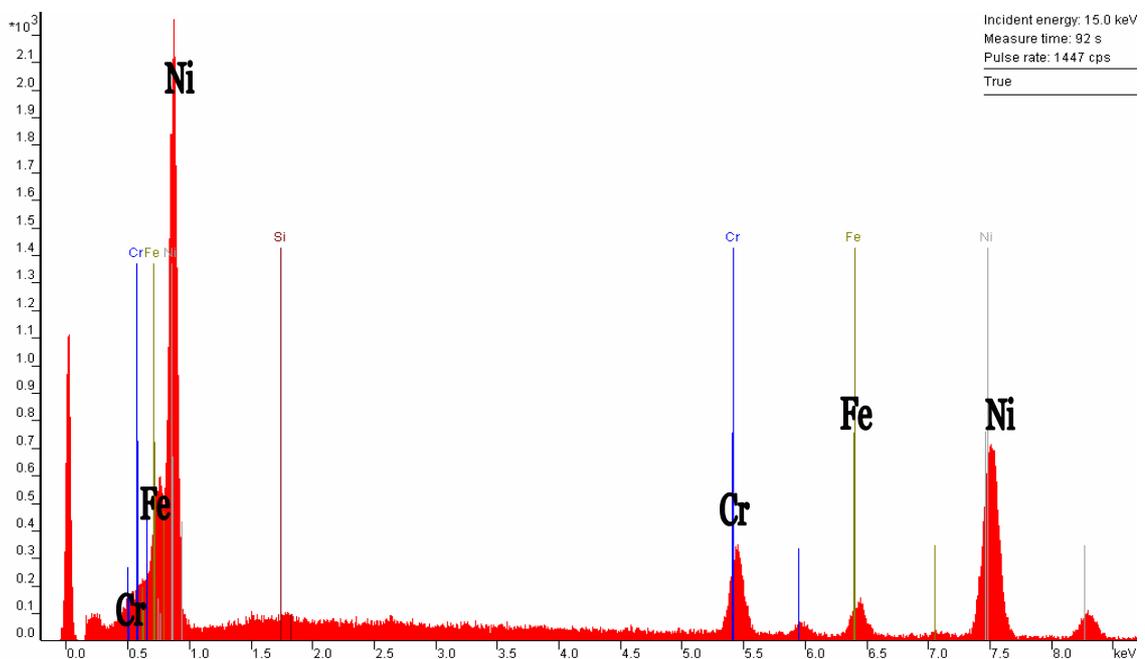
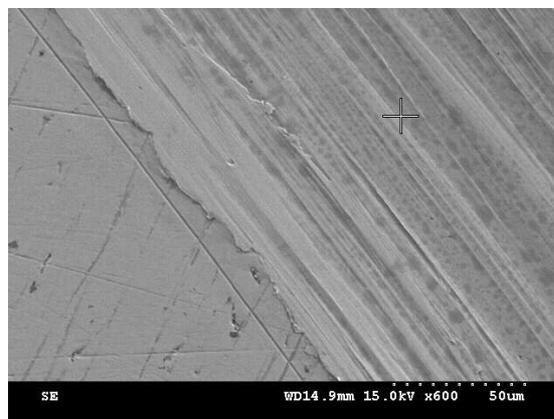


Figura 3.19. Espectro de la huella de desgaste en Inconel 600 (AM 101, 200°C).

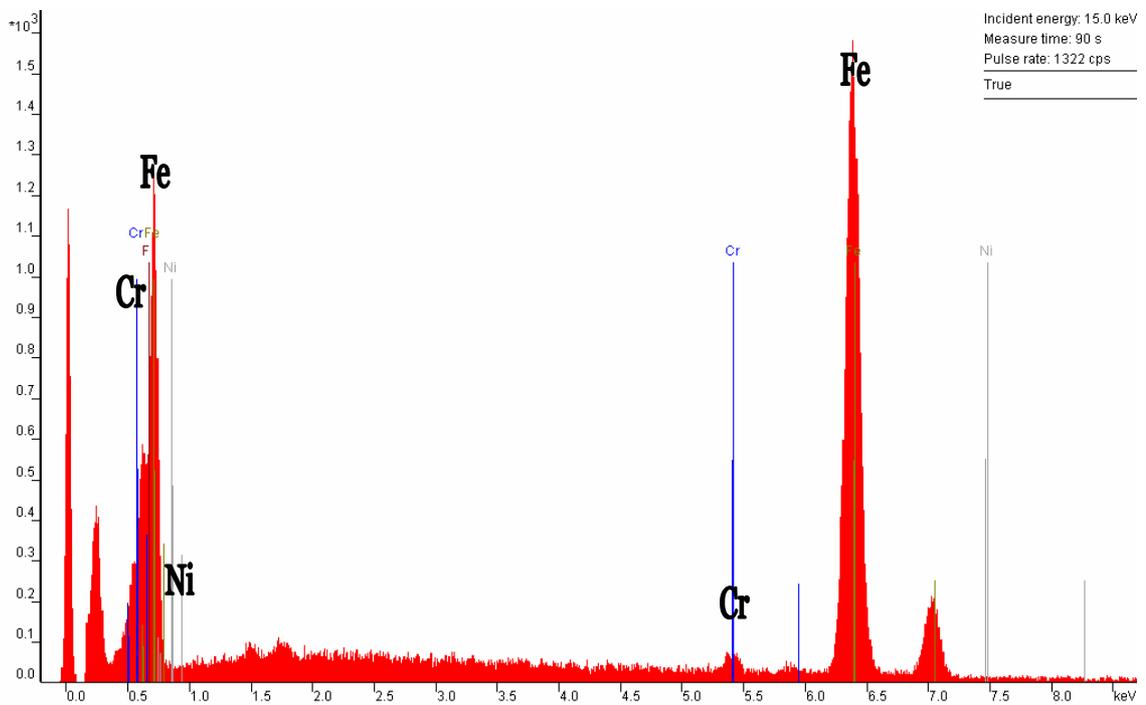
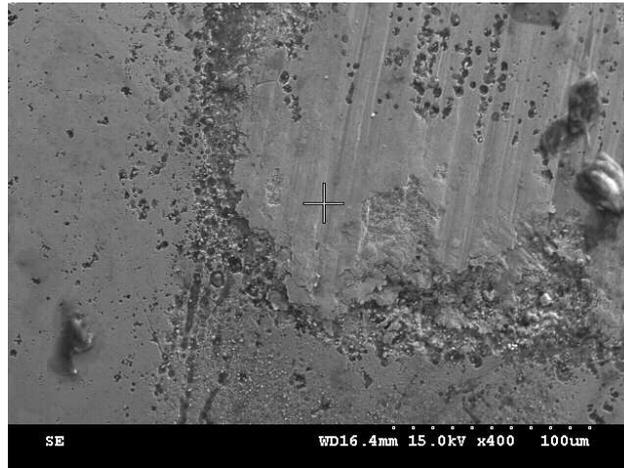
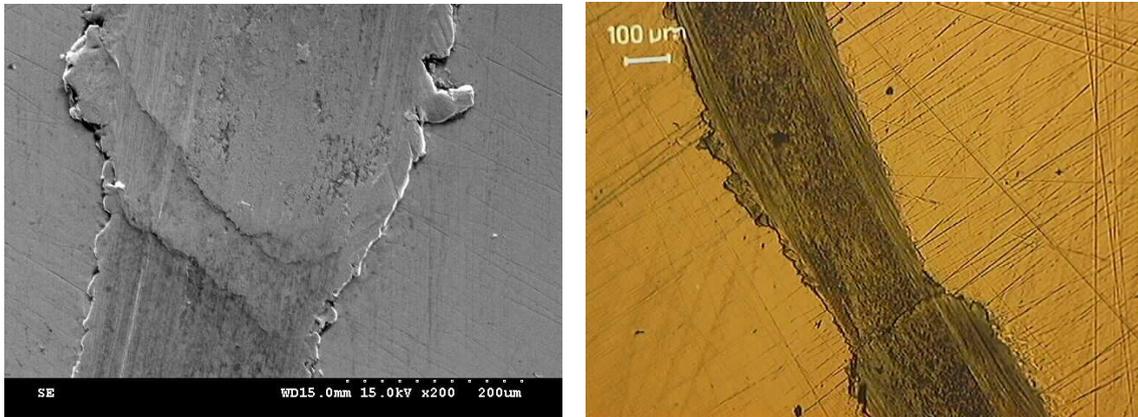


Figura 3.20. Espectro de la huella de desgaste en la bola de acero (AM 101, 200°C).

En la figura 3.20 se muestra el espectro EDS de la huella de desgaste en la bola de acero pudiéndose ver algunos picos de cromo, níquel y hierro.

3.4. Lubricación con líquido iónico L 108 a 300°C.

En la figura 3.21 se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600, usando como lubricante el líquido iónico L 108. El ensayo se realizó a 300°C.



a) Microscopio Electrónico

b) Microscopio Óptico

Figura 3.21. Micrografías de la huella de desgaste (L 108, 300°C)

Podemos observar también el desgaste de la bola de acero usada en el ensayo:

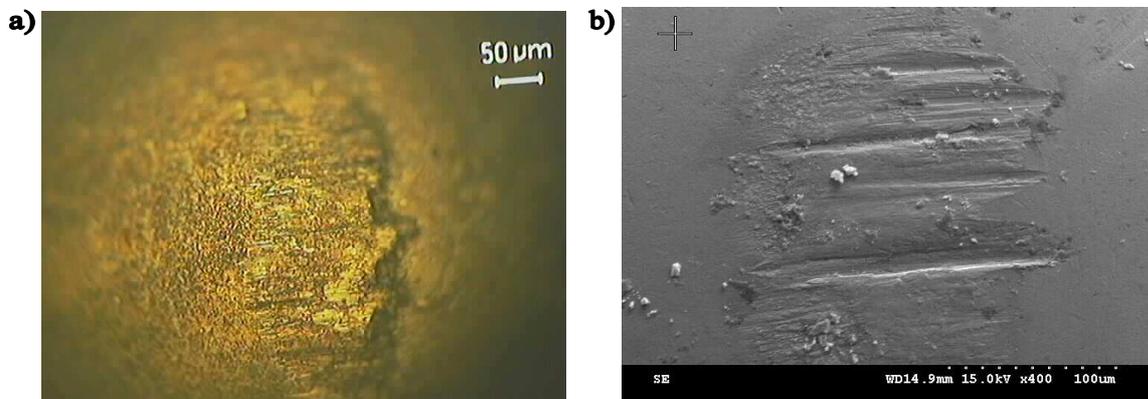


Figura 3.22. Micrografía a) óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (L 108, 300°C).

En la figura 3.21 se observa la huella en la probeta de Inconel 600, viéndose claramente que se produce un desgaste por adhesión debido a la existencia de una severa deformación plástica tanto en la huella como en los bordes.

Respecto al desgaste de la bola de acero, representado en la figura 3.22, tenemos que destacar la existencia de dicho mecanismo de desgaste por adhesión, ya que como se ve no existen apenas surcos paralelos en la huella, sino una deformación plástica importante.

La obtención del espectro EDS de la superficie de la huella tras la lubricación con el L 108 a 300° C, nos da idea de los elementos que la componen. Se observa la presencia de Níquel, junto con Cromo y Hierro, elementos de la aleación Inconel 600 (figura 3.23). También aparecen trazas de flúor procedente del líquido iónico.

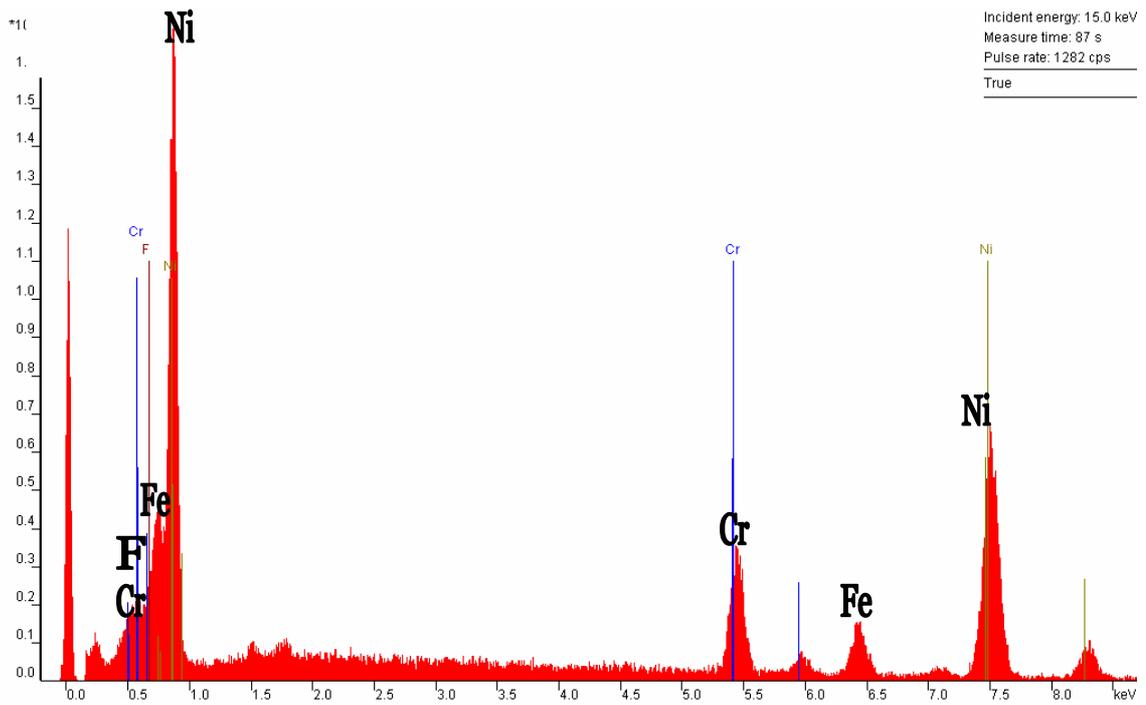
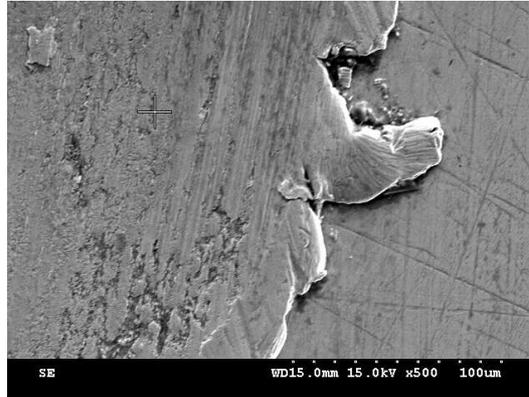


Figura 3.23. Espectro de la huella de desgaste en Inconel 600 (L 108, 300°C).

Espectro EDS de la bola:

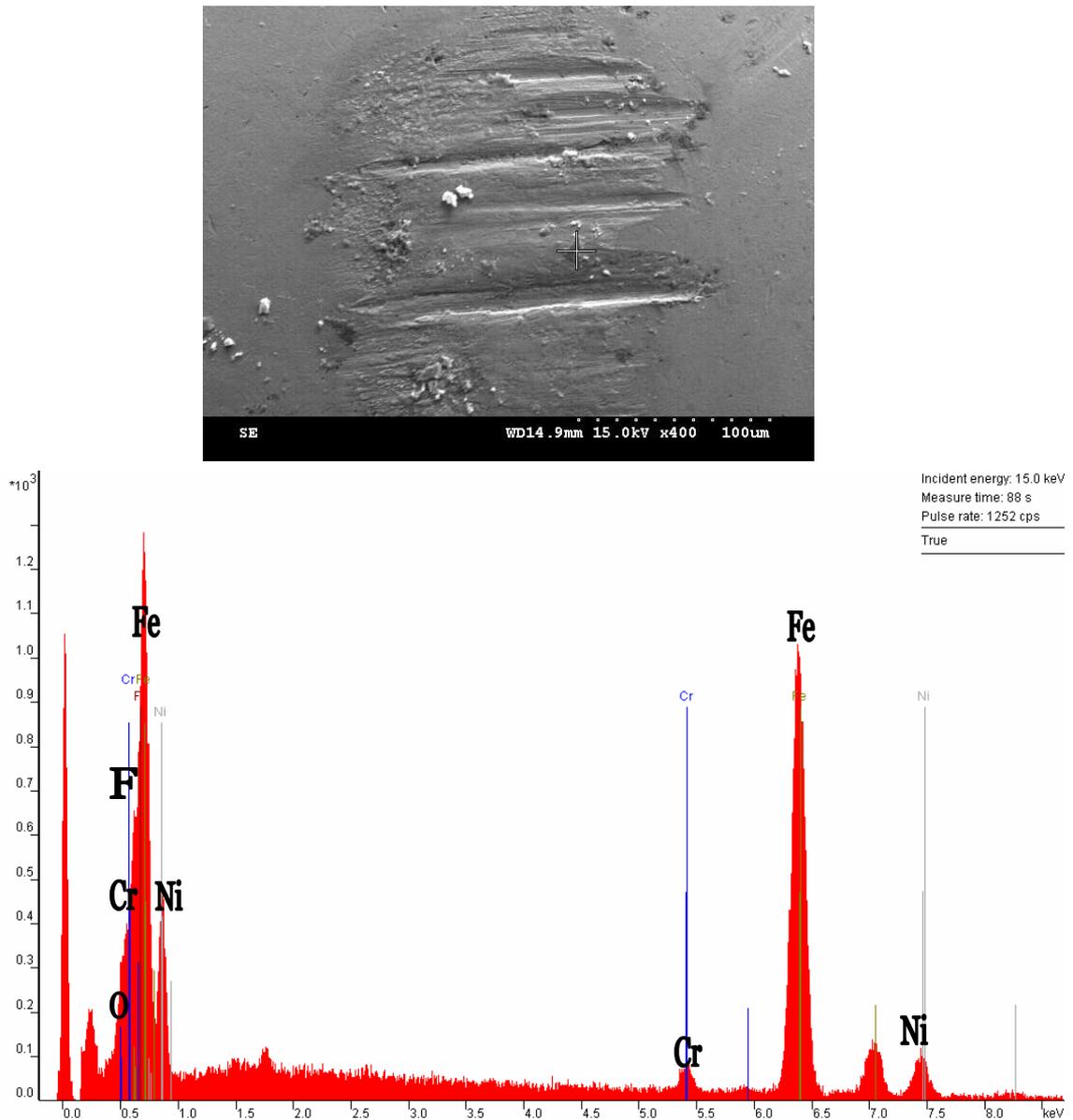
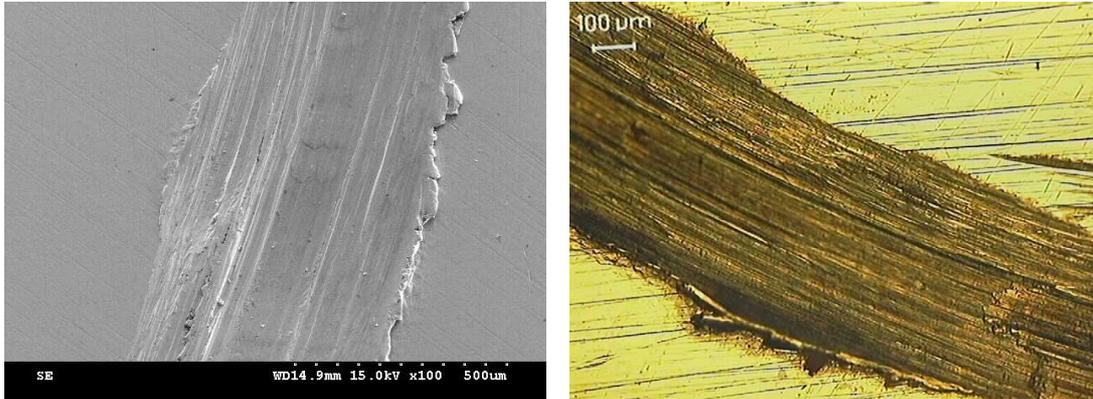


Figura 3.24. Espectro de la huella de desgaste en la bola de acero (L 108, 300°C).

En la figura 3.24 se muestra el espectro EDS de la huella de desgaste en la bola de acero pudiéndose ver algunos picos de cromo, níquel y hierro. La existencia de níquel deja clara la transferencia de material del Inconel 600 a la bola durante el proceso de desgaste. Finalmente, cabe destacar el pico de oxígeno obtenido y el pico de flúor, el cual se debe a la presencia del mismo en la composición del líquido iónico L-108.

3.5. Lubricación con líquido iónico L-P106 a 300°C.

En la figura 3.25 se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600, usando como lubricante el líquido iónico L-P106. El ensayo se realizó a 300°C.

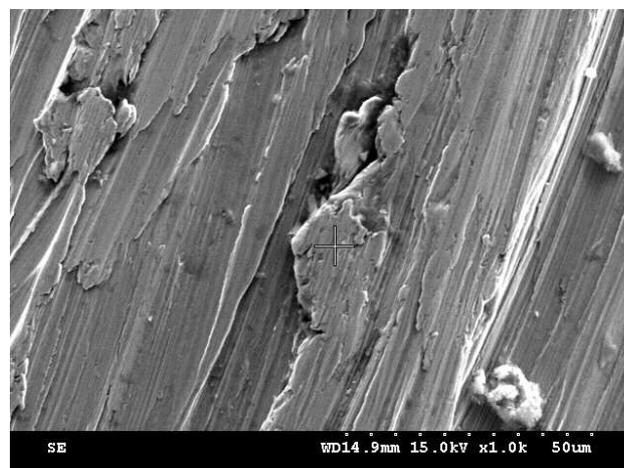


a) Microscopio Electrónico

b) Microscopio Óptico

Figura 3.25. Micrografías de la huella de desgaste (L-P106, 300°C)

En la micrografía SEM de la figura 3.27 a 1000 aumentos, se puede observar el mecanismo de fractura por propagación de grietas y arranque de material en el interior de la huella. La obtención del espectro EDS de la superficie de la huella tras la lubricación con el L-P106 a 300° C, nos da idea de los elementos que la compone. Se observa la presencia de Níquel, junto con Cromo y Hierro, elementos de la aleación del Inconel 600 (figura 3.27). También se observan picos de oxígeno y de flúor, este último se debe a la existencia del mismo en la composición del líquido iónico.



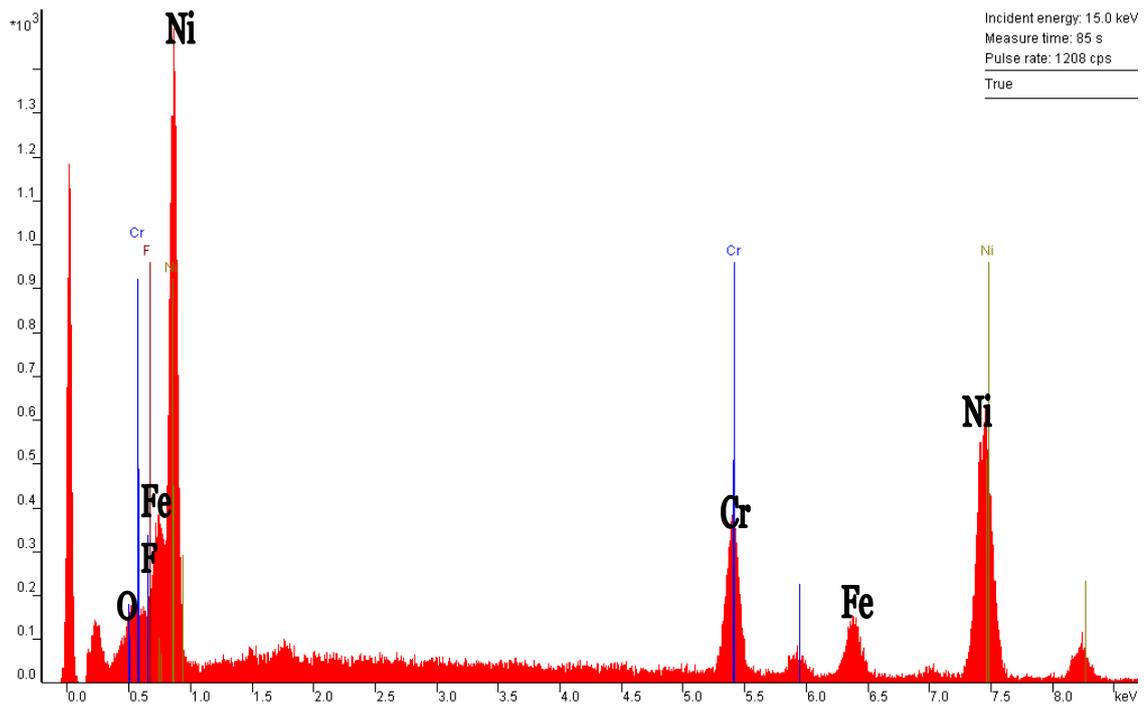


Figura 3.26. Espectro de la huella de desgaste en Inconel 600 (L-P 106, 300°C).

Podemos observar también el desgaste de la bola de acero usada en el ensayo:

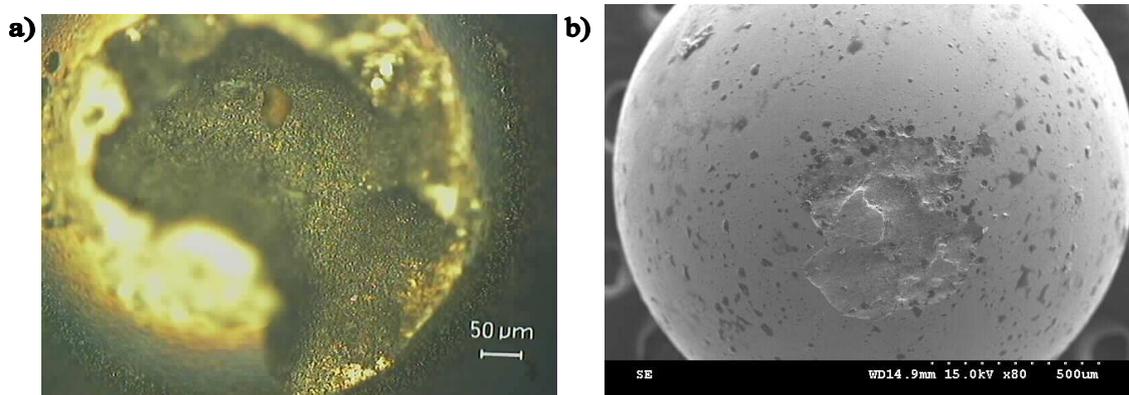


Figura 3.27. Micrografía a) óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (L-P 106, 300°C).

Viendo la figura 3.25 se observa la huella en la probeta de Inconel 600, donde claramente podemos decir que se produce un desgaste por adhesión debido a la existencia de una severa deformación plástica tanto en la huella como en los bordes. También se observan surcos en la dirección paralela al deslizamiento, los cuales son signos claros de abrasión del material. Así se puede afirmar que la eficacia del lubricante L-P 106 a 300° C es baja debido a que el material se desgasta mucho produciéndose incluso pérdida del mismo.

Respecto al desgaste de la bola de acero, representado en la figura 3.26 tenemos que destacar la corrosión que se ha producido en la misma con pérdida de material bastante importante e interacción con la probeta de Inconel.

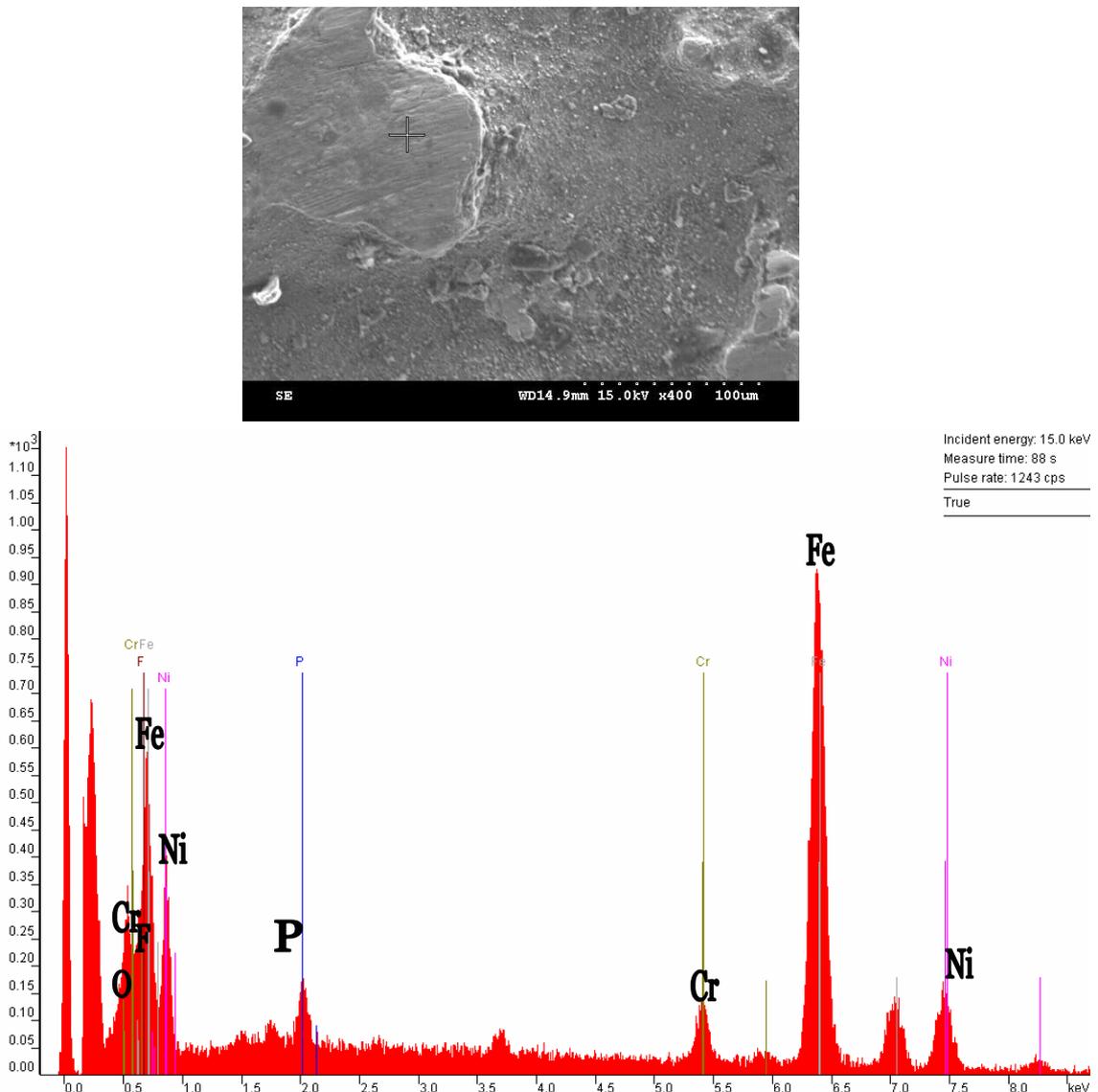


Figura 3.28. Espectro de la huella de desgaste en la bola de acero (L-P 106, 300°C).

La micrografía de la superficie de la bola (figura 3.28) muestra una gruesa capa de material adherido a la bola de acero. En la figura 3.28 se muestra el espectro EDS de la huella de desgaste en la bola de acero pudiéndose ver algunos picos de cromo, níquel y hierro. La existencia de níquel deja clara la transferencia de material del Inconel 600 a la bola durante el proceso de desgaste. Finalmente, el pico de oxígeno y el pico de flúor, se deben a la presencia de óxidos y fluoruros procedentes del anión del líquido iónico.

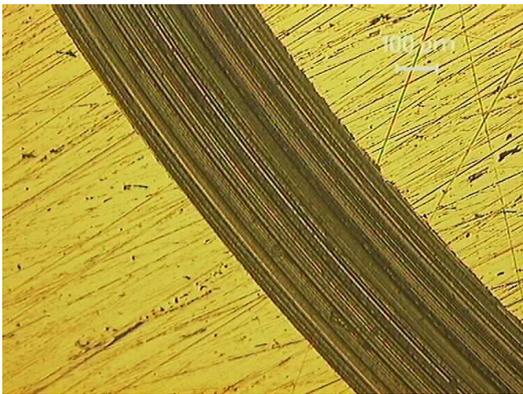
En las micrografías electrónicas de la superficie de la bola (figuras 3.27 y 3.28) se observan cráteres que podrían deberse al ataque corrosivo del líquido iónico a la bola de acero.

3.6. Ensayos de larga duración con Inconel 600.

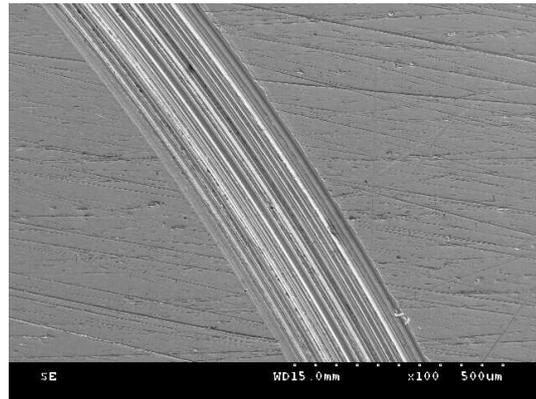
Los ensayos de larga duración (1700m) se han realizado con el fin de obtener más partículas de desgaste que permitan al analizarlas obtener más información sobre el comportamiento de los líquidos iónicos.

3.6.1. Ensayos con lubricante AM-101 a 100°C.

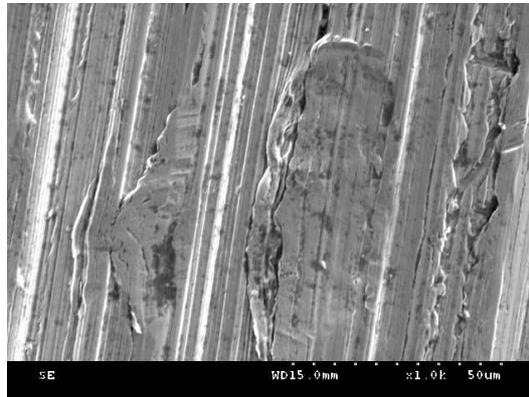
En la figura 3.29 se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600 en el ensayo de larga duración, usando como lubricante el líquido iónico AM 101. El ensayo se realizó a 100°C.



a) Microscopio Óptico



b) Microscopio Electrónico (x100)



c) Microscopio Electrónico (x1000)

Figura 3.29. Micrografías de la huella de desgaste en ensayo de larga duración (AM101, 100°C)

Podemos observar también el desgaste de la bola de acero usada en el ensayo de larga duración:

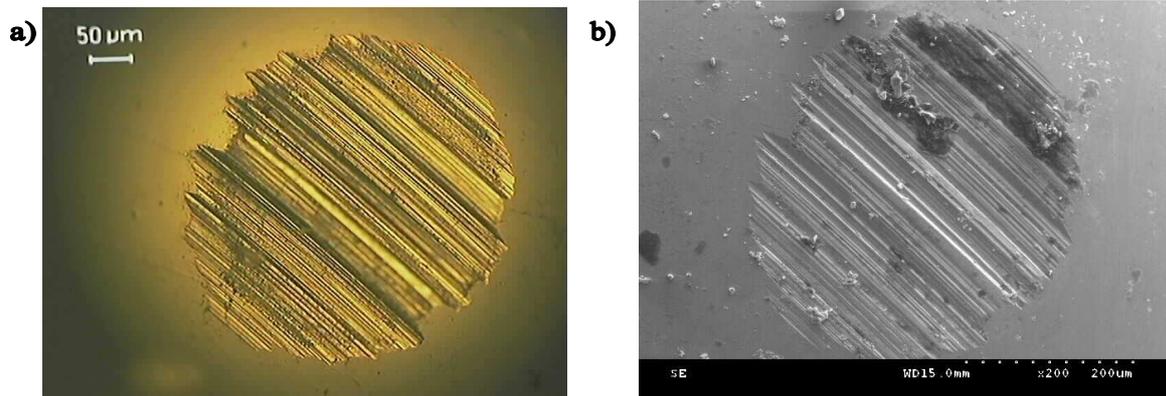


Figura 3.30. Micrografía a) óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (AM101, 100°C).

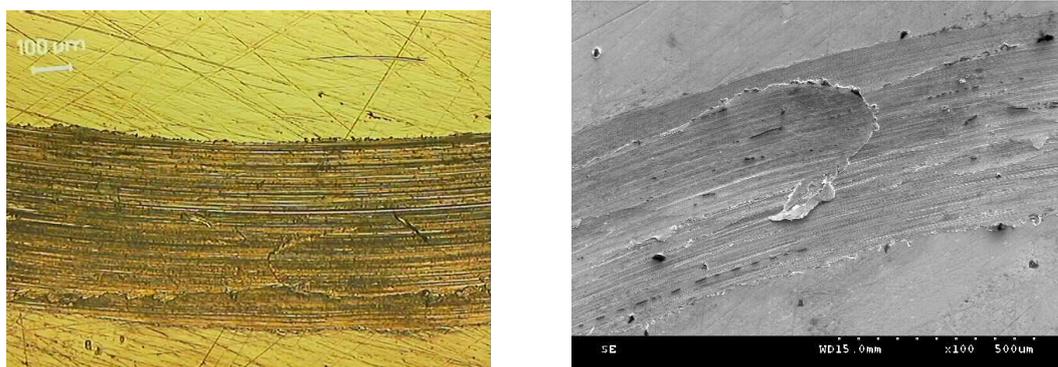
Tasa de desgaste (K) (mm ³ /m)	
Carga = 2.45 N; Velocidad= 0.15 m/s; Distancia = 1700 m	
AM 101 (100° C)	1,51675 E-04

El coeficiente de fricción medio es 0,245.

La tasa de desgaste es mayor en estos ensayos de larga duración que en los ensayos normales (850m), cumpliéndose así lo que demuestra la ecuación de Archard que dice que el desgaste es proporcional a la distancia de deslizamiento.

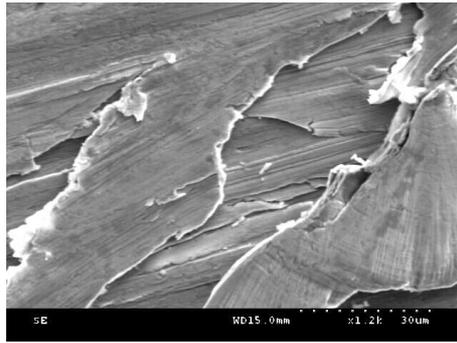
3.6.2. Ensayos con lubricante L-108 a 300°C.

En la figura 3.31 se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600 en el ensayo de larga duración, usando como lubricante el líquido iónico L-108. El ensayo se realizó a 300°C.



a) Microscopio Óptico

b) Microscopio Electrónico



c) Microscopio Electrónico

Figura 3.31. Micrografías de la huella de desgaste en ensayo de larga duración (L-108, 300°C)

Podemos observar también el desgaste de la bola de acero usada en el ensayo de larga duración:

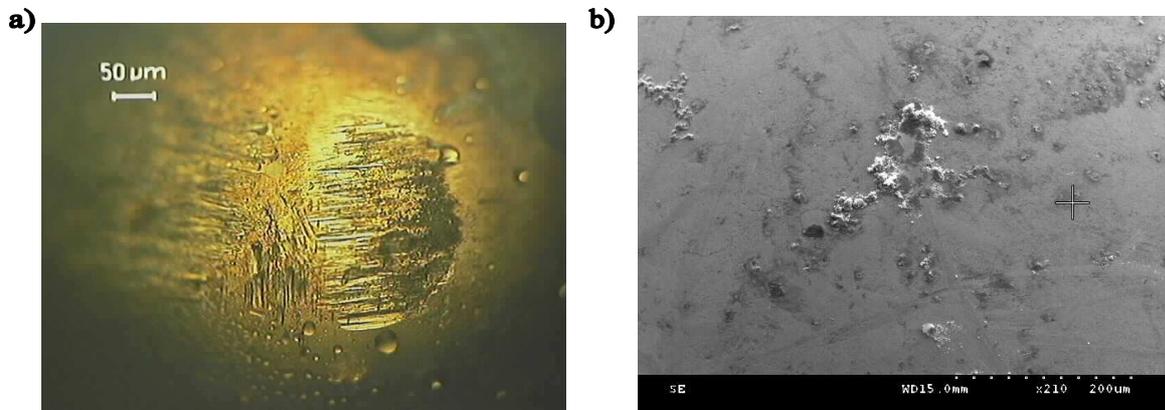


Figura 3.30. Micrografía a) óptica y b) electrónica de la huella de desgaste de la bola de acero (L-108, 300°C).

Tasa de desgaste (K) (mm ³ /m)	
Carga = 2.45 N; Velocidad= 0.15 m/s; Distancia = 1700 m	
L-108 (300° C)	2,9535E- 04

El coeficiente de fricción medio es 0,284.

La tasa de desgaste en este caso no tiene una evolución lineal, pudiendo deberse a la influencia de reacciones de tribocorrosión entre el líquido iónico y la probeta de Inconel.

CAPÍTULO IV

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES:

1. Se han comparado tres líquidos iónicos como lubricantes del contacto Inconel 600-acero AISI 52100 en función de la temperatura. Dos derivados del imidazolio y uno derivado del amonio.
2. Los derivados de imidazolio presentan mejores prestaciones que el derivado de amonio a 25 °C, ya que dan lugar a menores valores de fricción y tasas de desgaste mas bajas.
3. Los coeficientes de fricción obtenidos están comprendidos entre 0,22 y 0,28 en todos los casos. Mientras que el líquido iónico con anión de hexafluorofosfato presenta un incremento de la fricción con la temperatura, el líquido iónico con anión de tetrafluoroborato presenta valores similares entre 25 y 200 °C, para sufrir un importante incremento a 300 °C.
4. El derivado de hexafluorofosfato es el que da lugar a tasas de desgaste mas bajas entre 25 y 200 °C, pero falla a 300° C frente al tetrafluoroborato. Este comportamiento se atribuye a que hasta 200° C, la polaridad de las moléculas del liquido iónico hexafluorofosfato da lugar a la formación de películas lubricantes efectivas que se mantienen estables en dicho intervalo de temperaturas. A 300 ° C, la película de hexafluorofosfato es expulsada del contacto, mientras que la de tetrafluoroborato aun es capaz de separar los materiales en deslizamiento. El derivado de amonio no ha podido ser ensayado a 300°C, dado que esta temperatura esta por encima de su temperatura de degradación.
5. Hasta los 100 °C, el mecanismo de desgaste que predomina es el abrasivo, mientras que por encima de dicha temperatura predomina el desgaste adhesivo con deformación plástica severa. A 300 °C, los líquidos iónicos que contienen flúor dan lugar a una interacción triboquímica con formación de fluoruros metálicos. Este ataque triboquímico sería más severo en el caso del hexafluorofosfato, lo que explicaría su fallo a 300 °C.
6. Los ensayos de larga duración realizados con una distancia de deslizamiento de 1700 metros han dado unos resultados en los que se observa un aumento del desgaste con respecto a la distancia normal de 850 metros para el L108.

Bibliografía

1. Ana Eva Jiménez Ballesta, *“Fluidos Iónicos en Lubricación de Contactos Aluminio-Acero”*. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Cartagena, 2007.
2. S. Lamb (Ed.), *“Stainless and Nickel Alloys”*. Casti, Edmonton, 1999.
3. W. Betteridge, *Nickel and its alloys*. J. Wiley, Nueva York, 1984
4. *“Standard Test Method for Wear Testing With a Pin-on-Disk Apparatus”*, ASTM G99-05, 2000.
5. *“Determination of Roughness Parameters Ra, Rz, Rmax by Means of Stylus Instruments, Terms, Measuring Condition”*, DIN 4768, 1990.
6. *“Standard Terminology relating to wear and erosion”*, ASTM G40-05, 2000.
7. Manuel Valls Sevilla, *“Determinación de los parámetros de fricción y desgaste del par acero/Inconel 600 en presencia de líquidos iónicos.”*