

# **III] DISCUSIÓN DE LOS ENSAYOS TRIBOLÓGICOS**

---

## 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:

- Ensayo de fricción y desgaste utilizando aceite mineral como lubricante, a 25°C. Este ensayo se realizó para tener una referencia para los siguientes ensayos.
- Ensayos de fricción y desgaste utilizando el líquido iónico L-108 a diferentes temperaturas: 25°C, 100°C y 200°C.
- Ensayos de fricción y desgaste utilizando como lubricante el líquido iónico L-P106 a diferentes temperaturas: 25°C, 100°C y 200°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. Los líquidos iónicos nombrados se caracterizaron en el capítulo II del presente trabajo.

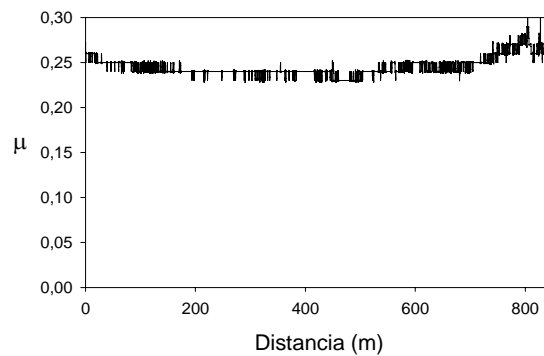
En el apartado 2 se estudian los fenómenos tribológicos acaecidos en los ensayos de líquidos iónicos, especificando las tasas de desgaste y los valores del coeficiente de fricción.

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.

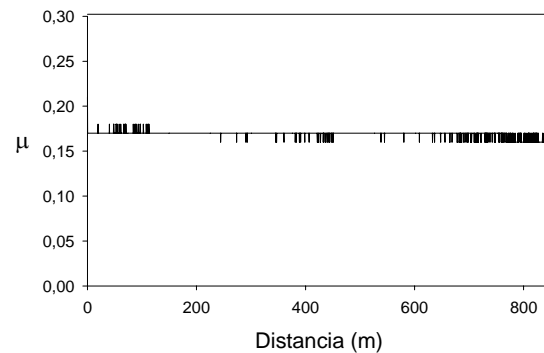
## 2. ENSAYOS DE FRICCIÓN Y DESGASTE CON LUBRICACIÓN MEDIANTE LÍQUIDOS IÓNICOS.

### 2.1. Resultados de fricción

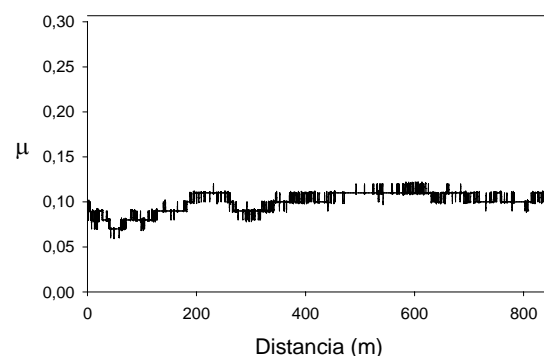
El software asociado al tribómetro descrito en el capítulo II permite recoger los valores del coeficiente de fricción con la distancia recorrida. Con los datos obtenidos, y representándolos en una gráfica distancia recorrida-coeficiente de fricción:



**a) Lubricante AM a 25°C.**

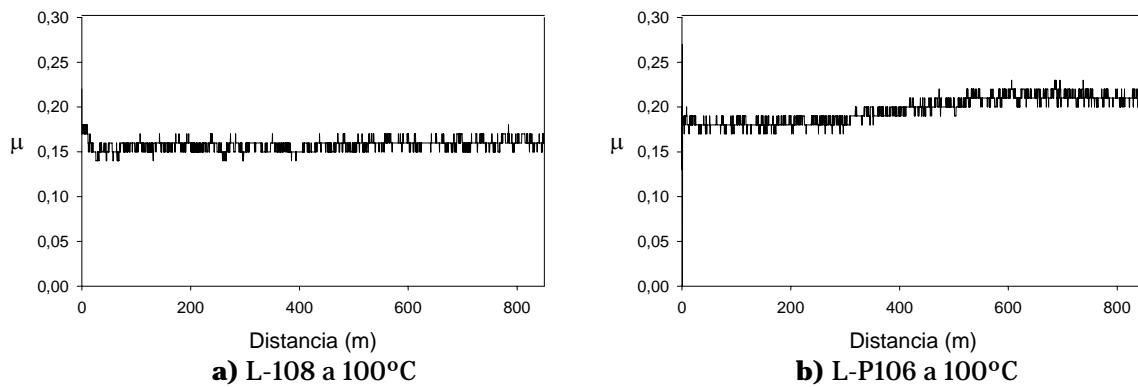


**b) L-108 a 25°C**

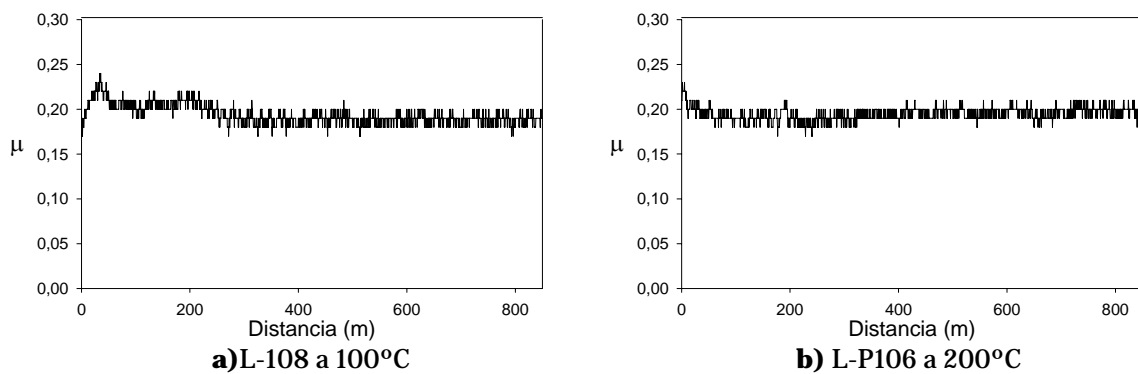


**e) L-P106 a 25°C**

**Figura 3.1.** Evolución de los coeficientes de fricción con la distancia recorrida a 25°C.



**Figura 4.2.** Evolución de los coeficientes de fricción con la distancia recorrida a 100°C.

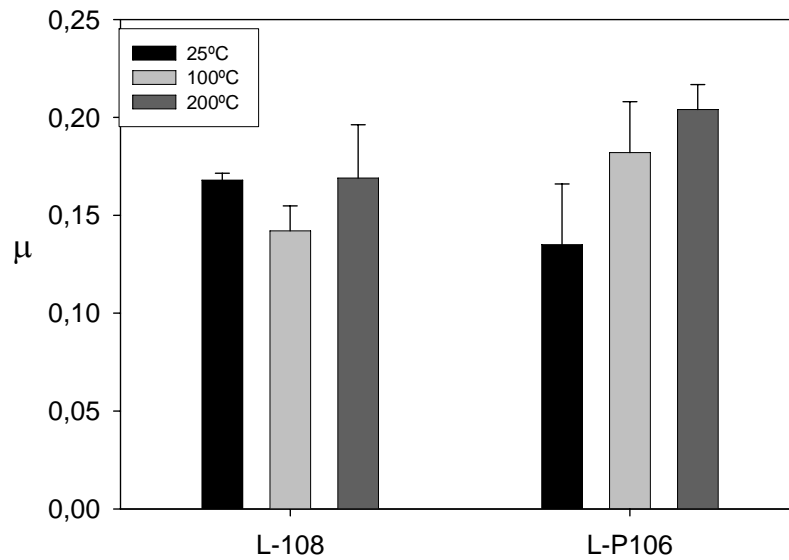


**Figura 3.2.** Evolución de los coeficientes de fricción con la distancia recorrida a 200°C.

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. Como se puede ver, con el aceite mineral se obtiene el mayor nivel de fricción. Para el líquido iónico L108 el valor del coeficiente de fricción se mantiene prácticamente constante, aunque disminuye ligeramente a 100°C. Para el líquido iónico L-P106, el valor del coeficiente de fricción aumenta conforme aumenta la temperatura (ver figura 3.3).

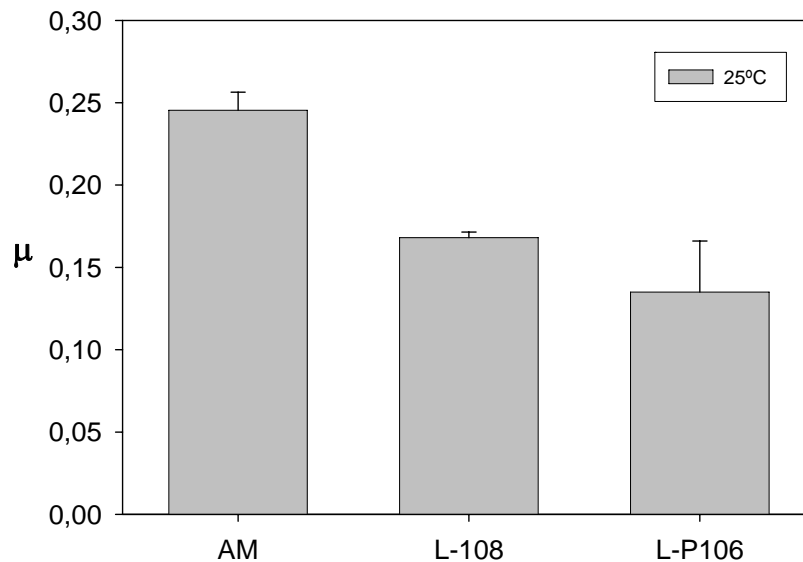
**Tabla 3.1.** Coeficientes de fricción de los ensayos de lubricación

Coeficientes de fricción (Desviación estándar en paréntesis)						
Carga = 2.45 N; Velocidad= 0.15 m/s; Distancia = 850 m						
25 °C		100°C			200°C	
AM	L-108	L-P106	L-108	L-P106	L-108	L-P106
0,2455 (0,011)	0,168 (0,0034)	0,135 (0,031)	0,142 (0,0128)	0,182 (0,026)	0,169 (0,0273)	0,204 (0,0127)



**Figura 3.3.** Coeficientes de fricción de los ensayos de lubricación con L-108 y L-P106.

Con el aceite mineral, sólo se hizo el ensayo a 25°C, representando su coeficiente de fricción junto con el obtenido en el L-108 y L-P106 a la misma temperatura (figura 3.4). Como se observa en la gráfica de la figura 3.4, el uso del líquido iónico L-108 supone una reducción de 32% del coeficiente de fricción frente al aceite mineral (AM), y para el L-P106 del 46%.



**Figura 3.4.** Coeficientes de fricción de los ensayos de lubricación a 25°C, con aceite mineral, L-108 y L-P106.

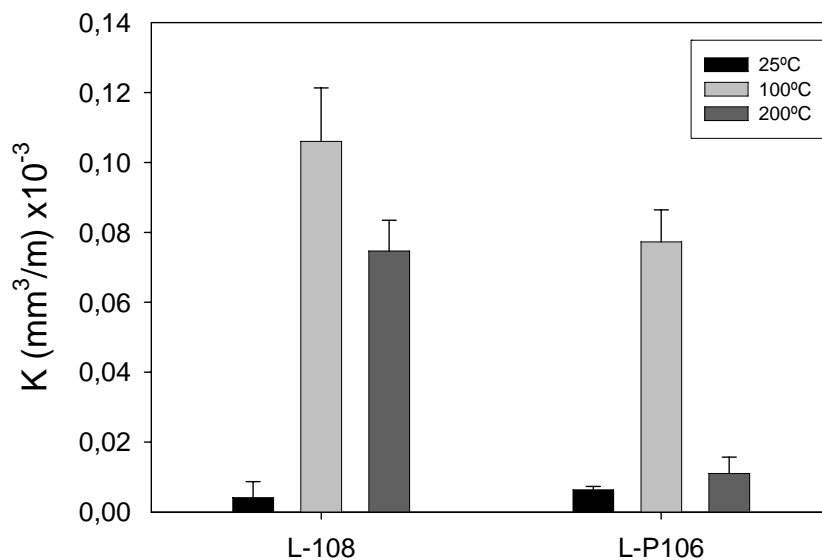
Se puede decir por tanto, que la capacidad de lubricación de los líquidos iónicos es mayor que la del aceite mineral.

## 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 gráfica de la figura 3.4. representa los resultados. Ambos líquidos iónicos presentan el valor más alto de desgaste a 100°C. En el caso del líquido iónico L-P106, presenta un mejor comportamiento en desgaste, al reaccionar químicamente en la interfase del contacto, protegiendo el Inconel 600, como se verá más adelante. Por tanto, como lubricante, el L-P106 es mejor frente a desgaste a alta temperatura.

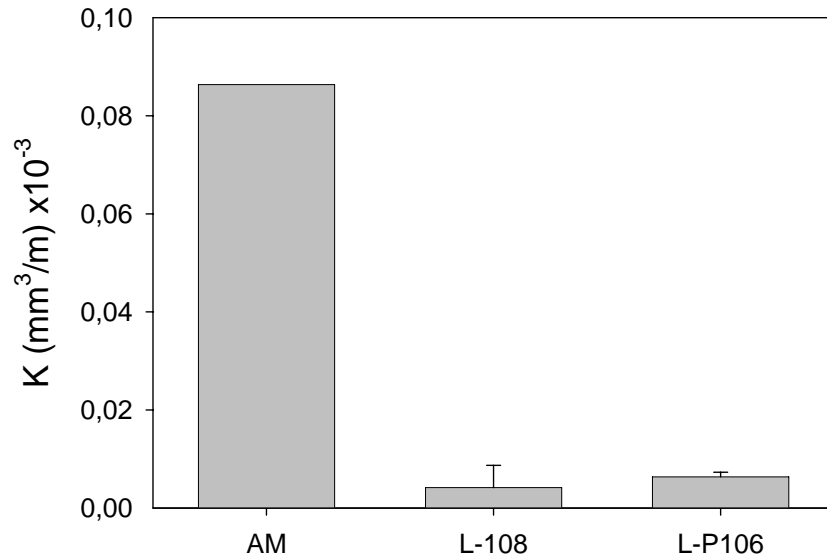
**Tabla 3.2.** Tasas de desgaste de los ensayos de lubricación ( $\text{mm}^3\text{m}^{-1}$ ).

Tasa de desgaste (K) ( $\text{mm}^3/\text{m}$ ) (Desviación estándar en paréntesis)						
Carga = 2.45 N; Velocidad= 0.15 m/s; Distancia = 850 m						
25 °C			100°C		200°C	
AM	L108	L-P106	L108	L-P106	L108	L-P106
8,63E-5 (4,87E-9)	4,17E-6 (4,51E-6)	6,37E-6 (9,62E-7)	1,06E-4 (1,53E-5)	7,73E-5 (9,19E-6)	7,47E-5 (8,79E-6)	1,11E-5 (4,65E-6)



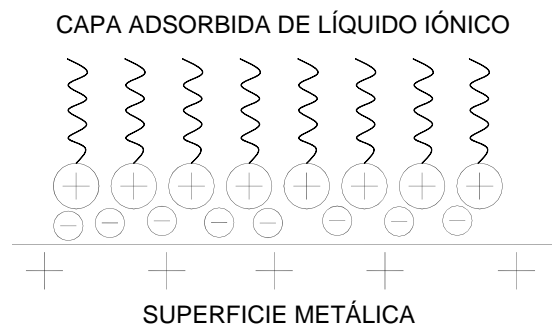
**Figura 3.5.** Tasas de desgaste de los ensayos de lubricación.

Para el aceite mineral sólo se realizó el ensayo a 25°C. En la siguiente gráfica se compara el coeficiente de desgaste de éste con el obtenido para el L-108 y L-P106, donde se puede observar que disminuye considerablemente el valor del coeficiente de desgaste al usar un líquido iónico como lubricante. El uso de L-108 como lubricante supone una reducción entorno al 95% en la tasa de desgaste respecto al aceite mineral a 25°C. El uso de L-P106 supone una reducción del 91% de la tasa de desgaste respecto a la obtenida con el aceite mineral a 25°C. Con esto, se vuelve a poner de manifiesto la mejora que se obtiene por el uso del líquido iónico como lubricante.



**Figura 3.6.** Tasas de desgaste de los ensayos de lubricación a 25°C.

En efecto, la capacidad lubricante de los líquidos iónicos se debe a su polaridad. El anión se adsorbe sobre la superficie metálica, de modo que cuanto más polar, esa adsorción será más consistente (figura 3.7.), el contacto entre superficies será menor, reduciéndose así el desgaste, y la fricción también descenderá.

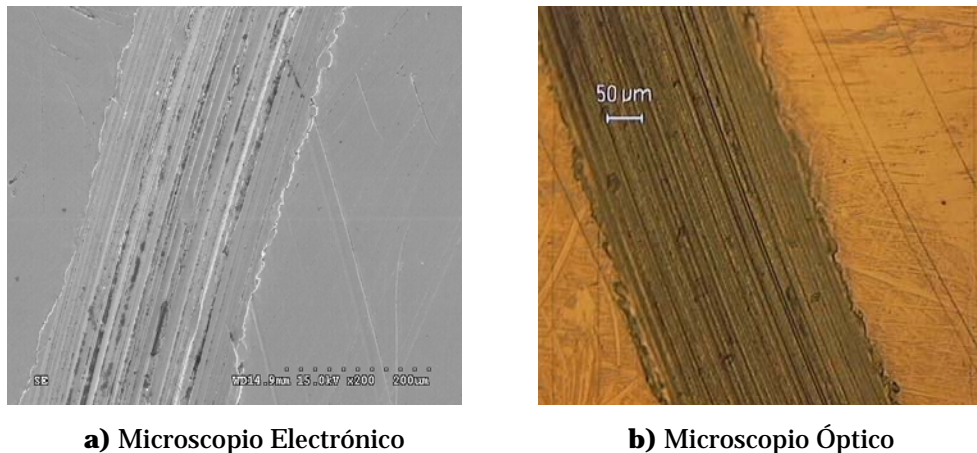


**Figura 3.7.** Estructura de la capa adsorbida formada por los LI.

### 3. MECANISMO DE DESGASTE E INTERACCIÓN SUPERFICIAL

#### 3.1. Lubricación con aceite mineral

En la figura 3.8. se muestran las micrografías de las huellas de desgaste producidas sobre las probetas de Inconel 600, usando como lubricante aceite mineral. El ensayo se realizó a 25°C.



**Figura 3.8.** Micrografías de la huella de desgaste (AM, 25°C)

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

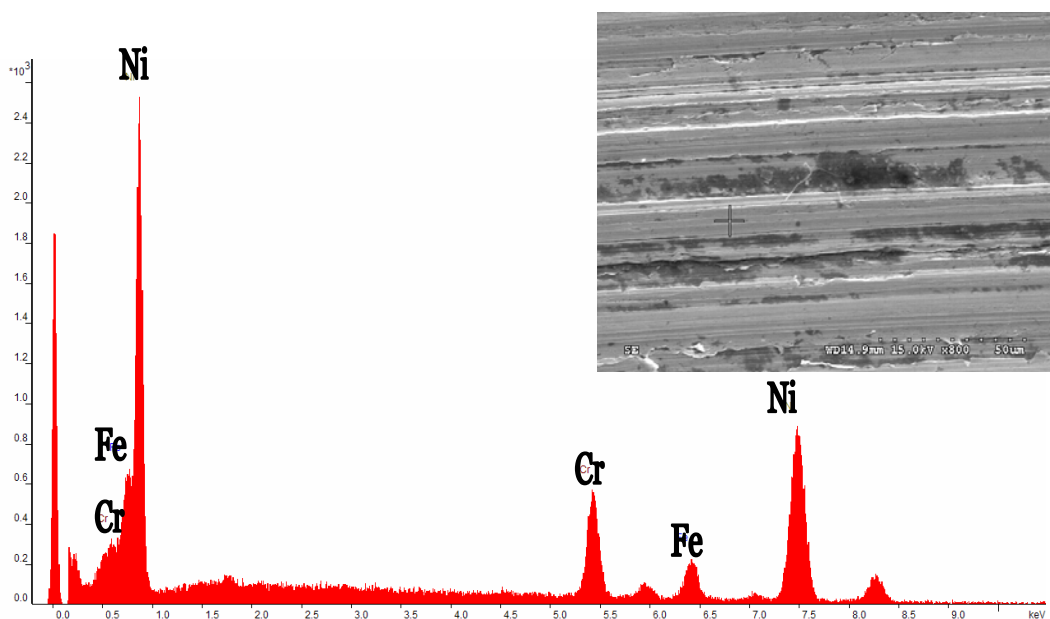


**Figura 3.9.** Micrografía óptica de la huella de desgaste de la bola de acero (AM, 25°C).



En todas ellas se aprecian signos de desgaste por adhesión, debido a que existen 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 ponen de manifiesto los surcos paralelos, tanto en el interior de las huellas sobre el Inconel 600 como en la bola de acero.

Se analizó la superficie de la huella tras la lubricación con aceite mineral, obteniendo el espectro EDS que nos dan 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 3.10).

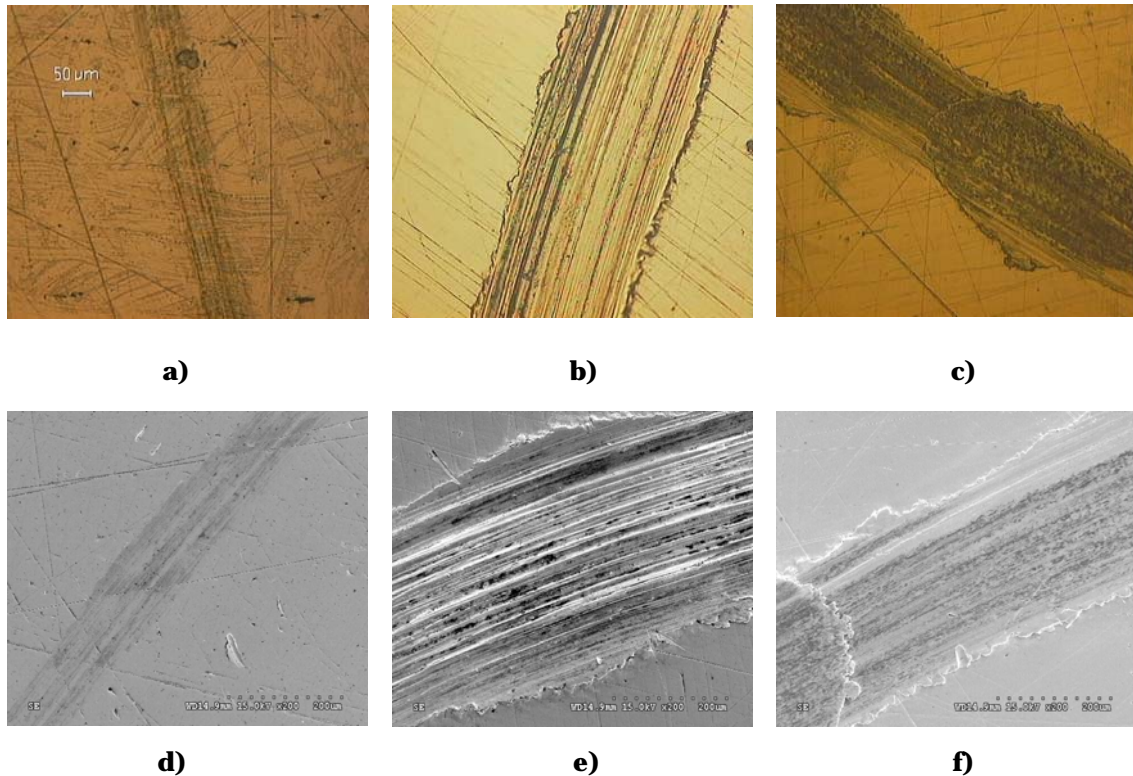


**Figura 3.10.** Espectro de la huella de desgaste en Inconel 600 (AM, 25°C).

En los surcos de abrasión más profundos, se puede apreciar un residuo de color gris oscuro que podría deberse a restos del lubricante mineral (AM) utilizado.

### 3.2. Lubricación con líquido iónico L-108

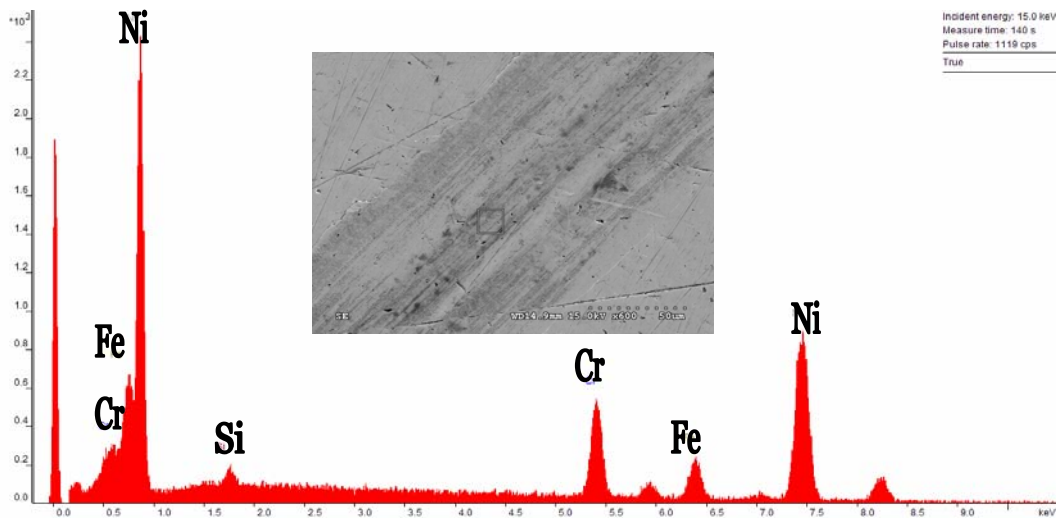
Con el líquido iónico L-108 se realizaron ensayos a varias temperaturas: 25°C, 100°C y 200°C. En las siguientes figuras podemos observar las micrografías de las huellas de desgaste obtenidas por microscopio óptico y microscopio electrónico.



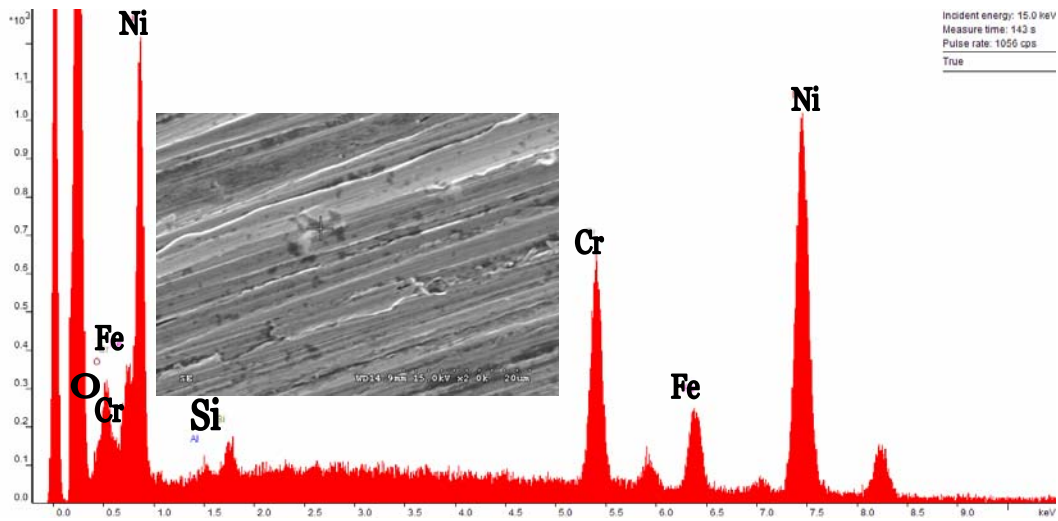
**Figura 3.11.** Micrografías ópticas de la huella de desgaste con L-108: a) 25°C, b) 100°C, c) 200°C; y micrografías electrónicas: d) 25°C, e) 100°C, f) 200°C.

Como se puede observar a 25°C, el material casi no ha sufrido desgaste, teniendo un desgaste suave. Conforme aumentamos la temperatura pasamos a un desgaste severo. Observamos a 100°C y 200°C que se forman surcos paralelos en el interior de la huella, donde se puede decir que además del mecanismo de adhesión, ha habido un mecanismo de abrasión. Estos surcos de abrasión son más pronunciados a 100°C, temperatura a la cual el Inconel presenta la tasa de desgaste más elevada (ver tabla 3.2).

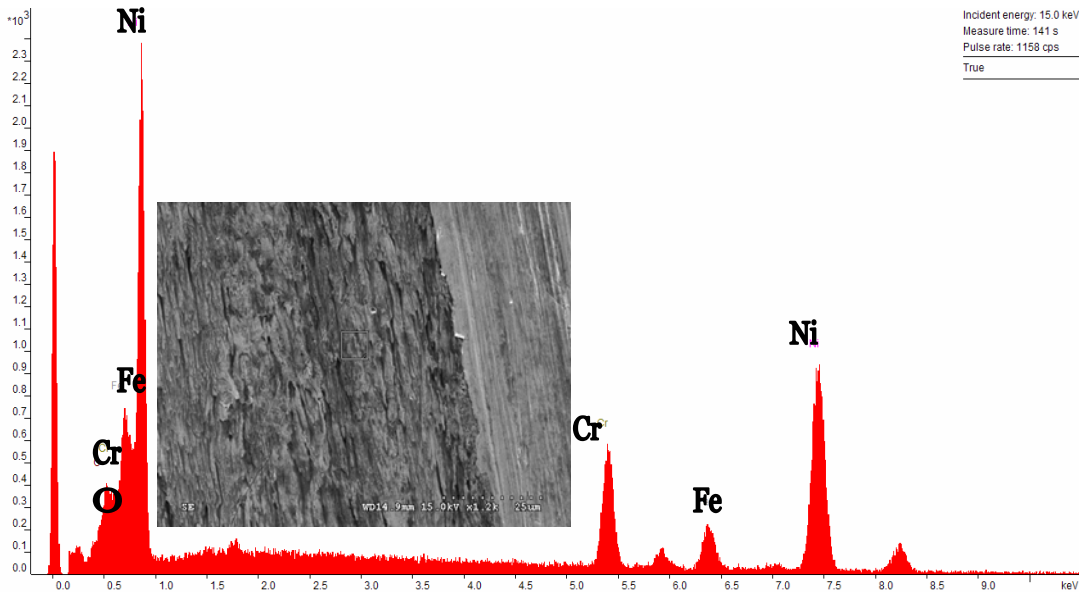
En las siguientes figuras podemos observar los espectros EDS de las huellas de desgaste a diferentes temperaturas:



**Figura 3.12.** Espectro de la huella de desgaste a 25°C (L-108)



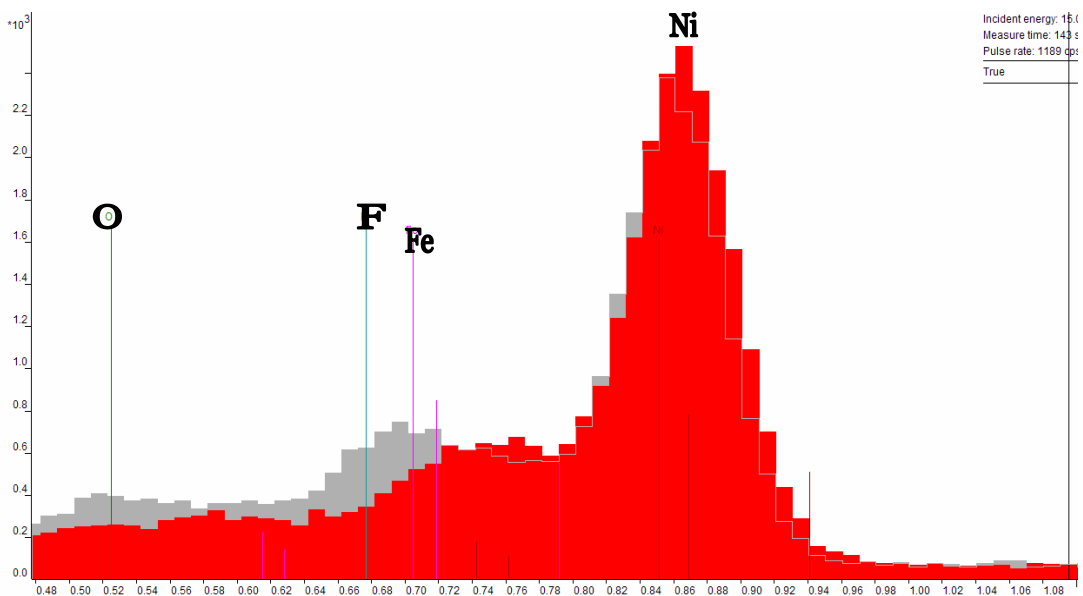
**Figura 3.13.** Espectro de la huella de desgaste a 100°C (L-108)



**Figura 3.14.** Espectro de la huella de desgaste a 200°C (L-108)

En todas ellas se observan los elementos correspondientes a la composición del Inconel. A 100°C se aprecia una mayor intensidad del pico correspondiente al oxígeno.

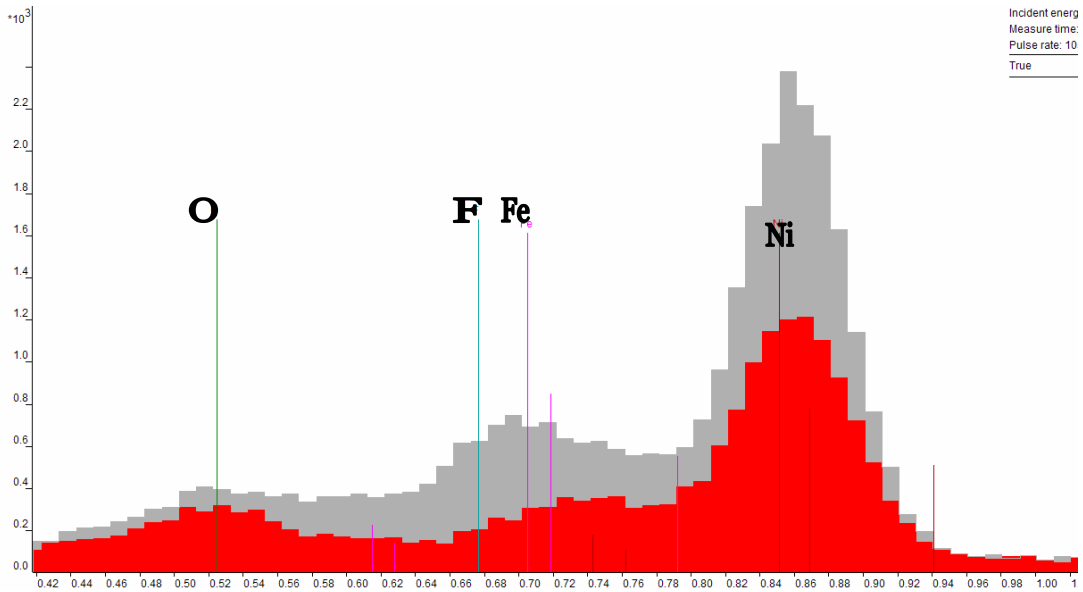
Ahora se comparan los diferentes espectros. El color gris corresponde al espectro de la huella de 200°C y el rojo al espectro de la huella de 25°C:



**Figura 3.15.** Comparación de los espectros a 200°C y 25°C (L-108)

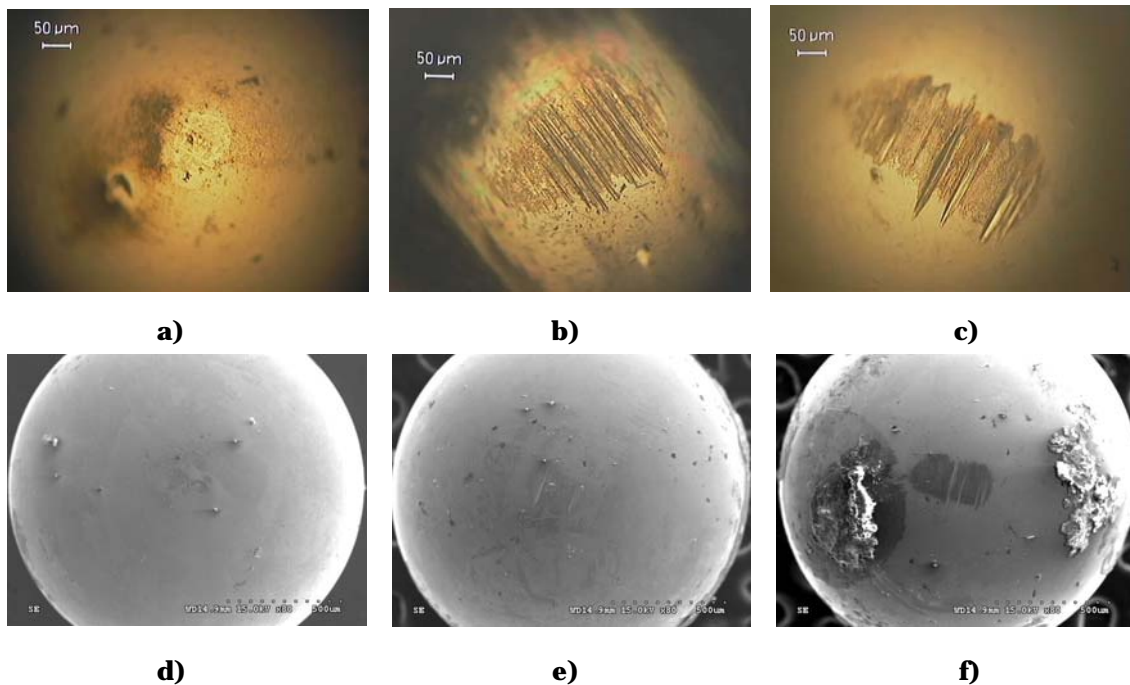
En la siguiente figura, el color gris representa el espectro de la huella a 200°C y el color rojo el espectro de la huella a 100°C. A 200°C se observa la presencia de flúor, componente del líquido iónico L-108, que reacciona en la interfase Acero/Inconel,

formando fluoruros. Esto podría explicar la reducción del coeficiente de desgaste a 200°C, pese a ser más severas las condiciones de temperatura.

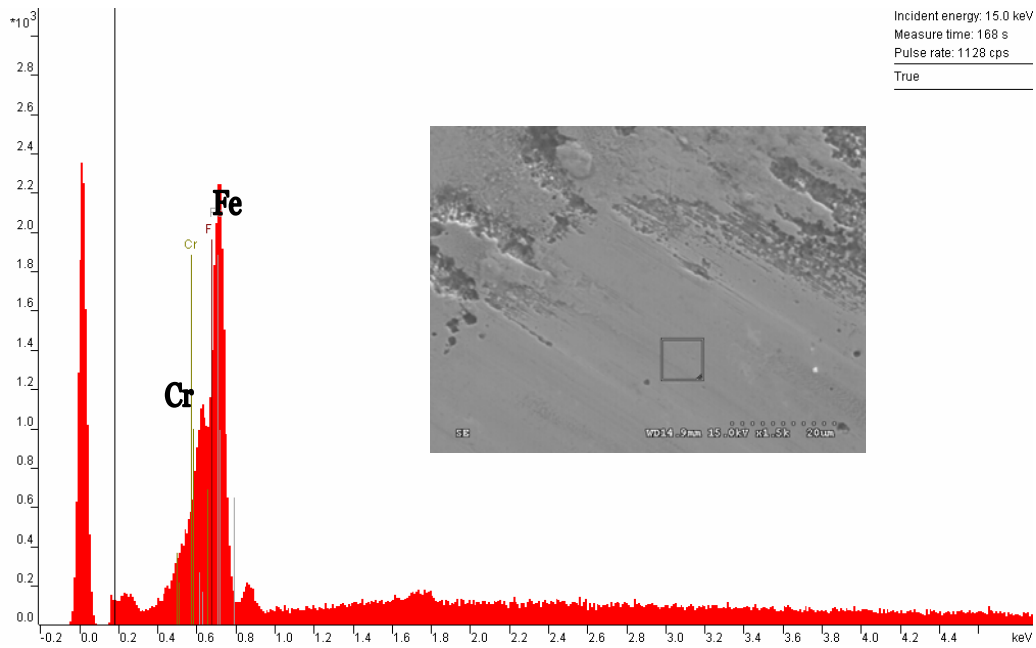


**Figura 3.16.** Comparación de los espectros a 200°C y 100°C (L-108)

A continuación se comparan las bolas usadas en los ensayos de desgaste.

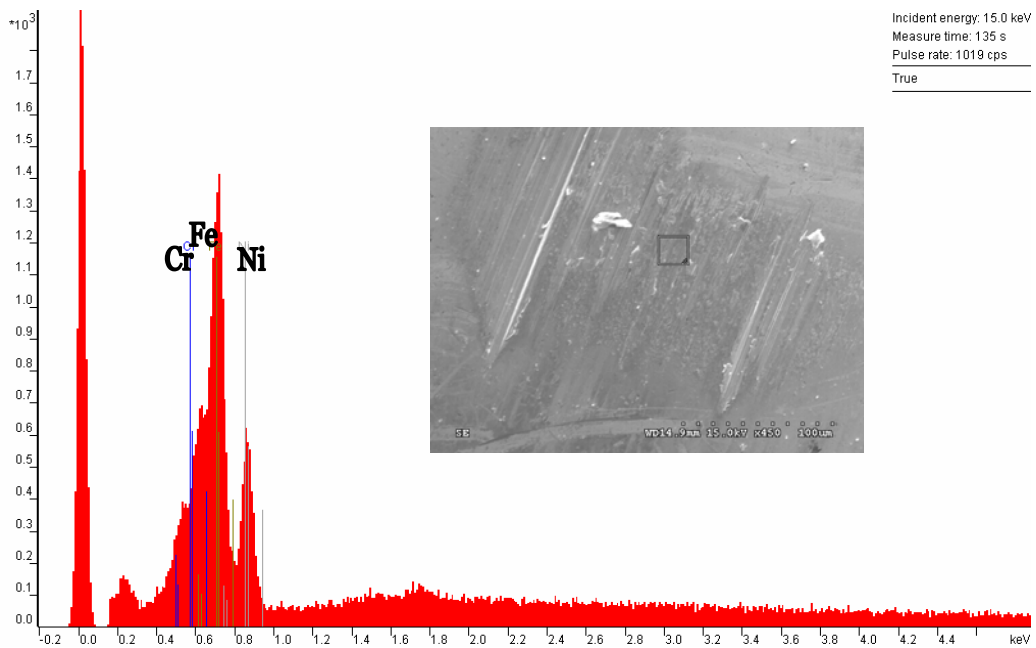


**Figura 3.17.** Micrografías ópticas de las bolas a: a) 25°C, b) 100°C y c) 200°C; y micrografías electrónicas a: e) 25°C, e) 100°C y f) 200°C (L-108).



**Figura 3.18.** Espectro de la huella de la bola de acero a 25°C (L-108).

En el espectro EDS realizado a la bola del ensayo a 100°C, se aprecia cierta cantidad de níquel. Esto es debido a la transferencia de material del Inconel 600 a la bola durante el proceso de desgaste, proceso característico de desgaste por adhesión. Estas partículas presentes en la interfase podrán endurecerse por deformación plástica, pudiendo dar lugar a abrasión. La abrasión se caracteriza por la presencia de surcos en las huellas de desgaste, como se puede observar en las micrografías a 100°C y 200°C.

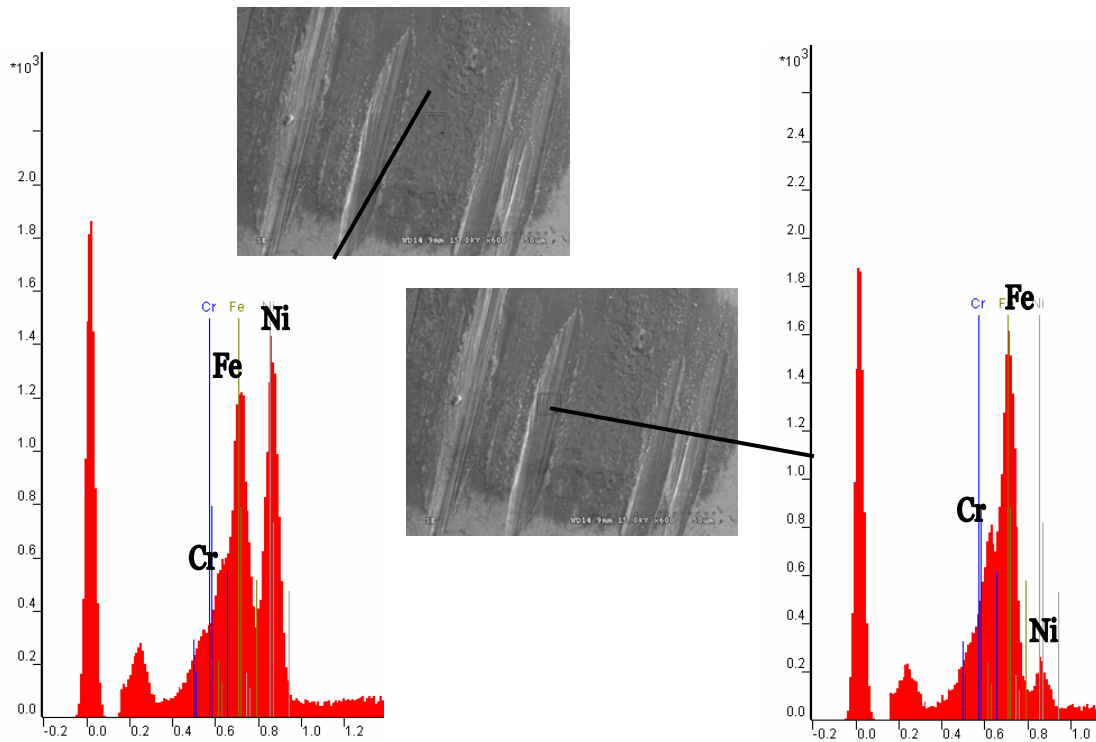


**Figura 3.19.** Espectro de la huella de la bola de acero a 100°C (L-108).



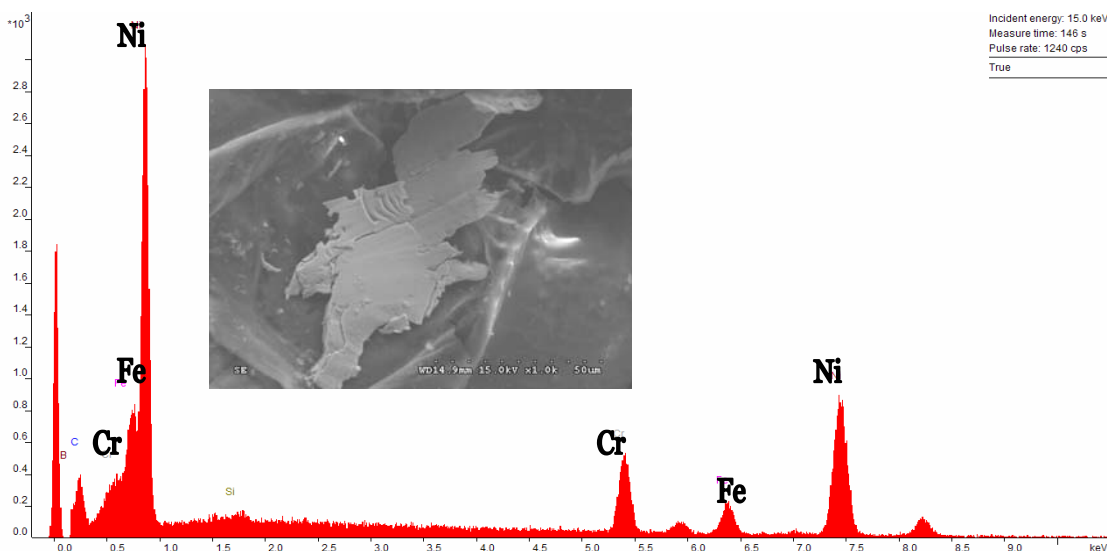
### III: Discusión de resultados de los ensayos tribológicos

A 200°C también se observa en la bola de acero cierta cantidad de níquel, mayor que a 100°C, que como se explicó en el párrafo anterior, es debido a transferencia de material desde el Inconel 600 al acero de la bola de acero usada en el ensayo.

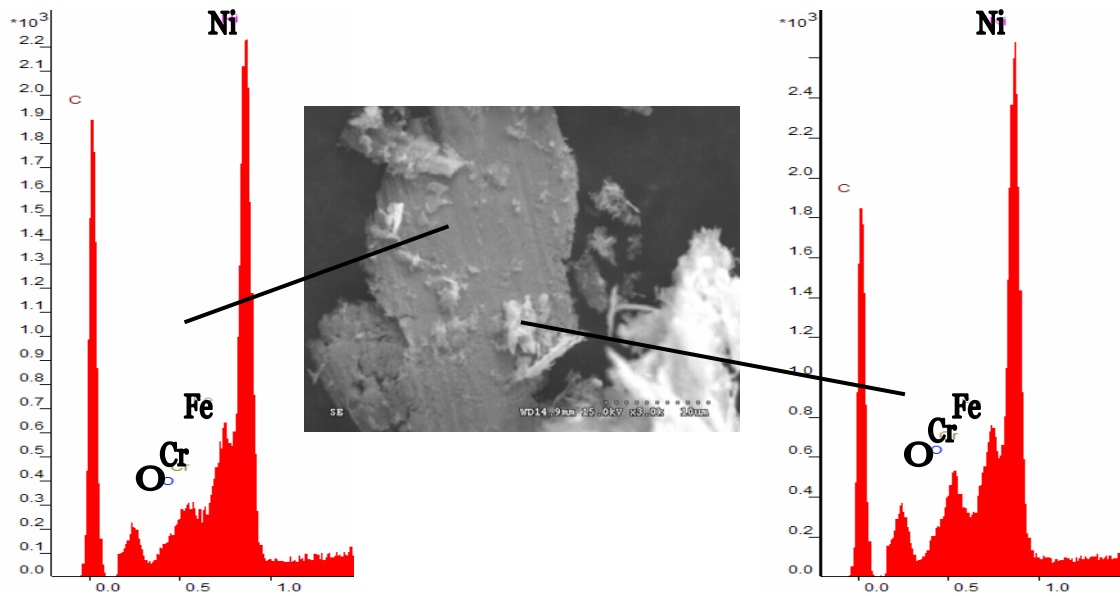


**Figura 3.20.** Espectro de la huella de la bola de acero a 200°C (L-108).

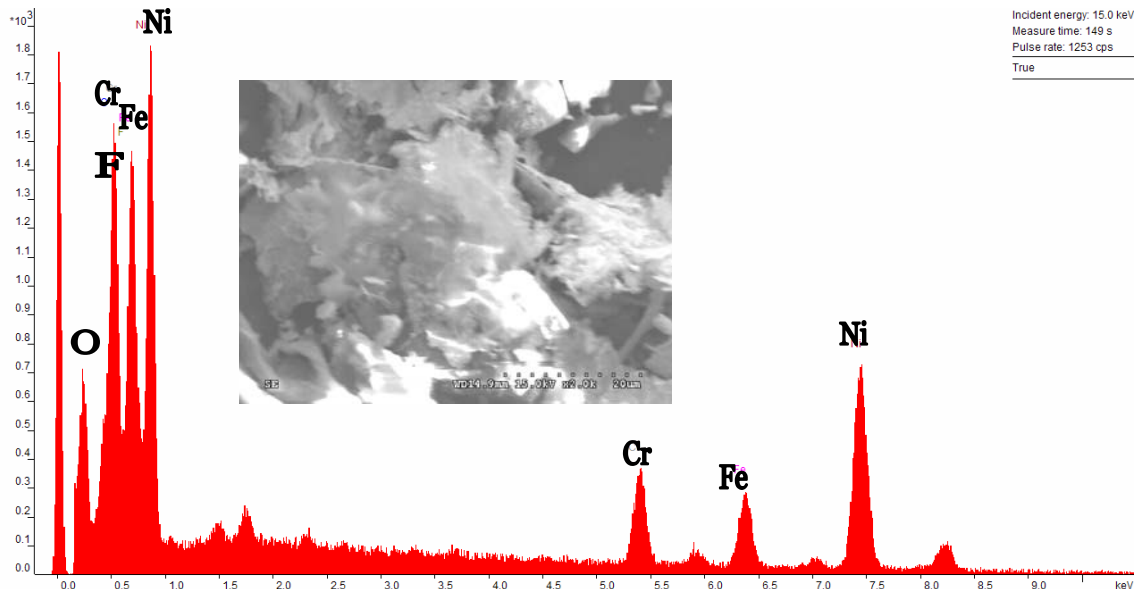
Se realiza también un estudio de las partículas formadas durante el ensayo de desgaste. Al ser su morfología plana, se puede decir que el mecanismo fundamental de desgaste es el adhesivo, aunque debemos tener en cuenta la abrasión producida a 100°C y 200°C.



**Figura 3.21.** Espectro de partículas formadas a 25°C (L-108)



**Figura 3.22.** Espectro de partículas formadas a 100°C (L-108)



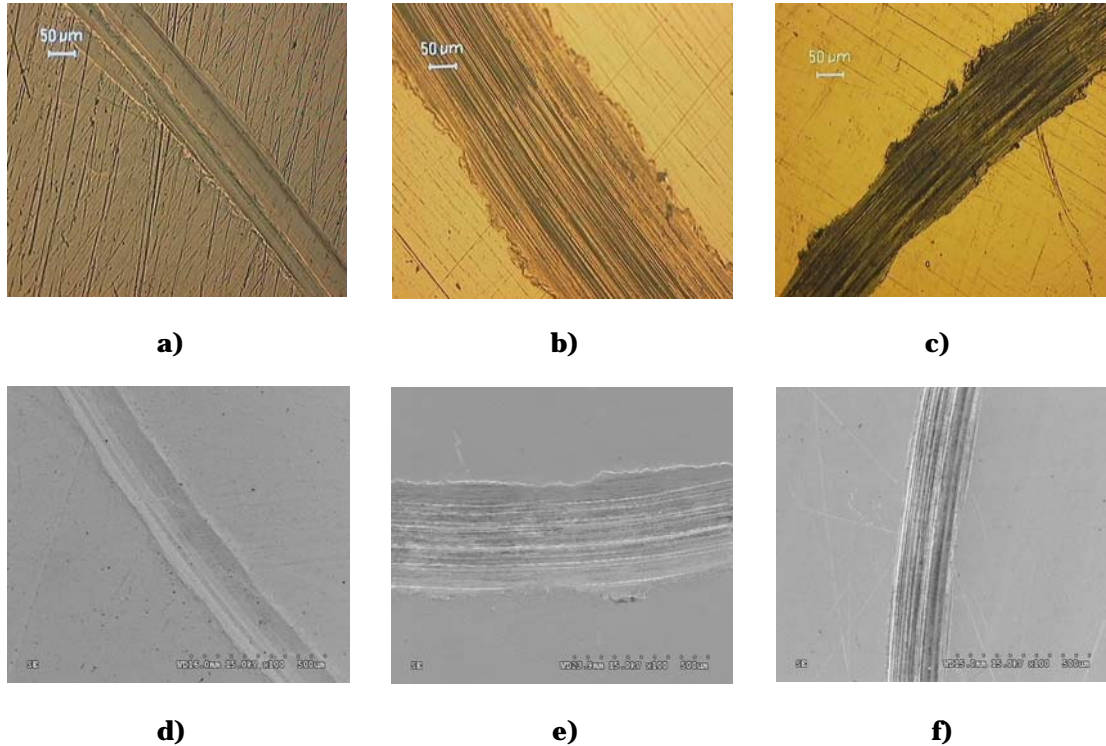
**Figura 3.23.** Espectro de partículas formadas a 200°C (L-108)

En las partículas formadas a 200°C, se observa una cierta proporción de flúor, procedente del líquido iónico L-108; ya que éste reacciona en la superficie de la interfase Inconel/Acero.



### 3.3. Lubricación con líquido iónico L-P106

Se realizaron con el líquido iónico L-P106, los mismos ensayos que con el L108, a 25°C, 100°C y 200°C. Se muestran a continuación las fotografías de las huellas de desgaste tomadas en microscopio óptico y microscopio electrónico donde se observa que la abrasión ha aumentado mucho a 100°C.



**Figura 3.24.** Micrografías ópticas de las huellas de de desgaste: a) 25°C, b) 100°C y c) 200°C; y micrografías electrónicas: d) 25°C, e) 100°C y f) 200°C (L-P106).

Como se observa en las micrografías anteriores, el desgaste a 25°C es bastante menor que a 100°C y 200°C. El desgaste más severo se alcanza a 100°C, ya que según se discute más adelante, a 200°C se produce una reacción en la interfase con el líquido iónico, quedando protegida la superficie, disminuyendo el desgaste (tabla 3.2).

Se analizan ahora los espectros de las huellas de desgaste.

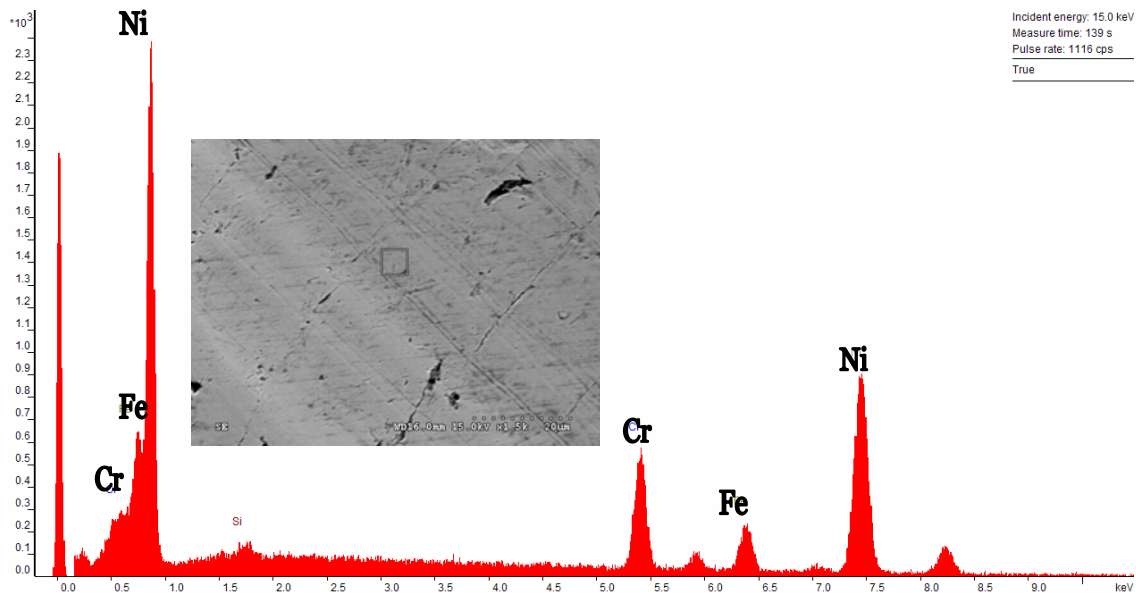


Figura 3.25 Espectro de la huella a 25°C (L-P106)

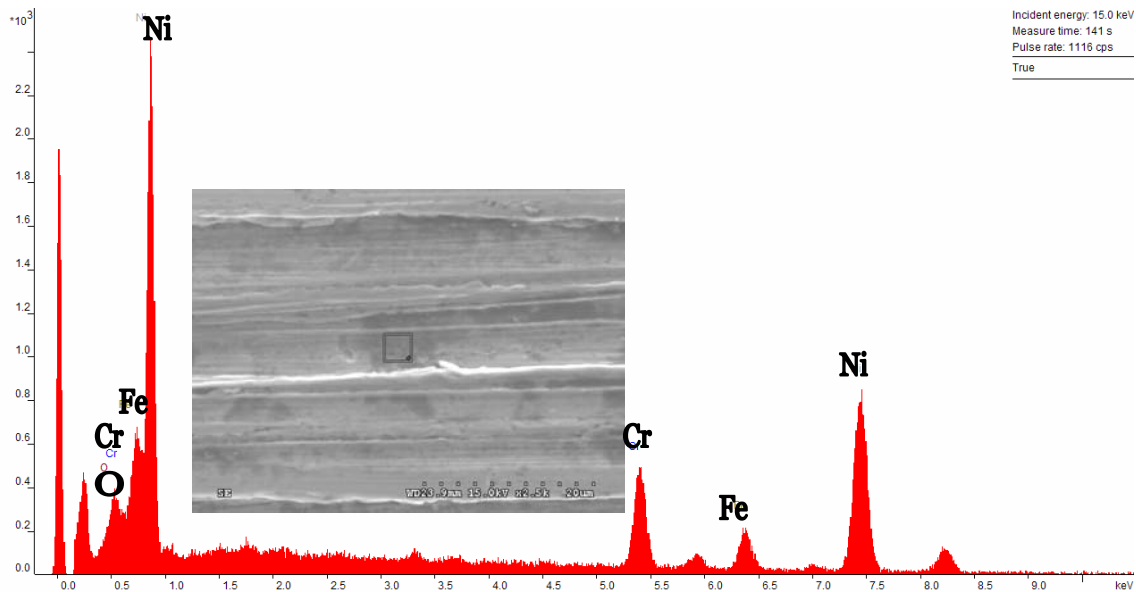
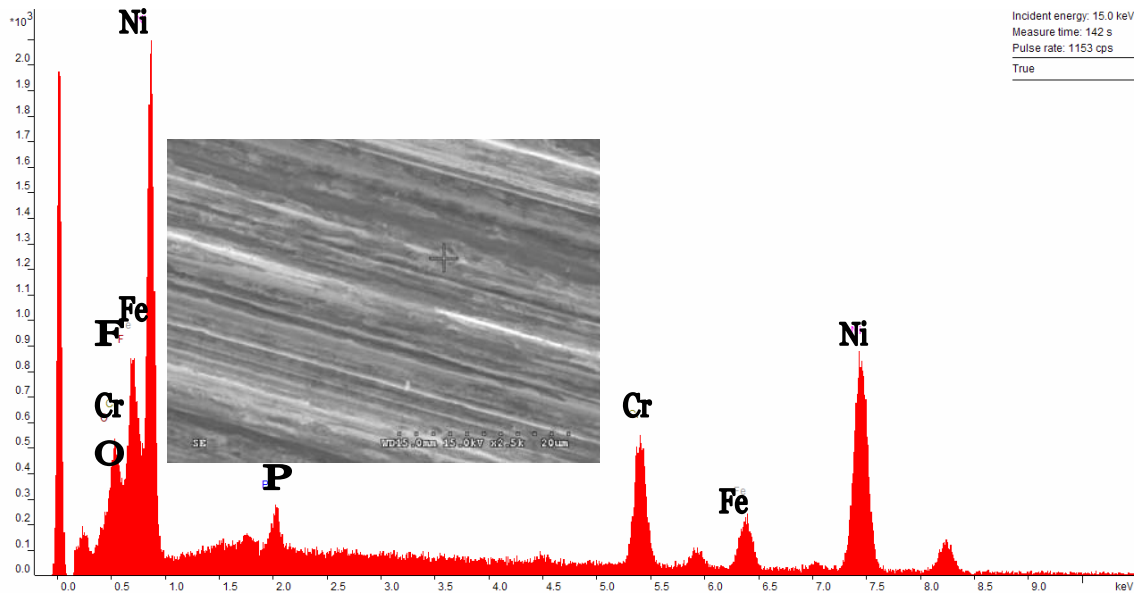


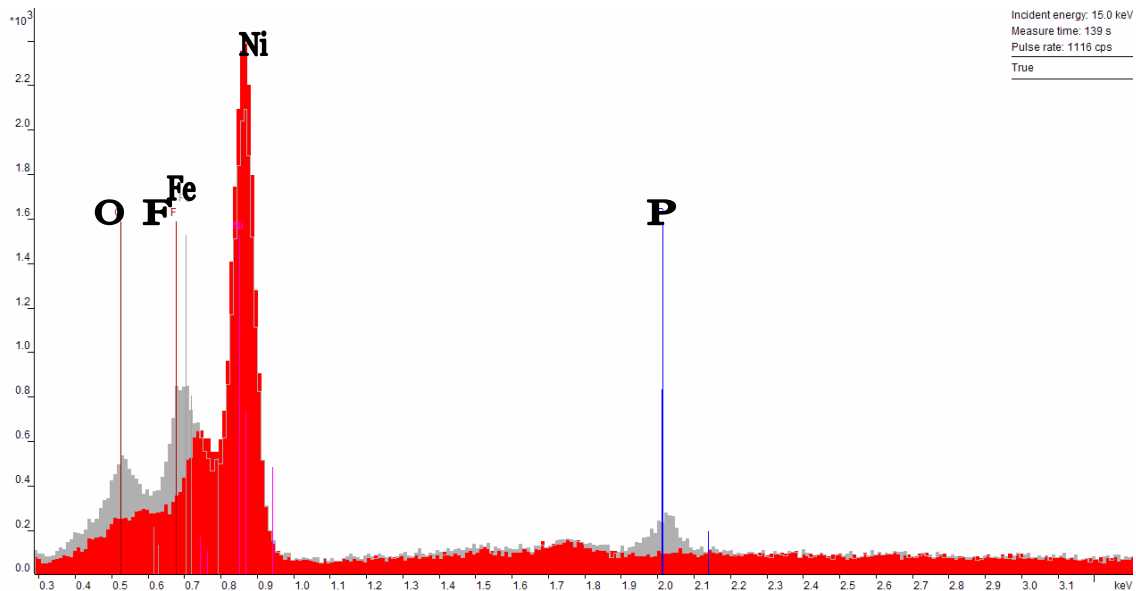
Figura 3.26 Espectro de la huella a 100°C (L-P106)

En el espectro de la huella a 200°C, se observa la presencia de flúor y fósforo, componentes del líquido iónico L-P106 que reaccionan con la superficie, protegiéndola. Con esto podría entenderse por qué el desgaste a 200°C es menor que a 100°C, recomendando el uso de este lubricante para altas temperaturas.



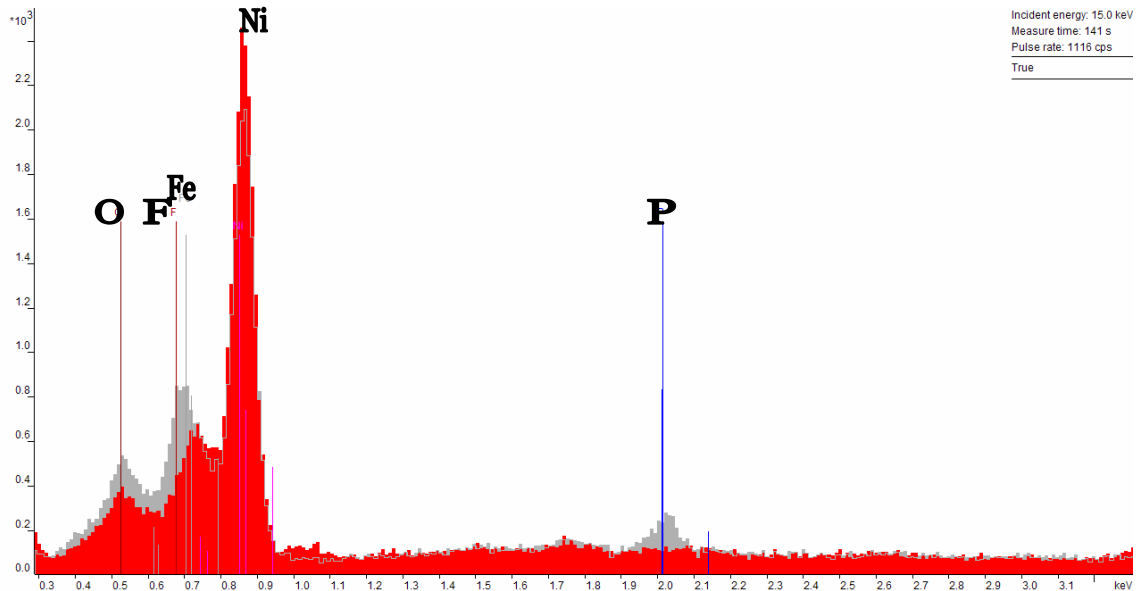
**Figura 3.27** Espectro de la huella a 200°C (L-P106)

Se comparan ahora los espectros de las huellas de desgaste a 25°C y 200°C. El color gris corresponde al espectro de la huella de 200°C y el color rojo al espectro de la huella de 25°C. Se observa un incremento en el contenido de flúor y fósforo en la huella a 200°C, que como se ha explicado anteriormente, reaccionan con la superficie protegiéndola.



**Figura 3.28.** Espectro de la huella a 200°C(gris) y 25°C(rojo) (L-P106).

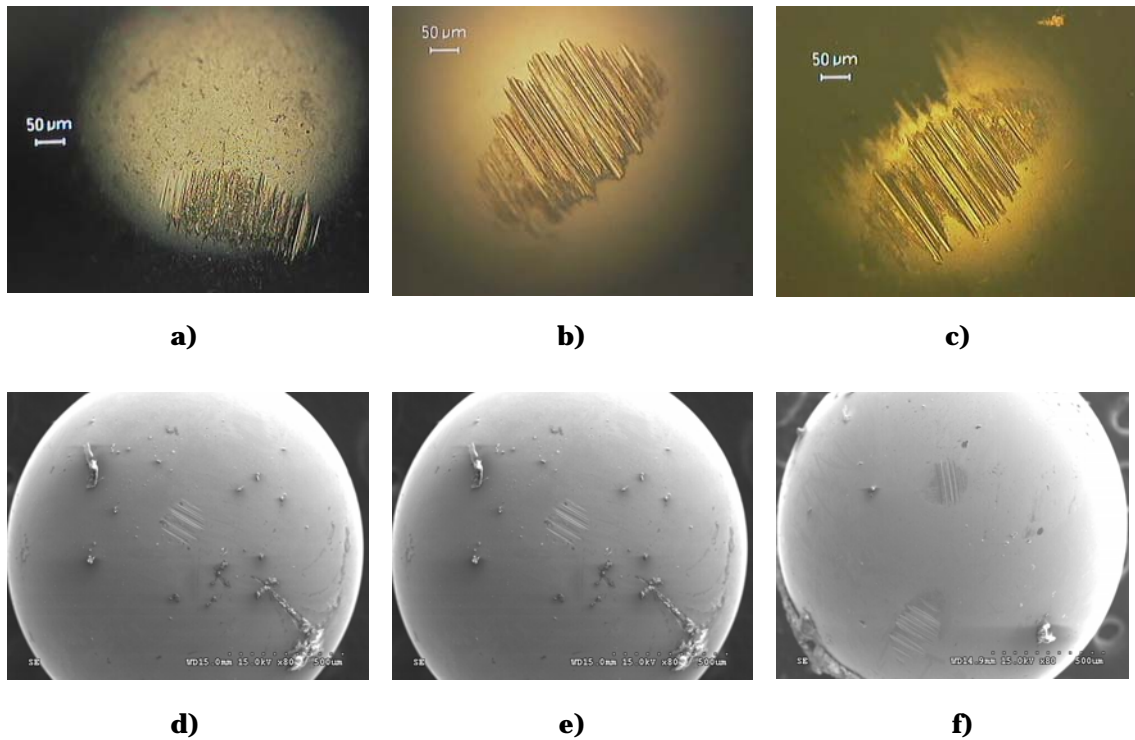
Se comparan también los espectros de las huellas de desgaste a 100°C y 200°C. El color gris corresponde al espectro de la huella de 200°C y el color rojo al espectro de la huella de 100°C. Se observa el incremento en el contenido de flúor y fósforo en la huella a 200°C.



**Figura 3.29.** Espectro de la huella a 200°C (gris) y 100°C (rojo) (L-P106)

Se realizó un ensayo de microdurezas en las huellas de desgaste a 100°C y 200°C, obteniéndose un incremento de dureza respecto a la superficie de Inconel 600 no desgastada. La dureza Vickers obtenida para la huella a 100°C es de 320 HV, para la huella a 200°C es de 350 HV, mientras que para la superficie no desgastada es de 250 HV. Este incremento de dureza se debe a la combinación de la deformación plástica sufrida en la huella de desgaste y la presencia de fosfatos y fluoruros, obtenidos al reaccionar el líquido iónico en la interfase. Podríamos decir que la presencia de fosfatos y fluoratos formados en la huella tienen más importancia en el incremento de la dureza, ya que la dureza en la huella es mayor a 200°C que a 100°C, correspondiéndose con un aumento en el contenido de estos compuestos, y con una reducción del desgaste.

A continuación, se comparan las huellas en las bolas de acero usadas en el ensayo de desgaste para las distintas temperaturas. En las micrografías tomadas con los microscopios óptico y electrónico se puede observar que el desgaste a 100°C es mayor que a 25°C y 200°C.

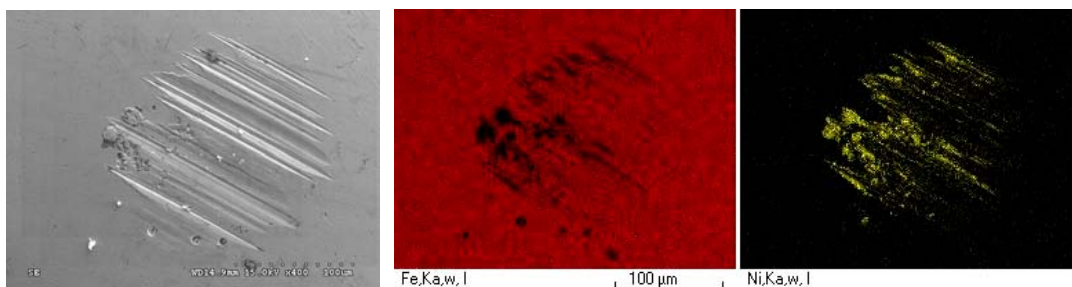


**Figura 3.30** Micrografías ópticas de las bolas a: a) 25°C, b) 100°C y c) 200°C; y micrografías electrónicas a: e) 25°C, e) 100°C y f) 200°C (L-P106).

Se analizan ahora los mapas elementales de Fe y Ni de las bolas tras los ensayos contra Inconel 600 en presencia de LP-106 y , y el espectro EDS de la bola en el ensayo a 200°C:

**1. A 25°C:**

Se observa abrasión de la bola de acero y transferencia de níquel a la superficie del acero, como pone de manifiesto el mapa elemental de níquel de la siguiente figura:

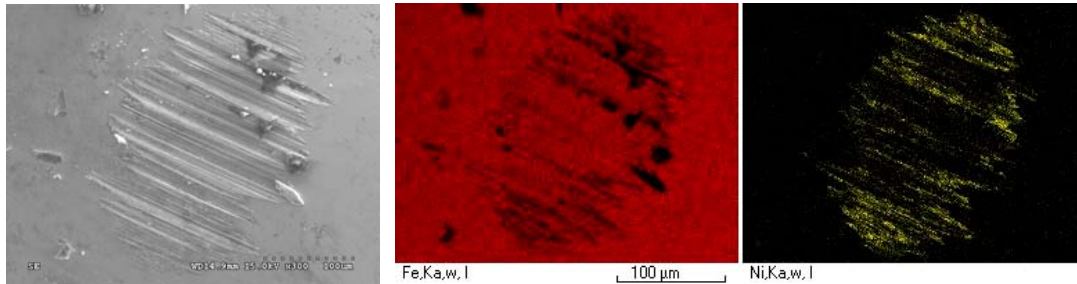


**Figura 4.31.** Mapa elemental de Fe y Ni de la huella formada en la bola de acero usada en el ensayo a 25°C (L-P106).

La transferencia de níquel a la superficie del acero se incrementa con la temperatura, al ser más severas las condiciones de desgaste, como se observa a continuación en los mapas elementales y espectros EDS de las bolas a 100°C y 200°C.

**2. A 100°C:**

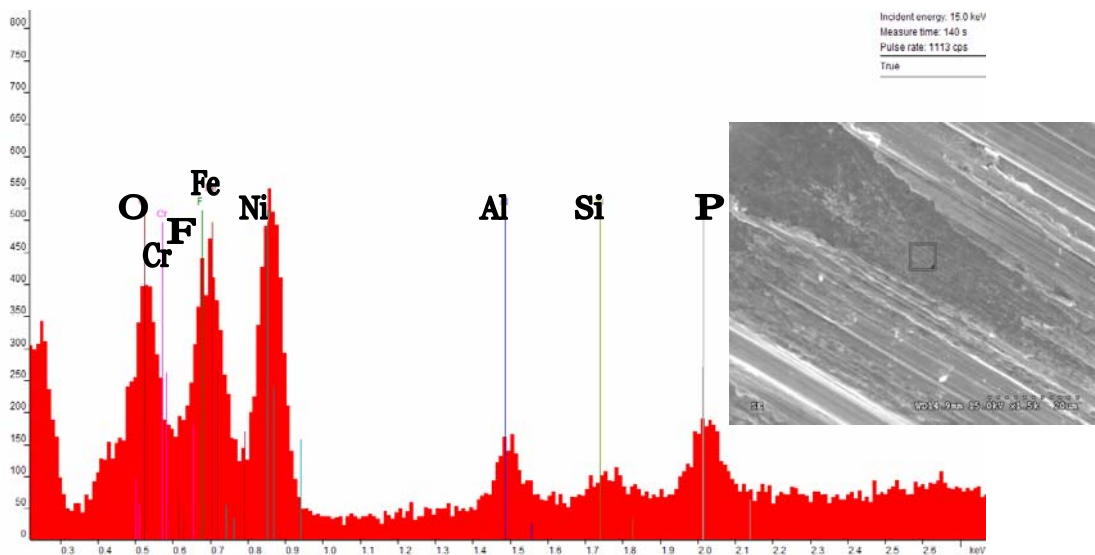
El incremento en la tasa de desgaste se pone de manifiesto por la mayor superficie de la huella sobre la bola de acero y por la mayor transferencia de níquel con respecto a la observada a 25°C. Se mantiene el mecanismo de abrasión que da lugar a la presencia de surcos paralelos en la huella.



**Figura 3.32.** Mapa elemental de Fe y Ni de la huella formada en la bola de acero usada en el ensayo a 100°C (L-P106)

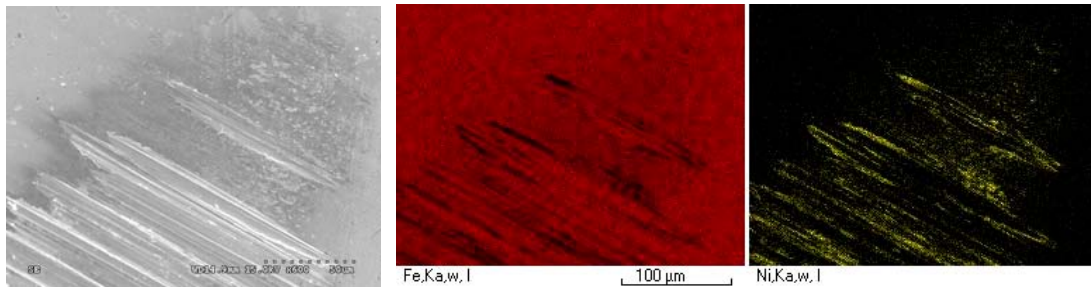
**3. A 200°C:**

Se observa abrasión en la bola, y una zona que queda protegida al haber una reacción en la interfase entre el líquido iónico y el Inconel 600. Esto se pone de manifiesto por la presencia de níquel, fósforo y flúor (estos dos últimos procedentes del anión del líquido iónico).



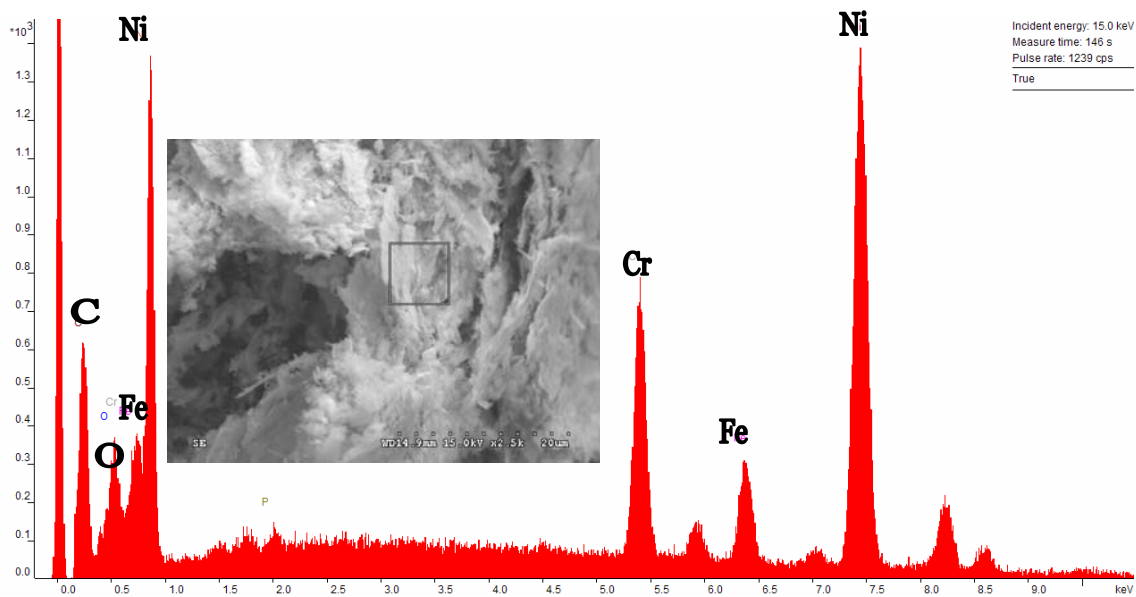
**Figura 3.33.** Espectro de la huella formada en la bola de acero usada en el ensayo a 200°C.





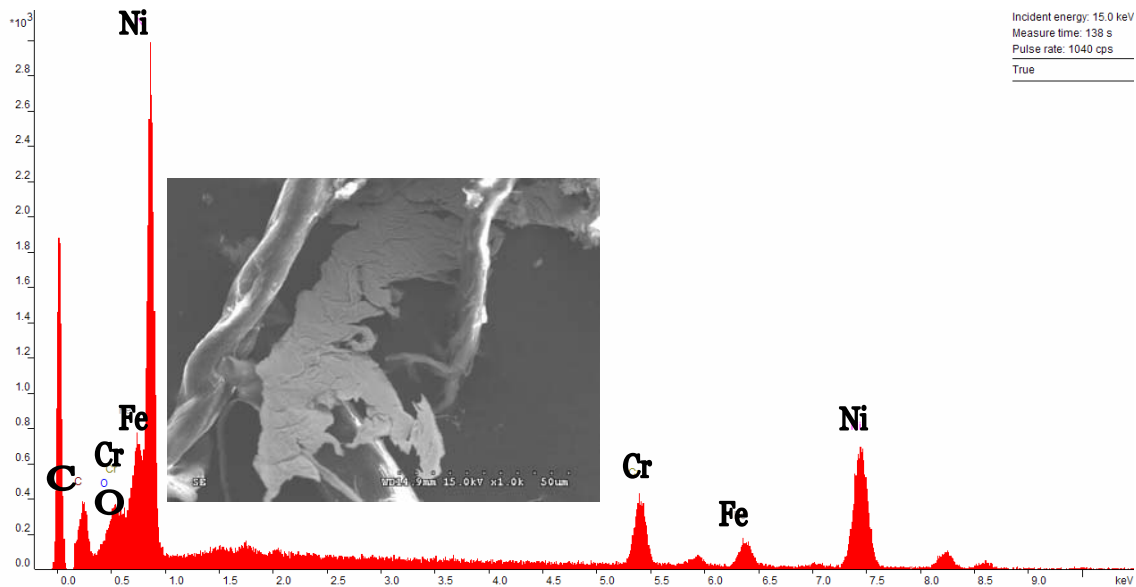
**Figura 3.34.** Mapa elemental de Fe y Ni de la huella formada en la bola de acero usada en el ensayo a 200°C (L-P106)

Por último se analizan las partículas formadas en el ensayo, donde la morfología plana de éstas, indican que el mecanismo fundamental de desgaste ha sido la adhesión., con transferencia de material desde el Inconel al acero. No debemos dejar de lado la abrasión producida, que se pone de manifiesto por los surcos en las huellas de desgaste. Estas partículas, como se ha explicado con anterioridad, se endurecerán por deformación plástica durante el proceso de desgaste y serán las que den lugar a abrasión.

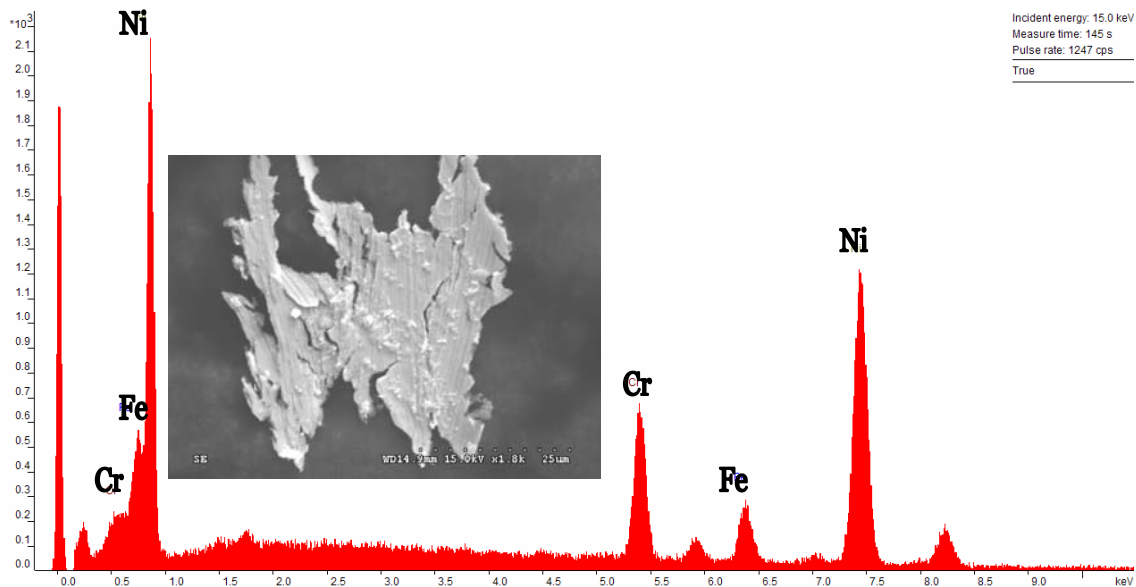


**Figura 3.35.** Espectro de partículas formadas en el ensayo a 100°C (L-P106).

A 100°C se observan (figura 3.35) partículas de aspecto poroso, típico de los materiales cerámicos como son los óxidos metálicos, aunque los elementos mayoritarios son los de la aleación base.



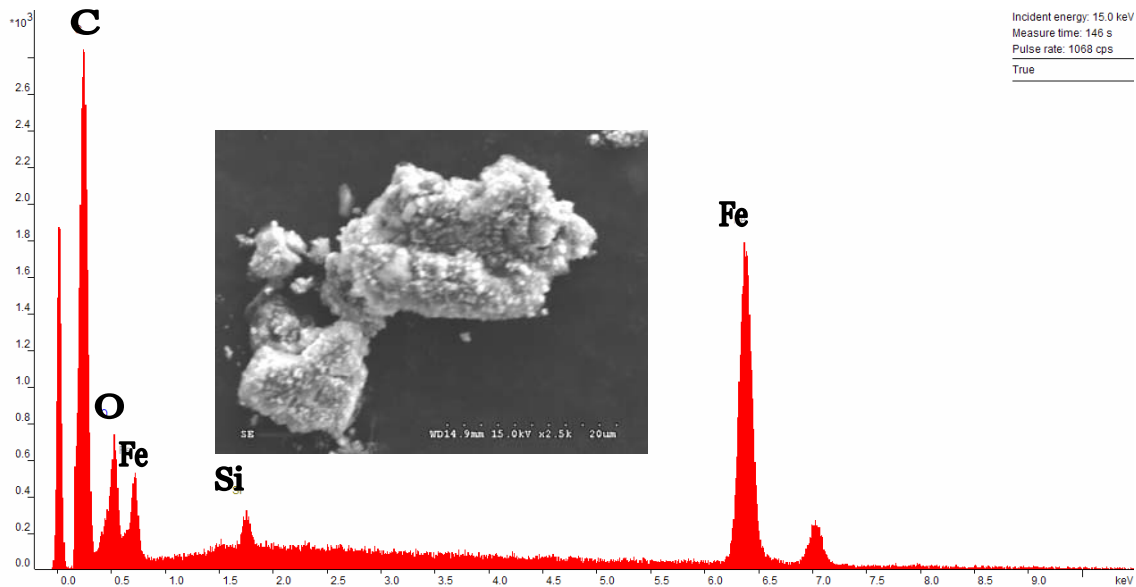
**Figura 3.36.** Espectro de partículas formadas en el ensayo a 100°C (L-P106).



**Figura 3.37.** Espectro de partícula formada en el ensayo a 200°C (L-P106).

Las partículas de las figuras 3.36 y 3.37 con su morfología plana y su composición correspondiente a Inconel 600, sin presencia de óxidos, se han formado por deformación plástica en la zona de contacto durante los ciclos de paso del punzón.





**Figura 3.38.** Espectro de partícula formada en el ensayo a 200°C (L-P106).

Por último, a 200°C, se observan también partículas con aspecto de polvo poroso, típicas de compuestos cerámicos, formadas por óxido de hierro (figura 3.38).

Para finalizar el estudio, se realizó un estudio por XPS de las huellas formadas a 100°C y 200°C (tabla 3.3). Los resultados confirmaron lo expuesto anteriormente. A 200°C los resultados del XPS en la huella de desgaste muestran un pico F1s, atribuible al fluoruro de níquel, el cuál no está presente a 100°C. Por lo que el líquido iónico reacciona con el Inconel 600, dando lugar a fluoruro de níquel, que protege la superficie de desgaste.

**Tabla 3.3.** Datos XPS para la huella de Inconel 600 en el ensayo de desgaste con L-P106.

	Energías de ligadura (eV)		
	O 1s	F 1s	Ni 2p
100°C	531,1; 532,1	-	852; 854
200°C	530,7; 531,8	684,4	852; 854,4