

Estudio tribológico del contacto acero AISI316L/Zafiro con películas autolubricantes de líquidos iónicos próticos

(Recibido: 01/04/2015; Aceptado: 11/05/2015)

Tulia Espinosa Rodríguez, Carlota Gómez Agrelo, María Dolores Bermúdez Olivares
Departamento de Ingeniería de Materiales y Fabricación. Universidad Politécnica de Cartagena
Campus Muralla del Mar. C/ Doctor Fleming, s/n. - 30202 Cartagena (Murcia) España
Teléfono: 868071179
Email: tulia.espinosa@upct.es

Resumen. Los líquidos iónicos han demostrado un comportamiento excelente en su uso como lubricantes de diferentes contactos mecánicos. En el presente trabajo se han generado y caracterizado capas finas de un líquido iónico prótico, el Adipato de Di-[bis(2-hidroxiethyl)amonio](DAd), sobre discos de acero inoxidable AISI 316L y, posteriormente, se ha estudiado su comportamiento tribológico frente a bolas de zafiro, en ensayos punzón-sobre-disco. Se ha demostrado que se consigue reducir el periodo de alta fricción inicial, el desgaste generado y el volumen de lubricante utilizado respecto a los resultados obtenidos cuando se usan como lubricantes disoluciones acuosas o el líquido iónico puro.

Palabras clave. Líquidos iónicos; Lubricación; Tribología.

Abstract. Ionic liquids have shown an outstanding performance as lubricants in different contacts. In the present work, the protic ionic liquid di[bis-(2-hydroxyethyl)ammonium] adipate (DAd) has been used to generate thin surface films on AISI316L stainless steel and their lubricating performance against sapphire balls has been studied. The results described in the present study show a good tribological performance of these thin surface films, in pin-on-disc tests, reducing the running-in period of high friction coefficient, preventing wear and reducing the volume of lubricant with respect to the results obtained when water+1%DAd and neat DAd are used as lubricants.

Keywords. Ionic liquids; Lubrication, Tribology.

1. Introducción

Los líquidos iónicos (LIs) [1] son fluidos compuestos por iones que son estables a temperatura ambiente o a bajas temperaturas. Presentan una gran variedad de propiedades como su alta estabilidad térmica, amplio rango electroquímico, alta conductividad, baja volatilidad e inflamabilidad, que los hacen útiles para un creciente número de aplicaciones.

1.1. Líquidos iónicos en Tribología

Desde el punto de vista de ciencia de materiales e ingeniería de superficies, los líquidos iónicos han mostrado un excelente comportamiento como lubricantes y aditivos de lubricantes [1,2], modificadores de nanofases [3], electrolitos [4], inhibidores de la corrosión [5] o como agentes para la formación de recubrimientos protectores [6].

1.2. Estudios previos con líquidos iónicos próticos como lubricantes

Existen dos grupos de líquidos iónicos: los apróticos y los próticos. Hasta ahora, los líquidos iónicos más usados como lubricantes son líquidos iónicos apróticos derivados del catión imidazolio con aniones que habitualmente contienen flúor, pudiéndose generar corrosión y tribocorrosión en la superficie del metal en contacto debido a los productos de descomposición de los aniones, como el ácido fluorhídrico (HF). Por ello, se están desarrollando

nuevos líquidos iónicos próticos libres de halógenos que sólo se componen de C, O, N y H. y se está estudiando su uso como lubricantes [7,8].

El agua sería un auténtico ecolubricante, barato, no inflamable y de fácil disponibilidad, pero presenta importantes desventajas debido a su carácter corrosivo, su pobre capacidad lubricante, su elevado punto de fusión y su bajo punto de ebullición. El uso de aditivos con compuestos activos sobre las superficies e interfases, intenta minimizar estos inconvenientes. Los LIs dan lugar a nanoestructuras ordenadas en disolución acuosa [9]. En este trabajo se utilizan nuevos LIs compatibles con el medioambiente y solubles en agua, como lubricantes en el contacto cerámico-metal, contacto que en la actualidad no es posible lubricar con agua debido a las altísimas temperaturas que se alcanzan en el contacto entre asperezas [10].

En trabajos previos [8] se estudió el uso del agua como lubricante en el contacto acero/zafiro y se comprobó que, al evaporarse el agua del contacto, se produce una transición a deslizamiento en seco, con un acusado incremento del coeficiente de fricción tras un periodo denominado "running-in". Se estudió también la adición de un 1% en peso de un líquido iónico prótico que sólo contenía C, O, N y H al agua, para evitar el desgaste en seco que se producía cuando ésta se evaporaba. Se comprobó que la adición de un 1% en peso de LI no sólo reducía el periodo de alta fricción inicial, sino que además

provocaba una transición a muy baja fricción cuando el agua se evaporaba debido a la formación de una película fina de LI adsorbida sobre la superficie del metal. También se estudió el comportamiento del líquido iónico prótico puro, obteniéndose muy buenos resultados en fricción y desgaste.

Por ello, se ha buscado un método para la obtención de una película fina de líquido iónico sobre la superficie del metal tratando de evitar o reducir el periodo de alta fricción inicial que es la parte del ensayo en la que se genera todo el desgaste en los ensayos con disoluciones acuosas y reducir el volumen de líquido iónico por ensayo que se utiliza cuando se usa el líquido iónico puro como lubricante.

2. Materiales y métodos

En el presente trabajo se ha estudiado la formación de una capa fina de un líquido iónico prótico que sólo contiene C, O, N y H, el Adipato de Di-[bis(2-hidroxietil)amonio] (DAd), sobre la superficie del acero y se ha estudiado su comportamiento tribológico.

Los ensayos tribológicos se han llevado a cabo bajo la configuración punzón-sobre-disco con discos de acero inoxidable AISI316L de idéntico tamaño (25mm de diámetro; 5mm de espesor; rugosidad de la superficie $R_a < 0,1\mu\text{m}$) y punzones con bola de zafiro (Al_2O_3 , 99%, 0,75mm de radio) en un tribómetro Microtest en ambiente de laboratorio, obteniendo así los coeficientes de fricción. La carga normal aplicada es de 1N, con un radio de giro de 9mm, una velocidad de $0,1\text{ms}^{-1}$ y una distancia de ensayo de 500m.

Se han realizado dos tipos de ensayos: ensayos de lubricación externa con 0,5 ml del líquido iónico prótico DAd puro y con 0,5 ml de la disolución de agua+1%DAd añadidos antes de comenzar el ensayo, y, por otro lado, se han generado capas finas de DAd sobre los discos de acero AISI316L.

La capa fina se ha obtenido cubriendo la superficie de los discos con la disolución de agua+1%LI en peso e introduciéndolos a la estufa de vacío a 60°C y 200mbar durante 3 horas, dejándolos reposar posteriormente un día en el desecador.

Una vez realizados los ensayos, se han obtenido las imágenes topográficas de la superficie en 3D mediante el perfilómetro óptico Talysurf CLI, calculando la pérdida de volumen en el disco y la tasa de desgaste en el mismo. Se han observado las huellas en el disco y el punzón en el microscopio óptico Leica y en el microscopio electrónico de barrido (SEM), analizando la composición dentro y fuera de la huella mediante espectroscopía de energías dispersivas (EDX).

3. Resultados

La Fig. 1 muestra el gráfico de fricción media para los ensayos realizados con el contacto acero AISI 316L/Zafiro lubricado con agua, agua+1%DAd, DAd puro y capa fina de DAd.

El agua presenta una pobre capacidad lubricante debido al contacto entre asperezas [10] que genera un régimen transitorio de muy alta fricción inicial y un desgaste severo [8]. Sin embargo, la adición de un 1% en peso del líquido iónico prótico DAd al agua reduce el periodo de alta fricción inicial y provoca una transición a baja fricción cuando el agua se evapora debido a la formación de una película fina de DAd adsorbida sobre la superficie del metal. Como se observa en los mapas elementales de la Fig. 2, existe un ligero aumento en la composición de carbono y oxígeno en el interior de la huella.

Con el DAd puro se obtiene un valor del coeficiente de fricción muy estable durante todo el ensayo.

En cuanto a los resultados obtenidos con la capa fina, se puede observar que el coeficiente de fricción se mantiene estable en un valor incluso inferior al obtenido con el DAd puro durante todo el ensayo.

Los valores de desgaste medio, los perfiles tridimensionales de las huellas de desgaste en el disco y las huellas generadas en la bola para los ensayos realizados en el contacto acero AISI316L/Zafiro vienen recogidos en la Tabla 1. Se puede observar que el desgaste producido con el DAd puro y con la capa fina es muy suave, obteniéndose un valor muy inferior al obtenido con el agua+1%DAd. Este valor de tasa de desgaste tan alto se produce en el periodo de alta fricción inicial, por lo que, eliminando este periodo, se consigue llegar a valores de tasa de desgaste muy bajos, las huellas generadas en el disco y en el punzón son casi inapreciables.

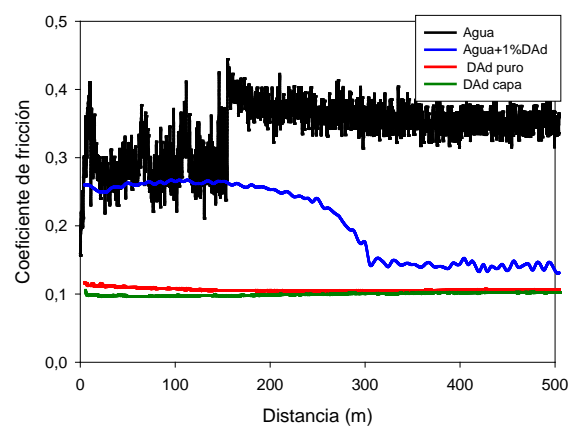


Fig. 1. Gráfico fricción-distancia de deslizamiento para el contacto acero AISI 316L/Zafiro lubricado con agua (negro), agua +1% DAd (azul), DAd puro (rojo) y capa fina de DAd (verde).

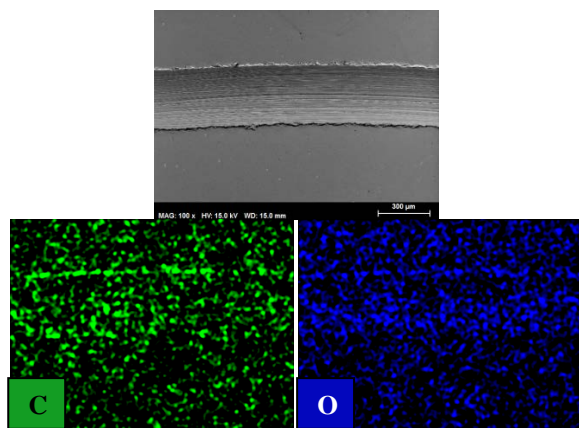


Fig. 2. Micrografía SEM y mapas elementales de carbono y oxígeno de la huella en el disco de AISI316L tras el ensayo tribológico con agua+1%DAd.

Tabla 1. Tasa de desgaste, perfil tridimensional de la huella de desgaste en el disco de AISI316L y micrografía óptica de la huella en la bola de zafiro para los ensayos tribológicos realizados.

Lubricante	Agua+1%DAd	DAd puro	Capa fina de DAd
Tasa de desgaste (mm ³ /N•m)	3,46x10 ⁻⁵	6,66x10 ⁻⁷	7,54x10 ⁻⁷
Huella en el disco			
Huella en el punzón			

4. Conclusiones

Se han llevado a cabo ensayos tribológicos en el contacto acero AISI 316L/Zafiro lubricado con agua, agua+1% en peso de líquido iónico prótico Adipato de Di-[bis(2-hidroxietil)amonio] (DAd), con DAd puro y con capa fina de DAd generada sobre acero AISI316L.

Cuando se usa el agua como lubricante, se produce una transición a deslizamiento en seco cuando ésta se evapora, con un incremento del coeficiente de fricción.

Cuando se usa agua+1%DAd como lubricante, se reduce el periodo de alta fricción inicial y se produce una transición a baja fricción cuando el agua se evapora debido a la formación de una película fina de LI adsorbida sobre la superficie del metal.

Cuando se usa el líquido iónico prótico puro se obtiene un valor del coeficiente de fricción muy bajo y estable, obteniéndose muy buenos resultados en desgaste.

Por último, con la formación de la capa fina a 60°C y 200mbar con el DAd sobre la superficie del acero AISI316L antes del ensayo, se ha logrado también

reducir el periodo de alta fricción inicial presente en los ensayos de agua+1%LI y reducir el desgaste. Además, se obtienen valores de fricción y desgaste muy similares a los obtenidos con el DAd puro, reduciendo el volumen de líquido iónico.

Agradecimientos

Este proyecto ha sido financiado por el Ministerio de Economía y Competitividad (Proyecto MAT2011-23162 y MAT2014-55384-P). Los autores quieren expresar su agradecimiento al Dr. M. Iglesias (Universidad Federal de Bahía, Brasil) por la síntesis de los líquidos iónicos próticos. T. Espinosa agradece al Ministerio de Educación, Cultura y Deporte la Beca del Programa de Formación del Profesorado Universitario, referencia AP2010-3485.

Referencias

- [1] Minami, I. (2009) "Ionic liquids in tribology". *Molecules*, pp. 2286-2305, vol. 14.
- [2] Bermúdez, M.D.; Jiménez, A.E.; Sanes, J.; Carrión, F.J. (2009) "Ionic Liquids as Advanced Lubricant Fluids". *Molecules*, pp. 2888-2908, vol. 14.
- [3] Saurín, N.; Sanes, J.; Bermúdez, M.D. (2014) "Effect of graphene and ionic liquid additives on the tribological performance of epoxy resin". *Tribol. Lett.* pp. 133-142, vol. 56.
- [4] Galinski, M.; Lewandowski, A.; Stepniak, I. (2006) "Ionic liquid as electrolytes". *Electrochim. Acta*, pp. 5567-5580, vol. 51.
- [5] Tüken, T.; Demir, F.; Kicir, N.; Sigircik, G.; Erbil, M. (2012) "Inhibition effect of 1-ethyl-3-methylimidazolium dicyanamide against steel corrosion". *Corros. Sci.*, pp. 110-118, vol. 59.
- [6] Espinosa, T.; Jiménez, A.E.; Martínez-Nicolás, G.; Sanes, J. Bermúdez, M.D. (2014) "Abrasion resistance of magnesium alloys with surface films generated from phosphonate imidazolium ionic liquids". *Appl. Surf. Sci.*, pp.267-273, vol.320.
- [7] Espinosa, T.; Sanes, J.; Jiménez, A.E.; Bermúdez, M.D. (2013) "Surface interactions, corrosion processes and lubricating performance of protic and aprotic ionic liquids with OFHC copper". *Appl. Surf. Sci.*, pp. 578-597, vol. 273.
- [8] Espinosa, T.; Jiménez, M.; Sanes, J.; Jiménez, A.E.; Iglesias, M.; Bermúdez, M.D. (2014) "Ultralow friction with a protic ionic liquid boundary film at the water-lubricated sapphire-stainless steel interface". *Tribol. Lett.*, pp. 1-9, vol. 53.
- [9] Łuczak J.; Hupka J.; Thoming J.; Jungnickel C.; (2008) "Self-organization of imidazolium ionic liquids in aqueous solution". *Collo. and Surf. A: Physicochem. Eng. Aspects*, pp.125-133, vol.329.
- [10] Bogdanovich P.N.; Tkachuk D.V. (2006) "Temperature distribution over contact area and "hot spots" in rubbing solid contact". *Tribol. Int.*, pp. 1355-1360, vol. 39.