



industriales
etsii

Escuela Técnica
Superior
de Ingeniería
Industrial

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA

Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial

Lubricación del contacto aluminio- acero con líquidos iónicos en atmósfera controlada

TRABAJO FIN DE GRADO

GRADO EN INGENIERÍA EN TECNOLOGÍAS INDUSTRIALES

Autor: Miguel Llopis Morales

Director/a: Dra. M^a Dolores Bermúdez Olivares

Codirector/a: Dra. Tulia Espinosa Rodríguez



Universidad
Politécnica
de Cartagena

Cartagena, 16 De Junio de 2016

Agradecimientos

En primer lugar dar las gracias a mis directoras de proyecto, la doctora D^a. María Dolores Bermúdez Olivares y a la doctora D^a. Tulia Rodríguez Espinosa, las cuales me han ayudado a la materialización de este trabajo, proporcionándome además la oportunidad de aprender de ellas no sólo académicamente sino personalmente.

En segundo lugar, al departamento de Materiales y Fabricación de la Universidad Politécnica de Cartagena, en especial al Grupo de Investigación de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica por permitirme utilizar todas las instalaciones y por toda la ayuda, consejos y amabilidad que me han proporcionado todos sin excepción a lo largo de todo este tiempo.

También agradecer por todo el cariño y paciencia que han mostrado para que cumpliera el sueño de ser ingeniero a las personas más importantes de mi vida:

- A mi familia al completo y en especial a mi padre Manuel, mi madre María Dolores y mi hermano Manu, sin su estímulo y apoyo constante y aguante durante estos cinco largos años habría desistido muchos años atrás. GRACIAS.
- A mis amigos de toda la vida: Alejandro, Antonio, Borja, Francisco, Parra, Rosi y Sergio por ayudarme a desconectar y recargarme las pilas cuando más lo necesitaba. GRACIAS.
- A las personas que conocí en la universidad y me llevo como amigos para toda la vida: Blas, Salva, Luis, Eduardo, Juan, Alfonso, Paco, Pablo, Miguel... GRACIAS.
- Al programa de radio "*Tiempo de Juego*" de la Cadena COPE. Su inestimable e incombustible compañía en momentos difíciles y de soledad han resultado de una ayuda que nunca podré devolver. GRACIAS.

f SéNeCa (+)

Agencia de Ciencia y Tecnología
Región de Murcia

Este trabajo es resultado del proyecto de investigación 19877/*GERM*/15 financiado por la Fundación Séneca-Agencia de Ciencia y Tecnología de la Región de Murcia en el marco del *PCTIRM* 2011 – 2014.

Este trabajo también es resultado del proyecto *MAT*2014 – 55384 – *P* financiado por el Ministerio de Economía y Competitividad.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

ÍNDICE

Agradecimientos	I
ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS	V
CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN	2
1.1.- Tribología	2
1.2.- Fricción	2
1.2.1.- Rozamiento estático	3
1.2.2.- Rozamiento dinámico	4
1.3.- Desgaste	4
1.3.1.- Tipos de desgaste mecánico	5
1.3.2.- Desgaste por cavitación	8
1.3.3.- Desgaste por oxidación	9
1.3.4.- Tipos de partículas de desgaste	9
1.3.5.- Relación entre fricción y desgaste	10
1.4.- Lubricación	11
1.4.1.- Objetivos principales de la lubricación	11
1.4.2.- Principios de lubricación	11
1.5.- Corrosión	14
1.5.1.- Clasificación de los procesos de corrosión	14
1.5.2.- Potencial de corrosión del sistema	14
1.6.- Líquidos iónicos	15
1.6.1.- Introducción	15
1.6.2.- Propiedades físico-químicas	16
1.6.3.- Estructura y organización de los <i>LIs</i>	16
1.6.4.- Aplicaciones de los <i>LIs</i> como materiales “verdes” en Ingeniería	19
1.6.5.- Propiedades lubricantes de los <i>LIs</i>	20
1.6.6.- Líquidos iónicos como lubricantes en contactos aluminio-acero	21
1.7.- El aluminio	22
1.7.1.- Evolución histórica	22
1.7.2.- Aleaciones de aluminio	23
1.7.3.- Tipos de aleaciones normalizadas	23
1.8.- Objetivos	25
CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	27
2.1.- Aluminio 2011 T3	27
2.2.- Punzón de acero <i>AISI</i> 52100	28
2.3.- Líquidos iónicos utilizados	29

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

2.3.1.- Lubricante iónico <i>LMP</i> 101	29
2.3.2.- Lubricante iónico <i>LMP</i> 102	29
2.3.3.- Lubricante iónico <i>LEP</i> 102	30
2.3.4.- Conductividades eléctricas de los líquidos iónicos	30
2.4.- Maquinaria utilizada	31
2.4.1.- Cortadora de precisión.....	31
2.4.2.- Pulidora metalográfica.....	31
2.4.3.- Rugosímetro.....	31
2.4.4.- Tribómetro.....	32
2.4.5.- Perfilómetro.....	33
2.4.6.- Microscopía óptica.....	34
2.4.7.- Microscopía electrónica de barrido (<i>SEM</i>).....	35
2.4.8.- Reómetro.....	36
2.4.9.- Centrífuga.....	37
2.4.10.- Instrumento de medida del ángulo de contacto (<i>DSA</i>)	38
2.5.- Procedimiento experimental de los ensayos de fricción y desgaste	40
2.5.1.- Preparación de las probetas de aluminio	40
2.5.2.- Medida de la rugosidad.....	41
2.5.3.- Presión de contacto y medida de los coeficientes de fricción.....	41
2.5.4.- Condiciones de los ensayos	41
2.5.5.- Medida del volumen de desgaste	42
2.5.6.- Análisis de las partículas de desgaste generadas.....	43
2.6.- Procedimiento experimental ensayos de corrosión	43
2.7.- Procedimiento experimental de los ensayos de ángulo de contacto.....	44
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS.....	46
3.1.- Introducción.....	46
3.2.- Ensayos de fricción y desgaste para el <i>Al</i> 2011 <i>T3</i>	46
3.2.1.- <i>LMP</i> 101	46
3.2.2.- <i>LMP</i> 102	52
3.2.3.- <i>LEP</i> 102.....	57
3.2.4.- Comparación de los ensayos tribológicos.....	62
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN	68
4.1.- Introducción.....	68
4.2.- Ensayos corrosión para el <i>Al</i> 2011 <i>T3</i>	68
4.2.1.- <i>LMP</i> 101	68
4.2.2.- <i>LMP</i> 102	71
4.2.3.- <i>LEP</i> 102.....	73

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA**

4.3.- Comparación de los ensayos de corrosión	76
CAPÍTULO 5: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE ÁNGULO DE CONTACTO	79
5.1.- Introducción	79
5.2.- Datos obtenidos de los ensayos.....	79
5.3.- Comparación de los ensayos de ángulo de contacto.....	79
CAPÍTULO 6: CONCLUSIONES	81
CAPÍTULO 7: BIBLIOGRAFÍA.....	83

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS

<i>at</i>	Átomos
<i>dB</i> A	Decibelios Ajustados
<i>EDX</i>	Energías Dispersivas de Rayos X
<i>EHL</i>	Lubricación elastohidrodinámica
<i>F</i>	Fuerza aplicada
<i>F_d</i>	Fuerza de fricción dinámica
<i>F_e</i>	Fuerza de fricción estática
<i>F_i</i>	Fuerza de inercia
<i>F_N</i>	Fuerza normal aplicada
<i>F_r</i>	Fuerza de rozamiento o fricción
<i>F_T</i>	Fuerza tangencial aplicada
<i>g</i>	Gravedad
<i>IACS</i>	Estándar Internacional de Cobre Recocido
<i>k</i>	Coefficiente dimensional de desgaste
<i>LEP 102</i>	Etilfosfonato de 1-etil- 3-metilimidazolio
<i>LI</i>	Líquido Iónico
<i>LMP 101</i>	Metilfosfonato de 1,3-dimetilimidazolio
<i>LMP 102</i>	Metilfosfonato de 1-etil-3-metilimidazolio
<i>m</i>	Masa
<i>m_f</i>	Masa final
<i>m_i</i>	Masa Inicial
<i>N</i>	Fuerza Normal
<i>P</i>	Peso
<i>PFPE</i>	Perfluoropoliéter
<i>R_a</i>	Rugosidad media
<i>R_{máx}</i>	Rugosidad máxima
<i>R_t</i>	Altura máxima del perfil de rugosidad
<i>S_a</i>	Rugosidad Media Superficial
<i>SEM</i>	Microscopía Electrónica de Barrido
<i>U</i>	Velocidad de deslizamiento
<i>XPS</i>	Espectroscopía electrónica de rayos-X
<i>μ</i>	Coefficiente de fricción
<i>μ_e</i>	Coefficiente de fricción estático
<i>μ_d</i>	Coefficiente de fricción dinámico
<i>ε</i>	Constante dieléctrica
<i>ρ</i>	Densidad
<i>η</i>	Viscosidad dinámica
<i>ν</i>	Viscosidad cinemática
<i>λ</i>	Relación entre espesor mínimo de película
<i>θ</i>	Ángulo de contacto
<i>γ_{lg}</i>	Tensión superficial líquido/gas
<i>γ_{sg}</i>	Tensión superficial sólido/gas
<i>γ_{sl}</i>	Tensión superficial sólido/líquido

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.1.- Tribología

La palabra tribología proviene del griego “*τριβος*” (tribos), que significa “frotamiento” o rozamiento, y de la palabra “logía”, que significa “ciencia”. Según la Real Academia Española de la Lengua, la tribología es la ciencia “*técnica que estudia el rozamiento entre los cuerpos sólidos, con el fin de reproducir mejor deslizamiento y menor desgaste de ellos*”.

Sin embargo, fue en 1966 cuando se estableció el concepto actual de esta palabra. Este año se publicó el conocido como “informe Jost”. Este informe se centraba en el impacto económico de la tribología, asegurando que si se aplicaran los conocimientos actuales sobre tribología, el PIB de las naciones tendría notables beneficios.

Así pues, la tribología es la ciencia y tecnología de los fenómenos que tienen lugar en la interfase de contacto entre dos sistemas, teniendo por objeto el estudio de materias tales como la lubricación, la fricción y el desgaste de materiales. Para entender a la tribología se requiere de conocimientos de física, de química y de la tecnología de materiales. Las tareas del especialista en tribología (tribólogo) son las de reducir la fricción y desgaste para conservar y reducir energía, lograr movimientos más rápidos y precisos, incrementar la productividad y reducir el mantenimiento. 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.

La tribología ha adquirido un gran interés en todas aquellas piezas, maquinarias, equipos y procesos industriales que se encuentran en movimiento, como puede tratarse de engranajes, embragues, rodamientos, turbinas, motores, fundiciones...

1.2.- Fricción

La fricción se define como la resistencia al movimiento relativo entre dos materiales que están en contacto. Fue Coulomb en 1781 el que, tras varios ensayos, 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.

La fuerza de fricción estática (F_e), necesaria para vencer la fricción homóloga, es siempre menor o igual al coeficiente de rozamiento estático (μ_e) entre los dos objetos (número medido empíricamente y que se encuentra tabulado) multiplicado por la fuerza normal (F_N). La fuerza cinética (F_d), en cambio, es igual al coeficiente de rozamiento dinámico (μ_d) por la normal en todo instante.

Podemos considerar que la fuerza de fricción estática es algo mayor que la dinámica, porque al permanecer en reposo ambas superficies pueden aparecer enlaces iónicos, o incluso microsoldaduras entre las superficies, factores que desaparecen en estado de movimiento. Éste fenómeno es tanto mayor cuanto más perfectas son las superficies.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN



Figura 1. Evolución de la fuerza de rozamiento (F_r) al aplicar una fuerza F

La fuerza de rozamiento (F_r) es proporcional a la componente normal, siendo F_N la fuerza normal aplicada:

$$F_r = \mu \cdot F_N$$

Como la componente normal permanece constante, podemos calcular μ_e y μ_d .

$$\mu_e = \frac{F_e}{F_N} \qquad \mu_d = \frac{F_d}{F_N}$$

1.2.1.- Rozamiento estático

El rozamiento estático es la fuerza que se opone al inicio del deslizamiento.

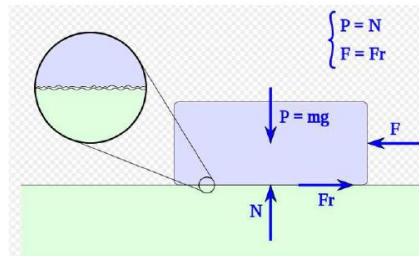


Figura 2. Fuerzas que intervienen en el rozamiento estático

Como se muestra en la *Figura 2*, dado un cuerpo en reposo al que se aplica una fuerza horizontal F , intervienen cuatro fuerzas:

- F : la fuerza aplicada.
- F_r : la fuerza de rozamiento entre la superficie de apoyo y el cuerpo, y que se opone al deslizamiento.
- P : el peso del propio cuerpo, igual a su masa por la aceleración de la gravedad.
- N : la fuerza normal con la que la superficie reacciona sobre el cuerpo sosteniéndolo.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.2.2.- Rozamiento dinámico

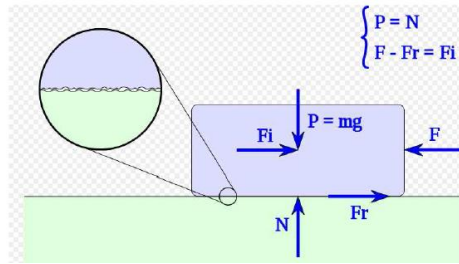


Figura 3. Fuerzas que intervienen en el rozamiento dinámico

Dado un cuerpo en movimiento como se muestra en la *Figura 3*, deben considerarse las siguientes fuerzas:

- F : la fuerza aplicada.
- F_r : la fuerza de rozamiento entre la superficie de apoyo y el cuerpo, y que se opone al deslizamiento.
- F_i : fuerza de inercia, que se opone a la aceleración del cuerpo, y que es igual a la masa del cuerpo por la aceleración que sufre.
- P : el peso del propio cuerpo, igual a su masa por la aceleración de la gravedad.
- N : la fuerza normal, con la que la superficie reacciona sobre el cuerpo sosteniéndolo.

1.3.- Desgaste

El desgaste puede ser definido como el daño superficial sufrido por los materiales después de determinadas condiciones de trabajo a las que son sometidos. Este fenómeno se manifiesta por lo general en las superficies de los materiales, llegando a afectar la sub-superficie. El resultado del desgaste, es la pérdida de material y la subsiguiente disminución de las dimensiones y por tanto la pérdida de tolerancias.

El desgaste, cualquiera que sea su origen, conduce al contacto entre las superficies del mecanismo que se encuentran en movimiento relativo, ocasionando un daño superficial que puede llegar a ser crítico, haciendo que las piezas de una máquina pierdan sus tolerancias y el mecanismo funcione de una manera errática o que fallen catastróficamente quedando inservibles y causando, consecuentemente, costosos daños y elevadas pérdidas en el sistema productivo.

En cualquier caso, el desgaste de un mecanismo es indeseable pero es imposible evitarlo ya que, aun cuando se controlen las causas que lo originan, no se podrá evitar la fatiga del material, ya que ésta es una propiedad intrínseca del propio material y conducirá a que finalmente el mecanismo se tenga que reemplazar. Si se quiere que las máquinas alcancen sus mayores índices de productividad es necesario lograr que los componentes que las constituyen se cambien debido a la fatiga y no por alguno de los muchos tipos de desgaste que se pueden presentar durante su explotación.

El estudio de los procesos de desgaste es parte de la ciencia de la tribología. La naturaleza compleja del desgaste ha retardado su estudio y lo ha encaminado hacia mecanismos o procesos específicos de desgaste. Algunos mecanismos (o procesos) específicos de desgaste son los explicados en los próximos apartados.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.3.1.- Tipos de desgaste mecánico

1.3.1.1.- Desgaste abrasivo

La norma *ASTM G40-92* define el desgaste abrasivo como la pérdida de masa resultante de la interacción entre partículas o asperezas duras que son forzadas contra una superficie y se mueven a lo largo de ella. Lo que sucede es que el material más duro, al clavarse en el otro, arranca trozos del material (llamado indentación, ranurado o esclopeado), o rompe las crestas del material más blando (llamado pulido). Los mecanizados, por ejemplo, son procesos de desgaste abrasivo, pero controlados y provocados.

La diferencia entre desgaste abrasivo y desgaste por deslizamiento es el grado de desgaste entre los cuerpos involucrados (mayor en el desgaste abrasivo), ya sea por la naturaleza, tipo de material, composición química o por la configuración geométrica.

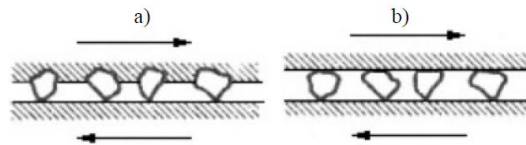


Figura 4. a) Desgaste abrasivo de 2 cuerpos b) Desgaste abrasivo de 3 cuerpos

Como se muestra en la *Figura 4*, el desgaste abrasivo puede ser dado de dos maneras:

- Desgaste abrasivo de dos cuerpos (a): el desgaste es causado por rugosidades duras pertenecientes a una de las superficies en contacto.
- Desgaste abrasivo a tres cuerpos (b): el desgaste es provocado por partículas duras sueltas entre las superficies que se encuentran en movimiento relativo.

1.3.1.2.- Desgaste adhesivo

Este tipo de desgaste se da entre materiales iguales o parecidos ya que, al tener mayor afinidad, se transfieren moléculas entre ellos que se pegan y, al continuar el movimiento relativo entre las dos superficies, se arrancan y desprenden.

La adhesión está asociada a toda formación y posterior rotura de enlaces adhesivos entre las interfases, cuando dos superficies son colocadas en contacto íntimo. La adhesión conlleva además al soldado en frío de las superficies.

Con respecto al desgaste adhesivo, el papel principal lo juega la interacción entre las superficies y su grado de limpieza, es decir, cuando el acercamiento entre los cuerpos es tal que no se presenta ningún tipo de impurezas, capas de óxido o suciedades, se permite que el área de contacto sea aumentada, pudiéndose formar uniones adhesivas más resistentes.

El desgaste adhesivo se ve favorecido por la presencia de altas presiones localizadas en las asperezas en contacto. Estas asperezas son deformadas plásticamente, permitiendo la formación de regiones soldadas localizadas. El desgaste adhesivo ocurre como resultado de la destrucción de los enlaces entre las superficies unidas, permitiendo que parte del material arrancado se transfiera a la superficie del otro. Así, la superficie que gana material aumenta su rugosidad con el agravante de que cuando el movimiento continúa, se genera desgaste abrasivo contra la otra superficie.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.3.1.3.- Desgaste por erosión

El desgaste erosivo se presenta en la superficie de los cuerpos, resultado del impacto de partículas sólidas, líquidas o gaseosas que los golpean. Estas partículas pueden actuar solas o de manera combinada. La erosión afecta a muchos materiales de ingeniería y, en general, a toda pieza que sea impactada por cualquier tipo de partícula.

Las partículas que causan el desgaste erosivo pueden estar en ambientes secos o húmedos, pudiendo actuar en formas muy variadas, tal como se muestra en la *Figura 5*. Cuando el medio de trabajo es húmedo (por ejemplo, un medio con agua y partículas de arena), la erosión y la corrosión son fenómenos que actúan de forma sinérgica, provocando la degradación acelerada de los materiales.

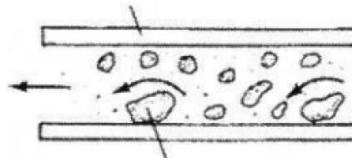


Figura 5. Desgaste erosivo a tres cuerpos

Cuando un material dúctil es impactado, se forman cráteres en su superficie, alrededor de los cuales aparece una pequeña protuberancia constituida de material removido. Después de múltiples impactos, el material es arrancado en forma de partículas de desgaste. La forma y tamaño de los cráteres formados dependen (entre otras variables) de la velocidad, tamaño y ángulo de impacto de las propias partículas. En la *Figura 6* es presentado el mecanismo de erosión en metales dúctiles.

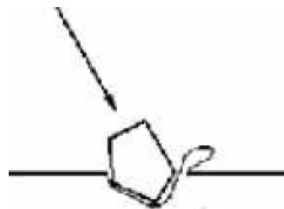


Figura 6. Desgaste erosivo en materiales dúctiles

Para materiales frágiles como los vidrios, cerámicos o metales muy duros, el desgaste es producido de forma diferente. Son en estos materiales donde los sucesivos impactos causan micro-grietas superficiales, las cuales crecen hasta que se unen, provocando el arranque de material. Este mecanismo es presentado en la *Figura 7*.

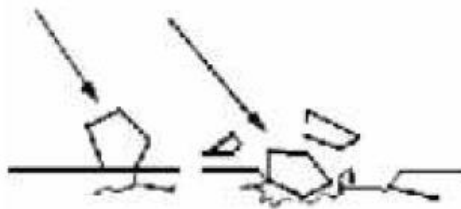


Figura 7. Desgaste erosivo en materiales frágiles

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.3.1.4.- Desgaste por fatiga

Este tipo de desgaste se da cuando una partícula que queda atrapada entre dos superficies marca o se clava en una de ellas, lo que provoca grietas, dislocaciones (cambios en la estructura del material), o roturas. En la *Figura 8* se puede ver como una partícula se ha clavado sobre la superficie y esto ha provocado que, por acción mecánica (esfuerzos), una grieta se propague y acabe rompiendo la pieza. Este tipo de desgaste ocurre cuando las piezas son sometidas a elevados esfuerzos, los cuales provocan la aparición y propagación de grietas bajo la acción repetitiva de éstos. Los esfuerzos a los que están sometidos los materiales, particularmente en las capas superficiales, promueven en la mayoría de los casos alteraciones en la estructura cristalina y en el tamaño de grano.

Con las nuevas tecnologías se ha necesitado de materiales que, a través de modernos procesos de producción o de tratamientos térmicos, presenten una combinación especial de microestructura y propiedades mecánicas, garantizando con esto niveles de tolerancia y acabado superficial cada vez mejores.

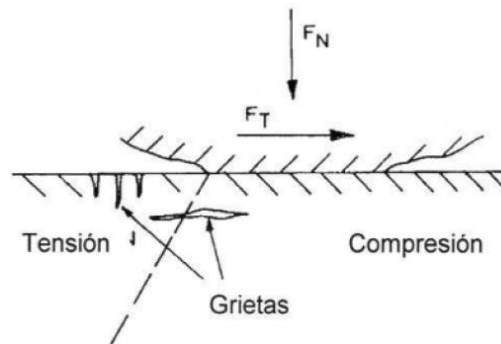


Figura 8. Desgaste por fatiga

1.3.1.5.- Desgaste por deslizamiento

Este tipo de desgaste es aquel en el cual hay un movimiento relativo entre dos superficies en contacto con una carga aplicada, donde el daño de la superficie no ocurre por riscado debido a la penetración de las asperezas o por partículas externas.

El desgaste por deslizamiento es uno de los tipos de desgaste que ocurre con más frecuencia en la industria y por esto es estudiado con gran interés por los investigadores. Una de las razones del gran esfuerzo dedicado al estudio del desgaste por deslizamiento es su complejidad, especialmente en lo que se refiere a los múltiples mecanismos involucrados. En el desgaste por deslizamiento están presentes mecanismos de adhesión, formación y crecimiento de grietas sub-superficiales por fatiga y formación de películas superficiales por procesos triboquímicos.

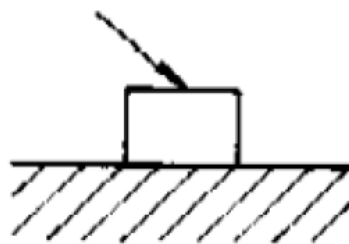


Figura 9. Desgaste por deslizamiento

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.3.1.6.- Desgaste por fretting

El desgaste por fretting ocurre entre dos superficies en contacto (no necesariamente moviéndose tangencialmente), las cuales experimentan pequeñas oscilaciones cíclicas de alta frecuencia y pequeña amplitud (del orden de 1 a 100 μm). Cuando algunas vibraciones aparecen en las superficies en contacto, ocurren pequeños deslizamientos en la dirección del movimiento relativo. Esos pequeños deslizamientos son causa de desgaste por fretting.

Un fenómeno asociado al daño por fretting es la aparición de grietas en la región afectada, lo que ocasiona reducción de la resistencia a fatiga del material.



Figura 10. Pieza sometida a desgaste por fretting

1.3.2.- Desgaste por cavitación

La cavitación se produce por la vaporización localizada de líquido a causa de la reducción de la presión por efectos dinámicos en una cierta zona del campo fluido. El fenómeno se caracteriza por la formación de burbujas de vapor en el interior del flujo o sobre las superficies sólidas en contacto con él. La condición física general para que aparezca la cavitación es que la presión absoluta del líquido se reduzca al nivel de la presión de vapor correspondiente a la temperatura a que está dicho líquido.

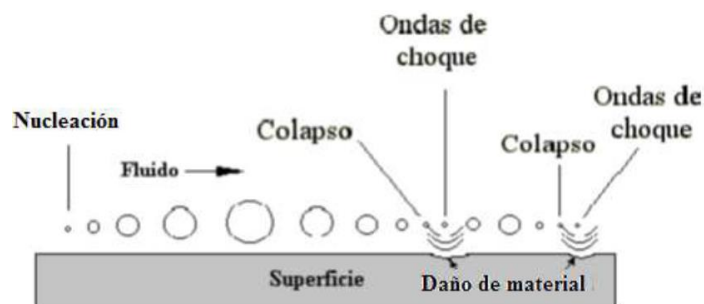


Figura 11. Desgaste por cavitación

Las burbujas formadas son arrastradas por el flujo y, al llegar a las zonas de alta presión, colapsan produciendo altas presiones (del orden de 10^4 atmósferas) y un sonido característico. El colapso de estas burbujas produce fuertes impactos de forma repetida sobre el material, que dan lugar al desgaste, de tal modo que la zona sometida a esas condiciones presenta una rápida erosión y un picado muy característico.

Es un tipo de desgaste que se produce especialmente en instalaciones hidráulicas, en partes como medidores de caudal, válvulas y turbomáquinas, entre otros. La entrada a bombas centrífugas y salida en turbinas suelen ser zonas donde es bastante posible que se produzca cavitación, donde la presión es más baja.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.3.3.- Desgaste por oxidación

Cuando los efectos del desgaste mecánico se combinan con un desgaste químico, se suelen producir efectos sinérgicos que dan lugar a pérdidas de material y a una degradación superficial mucho mayor que si simplemente se suman los dos mecanismos independientemente. Si, con otro mecanismo de desgaste, se arranca la capa de óxido de un metal, las partículas de óxido pueden generar abrasión. Además, el óxido vuelve a aparecer en estas áreas desnudas de la superficie y vuelve a separarse de ésta como consecuencia del contacto entre las asperezas, por lo que se produce un mayor deterioro de la superficie.

1.3.4.- Tipos de partículas de desgaste

Se pueden clasificar las distintas partículas debidas al desgaste según su morfología:

1. Morfología plana: Son partículas delgadas de desgaste que tienen forma de placa o de tipo hojuela y que se encuentran comúnmente tanto en seco como en presencia de un lubricante. Estas partículas se producen como resultado de un contacto con carga seguido de una descarga produciendo fatiga. Como resultado se nuclean y se propagan grietas y/o deformaciones plásticas en los puntos de contacto de ambas superficies.

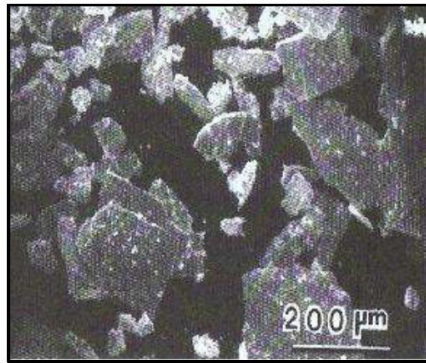


Figura 12. Partículas de desgaste con morfología plana de Cu-Be

2. Partículas con forma de cinta o cortadas: Usualmente también presentan una morfología curvada y rizada. Son resultado de una deformación plástica y son ocasionadas cuando se desprenden del borde de las irregularidades que presentan las superficies en contacto. Están producidas por asperezas afiladas o partículas abrasivas que desgastan la superficie del material.

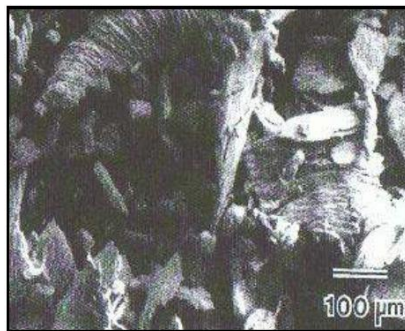


Figura 13. Partículas de desgaste con morfología de cinta de Acero AISI 304

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

3. Morfología esférica: Las partículas de desgaste que no escapan del contacto de ambas superficies tienden a convertir su morfología en morfología esférica por efecto de las rotaciones entre las superficies. Este tipo de partículas de desgaste no son muy comunes.

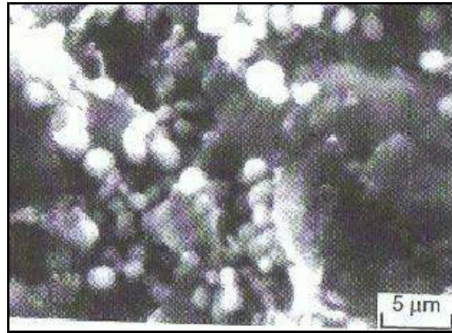


Figura 14. Partículas desgaste con morfología esférica

4. Morfología Irregular: La gran mayoría de partículas de desgaste son de este tipo. Se trata de partículas arrancadas y transferidas en el proceso de desgaste adhesivo y son fracturadas de la superficie de contacto.



Figura 15. Partículas de desgaste con morfología irregular de acero austenítico

1.3.5.- Relación entre fricción y desgaste

La fricción y el desgaste son dos fenómenos que están relacionados, debido a la influencia que puede producir uno sobre otro.

Hay que recordar que el fenómeno de la fricción está relacionado con el contacto superficial, donde son importantes las condiciones de carga además de la geometría y propiedades.

El desgaste, según lo visto, también se considera una respuesta integral del sistema y depende de muchos factores de los que también depende la fricción, aunque ambos parámetros son independientes.

Es decir, el desgaste puede influir en la fricción, por ejemplo mediante un cambio de rugosidad, y la fricción puede influir en el desgaste, por ejemplo mediante un efecto de calentamiento o de esfuerzos de tracción.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.4.- Lubricación

El propósito de la lubricación es la separación de dos superficies con deslizamiento relativo entre sí, de tal manera que no se produzca daño en ellas. Se intenta con ello que el proceso de deslizamiento sea con el rozamiento más pequeño posible. Para conseguir esto se intenta, siempre que sea posible, que haya una película de lubricante de espesor suficiente entre las dos superficies en contacto.

El lubricante en la mayoría de los casos es aceite mineral. En algunos casos se utiliza agua, aire o lubricantes sintéticos cuando hay condiciones especiales de temperatura, velocidad, etc.

Es interesante señalar que con la mejora de los procesos de fabricación de elementos metálicos (a partir de la revolución industrial) y el aumento de las velocidades de giro de ejes la lubricación hidrodinámica se convierte en el tipo normal de lubricación y empieza a ser estudiada.

La lubricación con grasas (lubricación límite) recibe una atención especial desde hace ya muchos años. Un gran número de famosos investigadores han estudiado la lubricación: Leonardo da Vinci (1508), Amontons (1699), Euler (1755), Coulomb (1774). Amontons y Coulomb hallaron que la fuerza de fricción (F_r) que hay que vencer para mover un cuerpo respecto a otro es proporcional a la carga normal aplicada (F_N); es decir existe una constancia del cociente (F_r/F_N), llamado coeficiente de fricción (μ).

1.4.1.- Objetivos principales de la lubricación

Los lubricantes desempeñan una variedad de funciones. La principal, que además es la más evidente, es la de reducir la fricción y el desgaste en maquinaria en movimiento. Además, los lubricantes son capaces de:

- Proteger las superficies metálicas contra la oxidación y la corrosión.
- Controlar la temperatura y actuar como agentes de transferencia de calor.
- Lavar la suciedad y las partículas contaminantes producidas por el desgaste.
- Transmitir potencia hidráulica.
- Absorber o amortiguar golpes.
- Reducir el desgaste.
- Sellar para evitar la entrada de contaminantes.

1.4.2.- Principios de lubricación

En presencia de un fluido lubricante, la relación λ entre el espesor de la película de lubricante y la rugosidad determina el régimen de lubricación. Un aumento de la carga normal sobre el contacto, una disminución de la velocidad o una disminución en la viscosidad del lubricante tienden a reducir el espesor de película. Bajo condiciones hidrodinámicas o elastohidrodinámicas, cuando no hay contacto entre las asperezas, el grado de desgaste será muy bajo.

Si λ baja de 3, sin embargo, podrá haber contacto entre algunas asperezas y entramos en el régimen mixto o elastohidrodinámico parcial. El grado de desgaste será ahora inevitablemente más alto. Para $\lambda < 1$, sólo la presencia de una capa límite o sólidos puede evitar que el grado de desgaste suba hasta el nivel encontrado en un sistema sin lubricación;

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

tales lubricantes son también muy valiosos para disminuir el grado de desgaste en el régimen elastohidrodinámico parcial (EHL).

La Figura 16 ilustra esquemáticamente estos regímenes de lubricación y desgaste. También muestra la variación del coeficiente de fricción, que sigue la conocida curva de Stribeck. Por otro lado, se recogen valores típicos del coeficiente dimensional de desgaste k para metales. Aunque los valores absolutos de k varían considerablemente entre diversos sistemas, los cambios relativos entre los distintos regímenes son representativos del comportamiento observado.

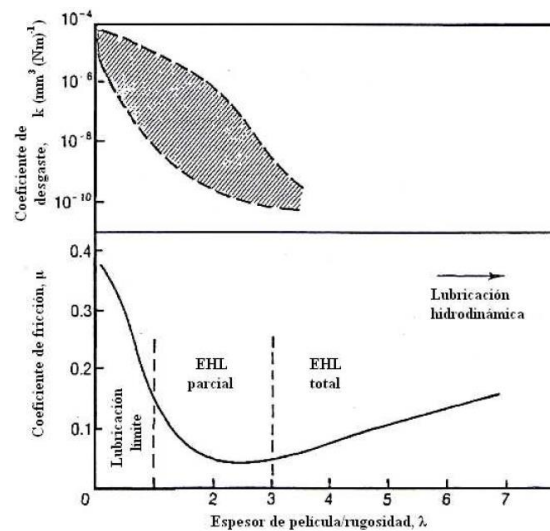


Figura 16. Curva de Stribeck

Un método alternativo de representar los datos de desgaste con lubricación consiste en el diagrama de transición *IRG*, Figura 17, (desarrollado por el Grupo Internacional de Investigación sobre Desgaste de Materiales de Ingeniería con el apoyo de la OCDE). El diagrama *IRG* representa los mecanismos de desgaste con lubricación sobre un mapa cuyas coordenadas representan la carga normal y la velocidad de deslizamiento. Los límites entre regímenes se determinan a partir de experimentos con contactos conformacionales, como la máquina de cuatro bolas o las geometrías de esfera o plano sobre cilindro.

La Figura 17 muestra un diagrama de transición *IRG* típico para acero sobre acero completamente sumergido en un baño de aceite a temperatura constante. Los límites separan tres regiones llamadas convencionalmente *I*, *II* y *III*.

El régimen *I* corresponde al EHL parcial. El coeficiente de fricción típico se sitúa entre 0,02 y 0,1 y permanece constante por largos períodos de tiempo después de un breve período transitorio de valor más alto. El grado de desgaste puede ser elevado durante este período inicial, pero disminuye rápidamente y continúa disminuyendo con la distancia recorrida, hasta que llega a ser muy pequeño (con un coeficiente dimensional de desgaste k menor de $10^{-9} \text{mm}^3 (\text{Nm})^{-1}$). Este comportamiento puede explicarse de la siguiente forma: en el período inicial las fuerzas de rozamiento llevan al calentamiento local y a la oxidación de las asperezas y el material se elimina por desgaste oxidativo. Este régimen puede describirse como desgaste suave. Según se van eliminando las rugosidades más altas de la superficie por

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

desgaste, el valor efectivo de λ aumenta, y las condiciones de *EHL* parcial o total. Por tanto, tanto la fricción como el desgaste disminuyen hasta alcanzar valores bajos y estables.

En el régimen *II*, el coeficiente de fricción inicial es más alto que en el régimen *I*, típicamente entre 0,3 y 0,4 para aceros. El grado de desgaste es también más alto, aunque aún tolerable para algunas aplicaciones de ingeniería ($k \cong 10^{-6} - 10^{-8} \text{mm}^3(\text{Nm})^{-1}$). En este régimen predomina la lubricación límite; los efectos de la película de lubricante son despreciables debido a las altas presiones de contacto y los consiguientes bajos valores de λ . Después de un período inicial más largo que en el régimen *I*, μ disminuye (hasta valores cercanos de 0,1). Esta caída se asocia con la oxidación general de las superficies en contacto. Al aumentar el desgaste y hacerse las superficies más lisas, λ aumenta, el efecto de la película puede hacerse importante y se puede llegar a condiciones de *EHL* parcial o total. El desgaste bajo condiciones de equilibrio en el régimen *II* es de carácter oxidativo, aunque el mayor desgaste inicial se asocia con mecanismos adhesivos que implican contactos entre asperezas desprotegidas.

En el régimen *III*, las condiciones son tan severas que ninguna película de lubricante puede evitar el contacto entre asperezas. Las superficies se comportan como en el desgaste en seco y el desgaste progresa rápidamente. Los coeficientes de fricción típicos se sitúan entre 0,4 y 0,5 con k mayor de $10^{-5} \text{mm}^3(\text{Nm})^{-1}$. El término “scuffing” se emplea a menudo para describir este régimen de desgaste en contactos concentrados, que se asocia con la ruptura de la lubricación.

La ruptura de la *EHL* parcial para dar bien lubricación límite (por ejemplo una transición entre los regímenes *I* y *II*), para velocidades más altas, bien directamente desgaste en seco (*I* a *III*), se indica por la curva de transición inferior en trazo continuo, en la *Figura 17*.

Esta transición puede entenderse si se considera que el espesor de película en *EHL* depende, entre otros factores, de la viscosidad del lubricante y de la velocidad. Un aumento de cualquiera de estas dos variables lleva a una película más gruesa aumentando así la capacidad de transporte de carga del contacto.

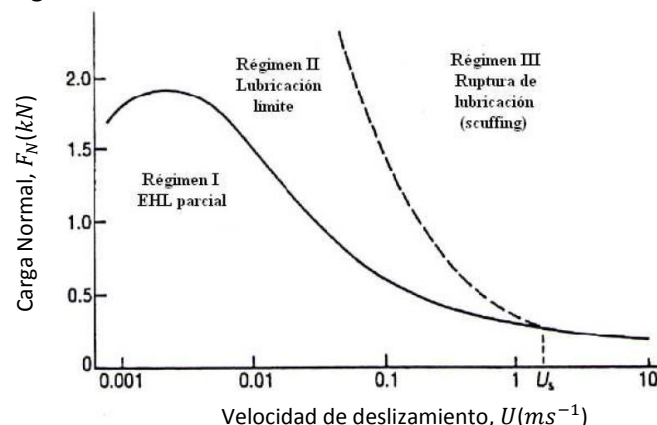


Figura 17. Diagrama de transición IRG para acero sobre acero sumergido en aceite a temperatura constante

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.5.- Corrosión

La corrosión puede ser definida como el ataque destructivo de un metal por reacción química o electroquímica con el medio. En ella se produce una transformación del elemento metálico a un compuesto más estable, que es un óxido.

Generalmente se usa el término “oxidación” para indicar la corrosión del hierro y de aleaciones en las que éste se presenta como el metal base, que son de las más comunes.

1.5.1.- Clasificación de los procesos de corrosión

Existen diversos criterios para clasificar los procesos de corrosión, pero la que nos permite tener una visión más global es la clasificación según la morfología del ataque, la cual se expone a continuación:

- Corrosión uniforme, homogénea o generalizada: el ataque a la superficie se produce de forma homogénea y, por lo tanto, la penetración del defecto en la pieza es aproximadamente constante en todos los puntos.
- Corrosión en placas o selectiva: se presenta en ciertas fases de un compuesto metálico y viene justificada por el hecho de que cada material tiene un comportamiento frente a la corrosión diferente.
- Corrosión por picaduras: el ataque se localiza en zonas aisladas de la superficie que no suelen superar los 1 ó 2 mm^2 por picadura y se propaga hacia el interior del metal formando pequeños túneles que avanzan a gran velocidad.
- Corrosión en resquicio: se presenta en zonas que, por su forma o naturaleza, están mal aireadas, como pueden ser solapes, uniones, intersticios, zonas roscadas y similares. Se debe a formación de pilas de aire diferencial.
- Corrosión intergranular: se trata de un fenómeno de corrosión que se produce en los bordes de grano de un metal, perdiéndose así coherencia entre los granos. Como consecuencia, se reducen las características mecánicas del material.
- Corrosión bajo tensión: se da sobre todo en aleaciones, cuando éstas se ven sometidas a tensiones en un medio próximo muy agresivo. Esto deriva en la formación de grietas que bien pueden atravesar el grano (transgranular) o bien propagarse siguiendo las trayectorias de los bordes de grano (intergranular).
- Corrosión por erosión: se produce cuando el movimiento del medio corrosivo sobre la superficie metálica incrementa la velocidad de ataque debido a desgaste mecánico, generalmente tiene la apariencia de picaduras poco profundas de fondo. La corrosión prospera en condiciones de alta velocidad, turbulencia, choque, etc.

1.5.2.- Potencial de corrosión del sistema

El potencial de un metal que se corroe libremente, sin imponer ningún tipo de señal externa, es lo que llamamos potencial de corrosión del sistema (E_{corr}). Este valor está relacionado con los procesos de formación y ruptura de películas pasivas de un metal. Una desviación del potencial libre hacia valores más positivos en el tiempo indica la formación de una capa pasiva protectora en la propia superficie del metal.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.6.- Líquidos iónicos

1.6.1.- Introducción

Los líquidos iónicos (*Lis*) pueden definirse como sales con temperatura de fusión por debajo de los 100°C. Dependiendo del punto de vista desde el cual se pretendan estudiar, los *Lis* pueden ser clasificados como una nueva clase de disolventes o como un tipo de material con múltiples y muy diversas aplicaciones. Si introducimos el término “*ionic liquid*” en la base de datos *ISI Web of Science* (Figura 18), se observa como se ha producido un crecimiento exponencial con el tiempo en el número de publicaciones relacionadas con el estudio de los *Lis* por las interesantes propiedades físico-químicas que poseen.

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.

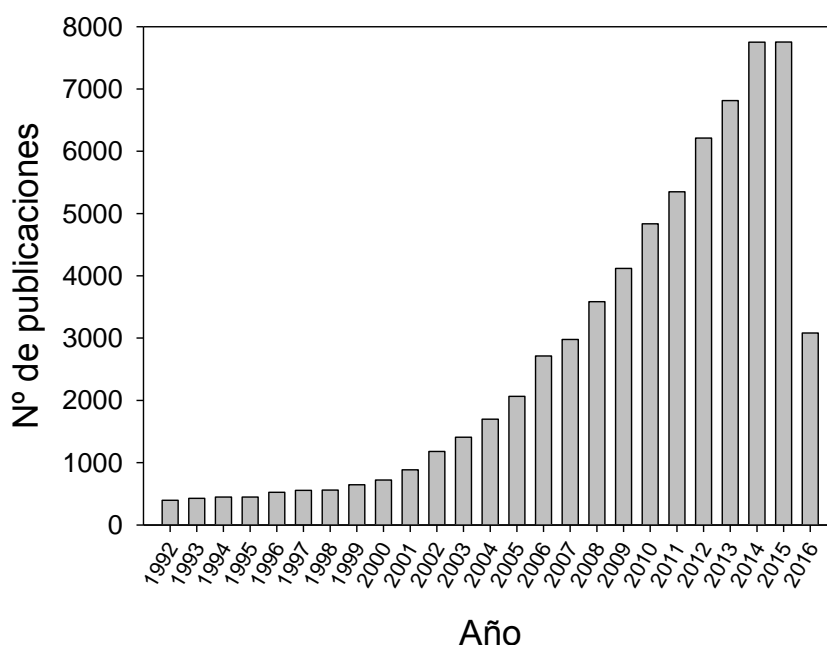


Figura 18. Evolución del nº de publicaciones sobre *Lis* desde la síntesis de los primeros *Lis* estables con la humedad

Podríamos definir a los *Lis*, en contraste con las sales fundidas convencionales, como sales con un amplio rango de temperaturas en las que su fase continúa siendo líquida.

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 *Lis* es enorme, del orden de $1 \cdot 10^3$. 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.

Inicialmente, 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 muy baja, ya que están

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

compuestos completamente de iones; inflamabilidad despreciable; un amplio rango de “líquidus”, es decir, una alta estabilidad térmica y un bajo punto de fusión; una miscibilidad controlada con los compuestos orgánicos y con agua; y la mayoría son sustancias higroscópicas, lo que quiere decir que absorben la humedad presente en el aire.

1.6.2.- Propiedades físico-químicas

Las propiedades físicas y químicas de los *LIs* vienen determinadas por la composición y estructura de los aniones y cationes que los forman. De esta forma, podemos ajustarlas variando la estructura y combinaciones de cationes y aniones, siendo esta versatilidad una de las principales características de estos materiales. A continuación, se explican brevemente las ya mencionadas propiedades físico-químicas en función del tipo de cadena presente en el *LI*.

- Punto de fusión: los líquidos iónicos están completamente ligados a sus puntos de fusión que a la vez están íntimamente relacionados con su estructura. La contribución catiónica y aniónica en el punto de fusión de estos compuestos nunca debe considerarse de forma separada ya que las interacciones que los mantienen juntos son las que gobiernan las características finales de estos líquidos iónicos.
- Temperatura de descomposición: el límite superior del rango de “líquidus” es usualmente fronterizo con la temperatura de descomposición térmica en los *LIs*, 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.
- Viscosidad: las viscosidades de los *LIs* 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 *LIs* con el mismo anión, la tendencia es que a cadenas alquilo más largas, se obtengan fluidos más viscosos.
- Densidad: las densidades registradas para los *LIs* varían entre 1,12 gcm^3 y 2,4 gcm^3 . Ésta parece ser la propiedad física menos sensible a las variaciones de temperatura, como se ha observado de forma experimental en algunos estudios.
- Solubilidad y Miscibilidad: la miscibilidad de los *LIs* con el agua puede variar de completamente miscible a casi totalmente inmisible, modificando tan sólo el anión. Esta variación depende de la capacidad que tenga cada anión de generar enlaces puente de hidrógeno entre cada una de las especies presentes en el medio. Además son solubles en numerosos medios y disuelven compuestos orgánicos polares y sales metálicas, lo que los hace muy interesantes en síntesis química.
- Polaridad: se ha determinado que la constante dieléctrica “ ϵ ” de los *LIs* 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, pudiendo ajustarse el valor de ϵ mediante cambios del catión y el anión del *LI*.

1.6.3.- Estructura y organización de los LIs

Como hemos podido ver en los apartados anteriores, el conocimiento de la estructura de los *LIs* puede jugar un papel muy importante a la hora de su diseño y 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 *LIs*.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.6.3.1.- Estructura de los líquidos iónicos puros

1.6.3.1.1.- Organización estructural en estado sólido

En estado sólido se ha comprobado que, efectivamente, los *LIs* 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 *Figura 19* y *Figura 20*).

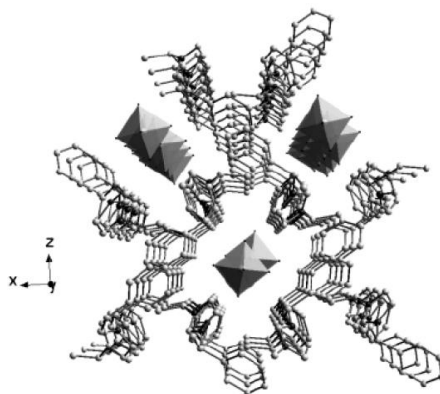


Figura 19. Estructura cristalina del hexafluorofosfato de 1,3-dimetilbenzilimidazolio (los octaedros representan los aniones de hexafluorofosfato)

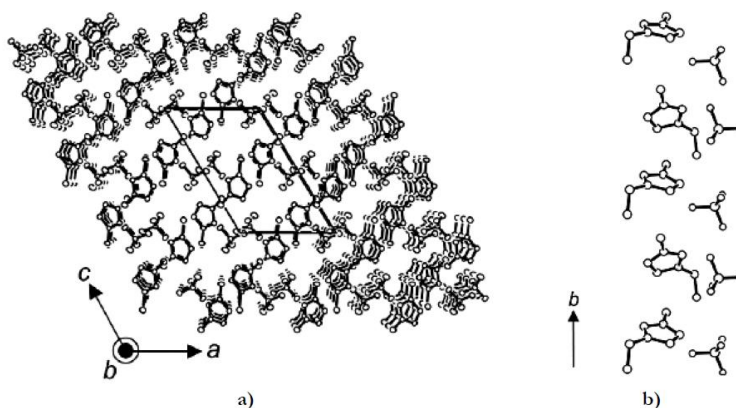


Figura 20. Estructura cristalina del tetrafluoroborato de 1-etil, 3-metilimidazolio: a) Empaquetamiento molecular; b) Estructura estratificada de aniones y cationes

1.6.3.1.2.- Organización estructural en estado líquido

En la mayoría de los casos sólo se produce un aumento del 10 – 15% del volumen entre el estado cristalino y el estado líquido de los *LIs*, por lo que las distancias ión-ión o átomo-átomo son similares en ambos estados. Las similitudes entre la estructura de los *LIs* 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 *LIs* 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 21*).

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

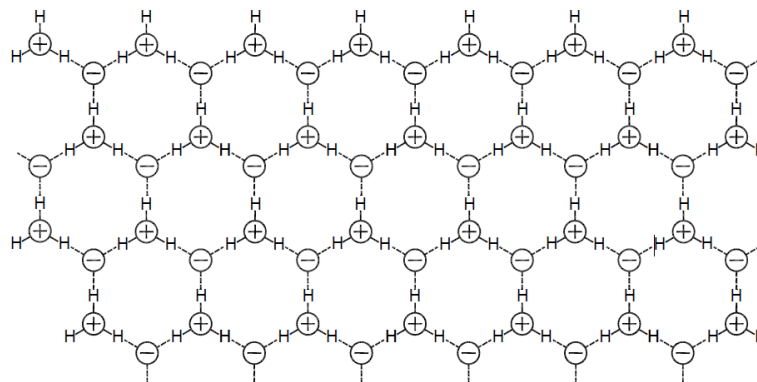


Figura 21. Ordenamiento de los LIs puros. Estructura supramolecular polimérica en estado líquido

1.6.3.2.- Estructura de los líquidos iónicos en disolución

La incorporación de otras moléculas a los LIs puede producir cambios en sus propiedades físico-químicas y en algunos casos provocar la formación de nanoestructuras de regiones polares y no polares (Figura 22).

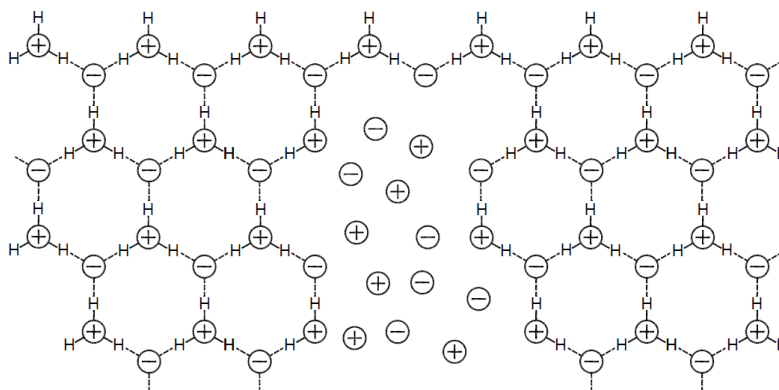


Figura 22. Ordenamiento de los LIs en presencia de otras moléculas

1.6.3.2.1.- Influencia de la presencia de agua

Compton fue el primer autor en postular que los LIs “húmedos” no debían considerarse como disolventes homogéneos, sino como materiales nanoestructurados en regiones polares y no-polares. Esta hipótesis permitía explicar las enormes diferencias encontradas en las propiedades físicas de los LIs 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.

Cuando se encuentran en disolución, los LIs son también capaces de mantener en gran medida la estructura de enlaces de hidrógeno, incluso con disolventes de baja constante dieléctrica. Los LIs 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 (Figura 23). 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.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

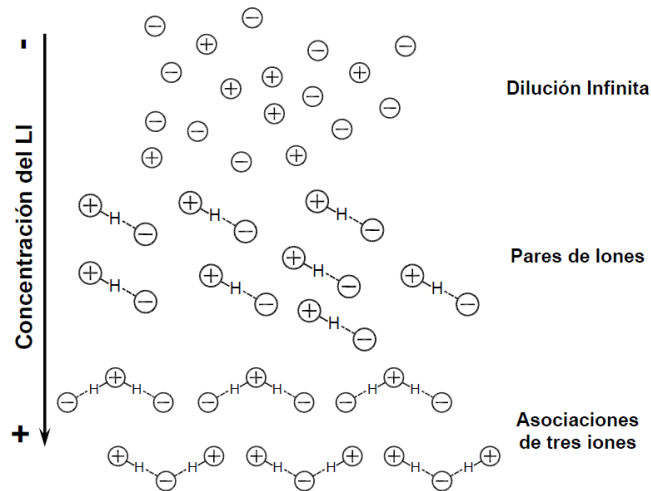


Figura 23. LI en disolución. Equilibrio iónico a diferentes concentraciones

En resumen, podríamos decir que mientras que los LIs 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.

1.6.4.- Aplicaciones de los LIs como materiales “verdes” en Ingeniería

Debido a su extremadamente baja volatilidad, los LIs 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.

- **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 LIs 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 LIs 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 LIs, 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 LIs miscibles con agua pueden tener una aplicación importante en campos como la electrocatalisis 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 LIs.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

- 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 LIs.
- Química analítica: los LIs han sido utilizados en cromatografía de gases, cromatografía líquida (HPLC) y electroforesis.
- 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 LIs en este campo, encontrándose buenos resultados para el polimetilmetacrilato.
- Dispersantes y tensoactivos: en general, se han utilizado LIs “no-convencionales” como aditivos en la formulación de sistemas de recubrimientos.
- Biosensores: se ha demostrado recientemente que diversos LIs 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 fármacos.
- Combustible para reactores de uso espacial: la naturaleza de los LIs 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 LIs 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 LIs 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 LIs han sido el desarrollo de un termómetro óptico y de una tinta libre de disolventes orgánicos.

Sin embargo, la implementación de los LIs 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 LIs, 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 LIs 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 LIs 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 que trabajan con la industria para determinar los peligros ecotoxicológicos de los LIs 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 LIs.

1.6.5.- Propiedades lubricantes de los LIs

Las singulares características que se han descrito para los LIs, 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.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

La estructura dipolar única de los *LIs* 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 *LIs* 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 en lubricación límite.

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

1.6.6.- Líquidos iónicos como lubricantes en contactos aluminio-acero

Los *LIs* se consideran buenos lubricantes debido a su conductividad eléctrica, la conductividad térmica y sus propiedades "verdes". Los estudios recientes han demostrado que algunos *LIs* pueden igualar o incluso superar el comportamiento tribológico de alto rendimiento de lubricantes tales como PFPEs. Este comportamiento les permite adsorberse física o químicamente y reaccionar con el sustrato superficial, así como la formación de superficies protectoras resistentes al desgaste durante el deslizamiento.

Los principales problemas relacionados con el uso de líquidos iónicos como lubricantes incluyen la corrosión, oxidación térmica, reacciones triboquímicas, así como la toxicidad. Estos problemas se pueden resolver o minimizar a través de la incorporación de aditivos anticorrosión, así como la selección cuidadosa de los cationes y aniones, y la caracterización completa de sus propiedades químicas y físicas y el examen de potencial de descomposición o mecanismos de reactividad.

En las primeras investigaciones sobre el uso de *LIs* como lubricantes, llevadas a cabo por *Liu* en 2001 en diversos contactos (acero-acero, acero-aluminio, acero-cobre, etc.), se observó una importante disminución de la fricción. Esto es debido a que, en contacto con el metal, se forman películas de lubricante que se adsorben y que están muy relacionadas con el tipo de material que esté en contacto (acero, aluminio, etc.), y tienen un espesor en el rango de unas decenas o centenas de nanómetros. Esta estructura única de los líquidos iónicos permite su fácil adsorción por parte de las superficies en contacto, permitiendo que se forme esta capa límite.

A priori, el hecho de introducir un líquido iónico como lubricante debería reducir el valor de fricción pero también es posible que aumente, ya que se pueden estar formando compuestos en la superficie, como por ejemplo ácido fluorhídrico, que son menos protectores que la capa de óxido inicial del metal.

Otros autores han estudiado la relación entre la longitud de la cadena y las propiedades que poseen. Los resultados indicaron que la cadena alquílica longitudinal juega un papel muy importante en la mejora de las propiedades tribológicas de los líquidos iónicos. Los *LIs* con cadenas laterales alquílicas largas tienen una excelente reducción de la fricción, y de las capacidades anti-desgaste y de la capacidad de soportar carga, especialmente a altas temperaturas y altas cargas. El buen resultado que ofrecen es debido a la formación de la película adsorbida comentada.

Otros resultados establecen que las propiedades tribológicas guardan una estrecha relación con la flexibilidad y la energía superficial de la película de lubricante para la fricción a

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

nanoescala. Sin embargo, para fricción a micro-escala, las propiedades tribológicas pueden determinarse no sólo por la flexibilidad de lubricante, sino también por la estructura rígida.

A pesar de todo, no es necesario que el líquido iónico se encuentre en estado puro para conseguir estos efectos. La adición de 1% en peso de algunos líquidos iónicos podría mejorar las propiedades de la película de las mezclas que forman, reduciendo la fricción y el desgaste.

Diversos autores han enumerado las posibles ventajas e inconvenientes de los líquidos iónicos usados como lubricantes.

Dentro de las ventajas se pueden destacar las siguientes:

- Versatilidad de propiedades fisicoquímicas, permitiendo modificarlas para un uso concreto con la simple selección del catión y del anión.
- Estabilidad química, no reaccionando con los demás elementos que intervienen en el proceso tribológico.
- Bajo punto de fusión.
- Baja o nula presión de vapor.
- Uso como disolvente.
- Buenos conductores, tanto térmicos como eléctricos.
- Multitud de aplicaciones (alto vacío, extrema presión o alta temperatura).

Con respecto a los inconvenientes principales:

- Escasa caracterización de las propiedades tribológicas de cada líquido iónico debido al inmenso número de ellos que se pueden sintetizar.
- Coste elevado. Pueden encontrarse líquidos iónicos con precios superiores a 2000 € / *kg*, aunque el precio medio es muy inferior. Además, debido a la creciente investigación en sintetización de elementos, estos costes están disminuyendo hasta unos 30 € / *kg*.

1.7.- El aluminio

1.7.1.- Evolución histórica

Su nombre inicial, *aluminum*, fue propuesto por el británico Sir Humphrey Davy en el año 1809. A medida que se sistematizaban los nombres de los distintos elementos, se cambió por coherencia a la forma *aluminium*, debido al uso uniforme del sufijo *-ium*. En el año 1825, el físico danés Hans Christian Oersted, descubridor del electromagnetismo, consiguió aislar por electrolisis unas primeras muestras, bastante impuras. El aislamiento total fue conseguido dos años después por Friedrich Wöhler.

La extracción del aluminio a partir de las rocas podía producir pequeñas cantidades de aluminio, reduciendo con sodio un cloruro mixto de aluminio y sodio, gracias a que el sodio era más electropositivo. Durante el siglo *XIX*, la producción era tan costosa que el aluminio llegó a tener un precio exorbitado, y tanpreciado como la plata o el oro.

En el año 1889 (con el asentamiento de la dinamo), Karl Bayer patentó un procedimiento para extraer la alúmina (óxido de aluminio) a partir de la bauxita, la roca natural. Con esta nueva técnica (amén de otras como la Hall Héroult) la producción de aluminio se incrementó vertiginosamente. Si en 1882, la producción anual alcanzaba apenas

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

las 2 toneladas, en 1900 alcanzó las 6.700 toneladas, en 1939 las 700.000 toneladas, 2.000.000 en 1943, y ha ido en aumento desde entonces, llegando a convertirse en el metal no férreo más producido en la actualidad.

La abundancia conseguida convirtió al aluminio en un metal común en lo que a precio se refiere. Hoy en día las líneas generales del proceso de extracción se mantienen, aunque se recicla de manera general desde 1960 por motivos medioambientales pero también económicos, ya que la recuperación del metal a partir de la chatarra cuesta un 5% de la energía de extracción a partir de la roca.

1.7.2.- Aleaciones de aluminio

La evolución técnica continúa experimentando y aplicando nuevas aleaciones de aluminio, entre ellas las más corrientes son las que tienen como componentes principales el cobre y el silicio, cada uno de los cuales le aportan características particulares. Aleado con el cobre, éste le disminuye el inicio del punto de fusión, produciéndose a partir de los 530°C, pero aumenta la resistencia a la rotura y su límite elástico, tiene el inconveniente de reducir su resistencia a los agentes atmosféricos aumentando su fragilidad.

Los principales elementos aleantes del aluminio son los siguientes, y se enumeran las ventajas que proporcionan:

- *Cromo (Cr)*: aumenta la resistencia mecánica cuando está combinado con otros elementos *Cu, Mn, Mg*.
- *Cobre (Cu)*: incrementa las propiedades mecánicas pero reduce la resistencia a la corrosión.
- *Hierro (Fe)*: incrementa la resistencia mecánica.
- *Magnesio (Mg)*: tiene alta resistencia tras el conformado en frío.
- *Silicio (Si)*: combinado con magnesio (*Mg*), tiene mayor resistencia mecánica.
- *Manganeso (Mn)*: incrementa las propiedades mecánicas y reduce la calidad de embutición.
- *Titanio (Ti)*: aumenta la resistencia mecánica.
- *Zinc (Zn)*: aumenta la resistencia a la corrosión.

1.7.3.- Tipos de aleaciones normalizadas

Las aleaciones de aluminio forjado se dividen en dos grandes grupos: las que no reciben tratamiento térmico y las que reciben tratamiento térmico.

1.7.3.1.- Aleaciones de aluminio forjado sin tratamiento térmico

Las aleaciones que no reciben tratamiento térmico solamente pueden ser trabajadas en frío para aumentar su resistencia. Hay tres grupos principales de estas aleaciones según la norma *AISI-SAE* que son los siguientes:

- *Aleaciones 1XXX*: Son aleaciones de aluminio técnicamente puro, al 99,9% siendo sus principales impurezas el hierro y el silicio como elemento aleante. Se les aporta un 0,12% de *Cu* para aumentar su resistencia. Tienen una resistencia aproximada de 90 *MPa*. Se utilizan principalmente para trabajos de laminados en frío.
- *Aleaciones 3XXX*: El elemento aleante principal de este grupo de aleaciones es el manganeso que está presente en un 1,2% y tiene como objetivo reforzar el aluminio.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

Tienen una resistencia aproximada de 110 MPa. Se utilizan en componentes que exijan buena maquinabilidad.

- Aleaciones 5XXX: En este grupo de aleaciones el magnesio es el principal componente aleante. Su aporte varía del 2 al 5%. Esta aleación se utiliza para lograr reforzamiento cuando se necesita conseguir un endurecimiento por solución sólida. Tiene una resistencia aproximada de 190 MPa.

1.7.3.2.- Aleaciones de aluminio forjado con tratamiento térmico

Algunas aleaciones pueden reforzarse mediante tratamiento térmico en un proceso de precipitación. El nivel de tratamiento térmico de una aleación se representa mediante la letra *T* seguida de un número (por ejemplo *T5*). Hay tres grupos principales de este tipo de aleaciones.

- Aleaciones 2XXX: el principal aleante de este grupo de aleaciones es el cobre, aunque también contienen magnesio. Estas aleaciones con un tratamiento *T6* tienen una resistencia a la tracción aproximada de 440 MPa y se utiliza en la fabricación de estructuras de aviones. Algunas de estas aleaciones se denominan duraluminio.
- * En este proyecto se han usado probetas de *Al 2011 T3*.

Las aleaciones de *Al 2011* son de fácil mecanización, se puede trabajar con altas velocidades en todo tipo de piezas con geometría de revolución como racores de conexión rápida, manguitos, bridas, arandelas, tornillos, poleas, pistones, cilindros neumáticos, tapones, etc.

- Aluminio 6XXX: los principales elementos aleantes de este grupo son magnesio y silicio. Con unas condiciones de tratamiento térmico *T6* alcanza una resistencia a la tracción de 290 MPa y es utilizada para perfiles y estructuras en general.
- Aleaciones 7XXX: Los principales aleantes de este grupo de aleaciones son zinc, magnesio y cobre. Con un tratamiento *T6* tiene una resistencia a la tracción aproximada de 500 MPa y se utiliza para fabricar estructuras de aviones.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN**

1.8.- Objetivos

El objetivo del presente proyecto es estudiar el comportamiento tribológico de diferentes líquidos iónicos derivados del fosfonato en el contacto aluminio-acero y las interacciones superficiales que se producen. Para realizar el estudio tribológico, se llevará a cabo un estudio de corrosión previo por lo que será necesario realizar ensayos de corrosión y tribológicos.

- Objetivos de los ensayos de corrosión
 - El objetivo que se quiere alcanzar con este ensayo es comprobar si se produce algún tipo de corrosión o modificación de superficie en las chapas de aluminio al estar inmersas en el líquido iónico para determinar si éste es apto para ser usado como lubricante del contacto.

- Objetivos de los ensayos tribológicos
 - Se pretende estudiar el comportamiento tribológico de tres líquidos iónicos derivados del fosfonato que contienen el catión imidazolio y su uso como lubricante en contactos aluminio-acero, comparando estos resultados entre sí y con otros lubricantes utilizados en estudios previos.

CAPÍTULO 2

MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este proyecto se han realizado dos tipos de ensayos para determinar el comportamiento de los líquidos iónicos. Por un lado, ensayos de fricción y desgaste. Por otro, ensayos de corrosión.

En el primer grupo de ensayos se ha empleado el contacto entre una bola de acero AISI 52100 y probetas de aluminio 2011 T3 para determinar el comportamiento tribológico de los líquidos iónicos como lubricantes de dicho contacto en estado puro.

En el segundo grupo de ensayos se ha determinado la velocidad de corrosión que experimentan las probetas de aluminio en presencia de los diferentes líquidos iónicos utilizados en este trabajo, utilizando el “método de pérdida de peso”.

A continuación se describen los materiales utilizados en ambos tipos de ensayos.

2.1.- Aluminio 2011 T3

Se parte de una barra redonda trefilada de 40 mm de diámetro de aleación de aluminio 2011, proporcionada por la empresa “Alu-stock” que luego se ha cortado para la elaboración de las probetas de tribología.

- Composición química:

Elementos (%)								
Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Pb	Mg	Bi	Al
0,14	0,6	5,74	0,04	0,03	0,31	0,01	0,53	92,6

Tabla 1. Composición química del aluminio 2011

- Estado T3: Temple, deformación en frío y maduración natural.
- Estructura: Partículas de Cu_2FeAl_7 y $CuAl_2$ insertas en la matriz de Al (Figura 24).

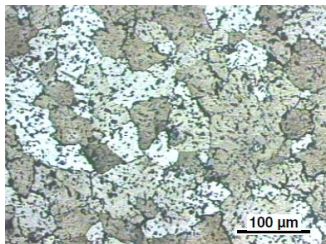


Figura 24. Microestructura del aluminio 2011 T3

- Propiedades mecánicas: las propiedades a tracción, así como la dureza de la aleación Al 2011 a temperatura ambiente, vienen reflejadas en la Tabla 2 mostrada a continuación:

Tratamiento	Resistencia a Tracción (MPa)	Límite Elástico (MPa)	Elongación (%)	Dureza HV
T3	373,3	305,9	18,3	115

Tabla 2. Propiedades mecánicas del aluminio 2011

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- Coeficiente de Poisson: 0,33 a 20°C.
- Módulo Elástico: a tracción: 70 GPa; a cortadura: 26 GPa.
- Resistencia a fatiga: 124 MPa (para $5 \cdot 10^8$ ciclos).

- Propiedades físicas:
 - Densidad a 20°C: 2,82 g/cm³.

- Propiedades térmicas:
 - Temperatura de "líquidus": 638°C.
 - Temperatura de "sólidus": 541°C.
 - Temperatura de fusión incipiente: 535°C.
 - Coeficiente de expansión térmica lineal: 23,1 $\mu\text{m}/\text{mK}$ a 20°C.
 - Coeficiente de expansión térmica volumétrico: $67 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{m}^3\text{K}$.
 - Calor específico: 864 J/(kg · K) a 20°C.
 - Conductividad térmica: 173 W/mK a 20°C.

- Propiedades eléctricas:
 - Conductividad eléctrica a 20°C: 39% IACS.
 - Resistividad eléctrica a 20°C: 44 n $\Omega \cdot \text{m}$.
 - Difracción rayos X:

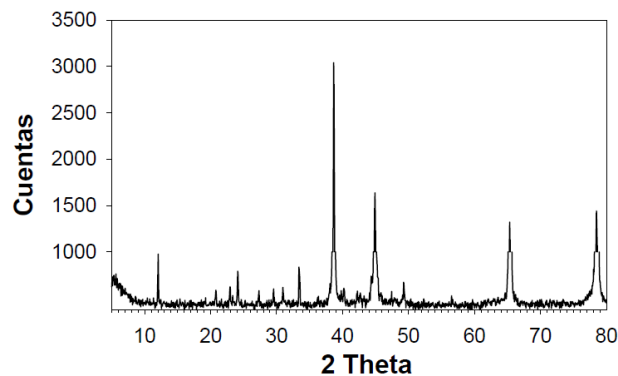


Figura 25. Difractograma del Al 2011 T3

2.2.- Punzón de acero AISI 52100

En el punzón de los ensayos pin-on-disk (Figura 26) 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 26. Punzón con bola de acero

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.3.- Líquidos iónicos utilizados

2.3.1.- Lubricante iónico LMP 101

Es un líquido iónico aprótico denominado *1,3-Dimethylimidazolium methylphosphonate* (Metilfosfonato de 1,3-dimetilimidazolio) de la casa "SOLVIONIC" que por comodidad llamaremos LMP 101.

Su estructura molecular es la que se muestra a continuación:

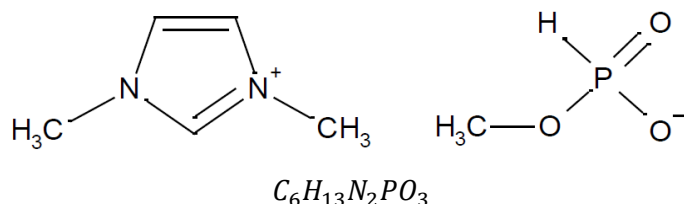


Figura 27. Estructura molecular y debajo su fórmula química del LMP 101

Una propiedad importante a considerar es la solubilidad, cuyas características se muestran a continuación:

Disolvente	Solubilidad
Agua	Soluble
Etanol	Soluble
Metanol	Soluble
Acetona	Parcialmente Soluble
Tolueno	Insoluble
Hexano	Insoluble
Éter	Insoluble

Tabla 3. Solubilidad de LMP 101

2.3.2.- Lubricante iónico LMP 102

Es un líquido iónico aprótico denominado *1-Ethyl-3-methylimidazolium methylphosphonate* (Metilfosfonato de 1-etil-3-metilimidazolio) de la casa "SOLVIONIC" que abreviadamente llamamos LMP 102.

Su estructura molecular es la que se muestra a continuación:

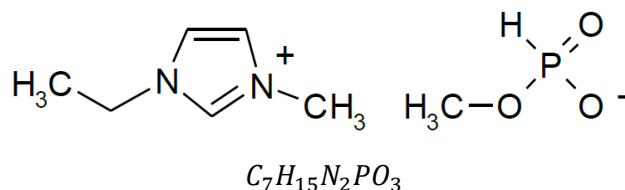


Figura 28. Estructura molecular y debajo su fórmula química del LMP 102

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En cuanto a su solubilidad debemos de saber que:

Disolvente	Solubilidad
Agua	Soluble
Etanol	Soluble
Metanol	Soluble
Acetona	Parcialmente Soluble
Tolueno	Insoluble
Hexano	Insoluble
Éter	Insoluble

Tabla 4. Solubilidad de LMP 102

2.3.3.- Lubricante iónico LEP 102

Es un líquido iónico aprótico denominado *1-Ethyl-3-methylimidazolium ethylphosphonate* (Etilfosfonato de 1-etil-3-metilimidazolio) de la casa "SOLVIONIC" que abreviadamente llamamos LEP 102.

Su estructura molecular es la que se muestra a continuación:

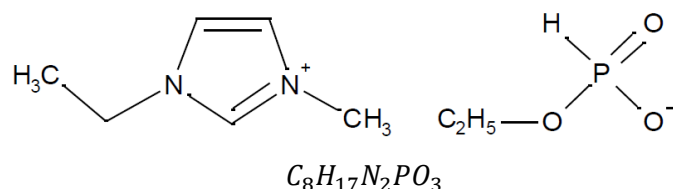


Figura 29. Estructura molecular y debajo su fórmula química del LEP 102

En cuanto a su solubilidad, debemos de saber que:

Disolvente	Solubilidad
Agua	Soluble
Etanol	Soluble
Metanol	Soluble
Acetona	Parcialmente Soluble
Tolueno	Insoluble
Hexano	Insoluble
Éter	Insoluble

Tabla 5. Solubilidad de LEP 102

2.3.4.- Conductividades eléctricas de los líquidos iónicos

Se ha medido la conductividad eléctrica de los líquidos iónicos en estado puro, obteniendo los siguientes valores y agrupándolos en la *Tabla 6*:

Líquido iónico	Conductividad (S/cm)
LMP 101	$4,651 \cdot 10^{-3}$
LMP 102	$4,040 \cdot 10^{-3}$
LEP 102	$3,578 \cdot 10^{-3}$

Tabla 6. Conductividad eléctrica e los líquidos iónicos

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.4.- Maquinaria utilizada

2.4.1.- Cortadora de precisión

El corte del redondo de aluminio se ha llevado a cabo utilizando una cortadora de precisión “Mecatome T 201 A” del fabricante “Presi”.



Figura 30. Cortadora de precisión

2.4.2.- Pulidora metalográfica

Para el desbaste y pulido de las probetas se ha utilizado la pulidora “Phoenix Beta”, de la casa “Buehler”, con una velocidad de giro comprendida en un intervalo de 100 – 200 rpm aproximadamente.



Figura 31. Pulidora metalográfica

Para nuestro estudio, al utilizar aluminio, los discos utilizados están preparados para que sean utilizados sólo con aluminio. Tienen la siguiente granulometría y utilizados en el orden siguiente: 600, 1200, 2500 (*granos/pulgada²*).

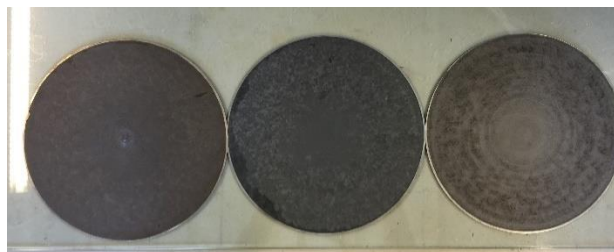


Figura 32. Papeles de desbaste

2.4.3.- Rugosímetro

La rugosidad superficial es el conjunto de irregularidades de la superficie real definidas en una sección. Los rugosímetros miden el perfil de las superficies haciendo un barrido en línea

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

recta para una determinada distancia. El palpador sigue el perfil convirtiendo las pequeñas variaciones de altitud de la superficie en señales eléctricas que son registradas mediante el software de la propia máquina. Una vez realizada la medida, el software calcula una serie de parámetros, de gran importancia para comprobar que se ha realizado un correcto pulido tales como la desviación media del perfil de rugosidad R_a , y la altura máxima del perfil de rugosidad R_t entre otros.

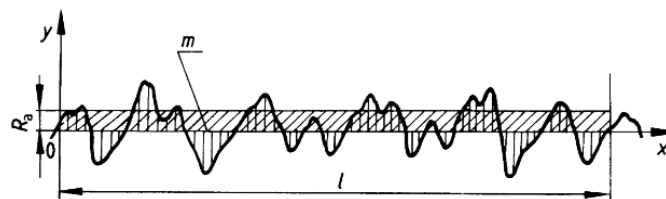


Figura 33. Desviación media del perfil de rugosidad

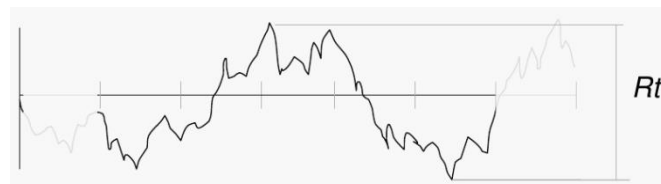


Figura 34. Altura máxima del perfil de rugosidad

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 este proyecto se ha realizado la medida de la rugosidad siguiendo 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 autorrepetición que permiten, junto con el menú, la configuración y ejecución de todas las funciones.



Figura 35. Rugosímetro

2.4.4.- Tribómetro

Para la realización de los ensayos tribológicos se ha utilizado el tribómetro modelo "ISC-200" introducido en una cámara de vacío. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente. Se aisló el tribómetro del ambiente exterior anotando los valores de temperatura y humedad relativa antes y después del ensayo.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

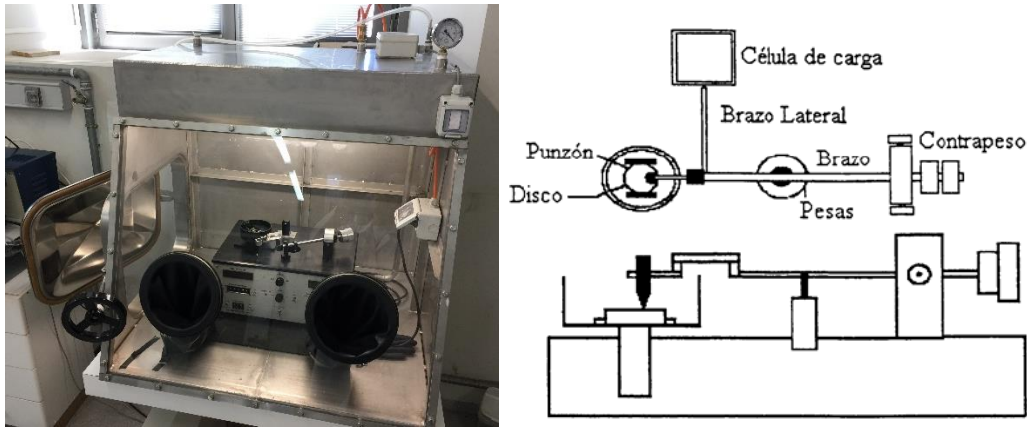


Figura 36. Tribómetro introducido en cámara de vacío (alzado y planta)

Las medidas del coeficiente de fricción en función de la distancia se registran a tiempo real mediante el programa informático "PC-Stripchart".

En todos los ensayos de fricción y desgaste se utilizó la configuración de contacto punzón sobre disco, tal y como se muestra en la Figura 37 siguiente:

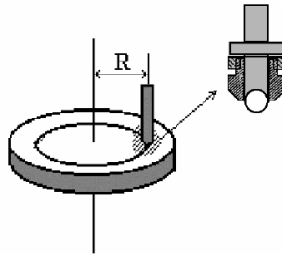


Figura 37. Detalle de la configuración de contacto y del punzón de acero

2.4.5.- Perfilómetro

Para estudiar la morfología de las huellas de desgaste del Al procedentes del tribómetro y el valor del propio desgaste, se ha utilizado un microperfilómetro óptico de no contacto con el que se puede obtener una reproducción tridimensional del perfil de la huella en la probeta.

A continuación, se presentan las características técnicas más importantes, que son:

- Marca y modelo: "Taylor Hobson Talysurf CLI 500".
- Rango de medida: 100x50x50 (mm).
- Alcance del foco: 1000 μm .
- Dimensiones máximas de la muestra: 50/100/200 mm x 50 mm x 50 mm.
- Peso máximo de la muestra: 10 kg.
- Distancia de trabajo: 10 mm.
- Nivel de ruido: 18 nm.
- Diámetro del punto: 14 μm .
- Límite de la pendiente en superficies reflectantes: ± 30 .
- Parámetros que permite obtener:
 - Medición de micro-alturas.
 - Tamaño y consistencia del granulado.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- Áreas y volúmenes.
- Zonas de contacto.
- Topografía superficial.
- Rugosidad $2D$ estándar.



Figura 38. Perfilómetro

El perfilómetro es un instrumento de medición de la topografía superficial. Lo que quiere decir que el indicador mide la altitud de un sólo punto en un único momento, y la probeta en estudio se mueve de manera independiente en una bandeja móvil para poder explorar toda la zona de medición de la huella al completo.

Normalmente, el sistema está concebido para la medición sin contacto con una lente óptica focal con un único punto del sensor. Pero también puede ser equipado con un indicador de láser de triangulación. Incluso permite ser equipado con un indicador de diamante inductivo.

Una vez realizadas todas las mediciones de la huella, a través del software asociado "Talymap", se pueden ejecutar operaciones sobre la imagen generada por "Talysurf" (perfilómetro de no contacto), además de realizar un corte transversal y estudiar una superficie equidistante, medir el área de hueco y de pico en una sección de la huella, seleccionar una zona de la misma y determinar su volumen de hueco y pico y, en consecuencia, el desgaste generado en la probeta estudiada debido a la huella formada.

2.4.6.- Microscopía óptica

Para el estudio morfológico y metalográfico de las probetas de aluminio y de la bola de acero sometidos a fricción y desgaste se ha utilizado el microscopio óptico "Leica DMR". Este microscopio lleva acoplado un analizador de imagen que utiliza el software "Optimas", desde el cual se realizan las capturas de imágenes del ensayo.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL



Figura 39. Microscopio óptico Leica DMR

2.4.7.- Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido es una técnica instrumental que encuentra gran cantidad de aplicaciones en diversos campos de la ciencia y la tecnología.

El empleo del microscopio electrónico de barrido (*SEM, Scanning Electron Microscopy*) "HITACHI S-3500N" permite la observación de las huellas y partículas de desgaste y realizar la caracterización microscópica de las superficies.

El equipo lleva acoplados dos microanalizadores por dispersión de energías de rayos X (*EDX*):

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

Estos analizadores permiten la realización de mapas elementales, perfiles de distribución y un cálculo semi-cuantitativo de la composición elemental en un punto, en un área o en toda la imagen.

Se puede realizar también un microanálisis mediante energías dispersivas (*EDX*), que permite estudiar las posibles interacciones triboquímicas del líquido iónico con el acero. El análisis ha sido realizado tanto en el interior como en el exterior de la huella generada por el desgaste, para poder detectar si el líquido iónico interactúa en el interior de ella o no.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA**
CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL



Figura 40. Microscopio electrónico de barrido

2.4.8.- Reómetro

La reología es la parte de la física que estudia la relación entre el esfuerzo y la deformación en los materiales que son capaces de fluir. Las propiedades mecánicas estudiadas por la reología se pueden medir mediante aparatos que permiten someter al material a diferentes tipos de deformaciones controladas y medir los esfuerzos, o viceversa.

El equipo utilizado para el análisis de la viscosidad ha sido el reómetro AR-G2 de “TA Instruments”. Se trata de un sistema de cojinete axial magnético, que permite un control muy preciso de torque, eliminando cualquier perturbación de ruido o señal de vibración causada por turbulencias de aire en los reómetros habituales de cojinetes de aire.



Figura 41. Reómetro AR-G2 de TA Instruments

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las características y especificaciones del equipo se definen brevemente a continuación:

- Capacidad de realizar experimentos a velocidad controlada y a esfuerzo controlado.
- Capaz de realizar estudios de viscoelasticidad de materiales, comportamiento cinético de reacciones de polimerización y curado.
- Amplio rango de control de fuerza normal: 0,01 – 50 N.
- Rango de par de fuerzas en oscilación: $3 \cdot 10^{-6}$ – 200 mN · m.
- Rango de par de fuerzas en cizalla: $1 \cdot 10^{-5}$ – 200 mN · m.
- Resolución del par de fuerzas: 0,1 nN · m.
- Inercia del motor: 18 μ N · m · s.
- Rango de velocidad angular en esfuerzo controlado: 0 – 300 rad/s.
- Rango de velocidad angular en deformación controlada: $1,4 \cdot 10^{-9}$ – 300 rad/s.
- Rango de frecuencias: $7,5 \cdot 10^{-7}$ – 628 rad/s.
- Resolución en el desplazamiento: 25 rad.
- Tiempo necesario para cambio en la velocidad: 7 ms.
- Tiempo necesario para cambio en la deformación: 30 ms.
- Rango de temperatura con plato Peltier: –20 a 200°C.
- Rango de temperaturas con platos calientes: 30 a 400°C.

De esta manera, mediante el uso de este reómetro se han realizado las medidas de viscosidad dinámica a 25°C de los lubricantes empleados durante el desarrollo del proyecto. El proceso de medida ha consistido en una fase inicial en la que la el disco del reómetro iba aumentando su velocidad progresivamente desde 0 hasta 300 s^{-1} (“rampa inicial”) hasta llegar a una fase en la que la velocidad se hace constante durante un minuto para después volver a pararse en una “rampa final”. Los resultados corresponden a los datos registrados en la fase central de velocidad constante de 60 segundos de duración.

2.4.9.- Centrífuga

La centrifugación es un proceso que implica el uso de la fuerza centrífuga para la separación de mezclas. Permite separar sólidos de líquidos de diferente densidad. Después del proceso, los materiales más densos quedarán en el fondo del tubo de centrifugación y los menos densos quedarán en la parte superior (sobrenadante). Las partículas se someten a las fuerzas centrífugas y sedimentan en el fondo del tubo de ensayo.

Se ha utilizado la centrífuga digital “Centromix II-BL” para la separación de las partículas de desgaste del líquido lubricante una vez finalizado el ensayo de fricción y desgaste. Esta separación es necesaria para poder analizar las partículas de desgaste mediante la microscopía electrónica de barrido (SEM).

Las características del equipo se detallan a continuación:

- Control electrónico y lectura digital de la velocidad y tiempo con rampa de aceleración y frenado.
- Temporizador regulable desde 1’ hasta 60’ o para trabajos en continuo.
- Suspensión elástica del motor que garantiza un funcionamiento suave.
- Indicador digital de la velocidad.
- Pulsador de giro del motor a la velocidad seleccionada mientras se mantiene presionado.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- Paro automático en caso de desequilibrio con indicador luminoso.
- Fijación del mueble a la superficie de trabajo por soportes tipo ventosa que le confieren un buen agarre.
- Aislamiento interior que absorbe ruidos y vibraciones.
- Apertura electrónica de la tapa o manual en caso de fallo de red.
- Nivel sonoro de 50 – 60 *dB*A.

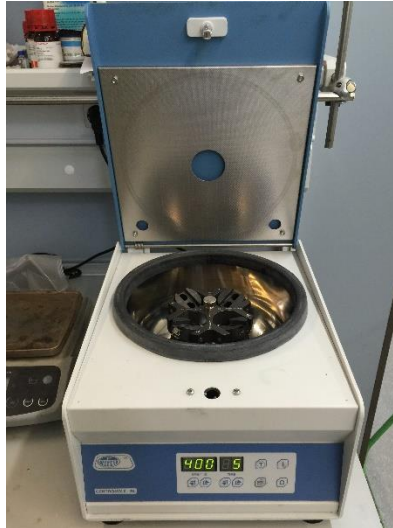


Figura 42. Centrifuga

2.4.10.- Instrumento de medida del ángulo de contacto (DSA)

Se puede definir el ángulo de contacto como el ángulo que forma la superficie de un líquido al entrar en contacto con una superficie sólida. El valor del ángulo de contacto depende principalmente de la relación existente entre las fuerzas adhesivas del líquido y del sólido y las fuerzas cohesivas del propio líquido. Cuando una fase líquida y una fase sólida entran en contacto, forman una interfase común.

Otra propiedad a tener en cuenta es la mojabilidad que es la capacidad de los sólidos para formar interfases con los líquidos. La mojabilidad de un determinado sólido por un líquido viene determinada por el ángulo de contacto θ , como se muestra en la *Figura 43*. En ella se representa esquemáticamente una gota de líquido (*l*) reposando en equilibrio sobre una superficie sólida horizontal (*s*) en una atmósfera de gas (*g*).

El perfil que adopta la gota es el resultado del balance entre las fuerzas de la superficie y de la propia interfase, que tienden a minimizar la energía superficial libre del sistema. El ángulo de contacto está relacionado con las tres tensiones superficiales de las interfaces: líquido/gas (γ_{lg}), sólido/gas (γ_{sg}) y sólido/líquido (γ_{sl}), respectivamente, a través de la siguiente ecuación:

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sg} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lg}}$$

Esta ecuación fue formulada en el año 1805 por Young que consiguió relacionar las tensiones superficiales en un punto donde estuviesen en contacto tres fases diferentes, como se ha explicado en los párrafos anteriores.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En la interfaz entre dos líquidos, entre un líquido y un gas, o entre un líquido y un sólido, las moléculas del líquido cercanas a la superficie están en equilibrio, al no estar rodeadas por moléculas semejantes en todas las direcciones, produciéndose una tensión y una energía potencial por unidad de superficie. Como el desequilibrio sólo llega a unas pocas distancias intermoleculares, a escala de las partículas fluidas, los fenómenos son aparentemente superficiales por lo general el valor de la tensión superficial disminuye al aumentar la temperatura, dependiente de la naturaleza del líquido, del medio que le rodea y de la temperatura.

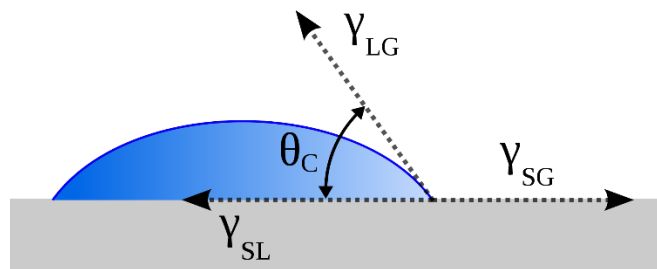


Figura 43. Gota de líquido en equilibrio sobre una superficie horizontal y ángulo de contacto producido

Cuando $\theta < 90^\circ$ (equivalente a $\gamma_{sg} > \gamma_{sl}$) se dice que el líquido moja al sólido. Por el contrario, el líquido no moja cuando $\theta > 90^\circ$.

En el ensayo realizado, se ha obtenido el ángulo medio en el contacto entre el lubricante y el aluminio así como distintas imágenes en el instante inicial y final del ensayo, ya que el ángulo puede variar en función del tiempo transcurrido sobre la superficie.



Figura 44. Alteración del ángulo de contacto según si el líquido moja o no

Para la medida del ángulo de contacto, se ha utilizado el DSA (Drop Shape Analysis), de la marca "Krüss", modelo "DSA30B", como la que se muestra en la siguiente imagen, Figura 45.



Figura 45. Instrumento de medida del ángulo de contacto DSA30B

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Este aparato permite medir la tensión superficial además del ángulo de contacto. Las características principales de este equipo son:

- Rango de medidas:
 - Ángulo de contacto: 1 – 180°.
 - Tensión superficial: 0,01 – 1000 mN/m .
- Resolución:
 - Ángulo de contacto: 0,01°.
 - Tensión superficial: 0,01 mN/m .
- Sistema de vídeo a 60 frames por segundo.
- Peso: 25 kg .
- Dimensiones: 660x240x610 mm .

2.5.- Procedimiento experimental de los ensayos de fricción y desgaste

El procedimiento experimental que se ha seguido se representa en el siguiente diagrama de flujo:

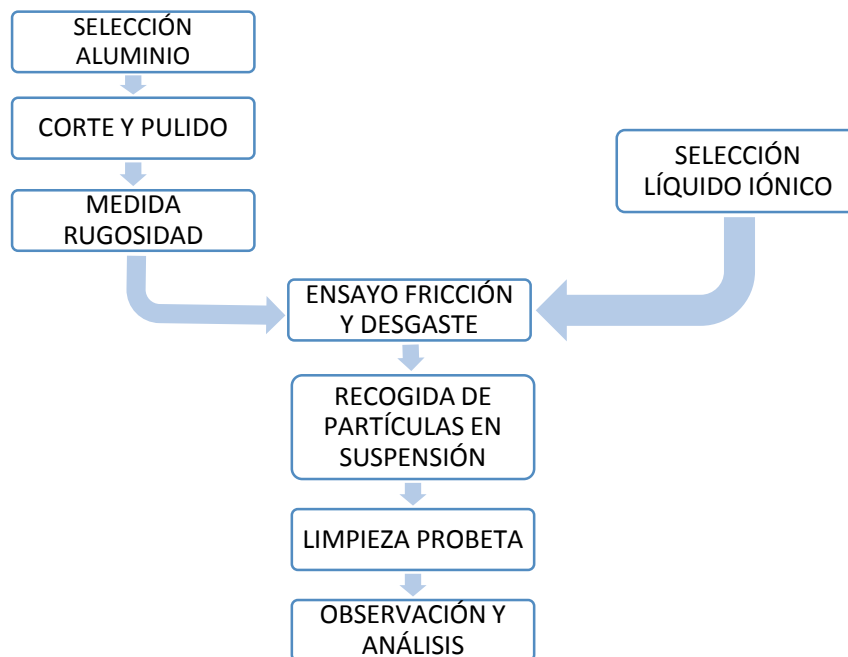


Figura 46. Procedimiento experimental ensayos fricción y desgaste

2.5.1.- Preparación de las probetas de aluminio

Se parte de un cilindro de aluminio *ASTM 2011* de 40 mm de diámetro que se corta para obtener las probetas con un espesor de 10 mm .

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

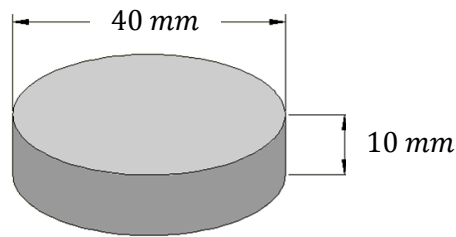


Figura 47. Dimensiones de las probetas de aluminio

Una vez cortadas las piezas, se enumeran las piezas y se pulen. En el desbaste y pulido se utilizan tres platos de diferente granulometría como son de 600, 1200, 2500 (*granos/pulgada²*), de manera que la rugosidad superficial sea menor a $0,15 \mu\text{m}$.

2.5.2.- Medida de la rugosidad

Con las superficies de las probetas ya pulidas, se mide la rugosidad media, R_a . Ésta tiene que ser menor de $0,15 \mu\text{m}$. También medimos la rugosidad máxima, R_t . La forma de proceder en la toma de medidas es siguiendo la norma *DIN 4768* realizándose medidas en tres direcciones distintas.

2.5.3.- Presión de contacto y medida de los coeficientes de fricción

Los pasos detallados que hemos seguido en el tribómetro son los siguientes:

- Inicialización: se coloca la muestra de aluminio, el punzón y el lubricante (18 gotas).
- Equilibrado y nivelado del brazo.
- Colocación de la carga: se va a utilizar una pesa de 100 g en el centro del brazo, lo que supondrá una carga de 0,49 N en el punzón sobre el disco.
- Medidas ambientales: se establecen las condiciones de temperatura y humedad, aislando posteriormente el equipo.
- Inicio del ensayo.
- Análisis de resultados: se obtienen las gráficas de fricción y desgaste con perfilometría y microscopía óptica y electrónica. La medida del coeficiente de fricción la obtenemos directamente del programa informático "PC - Stripchart" que registra la variación del coeficiente de fricción a lo largo de la distancia recorrida

2.5.4.- Condiciones de los ensayos

Las condiciones que se han tomado para la realización de los ensayos son:

PARÁMETROS	
Bola	Acero (AISI 52100)
Radio bola del punzón	0,8 mm
Carga Aplicada	0,49 N
Presión máxima de contacto	0,8 GPa
Presión media de contacto	0,53 GPa
Volumen de lubricante utilizado	18 gotas
Radio de giro	16 mm
Velocidad de giro	0,15 m/s
Distancia recorrida	500 m
T^a y humedad relativa	22°C y HR = 48%

Tabla 7. Parámetros de las condiciones de ensayo

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la presión ejercida de la bola de acero sobre el aluminio usamos la ecuación de "Hertz".

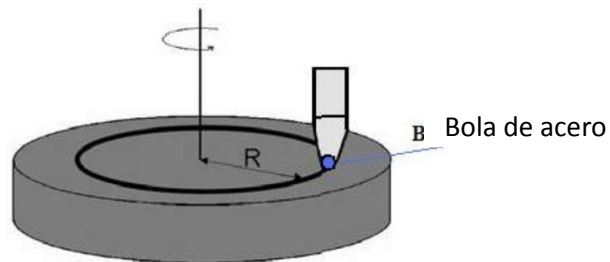


Figura 48. Esquema de ensayo del tribómetro

2.5.5.- Medida del volumen de desgaste

Para la medida del desgaste, usamos la huella que la bola de acero ha dejado sobre el aluminio y con el perfilómetro óptico obtendremos cuantitativamente el desgaste producido en la pieza, es decir, la cantidad de material que se elimina de la probeta al deslizarse el punzón sobre el aluminio. El valor de esta huella es conocido como volumen del hueco.

El perfilómetro también calcula la cantidad de material que se queda acumulado en los bordes de la huella, conocida como volumen del pico.

Por tanto, el desgaste obtenido será la diferencia entre el valor del volumen del hueco menos el valor del volumen del pico.

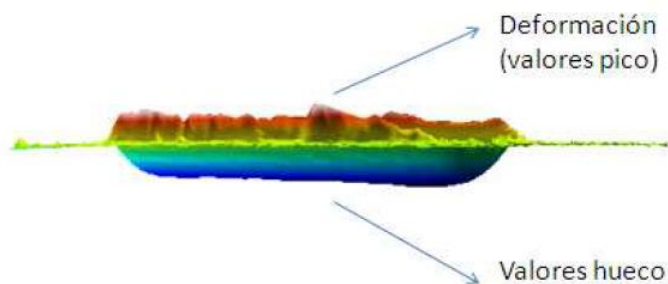


Figura 49. Desgaste tridimensional de una huella típica

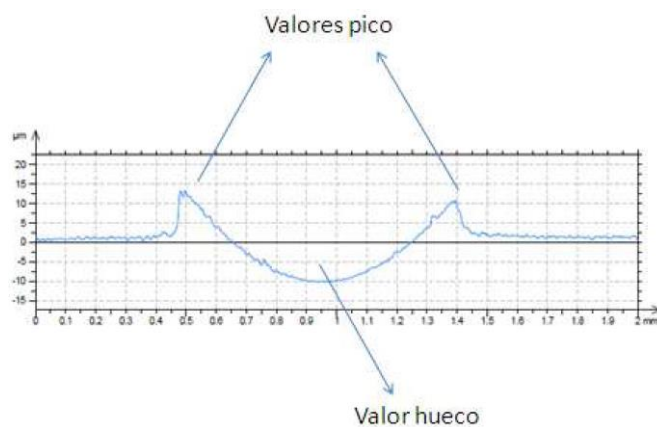


Figura 50. Perfil típico de una huella de desgaste

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.5.6.- Análisis de las partículas de desgaste generadas

Al finalizar los ensayos de fricción y desgaste se recoge el líquido sobrante y, con la centrífuga, se hacen cinco lavados con etanol, que posteriormente se eliminará mediante evaporación en la estufa, hasta lograr aislar las partículas de desgaste para su posterior análisis en el SEM.

2.6.- Procedimiento experimental ensayos de corrosión

La finalidad de estos ensayos de corrosión consiste en poder averiguar la posible interacción entre los LI y el propio aluminio, y si esto provoca cambios moleculares en la superficie.

Para ello preparamos tres piezas de menores dimensiones de aluminio y cubrimos su superficie con cada LI.

El proceso de preparación del ensayo es el siguiente:

- a. Pulimos las piezas y medimos la rugosidad siguiendo el mismo procedimiento que para el ensayo de fricción y desgaste.



Figura 51. Ejemplo de superficie preparada para corrosión

- b. Preparadas las probetas, utilizamos el perfilómetro óptico para poder analizar su superficie antes de los ensayos y de esta manera poder establecer una comparación al final del ensayo.
- c. Se cubre la superficie de cada muestra con cada uno de los tres líquidos iónicos.
- d. Introducimos los tres ensayos en una cámara aislante destinada para este tipo de ensayos e iremos observando de manera visual la evolución que presentan durante quince días. Se va observando el estado de la superficie y tomando instantáneas al inicio, a las 24h, al alcanzar 1 semana a los 15 días.



Figura 52. Cámara de aislamiento

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 2: MATERIALES, MÁQUINAS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- e. Transcurridos los 15 días, retiramos el líquido iónico y limpiamos la superficie con agua destilada, midiendo los cambios de peso y rugosidad y analizando la superficie con el SEM.

Los parámetros que extraeremos de aquí serán fundamentalmente la rugosidad superficial en $2D$, R_a , y la rugosidad media superficial en $3D$, S_a .

Estos parámetros ofrecidos por "Talymap" siguen las siguientes normas estandarizadas ISO:

- Para R_a se utiliza la norma ISO 4287, utilizando el plano de referencia para el cálculo de este parámetro el plano medio de la superficie medida.
- Para S_a se utiliza la norma ISO 25178, utilizando el plano de referencia para el cálculo de este parámetro el plano medio de la superficie medida. Si tomamos como eje X la superficie de la pieza y como eje Z se cuantifica como la superficie perpendicular a la superficie, aplicaremos la siguiente fórmula en su forma general, siendo A el área analizada.

$$S_a = \frac{1}{A} \cdot \int_A |z(x, y)| \cdot dx \cdot dy$$

2.7.- Procedimiento experimental de los ensayos de ángulo de contacto

Para la obtención del ángulo de contacto se ha medido el ángulo izquierdo, el derecho y el medio que forma la gota de cada uno de los líquidos con la aleación de aluminio Al 2011 justo al inicio y durante 5 intervalos de 60 segundos cada uno, tomando como valor del ángulo el valor medio del obtenido a los 5 minutos. Esto nos da información acerca de las interacciones superficiales LI-aluminio.

CAPÍTULO 3

DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

3.1.- Introducción

Los ensayos tribológicos realizados se resumen a continuación:

- Ensayos de fricción y desgaste para el líquido iónico *LMP 101*.
- Ensayos de fricción y desgaste para el líquido iónico *LMP 102*.
- Ensayos de fricción y desgaste para el líquido iónico *LEP 102*.

En todos estos ensayos las condiciones de velocidad, distancia recorrida y fuerza aplicada del punzón sobre la probeta de aluminio son las mismas y se han realizado a temperatura ambiente.

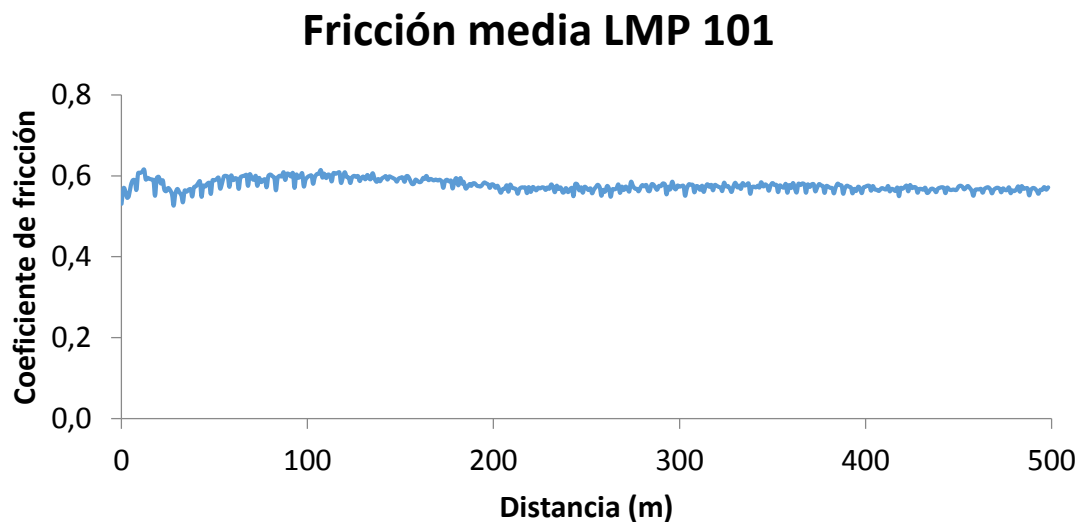
Para cada ensayo que se realice se analizarán tanto la fricción como el desgaste, así como los mecanismos de desgaste a través de imágenes procedentes del microscopio óptico, perfilómetro o micrografías electrónicas de huellas.

Para cada tipo de lubricante se han realizado al menos tres ensayos, comprobando que la desviación media del volumen de desgaste entre los tres ensayos sea de un orden menor que la media entre ellas.

3.2.- Ensayos de fricción y desgaste para el *Al 2011 T3*

3.2.1.- *LMP 101*

Para el lubricante *LMP 101* hemos obtenido los siguientes resultados de fricción y desgaste, *Figura 53*:



*Figura 53. Gráfica fricción VS distancia con el LI *LMP 101**

En la gráfica anterior podemos diferenciar dos zonas distintas:

- a. La primera donde existe un periodo transitorio al inicio del ensayo, que se debe a que la película de lubricante no se encuentra bien extendida sobre la superficie del aluminio, y por ello necesita un cierto tiempo hasta que el lubricante se extienda de

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

forma uniforme gracias a la fuerza centrípeta ejercida por el propio tribómetro donde a partir de 30 m la fricción comienza a estabilizarse.

- b. Una vez concluida esta zona transitoria, unos 50 m de ensayo, los valores son prácticamente constantes, con unas ligerísimas fluctuaciones del coeficiente de fricción. Esta estabilización se da en torno a 0,5 y 0,6 de coeficiente de fricción.

Después de hacer el ensayo tribológico, realizamos el estudio del desgaste del material que produce el punzón. Para ello se ha utilizado el perfilómetro que permite obtener la topografía de la huella en tres dimensiones, como se aprecia en la *Figura 54*.

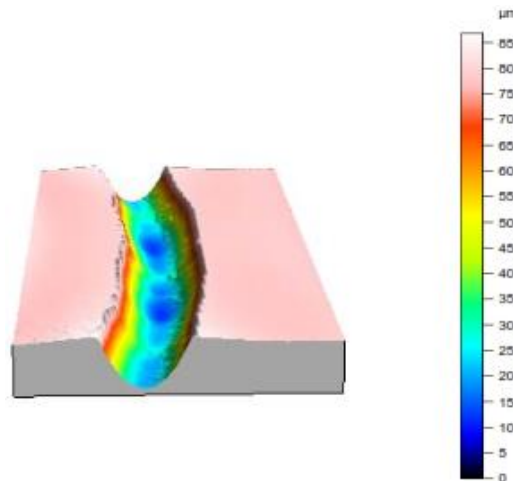


Figura 54. Imagen topográfica en 3D de la huella formada en el aluminio utilizando LMP 101

Viendo la *Figura 54* se puede apreciar a primera vista como existe un desgaste severo por abrasión. Con esta imagen y con ayuda del programa “*Talymap*” asociado al perfilómetro, se obtienen los valores de desgaste de la *Tabla 8*:

Ensayo	R_a	Coefficiente de fricción	Volumen de desgaste (mm^3)	Factor de desgaste ($mm^3/N \cdot m$)	Factor de desgaste (mm^3/m)
1	0,107	0,580	2,52	$1,03 \times 10^{-2}$	$5,03 \times 10^{-3}$
2	0,120	0,606	2,66	$1,09 \times 10^{-2}$	$5,32 \times 10^{-3}$
3	0,117	0,550	2,21	$9,02 \times 10^{-3}$	$4,42 \times 10^{-3}$
Media ensayos LMP101	0,114	0,579	2,46	$1,01 \times 10^{-2}$	$4,93 \times 10^{-3}$
Desviación	0,007	0,028	0,23	$9,44 \times 10^{-4}$	$4,63 \times 10^{-4}$

Tabla 8. Valores de fricción y desgaste para el contacto aluminio-acero lubricado con LMP 101

El volumen de desgaste y el factor de desgaste representados en la *Tabla 8* se obtienen a partir de los valores de pico y hueco obtenidos en el perfilómetro. En la *Figura 54* se puede visualizar de forma clara el volumen de hueco formado al paso de la bola de acero y la ligera acumulación de material en los extremos del surco (picos) por deformación plástica. La resta de ambos valores nos proporciona el volumen de desgaste y con éste podemos obtener el factor de desgaste.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

En la *Tabla 8*, comprobamos que el valor del coeficiente de fricción medio es de 0,579, teniendo un factor de desgaste medio de $1,01 \times 10^{-2} \text{ mm}^3 / \text{N} \cdot \text{m}$ para los tres ensayos acontecidos. El valor de desgaste nos permitirá realizar posteriormente una comparación entre los tres líquidos iónicos.

En la *Figura 55* se observan las micrografías ópticas de las huellas en el disco de aluminio (*Figura 55a*) y en la bola de acero del punzón (*Figura 55b*).

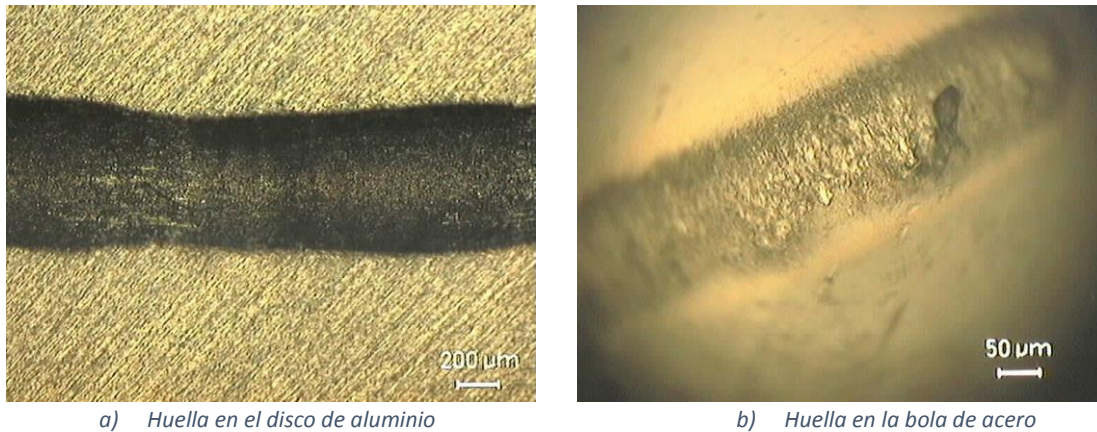


Figura 55. Micrografías de las huellas tomadas con el microscopio óptico utilizando LMP 101

De nuevo comprobamos que se produce una huella muy grande en la superficie de aluminio.

Además, en la superficie de contacto de la bola de acero, se aprecia una adhesión del aluminio en su superficie como se puede observar en la *Figura 56*. En una primera valoración podemos decir que se ha producido un desgaste adhesivo con componentes de abrasión en la probeta.

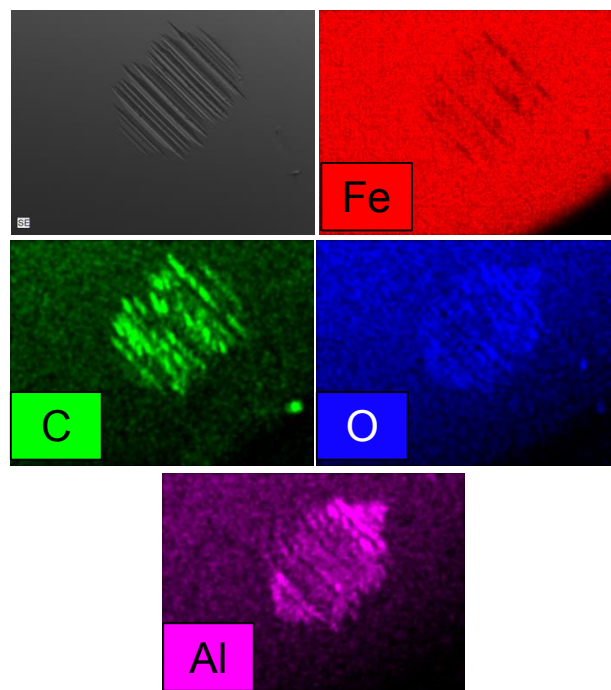


Figura 56. Mapas elementales de la huella sobre la bola de acero AISI 52100

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

Ahora realizamos un análisis más preciso con ayuda del microscopio electrónico, obteniendo la *Figura 57*.

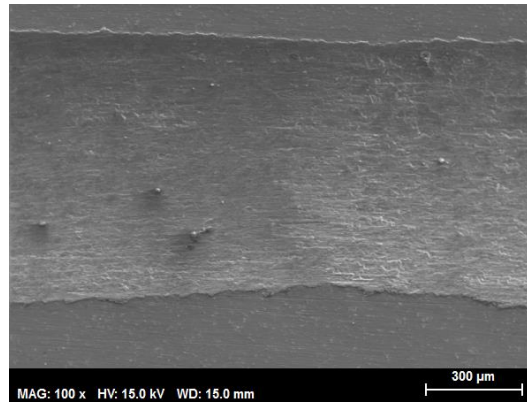


Figura 57. Micrografía SEM de la huella de aluminio (100x) usando LMP 101

En la *Figura 57* podemos afirmar que existen marcas paralelas de abrasión en el interior de la huella y deformación plástica en los bordes. No se aprecia agrietamiento del material.

A continuación, realizamos un análisis *EDX* dentro y fuera de la huella del aluminio, quedando representado en la *Figura 58* y en la *Tabla 9*.

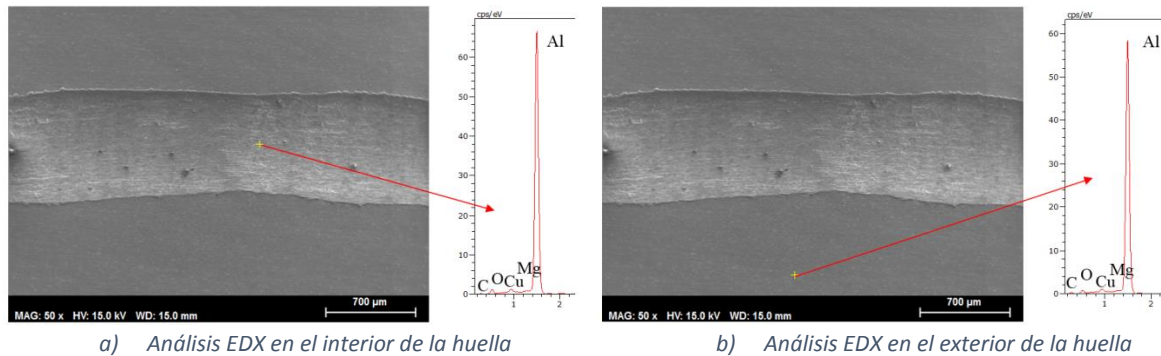


Figura 58. Micrografías SEM de la huella y espectros EDX empleando LMP 101

Elemento	% at dentro huella	% at fuera huella
Al	85,86	83,45
O	5,73	3,90
P	0,07	0,01

Tabla 9. Porcentajes más representativos de los elementos presentes en el aluminio usando LMP 101

Se hace necesario recalcar que la técnica del análisis *EDX* no es un análisis cuantitativo exacto porque depende de en qué zona exacta realice el análisis, por tanto tendremos una información sesgada de la pieza, pero sí es útil para establecer la variación cualitativa, en función de la variación en la intensidad relativa de los picos de cada elemento.

En la *Figura 59* se muestran los mapas elementales de la huella sobre el *Al 2011* y se extraen las siguientes conclusiones:

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

- a. En el mapa elemental de aluminio se puede apreciar como en la zona de contacto con la bola de acero, se ha producido una disminución del porcentaje relativo de éste, debido al aumento de otros elementos.
- b. Con respecto al mapa elemental de oxígeno, se observa de forma clara que en la zona de contacto existe un incremento considerable del porcentaje de oxígeno, debido a la oxidación del aluminio y a la interacción del oxígeno procedente del propio líquido iónico.
- c. El mapa elemental de fósforo muestra un aumento de este elemento en el interior de la huella. Este fósforo proviene del propio líquido iónico, por lo que se podría decir que existe una interacción entre las moléculas del líquido iónico y la superficie del aluminio durante el ensayo tribológico.

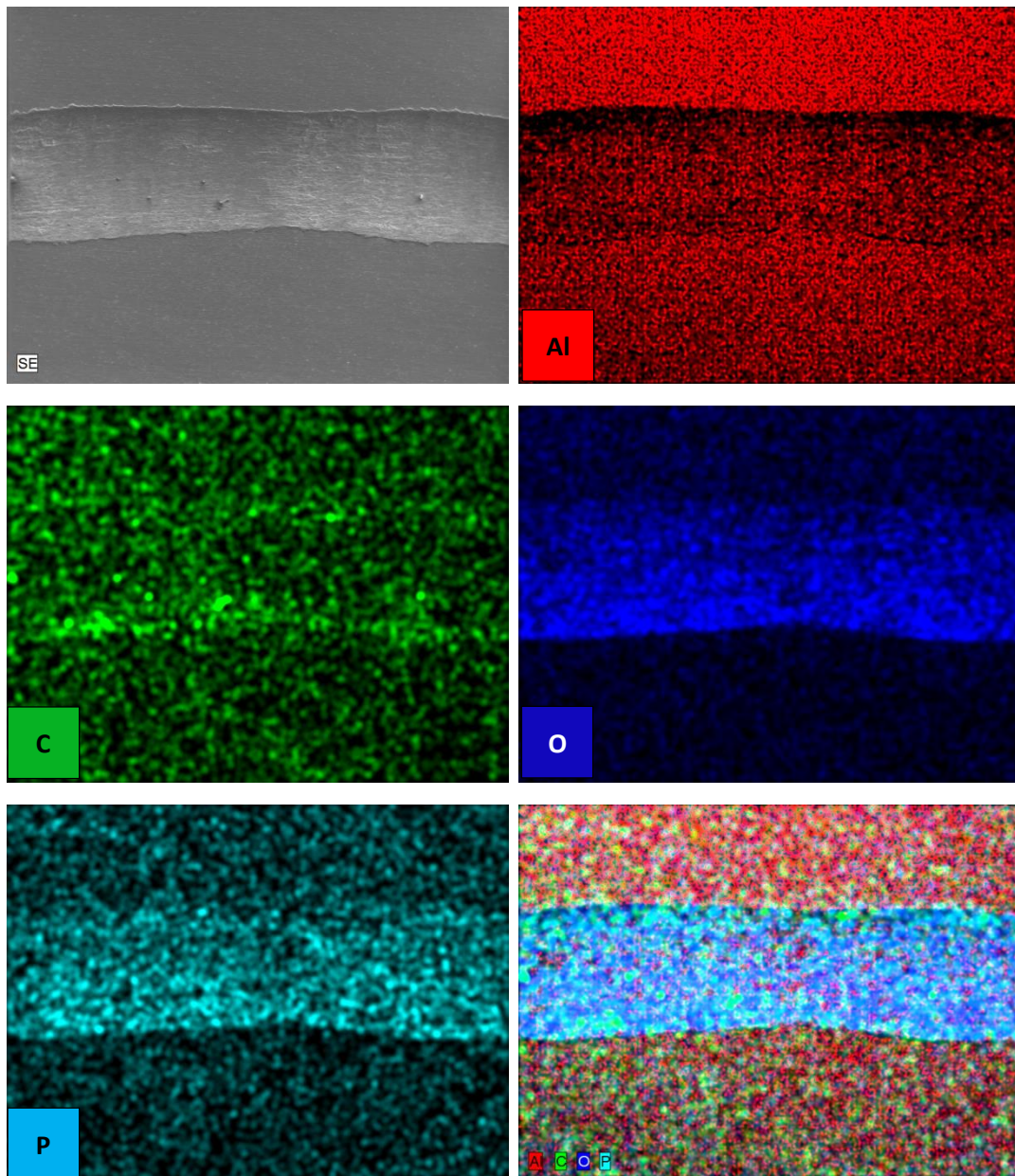


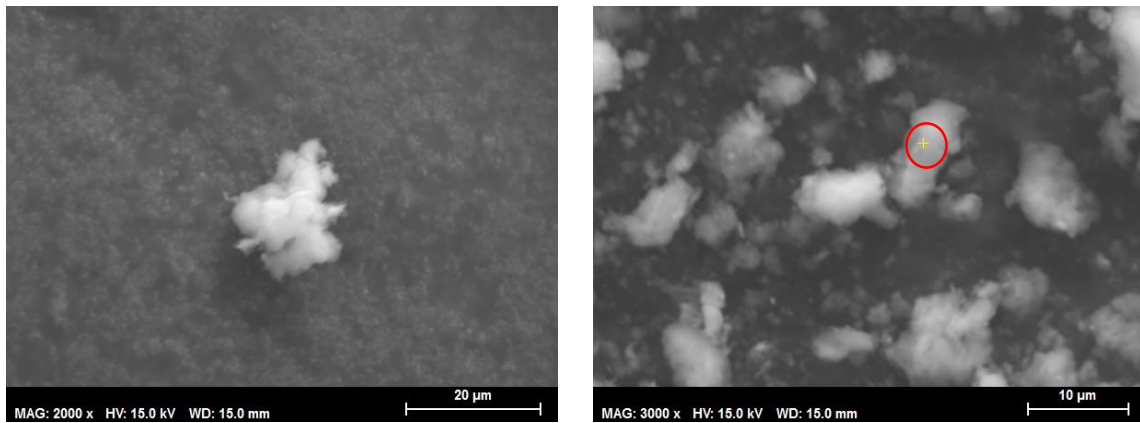
Figura 59. Mapas elementales del aluminio 2011 al utilizar LMP 101

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

Para finalizar analizamos también con el microscopio electrónico las partículas de desgaste recogidas inmediatamente después de la finalización del ensayo de desgaste. En la *Figura 60* se muestran dichas partículas y su correspondiente análisis *EDX* en la *Figura 61* y en la *Tabla 10*.

En la micrografía *SEM* se observa que la morfología de las partículas obtenidas es irregular implicando, por tanto, un desgaste adhesivo.



a) Partícula a 2000x

b) Partícula a 3000x

Figura 60. Partículas de desgaste en microscopio electrónico extraídas del ensayo LMP 101

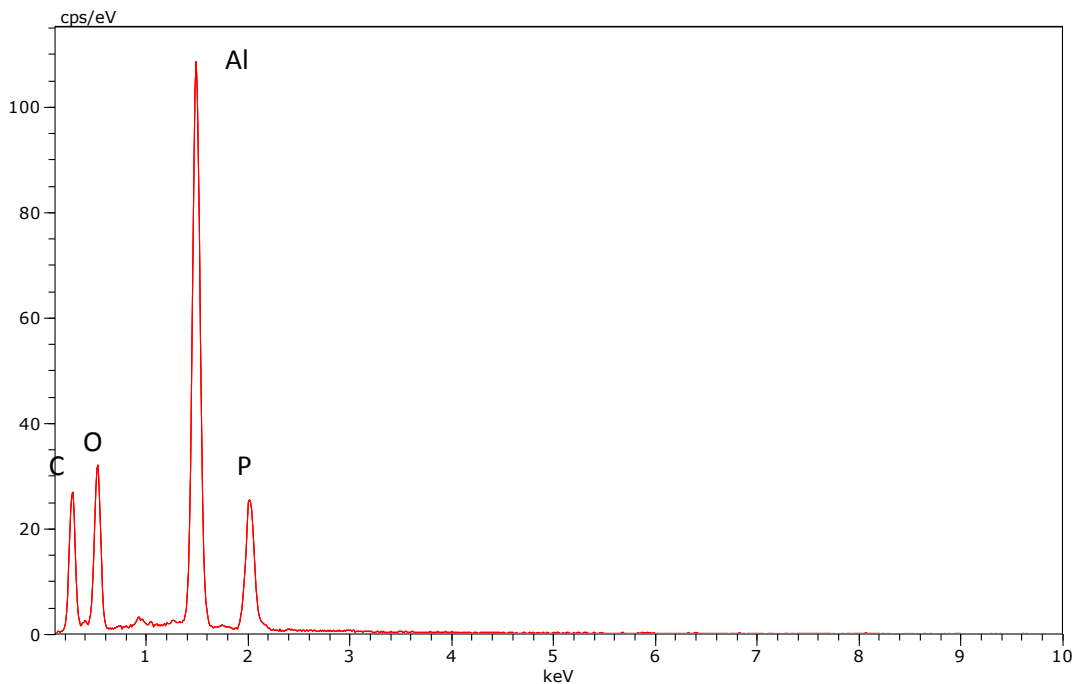


Figura 61. Análisis EDX en la partícula analizada utilizando LMP 101

Elemento	% at
Al	17,13
Fe	0,04
C	51,83
O	26,14
P	4,87

Tabla 10. Porcentaje de elementos presentes en la partícula analizada utilizando LMP 101

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

Con el análisis *EDX* se comprueba que las partículas de desgaste generadas están formadas por aluminio y componentes del *LI*, lo que demuestra que han interactuado. También se comprueba que no existe hierro, demostrando que no hay arranque de material en la bola de acero.

3.2.2.- LMP 102

Para el lubricante *LMP 102* se han obtenido los siguientes resultados de fricción y desgaste, *Figura 62*:

Fricción media LMP 102

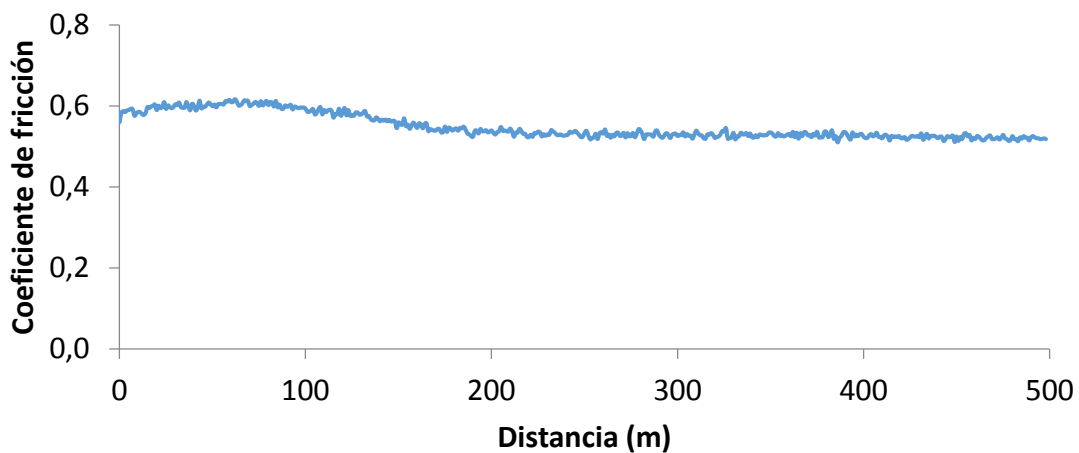


Figura 62. Gráfica fricción VS distancia con el LI LMP 102

En la gráfica anterior podemos diferenciar dos zonas distintas, al igual que pasaba con el *LMP 101*:

- a. La primera donde existe un periodo transitorio al inicio del ensayo, que se debe a que la película de lubricante no se encuentra bien extendida sobre la superficie del aluminio, y por ello necesita un cierto tiempo hasta que el lubricante se extienda de forma uniforme gracias a la fuerza centrípeta ejercida por el propio tribómetro. En este caso, el periodo transitorio es muy pequeño pero la fricción va disminuyendo suavemente hasta los 150 m que se estabiliza.
- b. A unos 200 m de ensayo, los valores son prácticamente constantes, con unas ligerísimas fluctuaciones del coeficiente de fricción. Esta estabilización se da en torno a 0,5 y 0,6 de coeficiente de fricción.

Después de hacer el ensayo tribológico, realizamos el estudio del desgaste del material que produce el punzón. En la *Figura 63* se observa el perfil topográfico tridimensional de la huella generada en el disco de aluminio.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

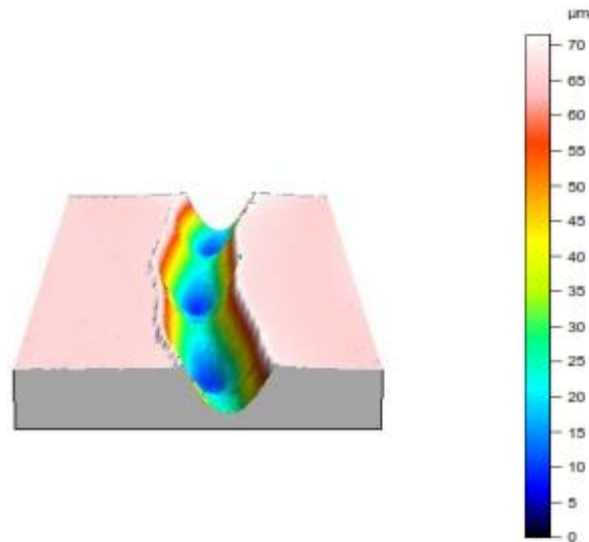


Figura 63. Imagen topográfica en 3D de la huella en el aluminio utilizando LMP 102

Viendo la *Figura 63* se puede apreciar a primera vista como existe un desgaste muy severo en la zona de contacto. Con esta imagen y con ayuda del programa “*Talymap*” asociado al perfilómetro obtenemos la *Tabla 11* en la que se muestran los valores de desgaste:

Ensayo	R_a	Coefficiente de fricción	Volumen de desgaste (mm^3)	Factor de desgaste ($mm^3/N \cdot m$)	Factor de desgaste (mm^3/m)
1	0,120	0,512	1,95	$7,96 \times 10^{-3}$	$3,90 \times 10^{-3}$
2	0,123	0,568	2,44	$9,95 \times 10^{-3}$	$4,88 \times 10^{-3}$
3	0,117	0,565	2,33	$9,49 \times 10^{-3}$	$4,65 \times 10^{-3}$
Media ensayos LMP102	0,120	0,548	2,24	$9,14 \times 10^{-3}$	$4,48 \times 10^{-3}$
Desviación	0,003	0,032	0,25	$1,04 \times 10^{-3}$	$5,10 \times 10^{-4}$

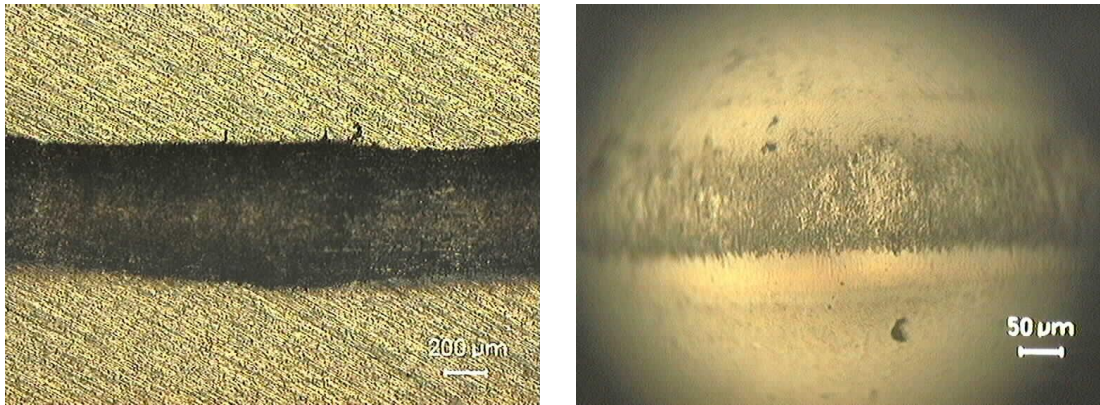
Tabla 11. Valores de fricción y desgaste para el contacto aluminio-acero lubricado con LMP 102

En la *Tabla 11*, comprobamos que el valor del coeficiente de fricción medio es de 0,548, muy parecido al que obteníamos con el *LMP 101*, y un factor de desgaste medio de $9,14 \times 10^{-3} mm^3/N \cdot m$ también muy similar al obtenido con el *LMP 101*.

La *Figura 64* muestra las micrografías ópticas de las huellas generadas en el disco de aluminio y en la bola de acero.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS



a) Huella en el disco de aluminio

b) Huella en la bola de acero

Figura 64. Micrografías de las huellas tomadas con el microscopio óptico utilizando LMP 102

Al igual que en el caso anterior, el desgaste sobre el disco de aluminio es muy grande y existe una adhesión de aluminio sobre la bola de acero por lo que podemos decir que se ha producido un desgaste adhesivo con componentes de abrasión en la probeta.

Ahora realizamos un análisis más preciso con ayuda del microscopio electrónico, obteniendo la Figura 65.

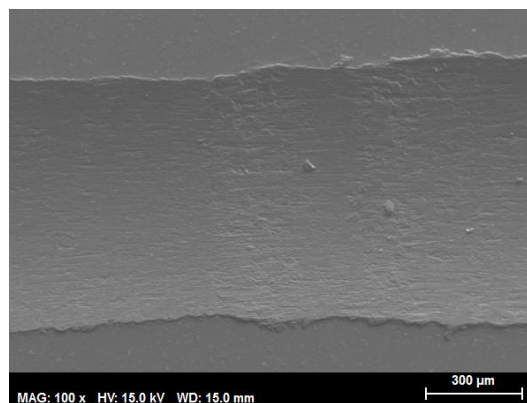
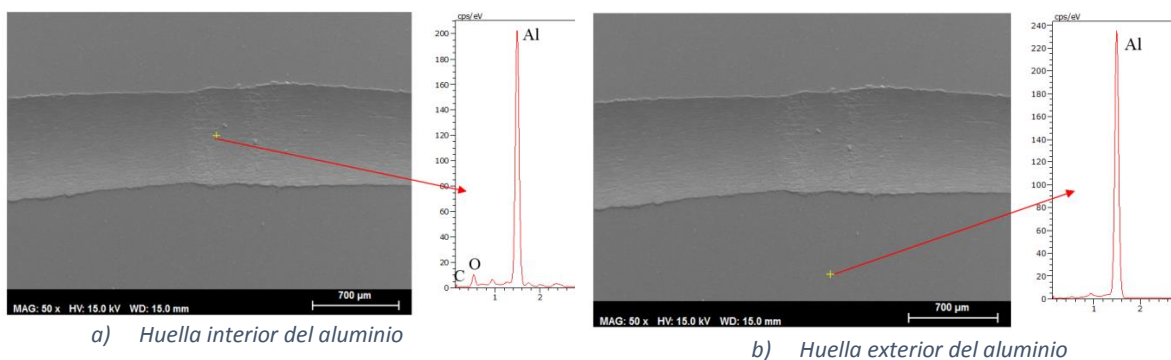


Figura 65. Micrografía SEM de la huella de aluminio (100x) usando LMP 102

En la Figura 65 se observa en los bordes y en el interior de la huella una ligera deformación plástica del aluminio y marcas paralelas de abrasión en el surco.

A continuación, realizamos un análisis EDX dentro y fuera de la huella del aluminio, quedando representado en la Figura 66 y en la Tabla 12.



a) Huella interior del aluminio

b) Huella exterior del aluminio

Figura 66. Micrografías SEM de la huella y espectros EDX empleando LMP 102

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

Elemento	% at dentro huella	% at fuera huella
<i>Al</i>	72,53	87,94
<i>O</i>	13,81	2,22
<i>P</i>	0,51	0,03

Tabla 12. Porcentajes más representativos de los elementos presentes en el aluminio usando LMP 102

Si establecemos una relación entre la *Figura 57* y la *Figura 65*, pertenecientes al *LMP 101* y *LMP 102* respectivamente, podemos observar que la huella tiene menos marcas de abrasión con el *LMP 102*, aunque también parece que existe más deformación plástica del material en los bordes.

En la *Figura 67* se muestran los mapas elementales de la huella sobre el *Al 2011*.

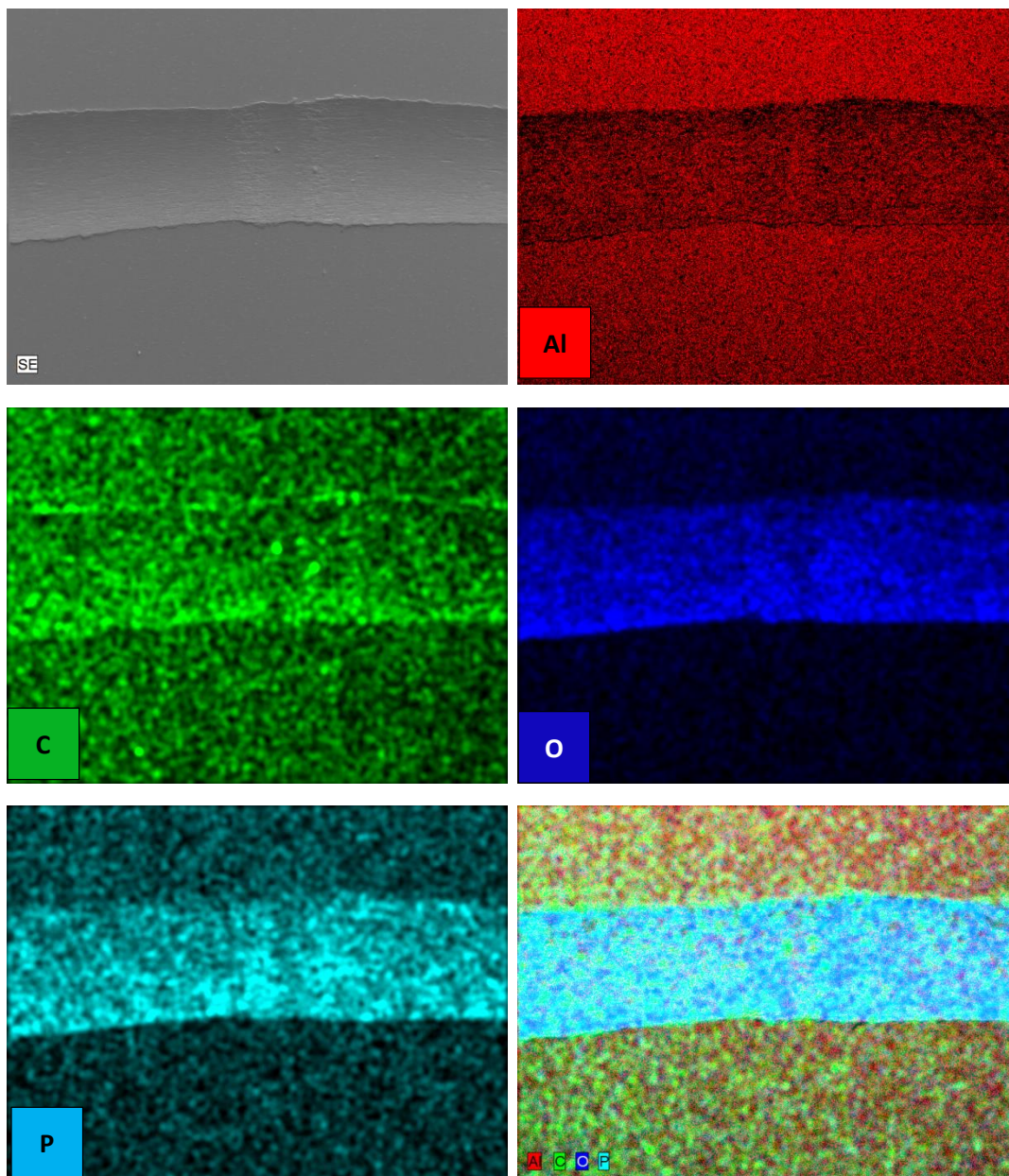


Figura 67. Mapas elementales del aluminio 2011 al utilizar LMP 102

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

De la figura anterior se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Al igual que con el LMP 101, en el mapa elemental de aluminio se puede apreciar como en la zona de contacto con la bola de acero se ha producido una disminución del porcentaje relativo de éste, debido al aumento de otros elementos.
- Con respecto al mapa elemental de oxígeno, se observa de forma clara que en la zona de contacto existe un incremento considerable del porcentaje de oxígeno, debido a la oxidación del aluminio y a la interacción del oxígeno procedente del propio líquido iónico, como pasaba en el caso anterior.
- El mapa elemental de fósforo muestra un aumento de este elemento en el interior de la huella. Este fósforo proviene del propio líquido iónico, por lo que de nuevo se podría decir que existe una interacción entre las moléculas del líquido iónico y la superficie del aluminio durante el ensayo tribológico.

Para finalizar analizamos también con el microscopio electrónico las partículas de desgaste recogidas inmediatamente después de la finalización del ensayo de desgaste. En la *Figura 68* se muestran dichas partículas y su correspondiente análisis EDX en la *Figura 69* y en la *Tabla 13*.

De nuevo, la morfología de estas partículas es irregular, demostrándose el desgaste adhesivo.

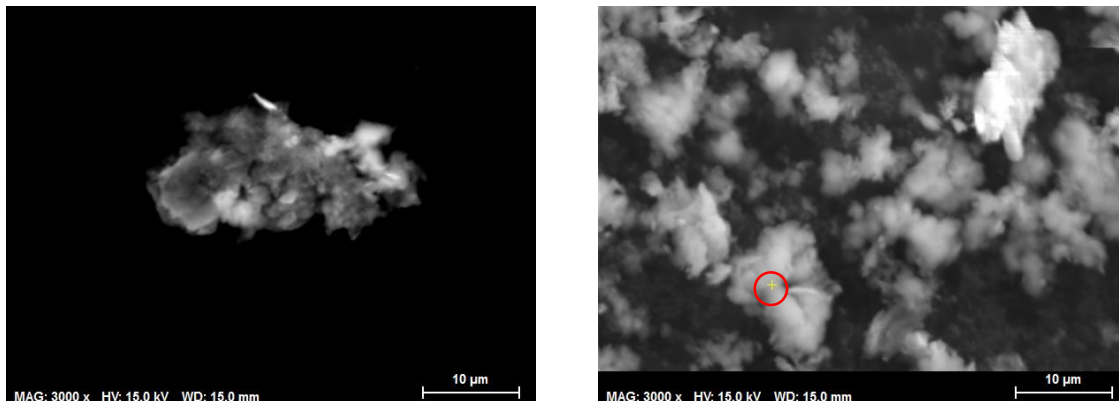


Figura 68. Micrografías SEM de las partículas de desgaste a 3000x extraídas del ensayo con LMP 102

En este caso también se comprueba con el análisis EDX que las partículas de desgaste generadas están formadas por aluminio y componentes del LI, lo que demuestra que han interactuado. También se comprueba que no existe hierro, demostrando que no hay arranque de material en la bola de acero.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

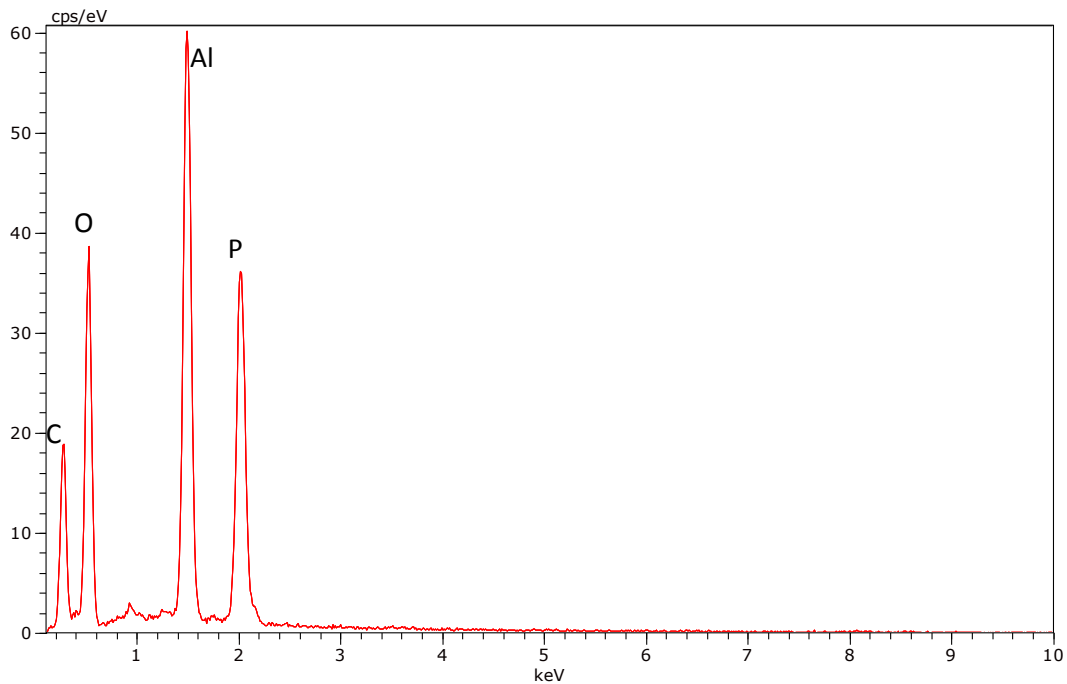


Figura 69. Análisis EDX en la partícula analizada utilizando LMP 102

Elemento	% at
<i>Al</i>	11,90
<i>Fe</i>	0,06
<i>C</i>	44,66
<i>O</i>	34,86
<i>P</i>	8,39

Tabla 13. Porcentaje de elementos presentes en la partícula analizada utilizando LMP 102

3.2.3.- LEP 102

Para el lubricante LEP 102 hemos obtenido los siguientes resultados de fricción y desgaste, Figura 70:

Fricción media LEP 102

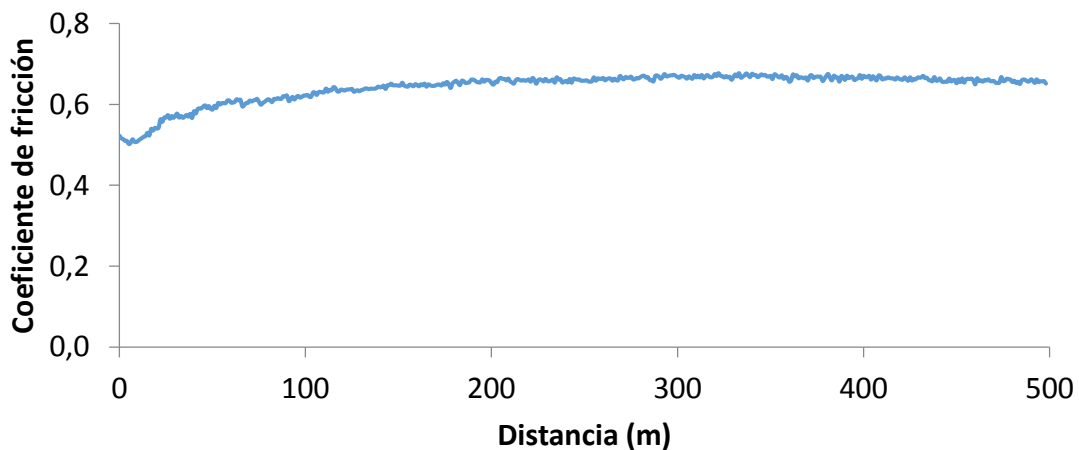


Figura 70. Gráfica fricción VS distancia con el LI LEP 102

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

En la gráfica anterior podemos diferenciar dos zonas distintas:

- a. La primera donde existe un periodo transitorio al inicio del ensayo, que se debe a que la película de lubricante no se encuentra bien extendida sobre la superficie del aluminio, y por ello necesita un cierto tiempo hasta que el lubricante se extienda de forma uniforme gracias a la fuerza centrípeta ejercida por el propio tribómetro, en el transcurso de este tiempo la tendencia es ascendente con respecto a los valores de fricción donde a partir de 50 m la fricción comienza a estabilizarse.
- b. Una vez concluida esta zona transitoria, unos 100 m de ensayo, los valores son prácticamente constantes, con unas ligeras fluctuaciones del coeficiente de fricción. Esta estabilización se da en torno a 0,6 y 0,7 de coeficiente de fricción.

Después de hacer el ensayo tribológico, realizamos el estudio del desgaste del material que produce el punzón. En la *Figura 71* se muestra el perfil topográfico tridimensional de la superficie del disco de aluminio tras el ensayo tribológico.

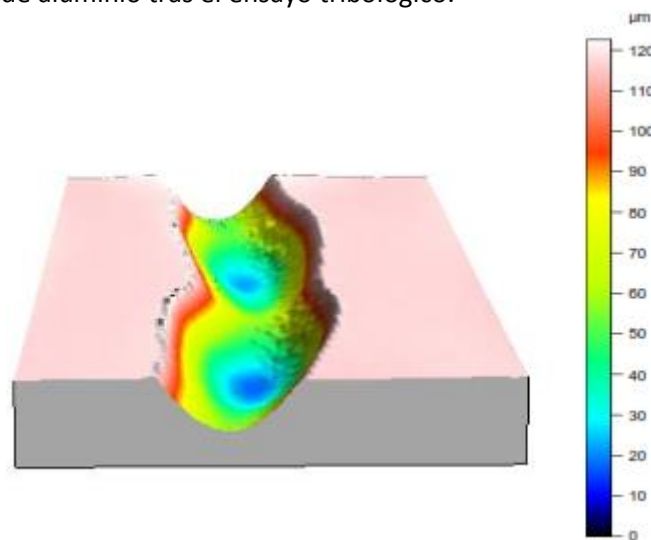


Figura 71. Imagen topográfica en 3D de la huella en el aluminio utilizando LEP 102

Viendo la *Figura 71* Se puede apreciar a primera vista como existe un desgaste muy pronunciado en la zona de contacto. Además hay que tener en cuenta que la escala utilizada es más grande que en los otros dos ensayos. Con esta imagen y con ayuda del programa “*Talymap*” asociado al perfilómetro se obtienen los valores de desgaste de la *Tabla 14*:

Ensayo	R_a	Coefficiente de fricción	Volumen de desgaste (mm^3)	Factor de desgaste ($mm^3/N \cdot m$)	Factor de desgaste (mm^3/m)
1	0,120	0,643	3,95	$1,61 \times 10^{-2}$	$7,89 \times 10^{-3}$
2	0,117	0,662	4,01	$1,64 \times 10^{-2}$	$8,01 \times 10^{-3}$
3	0,103	0,623	3,98	$1,62 \times 10^{-2}$	$7,95 \times 10^{-3}$
Media ensayos LEP102	0,113	0,643	3,98	$1,62 \times 10^{-2}$	$7,95 \times 10^{-3}$
Desviación	0,009	0,019	0,03	$1,20 \times 10^{-4}$	$5,87 \times 10^{-5}$

Tabla 14. Valores de fricción y desgaste para el contacto aluminio-acero lubricado con LEP 102

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

En la *Tabla 14*, comprobamos que el valor del coeficiente de fricción medio es de 0,643, teniendo un factor de desgaste medio de $1,62 \times 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{N} \cdot \text{m}$. Estos valores son mayores que en los dos casos anteriores.

La *Figura 72* muestra las micrografías ópticas de las huellas generadas en el disco de aluminio y en la bola de acero.

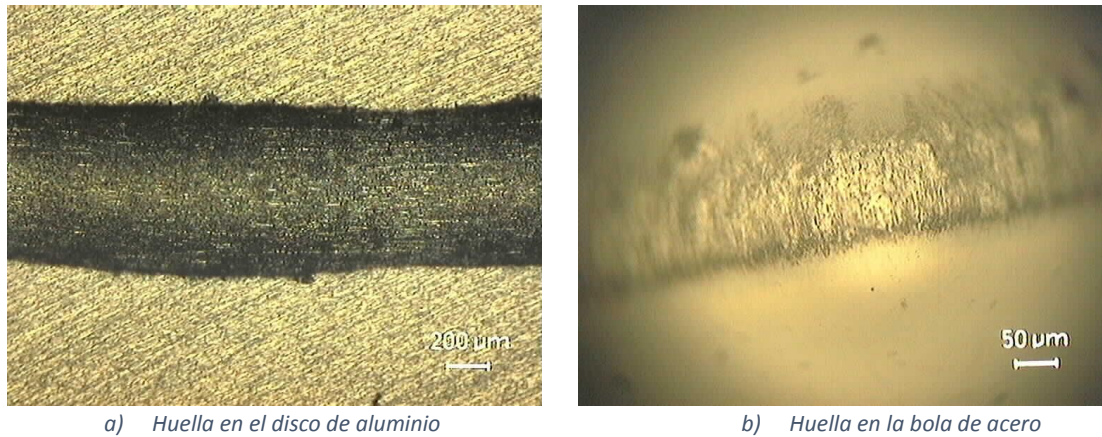


Figura 72. Micrografías de la huella de aluminio tomadas con el microscopio óptico utilizando LEP 102

Al igual que en el caso anterior, el desgaste sobre el disco de aluminio es muy grande y existe una adhesión de aluminio sobre la bola de acero por lo que podemos decir que se ha producido un desgaste adhesivo con componentes de abrasión en la probeta.

En la *Figura 73*, al igual que en los casos anteriores, se observan marcas de abrasión, apareciendo en los bordes de la huella una ligera deformación plástica del aluminio y deformación también en el interior de la huella.

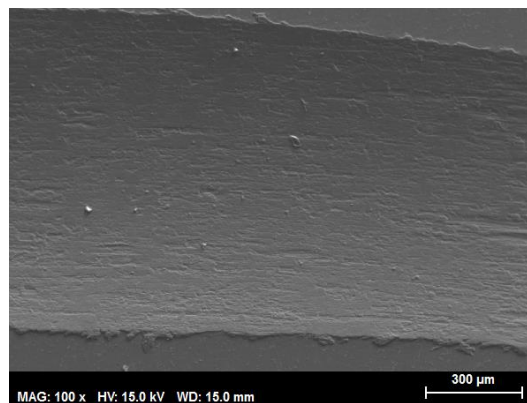


Figura 73. Micrografía de la huella de aluminio (100x) usando LEP 102

A continuación, realizamos un análisis *EDX* dentro y fuera de la huella del aluminio, quedando representado en la *Tabla 15* y en la *Figura 74*.

Elemento	% at dentro huella	% at fuera huella
Al	89,48	89,79
O	2,72	0,69
P	0,05	0,03

Tabla 15. Porcentajes más representativos de los elementos presentes en el aluminio usando LEP 102

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

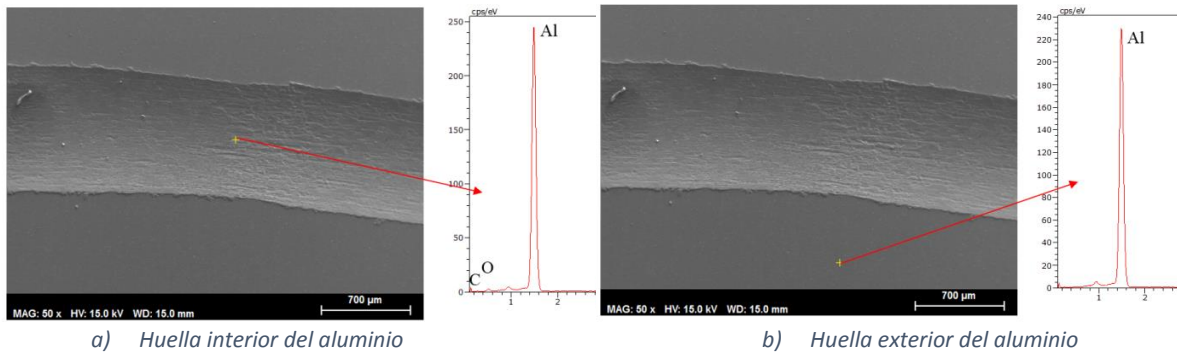


Figura 74. Micrografías SEM de la huella y espectros EDX empleando LEP 102

En la Figura 75 se muestran los mapas elementales de la huella sobre el Al 2011.

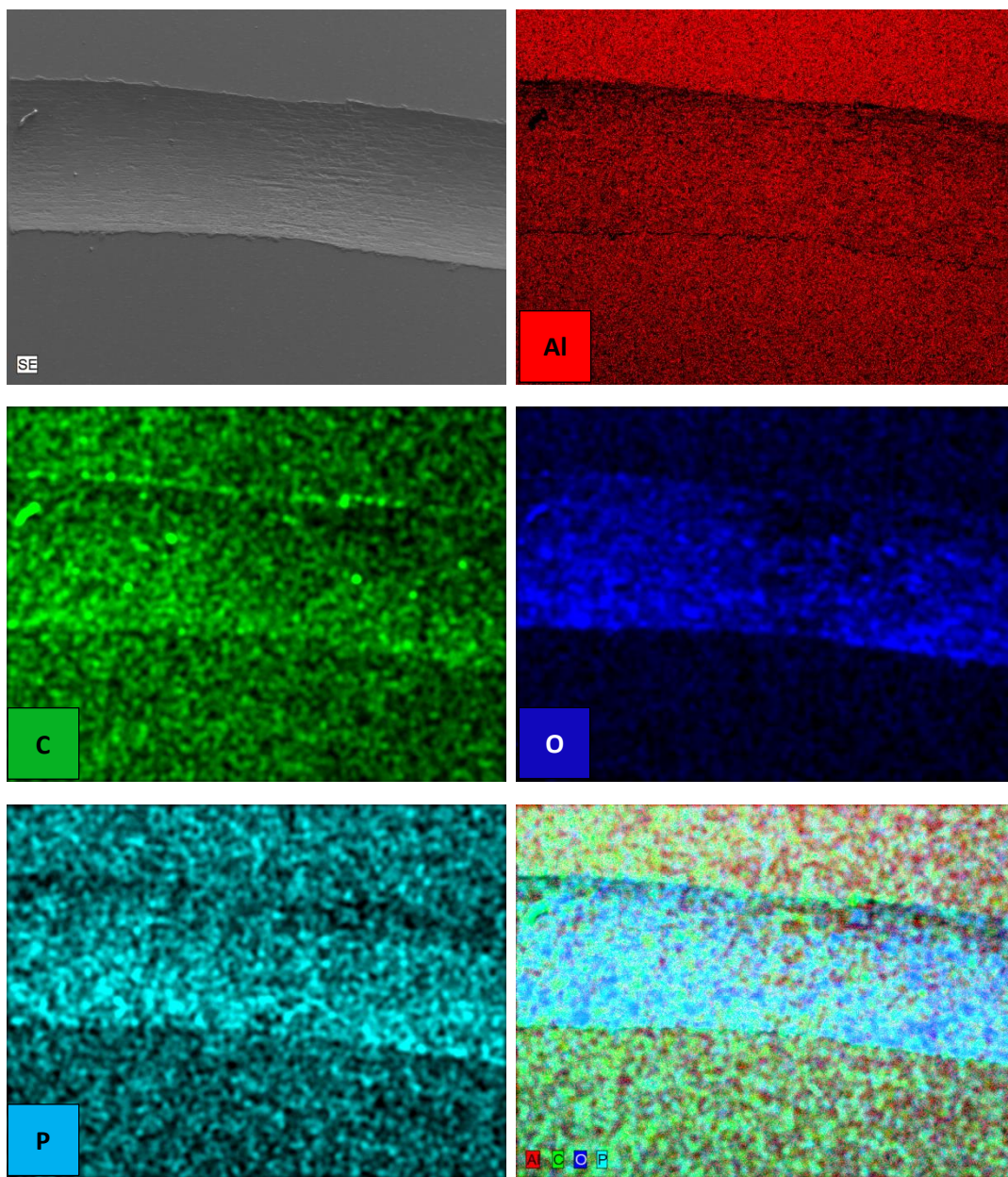


Figura 75. Mapas elementales del aluminio 2011 al utilizar LEP 102

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

De los mapas elementales se extraen las siguientes conclusiones:

- En el mapa elemental de aluminio se puede apreciar como en la zona de contacto con la bola de acero se ha producido una ligera disminución del porcentaje relativo de éste, debido al aumento de otros elementos, pero inferior a los casos anteriores.
- Con respecto al mapa elemental de oxígeno, se observa que en la zona de contacto existe un incremento del porcentaje de oxígeno, debido a la oxidación del aluminio y a la interacción del oxígeno procedente del propio líquido iónico.
- El mapa elemental de fósforo muestra un aumento de este elemento en el interior de la huella, aunque este aumento no es tan claro como en los casos anteriores. Este fósforo proviene del propio líquido iónico, por lo que de nuevo se podría decir que existe una interacción entre las moléculas del líquido iónico y la superficie del aluminio durante el ensayo tribológico.

Para finalizar analizamos también con el microscopio electrónico las partículas de desgaste recogidas inmediatamente después de la finalización del ensayo de desgaste. En la *Figura 76* se muestran dichas partículas y su correspondiente análisis *EDX* en la *Figura 77* y en la *Tabla 16*. En este caso, la morfología es más afilada que en los casos anteriores, como resultado de una mayor abrasión.

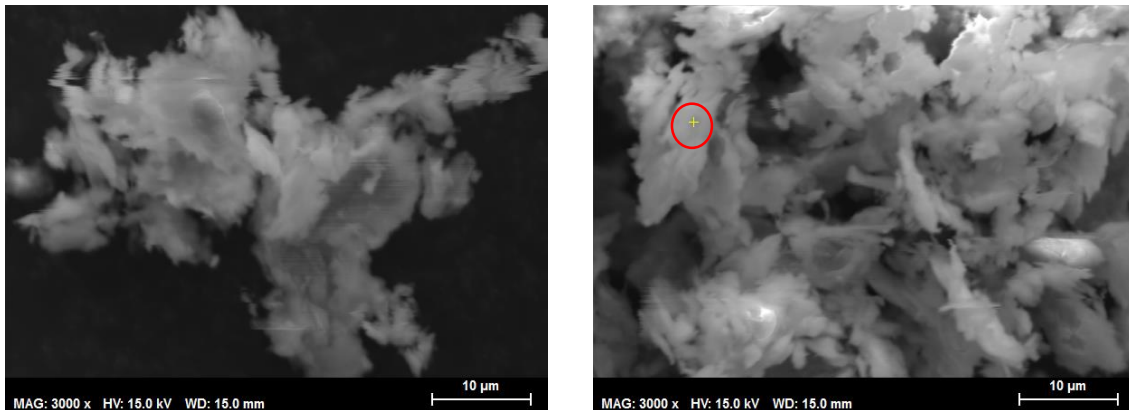


Figura 76. Partículas de desgaste a 3000x en microscopio electrónico extraídas del ensayo LEP 102

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

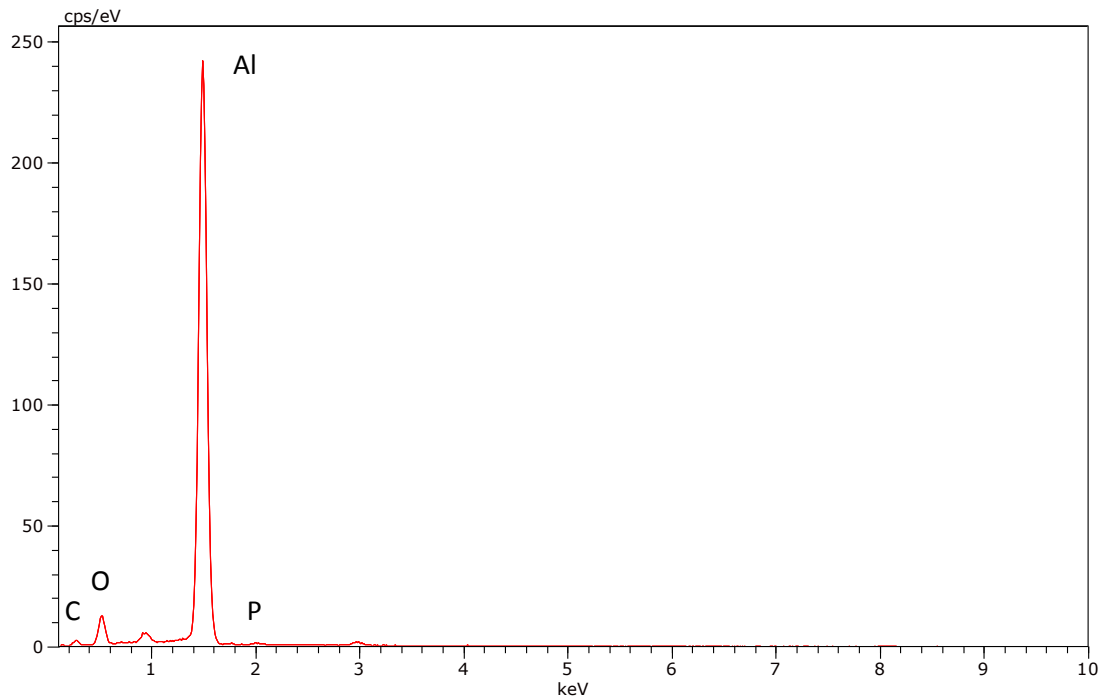


Figura 77. Análisis EDX en la partícula analizada utilizando LEP 102

Elemento	% at
Al	66,94
Fe	0,11
C	16,29
O	15,43
P	0,24

Tabla 16. Porcentaje de elementos presentes en la partícula analizada utilizando LEP 102

Con el análisis EDX se comprueba que las partículas de desgaste generadas están formadas por aluminio y componentes del LI, lo que demuestra que han interactuado. Sin embargo, el porcentaje de fósforo es muy inferior a los casos anteriores, por lo que la interacción será menor.

3.2.4.- Comparación de los ensayos tribológicos

A continuación, se muestra la *Tabla 17* donde se presentan los tres ensayos para establecer la comparación entre ellos:

Ensayo	R_a	Coefficiente de fricción	Volumen de desgaste (mm^3)	Factor de desgaste ($mm^3/N \cdot m$)	Factor de desgaste (mm^3/m)
LMP 101	0,114	0,579	2,46	$1,01 \times 10^{-2}$	$4,93 \times 10^{-3}$
LMP 102	0,120	0,548	2,24	$9,14 \times 10^{-3}$	$4,48 \times 10^{-3}$
LEP 102	0,113	0,643	3,98	$1,62 \times 10^{-2}$	$7,95 \times 10^{-3}$

Tabla 17. Resumen de resultados tribológicos

En la *Figura 78* se comparan los gráficos de fricción de los tres LIs en los ensayos tribológicos.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

Comparación fricción

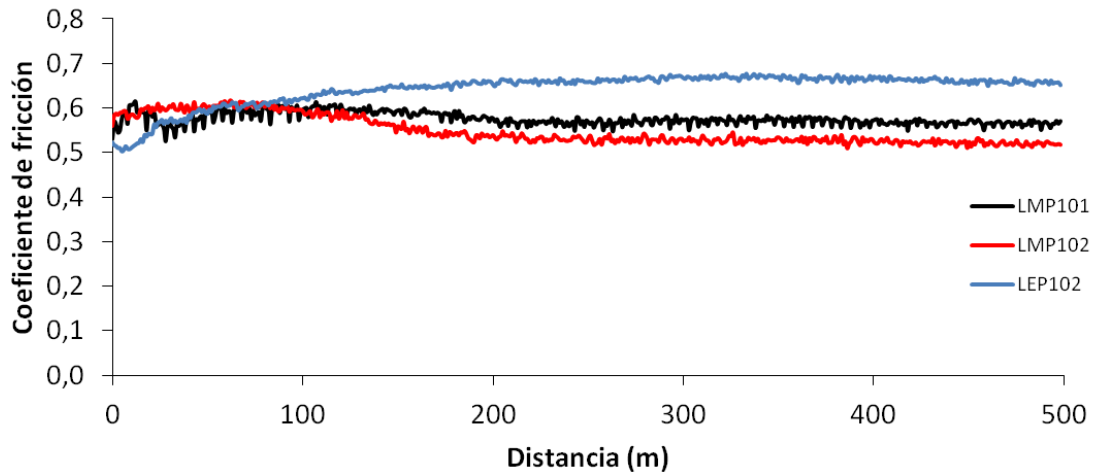


Figura 78. Comparación de la fricción con los tres líquidos iónicos usados

Se observa que los líquidos con el grupo Metilfosfonato, el *LMP 101* y el *LMP 102*, se comportan de manera muy similar y que el líquido *LEP 102* con el grupo Etilfosfonato se comporta peor. De forma cuantitativa hay una disminución del coeficiente de fricción de un 10-15% con respecto al *LEP 102*, por tanto si lo que nos interesa es tener baja fricción el *LEP 102* se descartará en la primera consideración.

En la *Figura 79* y *Figura 80* se representa la comparación de los valores medios de coeficiente de fricción y tasa de desgaste, respectivamente, para los tres *LIs* estudiados.

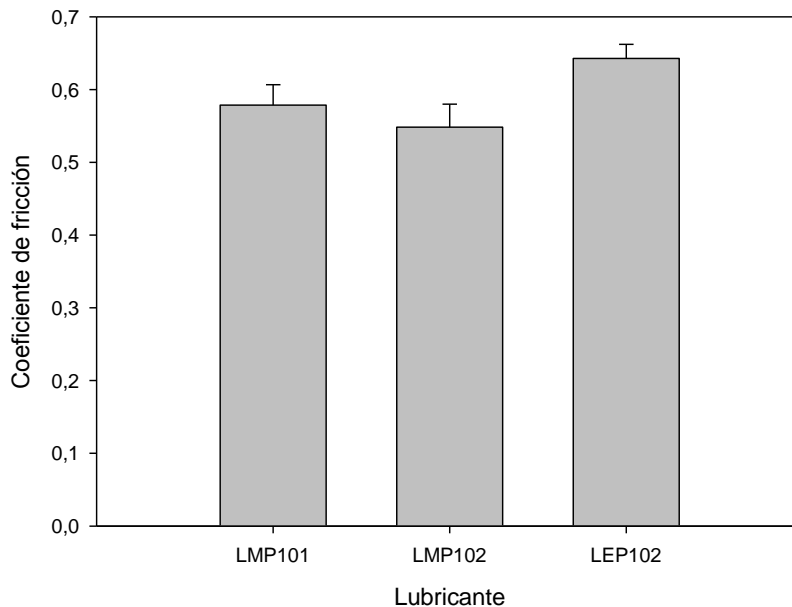


Figura 79. Comparación del coeficiente de fricción para los tres líquidos iónicos

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

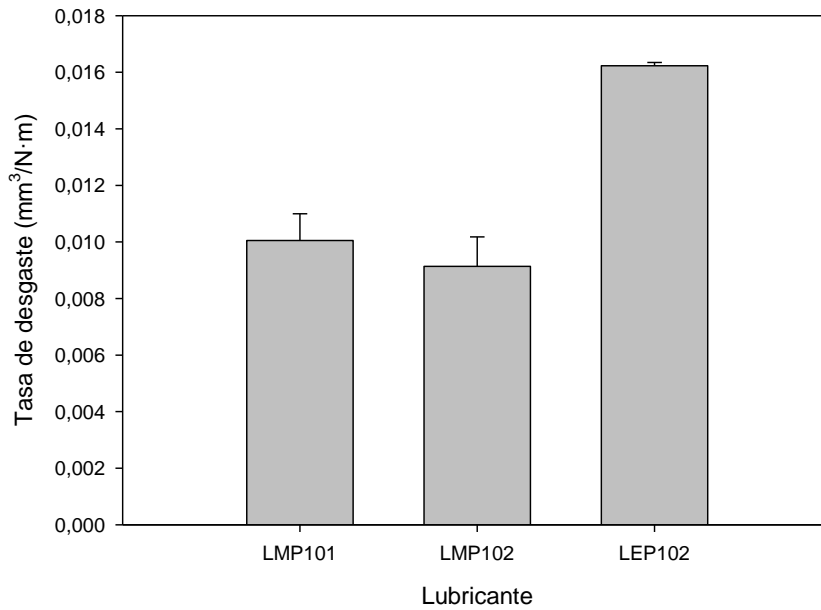


Figura 80. Comparación de la tasa de desgaste para los tres líquidos iónicos

El diagrama presentado en la *Figura 80* refuerza la teoría anteriormente comentada. El lubricante *LEP 102* provoca una tasa de desgaste en el aluminio muy alta, en comparación con los otros dos líquidos.

El perfil topográfico 3D de la huella en el aluminio se presenta en la *Figura 81* y el perfil 2D en la *Figura 82*.

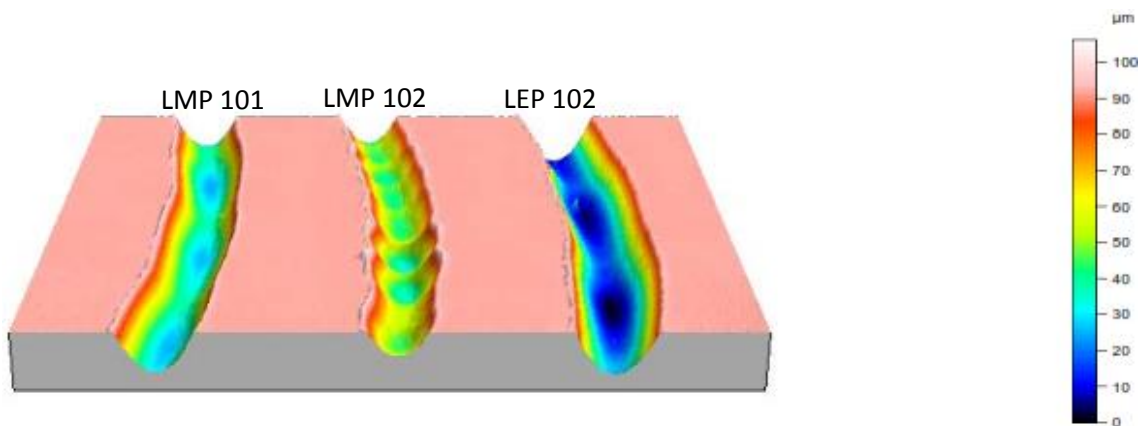


Figura 81. Visión conjunta en 3D de la huella formada por la bola de cero con los tres líquidos

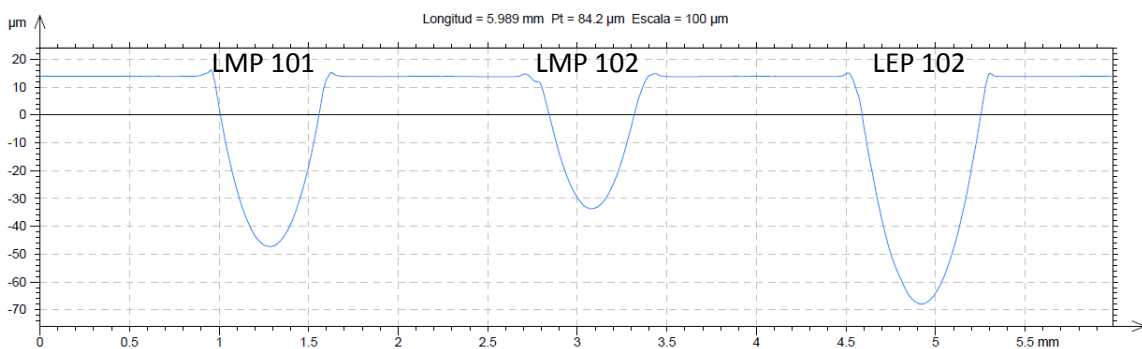


Figura 82. Perfil medio de la huella de los tres lubricantes

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

En esta representación gráfica, también podemos ver como a lo largo de toda la huella el perfil medio del lubricante *LEP 102* es mucho más profundo que con el uso de los otros dos líquidos iónicos, *LMP 101* y *LMP 102*.

Como primera hipótesis, se podría decir que los líquidos derivados del Metilfosfonato, al tener una longitud de cadena menor que el derivado del Etilfosfonato, interaccionan mejor con la superficie de aluminio, permitiendo la formación de una capa adsorbida en la superficie que favorece la prevención de la fricción y el desgaste en los ensayos tribológicos. Estos resultados se corresponden con la mayor concentración de los elementos presentes en el líquido iónico en el interior de la huella (observada con los análisis *EDX*) de estos líquidos con respecto al *LEP 102*.

Se han estudiado mediante análisis por espectroscopía electrónica de rayos-X (*XPS*) las superficies de las huellas en los discos de aluminio con el fin de determinar las interacciones que tienen lugar en el contacto.

Los resultados obtenidos reflejan que los espectros obtenidos en los tres casos son iguales cualitativamente, siendo diferente la proporción de cada elemento, por lo que las especies presentes son las mismas en todos los casos.

La Figura 83 muestra los espectros *XPS* de aluminio, carbono, oxígeno y fósforo. En el espectro del fósforo aparece un pico a $134,3\text{ eV}$ que puede atribuirse a la formación de $AlPO_4$ y otro a $139,3\text{ eV}$ que se puede asignar al grupo fosfonato del líquido iónico que interacciona con la superficie del aluminio.

En el siguiente apartado, también se analizarán estas interacciones superficiales con los ensayos de corrosión.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS TRIBOLÓGICOS**

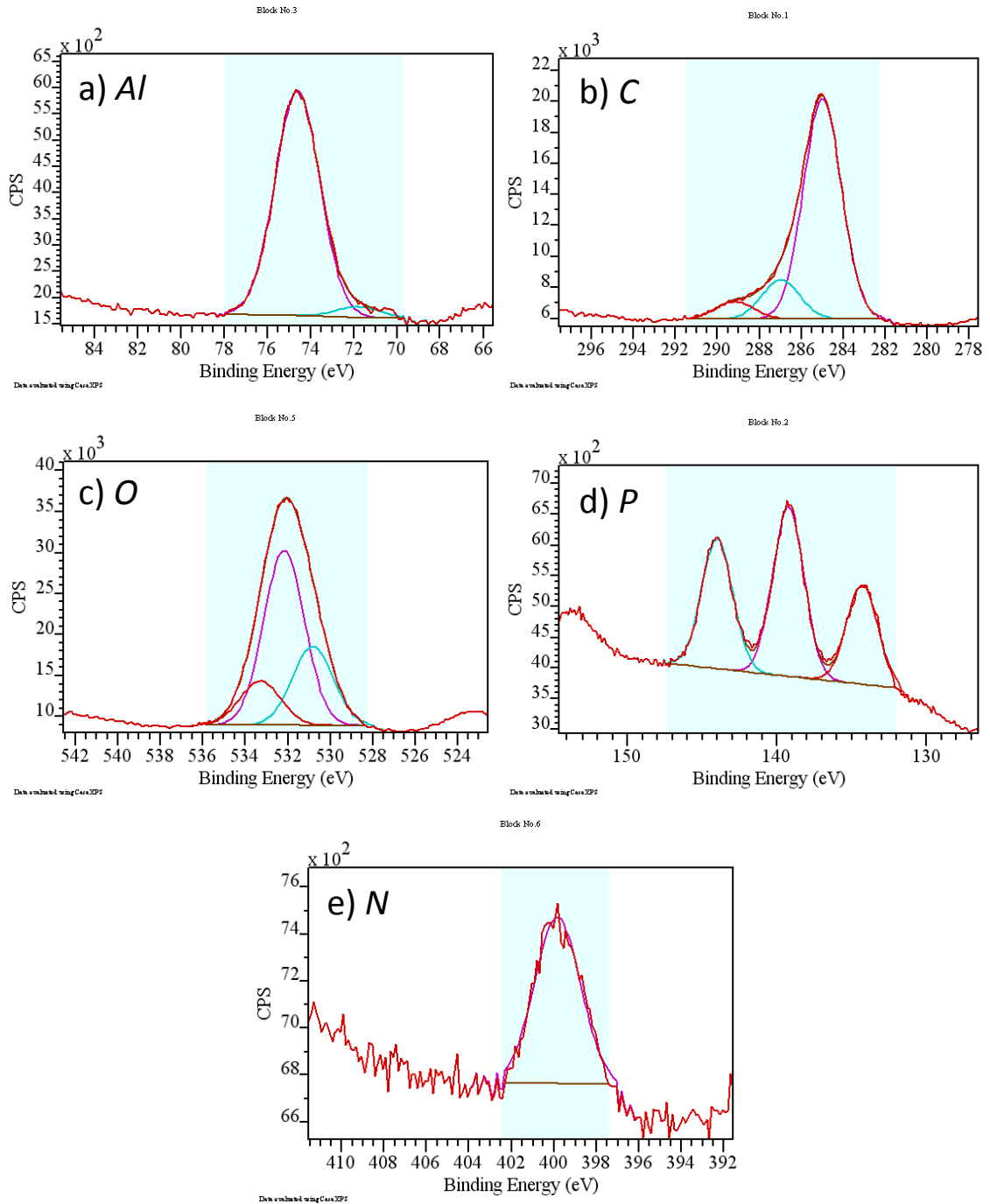


Figura 83. Espectros XPS en la huella de los discos de aluminio tras los ensayos tribológicos de: a) Al; b) C; c) O; d) P; e) N

CAPÍTULO 4

DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN**

CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN

4.1.- Introducción

Los ensayos de corrosión realizados se resumen a continuación:

- Ensayos de corrosión para el líquido iónico *LMP 101*.
- Ensayos de corrosión para el líquido iónico *LMP 102*.
- Ensayos de corrosión para el líquido iónico *LEP 102*.

En todos estos ensayos las condiciones de temperatura y humedad sobre la probeta de aluminio son las mismas.

Para cada ensayo que se realice se analizará la superficie de la pieza a través de imágenes procedentes del perfilómetro antes y después de los ensayos de corrosión determinándose los cambios de rugosidad.

Para cada tipo de lubricante se ha realizado un ensayo de corrosión cubriendo toda la superficie libre de la probeta con *LI*, midiendo la cantidad de líquido iónico utilizado, la variación de masa antes y después del ensayo, la rugosidad superficial en $2D R_a$ y la rugosidad media superficial en $3D S_a$.

4.2.- Ensayos corrosión para el Al 2011 T3

4.2.1.- LMP 101

Para este líquido presentamos las siguientes características de la probeta antes de comenzar el ensayo de corrosión, seco inicial, obtenidos mediante el programa “*Talymap*”, *Tabla 18*.

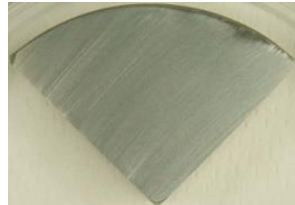


Figura 84. Superficie del aluminio antes de comenzar el ensayo de corrosión con LMP 101

Seco Inicial	<i>LMP 101</i>
R_a	0,2297 μm
S_a	0,2585 μm
m_i	10,0308 g
líquido	0,2772 g

Tabla 18. Características superficiales antes de comenzar el ensayo de corrosión con LMP 101

A continuación, cubrimos toda la superficie con *LMP 101* procurando no derramar el líquido por el borde. El ensayo se retira hacia la cámara de aislamiento, *Figura 52*.

Sólo sacaremos dichos ensayos para tomar muestras fotográficas durante el transcurso del ensayo, *Figura 85*.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN

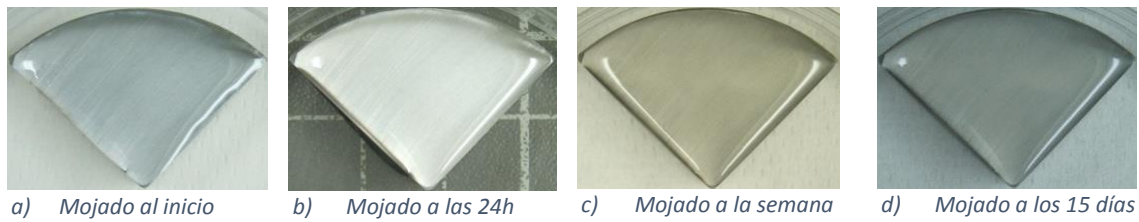


Figura 85. Evolución de la superficie de aluminio en el ensayo de corrosión con LMP 101

En el transcurso de estas dos semanas podemos resaltar:

- 24h: no se aprecia cambios de color ni el líquido ni en la pieza a simple vista.
- 7 días: se observa un ligero empañamiento de la superficie.
- 15 días: la apariencia es la misma que a los 7 días.

En el seco final obtenemos la siguiente apariencia de la superficie del aluminio, *Figura 86*, que analizamos en el perfilómetro, obteniendo la *Tabla 19*. Se aprecia un aumento en la rugosidad superficial en la pieza.

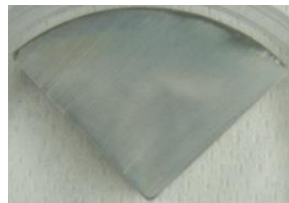


Figura 86. Superficie del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 101

Seco Final	LMP 101
R_a	0,2454 μm
S_a	0,2842 μm
m_f	10,0304 g

Tabla 19. Características superficiales al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 101

La comparación de la *Figura 84* con la *Figura 86* podemos apreciar que la superficie está empañada ligeramente, debido a la interacción del lubricante con el aluminio.

Las variaciones de rugosidades y masas acontecidas durante el ensayo aparecen expuestas en la *Tabla 20*.

Cambios superficiales	LMP 101
$\Delta R_a(\%)$	9,84
$\Delta S_a(\%)$	9,94
$\Delta m(\%)$	0,00

Tabla 20. Cambios superficiales durante el ensayo de corrosión con LMP 101

De la *Tabla 20* podemos extraer la conclusión que, a pesar de aumentar las rugosidades de la superficie, la pérdida de material por corrosión es despreciable.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN**

En la *Figura 87* y *Figura 88* se muestran las imágenes *SEM* y *EDX*, respectivamente, de la superficie de *Al 2011* tras el ensayo de corrosión con *LMP 101*.

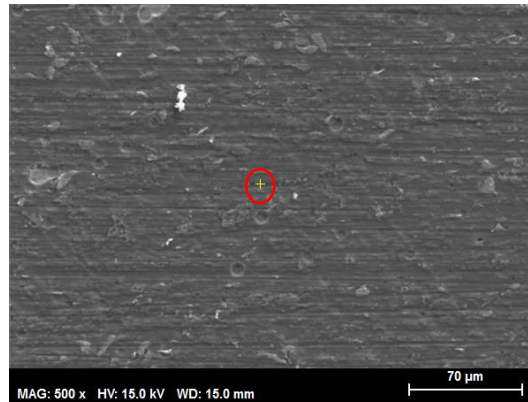


Figura 87. Micrografía SEM a 500x de la superficie del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 101

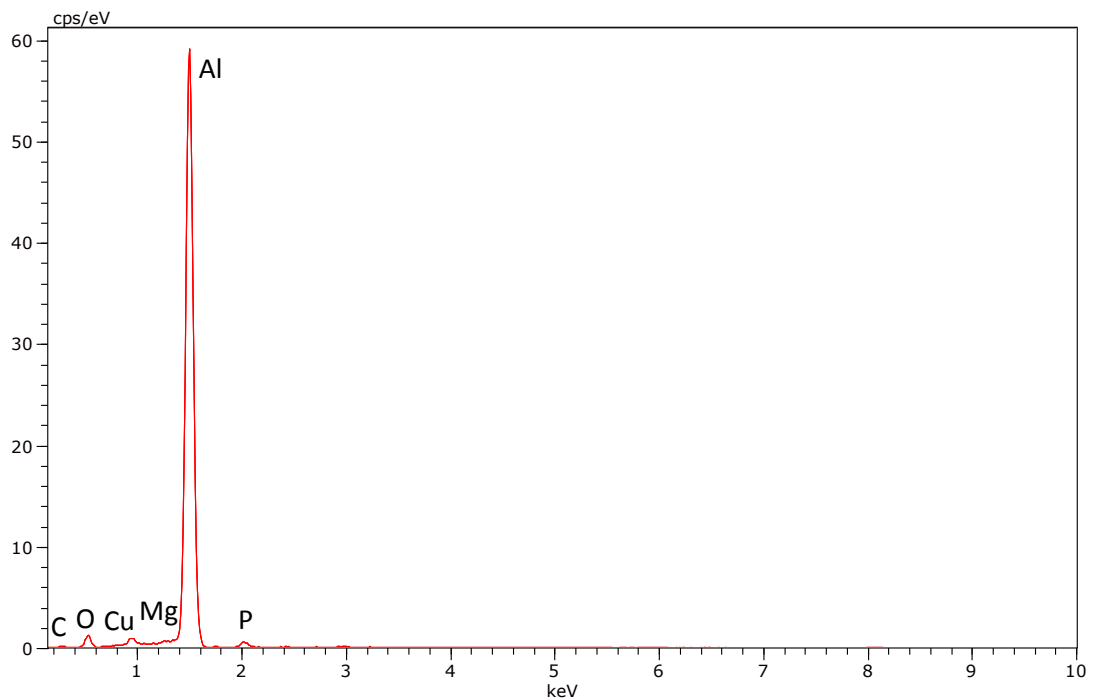


Figura 88. Análisis EDX en la superficie señalada del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 101

En la *Tabla 21* se muestra la composición asociada.

Elemento	% at
Al	83,42
Cu	1,29
Mg	0,61
C	6,51
O	6,81
P	0,75

Tabla 21. Porcentaje de elementos presentes en el aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 101

La presencia de fósforo y oxígeno en el análisis *EDX* indica que hay interacción entre el LI y la superficie de aluminio. Por otro lado, el aumento de oxígeno tras los ensayos no se

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN

corresponde estequiométricamente con el aumento de fósforo, por lo que se puede atribuir a la oxidación de la superficie debido a la presencia de agua por la higroscopicidad del líquido iónico, además de la interacción con el líquido iónico previamente comentada.

4.2.2.- LMP 102

Para este líquido presentamos las siguientes características de la probeta antes de comenzar el ensayo de corrosión, seco inicial, obtenidos mediante el programa "Talymap", *Tabla 22*.

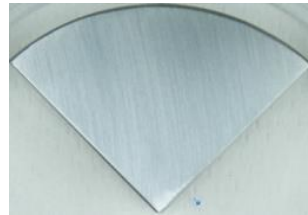


Figura 89. Superficie del aluminio antes de comenzar el ensayo de corrosión con LMP 102

Seco Inicial	LMP 102
R_a	0,2624 μm
S_a	0,2872 μm
m_i	10,0523 g
Líquido	0,3968 g

Tabla 22. Características superficiales antes de comenzar el ensayo de corrosión con LMP 102

A continuación, cubrimos toda la superficie con LMP 102 procurando no derramar el líquido por el borde. El ensayo se retira hacia la cámara de aislamiento *Figura 52*.

Sólo sacaremos dichos ensayos para tomar muestras fotográficas durante el transcurso del ensayo, *Figura 90*.

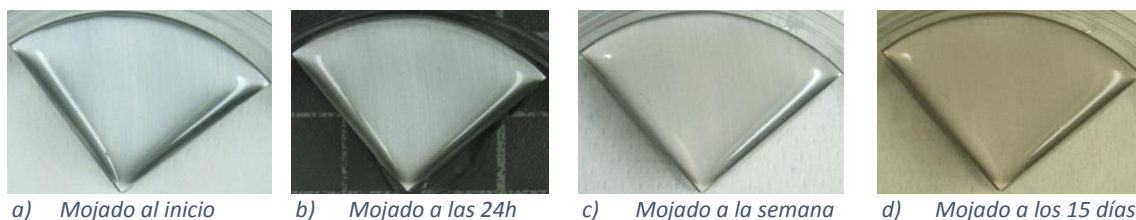


Figura 90. Evolución de la superficie de aluminio en el ensayo de corrosión con LMP 102

En el transcurso de estas dos semanas podemos resaltar:

- 24h: no se aprecia cambios de color ni el líquido ni en la pieza a simple vista.
- 7 días: al igual que con el LMP 101, la superficie metálica se ve ligeramente empañada.
- 15 días: la apariencia es la misma que a los 7 días.

En el seco final obtenemos la siguiente apariencia, *Figura 91*, y analizamos en el perfilómetro la superficie en contacto con el LI, obteniendo la *Tabla 23*.

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN



Figura 91. Superficie del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 102

Seco Final	LMP 102
R_a	0,2785 μm
S_a	0,3126 μm
m_f	10,0522 g

Tabla 23. Características superficiales al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 102

En la comparación de la *Figura 89* con la *Figura 91* podemos apreciar que la superficie está empañada ligeramente, debido a la interacción del lubricante con el aluminio.

Las variaciones de rugosidades y masas acontecidas durante el ensayo aparecen expuestas en la *Tabla 24*.

Cambios superficiales	LMP 102
ΔR_a (%)	6,14
ΔS_a (%)	8,84
Δm (%)	0,00

Tabla 24. Cambios superficiales al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 102

De la *Tabla 24* podemos extraer la conclusión que a pesar de aumentar las rugosidades del material, la pérdida del mismo por corrosión es despreciable.

Ahora, en la *Figura 92* y *Figura 93* se muestran las imágenes SEM y EDX, respectivamente de la superficie de Al 2011 tras el ensayo de corrosión LMP 102.



Figura 92. Micrografía SEM a 500x de la superficie del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 102

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN**

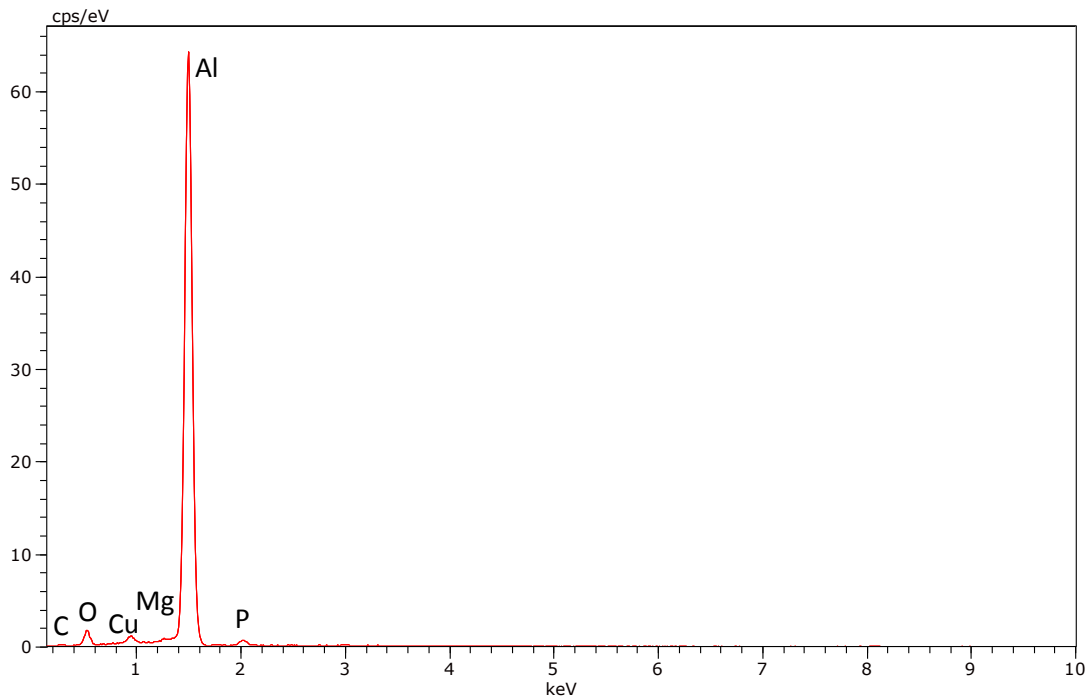


Figura 93. Análisis EDX en la superficie señalada del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 102

En la *Tabla 25* se muestra la composición asociada.

Elemento	% at
Al	81,06
Cu	1,06
Mg	0,71
C	7,13
O	8,87
P	0,96

Tabla 25. Porcentaje de elementos presentes en el aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LMP 102

Al igual que en el caso anterior, la presencia de fósforo y oxígeno en el análisis EDX indica que hay interacción entre el LI y la superficie de aluminio y oxidación de la misma.

4.2.3.- LEP 102

Para este líquido presentamos las siguientes características de la probeta antes de comenzar el ensayo de corrosión, seco inicial, obtenidos mediante el programa "Talymap", *Tabla 26*.



Figura 94. Superficie del aluminio antes de comenzar el ensayo de corrosión con LEP 102

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN

Seco Inicial	LEP 102
R_a	0,2035 μm
S_a	0,2358 μm
m_i	10,9583 g
líquido	0,5283 g

Tabla 26. Características superficiales antes de comenzar el ensayo de corrosión con LEP 102

A continuación, cubrimos toda la superficie con LEP 102 procurando no derramar el líquido por el borde. El ensayo se retira hacia la cámara de aislamiento *Figura 52*

Sólo sacaremos dichos ensayos para tomar muestras fotográficas durante el transcurso del ensayo, *Figura 95*.

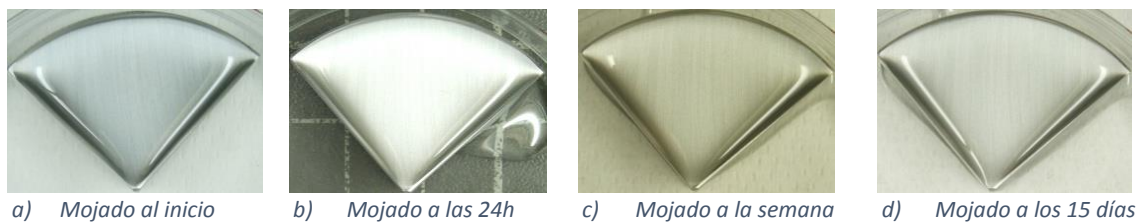


Figura 95. Evolución de la superficie de aluminio en el ensayo de corrosión con LEP 102

En el transcurso de estas dos semanas podemos resaltar:

- 24h: no se aprecia cambios de color ni el líquido ni en la pieza a simple vista.
- 7 días: no se aprecia cambio de color ni en la pieza ni en el fluido.
- 15 días: la apariencia es la misma que a los 7 días.

En el seco final obtenemos la siguiente apariencia, *Figura 96*, y analizamos en el perfilómetro la superficie en contacto con el LI, obteniendo la *Tabla 27*.



Figura 96. Superficie del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LEP 102

Seco Final	LEP 102
R_a	0,2065 μm
S_a	0,2387 μm
m_f	10,9580 g

Tabla 27. Características superficiales al finalizar el ensayo de corrosión con LEP 102

La comparación de la *Figura 94* con la *Figura 96* comprobamos que no ha habido ningún tipo de cambio en su superficie.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN**

Las variaciones de rugosidades y masas acontecidas durante el ensayo aparecen expuestas en la *Tabla 28*.

Cambios superficiales	LEP 102
ΔR_a (%)	1,47
ΔS_a (%)	1,23
Δm (%)	0,00

Tabla 28. Cambios superficiales al finalizar el ensayo de corrosión con LEP 102

De la *Tabla 28* podemos decir que el cambio de rugosidad es mínimo y la pérdida de masa por corrosión es despreciable.

Ahora, en la *Figura 97* y *Figura 98* se muestran las imágenes *SEM* y *EDX*, respectivamente de la superficie de *Al 2011* tras el ensayo de corrosión *LEP 102*.



Figura 97. Micrografía SEM a 500x de la superficie del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LEP 102

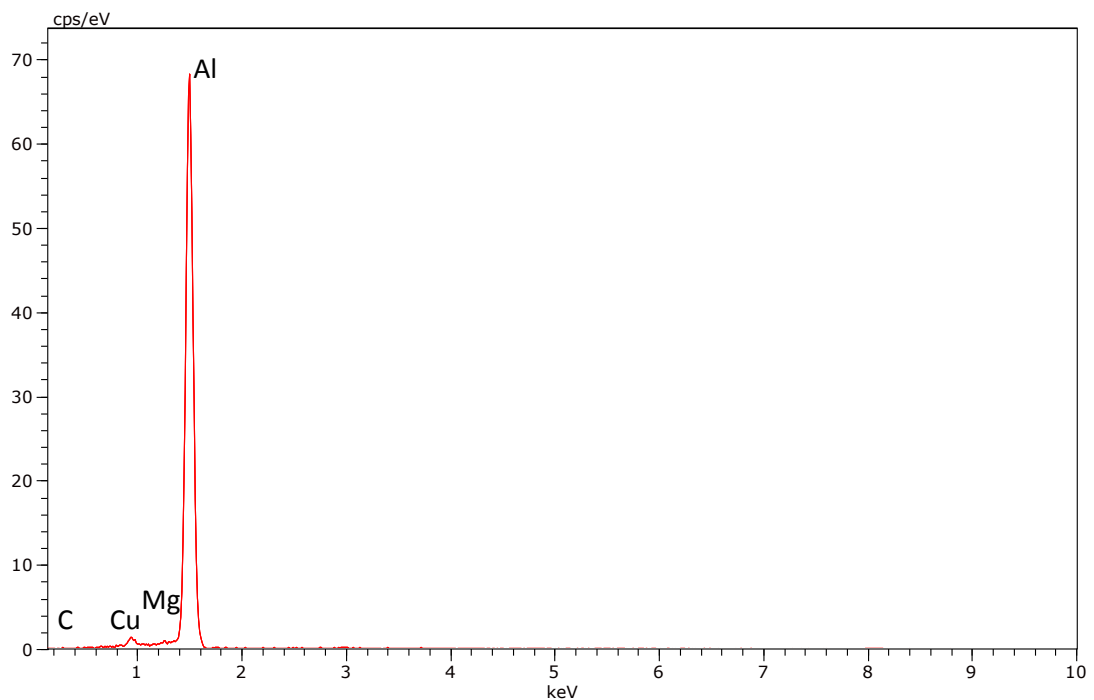


Figura 98. Análisis EDX en la superficie señalada del aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LEP 102

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN**

En la *Tabla 29* se muestra la composición asociada.

Elemento	% at
Al	92,29
Cu	1,46
Mg	0,87
C	4,50
O	0,49
P	0,08

Tabla 29. Porcentaje de elementos presentes en el aluminio al finalizar el ensayo de corrosión con LEP 102

En este caso, con el líquido que contiene el anión Etilfosfonato, el porcentaje de fósforo y oxígeno en el análisis EDX es muy inferior a los casos anteriores con los líquidos que contienen el anión Metilfosfonato, lo que indica que la interacción entre el LI y la superficie de aluminio es mucho menor, o casi inexistente. Además, este líquido es menos higroscópico y la absorción de humedad es inferior. Por ello, los cambios de rugosidad son muy inferiores. Esto podría deberse también a que la cadena alquílica es más larga y dificulta la interacción LI-metal.

4.3.- Comparación de los ensayos de corrosión

Hacemos una comparación de análisis de EDX de los tres ensayos, *Tabla 30*:

Elemento	LMP 101 (% at)	LMP 102 (% at)	LEP 102 (% at)
Al	83,42	81,06	92,29
Cu	1,29	1,06	1,46
Mg	0,61	0,71	0,87
C	6,51	7,13	4,50
O	6,81	8,87	0,49
P	0,75	0,96	0,08

Tabla 30. Comparación de los porcentajes en el análisis EDX para los ensayos de corrosión

Por otro lado, vamos a comparar también los cambios de rugosidad, *Tabla 31*:

Parámetro	LMP 101	LMP 102	LEP 102
ΔR_a (%)	9,84	6,14	1,47
ΔS_a (%)	9,94	8,84	1,23

Tabla 31. Comparación de los cambios en la rugosidad para los ensayos de corrosión

De la *Tabla 30* y de la *Tabla 31* podemos sacar algunas conclusiones:

- Los porcentajes de carbono, oxígeno y fósforo del análisis EDX indican que los líquidos que contienen el anión Metilfosfonato (*LMP101* y *LMP102*) producen una mayor interacción con la superficie del aluminio.
- Con el líquido que contiene el anión Etilfosfonato (*LEP102*), el porcentaje de fósforo y oxígeno en el análisis EDX es muy inferior, lo que indica que la interacción entre el LI y la superficie de aluminio es mucho menor, o casi inexistente.
- Los cambios de rugosidad son mucho mayores también en el caso del *LMP101* y del *LMP102*, confirmando una mayor interacción LI-metal.
- El *LMP101* y el *LMP102* tienen una cadena alquílica en el anión más corta, lo que favorece la interacción con la superficie del aluminio con respecto al *LEP102*.

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE CORROSIÓN**

- Estos resultados confirman lo propuesto en el apartado de ensayos tribológicos, en el que el líquido *LEP102* proporciona peores resultados de fricción y desgaste porque no forma películas protectoras sobre la superficie de aluminio.

CAPÍTULO 5

DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE ÁNGULO DE CONTACTO

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 5: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE ÁNGULO DE CONTACTO

CAPÍTULO 5: DISCUSIÓN DE RESULTADOS DE ÁNGULO DE CONTACTO

5.1.- Introducción

Los ensayos de ángulo de contacto realizados se resumen a continuación:

- Ensayos de ángulo de contacto para el líquido iónico *LMP 101*.
- Ensayos de ángulo de contacto para el líquido iónico *LMP 102*.
- Ensayos de ángulo de contacto para el líquido iónico *LEP 102*.

En todos estos ensayos las condiciones de temperatura y humedad son las mismas. Además, la altura a la que se deja caer la gota es constante.

Para cada probeta se han depositado tres gotas de los tres líquidos diferentes sobre la superficie libre de la probeta para obtener una media de los valores obtenidos de ángulo de contacto.

5.2.- Datos obtenidos de los ensayos.

En la *Tabla 32* se proporciona el resumen de todos los ensayos realizados.

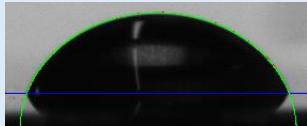
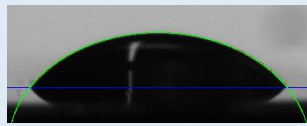
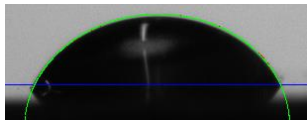
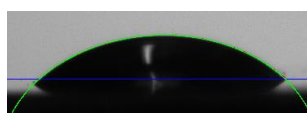
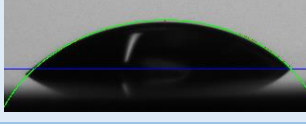

Líquido	Ángulo final medio (desviación estándar)	Gota inicial	Gota final
LMP 101	52,0° (1,5)		
LMP 102	40,5° (1,1)		
LEP 102	19,9° (0,7)		

Tabla 32. Resumen ensayos de ángulo de contacto

En las fotografías mostradas en la *Tabla 32*, la línea azul representa la zona de contacto del líquido con el sólido, y la línea verde es la representación que realiza el programa informático sobre la tendencia que sigue la forma de la gota aproximándola a una elipse, y así poder medir el ángulo de contacto con respecto al corte con la línea azul.

5.3.- Comparación de los ensayos de ángulo de contacto

Se puede apreciar en la *Tabla 32* que el ángulo de contacto es menor para el LEP 102, que mojará más la superficie.

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 6: CONCLUSIONES**

CAPÍTULO 6: CONCLUSIONES

1. Se han estudiado líquidos iónicos (*LIs*) libres de haluros, en particular derivados de fosfonatos, como lubricantes del contacto Al/Acero.
2. Los líquidos iónicos con el anión fosfonato con la cadena lateral más corta (*LMP 101* y *LMP 102*), debido a su mayor reactividad y a su menor viscosidad permiten formar capas de fosfato de aluminio y líquido iónico adsorbido en el contacto que reducen la fricción en un 10% en el caso del *LMP 101* y en un 15% en el caso del *LMP 102* con respecto al líquido iónico con el anión fosfonato con la cadena lateral más larga (*LEP 102*).
3. El desgaste también se ve reducido en un 38% cuando se usa el *LMP 101* como lubricante y en un 44% con el *LMP 102*, con respecto al *LEP 102*.
4. Se han realizado ensayos de corrosión con los tres *LIs* para establecer su posible uso como lubricantes en este contacto, siendo la variación de masa despreciable tras 15 días de inmersión.
5. Los cambios superficiales tras los ensayos de corrosión son mayores en el caso del *LMP 101* y del *LMP 102*, confirmando una mayor interacción LI-metal. Los porcentajes de carbono, oxígeno y fósforo del análisis *EDX* se incrementan tras los ensayos con los líquidos que contienen el anión metilfosfonato (*LMP 101* y *LMP 102*), siendo este aumento mucho menor en el caso de los ensayos con *LEP 102*.
6. El *LMP 101* y el *LMP 102* tienen una cadena alquílica en el anión más corta, lo que favorece la interacción con la superficie del aluminio con respecto al *LEP 102*.
7. Estos resultados confirman lo propuesto en el apartado de ensayos tribológicos, en el que el líquido *LEP 102* proporciona peores resultados de fricción y desgaste porque no forma películas protectoras sobre la superficie de aluminio.

CAPÍTULO 7

BIBLIOGRAFÍA

**LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS
IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA
CAPÍTULO 7: BIBLIOGRAFÍA**

CAPÍTULO 7: BIBLIOGRAFÍA

1. P. Wasserscheid, T. Welton (eds.), "Ionic liquids in synthesis". 2nd ed. Wiley-VCH, 2008.
2. J.S. Wilkes, M.J. Zaworotko, "Air and water stable 1-ethyl-3-methylimidazolium based ionic liquids". *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* (1992)965
3. C. Ye, W. Liu, Y.Chen, L.Yu, "Room-temperature ionic liquids: a novel versatile lubricant". *Chem.Comm.*, (2001)2244-2245.
4. T. Torimoto, T. Tsuda, K. Okazaki, S. Kuwawata, "New frontiers in materials science opened by ionic liquids". *Advanced Materials*, 22(2010)1196-1221.
5. K.R. Lovelock, I.J. Villar-García, F. Maier, H.P. Steinrück, P. Licence, "Photoelectron spectroscopy of ionic liquid-based interfaces". *Chem. Rev.*, 110(2010)5158-5190.
6. I. Minami, "Ionic liquids in tribology". *Molecules*, 14(2009)2262-2269.
7. M.D. Bermúdez, A.E. Jiménez, J. Sanes, F.J. Carrión, "Ionic liquids as advanced lubricants". *Molecules*, 14(2009)2888-2908.
8. J. Van Rensselar, "Unleashing the potential of ionic liquids". *Tribology and Lubrication Technology*, 4(2010)24-31.
9. M. Palacio, B. Bushan, "A review of ionic liquids for green molecular lubrication in nanotechnology". *Tribology Letters*, 40(2010)247-268.
10. Special Issue: "Ionic Liquids in Tribology". *Tribology Letters*, 40(2010)285-395.
11. Tuliá Espinosa Rodríguez, Ana Eva Jiménez Ballesta, Ginés Martínez Nicolás, José Sanes Molina, María Dolores Bermúdez Olivares. "Abrasion resistance of magnesium alloys with surface films generated from phosphonate imidazolium ionic liquids". *Applied Surface Science* 320(2014) 267 - 273.
12. Tuliá Espinosa Rodríguez, José Sanes Molina, María Dolores Bermúdez Olivares. "Halogen-Free Phosphonate Ionic Liquids as Precursors of Abrasion Resistant Surface Layers on AZ31B Magnesium Alloy. *Coatings* 5 (2015) 39- 53.
13. A.E. Jiménez, M.D. Bermúdez, P. Iglesias, F.J. Carrión, G. Martínez-Nicolás, "1-N-alkyl-3-methylimidazolium ionic liquids as neat lubricants and lubricant additives in steel-aluminium contacts". *Wear* 260 (2006) 766–782.
14. A.E. Jiménez, M.D. Bermúdez, F.J. Carrión, G. Martínez-Nicolás, "Room temperature ionic liquids as lubricant additives in steel-aluminium contacts: Influence of sliding velocity, normal load and temperature". *Wear* 261 (2006) 347–359.
15. A.E. Jiménez, M.D. Bermúdez, "Imidazolium ionic liquids as additives of the synthetic ester propylene glycol dioleate in aluminium-steel lubrication". *Wear* 265 (2008) 787–798
16. M.D. Bermúdez, A.E. Jiménez, G. Martínez-Nicolás, "Study of surface interactions of ionic liquids with aluminium alloys in corrosion and erosion-corrosion processes". *Applied Surface Science* 253 (2007) 7295–7302.
17. D.R. Macfarlane, M. Forsyth, P. C. Howlett, J. M. Pringle, J. Sun, G. Annat, W. Neil, E. I. Izgorodina "Ionic liquids in electrochemical devices and processes: managing interfacial Electrochemistry". *Accounts of Chemical Research*, 40(2007)1165-1173.
18. Y. Han, D. Qiao, L. Zhang, D. Feng, "Study of tribological performance and mechanism of phosphonate ionic liquids for steel/aluminium contact". *Tribology International* 84(2015)71-80

LUBRICACIÓN DEL CONTACTO ALUMINIO-ACERO CON LÍQUIDOS IÓNICOS EN ATMÓSFERA CONTROLADA

CAPÍTULO 7: BIBLIOGRAFÍA

19. A. Viedma, "Apuntes de Mecánica de Fluidos". UPCT, 2013
20. A. Viedma, "Apuntes de Ingeniería de Fluidos". UPCT, 2014
21. B. Song, Prof. Dr. Springer, "Software for Drop Shape Analysis DSA1 for contact angle measurement systems. User Manual". KRÜSS GmbH, Hamburg 2004-2011.
22. A. Martínez, "Estudio comparativos de aceros inoxidable y aceros de rodamientos en presencia de nuevos tipos de lubricantes sintéticos". PFC (UPCT), 2013
23. A.J. Mendoza, "Estudio comparativo de corrosión y comportamiento tribológico de fluidos iónicos comerciales y sintéticos". PFC (UPCT), 2014
24. "Operator's Handbook". Taylor Hobson Precision, 2009
25. M.D. Bermúdez, "Apuntes de Tecnología de Materiales". UPCT, 2014
26. A.E. Jiménez, "Fluidos Iónicos en Lubricación de Contacto Aluminio-Acero. Interacciones Superficiales y Triboquímicas". TD (UPCT), 2007
27. Información tomada de la página: "www.tribology-abc.com" en Junio de 2016.
28. Información tomada de la página: "www.matweb.com" en Junio de 2016.