

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD DE APLICAR LÍQUIDOS IÓNICOS COMO LUBRICANTES EN UN CONTACTO ACERO- ACERO

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela

Por el Bachiller

Avendaño M. Juan M.

Para optar por el título de
Ingeniero Mecánico.

Caracas, Junio 2014

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD DE APLICAR LÍQUIDOS IÓNICOS COMO LUBRICANTES EN UN CONTACTO ACERO- ACERO

Tutora: Prof. Dra. Yucelys Santana

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Bachiller
Avendaño M. Juan M.
Para optar por el título de
Ingeniero Mecánico

Caracas, Junio 2014



ACTA

Los abajo firmantes, Miembros del Jurado Examinador designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica para evaluar el Trabajo Especial de Grado bajo la tutoría de la Dra. Yucelys Santana, Docente de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales – UCV, y presentado por el Bachiller:

Juan Manuel Avendaño Montoya

Titulado

“ Estudio de la Factibilidad de Aplicar Líquidos Iónicos como Lubricantes para un Contacto Acero-Acero ”

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el Plan de Estudios conducente al Título de Ingeniero Mecánico.

Acta se levanta en la ciudad de Caracas, a los cinco días del mes de junio del año dos mil catorce.


Prof. Víctor Othman Falcón

Jurado


Prof. Rafael Guerra

Jurado


Prof. José Gregorio La Barbera

Tutor-Suplente



DEDICATORIA

A mis padres, Vicente y Nelly, por su incondicional apoyo a lo largo de este camino recorrido, este trabajo es por y para ustedes.

A mis hermanos, Juan José, Robert José, por su constante atención e influencia en mi crecimiento como persona.

A mi hermana Milagros, Emilio y mis pequeños sobrinos, Sebastián y Alfonso, son más que una fuentes de inspiración.

AGRADECIMIENTOS

A la Facultad de Ingeniería y en especial a la Escuela de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central de Venezuela que todo este tiempo sirvió como casa de estudio.

A la Profesora Yucelys Santana, por depositar su confianza en mi persona y brindar su ayuda y paciencia para la realización de este proyecto.

Al Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación de la Universidad de Oviedo, y especialmente al Laboratorio de Ingeniería Mecánica (Lusutec).

A los Profesores Antolin Hernández, Rubén González, José Luis Viesca y a la Ing. Raquel Monge por su total dedicación e inclusión en el equipo de trabajo del Laboratorio de Ingeniería Mecánica de la Universidad de Oviedo.

Al Profesor Crisanto Villalobos por su constante atención y apoyo.

A todos los profesores de la Escuela de Ingeniería Mecánica con sus conocimientos impartidos para desempeñar la práctica profesional.

A los compañeros y amigos de estudio, gracias brindarme su amistad y ánimos para luchar siempre.

A Estefany Sánchez y a todas esas personas que me he cruzado a lo largo de mi carrera y que han influido en la persona que soy hoy en día, la vida coloca a las personas correctas en el momento correcto.

Infinito agradecimiento a Dios por permitirme y darme el privilegio de estudiar en la Universidad Central de Venezuela, además de la fuerzas y salud todo este tiempo de carrera para poder llegar a este momento tan importante de

Avendaño M. Juan M.

ESTUDIO DE LA FACTIBILIDAD DE APLICAR LÍQUIDOS IÓNICOS COMO LUBRICANTES EN UN CONTACTO ACERO-ACERO.

**Tutora: Prof(a). Dra. Santana M. Yucelys Y. Trabajo Especial de Grado.
Caracas. UCV. Facultad de Ingeniería.
Escuela de Ingeniería Mecánica. 2014. 117 páginas**

Palabras claves: Líquidos Iónicos, Lubricación, Tribología, Desgaste, Acero AISI 52100.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tiene la finalidad de estudiar la factibilidad y viabilidad de aplicar líquidos iónicos como innovador aditivo lubricante, con el fin de sustituir los aditivos tradicionales, que proporcionan mejoras considerables en las propiedades tribológicas en los sistemas mecánicos. En primer lugar se analizaron las propiedades tribológicas de cuatro diferentes tipos de líquidos iónicos, se seleccionaron sólo dos de ellos, el Choline Bis(trifluorometilsufonil)imida [Choline][Ntf₂] y el 1-Butil-1-metilpirrolidinio Bis(trifluorometilsufonil)imida [BMP][Ntf₂], para la lubricación de un contacto acero-acero, los cuales presentaron los mejores resultados en fricción, al igual que cumplieron con las características requeridas. Utilizando la configuración “Bola Sobre Placa” de tipo recíprocante, se realizaron los ensayos con las mezclas de líquidos iónicos (Lis), con una concentración en peso del 2% y 5% de líquidos iónicos, en dos tipos de aceites base (mineral y sintético). Todos los ensayos se realizaron a temperatura controlada de 40°C y 100°C, y además con cargas normales aplicadas de 60N y 100N, a una velocidad de deslizamiento constante de 0,16 m/s y una frecuencia de 20Hz. Para el estudio del volumen y mecanismo de desgaste se utilizaron las técnicas de microscopía confocal, MEB-EDS y XPS. Los aceites base presentaron los valores más altos en fricción y desgaste, logrando disminuir los mismos hasta un 30% en desgaste para los ciertos mismos aceites aditivados con líquidos iónicos. Aunque presentan porcentaje de mejora, los hacen fuertes alternativas lubricantes para el futuro.

INDICE

ACTA	iii
DEDICATORIA	iii
AGRADECIMIENTOS	v
RESUMEN	vi
INDICE	vii
LISTA DE ABREVIATURAS	ix
LISTA DE FIGURAS	xi
LISTA DE TABLAS	xiv
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I	3
1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
1.2. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN	4
1.2.1 Objetivo General	4
1.2.2. Objetivos Específicos.....	4
CAPÍTULO II	6
2.1 Tribología	6
2.2. Fricción.....	8
2.3. Desgaste	10
2.3.1 Desgaste deslizante	10
2.3.2 Desgaste por abrasión:	11
2.3.3 Desgaste corrosivo:.....	12
2.3.4 Desgaste erosivo:.....	12
2.4. Lubricación	13
2.5. Líquidos iónicos.....	22
2.5.1. Propiedades Lubricantes de los Líquidos Iónicos	23

2.5.2. Aplicaciones de los Líquidos iónicos (LIs) como materiales “verdes” en Ingeniería.....	25
2.5.3. Principales Líquidos Iónicos utilizados en tribología.	28
2.5.4. Aplicaciones fundamentales en la actualidad	29
CAPÍTULO III	34
3.1. Obtención de las muestras.....	34
3.1.1. Líquidos Iónicos:.....	34
3.1.2. Aceites Base.....	40
3.2. Preparación y caracterización de probetas:	41
3.2.1. Selección de Material.....	42
3.2.2. Características del acero AISI 52100.....	42
3.2.3. Características físicas de las muestras.....	43
3.3. Procedimiento Experimental.....	43
CAPÍTULO IV.....	54
4.1 Ensayos Tribológicos a Líquidos iónicos puros.....	54
4.2 Análisis de la estabilidad de las mezclas de aceite base y líquidos iónicos.	60
4.3 Ensayos de desgaste para una carga 60N y una temperatura de 40°C.	63
4.4 Ensayos de desgaste para una carga de 60N y una Temperatura de 100°C.	70
4.5 Ensayos de desgaste para una carga de 100N y una temperatura de 40°C.	88
CAPÍTULO V: CONCLUSIONES.....	96
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	99
REFERENCIAS ELECTRONICAS.....	104

LISTA DE ABREVIATURAS

AISI – Instituto Americano del Acero y el metal (Siglas en ingles)

μ - Coeficiente de fricción

Fr – Fuerza de Roce

N – Fuerza normal

HDL – Lubricación Hidrodinámica (Siglas en ingles)

EHL – Lubricación elastohidrodinámica (Siglas en ingles)

BL- Lubricación Límite (Siglas en ingles)

LIs- Líquidos Iónicos

v – velocidad de deslizamiento

D- Viscosidadcinematica

h - Espesor de Película

σ – Rugosidad superficial

EP- Extrema Presión

cP-centiPoises

ϵ - Constante dielectrica

BMP – 1-Butil-1-metilpirrolidinio

(NEMM)MOE – Etil-dimetil-2-metoxietilamonio

FAP - Trifluorotris(pentafluoroetil) fosfato

PAO – Polialfaolefina

TiN – Nitruro de Titanio

CrN – Nitruro de Cromo

DLC – Carbono tipo Diamante (Siglas en Ingles)

ZDDP - Dialquilditiofosfato de zinc

XPS – Espectroscopia de Fotoelectrones de Rayos X (Siglas en ingles)

BF₄ – Tetrafluoroborato

PF₆ – Hexafluorofosfato

HF - Ácido fluorhídrico

SRV - Fricción y Desgaste alternativo (siglas en alemán)

Ntf2 - bis(trifluorometilsulfonil)imida.

HV – Dureza Vickers

HRC – Dureza Rockwell C

Ra - Rugosidad

LISTA DE FIGURAS

FIGURA	PAGINA
Figura 2.1 Factores que afectan la fricción entre superficies.	9
Figura 2.2 Fuerza necesaria para mover un cuerpo venciendo la fricción.	10
Figura 2.3 Fenómeno de desgaste adhesivo.	11
Figura 2.4 Esquema de un desgaste abrasivo.	11
Figura 2.5 Curva de Stribeck	17
Figura 2.6 Coeficiente de Fricción para cada carga aplicada	31
Figura 3.1 Estructura Molecular del BMP-FAP	38
Figura 3.2 Estructura Molecular del (NEMM)MOE-FAP	38
Figura 3.3 Estructura Molecular del BMP-Ntf2	39
Figura 3.4 Estructura Molecular del Choline-Ntf2.	39
Figura 3.5 Test Tribológico “Ball-on-Plate” Reciprocante	41
Figura 3.6 Disco y Bola PCS Instruments acero AISI 52100	42
Figura 3.7 Fases de la Experimentación	44
Figura 3.8 SonicadorBandelinSonoplus	45
Figura 3.9 Baño de Ultrasonidos	46
Figura 3.10 Turbiscan LA	47
Figura 3.11 Tribómetro CETR-UMT-3.	49
Figura 3.12 Base de la probeta y portabola del tribómetro	50
Figura 3.13 Microscopio Leica DCM 3D	51
Figura 3.14 Espectrómetro de fotoelectrones de rayos X	53
Figura 4.1 Coeficiente de Fricción en líquidos iónicos puros a 60N y una temperatura de 40°C	55
Figura 4.2 Gráfica del Coeficiente de Fricción vs tiempo de ensayo para los distintos tipos de líquido iónico a una carga de 60N y una temperatura de 40°C	56
Figura 4.3 Coeficiente de fricción en líquidos iónicos puros a una carga de 60N y una temperatura de 100°C.	57
Figura 4.4 Gráfica de Coeficiente de Fricción en función al tiempo de ensayo para una carga de 60N y una temperatura de 100°C	57

FIGURA		PÁGINA
Figura 4.5	Coeficiente de fricción para líquidos iónicos a una carga de 100N y a una temperatura de 40°C	58
Figura 4.6	Transmisión de luz frente a la posición de todo el recipiente de la muestra FLENI+2%Choline-Ntf2.	61
Figura 4.7	Transmisión de luz frente a la posición de todo el recipiente de la muestra FLENI+2%BMP-Ntf2.	62
Figura 4.8	Transmisión de luz frente a la posición del recipiente de la muestra FLENDER+5%BMP-Ntf2.	62
Figura 4.9	Transmisión de luz frente a la posición del recipiente de la muestra FLENDER+5%Choline-Ntf2.	63
Figura 4.10	Coeficiente de fricción para todos los ensayos a una carga de 60N y una temperatura de 40°C	65
Figura 4.11	Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 40°C, lubricado con: a) FLENI + 2%BMP-Ntf2, b) FLENI + 2%Choline-Ntf2, c) FLENI (puro), d) FLENI + 5% BMP-Ntf2, e)FLENI + 5% Choline-Ntf2.	66-67
Figura 4.12	Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 40°C, lubricado con: a) FLENDER + 2%BMP-Ntf2, b) FLENDER + 2%Choline-Ntf2, c) FLENDER (puro), d) FLENDER + 5% BMP-Ntf2, e) FLENDER + 5% Choline-Ntf2.	67
Figura 4.13	Volumen de desgaste para los lubricantes ensayadas a 60N a40°C.	68
Figura 4.14	Perfil Topográfico de Microscopía Confocal para visualizar el volumen de desgaste para una mezcla FLENDER+2%Choline-Ntf2 a una carga de 60N y 40°C	69
Figura 4.15	Coeficiente de fricción para todos los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 100°C	72
Figura 4.16	Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 100°C, lubricado con: a) FLENI + 2%BMP-Ntf2, b) FLENI + 2%Choline-Ntf2, c) FLENI (puro), d) FLENI + 5% BMP-Ntf2, e) FLENI + 5% Choline-Ntf2.	74
Figura 4.17	Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 100°C, lubricado con: a) FLENDER + 2%BMP-Ntf2, b) FLENDER + 2%Choline-Ntf2, c) FLENDER (puro) d) FLENDER + 5% BMP-Ntf2, e) FLENDER + 5% Choline-Ntf2.	75

	PÁGINA	FIGURA
Figura 4.18	Volumen de desgaste para los lubricantes ensayados a una carga de 60N y una temperatura de 100 ° C.	76
Figura 4.19	Perfil Topográfico de Microscopía Confocal para visualizar el volumen de desgaste para una mezcla FLENDER+5%BMP-Ntf2 a una carga de 60N y 100°C.	78
Figura 4.20	Comparativa del desgaste del aceite base FLENI con líquidos iónicos a distintas temperaturas y la misma carga.	80
Figura 4.21	Comparativa del desgaste del aceite base FLENDER con líquidos iónicos a distintas temperaturas y la misma carga.	80
Figura 4.22	Comparativa en los resultados de fricción del aceite base FLENI con líquido iónico a distintas temperaturas y la misma carga	81
Figura 4.23	Comparativa en los resultados de fricción del aceite base FLENDER con líquido iónico a distintas temperaturas y la misma carga.	81
Figura 4.24	Imágenes de la MEB de una mezcla Fleni+5%(BMP)(Ntf2). a) 60N y 40°C. b) 60N y 100°C.	83
Figura 4.25	Imágenes del MEB para la mezcla de Flender+5%Choline-Ntf2 a 40x. a) 60N y 40°C. b) 60N y 40°C	83-84
Figura 4.26	Espectros del análisis del XPS dentro de la huella de desgaste para una carga de 60N y una temperatura de 40°C	87
Figura 4.27	Coeficiente de Fricción para todos los ensayos realizados a una carga de 100N y una temperatura de 40°C.	89
Figura 4.28	Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 100 N a 40°C, lubricado con: a) FLENI + 2%BMP-Ntf2, b) FLENI + 2%Choline-Ntf2, c) FLENI (puro), d) FLENI + 5% BMP-Ntf2, e) FLENI + 5% Choline-Ntf2.	90-91
Figura 4.29	Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 100 N a 40°C, lubricado con: a) FLENDER + 2%BMP-Ntf2, b) FLENDER + 2%Choline-Ntf2, c) FLENDER (puro) d) FLENDER + 5% BMP-Ntf2, e) FLENDER + 5% Choline-Ntf2.	92
Figura 4.30	Volumen de desgaste para los lubricantes ensayados a una carga de 100N a 40°C	93

LISTA DE TABLAS

TABLA	PAGINA
Tabla 2.1 Parámetros que influyen en un ensayo tribológico	7
Tabla 2.2 Algunas propiedades básicas de los aditivos	20
Tabla 2.3 Principales Aplicaciones de los Líquidos Iónicos.	29
Tabla 3.1 Propiedades de los líquidos iónicos	40
Tabla 3.2 Propiedades físicas de los aceites base	41
Tabla 3.3 Composición Química del Acero AISI 52100	42
Tabla 3.4 Parámetros de ensayo	50
Tabla 4.1 Resultados de Fricción para todos los líquidos iónicos puros.	59
Tabla 4.2 Resultados de fricción para los ensayos realizados a una carga de 60N y una tem. 40°C	64-65
Tabla 4.3 Resultados de volumen de desgaste en los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 40°C.	70
Tabla 4.4 Resultados de fricción para todos los ensayos a una carga de 60N y una temperatura de 100°C	72-73
Tabla 4.5 Resultados de volumen de desgaste en los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 100°C	77
Tabla 4.6 Tabla de resultados del XPS, para una carga de 60N y una temperatura de 100°C, con lubricante mineral.	85
Tabla 4.7 Tabla de resultados del XPS, para una carga de 60N y una temperatura de 100°C, con lubricante Sintético.	86
Tabla 4.8 Resultados de fricción para los ensayos realizados a una carga de 100N y una temperatura de 40°C.	89-90
Tabla 4.9 Resultados de volumen de desgaste en los ensayos realizados a una carga de 100N y una temperatura de 40°C	94

INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, la Tribología se convirtió en una de las ciencias de más rápido desarrollo, confirmándolo el gran número de cátedras universitarias creadas para tribología con las recomendaciones y medidas aplicadas por varios gobiernos de países desarrollados como por ejemplo el Gran Bretaña, Japón, Estados Unidos, Alemania entre otros. La tribología comenzó a reconocerse como una fuente de gran potencial para economizar recursos financieros, materias primas y materiales energéticos, ya que si se consigue minimizar estos factores esto se traducirá en un aumento considerable en vida útil, fiabilidad y mejora de la eficiencia en los sistemas mecánicos. De aquí la enorme importancia y recomendación a estimular a los países a desarrollar investigaciones de fricción, lubricación y desgaste. Hoy en día resulta indispensable desarrollar materiales antifricción y lubricantes para condiciones de servicio severas, ya que en los mecanismos de transmisión los engranajes juegan un gran papel y cada vez las exigencias de los mismos aumentan, creando una especie de ciclo para desarrollo tanto en los engranajes, como en las acciones a realizar para el mantenimiento y durabilidad de estos, es importante destacar que la lubricación es el método más concreto para controlar el desgaste y disminuir la fricción.

Por otro lado, en la actualidad la sociedad busca la preservación del medio ambiente, no vale únicamente con elaborar o investigar lubricantes que mejoren la eficiencia de los mecanismos, deben ser además ambientalmente aceptables, con ello implican que al momento de su elaboración, utilización y evaporización disminuyan la mayor cantidad posible su impacto en el medio ambiente. La norma ISO 14040/2 establece los principios y términos generales en las técnicas para evaluar el impacto ambiental en la vida útil del producto (Life Cycle Assessment).

De acuerdo a esto, innovar lubricantes eficientes, económicamente afrontables y ambientalmente sostenibles constituyen una gran ventaja competitiva en la industria de la lubricación para los siguientes años. Tomando en cuenta que el principal inconveniente de los lubricantes líquidos es la degradación en servicio, es indispensable la agregación de distintos aditivos que fortalezcan las propiedades del lubricante.

En la presente investigación, se realizaron evaluaciones sobre la aplicación de lubricantes comerciales y líquidos iónicos puros, los cuales pueden formar una capa lubricante en la superficie de los materiales, con el fin de disminuir la fricción y el desgaste, y de esta forma evaluar el efecto tribológico en los materiales habituales, en este caso, acero AISI 52100 utilizados para la fabricación de mecanismos mecánicos. La tendencia o esencia de estas investigaciones es a incrementar la resistencia al desgaste en condiciones extremas de trabajo (Cargas, temperatura, altas velocidades), mejorando los materiales y que los lubricantes vayan aumentando de calidad. Los resultados de este trabajo podrían indicar factores importantes que reporten un beneficio tanto para los fabricantes de lubricantes como para las industrias que utilicen distintos sistemas mecánicos, obteniendo información útil en la formulación de lubricantes y la elección de distintos recubrimientos a utilizar, y que de igual forma sean compuestos de bajo impacto ambiental.

CAPÍTULO I

1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El propósito de esta investigación fue, aplicar estudios que muestren como sustituir los aditivos comerciales que se utilizan en los lubricantes, por líquidos iónicos, que puedan mejorar las condiciones tribológicas disminuyendo la fricción y el desgaste, y además aumenten considerablemente la eficiencia y durabilidad de los equipos mecánicos, alargando su vida útil. Es importante recordar que en sistemas mecánicos, la fricción es la responsable de la mayor pérdida y disipación de gran energía. Esta energía perdida debe ser continuamente repuesta con el fin de mantener un movimiento deslizante, la energía disipada principalmente en forma de calor dan como resultado el desgaste de las superficies deslizantes y una eventual la degradación hasta el punto que es necesario que tengan que ser sustituidas completamente.

Por su parte la fricción genera gran cantidad de calor, la cual tiene que ser eliminada mediante un sistema de enfriamiento para evitar daños y/o limitar las condiciones de eficiencia de los mecanismos de trabajo. Los líquidos iónicos han mostrado tener gran efectividad como fluidos lubricantes, pero dado sus costes actuales es más factible su uso como aditivos antidesgaste y antifricción que como aceites lubricantes, incluyendo los utilizados en la lubricación de aerogeneradores los cuales lubrican tanto los engranajes de las multiplicadoras como a sus cojinetes de apoyo.

La realización de ensayos tribológicos con distintos líquidos iónicos aplicados como lubricante a dos cargas y dos temperaturas de operación diferentes, viene dada por la misma necesidad que existe de mejorar en la calidad tanto los materiales para el diseño de mecanismos, en este caso engranajes para multiplicadoras, y el aumento de la velocidad de giro de

ejes, como los medios o fluidos necesarios para la disminución del roce entre cuerpos, creando una película de lubricante con espesor suficiente entre las dos superficies en contacto, la cual evita el rozamiento, pudiendo así lograr una confiabilidad a largo plazo en el sistema mecánico. Cabe recordar que un desgaste excesivo de estos puede provocar mayores gastos económicos de mantenimiento, una disminución de la vida útil y el calentamiento de las superficies en contacto de piezas con movimiento relativo.

1.2. OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

1.2.1 Objetivo General

- Estudiar y evaluar la factibilidad técnica de mejorar comportamiento tribológico de un contacto acero-acero AISI 52100 con un lubricante aditivado con líquidos iónicos utilizados para la lubricación de distintos sistemas mecánicos con la finalidad de disminuir la fricción y el desgaste.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Estudiar las propiedades tribológicas de cuatro líquidos iónicos aptos para la inclusión como aditivos lubricantes.
- Determinar el comportamiento tribológico de aceite base lubricantes (Puro y aditivado) en los pares tribológicos elegidos
- Medir en tiempo real el coeficiente de fricción y cuantificar el desgaste obtenido en los ensayos tribológicos acero-acero en los ensayos

tribológicos para un contacto acero-acero en una configuración “Bola sobre Placa”.

- Comparar los resultados del desgaste obtenidos y recomendar futuras investigaciones de líquidos iónicos alternativos en el contacto acero-acero.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTO TEORICO

A continuación se presenta una serie de conceptos y definiciones, así como los antecedentes que le dan sustento a esta investigación y que servirán para la discusión e interpretación de los resultados obtenidos.

2.1 Tribología

La tribología es la ciencia que estudia las reacciones entre dos cuerpos que están en movimiento relativo, y esto se centra especialmente en tres fenómenos importantes: la fricción entre dos cuerpos que están en movimiento; el desgaste como efecto natural de este fenómeno y la lubricación como un medio para evitar el roce entre cuerpos. (Blau. 1992)

Martinez, (2002) opina que la Tribología se trata sin duda de una ciencia multidisciplinar, es decir, requiere entre otros de conocimientos de física, química y tecnología de materiales para poder abordarla. Las tareas fundamentales de un tribólogo son reducir la fricción y el desgaste para conservar y ahorrar energía, incrementar la productividad y minimizar el mantenimiento. La tribología está prácticamente presente en todos los aspectos de una maquinaria y componentes de una industria en general. (Rodamientos, frenos, anillos de pistón y engranajes)

Antes del nacimiento de la Tribología como ciencia se hablaba de lubricación o ingeniería de lubricación, ya que no se había generalizado la disminución de la fricción y el desgaste como prácticas cotidianas (Amann, *et al*, 2013). Actualmente la tribología se encarga de estudiar la fricción y sus efectos asociados, tratando de prevenirlos con mejores prácticas de

lubricación. La aplicación de los conocimientos de tribología deriva en distintos aspectos importantes en mecanismos e industrias como:

- Ahorro de materias primas
- Aumento de la vida útil de las máquinas y herramientas
- Ahorro de recursos naturales
- Ahorro de energía
- Ahorro económico.

Por su parte otros investigadores estudiaron un tribosistema (Elementos interactuantes y su entorno: materiales, geometría, medio ambiente, lubricante, huellas de desgaste, etc.) donde están interviniendo una serie de parámetros, la mayoría de los cuales son difíciles de controlar, medir o igualmente identificar (Cubillan, A. *et al.* 2002), esto engloba: el diseño, los materiales de las superficies en contacto, el sistema de aplicación del lubricante, el medio circundante, las condiciones de operación. (Tabla 2.1).

Tabla 2.1. Parámetros que influyen en un ensayo tribológico

Diseño	Condición de las superficies, tal como rugosidad y dureza
	Área de contacto nominal entre los cuerpos
	Forma del contacto mecánico, por ejemplo: Contacto puntual
	Niveles de la fuerza aplicada
	Niveles de la velocidad relativa de las superficies de contacto
Materiales	Propiedades de los materiales: mecánicas, físicas, etc.
	Estado de fase: gas, líquido o sólido
	Combinaciones del material
	Alteraciones inducidas a la fricción y el desgaste
Medio Ambiente	Propiedades químicas: corrosión, potencial químico, etc.
	Propiedades físicas: temperatura, presión, humedad, etc
	Propiedades mecánicas: coeficiente de fricción, viscosidad, etc

Analizando los tres fenómenos fundamentales en los que se centra la tribología se tiene:

2.2. Fricción

El fenómeno de fricción ha sido definido como la fuerza de rozamiento entre dos superficies en contacto que se opone al movimiento de uno sobre el otro. Estas se diferencian en dos tipos de fuerzas de roce: fuerza de roce estática y fuerza de roce dinámico. La fuerza de rozamiento estática, es la fuerza de roce de dos cuerpos que no están en movimiento relativo, está es máxima en el instante antes del inicio del movimiento. La fuerza de rozamiento dinámico, es la que actúa en sentido contrario entre un cuerpo y el plano a cual desliza el mismo. (Blau. 1992)

Las fuerzas de rozamiento son totalmente independientes al área de la superficie de contacto (Fig. 2.1), sin embargo depende de la naturaleza de los cuerpos en contacto, así como del estado en que se encuentran las superficies; de igual forma la fuerza de roce es directamente proporcional a la normal N , que actúa entre las superficies de contacto. Para un mismo cuerpo la fuerza de roce es mayor en el momento de arranque que cuando se inició el movimiento y la fuerza de rozamiento es prácticamente independiente a la velocidad con que se desplaza un cuerpo sobre otro. (Martines. 2002)

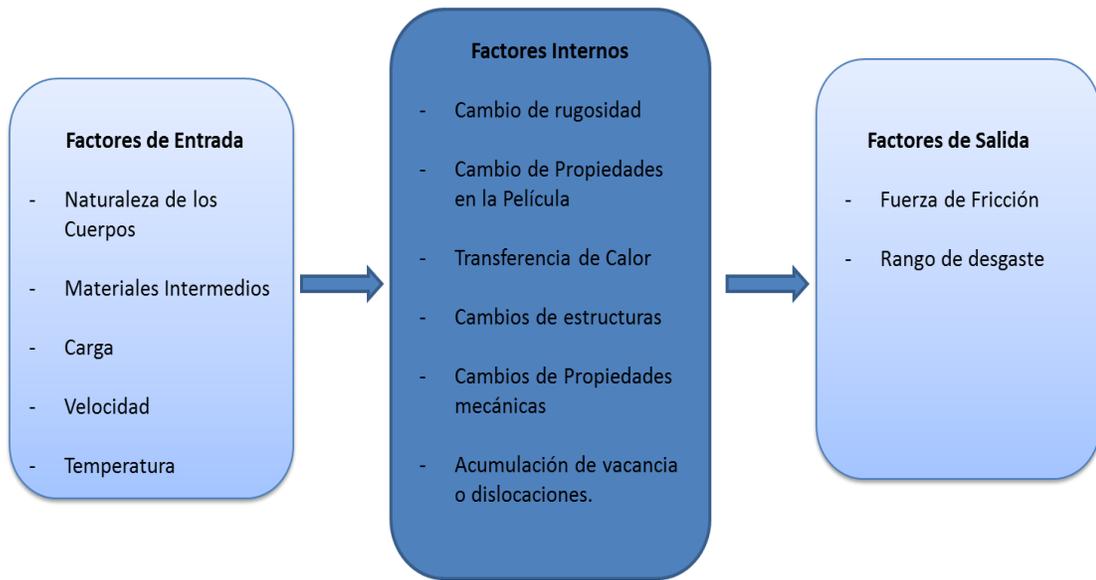


Figura 2.1: Factores que afectan la fricción entre superficies.

Hutchings, (2005) reportó que tanto en el deslizamiento como en la rodadura pura se necesita aplicar una fuerza tangencial (F) para mover el cuerpo superior sobre la superficie. La relación entre la fuerza de fricción (Fr) y la carga normal (N) se conoce como coeficiente de fricción, y se puede expresar de la forma (Fig 2.2):

$$\mu_k = \frac{Fr}{N} = \frac{Fr}{W} \quad (1)$$

Dónde:

Fr : fuerza de roce [N]

μ_k : coeficiente de fricción

W : fuerza en la dirección normal al movimiento, reacción a la carga aplicada (W)[N].

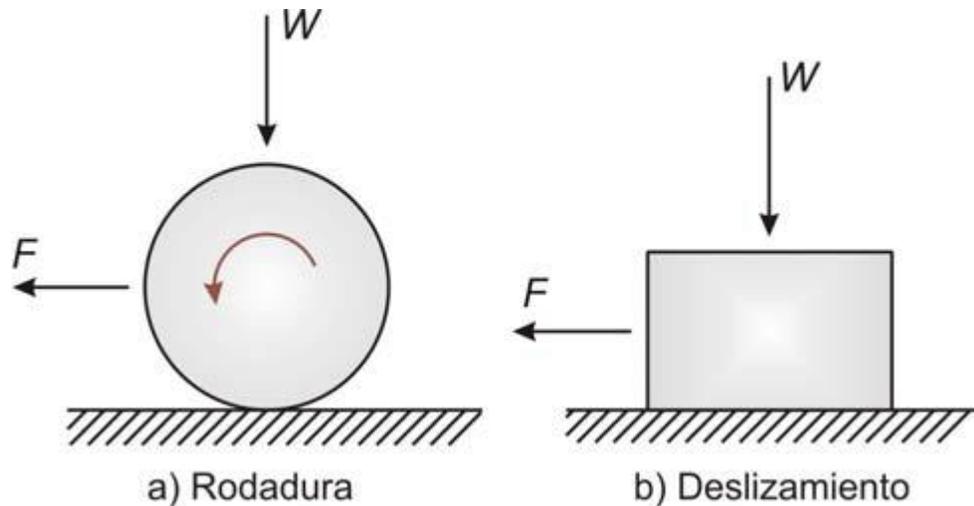


Figura 2.2. Fuerza necesaria para mover un cuerpo venciendo la fricción.

2.3. Desgaste

En el segundo fenómeno tribológico, se tiene el desgaste. Cubillan, A et al.(2002) definieron como desgaste a la pérdida de material por el roce entre las superficies en contacto, cuando se ajusta un movimiento relativo bajo la acción de una fuerza. Visca, (2007) planteó que los tipos de ensayos de desgaste se pueden clasificar de la siguiente manera:

2.3.1 Desgaste deslizante: cuando dos superficies se deslizan una contra otra bajo presión, generando calor y elevando la temperatura del material llevándola hasta la soldadura en fase sólida (Fig 2.3).

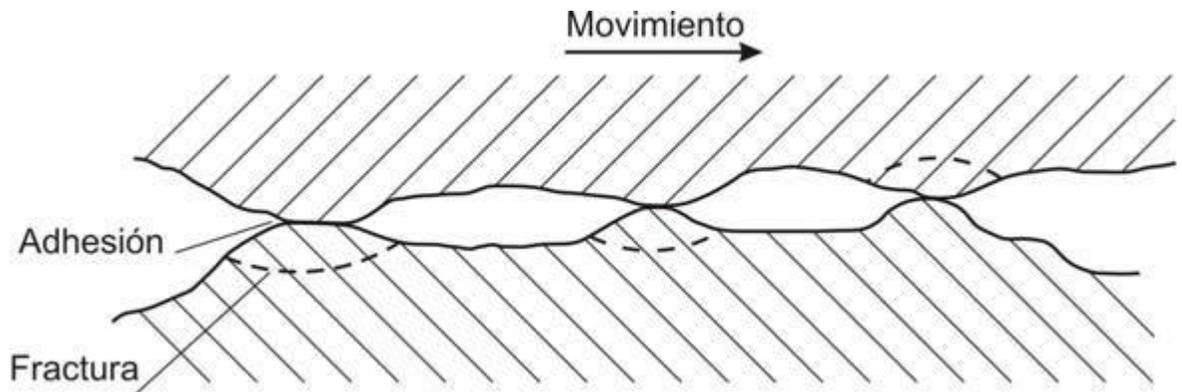


Figura 2.3. Fenómeno de desgaste adhesivo.

2.3.2 Desgaste por abrasión: Es el producido por la interacción entre superficies rugosas con elevada diferencia de dureza. Hoy en día este problema se ha minimizado consiguiendo un mejor acabado superficial en la mecanización de las piezas. Por otro lado este tipo de desgaste también puede aparecer en un medio que tenga la presencia de partículas libres, de material más duras que las superficies (polvo, arena, etc.) durante el movimiento relativo y debe ser tomado en cuenta en mecanismos que trabajen en ambientes contaminados (Fig 2.4)

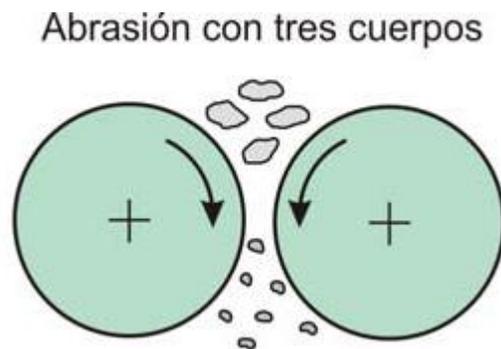


Figura 2.4. Esquema de un desgaste abrasivo.

2.3.3 Desgaste corrosivo: es una forma de desgaste en que las reacciones químicas o electroquímicas con el medio ambiente contribuyen significativamente en la velocidad del desgaste. Principalmente originado por la humedad, cuando las superficies se ponen en contacto con líquidos o gases con los que reaccionan químicamente o electroquímicamente formando una especie de productos de desgaste que se adhieren en la superficie. Esto no fuese importante si ocurriera en un medio estático ya que una sola capa formada no produciría mayor degradación, pero al estar en un medio deslizante esa primera capa formada se destruiría y por lo consiguiente continuar el ataque.

2.3.4 Desgaste erosivo: Principalmente formado por el producto resultante del desgaste corrosivo, por fatiga y adhesivo, al tener una especie de corriente de partículas abrasivas provocando pérdidas de material en la superficie por el contacto. Para la eliminación de este tipo de desgaste se procede a la instalación de filtros que eliminen estas partículas en los circuitos de lubricación de un mecanismo.

- **Efectos ambientales de los ensayos de desgaste deslizante.**

Otras influencias importantes en los procesos de desgaste se deben a efectos ambientales. Es obvio que los cambios de temperatura afectan tanto las propiedades de los materiales en contacto, como las interacciones químicas entre sus superficies. De igual forma la humedad relativa tiene un efecto significativo sobre estas últimas. Según Bentley y Duquette (1981),

generalmente la fricción y el desgaste aumentan con la temperatura, como resultado de aumentos de ductilidad de las asperezas y del crecimiento resultante de las juntas metálicas. Sin embargo, se han encontrado temperaturas de transición, por encima de las cuales se producen notables reducciones de la fricción y el desgaste. En general este fenómeno se ha asociado a la formación, por encima de esas temperaturas, de óxidos con muy buenas propiedades lubricantes. Con respecto a la humedad, los mismos autores reseñan resultados contradictorios. Por ejemplo, en un caso se encontró que la tasa de desgaste era máxima, con humedades relativas de entre 30 y 50%, para fricción oscilatoria de dos aceros al carbono. En un ensayo del mismo tipo, por el contrario, se presentó un mínimo de la Tasa de Desgaste para el 45% de humedad relativa. Es de interés la consideración que hacen Bentley y Duquette (1981) en el sentido que la oxidación puede tener efectos opuestos. Por una parte, la oxidación promueve el desprendimiento de átomos metálicos, lo cual implica desgaste. Pero desde otro punto de vista, las películas de óxidos superficiales actúan como lubricantes, inhibiendo el proceso de fricción y desgaste.

2.4. Lubricación

Como tercer factor y que cada vez toma mayor importancia se encuentra la Lubricación, Blau, (1992) definió que esta tiene como objetivo reducir el rozamiento, desgaste y el calentamiento de las superficies en contacto que están en movimiento relativo, durante la vida prevista del sistema que contiene elementos mecánicos. Entre funciones secundarias de los lubricantes se encuentra prevenir la corrosión, disipar el calor, la suciedad y los escombros resultados del desgaste. Es principalmente aplicado en los cojinetes y se deben tomar en cuenta algunos factores de diseño para determinar el tipo de lubricante a utilizar, entre estos están: las cargas

aplicadas y condiciones de servicio, condiciones de instalación y posibilidad de mantenimiento, tolerancia de fabricación y costo de instalación. Sin embargo los fabricantes de maquinarias ayudan a definir las necesidades del sistema recomendando grados de viscosidad y la calidad del lubricante adecuado para el uso que tendrá.

La lubricación puede diferenciarse en los siguientes tipos: hidrodinámica, límite o de contorno e hidrostática.

- En la hidrodinámica las superficies están separadas por una película de lubricante para proporcionar estabilidad.
- La de capa límite es una película de lubricante bastante fina donde existe un contacto parcial entre superficies.
- La hidrostática es la que se obtiene introduciendo a presión el lubricante en la zona de carga creando una película de lubricante suficiente que evita el contacto superficial.

En cuanto a los tipos de lubricantes Martínez, (2002) plantean tres tipos bien diferenciados: lubricantes sólidos, lubricantes líquidos y lubricantes semisólidos.

- Lubricante Sólido: es una película delgada constituida por sólidos, la cual se introduce entre dos superficies en contacto con el fin de modificar la lubricación y desgaste.
- Lubricante Líquido: son usados frecuentemente y se basan en fracciones de petróleo refinado o en fluidos sintéticos.
- Lubricante Semisólidos: son lubricantes con composición mineral, vegetal y normalmente son combinados con lubricantes sólidos.

Para llevar a cabo funciones correctas y de mejoramiento en los lubricantes, los fluidos bases necesitan ayuda de aditivos químicos. Estos

aditivos sirven para mejorar la capacidad del aceite lubricante base ya sea para mejorar las propiedades ya existentes o añadir nuevas propiedades a los mismos. Por esta razón los aditivos ahora forman parte integral en los lubricantes modernos.

Un lubricante aditivado está comprendido por un fluido base y un paquete de rendimiento. Este último contiene un número de compuestos químicos que ayudan a mejorar la capacidad de lubricación del aceite base. La calidad y cantidad de los aditivos depende de la calidad del fluido base y el uso previsto del mismo, en general los fluidos bases de baja calidad necesitarían mejores aditivos y posiblemente en grandes cantidades. De esta manera la aplicación que tiene mayor demanda de lubricantes (Aceite de motor y aceites para engranajes) requieren aditivos superiores. (Blau, 1992).

Hsu, (2004) indica que un sistema tribológico lubricado consiste en dos superficies en movimiento bajo una carga con la presencia de un agente lubricante entre ellas. La lubricación se consigue gracias a las propiedades físicas y químicas del fluido lubricante y se basa en dos principios:

- Evitar el contacto entre las superficies gracias a la presión hidrostática e hidrodinámica generada por el fluido lubricante, que permite soportar la carga aplicada (Lubricación hidrodinámica o HDL y elastohidrodinámica o EHL, en sus siglas en inglés).
- Bajo cargas altas y/o velocidades bajas, se generan finas películas químicas a partir de los aditivos que protegen a las superficies del inevitable contacto entre las asperezas. Estas películas protegen del esfuerzo cortante provocado por la fricción y la abrasión del contacto (Lubricación límite o BL, siglas en inglés).

El modelo más aceptado para los contactos deslizantes (Fig. 2.5) con lubricación es el formulado por Stribeck en 1902, planteado por Sobert, et al (2009), quienes describieron una variación de la fricción con respecto al parámetro de Hersey ($\eta * v/F_n$), dónde:

v: es la velocidad de deslizamiento.

η la viscosidad dinámica.

F_n : la fuerza normal aplicada.

μ : Coeficiente de Fricción

h: espesor de película de lubricante

σ : rugosidad superficial.

$$h/\sigma = (\eta * v)/F_n \quad (2)$$

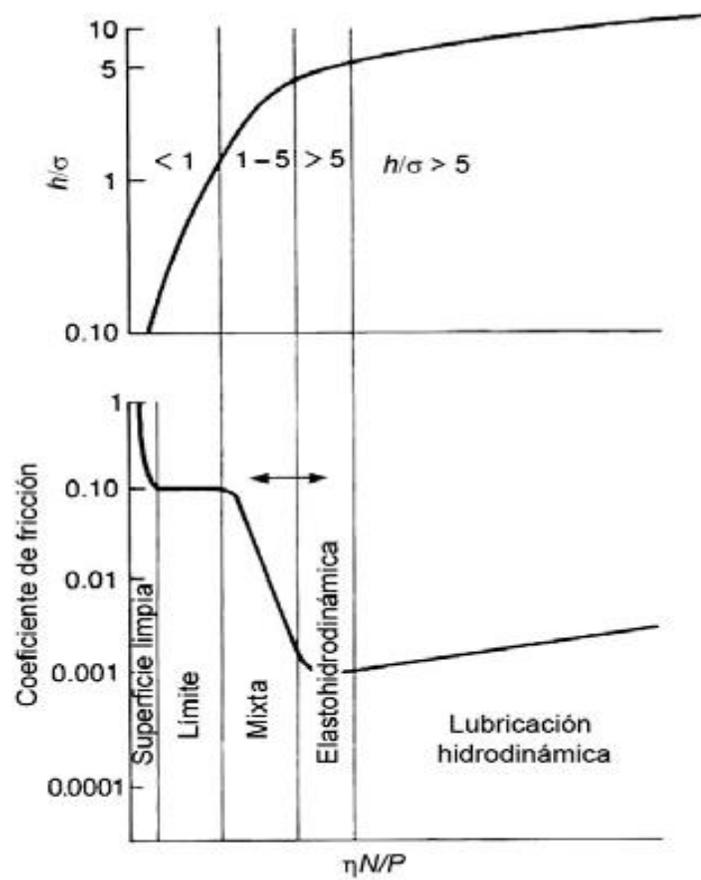
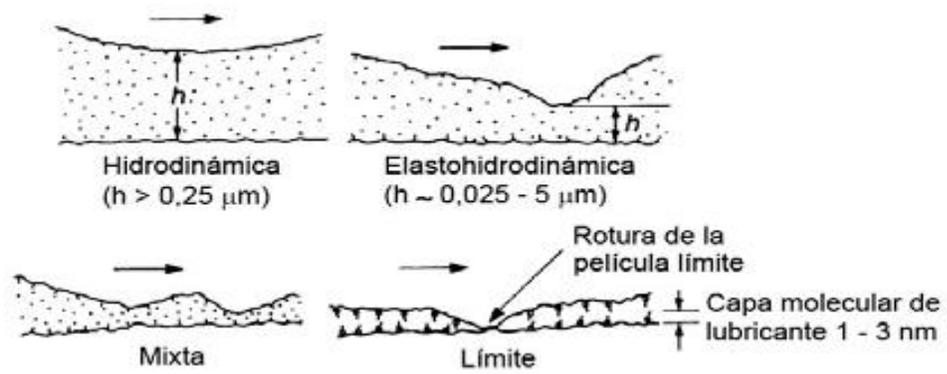


Figura 2.5. Curva de Stribeck

El parámetro h/σ es el cociente entre el espesor de película y la rugosidad superficial, indicativo del régimen de lubricación en el que se encuentra (Fig. 2.5). Incluso los contactos en seco muestran un comportamiento similar, produciéndose una fricción estática mayor que la dinámica o de deslizamiento. En los contactos lubricados, la fricción disminuye al aumentar la velocidad de deslizamiento hasta una situación de película mixta o completa, después de la cual, la fricción del contacto puede mantenerse constante, aumentar o disminuir con la velocidad de deslizamiento, dependiendo de la viscosidad y de los efectos térmicos. Sin embargo, este modelo no es capaz de explicar el valor de fricción obtenido cuando éste depende de la fuerza aplicada y las superficies en contacto se adhieren una a otra.

Zhang, (2005) ha propuesto un nuevo mapa de lubricación, el cual indica que, cuando las superficies entran en contacto, muchas asperezas sufren una deformación elástica, dando lugar a un régimen de EHL. Los parámetros críticos de este régimen son la viscosidad y el coeficiente presión-viscosidad del lubricante. Al aumentar la presión de contacto, se produce la deformación plástica de las asperezas y el espesor de la película de crecer. Cuando este cae por debajo del rango de la rugosidad de las superficies, el contacto entre las asperezas se convierte en el mecanismo dominante para soportar la carga, encontrándose dentro de la BL.

- **Propiedades Generales de los Aditivos**

Los aditivos son incorporados a los aceites en muy diversas proporciones, desde partes por millón, hasta el 20 % en peso de algunos aceites de motor. Cada aditivo tiene una o varias misiones que cumplir, clasificándose al

respecto, como unidades o multifuncionales (Feng, Z. et al. 2009). Fundamentalmente, los aditivos persiguen los siguientes objetivos:

1. Limitar el deterioro del lubricante a causa de fenómenos químicos ocasionados por razón de su entorno o actividad.

2. Proteger a la superficie lubricada de la agresión de ciertos contaminantes.

3. Mejorar las propiedades físico-químicas del lubricante o proporcionarle otras nuevas

Según Feng, *et al.* (2009), los aditivos deben ser solubles en el aceite base, y al efecto o acción que le confieren, ya que en algunos casos, puede ocurrir que un aditivo se piense ser efectivo en un aceite pero puede terminar no siéndolo, al menos en el mismo grado. A esta propiedad se le puede denominar susceptibilidad del aceite para con el aditivo.

Al realizar la formulación de un aceite multiaditivado, se debe tener en cuenta el comportamiento de los distintos aditivos entre sí. Por ejemplo su compatibilidad es una característica muy importante a tomar en cuenta. (Xie, *et al.* 2009). En mezcla con el aceite, dos o más aditivos son compatibles si no dan lugar a reacciones que formen compuestos indeseables o que mermen considerablemente, o anulen los efectos que se buscan. Por otra parte, se da el caso, debido a un efecto de sinergia, que algunos aditivos vienen a reforzar la acción propia de otros. Otro aspecto importante es que cuando sea necesario reponer el nivel en un sistema que contenga aceite aditivado, se utilice siempre el mismo tipo de lubricante. En la actualidad, la mayoría de los lubricantes necesitan la incorporación de aditivos para llevar a cabo un buen desempeño. A medida que los aditivos se van degradando con el uso, el aceite va perdiendo sus propiedades iniciales (Tabla 2.2), y por

ello es necesario respetar los períodos estipulados para la renovación del lubricante.

Tabla 2.2: Algunas propiedades básicas de los aditivos

Propiedades Físicas	3	Viscosidades de congelación
Propiedades químicas	4	Oxidaciones a bajas y altas temperaturas.
	5	Corrosión
Propiedades físico-químico	6	Detergentes dispersantes y antioxidantes.
	7	Aditivos de extrema presión para engranajes
	8	Antiespumantes emulgentes

Minami (2009) planteó que por lo general, varios tipos de aceites lubricantes están optimizadas por tecnología de aditivos multifuncionales, con el fin de cumplir con los requisitos para aplicaciones prácticas. Aunque varios aditivos lubricantes están disponibles a un costo razonable, la mayoría de ellos fueron desarrollados para los aceites minerales, y por lo tanto son poco solubles en líquidos iónicos. Los compuestos simples, tales como ácidos carboxílicos y benzotriazol se consideran aditivos potenciales para líquidos iónicos, sin embargo, su estabilidad térmica y volatilidad los hacen inadecuados para su adición a los líquidos iónicos. Por otra parte las sales de amino-ácido y sus derivados se desarrollaron como aditivos para líquidos iónicos, de allí que la adición de derivados de ácido aspártico al [Bmim] BTSA reduce significativamente la fricción y el desgaste en un 20 % y 40%,

respectivamente. Estos aditivos se disuelven fácilmente en líquidos iónicos con derivados de imidazolium a través de interacciones iónicas. Es importante destacar que la alta pureza de los líquidos iónicos, mejora significativamente las propiedades tribológicas.

Ensayos para Aceites de Engranajes

Predel, (2011), estudio la lubricación de engranajes que tiene lugar en condiciones de lubricación límite, alejadas de la zona de lubricación hidrodinámica. En estas condiciones los aditivos en “extrema presión” (E.P.) siendo aquellos productos químicos capaces de evitar el contacto destructivo metal-metal, hacen una función de lubricación hidrodinámica una vez desaparecida esa capa de lubricante. Cuando esto ocurre, se dice que llegamos a una “lubricación límite”.

Esencialmente, todos los aditivos E.P. deberán contener uno o más elementos o funciones, tales como azufre, cloro, fósforo o sales carboxílicas capaces de reaccionar químicamente con la superficie del metal bajo condiciones de lubricación límite. La facilidad con que un aditivo E.P. puede reaccionar químicamente con la superficie del metal, determina en gran medida la aplicación del mismo. Estos ejercen una acción predominante evitando daños.

Desgaste Deslizante

Según Miquilarena, (2012) en los mecanismos en movimiento, la fricción es responsable de la disipación y pérdida de mucha energía. Esta energía se disipa en diversos procesos de deformación, y dan como

resultado el desgaste de las superficies de deslizamiento y su degradación final, hasta el punto donde la sustitución de componentes integrales es necesaria.

El mayor desafío en la solución de problemas de desgaste es la predicción del tipo de desgaste al que los componentes serán sometidos. El desgaste se define como la interacción entre cuerpos en contacto que se encuentran en movimiento relativo, y es función del sistema tribológico y de los parámetros de operación. La selección del material en cuanto a la resistencia al desgaste requiere la consideración cuidadosa del entorno operativo de la pieza de trabajo. (Miquilarena, 2012).

2.5. Líquidos iónicos

Los líquidos iónicos son sales orgánicas que se encuentran en fase líquida a temperatura ambiente, compuestas por un anión y un catión. Sus componentes interactúan fuertemente entre sí a través de fuerzas de Coulomb, a diferencia de los líquidos normales que están unidos a través de fuerzas de Van der Waals (Kamimura, *et al.* 2007). Este hecho les confiere algunas propiedades físicas y químicas muy importantes como son: alta estabilidad térmica, no inflamabilidad, baja volatilidad, estabilidad química y una solubilidad excelente en un gran número de solventes orgánicos. Estos compuestos emergentes están atrayendo un interés potencial como alternativa ecológica a los disolventes orgánicos convencionales, facilitando una química más sostenible. (Bermudez, M. *et al* 2009)

Zhou, *et al.* (2009) plantean las innovadoras propiedades que distinguen a los líquidos iónicos y las diferentes técnicas de aplicación. En el caso de los líquidos iónicos sin ningún tipo de aditivos, demostraron ser excelentes lubricantes y con mejores propiedades antidesgaste, que los usadas normalmente como aceites sintéticos, y con alternativas para continuar el desarrollo, sin embargo, el costo sigue siendo demasiado alto

para grandes aplicaciones industriales, tales como el mecanizado de metales y refinamiento. Una solución para esto es utilizar los líquidos iónicos como aditivos en los aceites lubricantes minerales. Aunque como una gran preocupación de los autores, destacan la importancia de que los líquidos iónicos sean compatibles con la base que vayan a aditivar, optando a que los químicos sintéticos de los aceites puedan modificar su diseño molecular de estos pudieron lograr una relación adecuada. Hacen referencia a los líquidos iónicos como aditivos en grasas donde el tema miscibilidad no sería un problema central, sin embargo, hasta esa fecha poco se había en este respecto. De igual forma Zhou, *et al.* (2009) destacan como último e importante punto que la conducción eléctrica es la característica más destacable que distingue líquidos iónicos de lubricantes convencionales cuando en ciertas aplicaciones tribológicas, se requiere la conducción para conocer más detalles de sus propiedades tribológicas.

2.5.1. Propiedades Lubricantes de los Líquidos Iónicos

Jimenez, *et al.* (2007) plantean que una de las propiedades más importantes y singulares de los líquidos iónicos es su baja presión de vapor a presiones y temperaturas moderadas. Como su volatilidad es tan pequeña, se les considera disolventes no volátiles. Por otro lado los valores de la presión de vapor, punto de ebullición, presión crítica o calor de vaporización, entre otros, carecen de interés general en el caso de los líquidos iónicos y por ello no es necesario realizar su determinación. Un segundo grupo de propiedades tales como la tensión superficial, el calor específico y la conductividad térmica entre otros, tienen interés para realizar la transferencia de datos desde un dispositivo experimental a los dispositivos que conducen al equipo comercial, por lo que su medida sólo se necesita cuando se abordan los problemas del cambio de escala en operaciones con líquidos

iónicos. Estas propiedades entre otras muchas, se comentan a continuación y son muy sensibles a la pureza del mismo.

- a) *Densidad*: Importante propiedad física medida para la mayor parte de los líquidos iónicos debido a su utilidad para prácticamente cualquier aplicación. La densidad de los líquidos iónicos puede modificarse cambiando la longitud de la cadena alquílica en el catión, a medida que crece el número de carbonos de la cadena disminuye la densidad. Las densidades registradas para los líquidos iónicos varían entre 0,9 gr/cm³ (dicianamidas) y 2,2 gr/cm³ (haloaluminatos).
- b) *Viscosidad*: propiedad de transporte que afecta a importantes parámetros técnicos de la operación mecánica, tal como la agitación de las mezclas. Los valores de viscosidad a temperatura ambiente se encuentran entre 10 y 1000 cP, dependiendo su valor fuertemente de la temperatura, la presión y las impurezas.
- c) *Punto de fusión*: El punto de fusión establece el límite inferior del intervalo de temperatura en el que puede utilizarse el líquido iónico. Se puede disponer de líquidos iónicos en un intervalo cercano a los 300°C, ya que la temperatura de fusión en este tipo de compuestos varía desde -90°C hasta 200°C.
- d) *Estabilidad térmica*: La descomposición térmica define el límite superior de intervalo de temperatura en el que pueden utilizarse. La presencia de cationes orgánicos restringe la estabilidad, teniendo lugar la pirólisis a temperaturas entre 350 y 450°C. Muchos líquidos iónicos son tan estables que el límite superior de temperatura no constituye ningún obstáculo para su utilización.

e) *Solubilidad*: Probablemente la propiedad más importante a la hora de trabajar con los líquidos iónicos como aditivos. La miscibilidad de los mismos con el agua puede variar de completamente miscible a casi totalmente inmisible, únicamente modificando el anión. El parámetro más empleado para describir el comportamiento disolvente-soluto es la polaridad, por lo que la solubilidad de los líquidos iónicos en los disolventes orgánicos depende de la constante dieléctrica del disolvente (ϵ). Se ha determinado que el valor de ϵ para la gran mayoría de los líquidos iónicos se encuentra entre 8.8 y 15.2.

2.5.2. Aplicaciones de los Líquidos iónicos (LIs) como materiales “verdes” en Ingeniería.

Sowmiah *et al.* (2009) indican a los líquidos iónicos como nuevos disolventes de interés, como alternativas más ecológicas, en comparación a los disolventes orgánicos convencionales, los cuales están destinadas a facilitar la química sostenible. Como consecuencia de sus propiedades físicas inusuales, la reutilización y la naturaleza eco-amistosa, ha atraído la atención de los químicos orgánicos. Un punto importante de este artículo es la necesidad en que a la hora de seleccionar un líquido iónico para una aplicación particular, se prestará atención a su compatibilidad con las condiciones de reacción.

Solt, *et al.* (2012) describieron que debido a la 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. De igual forma se ha explorado su habilidad como disolventes en procesos de extracción y separación, gracias a su capacidad de disolución. En el campo de la ingeniería, existen diversas áreas en las que los LIs se están aplicando como nuevos materiales “verdes”:

- **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. Por otro lado se ha propuesto su uso como electrolitos en las células solares, debido a sus buenas propiedades eléctricas y su compatibilidad con las resinas 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.
- **Lubricantes:** Los LI tienen todas las propiedades que un buen lubricante necesita: baja volatilidad, alta estabilidad térmica, y baja temperatura de fluidez.

Blanco, (2012), se basó en el uso de líquidos iónicos como aditivos en distintos aceites bases, en pares tribológicos por distintos tipos de recubrimientos, donde planteó el uso de 2 líquidos iónicos novedosos, de gran utilidad industrial y de menor impacto ambiental como lo son:

[BMP][FAP] (1-Butil-1-metilpirrolidinio tris(pentafluoroetil) trifluorofosfato) y [(NEMM)MOE][FAP] (Etil-dimetil-2-metoxietilamonio tris(pentafluoroetil) trifluorofosfato) sobre materiales con recubrimientos de TiN, CrN yDLC. Presentado en dos fases: en la fase uno los líquidos iónicos fueron lubricantes puros con un 1% de aditivo (PAO 6) bajo condiciones de extrema presión, las cuales presentaron los valores más bajos de coeficiente de fricción y gran reducción al desgaste. En la fase 2 se le introdujo únicamente el aditivo tradicional para la comparación con los líquidos iónicos, dialquilditiofosfato de zinc (ZDDP). Estos resultados mostraron un mejor coeficiente de fricción con respecto a la fase 1 de la investigación. Luego al realizar los análisis por perfilometría y XPS, se observó la formación de una película protectora surgida de la interacción de los aditivos con la superficie que contribuyó al aumento de la capacidad de soporte de carga y con ello a la mejora en el comportamiento tribológico. Concluye que aunque los líquidos iónicos estudiados en este trabajo son ligeramente peores como aditivos que el ZDDP, la reducción de la fricción y el desgaste obtenida con estos líquidos iónicos tiene implicaciones ambientales (ahorro energético y reducción de las emisiones de CO₂) que pueden convertirlos en una interesante alternativa de futuro para la lubricación de sistemas mecánicos con componentes recubiertos.

Un artículo importante de los líquidos iónicos, con respecto a la capacidad de estos de ser productos limpios para el ambiente fue el publicado por Stolte *et al.* (2012) donde estudiaron la toxicidad (ecológica) y biodegradabilidad de los líquidos iónicos, considerados para su aplicación como lubricantes o aditivos de lubricación. Cationes con bases de amonio combinados con aniones de Sulfato, fueron investigados para determinar la toxicidad acuática mediante la evaluación de distintas células y bacterias marinas observaron la actividad biológica marina, estos resultados ser de gran potencial para contribuir al desarrollo de más productos y procesos

sostenibles para el ambiente. Logrando clasificar los compuestos utilizados como “No es nocivo para los organismos acuáticos” por cada 100 mg/L evaluado presentando baja toxicidad y una biodegradabilidad excelente, infieren que a partir de la alta polaridad de los cationes investigados tienen un bajo potencial de bioacumulación, que también es un criterio muy importante en los productos químicos ambientalmente benignos. Por último destacan, que en el desempeño tribológico, aspectos económicos y sobre todo los costos de producción, se determinará si los LI serán ampliamente utilizados en aplicaciones de lubricación (Andersson, *et al.* 2007).

2.5.3. Principales Líquidos Iónicos utilizados en tribología.

Los primeros trabajos de investigación referidos al uso de líquidos iónicos en tribología, fueron una variedad de sales de imidazolio con los aniones fluorados BF₄ y PF₆ (como aditivos o lubricantes puros), los cuales mostraron buenos resultados anti-fricción y anti-desgaste. (Jimenez, *et al.* 2008; Battez, *et al.* 2009; Yao, *et al.* 2010). Una de las características más interesantes de estas nuevas sustancias es su aplicación en condiciones extremas para las que los lubricantes convencionales fallan. En resumen, estas sustancias muestran un mejor comportamiento tribológico que los aceites minerales o sintéticos normalmente utilizados en diferentes superficies lubricadas. Por otra parte, los esfuerzos de la tribología en este sentido deben centrarse en las interacciones entre la superficie del material y el líquido iónico, que define la eficiencia de los mismos como lubricantes. En los últimos años, un novedoso anión se ha desarrollado: trifluorotris(pentafluoroetil) fosfato (FAP). Según Minami, *et al.* (2008) al unir su alta hidrofobicidad con la estabilidad hidrolítica, este anión soluciona los principales inconvenientes de la utilización de aniones tradicionales en los sistemas tribológicos, vinculados especialmente a los problemas de humedad y la formación de HF.

2.5.4. Aplicaciones fundamentales en la actualidad

Los líquidos iónicos son una nueva y apasionante clase de sustancias versátiles que pueden utilizarse en una extensa área de aplicaciones (Tabla 2.3). Estos compuestos pueden ser utilizados como disolventes, catalizadores y electrolitos, entre otros, cada día acaparan más atención debido a sus particulares propiedades (Hsu, 2004), tales como: una volatilidad prácticamente nula, además su presión de vapor muy baja al estar compuestos por iones, la inflamabilidad despreciable, presentan un amplio rango en fase líquida, además de una alta estabilidad térmica, bajo punto de fusión y una miscibilidad controlada con los compuestos orgánicos. (Hutching, 2003).

Tabla 2.3. Principales Aplicaciones de los Líquidos Iónicos.

SECTOR	APLICACIÓN
Ingeniería	Extracción, Separación, Destilación, Absorción, Almacenamiento de gases, Tecnología de membranas.
Tecnología de Superficie	Surfactantes, Lubricantes, Antiestático, Anticorrosión, Dispersiones.
Química Fina	Síntesis orgánica (incluyendo péptidos y oligonucleótidos), Síntesis inorgánica, Catálisis, Polímeros, Petroquímica.
Electroquímica	Sensores, Galvanoplastia, Aparatos Electroquímicos, Células Emisoras de Luz EC, Célula Solar sensibilizada por tinción
Almacenamiento de Energía	Condensadores de Doble Capa Electroquímica (ECDL), Baterías, Pilas de Combustible, Energía Móvil.

Jimenez, (2009) en su estudio, explica de la mejor manera el nacimiento de los líquidos iónicos en varios campos de investigación especialmente en la Lubricación. La revisión se centró en la utilización de líquidos iónicos como

lubricantes en ambientes acuosos (el agua es un lubricante realmente verde en el intervalo de temperatura ambiente) y bajo condiciones severas para las cuales lubricantes convencionales fallan, tales como las que se encuentran en aplicaciones de naves espaciales: ultra-alto vacío y temperaturas extremas (desde condiciones criogénicas hasta 500 ° C), para un contacto acero-aluminio. Da especial énfasis en las propiedades únicas de los líquidos iónicos: su insignificante volatilidad, alta polaridad, alta estabilidad térmica, además de no son solubles en agua, ni otro componente orgánico, haciéndolos candidatos ideales para la lubricación en condiciones severas de trabajo, donde aceites o grasas convencionales suelen fallar. Afirman que el intenso interés en los líquidos iónicos en la última década ha dado avances significantes en el conocimiento fundamentales y en aplicaciones tecnológicas.

Por su parte Battez (2009), estudiaron la lubricación de dos líquidos iónicos (1-hexyl-3-metilimidazolium tetrafluoroborato [HMIM][BF₄] y 1-hexyl-3-metilimidazolium hexafluorofosfato [HMIM][PF₆]) como aditivos sobre una base de aceite mineral en un contacto acero-acero, para una configuración de “Bloque sobre anillo” y un contacto deslizante, donde todas las pruebas se llevaron a cabo para una distancia total de 1800m a una velocidad de deslizamiento de 0,5 m/s y cargas de 101N, 165N y 214N (correspondiente a contacto media presión de 0,08, 0,10 y 0,11 GPa, respectivamente). Se utilizó XPS (Espectroscopia de fotoelectrones de rayos X), para analizar las superficies de las muestras. Observaron que la aplicación de los líquidos iónicos al 1% de peso provocó un aumento de la viscosidad del aceite base, logrando la disminución de la fricción y el desgaste, con respecto a ensayos con aceite bases puros, pudiendo estos ser tomados como parámetros para elaborar nuevos lubricantes antidesgaste en reemplazo a los aditivos utilizados. Ellos además reportan que para temperaturas de

trabajo mayores a 200°C se requiere necesariamente el uso de lubricantes y la aplicación de líquidos iónicostal como se demuestra en el presente trabajo, además opinan que a estas temperas de operación los líquidos iónicos representan un excelente candidato a lubricante anti-fricción y anti-desgaste. Como conclusiones finales afirman que tanto él [HMIM][BF4] y [HMIM][PF6] interactúan con las propiedades del aceite base a través de la reactividad del anión con las superficies de acero, logrando las mejoras en fricción y disminución del desgaste y en cuanto a sentido ambiental, en ambos casos se resaltó la reducción de fosforo en la formulación del lubricante.

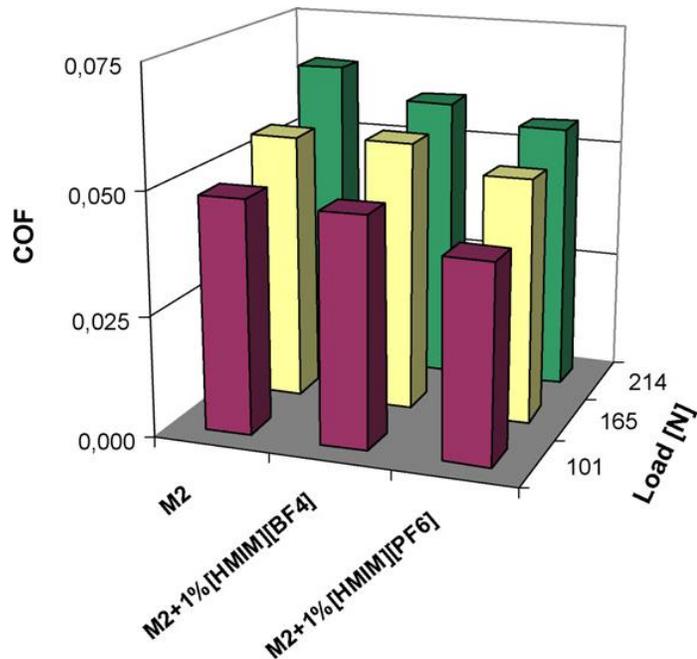


Figura2.6. Coeficiente de Fricción para cada carga aplicada

Cadenas, P. (2000), mediante ensayos tribológicos en configuración esfera sobre disco (“Pin on Disc”) variando la carga, la velocidad y la

distancia, sin lubricación y utilizando como par tribológico acero AISI 4340 para el disco y acero AISI 52100 para la esfera, concluye que el acero AISI 4340 presenta un buen comportamiento al desgaste por deslizamiento, ya que se mantuvo dentro de un régimen de desgaste suave, para condiciones que se consideran severas. Entre estas condiciones tomó como rangos de carga aplicada entre 2 N y 10 N; velocidad de deslizamiento entre 0.1 m/s y 0.2 m/s y distancia desde 250 m hasta 1000 m, obteniendo como resultados más significativos que la tasa de desgaste del acero AISI 52100 aumenta directamente con la carga normal desde $2E-05$ para 2 N hasta $9E-05$ para 10 N. De igual forma, el volumen desgastado de los discos aumenta con la carga normal, la distancia de deslizamiento y la velocidad de deslizamiento según el análisis comparativo entre los anchos y profundidades de las huellas de desgaste realizado mediante perfilometría óptica. De los mecanismos de desgaste observados, en este trabajo, se obtuvo uno de tipo mixto, es decir, adhesivo-abrasivo en el acero AISI 52100, el cual predominó para los niveles inferiores de carga normal y distancia de deslizamiento. Por otro lado determinó un mecanismo de desgaste mayoritariamente abrasivo en el acero AISI 52100, para niveles de carga y distancia deslizada mayores a 5 N y 500 m respectivamente. Adicionalmente para el acero AISI 4340 determinó un mecanismo de desgaste mixto, es decir, adhesivo, oxidativo, abrasivo y de deterioro cíclico. Mediante la ecuación de Archard, (1953) se hizo una comprobación gráfica de la proporcionalidad directa entre el volumen desgastado de las bolas con la distancia de deslizamiento y la carga normal aplicada para los niveles de las variables operacionales utilizadas en este trabajo y del cual se obtuvo el valor del coeficiente de desgaste k , resultando un valor de $8E-04$, concluyendo con esto que el régimen de desgaste fué suave para todos los ensayos. En cuanto al comportamiento para el valor del coeficiente de fricción, este aumentó con la carga normal y con la velocidad de deslizamiento durante el periodo de rodaje (“running in”). El aumento en el coeficiente de fricción máximo fue de 0.564 hasta 0.648

para 2 N y 10 N de carga aplicada respectivamente. En cuanto al efecto de la velocidad sobre el coeficiente de fricción máximo se obtuvo que fue de 0.53 hasta 0.62 para una velocidad de 0.1 m/s y de 0.2 m/s respectivamente. El efecto de la distancia deslizada sobre el coeficiente de fricción para valores mayores a 900 m, indica que su valor se hace independiente de la carga normal y de la velocidad de deslizamiento, tendiendo a un valor promedio de 0.52.

Xia, (2006, 2008) han trabajado con probetas modificadas y sin modificar del acero inoxidable 1Cr18Ni9Ti, deslizando contra acero SAE52100, bajo la lubricación del líquido iónico 1-etil-3-hexilimidazolio hexafluorofosfato y una polialfaolefina (PAO), mediante un tribómetro alternativo del tipo SRV. La superficie resultante compuesta de una película protectora de varios productos triboquímicos contribuye a reducir la fricción y el desgaste. También trabajaron con recubrimientos compuestos de Ni-Si₃N₄ usando diversos lubricantes (parafina líquida, PAO, PAO + ZDDP, 1-etil-3-hexilimidazoliohexafluorofosfato, utilizando un tribómetro del tipo “bola sobre disco”. Las excelentes propiedades tribológicas obtenidas en la lubricación con el líquido iónico son atribuidas a la dureza del recubrimiento de níquel y las reacciones triboquímicas entre la superficie y dicho líquido iónico.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo es presentada la metodología experimental llevada a cabo para cumplir los objetivos propuestos. En la misma se describen los materiales, técnicas analíticas y procedimientos experimentales seguidos durante la realización del trabajo.

3.1. Obtención de las muestras

3.1.1. Líquidos iónicos: A la hora de seleccionar los líquidos iónicos para el desarrollo de este trabajo se partió del catálogo de Merck, que es el principal proveedor de los mismos, además, la selección de líquido iónico tiene que corresponder con la función que se vaya a realizar. Los criterios de selección fueron los siguientes:

- Que tuviesen el menor impacto medioambiental posible. En la actualidad se está empezando a trabajar en la síntesis de nuevos líquidos iónicos libres de halógenos, con el objetivo de minimizar dicho impacto.
- Que sean líquidos a temperatura ambiente, insolubles en agua y solubles en disolventes orgánicos.
- Que tengan interés en aplicaciones como lubricante, o al menos que tengan una estructura similar a líquidos iónicos con propiedades lubricantes ya estudiados.

Para llevar a cabo un análisis minucioso de los líquidos iónicos candidatos, la mejor opción es distinguir entre los aniones y cationes que lo forman y desarrollar el estudio partiendo de las distintas familias de iones y sus características (Pisarova, 2012. Nieto, 2010). Comenzando por los aniones se distinguen:

- Boratos: presentan problemas de hidrólisis debidos a la afinidad por el agua, por lo que no son adecuados para este propósito.
- Dicianamidas: sus principales inconvenientes radican en que la mayoría son solubles en agua o tienen valores de punto de fusión demasiado altos, por lo que tampoco encajan con los criterios de selección expuestos.
- Haluros: problemas severos de hidrólisis y corrosión los excluyen como posibles candidatos.
- Imidas: cumplen a priori los criterios de selección, por lo que son un posible candidato.
- Nonafatos: presentan problemas de toxicidad, lo que los convierte en desaconsejables para este propósito.
- Fosfatos: cumplen a priori los criterios de selección, por lo que son un posible candidato, en especial los fluoroalquifosfatos (FAP).
- Sulfatos: los problemas de corrosión hacen que no sean considerados.
- Sulfonatos: cumplen los criterios de selección sobre todo los trifluorometanosulfonatos, ya que los metanosulfonatos son sólidos a temperatura ambiente.

Por lo tanto, tras un primer análisis, resultan tres tipos de aniones candidatos. Si se realiza un análisis similar referente a los cationes:

- Sulfones: presentan problemas elevados de toxicidad medioambiental que los convierten en inadecuados para nuestros objetivos.
- Imidazol: no se considera por ser el catión más utilizado hasta la fecha, cuando uno de los requisitos buscados es la novedad.
- Amonio: posible candidato ya que cumple con los criterios de selección.
- Fosfonio: otro posible candidato de manera análoga al caso anterior.
- Guanidinio: su elevado punto de fusión le descarta para este propósito.
- Morfolinas: se descarta debido a su solubilidad en agua.
- Piperidinas: no se tiene en cuenta por motivos análogos al caso anterior.
- Piridinas: es un candidato idóneo ya que cumple todos los criterios de selección.
- Pirrolidinas: de manera análoga al caso anterior, estamos ante un candidato ideal que cumple con las especificaciones requeridas.

En resumen, desde el punto de vista de los cationes se encuentran 4 posibles familias de candidatos. Utilizando todas las posibles combinaciones comercialmente disponibles entre los aniones y cationes considerados, resultan nueve líquidos iónicos candidatos a ser utilizados en el desarrollo de este trabajo de investigación:

- ✓ 1-Butil-1-Metilpirrolidinio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato
- ✓ Tetrahexil(tetradecil)fosfonio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato
- ✓ Etildimetil-(2-metoxietil)amonio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato
- ✓ Metiltrioctilamonio bis(trifluorometilsulfonil)imida
- ✓ 1-Butil-1-Metilpirrolidinio bis(trifluorometilsulfonil)imida
- ✓ N-Hexilpiridinio bis(trifluorometilsulfonil)imida
- ✓ N-Butil-3-Metilpiridinio trifluorometanosulfonato
- ✓ 1-Butil-1-Metilpirrolidinio trifluorometanosulfonato

- ✓ Choline bis(trifluoromethylsufonil)imida

Finalmente, se opta por escoger como anión el fluoroalquilfosfato o Fosfato (FAP) debido a que en los últimos años se ha destacado como la mejor alternativa a los aniones, entre los demás tradicionalmente estudiados en Tribología y el anión Imida (Ntf₂), aunque ha sido menos estudiado al menos cumple exactamente las condiciones de aplicación. Entre los cationes a utilizar en la investigación, se seleccionaron dos cationes menos habituales (Amonio y Pirrolidinio) y un catión de nueva utilización y de interés actual el Choline. Se realizó un estudio tribológico comparativo de dichos cationes ligados a los aniones [FAP] y [Ntf₂], además de la capacidad económica y las propiedades ambientales que pueda desarrollar cada líquido iónico como materiales verdes. De acuerdo a esto fueron seleccionados como líquidos iónicos los siguientes con sus respectivas propiedades (Tabla 3.1):

- ✓ 1-Butil-1-Metilpirrolidinio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato.
- ✓ Etildimetil-(2-metoxietil)amonio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato.
- ✓ 1-Butil-1-Metilpirrolidinio bis(trifluorometilsulfonil)imida.
- ✓ Choline bis(trifluoromethylsufonil)imida

El 1-Butil-1-Metilpirrolidinio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato, [BMP][FAP] (Fig. 3.1), se obtuvo comercialmente con una pureza del 99%, un contenido en agua por debajo del 1% y una densidad de 1,59 g/ml. El Etildimetil-(2-metoxietil)amonio tris(pentafluoroetil) trifluorofosfato, [(NEMM)MOE][FAP] (Fig. 3.2), también se obtuvo comercialmente con una pureza superior al 99%, un contenido acuoso inferior a 100 ppm (según el método Karl-Fischer) y una densidad de 1,78 g/ml. Ambos se obtuvieron luego de revisar el catalogo del proveedor de líquidos ionicos Empresas MERCK.

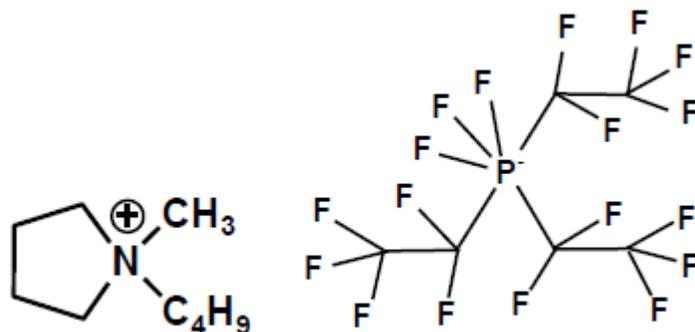


Figura3.1. Estructura Molecular del BMP-FAP

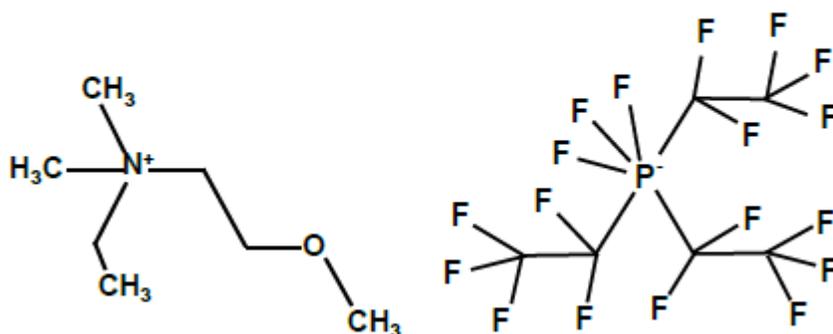


Figura3.2. Estructura Molecular del (NEMM)MOE-FAP

El 1-Butil-1-Metilpirrolidinio bis(trifluorometilsulfonil)imide, [BMP][Ntf2] (Fig. 3.3), se obtuvo con una pureza del 99%, un contenido en agua por debajo del 1% y una densidad de 1,4012 g/cm³. El Choline bis(trifluorometilsulfonil)imide[Choline][Ntf2] (Fig. 3.4). También se obtuvo comercialmente con una pureza al igual de 99%, un contenido acuoso inferior a 100 ppm (según el método Karl-Fischer) y una densidad de 1,5348

g/cm³. Estos dos líquidos iónicos fueron adquiridos luego de revisar el catálogo de la Empresa IoLiTec(IonicLiquids Technologies).

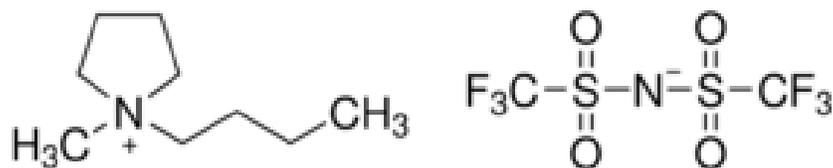


Figura3.3. Estructura Molecular del BMP-Ntf2.

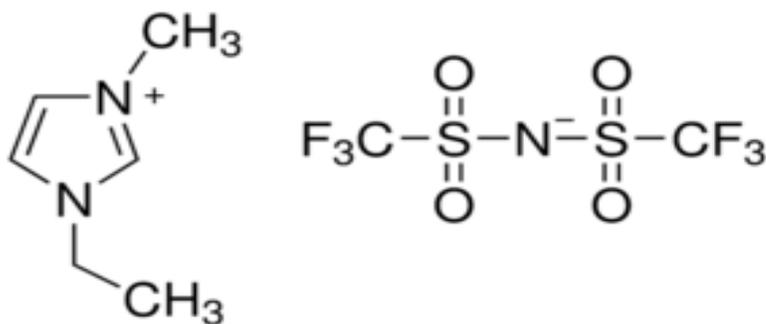


Figura3.4. Estructura Molecular del Choline-Ntf2.

Tabla 3.1. Propiedades de los Líquidos Iónicos.

Líquidos Iónicos						
Cación	Anión	IUPAC Nomenclatura	Pureza (%)	Densidad (g/cm ³)*	Viscosidad (mm ² /s)*	
				15°C	40°C	100°C
[Choline]	[NTf ₂]	Cholinebis(trifluorometilsulfonyl)imida	>99	1,53	40.429	7,744
[BMP]	[NTf ₂]	1-Butil-1-metilpirrolidinio bis(trifluorometilsulfonyl)imida	>99	1,40	28.826	6,228
[BMP]	[FAP]	1-Butil-1-Metilpirrolidinio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato	>99	1,59	-	-
[NEMM MOE]	[FAP]	Etildimetil-(2-metoxietil)amonio tris(pentafluoroetil)trifluorofosfato	>99	1,78	-	-

* Medidas en un viscosímetro SVM 3000 Stabinger (ASTM D7042, D2270)

3.1.2. Aceites Base.

Se han seleccionado como aceites base el Aceite Mineral 320 FLENI y al Aceite Sintético PAO 320 FLENDER ambos suministrados por Repsol S.A. (Tabla 3.2). El Aceite mineral viene de la destilación del petróleo, por lo que tiene un origen casi del 100% natural y están constituidos por tres tipos de compuestos: parafínicos, nafténicos y aromáticos. Los aceites sintéticos son aceites más tratados que tienen mayor cantidad de aditivos, lo que le genera la propiedad de alargar su vida útil antes de empezar a degradarse, generar menos residuos y ser más resistentes a la evaporación por lo que a la vez son los más costosos. (Fernandez, *et al.*, 2013). Existen dos bases químicas para producir lubricantes sintéticos. Los PAO (Polietilenos-Alfa-Olefinicos) y los Ésteres. Los primeros, tienen su origen en la química de los hidrocarburos. Mientras que los segundos, en alcoholes y grasas naturales. (Repsol, S.A. 2013).

Tabla 3.2. Propiedades físicas de los aceites base.

Parámetros	FLENI	FLENDER
Aceite Base	Mineral	Sintético
Densidad (15°C)	0,902 g/cm ³	0,859 g/cm ³
Viscosidad	319,22 cSt (40°C)	313,52 cSt (40°C)
	65,87 cSt (70°C)	84,99 cSt (70°C)
	22,23 cSt (100°C)	33,33 cSt (100°C)

3.2. Preparación y caracterización de probetas:

Se realizó, utilizando la configuración para un desgaste deslizante de bola sobre plato reciprocante (“Ball-on-Plate”) con lubricación, la cual fue adaptada a este trabajo de la siguiente forma (Fig. 3.5).

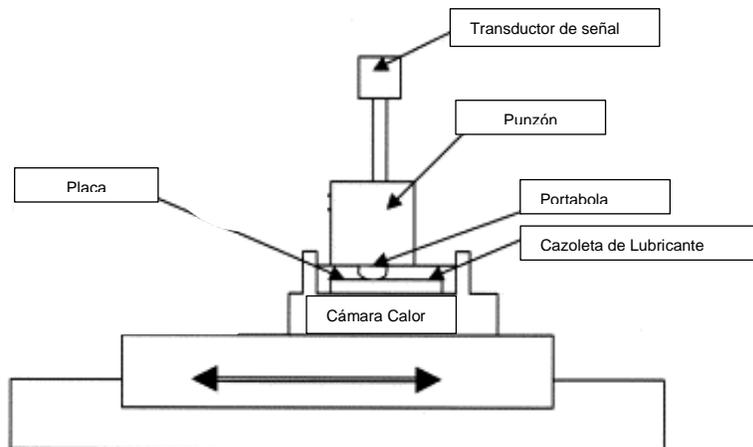


Figura3.5. Ensayo Tribológico “Ball-on-Plate”Reciprocante

3.2.1. Selección de Material

Para la fabricación de las placas, se utilizó el acero AISI 52100 (Fig. 3.6) que tiene gran aplicación en la industria por su alto contenido de cromo haciéndolo poco oxidable (Tabla 3.3).

Tabla 3.3. Composición Química del Acero AISI 52100

Elemento Químico	C	Si	Mn	P	S	Cr	Co	E (Gpa)	v	Dureza (HV)
AISI 52100	0,90-1,0	0,15-0,30	0,25-0,45	0,03	0,025	1,30-1,60	0	250	0,33	190-210 HV30



Figura 3.6. Placa y Bola PCS Instruments acero AISI 52100

3.2.2. Características del acero AISI 52100.

El acero AISI 52100 es una aleación de alta templabilidad que se caracteriza principalmente por tener elevada resistencia al desgaste y su capacidad de carga, además cuenta con un alto porcentaje de carbono y gran

concentración de cromo haciéndolo poco oxidable. Entre sus usos se tiene que sirve para, rodamientos de gran calidad (Rodillos, bolas, pistas, etc), así como para inyectores de motores, herramientas de corte (Fresas, escariadores, terrajas, machos para roscar, entre otros), matrices, moldes para cerámica, rodillos para laminar en frío y demás componentes de la ingeniería (Glaser, 1992. Davis, 2003)

3.2.3. Características físicas de las muestras

El espécimen superior (Upper Specimen) es una bola de diámetro de 9.00 mm que se carga en el soporte del tribómetro. La muestra se especifica al grado 28 (ANSI B3.12), AISI 52100 de acero, con una escala de dureza Rockwell "C" (HRC) entre 60-66 kg/mm² (ISO 6508), y un acabado de rugosidad (Ra) de menos de 0,05 µm.

El espécimen inferior (Lower Specimen) es el disco normal de 10 mm de diámetro y 3 mm de espesor, que se carga en el soporte de la muestra inferior o cazoleta del tribómetro. Este se especifica AISI 52100 de acero mecanizado a partir de una barra recocida, con dureza Vickers número "HV30" escala de 190-210 Kg/mm² (ISO 6507/1). Con un acabado de rugosidad de menos de 0,02µm. Características suministradas por el proveedor de las probetas de ensayo(PCs Instruments, 2013).

3.3. Procedimiento Experimental

El procedimiento experimental llevado a cabo a lo largo de este Trabajo Especial de Grado, se inició con el uso de lubricantes puros, para así obtener las propiedades tribológicas, con el objetivo de comparar su comportamiento

tribológico en contacto acero-acero con respecto a aceites base y las mezclas de aceite y líquido iónico, utilizando como aditivos la concentración de un 2% y 5% en peso. Se realizó el vertido en un portaprobeta con capacidad para 4 mL de lubricante, quedando la probeta inmersa en lubricante.

Esquematisando las distintas etapas del siguiente trabajo, se muestra el siguiente diagrama de flujo (Fig. 3.7).

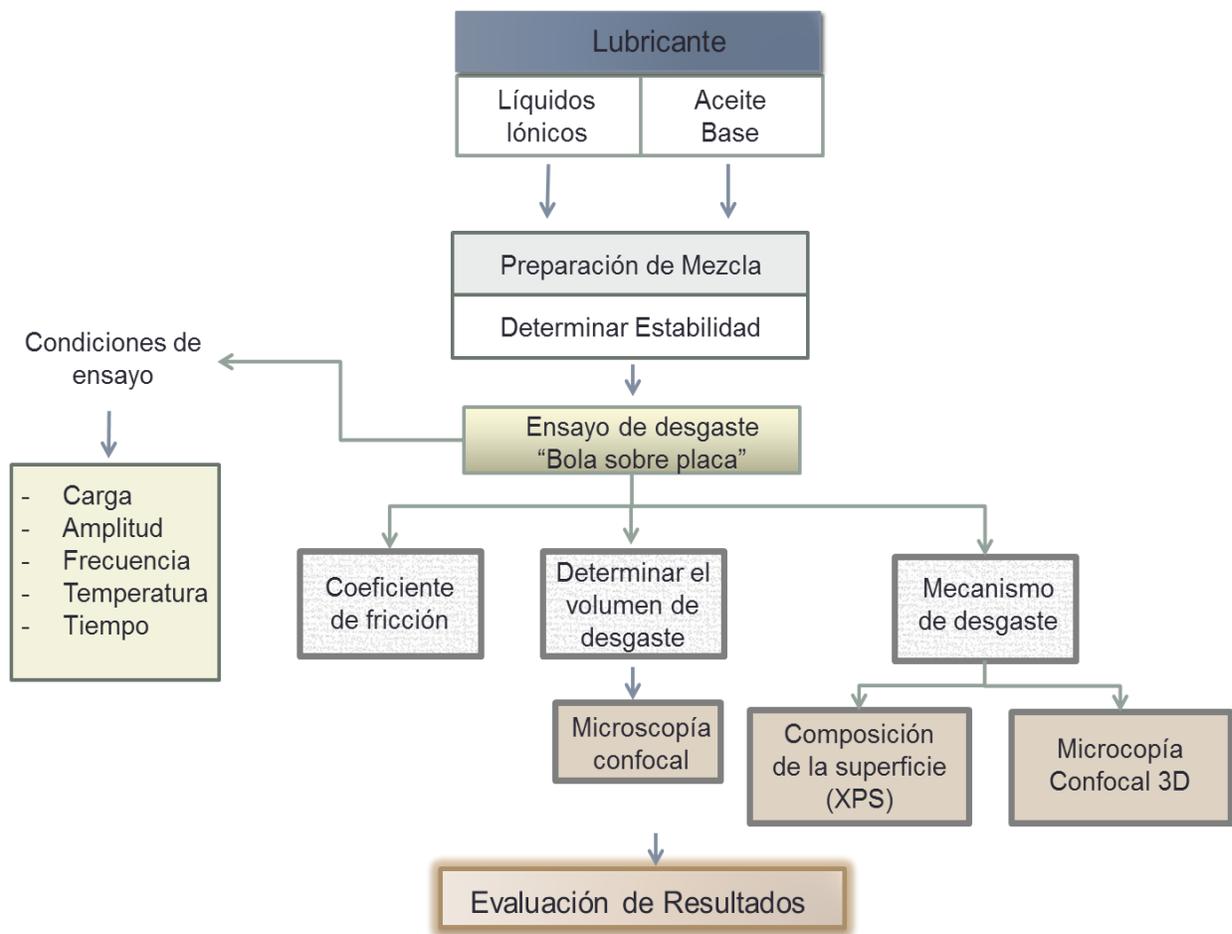


Figura 3.7. Fases de la Experimentación

Una vez seleccionado el aceite base, el líquido iónico a utilizar y obtenidas las probetas, se realizaron unos pasos previos a los ensayos tribológicos. La preparación de las mezclas se llevó a cabo mezclando el aceite base con el aditivo en cuestión (líquido iónico) en una concentración de 2% en peso primero y luego un 5%. En el caso de los líquidos iónicos mezclables en el aceite base, se agitó la mezcla durante 5 minutos (muestras de 40 ml) con una sonda de ultrasonidos marca Sonoplus HD 2200, de Bandelin (Fig. 3.8) con una amplitud del 70% y con una potencia de 100W. Este proceso produce un calentamiento de la muestra, lo cual favorece la formación de la misma. Una vez agitadas, se dejó enfriar las mezclas hasta la temperatura ambiente.

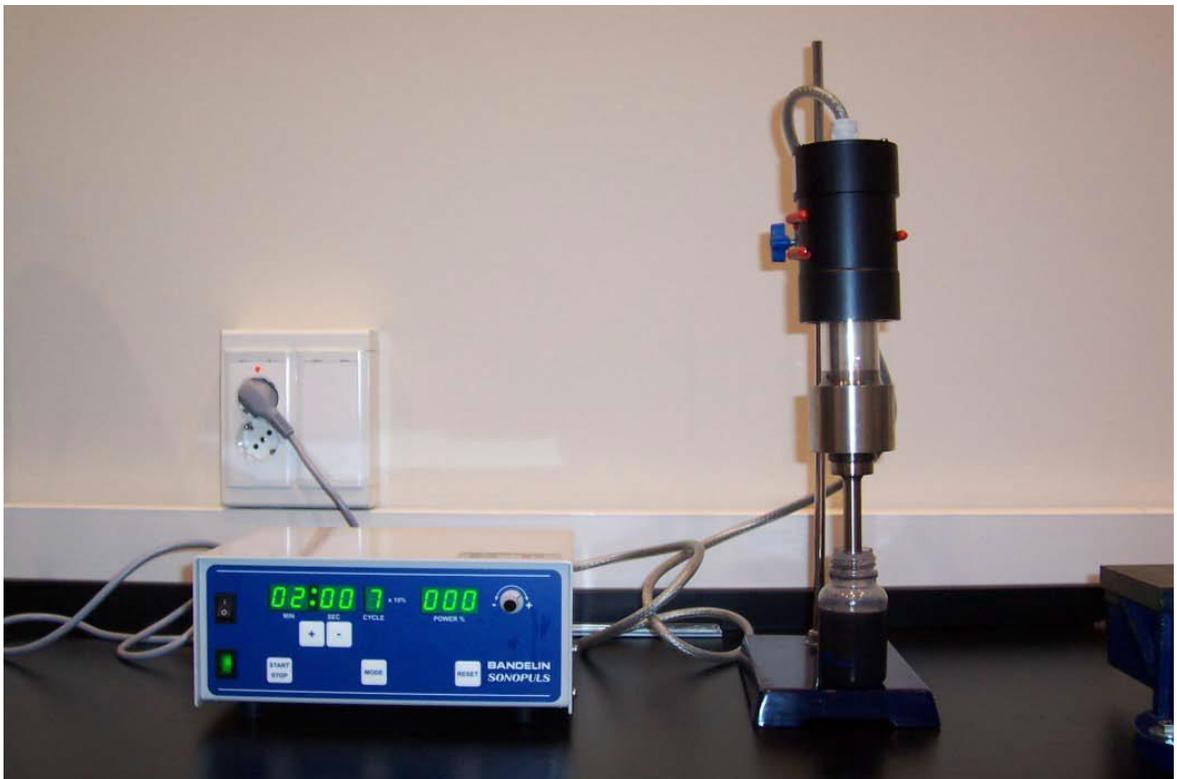


Figura 3.8. Sonicator Bandelin Sonoplus.

- Limpieza de las probetas

Antes de los ensayos tribológicos tanto el disco de ensayo como la bola fueron sumergidos en heptano entre 5 y 10 minutos y fueron sometidos a un baño con ultrasonidos (Fig. 3.9), esto con el fin de limpiar cualquier suciedad o polvo que contengan y secándose posteriormente con aire caliente. Luego de realizado el secado se le agregó etanol para evaporar el heptano que aun pueda haber quedado en las muestras y luego volver a secar con aire caliente. El mismo procedimiento se aplicó a la cazoleta o portaprobeta, antes de realizar cualquier ensayo, eliminando restos de lubricante que hayan quedado sobre el mismo, luego del secado con etanol, se pasará papel por la pieza dejándola totalmente limpia de residuos.



Figura 3.9. Baño de Ultrasonidos

9 Medida de Estabilidad:

La diferencia de polaridad existente entre los líquidos iónicos objeto de estudio y el aceite base utilizado planteaba problemas ligados a una posible capacidad de mezclarse, lo que hizo necesaria la realización de pruebas que garantizaran la estabilidad de las mezclas formadas durante la realización de los ensayos tribológicos. Para ello se empleó una estación de envejecimiento Turbiscan (Fig. 3.10), cuyas principales características se detallan a continuación:

- a) Medida de la transmisión de luz (T) y Retrodispersión.
- b) Tecnología de medida "Multiple Light Scattering".
- c) Adquisiciones cada 40 micrometros a lo largo de los 42 mm de altura de la célula de medida.
- d) Rango de concentración de la muestra: desde 0 hasta el 95% en volumen.
- e) Modo de visualización simultánea de transmisión de luz y temperatura.
- f) 3 zonas independientes termo-reguladas.



Figura 3.10. Medidor de Estabilidad Turbiscan LA

Una vez preparada la mezcla objeto de estudio, esta se introdujo en tubos de ensayo característicos del equipo, garantizando el volumen de mezcla necesario. La muestra se colocó en una de las secciones termo-regulada a 30°C y se cierra el tubo con un tapón especial que cuenta con un código de barras permitiendo al sistema reconocer la mezcla al extraerla y realizar la medida. Finalmente, se determinó mediante el software del equipo el intervalo de tiempo que transcurrirá entre cada extracción de la muestra para la toma de medidas, registrándose valores de transmisión de luz, retrodispersión y temperatura.

10 Ensayo de Fricción y Desgaste

Para la realización de los ensayos tribológicos se utilizó un tribómetro modelo CETR-UMT-3 (Fig. 3.11) Con una configuración tipo “ball-on-plate” alternativo. Se utilizó bolas de acero AISI 52100 con un diámetro de 9 mm y una dureza aproximada de 63 HRC. Dichas bolas se enfrentaron a unas placas de igual acero AISI 52100 utilizadas como contracuerpo, con una superficie de 100 mm² y un espesor de 3 mm. La carga normal utilizada en cada caso se aplicó mediante un servomecanismo de circuito cerrado, de modo que se pueda garantizar una magnitud constante y perpendicular a la placa de la misma con el tiempo. Este equipo conto con una cámara para controlar la temperatura de ensayo, en este caso la temperaturas señaladas serán de 40°C y 100°C que varíen la viscosidad del lubricante y se puedan obtener medidas comparativas, dentro se introdujo el contracuerpo de la placa donde va sujeta la placa a ensayar, fijado al mecanismo que realizará el movimiento alternativo de la configuración de ensayo a realizar. Todos estos parámetros controlados por el software del equipo.

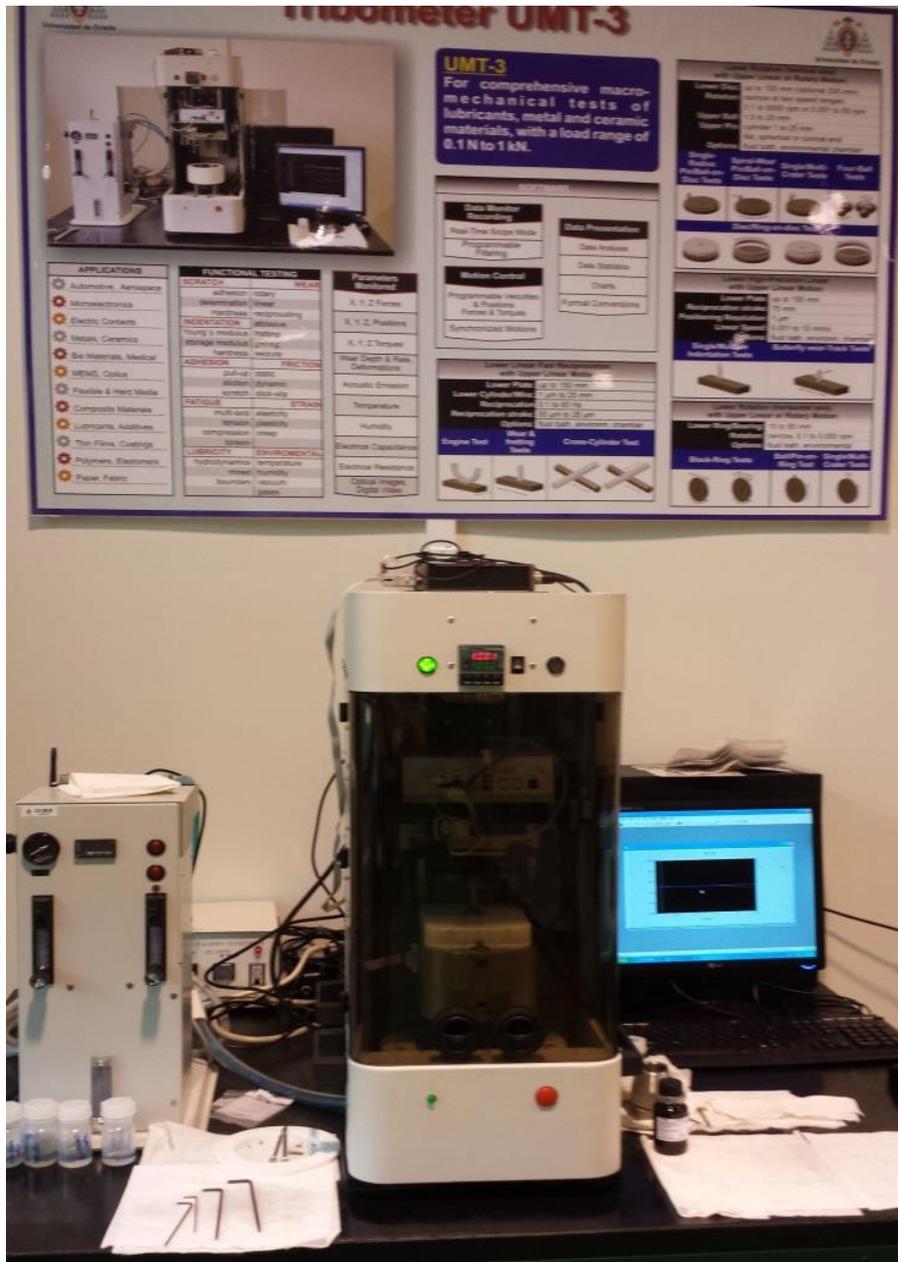


Figura 3.11. Tribómetro CETR-UMT-3.

Durante el proceso de experimentación, se lubricó el contacto mediante la adición de 4mL de líquido iónico (Fig. 3. 12), garantizando una lubricación continua en todo el ensayo. En la tabla 3.4, puede observarse los distintos parámetros de ensayo, todos realizados a la misma velocidad de

deslizamiento de 20 Hz. De igual forma se realizaron tres réplicas por cada parámetro de ensayo y con cada lubricante en busca de sus propiedades tribológicas.

Tabla 3.4. Parámetros de ensayo

Equipo	Tribometro CETR-UMT-3
Configuración	Bola sobre Plato(Ball-on-plate)
Lubricante	BMP-Ntf2 Choline-Ntf2
Amplitud	4 mm
Temperatura de Ensayos	40°C 100°C
Frecuencia	20 Hz
Cargas	60 N 100 N
Tiempo de Ensayo	60 min
Recorrido	288 m
Bola	AISI 52100



Figura 3.12. Base de la probeta y portabola del tribómetro.

Una vez finalizado cada ensayo se limpi3 la probeta con etanol y se sec3 con aire caliente para proceder a su almacenamiento y posterior an3lisis. Se desech3 la posibilidad de utilizar el ba3o de ultrasonidos para no alterar ni eliminar compuestos de la reacci3n del lubricante con la superficie, ya que posteriormente se seleccionaron algunas de las probetas ensayadas para realizar el an3lisis mediante la t3cnica de Espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) y determinar elementos qu3micos en la superficie. Se realizaron 48 ensayos de fricci3n y desgaste, con tres r3plicas por cada l3quido i3nico a una carga y una temperatura.

La determinaci3n del volumen de desgaste en las probetas ensayadas se realiz3 mediante un Microscopio Confocal Leica DCM 3D (Fig. 3.13). Este equipo utiliza la tecnolog3a confocal para producir im3genes de la topograf3a de la superficie. Solo seleccionando el objetivo adecuado, regulando el enfoque y tomando un enlace adecuado se obtuvo una imagen 3D de la zona desgastada. El microscopio es controlado por el software LeicaSCAN, que proporciona una interfaz con la que cualquier medici3n puede ser f3cilmente tomada, as3 como un conjunto b3sico de herramientas para la visualizaci3n y el an3lisis de datos.



Figura 3.13. Microscopio Leica DCM 3D.

Para calcular el volumen desgastado, se asignan una serie de puntos alrededor de la huella de desgaste, donde el equipo realiza un plano lo más paralelo a la superficie, este traza una serie de planos paralelos a este para la realización de los distintos perfiles topográficos de la misma. Simultáneamente, el equipo provee un área aproximada de huella realizada y la máxima profundidad, medida desde el plano imaginario trazado por lo puntos hechos hasta el punto de mayor profundidad de la huella

11 Análisis de la Superficie

Posterior a los ensayos tribológicos, la superficie de desgaste de la huella fue analizada mediante el uso de un espectrómetro de fotoelectrones de rayos X (XPS) SPECS Phoibos 100 MCD5 (Fig. 3.14), equipado con un analizador hemisférico de electrones de funcionamiento mediante paso constante de energía. El equipo también dispuso de un sistema de decapado superficial (sputtering) basado en un cañón de iones de argón, un cañón de electrones para el análisis de muestras no conductoras, sistemas de tratamiento térmico de la muestra y sistemas de giro de la muestra en la cámara de análisis. Para el buen funcionamiento del equipo, es necesario garantizar que la presión en la cámara de análisis se mantiene durante la adquisición de datos por debajo de valores de $5 \cdot 10^{-9}$ mbar.

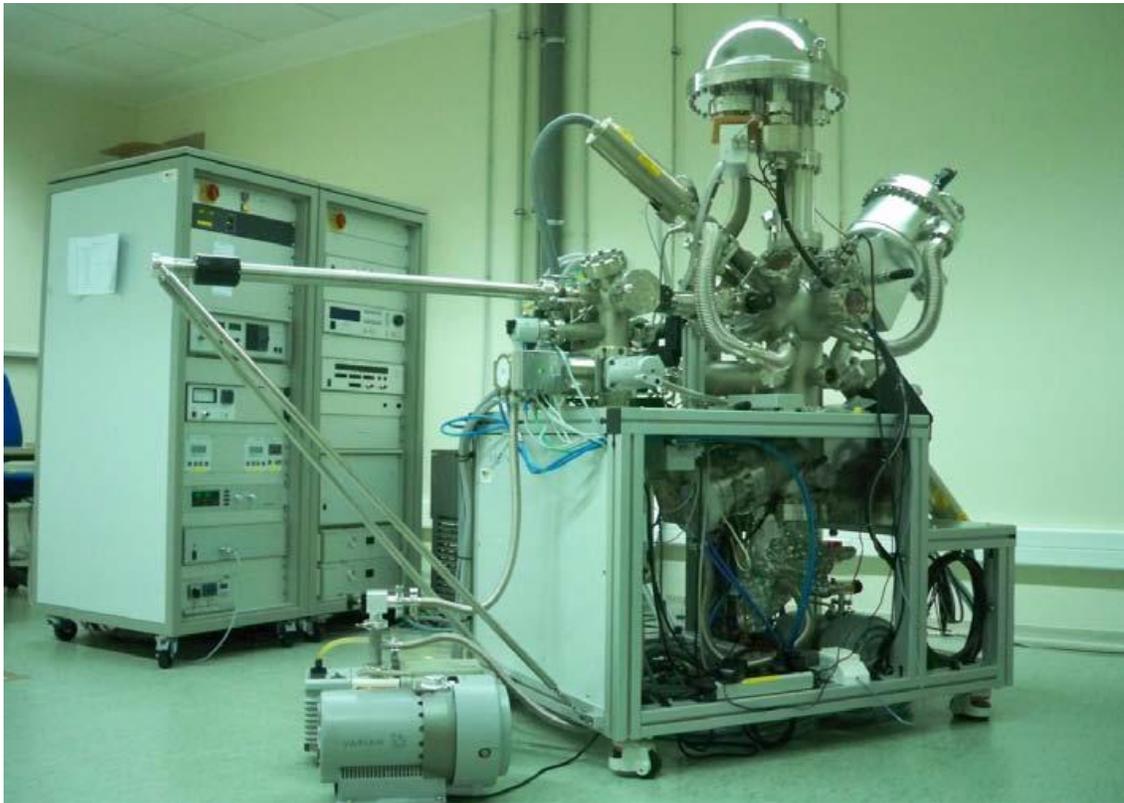


Figura 3.14. Espectrómetro de fotoelectrones de rayos X.

Los espectros obtenidos mediante la utilización de esta técnica son, por tanto, gráficas que representan el número de electrones emitidos (o la potencia del haz de electrones) en función de la energía (o de la frecuencia o de la longitud de onda) de los mismos. En resumen, el XPS no sólo dio información cualitativa y cuantitativa de la composición atómica de la muestra sino también aporta datos sobre la estructura y el grado de oxidación de los compuestos que están siendo examinados.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se presentan y se discuten los resultados obtenidos correspondientes a los análisis de fricción y desgaste durante los ensayos tribológicos en el tribómetro UMT-3, así como el análisis de las superficies desgastadas realizado con la técnica de Microscopia Confocal 3D y espectroscopía de fotoelectrones emitida por rayos X.

Se hará referencia a las distintas condiciones de ensayo usadas en el trabajo, y al comportamiento de cada una de estas, a fin de tener un análisis comparativo entre las mismas

4.1 Ensayos Tribológicos a Líquidos iónicos puros.

En primer lugar se realizaron los ensayos a los líquidos iónicos puros, en busca del aditivo candidato y de mejor comportamiento tribológico para su inclusión como aditivo lubricante. Como se explicó en el Capítulo III en la sección de la obtención de las muestras del presente trabajo, se hizo una primera selección de líquidos iónicos tomando en cuenta su comportamiento y el tipo de catión y el anión que lo componen, en la segunda selección se tomaron los líquidos iónicos que mejor desempeño fricción en ensayos representativos hayan mostrados. Es importante tomar en cuenta que al realizar el ensayo tribológico con líquidos iónicos puros se realizaron 3 réplicas de cada líquido iónico, y estos a su vez con los parámetros de ensayo elegidos.

En la figura 4.1, se observa el comportamiento tribológico de los líquidos iónicos puros a una primera condición de ensayo (Carga de 60N y una temperatura de 40°C), en esta se puede observar que el líquido iónico BMP-Ntf2, presenta el menor de todos coeficiente de fricción, seguido del Choline-Ntf2 (0,11 y 0,12). Mientras que el coeficiente de fricción obtenido por la otra selección de líquido iónico (BMP-FAP y NEMMMOE-FAP) presentan unos valores más altos de coeficiente de fricción (0,13 y 0,14). Este hecho puede explicarse debido a que el desempeño en fricción lo define el tipo de anión que contenga el líquido iónico. Aunque los mismos presentan valores de coeficiente de fricción en función al tiempo de duración del ensayo similares para una carga de 60N y una temperatura controlada de 40°C como se presenta en la figura 4.2. Se nota que el mejor rendimiento a lo largo del ensayo lo tiene el líquido iónico BMP-Ntf2.

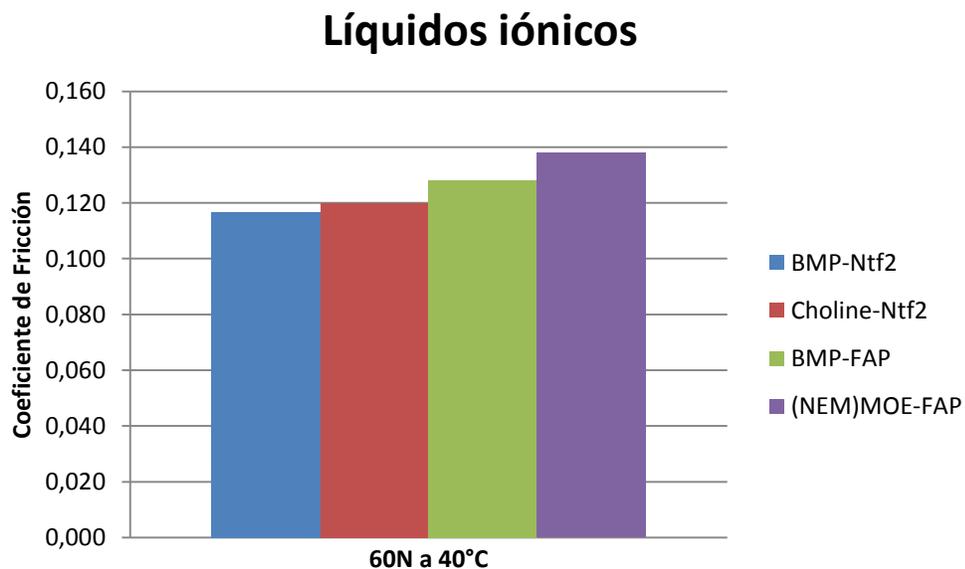


Figura 4.1. Coeficiente de Fricción en líquidos iónicos puros a 60N y 40°C.

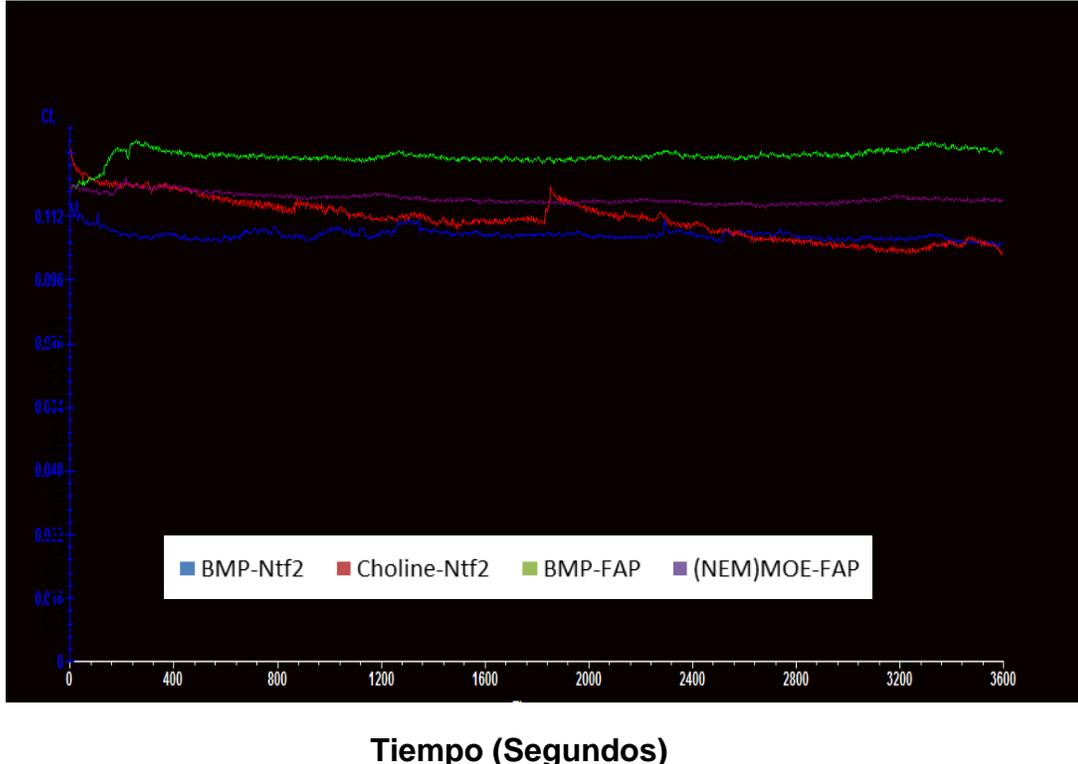


Figura 4.2. Coeficiente de Fricción vs tiempo de ensayo para los distintos tipos de líquido iónico a una carga de 60N y una temperatura de 40°C

Al seguir con las demás condiciones de ensayo y realizando la comparación con la misma carga aplicada pero a una temperatura controlada de 100°C, se observa un comportamiento un poco más disperso que los ensayos realizados anteriormente (Fig. 4.3), pero donde el líquido iónico BMP-Ntf2 sigue teniendo el mejor resultado en coeficiente de fricción en comparación al resto. En este caso el (NEMM)MOE-FAP presentó un valor muy alto de coeficiente de fricción debiéndose a un mal rendimiento de trabajo para elevadas temperaturas de trabajo. Al igual que el procedimiento realizado anteriormente la figura 4.4, muestra la gráfica del coeficiente de fricción

promedio en función del tiempo de ensayo de los ensayos tribológicos realizados a los líquidos iónicos a seleccionar.

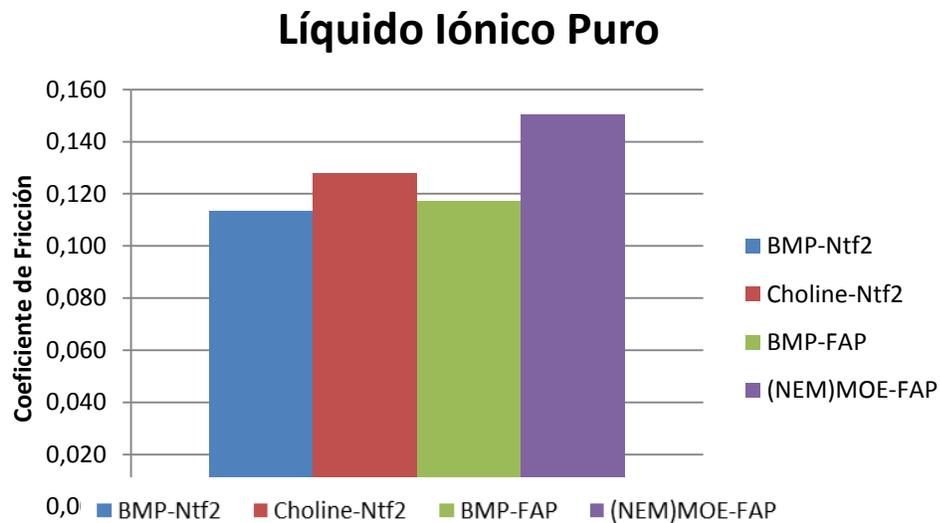


Figura 4.3. Coeficiente de fricción en líquidos iónicos puros a una carga de 60N y una temperatura de 100°C.

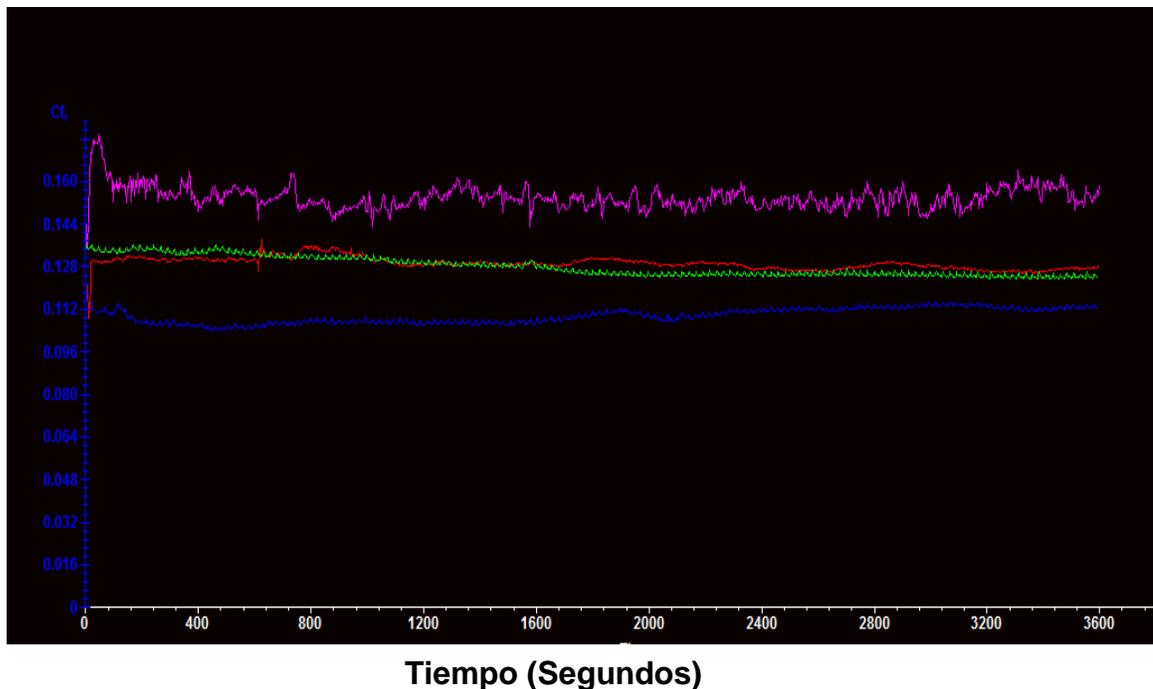


Figura 4.4. Coeficiente de Fricción en función al tiempo de ensayo para una carga de 60N y una temperatura de 100°C

En comparación, los resultados de coeficiente de fricción para una carga de 100N (Fig. 4.5), vuelven a mostrar al BMP-Ntf2 y el Choline-Ntf2 como los líquidos con mejor coeficiente de fricción con respecto a todos los candidatos tomados, pudiendo esto interpretarse como elección definitiva para elección final de los líquidos iónicos que se desean incluir como aditivos en aceites lubricantes base y continuar los estudios a realizar en esta investigación. Es importante destacar que los líquidos iónicos BMP-FAP y (NEM)MOE-FAP presentan valores muy cercanos para todas las condiciones ensayadas, estos dos han sido utilizados como aditivos por otros investigadores (Blanco, D. 2011).

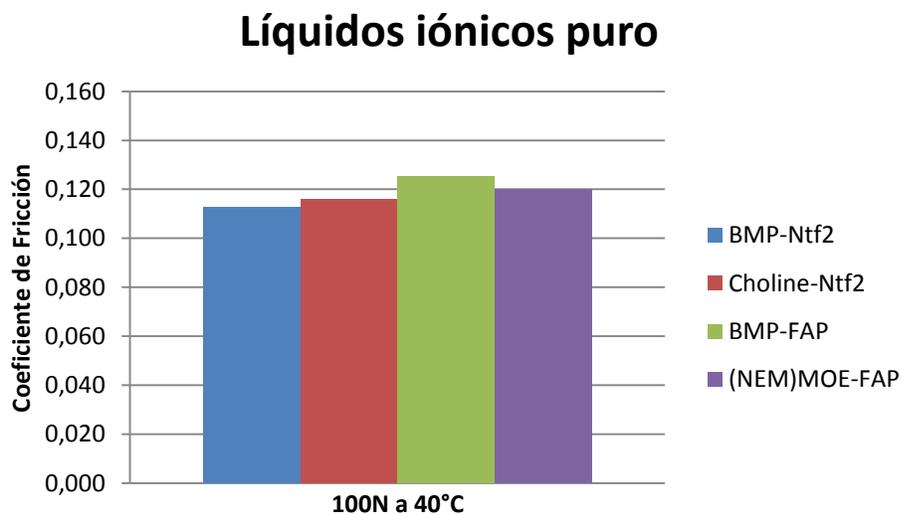


Figura 4.5. Coeficiente de fricción para líquidos iónicos a una carga de 100N y a una temperatura de 40°C

En resumen de todos los ensayos realizados (Tabla 4.1), muestra las réplicas hechas para cada líquido iónico utilizado para la toma de resultados que muestran en primer aspecto, los dos mejores candidatos a tomar para la continuación de la investigación y sean los aditivos a incluir en los distintos aceites. A pesar de tener resultados aproximados de todos los ensayos, se tomó los que tuvieron mejor desempeño tribológico, que su vez cumplieron

con requisitos indispensable a la hora de la búsqueda de líquidos lubricantes como: su capacidad para solubles ante una gran cantidad de solventes orgánicos, que tengan el menor impacto ambiental, ya que ambos líquidos cuentan con características similares en cuanto a punto de fusión, volatilidad e inflamabilidad.

Tabla 4.1. Resultados de Fricción para todos los líquidos iónicos puros.

Líquido iónico	60N				100N			
	40°C		100°C		40°C		100°C	
	Replica	cof	Replica	cof	Replica	cof	Replica	cof
BMP-Ntf2	x	0,136	x	0,122	x	0,118	x	0,118
	x	0,131	x	0,110	x	0,115	x	0,125
	x	0,107	x	0,114	x	0,105	x	0,112
	x	0,093						
	<i>Promedio:</i>	0,117	<i>Promedio</i>	0,115	<i>Promedio</i>	0,113	<i>Promedio</i>	0,118
	<i>Des. Std.</i>	0,020	<i>Des. Std.</i>	0,006	<i>Des. Std.</i>	0,007	<i>Des. Std.</i>	0,006
Choline-Ntf2	X	0,112	x	0,144	x	0,114	x	0,112
	x	0,115	x	0,129	x	0,123	x	0,126
	x	0,148	x	0,136	x	0,111	x	0,1062
	x	0,106	x	0,1016	x	0,137		
					x	0,096		
	<i>Promedio:</i>	0,120	<i>Promedio</i>	0,128	<i>Promedio</i>	0,116	<i>Promedio</i>	0,115
<i>Des. Std.</i>	0,019	<i>Des. Std.</i>	0,018	<i>Des. Std.</i>	0,015	<i>Des. Std.</i>	0,010	
BMP-FAP	x	0,134	x	0,107	x	0,119	x	0,109
	x	0,127	x	0,128	x	0,129	x	0,124
	x	0,123	x	0,117	x	0,128	x	0,115
	<i>Promedio:</i>	0,128	<i>Promedio</i>	0,117	<i>Promedio</i>	0,125	<i>Promedio</i>	0,116
	<i>Des. Std.</i>	0,006	<i>Des. Std.</i>	0,011	<i>Des. Std.</i>	0,005	<i>Des. Std.</i>	0,008
(NEMM)MOE-FAP	x	0,136	x	0,161	x	0,134	x	0,127
	x	0,117	x	0,154	x	0,134	x	0,124
	x	0,123	x	0,136	x	0,107	x	0,113
	x	0,177			x	0,105	x	0,105
	<i>Promedio:</i>	0,138	<i>Promedio</i>	0,150	<i>Promedio</i>	0,120	<i>Promedio</i>	0,117
	<i>Des. Std.</i>	0,027	<i>Des. Std.</i>	0,013	<i>Des. Std.</i>	0,016	<i>Des. Std.</i>	0,010

Luego de haber seleccionado los líquidos iónicos para su inclusión como aditivos, se pasó a una segunda fase de la investigación en donde se realizaron ensayos tribológicos con las mezclas LIs + Aceite base, estableciendo las comparaciones útiles que muestren las mejoras en los aceites lubricantes.

4.2 Análisis de la estabilidad de las mezclas de aceite base y líquidos iónicos.

A continuación se demuestra la estabilidad de las mezclas al introducir líquido iónicos en aceites lubricantes, buscando una buena solubilidad en las mismas para la realización de los ensayos tribológicos. De acuerdo al tiempo analizado se pudo comprobar que en las 96 horas (4 días) que se midió la dispersión de la luz a través de la muestra, a razón de 15 minutos durante el primer día y cada 1 hora a partir del segundo día, la transmisión de la luz aumentó sólo un 5% en una franja de 2 mm en la parte superior de la celda de medición, lo que es indicativo del inicio del fenómeno de sedimentación o decantación, que ocurre cuando el componente minoritario de la muestra (líquido iónico en este caso) tiene mayor densidad que la fase continua (el aceite formulado en nuestro caso).

Los resultados se muestran de manera gráfica (Fig. 4.6-4.9), donde el eje “x” muestra la longitud desde el fondo hasta la superficie del recipiente que contiene la muestra (aproximadamente 50 mm) y el eje “y” indica la transmisión de la luz, con el tiempo en isolíneas indicadas en el lado derecho. Todos estos a su vez muestran un comportamiento similar al momento de incluir el líquido iónico con los distintos porcentajes de

aditivación en los aceites lubricantes FLENI como en el FLENDER. Durante el primer día de ensayo el aumento de la transmisión de luz es apenas apreciable, ya a partir del segundo día de ensayo se empezó a notar la variación en la transmisión de luz ya que el porcentaje de aditivación de líquido iónico disperso en los aceites lubricante comienza a decantar perdiendo la fase dispersa de la mezcla, aunque sin perder homogeneidad en la misma. En resumen, los ensayos demostraron que las mezclas eran lo suficientemente estables a pesar de que luego de cierto tiempo en esta se produce el fenómeno de separación de fases pero garantizando que durante el tiempo de la realización de los ensayos tribológicos estas iban a seguir de forma homogénea.

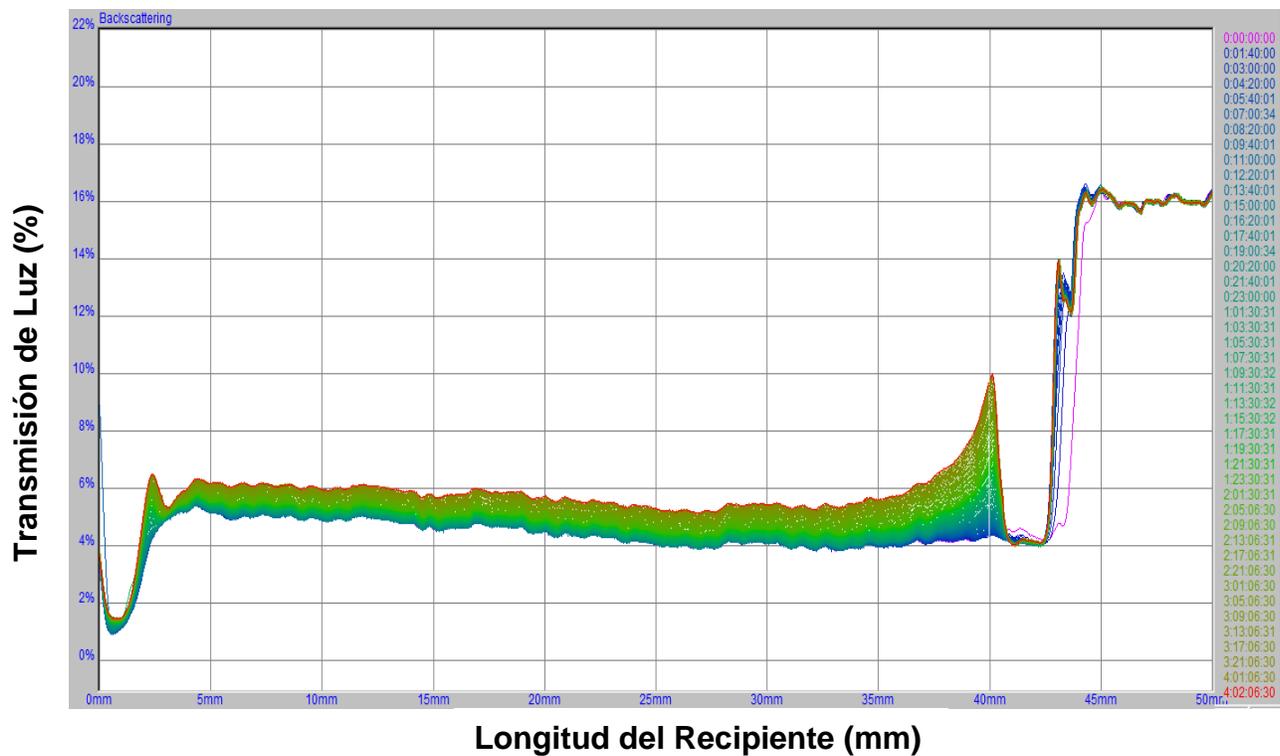


Figura 4.6. Transmisión de luz frente a la posición de todo el recipiente de la muestra FLENI+2%Choline-Ntf2.

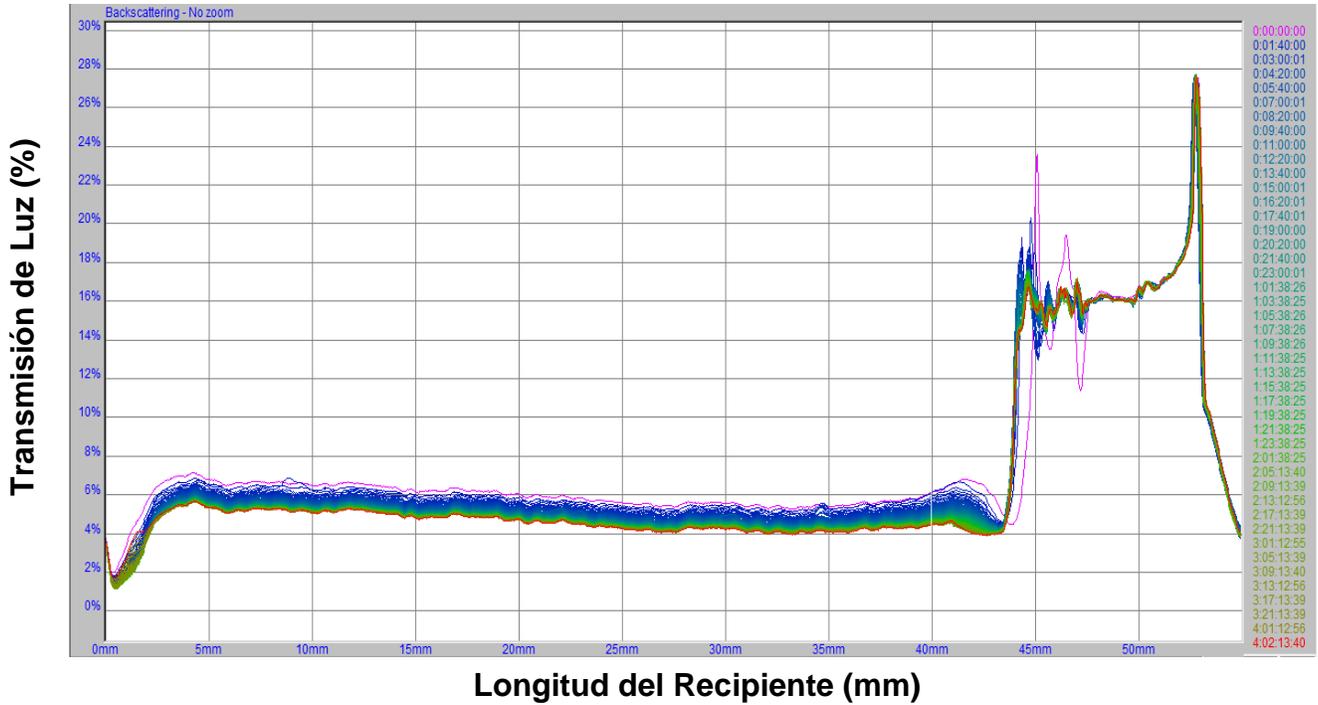


Figura 4.7. Transmisión de luz frente a la posición de todo el recipiente de la muestra FLENI+2%BMP-Ntf2.

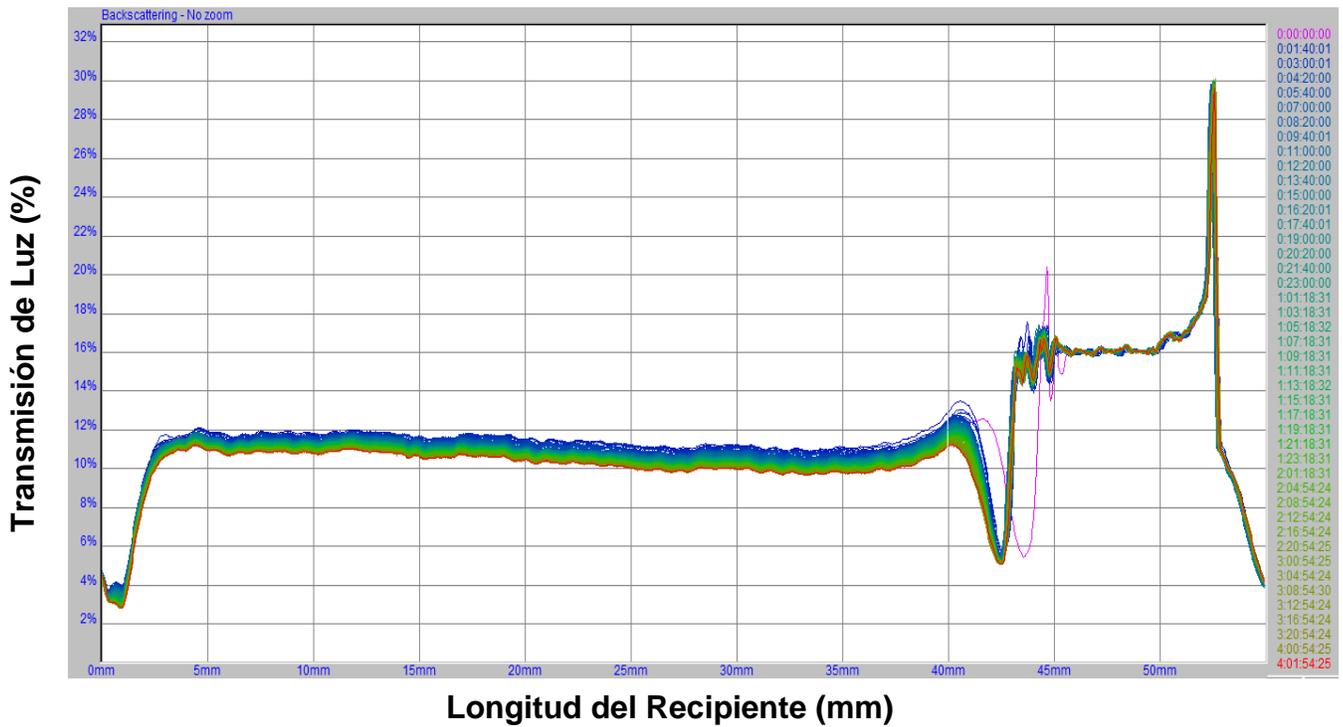


Figura 4.8. Transmisión de luz frente a la posición del recipiente de la muestra FLENDER+5%BMP-Ntf2.

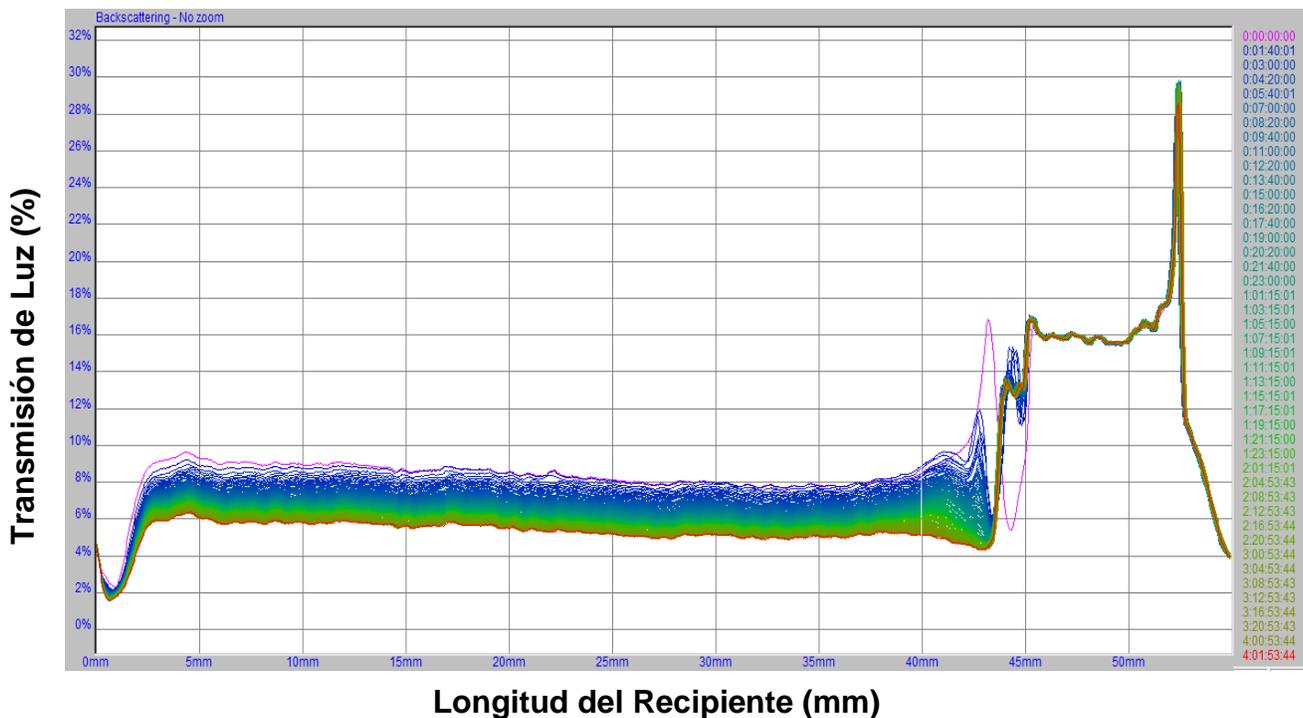


Figura 4.9. Transmisión de luz frente a la posición del recipiente de la muestra FLENDER+5%Choline-Ntf2.

4.3 Ensayos de desgaste para una carga 60N y una temperatura de 40°C.

En la tabla 4.2, se resumen todos los ensayos en coeficiente de fricción realizados para la lubricación de un contacto acero-acero AISI 52100, con los parámetros de ensayo descritos. Se representó gráficamente (Fig. 4.10) el coeficiente de fricción para las distintas mezclas empleadas bajo el mismo material de ensayo. Como primer punto comparativo, el aceite base FLENDER PAO de origen sintético presenta mejor comportamiento tribológico en fricción que el aceite de FLENI de origen mineral, aunque ambos aceites puros tuvieron los mayores valores de coeficiente de fricción con respecto a la aditivación de un 2% y 5% en peso con líquidos iónicos, logrando hasta una mejora de entre un 10-12% comparado con el aceite

lubricante de origen mineral FLENI. En cuanto al aceite lubricante FLENDER, la mejora se notó en menor porcentaje siendo todos los resultados de un orden similar o de mínima mejora con respecto al aceite puro. En resumen, el mejor resultado en disminución del coeficiente de fricción se obtuvo en la aditivación con líquido iónico Choline-Ntf2 para ambos aceites lubricantes bases. Aunque igualmente puede indicarse que las demás mezclas que contienen líquido iónico como aditivo mejoran el rendimiento, esto demostrado por el comportamiento de los aceites base puro.

Tabla 4.2. Resultados de fricción para los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 40°C.

60N/40°C	FLENI	FLENI+2% [BMP][NTf2]	FLENI+2% [Choline][NTf2]	FLENI+5% [BMP][NTf2]	FLENI+5% [Choline][NTf2]
R1	0,105	0,105	0,093	0,095	0,098
R2	0,112	-	0,098	0,097	0,097
R3	0,111	0,116	0,107	0,094	0,098
Promedio	0,110	0,110	0,099	0,095	0,098
Desv. Std.	0,004	0,008	0,007	0,001	0,001
Error (%)	3,36	6,86	7,10	1,53	0,61
Máx	0,112	0,116	0,107	0,097	0,098
Mín	0,105	0,105	0,093	0,094	0,097
Dif+	0,002	0,005	0,007	0,002	0,000
Dif-	0,004	0,005	0,007	0,001	0,001
Mejora [%]	-	-0,56	9,65	12,90	10,59
	FLENDER	FLENDER+2% [BMP][NTf2]	FLENDER+2% [Choline][NTf2]	FLENDER+5% [BMP][NTf2]	FLENDER+5% [Choline][NTf2]
R1	0,083	0,092	0,081	0,086	0,084
R2	0,087	0,085	0,070	0,080	0,080
R3	0,084	0,091	0,087	0,085	0,083
Promedio	0,085	0,090	0,079	0,084	0,083
Desv. Std.	0,002	0,004	0,009	0,003	0,002
Error (%)	2,52	4,12	10,79	3,66	2,61
Máx	0,087	0,092	0,087	0,086	0,084

Mín	0,083	0,085	0,070	0,080	0,080
Dif+	0,002	0,003	0,008	0,002	0,002
Dif-	0,002	0,004	0,009	0,003	0,002
Mejora [%]	-	-5,71	6,45	1,39	2,57

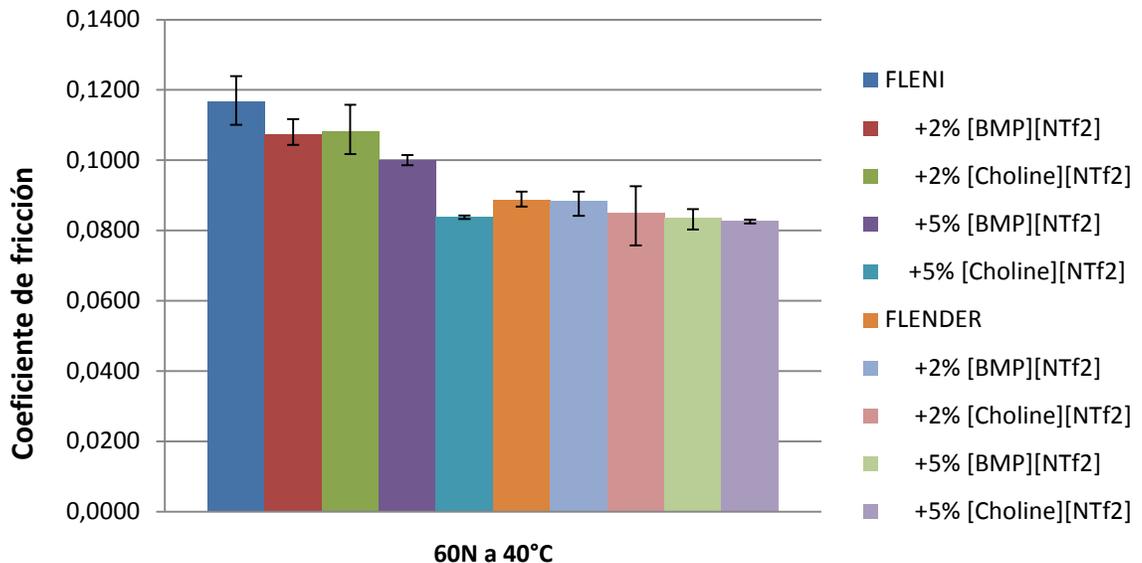
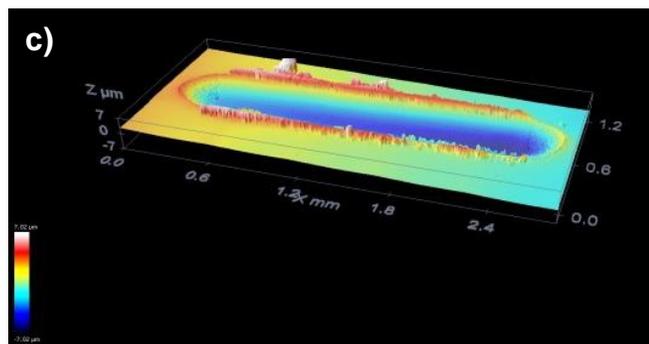
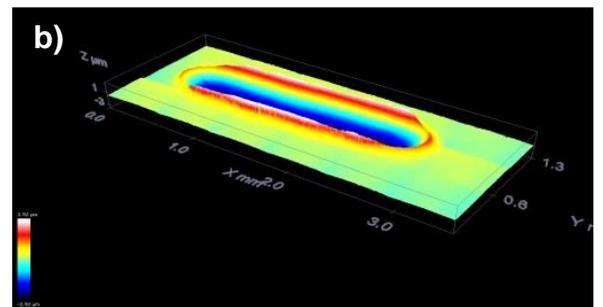
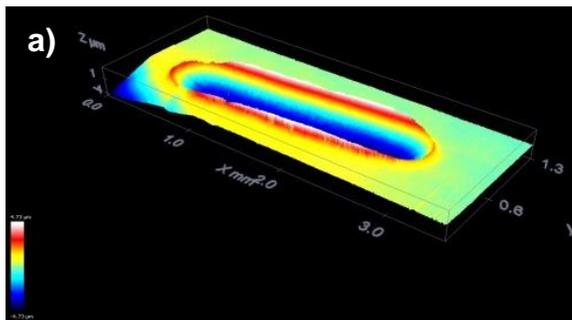


Figura 4.10. Coeficiente de Fricción para todos los ensayos a una carga 60N y una temperatura de 40°C.

Por otra parte en las Figuras (4.11 y 4.12) se muestran las imágenes en 3D, obtenidas por la técnica microscopía confocal, de los perfiles correspondientes a las huellas de desgaste generadas para las distintas condiciones de lubricación ensayadas, con los primeros parámetros de ensayo (Carga de 60N a 40°C), todas fueron comparadas con la huella de desgaste obtenida por el aceite puro, y con las respectivas huellas ensayadas al 2% y 5% de aditivo. Se pudo observar que a pesar de alguna variación en la escala de las huellas hechas, las mismas muestras presentaron un aspecto similar al aceite lubricante puro. También es

importante destacar que en los ensayos realizados a los líquidos iónicos puros no fue posible cuantificar el desgaste al no obtener la respectiva huella de desgaste, una vez más demostrando las buenas propiedades antidesgaste de los mismos.

A continuación se presenta (Fig. 4.13) el volumen de desgaste medido a las muestras lubricadas con aceite FLENI y FLENDER con líquido iónico. Analizando los resultados se pudo indicar que, la mezcla formada por el aceite base FLENI presentan le mejor comportamiento antidesgaste a diferencia de la fricción donde el FLENDER presenta mejores propiedades tribológicas. Siendo a su vez la mezcla formada por FLENI + 5% BMP-Ntf2 entre los demás lubricantes ensayados, la que presentó mejores términos antidesgaste logrando un poco más de 35% de mejora porcentual con respecto al aceite base puro. A su ves la mezcla formada por el aceite sintético FLENDER +5%BMP-Ntf2, presentó el mayor porcentaje de mejora con respecto al aceite puro (30%).



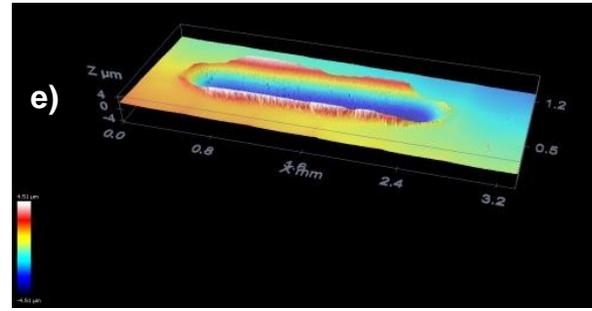
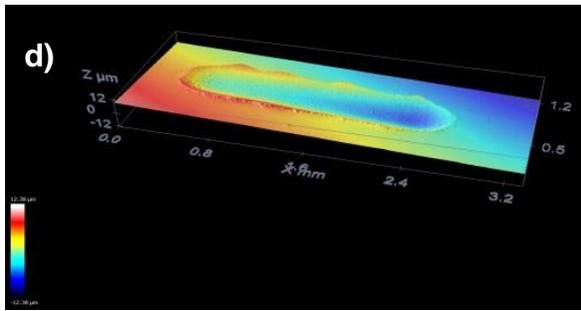


Figura 4.11. Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 40°C, lubricado con: a) FLENI + 2%BMP-Ntf2, b) FLENI + 2%Choline-Ntf2, c) FLENI (puro), d) FLENI + 5% BMP-Ntf2, e)FLENI + 5% Choline-Ntf2.

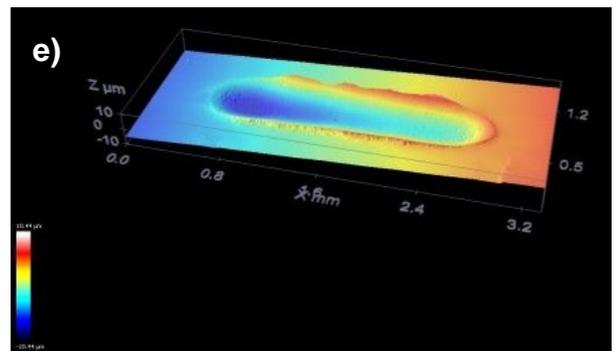
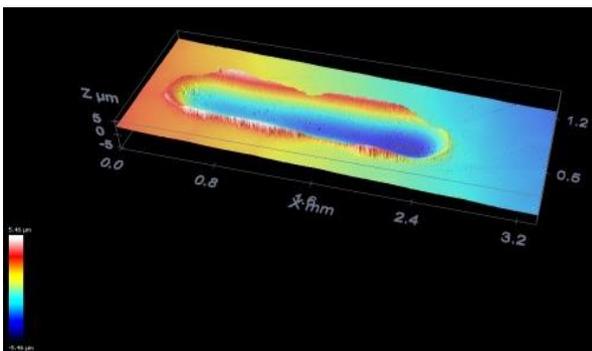
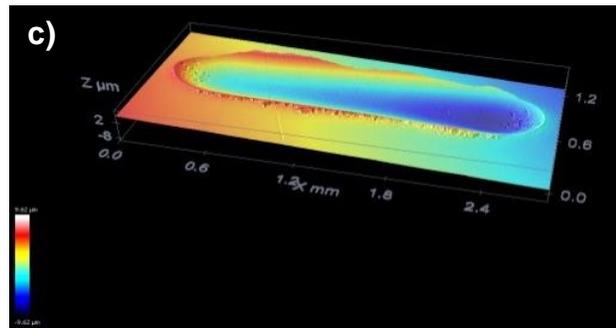
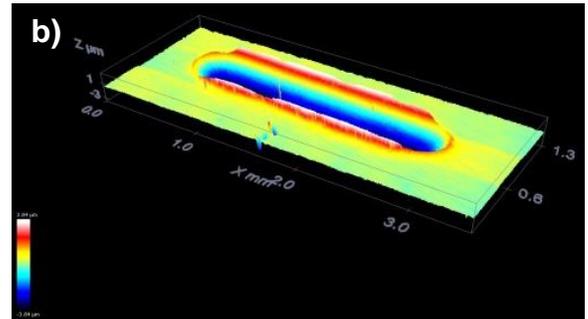
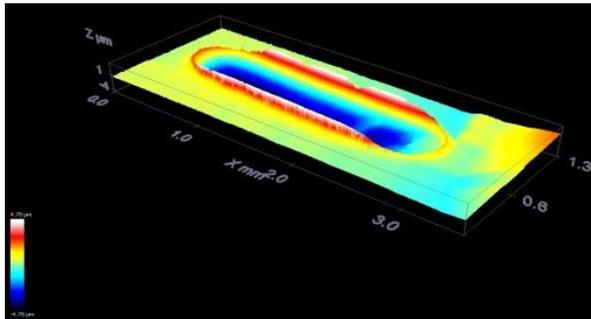


Figura 4.12. Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 40°C, lubricado con: a) FLENDER + 2%BMP-Ntf2, b) FLENDER + 2%Choline-Ntf2, c) FLENDER (puro) d) FLENDER + 5% BMP-Ntf2, e)FLENDER + 5% Choline-Ntf2.

La determinación del volumen de desgaste demuestra que los aditivos mejoran el comportamiento anti-desgaste de los aceites lubricantes puros tanto de origen mineral como para los aceites de origen sintéticos, para los ensayos realizados a 60N.

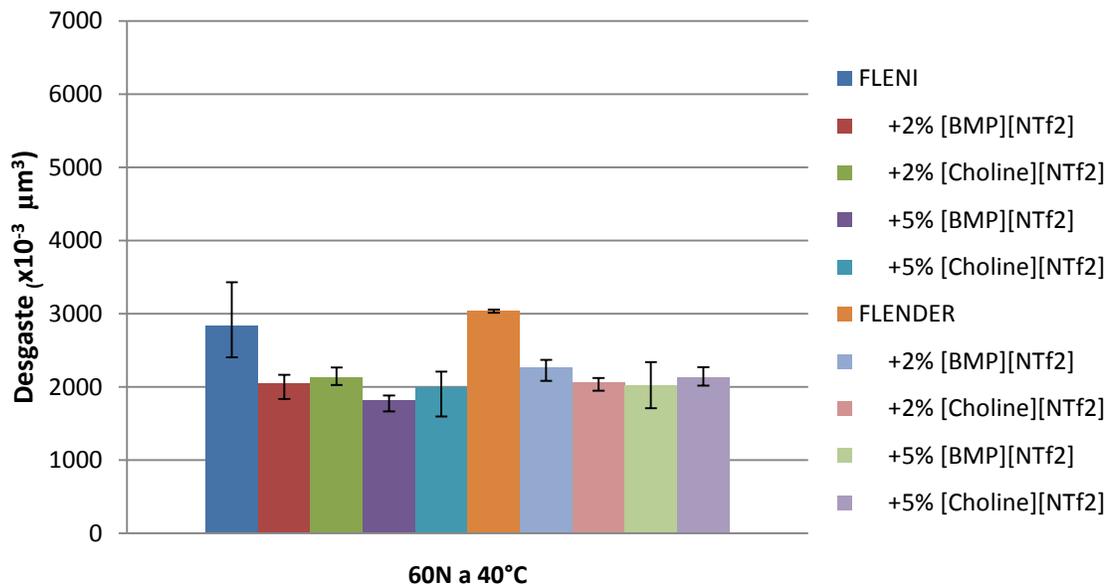
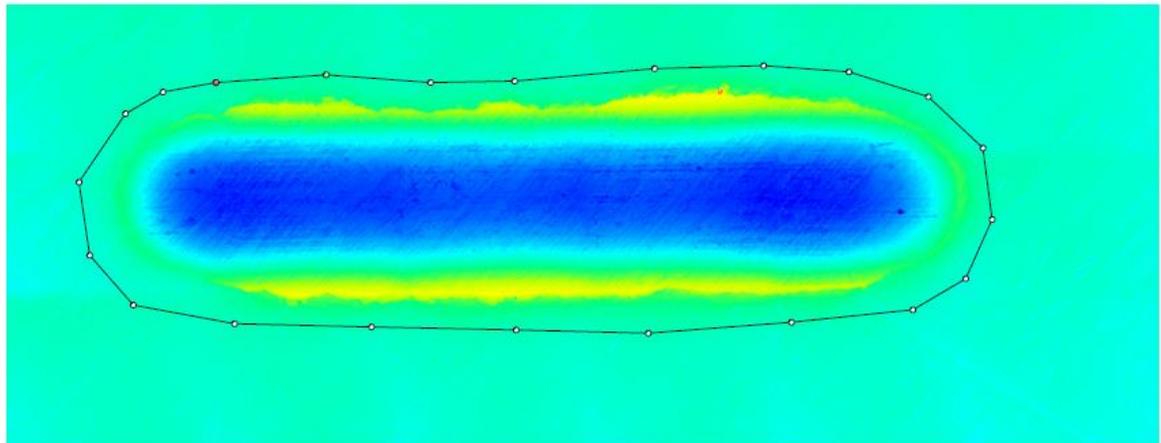


Figura 4.13. Volumen de desgaste para los lubricantes ensayadas a 60N a 40°C.

De igual forma se muestra el perfil topográfico de la huella desgastada obtenida a través de la técnica de Microscopía Confocal, donde se observó el cálculo del desgaste en cada huella, a través del perfil de la misma (Figura 4.14).



	Hueco
Superficie (mm ²)	0.971629
Volumen (μm ³)	2119227
Max. profundidad/altura (um)	5.97073
Media profundidad/altura (um)	2.18111

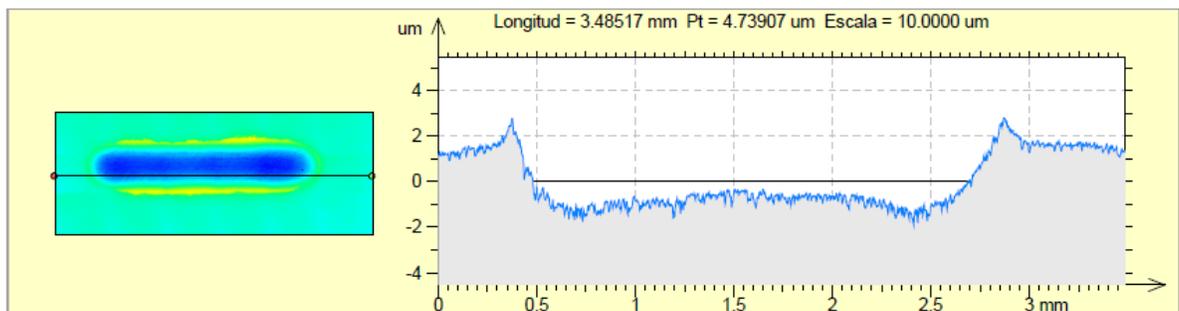


Figura 4.14. Perfil Topográfico de Microscopía Confocal para visualizar el volumen de desgaste para una mezcla FLENDER+2%Choline-Ntf2 a una carga de 60N y 40°C.

En la tabla 4.3, se resumen todos los resultados correspondientes al volumen de desgaste obtenido para los ensayos realizados tanto en los aceites base puro utilizados, como en los aceites base aditivados al 2% y 5%, para una carga de 60N y una temperatura de 40°C. Allí se observan las mejoras porcentuales de cada mezcla con respecto al aceite base, pudiendo notar como mejora el comportamiento tribológico al aditar aceites lubricantes con líquidos iónicos.

Tabla 4.3. Resultados de volumen de desgaste en los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 40°C.

60N/40°C	FLENI	FLENI+2% [BMP][NTf2]	FLENI+2% [Choline][NTf2]	FLENI+5% [BMP][NTf2]	FLENI+5% [Choline][NTf2]
R1(μm^3)	2.683.155	1.832.877	2.263.109	1.662.481	2.148.939
R2(μm^3)	3.430.784	2.126.042	2.082.721	1.877.310	1.595.041
R3(μm^3)	2.405.113	2.163.067	2.025.940	1.879.859	2.207.736
Promedio (μm^3)	2.839.684	2.040.662	2.123.923	1.806.550	1.983.905
Desv. Std.	530.449	180.897	123.837	124.774	338.047
Error (%)	18,68	8,86	5,83	6,91	17,04
Máx(μm^3)	3.430.784	2.163.067	2.263.109	1.879.859	2.207.736
Mín(μm^3)	2.405.113	1.832.877	2.025.940	1.662.481	1.595.041
Dif+	591.100	122.405	139.186	73.309	223.831
Dif-	434.571	207.785	97.983	144.069	388.864
Mejora [%]	-	28,14	25,21	36,38	30,14
	FLENDER	FLENDER+2% [BMP][NTf2]	FLENDER+2% [Choline][NTf2]	FLENDER+5% [BMP][NTf2]	FLENDER+5% [Choline][NTf2]
R1(μm^3)	3.010.745	2.327.791	2.111.307	1.705.831	2.016.485
R2(μm^3)	3.057.497	2.370.311	2.119.227	2.338.705	2.105.614
R3(μm^3)	3.055.586	2.082.721	1.944.969	1.995.469	2.269.782
Promedio(μm^3)	3.041.276	2.260.274	2.058.501	2.013.335	2.130.627
Desv. Std.	26.458	155.228	98.401	316.815	128.488
Error (%)	0,87	6,87	4,78	15,74	6,03
Máx(μm^3)	3.057.497	2.370.311	2.119.227	2.338.705	2.269.782
Mín(μm^3)	3.010.745	2.082.721	1.944.969	1.705.831	2.016.485
Dif+	16.221	110.037	60.726	325.370	139.155
Dif-	30.531	177.553	113.532	307.504	114.142
Mejora [%]	-	25,68	32,31	33,80	29,94

4.4 Ensayos de desgaste para una carga de 60N y una Temperatura de 100°C.

De forma análoga al análisis de los resultados visto para la carga de 60N y 40°C, la Figura 4.15, muestra los valores medios del comportamiento tribológico en cuanto al coeficiente de fricción para la carga de 60N y una

temperatura controlada de ensayo de 100°C, con las mezclas utilizadas. Los resultados obtenidos indicaron una tendencia mucho más dispersa en algunos de los resultados, pudiéndose deber a la disminución de la viscosidad del lubricante por el aumento en la temperatura de ensayo, además se observó que en algunos casos la aditivación con menor porcentaje (2%) al aceite base, no mejora las condiciones de los aceites, aunque a medida que se aumenta este porcentaje se observa una resultados de hasta una pequeña mejora con respecto a los aceite base puro. El aceite base FLENI de origen mineral presenta muy buenos resultados en coeficiente de fricción para las condiciones de ensayo (60N a 100°C), donde la aditivación podría llevarse a valores más altos y poder observar esos resultados. Como mejor resultado en coeficiente de fricción se tiene que la aditivación con BMP-Ntf2 al 5% de concentración en peso presentó los porcentajes de mejoras en los dos aceites lubricantes base. En resumen, en la tabla 4.4, se presentaron todos los ensayos realizados para la carga y temperatura de ensayo correspondiente donde se denota los respectivos porcentajes de mejora o no, con respecto al aceite base. Es importante destacar la mejora de hasta un 12% en el coeficiente de fricción, al agregar como aditivo, un aceite mineral, un líquido iónico BMP-Ntf2. Esto se puede explicar debido al buen comportamiento que presentan los aceites de origen sintético para trabajar a elevadas temperaturas, pudiendo este encontrar las condiciones necesarias o el mecanismo de acción para reaccionar con el metal logrando una disminución de la fricción, también dicho por Mordukhovich *et al.* (2013).

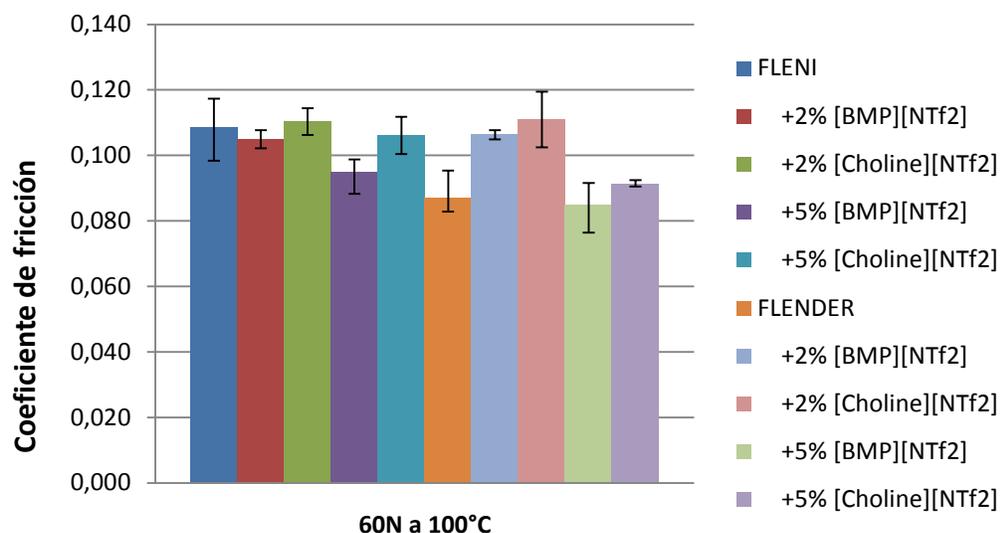


Figura 4.15. Coeficiente de Fricción para todos los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 100°C.

Tabla 4.4. Resultados de fricción para los ensayos realizados una carga de 60N y una temperatura de 100°C.

60N/100°C	FLENI	FLENI+2% [BMP][NTf2]	FLENI+2% [Choline][NTf2]	FLENI+5% [BMP][NTf2]	FLENI+5% [Choline][NTf2]
R1	0,117			0,099	0,100
R2	0,109	0,102	0,106	0,088	0,106
R3	0,098	0,108	0,114	0,098	0,112
Promedio	0,108	0,105	0,110	0,095	0,106
Desv. Std.	0,010	0,004	0,006	0,006	0,006
Error (%)	8,79	3,71	5,26	6,13	5,37
Máx	0,117	0,108	0,114	0,099	0,112
Mín	0,098	0,102	0,106	0,088	0,100
Dif+	0,009	0,003	0,004	0,004	0,006
Dif-	0,010	0,003	0,004	0,007	0,006
Mejora [%]	-	3,13	-1,80	12,38	2,01
	FLENDER	FLENDER+2% [BMP][NTf2]	FLENDER+2% [Choline][NTf2]	FLENDER+5% [BMP][NTf2]	FLENDER+5% [Choline][NTf2]
R1	0,083		0,103	0,087	0,091
R2	0,083	0,105	0,120	0,092	0,091
R3	0,095	0,108	0,111	0,076	0,092
Promedio	0,087	0,106	0,111	0,085	0,091

Desv. Std.	0,007	0,002	0,009	0,008	0,001
Error (%)	8,20	1,86	7,66	9,10	1,13
Máx	0,095	0,108	0,120	0,092	0,092
Mín	0,083	0,105	0,103	0,076	0,091
Dif+	0,008	0,001	0,009	0,007	0,001
Dif-	0,004	0,001	0,008	0,008	0,001
Mejora [%]	-	-21,96	-27,28	2,61	-4,76

En las figuras (4.16 y 4.17), de manera similar a lo anteriormente expuesto, se pudo mostrar las huellas de desgaste obtenidas por Microscopia confocal 3D, de cada una de las mezclas comparada con la huella dejada por el aceite base utilizado para los ensayos realizados a 60N y a 100°C de temperatura, pudiéndose observar la variación de las huellas entre las distintas muestras de cada mezcla con respecto al aceite base con el par tribológico ensayado.

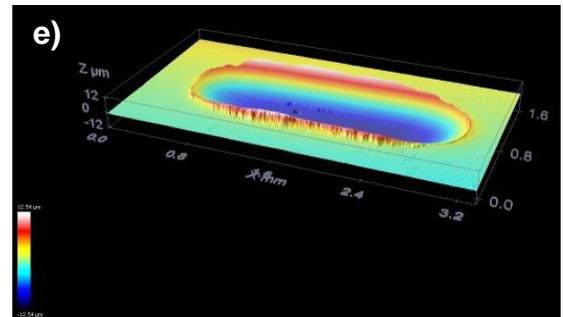
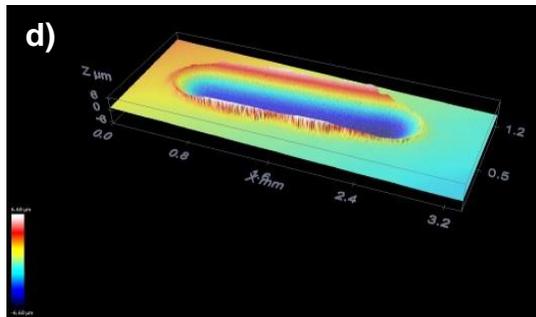
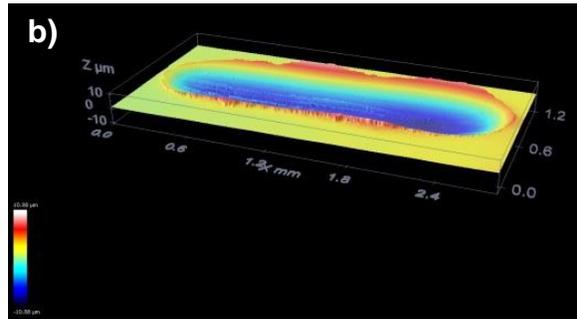
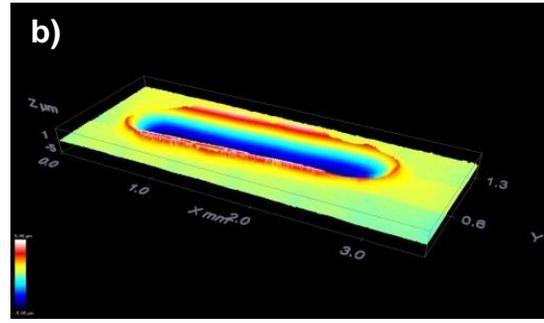
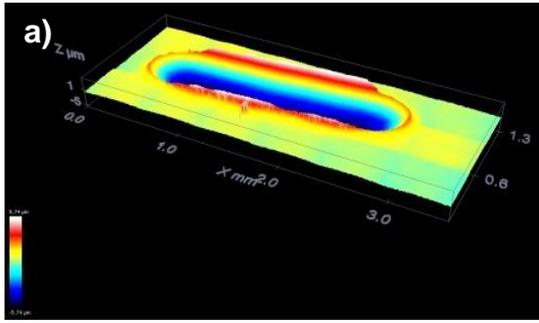


Figura 4.16. Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 100°C, lubricado con: a) FLENI + 2%BMP-Ntf2, b) FLENI + 2%Choline-Ntf2, c) FLENI (puro), d) FLENI + 5% BMP-Ntf2, e) FLENI + 5% Choline-Ntf2.

El comportamiento de las muestras con líquidos iónicos empeora considerablemente al aumentar a 100°C la temperatura ya que ninguno consigue alcanzar valores del 5% de reducción del coeficiente de fricción con respecto al aceite base. Por tanto, se puede concluir que las mezclas

lubricantes que contienen aditivos presentan una reducción menor de la fricción con respecto al aceite base tras el aumento de la temperatura.

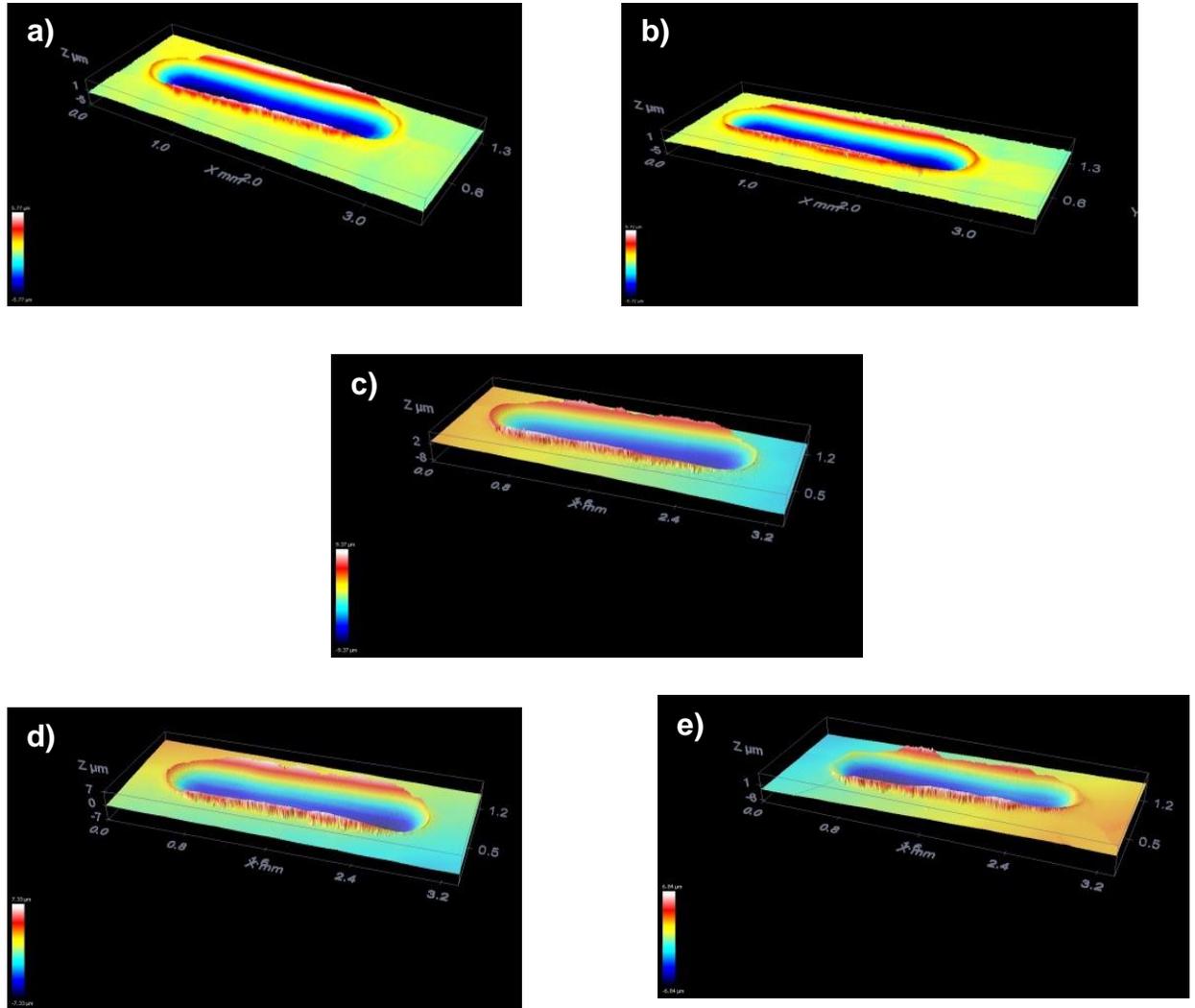


Figura 4.17. Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 60 N a 100°C, lubricado con: a) FLENDER + 2%BMP-Ntf2, b) FLENDER + 2%Choline-Ntf2, c) FLENDER (puro), d) FLENDER + 5% BMP-Ntf2, e) FLENDER + 5% Choline-Ntf2.

Al cuantificar el volumen de desgaste y comparar los resultados obtenidos entre un aceite lubricante puro con las mezclas preparadas, se observó resultados totalmente distintos a los obtenidos en fricción. Acá se pudo observar una especie de comportamiento escalonado, en donde los aceites base (FLENI y FLENDER) presentan los mayores valores de desgaste con respecto a los mismos aditivos, a través de la técnica de Microscopía Confocal, (Fig. 4.18), en este caso el aceite FLENI vuelve a presentar el mejor comportamiento antidesgaste entre estos dos, pero tomando en cuenta una notable disminución del desgaste para esos aceites lubricados al mayor porcentaje estudiado (5% de aditivación), igualmente la aditivación mínima con ambos líquidos iónicos proporcionan mejoras en la disminución del desgaste, pudiendo lograr mejoras de hasta un 27% con respecto a los aceites puros. La mayor reducción al desgaste se obtuvo en los aceites de origen sintéticos FLENDER, en donde la mezcla FLENDER+5%BMP-Ntf2 alcanzó una mejora de un 37%, muy de cerca seguido por el FLENDER+5%Choline-Ntf2 mejorando las propiedades antidesgaste hasta un 27%, todo esto con respecto al comportamiento tribológico del aceite base.

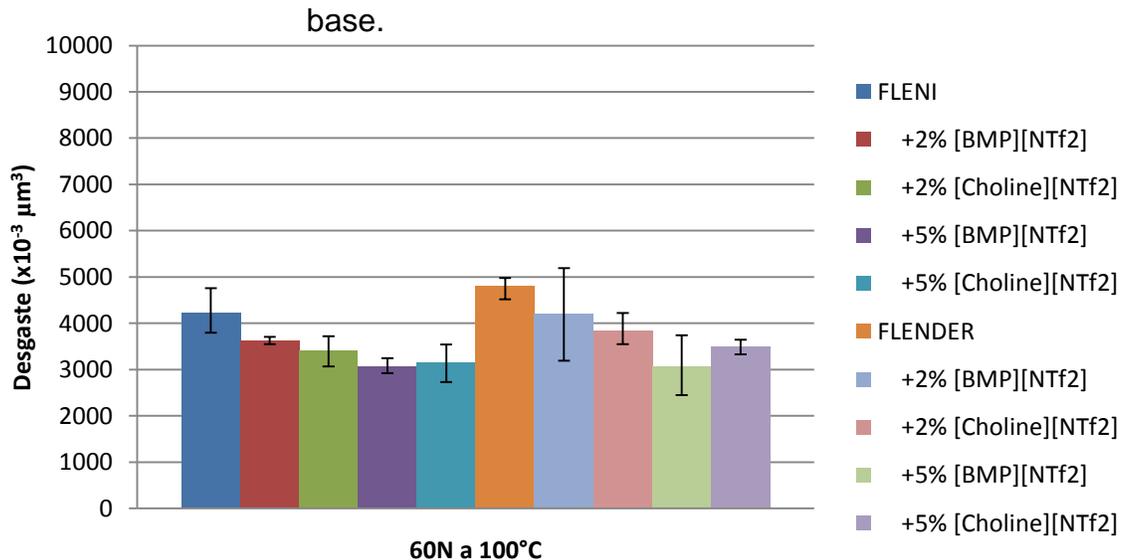


Figura 4.18. Volumen de desgaste para los lubricantes ensayados a una carga de 60N y una temperatura de 100 ° C.

En la Tabla 4.5, se resumen todos los ensayos realizados para los parámetros de ensayos de esta sección del análisis, en el mismo se pudo describir los promedios de las réplicas realizadas además del porcentaje de mejora de cada mezcla con respecto a los aceites base estudiados.

Tabla 4.5. Resultados de volumen de desgaste en los ensayos realizados a una carga de 60N y una temperatura de 100°C.

60N/100°C	FLENI	FLENI+2% [BMP][NTf2]	FLENI+2% [Choline][NTf2]	FLENI+5% [BMP][NTf2]	FLENI+5% [Choline][NTf2]
R1(μm^3)	4.757.442			2.925.303	3.543.703
R2(μm^3)	4.099.065	3.551.135	3.069.887	3.244.392	3.173.659
R3(μm^3)	3.793.569	3.704.540	3.722.360	3.029.395	2.730.689
Promedio(μm^3)	4.216.692	3.627.838	3.396.124	3.066.363	3.149.350
Desv. Std.	492.585	108.474	461.368	162.725	407.052
Error (%)	11,68	2,99	13,59	5,31	12,92
Máx(μm^3)	4.757.442	3.704.540	3.722.360	3.244.392	3.543.703
Mín(μm^3)	3.793.569	3.551.135	3.069.887	2.925.303	2.730.689
Dif+	540.750	76.703	326.237	178.029	394.353
Dif-	423.123	76.703	326.237	141.060	418.661
Mejora [%]	-	13,96	19,46	27,28	25,31
	FLENDER	FLENDER+2% [BMP][NTf2]	FLENDER+2% [Choline][NTf2]	FLENDER+5% [BMP][NTf2]	FLENDER+5% [Choline][NTf2]
R1(μm^3)	4.519.950		4.224.562	3.738.111	3.532.141
R2(μm^3)	4.942.919	4.589.416	3.746.564	3.019.812	3.326.355
R3(μm^3)	4.977.151	3.798.269	3.548.072	2.445.242	3.642.874
Promedio(μm^3)	4.813.340	4.193.843	3.839.733	3.067.722	3.500.457
Desv. Std.	254.659	559.425	347.736	647.765	160.621
Error (%)	5,29	13,34	9,06	21,12	4,59
Máx(μm^3)	4.977.151	4.589.416	4.224.562	3.738.111	3.642.874
Mín(μm^3)	4.519.950	3.798.269	3.548.072	2.445.242	3.326.355
Dif+	163.811	395.573,5	384.829	670.389	142.417
Dif-	293.390	395.573,5	291.661	622.480	174.102
Mejora [%]	-	12,87	20,23	36,27	27,28

Como fue mencionado anteriormente, la mejora del lubricante aditivado para la carga de 60N y una temperatura de ensayo de 100°C fue de forma escalonado de modo que para cada porcentaje de líquido iónico introducido en el aceite base, este iba presentando mejoras en las propiedades antidesgaste. Por lo que a pesar de presentar valores similares en coeficiente de fricción es importante tomar en cuenta las mejoras considerables que presentan los líquidos iónicos en disminuir el desgaste (Fig. 4.19).

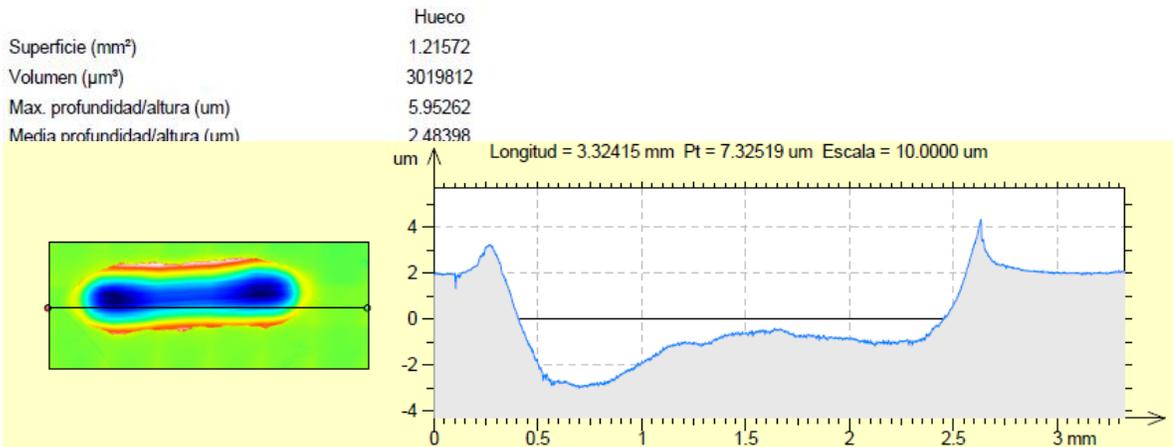
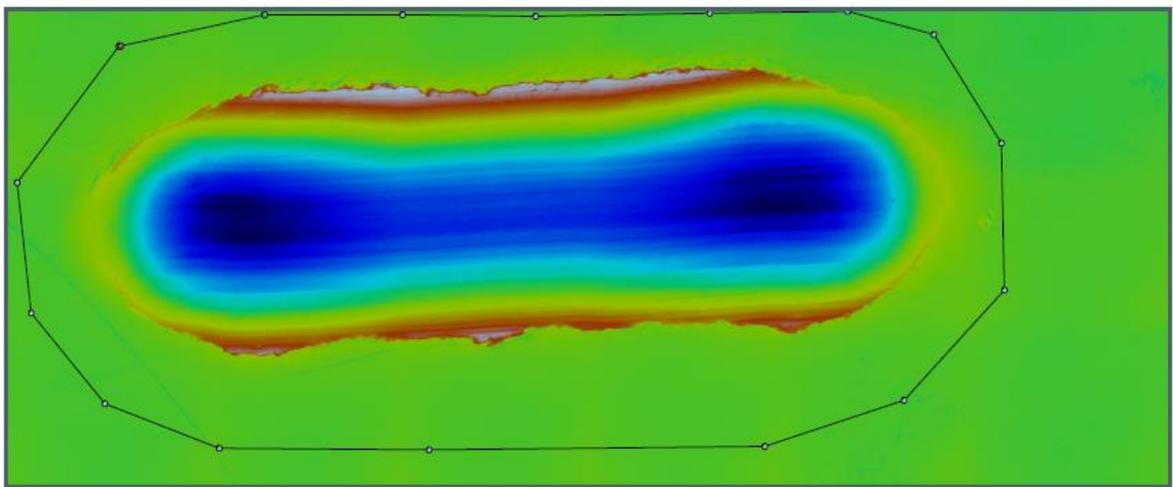


Figura 4.19. Perfil Topográfico de Microscopía Confocal para visualizar el volumen de desgaste para una mezcla FLENDER+5%BMP-Ntf2 a una carga de 60N y 100°C.

En cuanto al volumen desgastado para las mismas cargas con las dos condiciones de temperatura estudiadas para ambos aceites base aditivados (Figuras. 4.20 y 4.21), se pudo observar que al aumentar la temperatura, el volumen de desgaste aumenta, motivado esencialmente a la disminución de la viscosidad que ello conlleva. Esto convierte el lubricante en un fluido mucho menos viscoso, no logrando producir la capa de lubricante necesario, lo que genera un mayor contacto entre las superficies. Al mismo tiempo en la Figuras (4.22 y 4.23) se muestra los resultados correspondientes al coeficiente de fricción, ocurriendo un caso contrario y visto en la teoría ya explicado (Fig. 2.5), donde se notó que al aumentar la temperatura, disminuye la viscosidad del lubricante, por lo que a su vez se traduce en una disminución del coeficiente de fricción, es importante destacar el comportamiento de la mezcla con líquido iónico Choline-Ntf2, el cual se comportó de manera contraria a los demás casos, este produce en ambos aceites base un aumento en la fricción debido al cambio en sus propiedades físicas a medida que aumenta la temperatura, sin embargo sigue siendo un excelente candidato para disminuir el desgaste. Como una importante conclusión el aceite base FLENI de origen mineral reportó peores valores en cuanto a coeficiente de fricción, para las diferentes temperaturas de ensayo, debido a que estos aceites sintéticos buscan mantener la fricción en valores aceptables, pero a su vez se logró tener mejores porcentajes de mejoras en la disminución del desgaste.

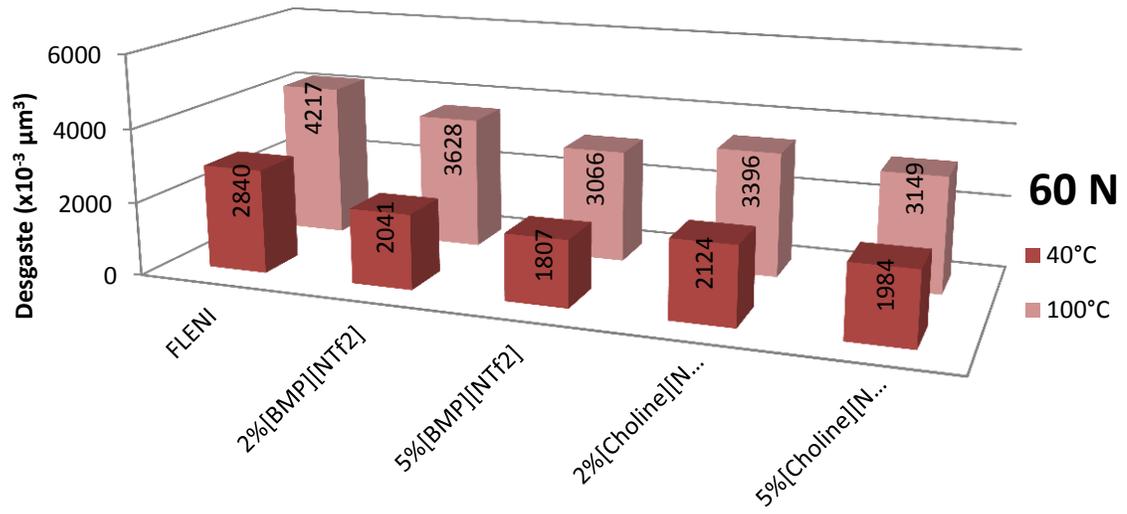


Figura 4.20. Comparativa del desgaste del aceite base FLENI con líquidos iónicos a distintas temperaturas y la misma carga.

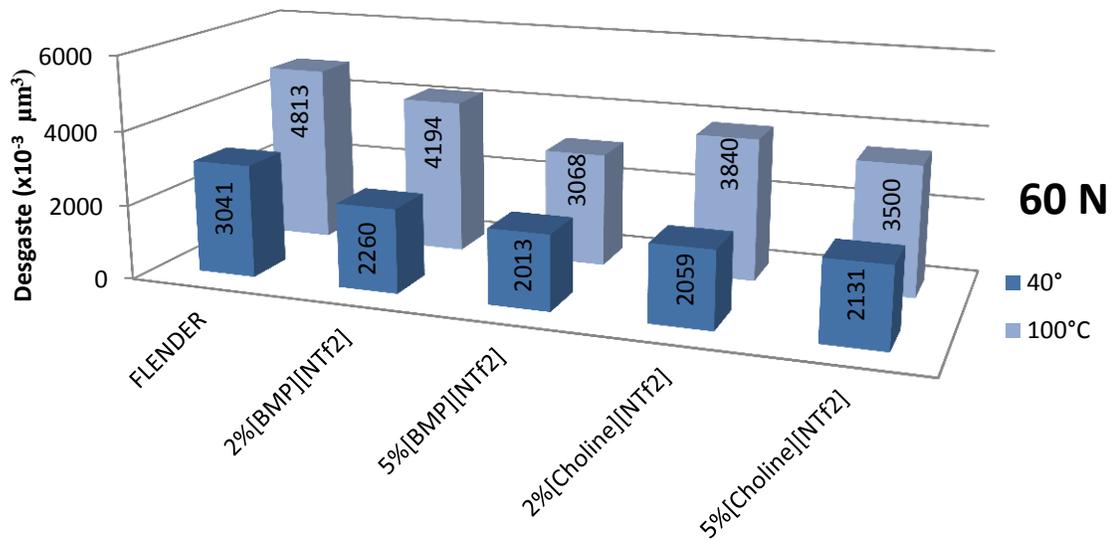


Figura 4.21. Comparativa del desgaste del aceite base FLENDER con líquidos iónicos a distintas temperaturas y la misma carga.

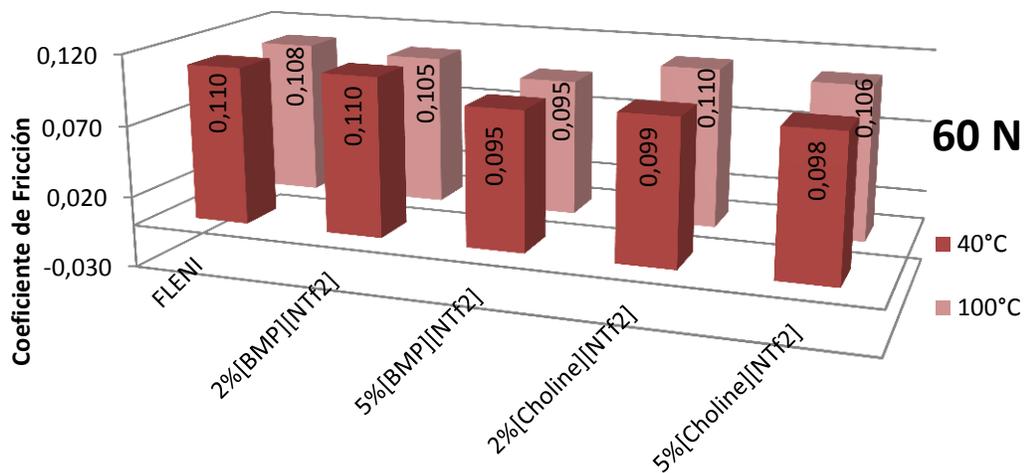


Figura 4.22. Comparativa en los resultados de fricción del aceite base FLENI con líquido iónico a distintas temperaturas y la misma carga.

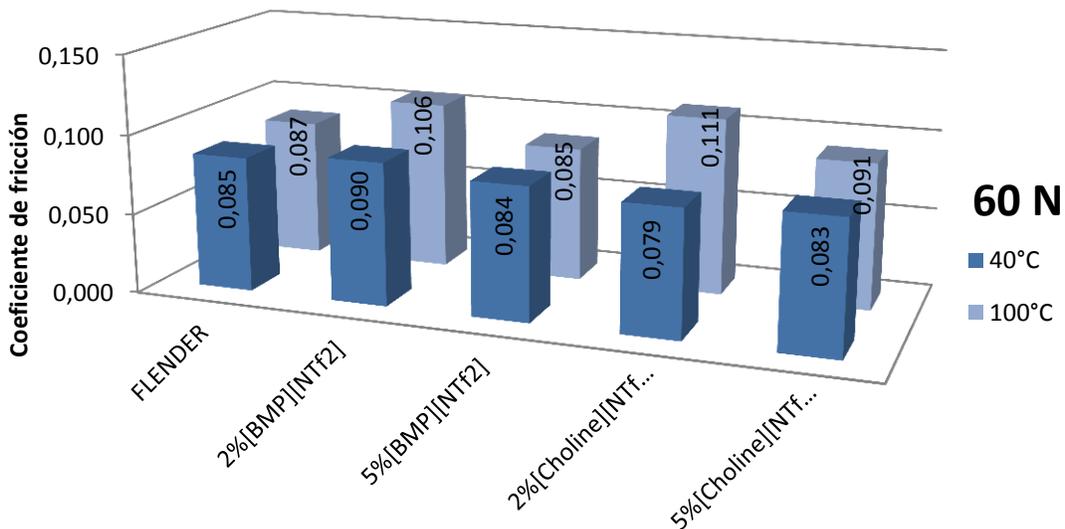


Figura 4.23. Comparativa en los resultados de fricción del aceite base FLENDER con líquido iónico a distintas temperaturas y la misma carga.

Un análisis elemental realizado por MEB en la parte central de la superficie desgastada lubricado con las mezclas con 5 % en peso de los líquidos iónicos bajo las condiciones de carga y temperatura, para ambas mezclas, sobre el lubricante mineral base FLENI y sobre el lubricante de origen sintético FLENDER, se observó que en el ensayo realizado a 40 ° C y una carga de 60N, los elementos que se encuentran en la superficie desgastada, son los elementos presentes en la composición del acero, que aseguran que los componentes activos (fósforo, P, y azufre, S) del lubricante no reaccionaron con la superficie. El carácter polar los líquidos iónicos y su facilidad para migrar a las superficies metálicas formando enlaces con la capa de óxido apoyan el hecho de que a 40 ° C, no reaccionó con los componentes activos del lubricante y con la superficie, pero la mezcla incluso mejora la fricción y el desgaste comportamiento (Fig. 4.20 - 4.23). Por otro lado, al aumentar la temperatura de ensayo a 100 ° C, se activan los componentes del lubricante (P y S) reaccionando con la superficie. El análisis MEB hecho de la mezcla con 5 % en peso de [BMP] [Ntf2], muestra la activación de P y S, mientras que con la mezcla al 5 % en peso de Choline-Ntf2 sólo el azufre se activó. Este resultado explica por qué la reducción del desgaste a 100 ° C fue mayor para el BMP-Ntf2 que para él Choline-Ntf2.

Para la temperatura de 100 ° C, en los ensayos realizados en el aceite sintético FLENDER, en el análisis elemental se encontró azufre en la superficie, que demuestra la reacción de este elemento. Este fenómeno se verificó en los aceites, por lo tanto, el azufre se origina del paquete de aditivos presente en la formulación del aceite de base (Fig. 4.25).

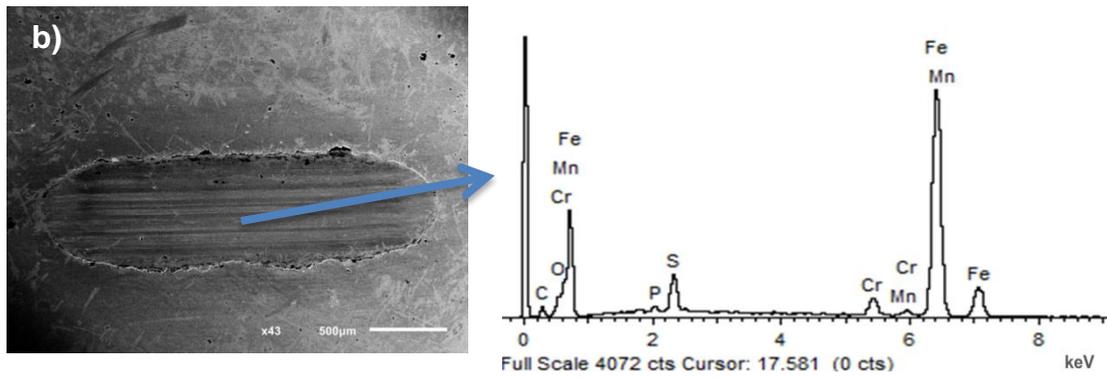
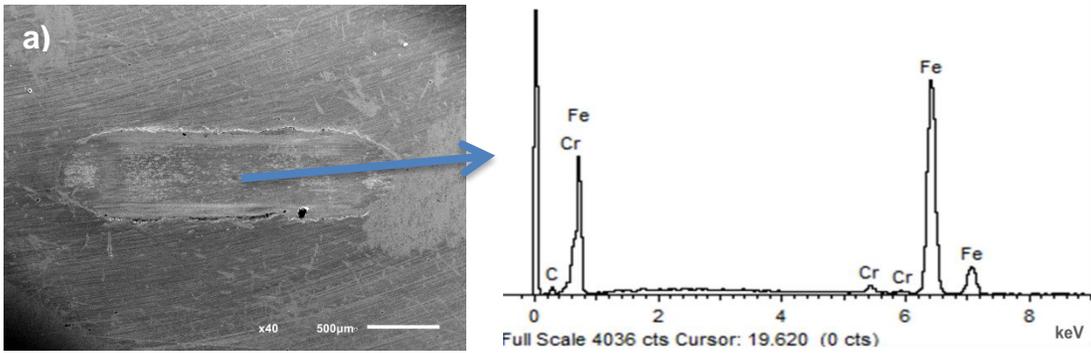
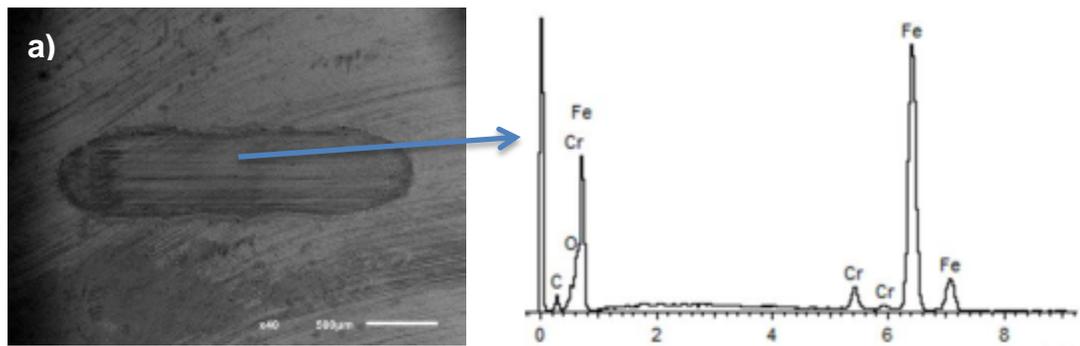


Figura 4.24. Imágenes de MEB de una mezcla Fleni+5%(BMP)(Ntf2) a 40x.
 a) 60N y 40°C. b) 60N y 100°C.



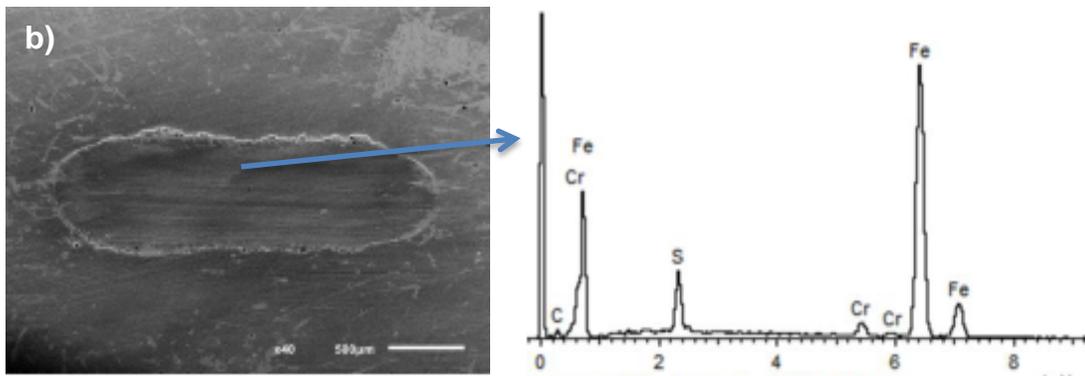


Figura 4.25. Imágenes del MEB para la mezcla de Flender+5%Choline-Ntf2 a 40x. a) 60N y 40°C. b) 60N y 100°C.

Los análisis XPS corroboran los problemas observados por el microscopía electrónica de barrido. El azufre y el fósforo no pueden ser detectados en muestras lubricadas a 40 ° C. Además, el análisis de alta resolución de hierro y oxígeno mostró pequeñas diferencias entre la muestra de control (sin Líquidos Iónicos) o las muestras que contienen LIs (Fig4.26). Según consta en Tabla 4.6, la naturaleza química del hierro y el oxígeno en las tres muestras es muy similar. Aunque el diferenciación química entre ciertos tipos de óxidos de hierro utilizando la región Fe2p3 es problemático, parece que el hierro en fueron muestras es principalmente Fe₂O₃ (710,8 eV o 710,4 eV) y FeOOH (~ 711,4 eV). El análisis de la banda O1s revela dos bandas a 532,0 eV y 530,0 eV, asignables respectivamente, a hierro o hidróxidos, y óxidos de hierro. Se debe tener en cuenta las posibles presencias de compuestos orgánicos que contienen oxígeno de FLENI que podría haber sido adsorbido sobre la huella de desgaste. Es difícil de detectar estas especies sin conocer su verdadera naturaleza, pero pueden influir en los espectros. Esto puede explicar por qué las relaciones de área de O1s y Fe2p3 / 2 no son consistentes. El flúor no se pudo detectar ya sea en la muestra con 5 % BMP-NTF2 o en la muestra con Choline-NTF2. El análisis

XPS de las muestras lubricados a 100°C revela la presencia de flúor en la muestra tratada con [BMP] [Ntf2] al 5 %, mientras que este elemento podría no ser detectada en las otras muestras La alta energías de flúor son por lo general debido a los bonos de carbono - flúor (por ejemplo 689,1 eV para (CF2) o 688.0 eV en [FAP]), lo que sugiere la presencia de este vínculo, probablemente como NTF2. Además, residuos de hierro – flúor pueden ser descartados por la banda F1s para especies Fe -F parece mucho más bajas energías (684,9 eV para FeF2 o 685,0 para FeF3). El menor desgaste en esta muestra es, por lo tanto consistente con la presencia de flúor en la huella de desgaste, teniendo en cuenta el mismo fenómeno cuando se utilizan otros líquidos iónicos.

Muestra / Orbital	O1s	Fe₂P_{3/2}	F1s	P2p
FLENI	530.0 eV- 20%	710.5 eV- 60%	---	---
	531.6 eV- 80%	711.6 eV- 40%		
FLENI + 5% [BMP][NTf₂]	530.0 eV- 25%	710.3 eV- 80%	---	---
	531.9 eV- 75%	711.4 eV- 20%		
FLENI + 5% [Choline][NTf₂]	530.0 eV- 30%	710.7 eV- 75%	---	---
	532.0 eV- 70%	711.2 eV- 25%		

Tabla 4.6. Tabla de resultados del XPS, para una carga de 60N y una temperatura de 40°C, con lubricante mineral.

La situación parece volvió cuando la temperatura se eleva a 100 ° C, en el aceite sintético FLENDER. Las muestras lubricados con lubricante FLENDER sintético ordenan una sola banda el Fe2p3 con el máximo a 711,1 eV, Fe2O3, la mezcla con 5 % en peso de Choline-Ntf2 tiene dos picos diferentes

en 710,3 eV (área 59%) y 712,0 eV (área 41%). Aunque el primero de ellos podría ser asignado a Fe₃O₄, el segundo no presenta un elemento claro a asignar. Por lo tanto, es más probable para asignar esta banda a la presencia de nuevo de hierro oxi-hidróxidos, descritos en 711,8. La muestra lubricado con un 5% en peso de [BMP] [Ntf₂] a 100 ° C, se puede equipar con dos curvas centradas a 710,6 eV (84 %) y 713,3 eV (16 %). Donde aparece una presencia de Fe₃O₄ (710,3 o 710,6 eV). Sin embargo, un pico a 713,3 eV sugiere la presencia de FePO₄. Esta presencia de FePO₄ también parece estar en consonancia con las mejores propiedades tribológicas de BMP-Ntf₂ en comparación con Choline-Ntf₂ o FLENDER puro. Todas las energías de unión se resumen en la Tabla 4.7.

Muestra / Orbital	Fe2p3/2	Elemento	P2p
FLENDER	711.1 eV-100%	Fe ₂ O ₃	---
FLENDER + 5% [BMP][NTf₂]	710.3 eV- 59% 712.0 eV- 41%	Fe ₃ O ₄ Hidróxido	---
FLENDER + 5% [Choline][NTf₂]	710.6 eV- 84% 713.3 eV- 16%	Fe ₃ O ₄ FePO ₄	---

Tabla 4.7. Tabla de resultados del XPS, para una carga de 60N y una temperatura de 100°C, con lubricante sintético.

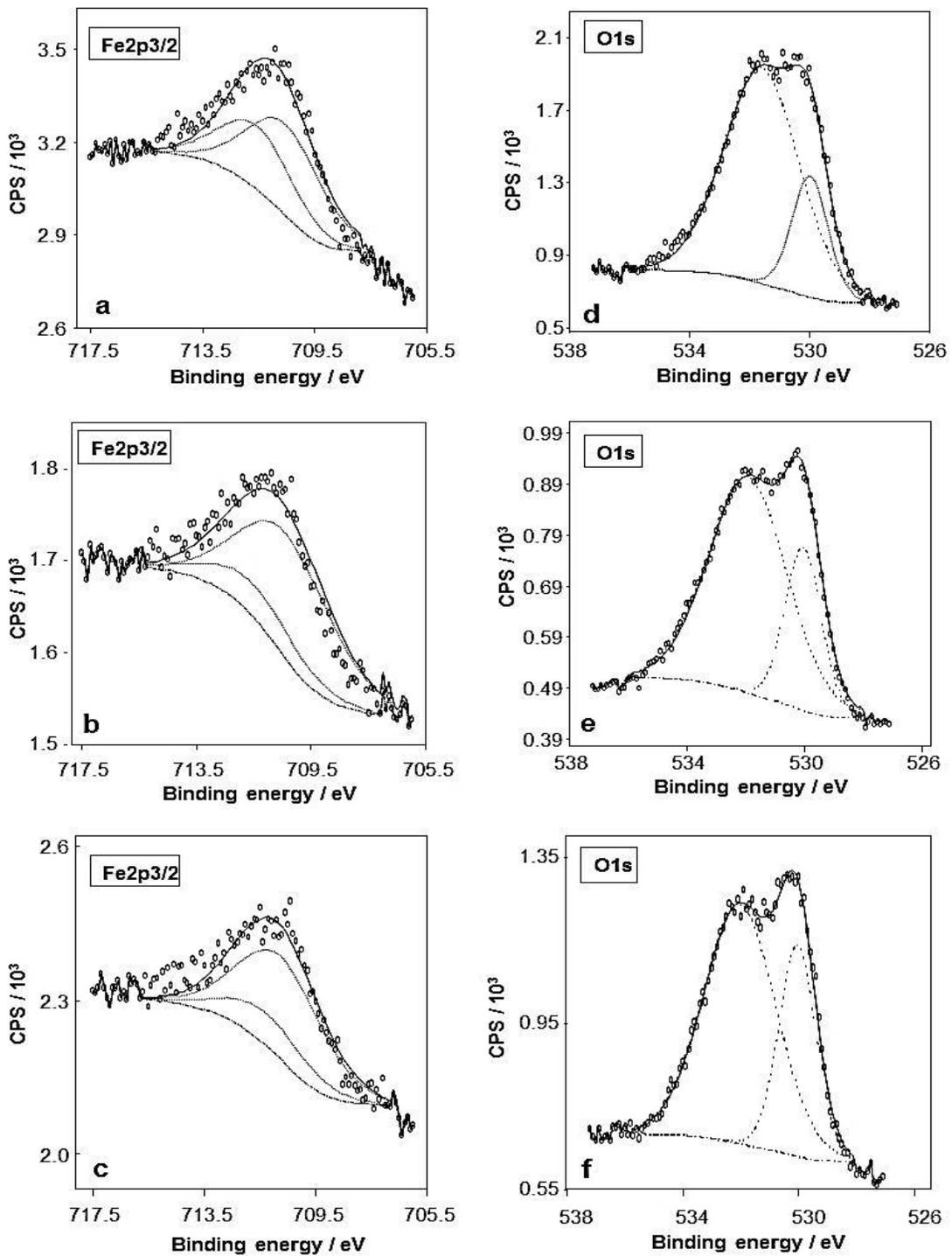


Figura. 4.26. Espectros del análisis del XPS dentro de la huella de desgaste para una carga de 60N y una temperatura de 40°C.

4.5 Ensayos de desgaste para una carga de 100N y una temperatura de 40°C.

Igualmente a los ensayos realizados anteriormente y siguiendo la misma línea, ahora con la aplicación de una carga mayor a una temperatura controlada de ensayo, buscando esas condiciones cada vez más cercanas a las críticas de trabajo y evaluando el comportamiento tribológico del par tribológico con los lubricantes de trabajo, se observó un comportamiento del coeficiente de fricción, similar a los anteriores ensayos (Fig. 4.27). Empezando por el aceite lubricante FLENI puro, el cual tiene el peor desempeño con respecto al aceite base FLENDER puro, aunque a medida que se aditivó con los distintos líquidos iónicos este presentó mejoras importantes, observando que para un 5% con el líquido iónico Choline-Ntf2, en los dos aceites tanto en el mineral como en el sintético presenta el mejor desempeño. Destacando nuevamente el aceite sintético FLENDER el cual presentó buenas características en disminución del coeficiente de fricción y al momento de aditivar mejora aún más esas propiedades. En la tabla 4.8, se resumen la realización de los ensayos tribológicos para la carga de 100N a una temperatura controlada de 40°C, donde se pudo observar detalladamente las mejoras de cada aditivación con respecto al aceite lubricante base en el que fue incluido.

Es importante destacar que todos estos resultados se obtienen de la realización de varias repeticiones y obteniendo el promedio entre estas se proceden a sacar las respectivas conclusiones. En la tabla se observa el porcentaje hasta de un 25% de mejora en fricción al momento de aditivar con 5% choline-Ntf2 al aceite base FLENI, y de un 15% de mejora al aditivarlo con 5%BMP-Ntf2. En cuanto al aceite base FLENDER presenta mejoras para todas las condiciones pero mucho más cercanas siendo igualmente la

aditivación al 5%Choline-Ntf2 la mejor con un 7% de mejora con respecto al aceite base puro.

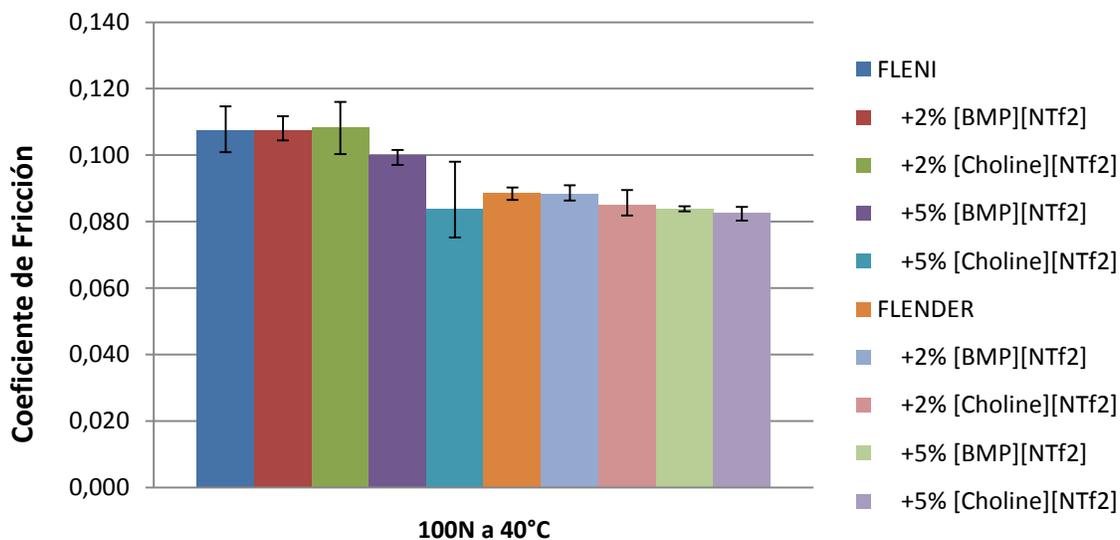


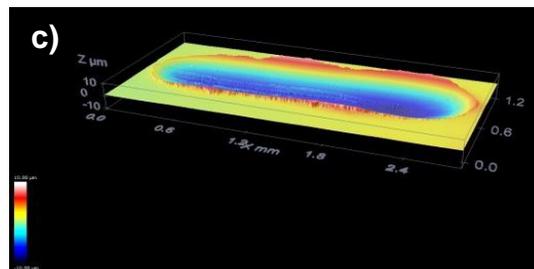
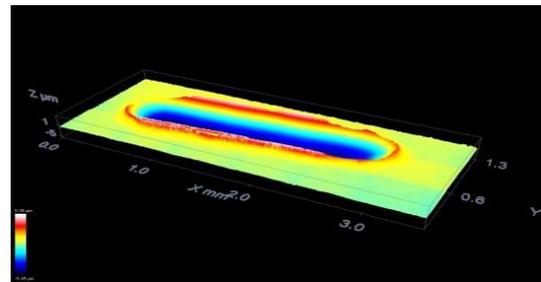
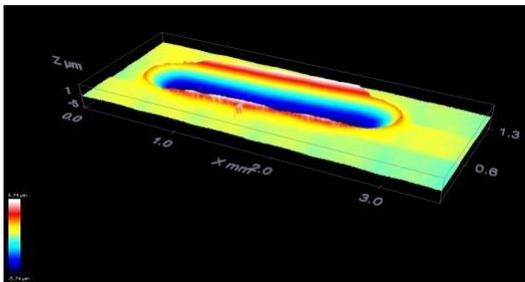
Figura 4.27. Coeficiente de Fricción para todos los ensayos realizados a una carga de 100N y una temperatura de 40°C.

Tabla 4.8. Resultados de fricción para los ensayos realizados a una carga de 100N y una temperatura de 40°C.

100N/40°C	FLENI	FLENI+2% [BMP][NTf2]	FLENI+2% [Choline][NTf2]	FLENI+5% [BMP][NTf2]	FLENI+5% [Choline][NTf2]
R1	0,1239	0,112	0,116	0,102	0,098
R2	0,1158	0,104	0,109	0,101	0,078
R3	0,1101	0,106	0,100	0,097	0,075
Promedio	0,1166	0,107	0,108	0,100	0,084
Desv. Std.	0,0069	0,004	0,008	0,003	0,012
Error (%)	5,95	3,57	7,25	2,53	14,71
Máx	0,124	0,112	0,116	0,102	0,098
Mín	0,110	0,104	0,100	0,097	0,075
Dif+	0,007	0,004	0,008	0,002	0,014
Dif-	0,006	0,003	0,008	0,003	0,009
Mejora [%]	-	7,92	7,12	14,25	28,01
	FLENDER	FLENDER+2% [BMP][NTf2]	FLENDER+2% [Choline][NTf2]	FLENDER+5% [BMP][NTf2]	FLENDER+5% [Choline][NTf2]
R1	0,089	0,091	0,090	0,083	0,084

R2	0,087	0,088	0,082	0,085	0,080
R3	0,090	0,086	0,084	0,083	0,083
Promedio	0,089	0,088	0,085	0,084	0,083
Desv. Std.	0,002	0,002	0,004	0,001	0,002
Error (%)	2,15	2,65	4,73	0,97	2,61
Máx	0,090	0,091	0,090	0,085	0,084
Mín	0,087	0,086	0,082	0,083	0,080
Dif+	0,002	0,002	0,005	0,001	0,002
Dif-	0,002	0,002	0,003	0,001	0,002
Mejora [%]	-	0,25	4,12	5,60	6,77

A continuación (Figuras 4.28 y 4.29), se pudo observar las huellas obtenidas por microscopia confocal de 3D, en esta parte y como ya sucedió en los apartados anteriores se observa de mejor manera las diferencias con los diferentes porcentajes de aditivación y las mezclas hechas, como ya se ha venido diciendo siempre comparando los resultados con respecto al aceite lubricante base utilizado para la realización del ensayo.



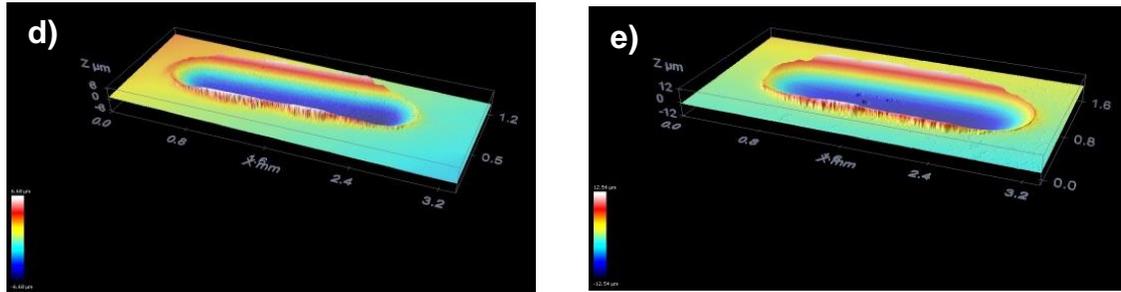


Figura 4.28. *Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 100 N a 40°C, lubricado con: a) FLENI + 2%BMP-Ntf2, b) FLENI + 2%Choline-Ntf2, c) FLENI (puro), d) FLENI + 5% BMP-Ntf2, e) FLENI + 5% Choline-Ntf2.*

A continuación (Figura 4.30) se muestra el volumen desgastado medido para las muestras ensayadas a una carga de 100N y una temperatura de 40°C, siempre manteniendo los mismos mecanismos de lubricación con el mismo tipo de material (AISI 52100) en el par tribológico. En este el comportamiento en cuanto a desgaste de ambos aceites fue en un orden similar aunque se obtuvo buenos resultados en la disminución del desgaste al momento de aditivar con líquidos iónicos, en estos casos la aditivación al 5%BMP-Ntf2 se mostró los mejores comportamiento tribológicos, en comparación al líquido iónico Choline-Ntf2, demostrando su mejor comportamiento en fricción, pero un menor rendimiento para disminuir el desgaste.

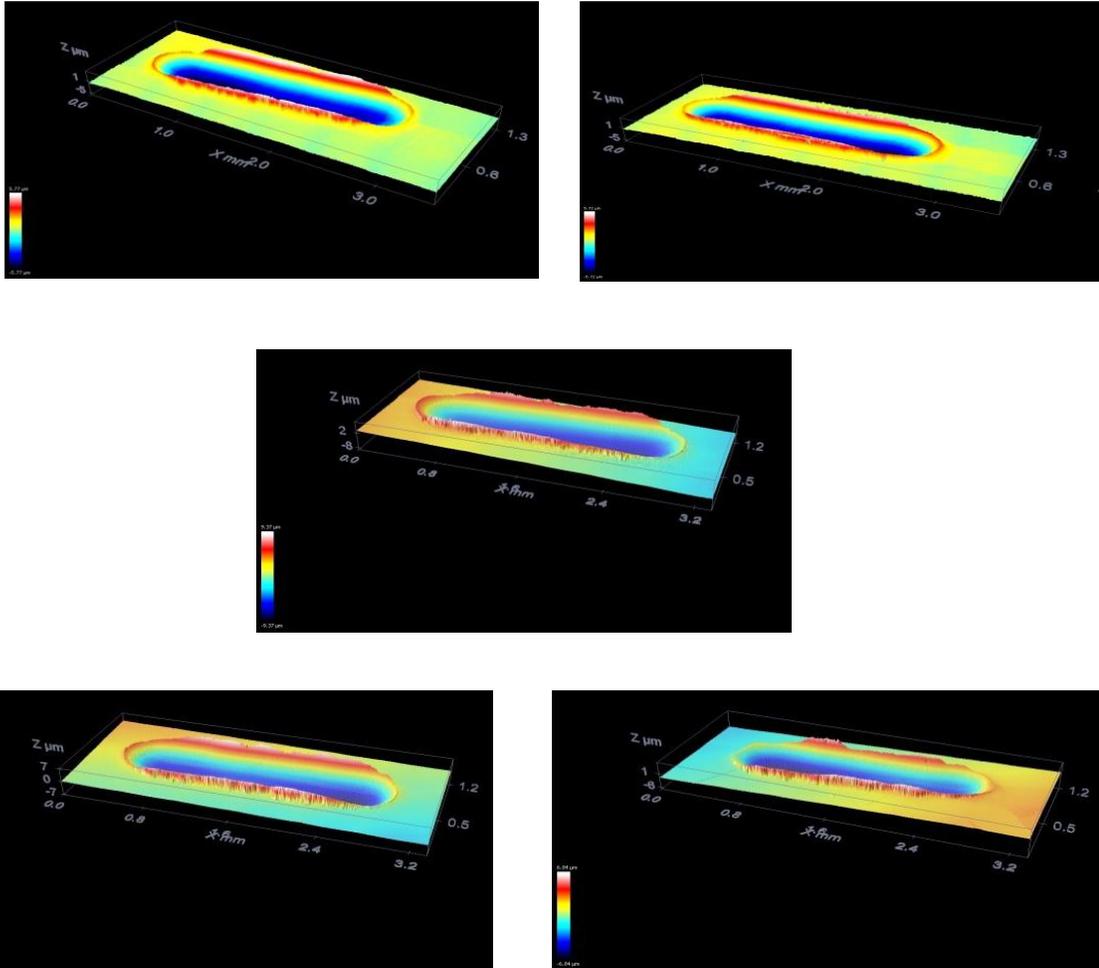


Figura 4.29. Perfiles de desgaste en 3D para la carga de 100 N a 40°C, lubricado con: a) FLENDER + 2%BMP-Ntf2, b) FLENDER + 2%Choline-Ntf2, c) FLENDER (puro), d) FLENDER + 5% BMP-Ntf2, e) FLENDER + 5% Choline-Ntf2.

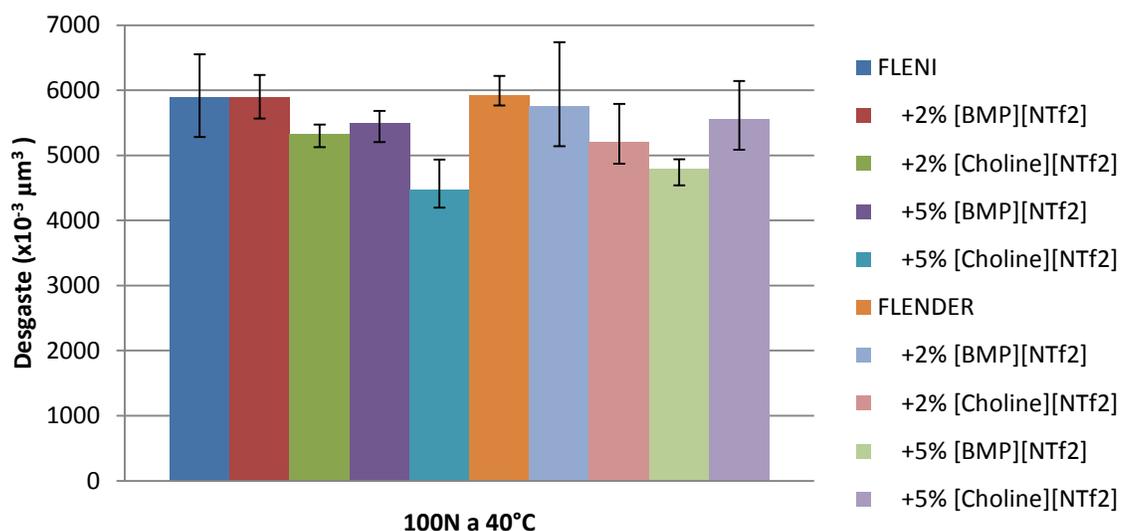


Figura 4.30. Volumen de desgaste para los lubricantes ensayados a una carga de 100N y una temperatura de 40 ° C.

En la tabla 4.9, se detalló los ensayos realizados con su respectivo promedio, desviación estándar y rangos de mejoras con respecto al aceite base al que fueron introducidos los líquidos iónicos como aditivos lubricantes, para el ensayo del volumen desgastado. La mezcla que contiene aceite base FLENI+5%Choline-Ntf2 obtuvo los mejores resultados en disminución del desgaste aproximadamente un 24% menos que el aceite base ensayado. En cambio para los ensayos hechos con el aceite sintético y la mezcla FLENDER+5%BMP-Ntf2, obtuvo el mejor porcentaje de mejora con respecto al aceite puro, aproximadamente un 19%.

Una conclusión importante en cuanto a los resultados obtenidos es que no sólo un líquido iónico presentó mejor comportamiento en fricción y desgaste, ambos aditivos utilizados en los aceites base tanto en los minerales como en los sintéticos obtuvieron mejoras significativas en la búsqueda de disminuir la

fricción y el desgaste, variando las características debido a los parámetros de ensayos utilizados, recordando que tanto el FLENI como el FLENDER son fluidos lubricantes sumamente aceptados en el mercado de la lubricación donde sus propiedades para disminuir el desgaste y la fricción son importantes. En algunos casos al trabajar estos lubricantes con los parámetros de ensayos estos reaccionan o se dan las circunstancias adecuadas para que estos juntos con sus características ya incluidas entren en función. Por lo que para en algunos ensayos la aditivación con el menor porcentaje y mayormente en los resultados del coeficiente de fricción presentaron gran similitud en comparación con los resultados del aceite base, y pequeñas mejoras en la disminución del desgaste.

Tabla 4.9. Resultados de volumen de desgaste en los ensayos realizados a una carga de 100N y una temperatura de 40°C.

100N/40°C	FLENI	FLENI+2% [BMP][NTf2]	FLENI+2% [Choline][NTf2]	FLENI+5% [BMP][NTf2]	FLENI+5% [Choline][NTf2]
R1(μm^3)	5.813.095	5.882.663	5.471.339	5.682.647	4.934.534
R2(μm^3)	6.551.787	6.237.092	5.385.148	5.585.372	4.197.933
R3(μm^3)	5.283.237	5.565.990	5.125.351	5.204.525	4.267.862
Promedio(μm^3)	5.882.706	5895248	5.327.279	5.490.848	4.466.776
Desv. Std.	637.133	335.728	180.107	252.688	406.596
Error (%)	10,83	5,69	3,38	4,60	9,10
Máx(μm^3)	6.551.787	6.237.092	5.471.339	5.682.647	4.934.534
Mín(μm^3)	5.283.237	5.565.990	5.125.351	5.204.525	4.197.933
Dif+	669.081	341.844	144.060	191.799	467.758
Dif-	599.469	329.258	201.928	286.323	268.843
Mejora [%]	-	-0,21	9,44	6,66	24,07
	FLENDER	FLENDER+2% [BMP][NTf2]	FLENDER+2% [Choline][NTf2]	FLENDER+5% [BMP][NTf2]	FLENDER+5% [Choline][NTf2]
R1(μm^3)	5.764.353	5.140.035	4.872.724	4.887.945	5.085.324
R2(μm^3)	6.220.752	6.738.565	4.965.769	4.539.975	5.423.902
R3(μm^3)	5.780.276	5.365.906	5.792.470	4.938.431	6.143.803
Promedio(μm^3)	5.921.794	5.748.169	5.210.321	4.788.784	5.551.010
Desv. Std.	259.028	865.112	506.298	216.948	540.566

Error (%)	4,37	15,05	9,72	4,53	9,74
Máx(μm^3)	6.220.752	6.738.565	5.792.470	4.938.431	6.143.803
Mín(μm^3)	5.764.353	5.140.035	4.872.724	4.539.975	5.085.324
Dif+	298.958	990.396	582.149	149.647	592.793
Dif-	157.441	608.134	337.597	248.809	465.686
Mejora [%]	-	2,93	12,01	19,13	6,26

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- Entre los líquidos iónicos ensayados, el mejor comportamiento en comportamiento de fricción se obtuvo con los líquidos de anión Imida (Choline-Ntf2; BMP-Ntf2), los cuales fueron los seleccionados para aditivar en los aceites base.
- Los resultados para el ensayo tribológico presentaron al aceite base FLENI puro como el que posee mejor comportamiento en cuanto a propiedades antidesgaste, pero al contrario los ensayos realizados para el aceite base FLENDER presentan mejores propiedades en los resultados de coeficiente de fricción y un mayor desgaste.
- Las mejoras en cuanto a disminución del coeficiente de fricción fueron considerables al momento de aditivar con ambos líquidos iónicos al aceite lubricante FLENI de tipo mineral, donde se logró para los distintos parámetros de ensayo entre 10-12% en reducción del coeficiente de fricción con respecto al aceite base, además de ser la mezcla con BMP-Ntf2 el lubricante con mejor desempeño en cuanto a disminución del coeficiente de fricción
- Contrario ocurre al momento de aditivar con ambos líquidos iónicos el aceite lubricante FLENDER de tipo sintético, el cual siempre mantuvo valores similares a los ensayos obtenidos en el lubricante en su estado puro.

- Debido a la diferencia de polaridades entre los aceite base y los líquidos iónicos, y realizado en análisis de estabilidad pertinentes se pueden garantizar estables y/o homogéneas para la duración de los ensayos tribológicos (1 hora) a temperatura ambiente.
- Los resultados obtenidos en el ensayo de desgaste para la carga de 60N a las dos temperaturas estudiadas proporcionan mejoras importantes en la disminución del desgaste, en algunos casos se logra hasta un 35% de mejora en la aditivación del aceite FLENDER de origen sintético, siendo el líquido iónico BMP-Ntf2 el mejor aditivo para aumentar las capacidades antidesgaste de los aceites lubricantes,
- No se observó mayor disminución del coeficiente de fricción y el desgaste con los distintos parámetros ensayados, al momento de aumentar el porcentaje de aditivación con líquidos iónicos en los aceites base,

RECOMENDACIONES

Los resultados presentados en este Trabajo Especial de Grado dejan abiertas posibles líneas futuras de investigación que puedan permitir caracterizar de forma más completa líquidos iónicos noveles, así como implementar los estudios realizados a aplicaciones prácticas. Algunas de las posibles líneas futuras de investigación y recomendaciones a seguir son:

- Realización de ensayos tribológicos para líquidos iónicos puros en una configuración “Cuatro Bolas” que produzca un mayor desgaste, con lo cual se puedan obtener mejores comparaciones entre los ensayos de líquidos iónicos puros.
- Sintetizar nuevos líquidos iónicos con las características y propiedades que sean de interés para una aplicación concreta, que sean de igual interés industrial, teniendo en cuenta criterios como la toxicidad, biodegradabilidad y costos de inclusión.
- Seguir realizando pruebas con diferentes niveles de carga normal, y en conjunto con la utilización del sensor de la conductividad eléctrica del tribómetro se pueda medir el espesor de película de lubricante entre el par tribológico a lo largo del ensayo de desgaste.
- Valorar la sustitución parcial o total de aditivos tradicionales en la formulación de lubricantes para el uso de líquidos iónicos.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Amann, T.Dold, C. Kailer, A. (2013). *Complex fluids in tribology to reduce friction: Mesogenic fluids, ionic liquids and ionic liquid crystals*. Tribology International. Vol. 65, 3–12.
- Andersson, S., Söderberg, A., Björklund, S. (2007). *Friction Models for Sliding Dry, Boundary and Mixed Lubricated Contacts*. Tribology International. Vol. 40, 580-587.
- Battez, A. H., González, R., Viesca, J. L., Blanco, D., Asedegbega, E., Osorio, A. (2009) *Tribological behavior of two imidazolium ionic liquids as lubricant additives for steel/steel contacts*. Wear. Vol. 266, 1224-1228.
- Blanco, D. (2011) *Utilización combinada de recubrimientos y líquidos iónicos en pares tribológicos industriales*. TEG. Universidad de Oviedo, Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación.
- Blau, P. (1992) *Handbook friction, lubrication, and wear technology*, Vol. 18, pág. 100-550.
- Bunshah, R. (2001) *Handbook of Hard Coatings*.
- Cubilla, A. Liccioni, O. (2002) *Estudio de la resistencia al desgaste del Acero AISI 4340, bajo condiciones de deslizamiento sin lubricación*. TEG. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería Mecánica.
- Davis, J.R. (2003) *ASM Handbook of Materials for Medical Devices*. ASM International. Cap. I, pág. 22-26.
- del Castillo, F. (2007) *Tribología: Fricción, lubricación y desgaste*. Lecturas de Ingeniería #2. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería.
- Donald M. (1998) *ASM Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. Noyes publications.

- E.J. Carrasquero, J. Lesage, E.S. Puchi-Cabrera, M.H. Staia. (2008) *Fretting wear of HVOF Ni–Cr based alloy deposited on SAE 1045 steel*. Surface & Coatings Technology. Vol. 202, 4544–4551.
- Feng, Z. Yongmin, L. Weimin, L. (2009) *Ionic liquid lubricants: designed chemistry for engineering applications*. Chemical Society Reviews. Vol. 38, 2590–2599.
- Feng, X. Xia, Y. (2012) *Tribological properties of Ti-doped DLC coatings under ionic liquids lubricated conditions*. Applied Surface Science. Vol. 258, 2433– 2438.
- Fernandes, C. Martins, R. Seabra, J. (2013) *Friction torque of cylindrical roller thrust bearings lubricated with wind turbine gear oils*. Tribology International. Vol. 59. 121–128.
- Glaser W. (1992) *Materials for Tribology*. Tribology Series Vol 20. Elsevier.
- Hsu, S.M. (2004) *Molecular Basis of Lubrication*. Tribology International. Vol. 37, 553-559.
- Hutchings, I. (2003) *Friction, Lubrication and Wear of Artificial Joints*. Wiley-Interscience.
- Jiménez, A. Bermúdez, M. Sanes, J. Carrión, F. (2009) *Ionic Liquids as Advanced Lubricant Fluids*. Molecules. Vol. 14, 2888-2908.
- Jiménez, A. Bermúdez, M. (2009) *Ionic liquids as lubricants of titanium-steel contact*. Tribology Letters. Vol.33 (2), 111-126.
- Jiménez, A. E., Bermudez, M. D. (2008) *Imidazolium ionic liquids as additives of the synthetic ester propylene glycol dioleate in aluminium–steel lubrication*. Wear. Vol. 265. 787–798.
- Kamimura, H., Kubo, T., Minami, I., Mori, S. (2007) *Effect and mechanism of additives for ionic liquids as new lubricants*. Tribology International. Vol. 40. 620–625.
- Li, D. Cai, M. Feng, D. Zhou, F. Liu, W. (2011) *Excellent lubrication performance and superior corrosion resistance of vinyl functionalized ionic liquid lubricants at elevated temperature*. Tribology International. Vol. 44, 1111–1117.

- Martinez, F. (2002) *LA TRIBOLOGÍA, ciencia y técnica para el mantenimiento*. Editorial Limusa.
- Minami, I. (2009) *Ionic Liquids in Tribology*. Molecules. Vol. 14, 2286-2305.
- Miquilarena T. (2012) *Caracterización tribológica de un Recubrimiento Nanoestructurado de Carbono Tipo Diamante (DLC) Obtenido mediante la Técnica de Deposición Física en Fase Vapor*. TEG. Universidad Central de Venezuela. Facultad de Ingeniería Metalurgia.
- Mordukhovich, G. Qu, J. Howe, J. Bairs S. Yud, B. Luo, H. Smolenski, D. Blau, P. Bunting, B. Dai, S. (2013) *A low-viscosity ionic liquid demonstrating superior lubricating performance from mixed to boundary lubrication*. Wear. Vol. 301, 740–746.
- Nieto de Castro, C. (2010) *Thermophysical properties of ionic liquids: Do we know how to measure them accurately?* Journal of Molecular Liquids. Vol. 156, 10–17.
- Palacio, M. Bhushan, B. (2010) *A Review of Ionic Liquids for Green Molecular Lubrication in Nanotechnology*. TribolLett. Vol. 40, 247–268.
- Pisarova , L. Gabler, C. Dorr, N.Pittenauer, E. Allmaier, G. (2012) *Thermo oxidative stability and corrosion properties of ammonium based ionic liquids*. Tribology International. Vol 46, 73–83.
- Predel, T. Pohrer, B. Schlucker, E. (2011) *Ionic Liquids as Alternative Lubricants for Special Applications*. Chem. Eng. Technol. Vol. 33, No. 1, 132–136.
- Somers, A. Howlett, P. Sun, J. MacFarlane, D. Forsyth, M. (2010) *Transition in Wear Performance for Ionic Liquid Lubricants under Increasing Load*. TribolLett. Vol. 40, 279–284.
- Sowmiah,S. Srinivasadesikan V. Tseng, M. Chu, Y. (2009) *On the Chemical Stabilities of Ionic Liquids*. Molecules. Vol. 14, 3780-3813.

- Stolt, S. Steudte, S. Areitioaurtena, O. Pagano, F. Thöming, J. Stepnowski, P. Igartua, A. (2012) *Ionic liquids as lubricants or lubrication additives: An ecotoxicity and biodegradability assessment*. Chemosphere. Vol. 89, 1135–1141.
- Terence F. Quinn. (2005) *Physical analysis for tribology*. Cambridge University Press.
- Viesca, J.L. (2007) *Reología, Mojabilidad y Tribología de Mezclas Nanopartículas -Lubricantes Polialfaolefínicos*. Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo.
- Wang, Z. Xia, Y. Liu, Z. Wen, Z. (2012) *Conductive Lubricating Grease Synthesized Using the Ionic Liquid*. TribolLett. Vol. 46, 33–42.
- Xia, Y., Wang, L., Liu, X., Quiao, Y. (2008) *A Comparative Study on the Tribological Behavior of Nanocrystalline Nickel and Coarse-grained Nickel Coatings under Ionic Liquid Lubrication*. Tribology Letters Vol. 30, 151-157.
- Xia, Y., Wang, L., Liu, X., Quiao, Y. (2008) *Tribological properties of Phosphor Bronze and Nanocrystalline Nickel Coatings under PAO + MoDTC and Ionic Liquid Lubricated Condition*. Tribology Letters Vol. 3. 149-158.
- Xia, Y., Wang, S., Zhou, F., Wang, H., Lin, Y., Xu, T. (2006) *Tribological properties of plasma nitrated stainless steel against SAE52100 steel under ionic liquid lubrication condition*. Tribology International Vol. 139. 635-640.
- Xie, G. Liu, S. Guo, D. Wang, Q. Luo, J. (2009) *Investigation of the running-in process and friction coefficient under the lubrication of ionic liquid/water mixture*. Applied Surface Science. Vol. 255, 6408–6414.
- Yao, M. Liang, Y. Xia, Y. Zhou, F. (2009) *Bisimidazolium Ionic Liquids as the High-Performance Antiwear Additives in Poly(ethylene glycol) for Steel-Steel Contacts*. Applied Materials and Interfaces Vol. 1, No. 2, 467-471.

- Yao, M., Fan, M., Liang, Y., Zhou, F., Xia, Y. (2010) *Imidazoliumhexafluorophosphate ionic liquids as high temperature lubricants for steel-steel contacts*. *Wear* Vol. 268. 67-71.
- Zhang, C. H. (2005) *Research on Thin Film Lubrication: State of the Art*. *Tribology International*. Vol. 38. 443-448.

REFERENCIAS ELECTRONICAS

- Líquidos Iónicos Proveedor IOLITEC. Disponible: <http://www.iolitec.de/en/> (Consultada Noviembre 2013).
- Líquidos Iónicos Proveedor MERCK. Disponible: <http://www.merck.es> (Consultada Noviembre 2013).
- Normas ASTM D4172, ensayos de lubricación. Disponible: <http://www.astm.org/Standards/D4172.ht>. [Consultada: 2013, Septiembre].
- PCS Instruments. Proveedor de las probetas de ensayo Ball-on-plate. Disponible: <http://pcs-instruments.com/hfrr/specimens/hfrr-specimens.shtml>. [Consultada: 2013, Noviembre].
- Repsol Lubricantes. Proveedor de los Aceite Base. Disponible: http://www.repsol.com/es_es/productos-servicios/especialidades/productos/Aceites-proceso/productos/default.asp. [Consultada: 2013, Noviembre].
- WearcheckIberica, métodos de ensayo para tribología. Disponible: <http://lubrication-management.com/sobre-nosotros/que-es-wearcheck-iberica/> [Consultada: Septiembre, 2013].