

Universidad
Politécnica
de Cartagena



industriales

etsii UPCT

TRIBOLOGÍA DE CONTACTOS COBRE-COBRE. ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL MÉTODO DE PREPARACIÓN DEL MATERIAL Y DEL LUBRICANTE

Titulación: Ingeniería Industrial.
Alumno/a: Carmen Palazón Carrión.
Director/a/s: M^a Dolores Bermúdez
Olivares y Tulia Espinosa
Rodríguez.

Cartagena, 10 de Junio de 2013



AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi agradecimiento a todas aquellas personas que han hecho posible la realización de este proyecto:

Al Dr. José Sanés Molina por su atención hacia mí y por haberme buscado una línea de investigación en el departamento que hiciera posible la realización de mi proyecto.

A la Dra. M^a Dolores Bermúdez Olivares, Directora del Departamento y tutora de este proyecto, porque me ha guiado y orientado en las diferentes líneas de investigación del mismo, así como también me ha aportado muchísimos conocimientos ayudándome siempre que lo he necesitado. Le expreso mi máxima admiración.

A Tulia Espinosa Rodríguez, codirectora de mi proyecto, que me ha guiado en el uso de los diferentes aparatos utilizados en el laboratorio de tribología, así como en las diferentes técnicas empleadas, haciendo uso de su experiencia para orientarme.

A Fernando Ródenas, técnico del laboratorio de metalurgia, por su atención en cada momento que se ha requerido, atendiéndome en el uso de los diferentes aparatos que allí se ubicaban.

A todos los miembros del Departamento de Ingeniería de Materiales y Fabricación de la Universidad Politécnica de Cartagena, por el ambiente tan agradable que hay, haciéndome sentir cómoda, y por estar dispuestos a atenderme cuando ha sido preciso.

Finalmente, quiero agradecer al Ministerio de Educación, Cultura y Deporte la concesión de Beca de Colaboración para este curso 2012/2013, que me ha permitido pertenecer en esta etapa al Grupo de Investigación de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica de este departamento.





RESUMEN

Este proyecto presenta dos estudios fundamentales, uno de ellos es la caracterización microestructural de dos probetas, que partiendo del mismo material de Cu OFHC, una es elaborada mediante compactación en caliente bajo condiciones de 180°C y 0,4MPa, y la otra en frío a condiciones ambientales. El resultado es una disminución del tamaño medio de grano en el material compactado del 70% que no afecta a la dureza. Los resultados tribológicos de contacto deslizante Cu-Cu, presentan un mejor comportamiento cuando se trata de la probeta elaborada en frío.

El otro estudio realizado es la comparación de tres lubricantes en el mismo contacto deslizante Cu-Cu, dichos lubricantes son: el aceite comercial Polialfaolefina 6 (PAO6), el líquido iónico prótico Adipato de di [bis-(2-hidroxi)etil]amonio] (DAd) y el líquido iónico aprótico Hexafluorofosfato de 1-hexil,3-metilimidazolío (LP-106). El resultado de estos estudios muestra un mejor comportamiento tanto en fricción como en desgaste cuando se emplea DAd y LP-106, obteniéndose para estos últimos un valor de fricción del orden de la mitad inferior a cuando se usa PAO6. La tasa de desgaste producida por cada uno de los líquidos iónicos empleados es prácticamente nula.





INDICE

	Pág.
CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN	
1. INTRODUCCIÓN.....	13
1.1. EL COBRE, GENERALIDADES.....	14
1.2. INTERÉS INDUSTRIAL DEL COBRE.....	15
1.2.1. EL COBRE EN EL MUNDO DE LAS TELECOMUNICACIONES....	15
1.2.1.1. TECNOLOGÍA ADSL/HDSL.....	16
1.2.1.2. SISTEMAS INALÁMBRICOS, FIBRA ÓPTICA, CABLE, ETC.....	16
1.2.2. EL COBRE EN EL TRANSPORTE.....	16
1.2.2.1. AUTOMÓVILES Y CAMIONES.....	16
1.2.2.2. OTROS MEDIOS DE TRANSPORTE.....	17
1.2.2.3. VEHÍCULOS ELÉCTRICOS/HÍBRIDOS.....	17
1.2.3. APLICACIONES ELÉCTRICAS Y ENERGÉTICAS.....	17
1.2.3.1. HILOS Y CABLES.....	18
1.2.3.2. BARRAS COLECTORAS.....	18
1.2.3.3. BOBINADOS DE TRANSFORMADORES Y MOTORES.....	18
1.2.3.4. INTERCAMBIADORES TÉRMICOS.....	18
1.2.3.5. EQUIPOS ELECTRÓNICOS.....	19
1.2.3.6. OTROS USOS DE INGENIERÍA ELÉCTRICA.....	19
1.3. EJEMPLO DE CONTACTO DESLIZANTE Cu-Cu EN LA INDUSTRIA.....	19
1.4. CONCEPTOS EN TRIBOLOGÍA.....	23
1.4.1. FRICCIÓN.....	24
1.4.2. DESGASTE.....	25



1.4.2.1.	DESGASTE POR ADHERENCIA.....	26
1.4.2.2.	DESGASTE POR ABRASIÓN.....	26
1.4.2.3.	DESGASTE POR FATIGA.....	29
1.4.2.4.	DESGASTE POR EROSIÓN.....	30
1.4.2.5.	DESGASTE POR OXIDACIÓN.....	30
1.4.3.	RELACIÓN ENTRE FRICCIÓN Y DESGASTE.....	32
1.5.	CONCEPTOS EN LUBRICACIÓN.....	32
1.5.1.	SISTEMA LUBRICANTE.....	33
1.5.2.	PRINCIPIOS DE LA LUBRICACIÓN.....	33
1.5.3.	REGÍMENES DE LA LUBRICACIÓN EN CONTACTOS DESLIZANTES.....	34
1.5.4.	ACEITES LUBRICANTES.....	36
1.5.4.1.	ACEITE MINERAL.....	37
1.5.4.2.	ACEITE SINTÉTICO.....	38
1.5.4.3.	ADITIVOS.....	40
1.6.	LIQUIDOS IÓNICOS.....	41
1.6.1.	DEFINICIÓN.....	41
1.6.2.	COMPOSICIÓN.....	42
1.6.3.	PROPIEDADES DE LOS LÍQUIDOS IÓNICOS.....	44
1.6.4.	LÍQUIDOS IÓNICOS PRÓTICOS FRENTE APRÓTICOS.....	51
1.7.	EFFECTOS DE LA PRESIÓN Y TEMPERATURA EN LA ESTRUCTURA CRISTALINA DEL COBRE DE ALTA PUREZA.....	52
1.7.1.	EFFECTOS DE LA TEMPERATURA EN LA ESTRUCTURA CRISTALINA DEL COBRE.....	53
1.7.2.	EFFECTOS DE LA PRESIÓN EN LA ESTRUCTURA CRISTALINA DEL COBRE.....	55
1.8.	OBJETIVOS DE ESTE PROYECTO.....	57



CAPÍTULO 2: MATERIALES Y MÉTODOS EXPERIMENTALES

2. MATERIALES, EQUIPOS Y MÉTODOS EXPERIMENTALES.....	61
2.1. MATERIALES.....	61
2.1.1. COBRE DE ALTA CONDUCTIVIDAD LIBRE DE OXÍGENO.....	61
2.1.2. LUBRICANTES.....	62
2.1.2.1. LUBRICANTE COMERCIAL.....	62
2.1.2.1.1. ACEITE LUBRICANTE SINTÉTICO POLIALFAOLEFINA.....	62
2.1.2.1.1.1. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE PAO PURO.....	63
2.1.2.1.1.2. ESPECTRO INFRARROJO DE PAO PURO.....	64
2.1.2.2. LÍQUIDOS IÓNICOS.....	65
2.1.2.2.1. ELECCIÓN DE LOS LI UTILIZADOS EN ESTE PROYECTO.....	65
2.1.2.2.2. LÍQUIDO IÓNICO DAd.....	66
2.1.2.2.2.1. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE DAd.....	67
2.1.2.2.2.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS PARA DAd.....	68
2.1.2.2.3. LÍQUIDO IÓNICO LP-106.....	69
2.1.2.2.3.1. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE LP-106.....	70
2.1.2.2.3.2. ESPECTRO DE INFRARROJOS DE LP-106.....	71
2.2. MÉTODOS EXPERIMENTALES.....	72
2.2.1 ELABORACIÓN DE PROBETAS: EQUIPOS Y MÉTODOS.....	72
2.2.1.1. PREPARATORIA DE PROBETAS.....	72
2.2.1.2. PULIDO DE PROBETAS.....	75
2.2.2. COMPARATIVA DE DOS MÉTODOS DE PREPARACIÓN DE PROBETAS: PROBETA ELABORADA EN FRÍO Y PROBETA ELABORADA POR COMPACTACIÓN EN CALIENTE.....	80
2.2.2.1. PREPARACIÓN DE LA PROBETA PARA VER SU ESTRUCTURA.....	81
2.2.2.2. EQUIPO UTILIZADO PARA LA TOMA DE IMÁGENES DE MICROESTRUCTURAS.....	82



2.2.2.3. EQUIPO UTILIZADO PARA LA MEDIDA DE DUREZAS.....	83
2.2.2.4. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS: EQUIPOS Y TRATADO DE RESULTADOS.....	84
2.2.2.4.1. ELABORACIÓN DE PUNZONES: EQUIPOS Y MÉTODO.....	86
2.2.2.4.2. ENSAYOS EN SECO.....	87
2.2.2.4.3 ENSAYOS CON LUBRICANTE.....	90
2.2.2.4.3.1. METODOLOGÍA.....	90
2.2.3. CÁLCULO DE LA TASA DE DESGASTE MEDIANTE EL MÉTODO DE AGUJERO-PICO.....	95
2.2.4. CÁLCULO DE LA TASA DE DESGASTE MEDIANTE EL MÉTODO DADO POR LA NORMA ASTM-G99.....	98

CAPÍTULO 3: DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	103
3.1. COMPARATIVA DE PROBETAS SEGÚN MODO DE PREPARACIÓN.....	103
3.1.1. COMPARATIVA DE DUREZAS.....	103
3.1.2. IMÁGENES DE LA MICROESTRUCTURA.....	106
3.1.2.1. TAMAÑO DE GRANO MEDIO.....	111
3.1.3. ENSAYOS EN SECO.....	111
3.1.3.1. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS DE CONTACTO Cu-Cu EN SECO PARA AMBOS TIPOS DE PROBETAS.....	112
3.1.4. ENSAYOS CON LUBRICANTE PAO PARA AMBOS TIPOS DE PROBETAS.....	113
3.1.4.1. PREPARACIÓN DE PROBETAS Y PUNZONES EN ENSAYOS PAO6C.....	114
3.1.4.2. PREPARACIÓN DE PROBETAS Y PUNZONES EN ENSAYOS PAO6F.....	116
3.1.4.3. COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN LOS ENSAYOS PAO6C.....	117



3.1.4.4.	COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN LOS ENSAYOS PAO6F.....	120
3.1.4.5.	IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO ÓPTICO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS PAO6C.....	125
3.1.4.6.	IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A LOS ENSAYOS PAO6F.....	130
3.1.4.7.	RESULTADOS DE MICROPERFILOMETRÍA PARA ENSAYOS PAO6C.....	135
3.1.4.8.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6C MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.....	141
3.1.4.9.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6C MEDIANTE EL MÉTODO OFRECIDO POR LA NORMA ASTM G-99.....	142
3.1.4.10.	RESULTADOS DE MICROPERFILOMETRÍA PARA ENSAYOS PAO6F.....	143
3.1.4.11.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6F MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.....	145
3.1.4.12.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6F MEDIANTE EL MÉTODO OFRECIDO POR LA NORMA ASTM G-99.....	147
3.1.4.13.	ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X Y MAPA ELEMENTAL DE OXÍGENO EN HUELLAS DE ENSAYOS PAO6C Y ENSAYOS PAO6F...	149
3.1.4.14.	PARTÍCULAS DE DESGASTE EN ENSAYOS PAO6C Y ENSAYOS PAO6F.....	159
3.1.4.15.	DUREZA EN PUNTOS DE LA HUELLA TRAS REALIZAR LOS ENSAYOS PAO6C Y ENSAYOS PAO6F.....	162
3.1.5.	ENSAYOS CON LUBRICANTE DAd PARA AMBOS TIPOS DE PROBETAS.....	162
3.1.5.1.	COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN ENSAYOS DAdC.....	163
3.1.5.2.	COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN ENSAYOS DAdF.....	164
3.1.5.3.	IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS DAdC.....	165
3.1.5.4.	IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS DAdF.....	167



3.1.5.5.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdC MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.....	168
3.1.5.6.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdC MEDIANTE EL MÉTODO DE LA NORMA ASTM G-99.....	169
3.1.5.7.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdF MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.....	169
3.1.5.8.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdF MEDIANTE EL MÉTODO DE LA NORMA ASTM G-99.....	169
3.1.5.9.	ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X Y MAPA ELEMENTAL DE OXÍGENO EN HUELLAS DE ENSAYOS DAdC Y DAdF.....	170
3.1.6.	RESINA BASE DE LAS PROBETAS.....	177
3.2.	ENSAYOS CON LUBRICANTE LP-106 Y COMPARATIVA DE ENSAYOS SEGÚN LUBRICANTE.....	177
3.2.1.	ENSAYOS CON LUBRICANTE LP-106.....	177
3.2.1.1.	COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN ENSAYOS CON LP-106.....	178
3.2.1.2.	IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS CON LP-106.....	179
3.2.1.3.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS CON LP-106 MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.....	182
3.2.1.4.	DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS CON LP-106 MEDIANTE EL MÉTODO OFRECIDO POR LA NORMA ASTM G-99.....	183
3.2.1.5.	ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X Y MAPA ELEMENTAL DE OXÍGENO EN LA HUELLA DE ENSAYOS CON LP-106.....	184

CAPÍTULO 4: CONCLUSIONES

4.	CONCLUSIONES.....	191
	BIBLIOGRAFÍA.....	193



INTRODUCCIÓN





1. INTRODUCCIÓN

Este proyecto fin de carrera aborda nuevos estudios dentro de una de las líneas de investigación del Grupo de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica del Departamento de Ingeniería de Materiales y Fabricación de la Universidad Politécnica de Cartagena.

Las líneas generales de este proyecto se concentran en el estudio del comportamiento tribológico del contacto cobre-cobre con distintos líquidos iónicos, que serán comparados a su vez con un aceite lubricante comercial. Se utilizarán probetas de cobre, con rugosidades distintas, y de igual modo, lubricantes diferentes.

Pero además, como novedad principal, se estudiará la repercusión del modo de preparación de probetas mediante el método de compactación en caliente, donde se somete al cobre, en una prensa de montaje, a unas condiciones de presión y temperatura distintas de las ambientales. Se realizarán estudios del cobre antes y después de introducirlo en dicha prensa, a modo de observar cambios en la estructura cristalina del mismo. Los ensayos tribológicos, por tanto, se realizarán con dos tipos de probetas, dos microestructuras de cobre diferentes, pretendiéndose, de este modo determinar, qué modo de preparación de probetas de cobre, será el más adecuado para realizar ensayos tribológicos. Tendrán interés por tanto, la realización de ensayos no sólo con lubricación, sino también en seco, a modo de caracterizar únicamente el comportamiento microestructural en una primera instancia.

El objetivo del trabajo de investigación, desarrollado en esta memoria, comprende no sólo la obtención de resultados de ensayos tribológicos, de los cuales se extraerán conclusiones de importancia entre el contacto cobre-cobre, y para dos tipos de microestructuras diferentes, sino que además permite la introducción al método científico de investigación, facilitando el uso y aprendizaje de los distintos aparatos de un laboratorio de tribología. Se utilizan además otros aparatos requeridos en la elaboración de las probetas usadas en cada ensayo, y en definitiva, consiste en un trabajo de dedicación en el laboratorio, que va asociado a unas aptitudes científicas.

Antes de comenzar a exponer la investigación realizada, se dedicarán unos apartados a la necesidad de realizar estos estudios tribológicos, la importancia del cobre en el mundo industrial, los usos que hoy por hoy tiene, y el interés que existe en seguir investigando a este metal tribológicamente. Se definirán conceptos importantes de la tribología que ayudaran a esclarecer los resultados experimentales de cada ensayo.

Se compone esta memoria de cuatro grandes capítulos. El primero concerniente a la introducción, donde se pretende abordar los temas



relacionados con los usos industriales del cobre, metal objeto de estudio; conceptos de fricción, desgaste y lubricación, concernientes a tribología; y por supuesto hablar de los líquidos iónicos y su repercusión e interés cada vez más creciente, razón por la que se estudian en este departamento. Este capítulo recoge además los objetivos de la investigación presente.

En el segundo capítulo, el objetivo es explicar el método científico seguido en cada proceso y toma de datos, así como los aparatos empleados para cada caso. Se exponen los materiales empleados ya sean el material de cobre, como los diferentes lubricante empleados.

El tercer capítulo consiste en mostrar los resultados obtenidos en la investigación, así como toda conclusión asociada a los mismos. Algunos aspectos de la metodología de toma de datos o del proceso seguido se enfocan aquí de nuevo, con el fin de que queden más claros en relación con los resultados que ofrecen.

El cuarto capítulo y último, recoge las conclusiones de toda la investigación, recopilándose a modo de resumen, y que son la consecuencia de todo el trabajo mostrado en los capítulos previos.

1.1. EL COBRE, GENERALIDADES

El cobre en su forma natural se encuentra como sólido (diamagnético). Es un elemento químico de aspecto metálico, rojizo y pertenece al grupo de los metales de transición. Entre las características que tiene el cobre se encuentra el tener punto de ebullición y fusión elevado y ser buen conductor de la electricidad y el calor. Estas características las presentan así mismo, el resto de materiales de transición que se pueden ver en la tabla periódica.

El cobre presenta una gran cantidad de usos como es en tuberías de suministro de agua, refrigeradores, sistemas de aire acondicionado, magnetrones (parte fundamental de los hornos microondas), tubos de vacío de colectores solares (cuyo interior presenta una primera capa de polvo de alta pureza), disipadores de calor de los ordenadores, esta última aplicación es debido a que el cobre es un buen conductor térmico absorbiendo calor del equipo. Se puede ver cobre incluso en algunos fungicidas y suplementos nutricionales.

Como buen conductor de electricidad que es, el cobre se utiliza en el hilo de cobre, electroimanes, relés e interruptores eléctricos.

Se trata de un material muy resistente a la oxidación siendo utilizado para hacer recipientes que contienen agua desde tiempos antiguos.



1.2. INTERÉS INDUSTRIAL DEL COBRE

Como se ha podido apreciar del apartado anterior, el cobre es uno de los recursos naturales más útiles del mundo, encontrándose en una amplia variedad de aplicaciones y en muchas industrias diferentes como son: telecomunicaciones, arquitectura, fontanería, energía renovable, energía convencional, transporte y calefacción.

Se trata de un material caracterizado por su alta conductividad eléctrica y térmica, su ductilidad, resistencia a la corrosión, maleabilidad y versatilidad. Si se alea con otros metales, se pueden adquirir valiosísimas cualidades tales como la dureza, la resistencia a la tracción, y la resistencia a la corrosión. Además, se trata de un material eminentemente reciclable.

Como conductor eléctrico es el segundo después de la plata. En 1831, el cobre se convirtió en un nuevo metal estratégico al ser la materia prima principal de cables e instalaciones eléctricas. En esto último tuvo mucho que ver la invención del generador eléctrico por Faraday en el mismo año.

El cobre es uno de los materiales claves cuando se trata de mejorar el rendimiento energético de un equipo eléctrico. La alta conductividad es una de sus propiedades más importantes y el 60% del cobre que se produce actualmente se utiliza en aplicaciones eléctricas.

Cuando el cobre se alea pierde conductividad eléctrica aunque presenta mejores propiedades mecánicas.

1.2.1. EL COBRE EN EL MUNDO DE LAS TELECOMUNICACIONES

En los últimos 50 años el crecimiento del uso del cobre en esta industria ha sido muy estable, fabricándose cables que abastecieran las múltiples necesidades de una sociedad que estaba en continuo crecimiento y en continua revolución tecnológica: comunicaciones a corta y larga distancia, aparición del fax e internet, aumento de oficinas y viviendas.

Pese a la aparición de la comunicación por satélite, la comunicación inalámbrica, y la reciente aparición de la fibra óptica, el uso del cobre en las telecomunicaciones está lejos de ser obsoleto. Este metal está presente en la mayoría de estas nuevas tecnologías formando parte integrante de los nuevos procedimientos de transmisión de datos HDSL y ADSL (líneas de abonados digitales), y se puede ampliar la capacidad de la transmisión de datos de los cables de cobre bobinados ya existentes hasta la capacidad de la fibra óptica, evitando así gastos derivados del cambio de sistema.



1.2.1.1. TECNOLOGÍA ADSL/HDSL

Estas tecnologías permiten a los pares de cables bobinados transportar señales mayores, con mayor velocidad de transmisión de datos. Se utiliza un hardware especial en ambos extremos de la línea permitiéndose la transmisión de datos a través de los cables de cobre con una velocidad mayor a la estándar del cableado telefónico.

1.2.1.2. SISTEMAS INALÁMBRICOS, FIBRA ÓPTICA, CABLE, ETC

A medida que se modernizan los sistemas de telefonía de voz analógicos 'tradicionales' y se potencian los sistemas digitales, se requieren más cable de cobre y productos de aleaciones en los teléfonos y en las estaciones de base para poder permitir estas comunicaciones inalámbricas.

Incluso en los sistemas de fibra óptica, el cobre sigue siendo ampliamente utilizado en los dispositivos de interconexión.

El mercado de las telecomunicaciones está evolucionando rápidamente. Los nuevos competidores de la transmisión de datos, las compañías de cable, esperan ser capaces de capitalizar el ancho de banda disponible en los cables coaxiales existentes para poder aprovechar una parte de las oportunidades de negocio derivadas de Internet.

1.2.2. EL COBRE EN EL TRANSPORTE

El cobre se utiliza extensamente en los automóviles y camiones, principalmente en sus componentes eléctricos, seguidos de los dispositivos de transferencia térmica, como radiadores y refrigeradores del aceite, y de los rodamientos con funda de bronce. Además, innumerables accesorios, mecanismos de cierre y tornillos están hechos de latón. Y actualmente tiene gran presencia en los vehículos eléctricos e híbridos.

1.2.2.1. AUTOMÓVILES Y CAMIONES

La incorporación de accesorios electrónicos y eléctricos ha elevado a cerca de un kilómetro la longitud del cableado de cobre de un automóvil turismo, mientras que hace cincuenta años la media era de 45 metros.

La tendencia hacia la fabricación de vehículos 'inteligentes' también ha hecho aumentar el consumo de cobre significativamente, siendo este aumento de un 40% aproximadamente, para dispositivos como el sistema de frenado antibloqueo (ABS), alarmas contra robo, ordenadores de navegación, etc.



1.2.2.2. OTROS MEDIOS DE TRANSPORTE

El ferrocarril moderno es un sistema intensivo de cobre. Los trenes de alta velocidad, por ejemplo, utilizan 10 toneladas de cobre por kilómetro de ruta. La locomotora más potente incorpora más de 8 toneladas de cobre, mientras que este metal puede representar cerca del 2% del peso de un avión de pasajeros, incluidos los más de 190 km. de cableado.

El incremento de la sección del conductor equivalente en las rutas de ferrocarril hace ahorrar energía y aumenta la fiabilidad de las infraestructuras existentes.

Las aleaciones de cobre, como el bronce al manganeso o bronce al aluminio-níquel, se utilizan para fabricar propulsores de barcos. Las aplicaciones en la industria naval se basan en aleaciones de cobre y níquel y en bronce al aluminio para la fabricación de tuberías, accesorios y componentes de bombas y de válvulas.

En el apartado [1.3.](#) viene expuesto un ejemplo concreto de aplicación de contactos Cu-Cu, centrado en las catenarias y pantógrafos del mundo del ferrocarril.

1.2.2.3. VEHÍCULOS ELÉCTRICOS/HÍBRIDOS

Los vehículos eléctricos e híbridos han logrado un nuevo nivel de desarrollo. Dado que utilizan un motor eléctrico como fuente de propulsión primaria, los vehículos eléctricos e híbridos tienen un contenido en cobre mayor que los convencionales, que contienen cerca de 25 kg de cobre y sus aleaciones.

1.2.3. APLICACIONES ELÉCTRICAS Y ENERGÉTICAS

Con excepción de los metales preciosos, el cobre es el mejor conductor de electricidad y calor. De este modo, apenas resulta sorprendente que cerca del 60% del uso del cobre sea con este fin.

El cobre se utiliza en las redes de alimentación de alta, media y baja tensión, constituyendo un estándar con el que se comparan otros conductores. La combinación única de fuerza, ductilidad y resistencia a la tracción y a la corrosión hacen que sea el conductor más seguro y el preferido para las instalaciones eléctricas de los edificios. Como componente esencial de motores y transformadores de rendimiento energético, el cobre como conductor se utiliza en numerosas aplicaciones en la industria manufacturera, en todo tipo de transporte y en el entorno doméstico.



1.2.3.1. HILOS Y CABLES

El hilo de cobre es el conductor preferido desde hace mucho tiempo en la mayoría de los cables que se utilizan para el suministro de energía y las telecomunicaciones. Su gran conductividad se combina con la ductilidad, lo que facilita su adaptación a pequeños diámetros. Además, puede soldarse, permitiendo así conexiones más económicas y duraderas. Es compatible con todos los materiales aislantes modernos, aunque su buena resistencia contra la oxidación hace que pueda utilizarse sin necesidad de ningún tipo de protección superficial.

1.2.3.2. BARRAS COLECTORAS

Estas barras son conductores robustos que funcionan como colectores eléctricos para distribuir la energía desde una fuente única a múltiples usuarios. Gracias a su buena conductividad, robustez, ductilidad y resistencia a la oxidación, el cobre es el material más utilizado para la fabricación de estas barras.

1.2.3.3. BOBINADOS DE TRANSFORMADORES Y MOTORES

Para la fabricación de bobinados de transformadores de artículos pequeños se utiliza el cobre en forma de alambre. En los equipos más grandes, el cobre se usa en forma de cintas.

En los productos pequeños, el alambre debe ser lo suficientemente duro para que no se rompa al ser enrollado, pero lo suficientemente flexible para conseguir bobinados lo más próximos posible. La superficie de las cintas debe ser de buena calidad para evitar que los esmaltes aislantes se rompan al ser sometidos a tensión. Para poder formar y enrollar las cintas, es necesario que sean dúctiles; y para que resistan las altas tensiones electromecánicas ocasionadas por los cortocircuitos, deben ser tenaces.

Las propiedades que precisan los bobinados de motores son similares a las de los transformadores, aunque con el requisito añadido de resistir las vibraciones mecánicas y las fuerzas centrífugas a temperatura de trabajo.

1.2.3.4. INTERCAMBIADORES TÉRMICOS

El cobre, gracias a su conductividad térmica combinada con su alta conductividad eléctrica, es ideal para la fabricación de todo tipo de intercambiadores térmicos. Es de fabricación versátil, fácil de unir y tiene una



excelente resistencia a la corrosión. Entre sus aplicaciones típicas se incluyen los radiadores, unidades de refrigeración de aire y unidades de aire acondicionado para el transporte, disipadores térmicos, calentadores de agua y unidades de refrigeración para uso doméstico e industrial.

1.2.3.5. EQUIPOS ELECTRÓNICOS

Aunque este sector es relativamente pequeño en términos de tonelaje, el cobre desempeña un papel vital en una serie de pequeñas aplicaciones de alta tecnología.

El cobre y sus aleaciones se utilizan en paneles de circuito impreso, en conectores electrónicos y conductores soporte. Además, durante mucho tiempo se ha venido utilizando en el área de las telecomunicaciones, y actualmente se utiliza cada vez más en las Tecnologías de la Información, principalmente en la fabricación de microchips y en los dispositivos semiconductores.

Los disipadores térmicos de cobre permiten la dispersión térmica en los microprocesadores de alta frecuencia y en los dispositivos lógicos analógicos.

1.2.3.6. OTROS USOS DE INGENIERÍA ELÉCTRICA

El cobre se utiliza también en la fabricación de conmutadores, electrodos de soldadura, contactos, resortes de contacto, tubos de vacío y otros dispositivos electrónicos.

1.3. EJEMPLO DE CONTACTO DESLIZANTE Cu-Cu EN LA INDUSTRIA

En el apartado anterior, ha quedado claro, la gran utilización del material del cobre en muchos terrenos industriales y comerciales. Exponiéndose en cada caso de modo general, sin profundizar demasiado en cada aplicación.

En este apartado, se pretende mencionar un ejemplo de aplicación concreta en lo que al contacto cobre-cobre se refiere, el cual muestra la necesidad de realizar ensayos tribológicos de fricción y desgaste con este material. Sin ánimo de extender mucho este apartado, se expondrá un ejemplo conocido, pero que está en constante desarrollo, mejorando todos los materiales que tienen cabida en él, incluido el cobre, que normalmente se encuentra aleado para mejorar sus prestaciones.



Se hablará del caso concreto de catenarias y pantógrafos en el mundo del transporte mediante ferrocarril.

Catenarias y pantógrafos en el mundo del ferrocarril:

En ferrocarriles, se denomina catenaria al tendido de cables situados de forma longitudinal sobre la vía y soportado por postes, que permite alimentar con energía eléctrica a las locomotoras y a las unidades de tren equipadas con motores eléctricos, ya sean éstos de corriente continua o corriente alterna. Se trata del sistema que transmite potencia eléctrica.

Sólo una parte de la catenaria se utiliza de forma directa para el suministro de corriente a los vehículos, que es la denominada como “línea aérea de contacto”. La función del resto del conjunto, formado por los cables alimentadores, apoyos y elementos de tracción y suspensión de los cables que transmiten la energía eléctrica, es la de transmitir la corriente a la línea aérea de contacto y la de soportarla verticalmente, transmitiendo los esfuerzos al conjunto del sistema y por fin a los postes, así como la de garantizar una correcta alineación tanto longitudinal, como vertical.

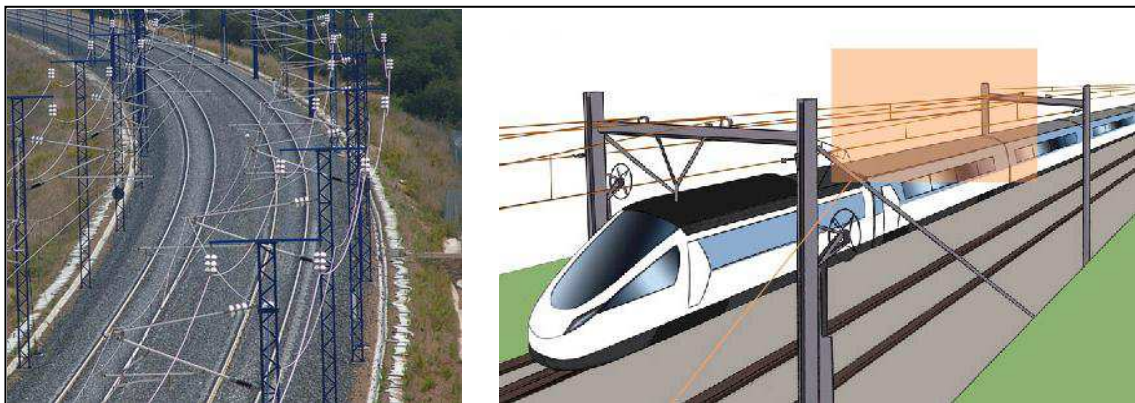


Imagen 1: Situación de la catenaria en las vías de una locomotora.

Las partes principales de una catenaria son:

- Hilo de contacto, cuyo material suele ser de Cobre, normalmente aleado, para mejorar sus prestaciones.
- Cable de conexión.
- Cable sustentador.
- Cable alimentador.
- Péndolas.

Pueden verse en la [imagen 2](#), que corresponde al recuadro naranja marcado en la [imagen 1](#).

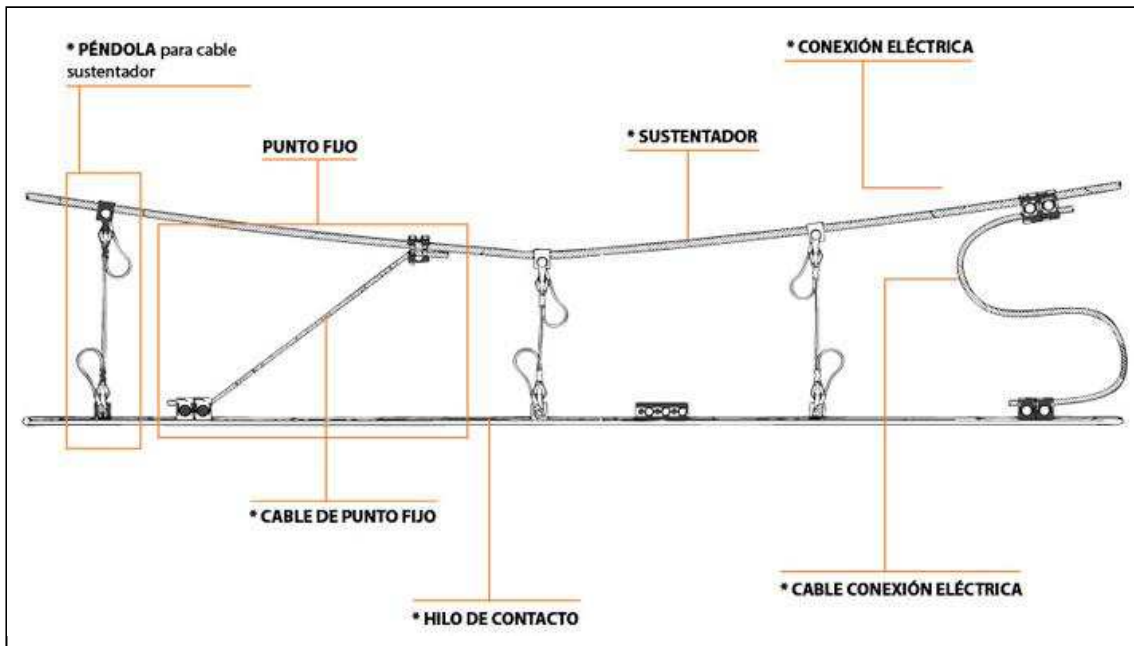


Imagen 2: Partes de una catenaria.

El contacto, Cobre-Cobre, se establece entre catenaria y pantógrafo, estando el pantógrafo situado en los vehículos y que les permite, apoyándose en la catenaria, desplazarse sobre ellas. El vehículo recibe la energía eléctrica mediante el contacto, provocándose así la tracción.

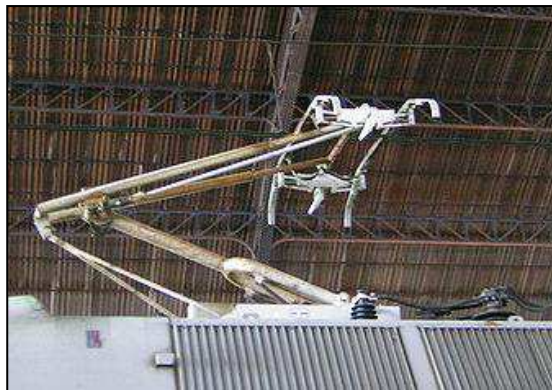


Imagen 3: Pantógrafo de una locomotora serie 252 de Renfe Operadora.

En el mundo ferroviario, se pueden encontrar tanto las catenarias rígidas, como las catenarias convencionales. Las primeras se distinguen de las segundas en que el elemento sustentador del hilo de contacto no es un cable tenso, sino un carril rígido. El carril empleado actualmente consiste en un perfil extruido de aluminio, que lleva encastrado en su parte inferior un hilo de contacto de cobre. El hilo de contacto se encastra en la parte central del carril, siendo éste descentrado por medio de la colocación de las suspensiones que lo soportan, consiguiendo así el efecto de zig-zag que deben tener todas las catenarias poligonales a fin de equilibrar el desgaste de los frotadores de los pantógrafos.



La transmisión de corriente eléctrica se realiza tanto por el aluminio como por el cobre, dando lugar a una gran sección de conductor y por tanto minimizando las pérdidas por efecto Joule, así como la caída de tensión. Aun así, y al igual que en las catenarias convencionales, sólo el hilo de cobre debe entrar en contacto con el pantógrafo.



Imagen 4: Catenaria aérea rígida en Metrosur Metro de Madrid.

Ventajas de la catenaria rígida frente a la convencional:

- Reduce el gálibo necesario en los túneles.
- La ausencia de esfuerzos de tracción permite un mayor aprovechamiento del hilo de contacto, sin riesgo de rotura del mismo.
- La única limitación es que el pantógrafo no roce con el perfil de aluminio.
- Se reduce el empleo de cables de alimentación en paralelo o “feeders”, ya que la sección equivalente en cobre del conjunto perfil e hilo de contacto puede ser de 1500 mm^2 .
- En caso de avería, la sustitución de un tramo de hilo de contacto puede hacerse rápidamente.
- Al permitirse un mayor desgaste del hilo y una sustitución más rápida del mismo, los costes de mantenimiento son menores. El control periódico del apriete de las uniones y la limpieza de los aisladores es, prácticamente, a todo lo que se reduce el mantenimiento.
- Sigue el perfil de las curvas, agujas y cruzamientos sin necesidad de aisladores de sección ni anclajes.



- Permite circular a velocidades de hasta 110 Km/h en vías en buen estado con menor desgaste del pantógrafo.

Estudios constantes muestran el interés de reducir los efectos del desgaste en este tipo de contactos, así por ejemplo, se han desarrollado materiales, de nueva generación, a base de microaleaciones, que mejoran la resistencia al desgaste entre un 30 y un 50% frente a los productos habitualmente utilizados en líneas convencionales.

Las aleaciones de Cobre Magnesio, desarrolladas sobre todo para alta velocidad, presentan una resistencia mecánica muy elevada que permite aplicar unas tensiones de tendido suficientes para proporcionar unas mayores velocidades de propagación de onda en la catenaria.

1.4. CONCEPTOS EN TRIBOLOGÍA

En primer lugar, se van a exponer una serie de conceptos relacionados con tribología, que ayudaran a esclarecer las intenciones de cada una de las investigaciones realizadas y plasmadas en esta memoria.

La ciencia de la tribología, pese a estar presente en multitud de aplicaciones, no posee un nombre comúnmente conocido. Por ello, se comenzará definiendo a este tipo de estudio.

El término tribología se compone de las dos palabras “tribo” y “logía”. Por un lado, “Tribos” que proviene de la palabra griega (τρίβειν, frotar; τριβος, frotamiento), significa frote o rozamiento; y por otro lado “-logía” que también proviene del griego (-λογία), significa ciencia.

Por tanto, se define tribología como la técnica que estudia el rozamiento entre los cuerpos sólidos, con el fin de producir mejor deslizamiento y menor desgaste de ellos.

Esta ciencia comprende por tanto, los conceptos de lubricación, fricción y desgaste de materiales. Toda una tecnología de fenómenos que tienen lugar en la interfase de contacto entre dos sistemas y que se encuentra en las disciplinas tales como mecánica de sólidos, mecánica de fluidos, química (sobre todo en lo referente a las reacciones en lubricantes) y en ciencia de los materiales.

Esta última disciplina, la ciencia y tecnología de los materiales, es la que nos atañe aquí, combinada con la química y la mecánica. Se estudian los mecanismos a nivel atómico y microescala, observando la degradación de la



superficie o alteración habida durante el deslizamiento de una superficie sobre otra. En este campo los resultados de los estudios se muestran con microfotografías, espectros de energía eléctrica y de rayos X. En la década pasada, el mundo científico enfocaba el comportamiento entre superficies en contacto, a las escalas atómica, molecular y nanométrica.

Actualmente hay además un creciente interés por la triboquímica, que como su nombre indica, hace referencia a lo que ocurre cuando el contacto deslizante en tribología da como resultado una reacción química, pudiendo influir los productos de la reacción en el comportamiento tribológico de la superficie, por ejemplo, mediante el desgaste triboquímico que suele originar oxidación, y por ello también se denomina a la triboquímica, triboxidación.

A continuación, se expondrán los conceptos de fricción y desgaste, dejando la lubricación para un posterior apartado, dada su mayor extensión.

1.4.1. FRICCIÓN

La fricción es la fuerza que se opone al movimiento relativo entre dos cuerpos que están en contacto. Consiste en la resistencia que un cuerpo encuentra cuando se mueve sobre otro cuerpo. Normalmente se expresa mediante el coeficiente de fricción (μ) que se obtiene mediante la siguiente relación de proporcionalidad:

$$\mu = \frac{F_f}{F_N} \quad (\text{Ecuación 1})$$

Siendo:

F_f , la fuerza de fricción, de igual dirección al movimiento y sentido contrario.

F_N , la carga normal al movimiento, de dirección perpendicular a la superficie del contacto.

El coeficiente de fricción μ , expresa la pérdida gradual de energía cinética. Parte de esta energía se disipa en forma de calor y otra parte interviene en los procesos de deformación, dando lugar al desgaste de las superficies en contacto.

Parámetros como la geometría de las superficies en contacto, donde intervienen el radio de las mismas, su rugosidad, sus asperezas superficiales; las propiedades del material en contacto, como la estructura cristalina entre otras; las condiciones de los ensayos tribológicos, como la duración, la carga en el contacto; y el lubricante utilizado; influyen notablemente en los valores de fricción de un ensayo de tribología.



La fricción es un fenómeno que está relacionado con el contacto superficial, donde es notable la influencia de la naturaleza de las superficies, su composición y microestructura. Y ello implica que exista una relación entre fricción y desgaste (apartado [1.4.3. Relación entre fricción y desgaste](#)).

1.4.2. DESGASTE

Según la Norma ASTM G40-05, se define al desgaste como el “daño que se produce en una superficie sólida, generalmente con pérdida progresiva de material, debido al movimiento relativo entre la superficie y otra sustancia o sustancias en contacto con ella”.

Se tendrá pues, desgaste, siempre que haya movimiento relativo entre dos sólidos que soporten una carga, y la magnitud del mismo dependerá del tipo de movimiento y de los factores que intervengan en el deslizamiento.

Se puede diferenciar entre dos categorías principales de desgaste. Estas son:

- Desgaste mecánico.
- Desgaste con un elemento químico activo adicional.

A continuación se enumeran una serie de mecanismos de desgaste mecánico que se pueden encontrar:

- Desgaste por adherencia.
- Desgaste por abrasión.
- Desgaste por fatiga.
- Desgaste por erosión.

En cuanto a desgaste con un elemento químico activo adicional se tienen:

- Oxidación.
- Corrosión
- Combinación de oxidación y corrosión.

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

¿Qué caracteriza a cada uno de estos mecanismos? Se expone a continuación.



1.4.2.1. DESGASTE POR ADHERENCIA

Este mecanismo de desgaste se basa en las fuerzas intermoleculares que se producen en la interfase de contacto entre dos sólidos, y se desarrolla del siguiente modo:

En primer lugar, y una vez que están en contacto los dos cuerpos, estos experimentan fuerzas de Van der Waals, denominadas de rango largo.

Cuando la distancia entre superficies es de alrededor 1 nm, se producen fuerzas superficiales de corto alcance entre las asperezas, cuyo tipo depende de la naturaleza de las superficies de contacto.

El movimiento relativo entre las superficies, provoca que estas fuerzas puntuales en las asperezas realicen un arrastre adhesivo, llegando incluso a conseguir la fractura de las uniones. Se va transfiriendo de este modo, material de una superficie a otra. La [imagen 5](#) muestra este tipo de desgaste.

El desgaste por adherencia se caracteriza por su severidad, provocando un alto grado de transferencia de material de una superficie a otra, pudiendo adherir ambos materiales, mediante soldadura en frío. Este mecanismo es el responsable de lo que se conoce como “gripado” en elementos mecánicos.

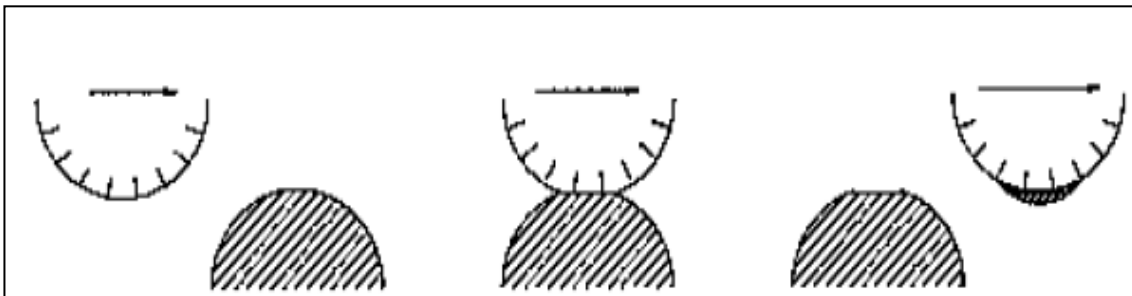


Imagen 5: Desgaste por adhesión.

1.4.2.2. DESGASTE POR ABRASIÓN

Este mecanismo se caracteriza por una deformación en el contacto. Ocurre cuando una de las dos superficies que están en contacto es considerablemente más dura que la otra, produciéndose desgaste en la superficie más blanda. Se desarrolla del siguiente modo:

Las asperezas de la superficie más dura penetran en la más blanda, con flujo plástico en esta última. Estas superficies duras pueden ser partículas externas añadidas entre ambas superficies en contacto, partículas originadas entre las dos superficies debido a otros mecanismos de desgaste, o bien simplemente las asperezas de la superficie en contacto más dura.



Si se impone un movimiento tangencial a la superficie dura, se produce un fenómeno parecido al del mecanizado en la superficie blanda.

Con lo anterior se forman surcos paralelos en la dirección del movimiento sobre el material blando, y se arranca material del mismo. La [imagen 6](#) ilustra este mecanismo.

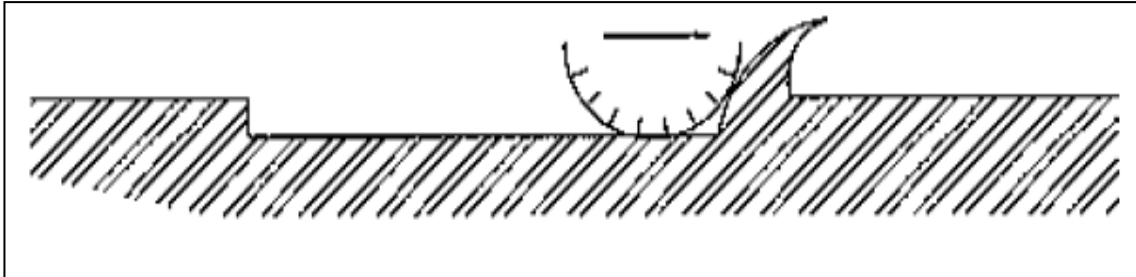


Imagen 6: Desgaste abrasivo.

Se diferencia entre “abrasión entre dos cuerpos” y “abrasión entre tres cuerpos”. La primera se produce cuando uno de los dos materiales en contacto es desgastado por las asperezas del otro material más duro, y la segunda, cuando la abrasión es producida por partículas abrasivas añadidas. Estos dos casos se ilustran en la [imagen 7](#):

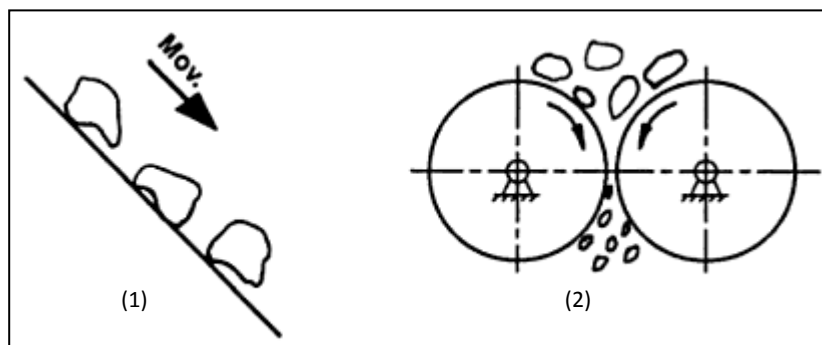


Imagen 7: Abrasión entre dos cuerpos (1) y abrasión entre tres cuerpos (2).

Existen tres regímenes distintos para el desgaste por abrasión, y se distinguen en función de la correlación entre la dureza del abrasivo y la dureza del material que sufre el desgaste.

Sean H_a la dureza del abrasivo, H_m la dureza del metal, y W el volumen de desgaste, se tiene la siguiente curva (imagen 8), en la que se indican los distintos regímenes posibles.

En dicha curva, se representa el desgaste producido en el metal en función de la dureza del abrasivo (abscisas). Se delimitan tres regímenes:

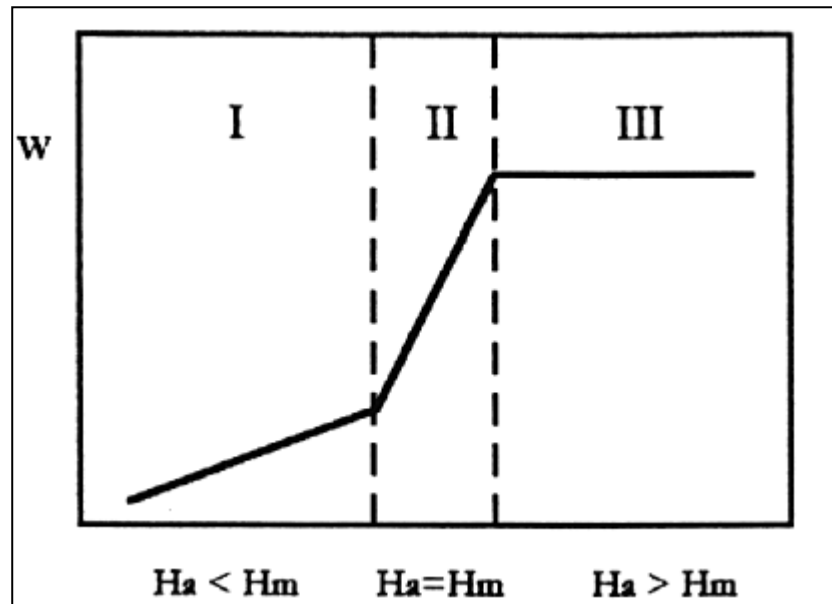


Imagen 8: Regímenes de desgaste por abrasión.

Zona I:

En este sector hay un bajo desgaste, denominado desgaste suave, y ocurre cuando la dureza del abrasivo es inferior a la dureza del metal.

$$H_a < H_m \quad (\text{Ecuación 2})$$

Zona II:

Este sector se denomina de transición, y tiene lugar cuando la dureza del abrasivo es del mismo valor que la dureza del material.

$$H_a = H_m \quad (\text{Ecuación 3})$$

Zona III:

En este sector se produce un alto desgaste, denominándose a esta región, zona de desgaste severo. En este caso, el abrasivo es de mayor dureza que el metal.

$$H_a > H_m \quad (\text{Ecuación 4})$$

De la gráfica expuesta en la [imagen 8](#), se extrae la conclusión de que el desgaste abrasivo es menor cuanto mayor es la dureza del metal, y en concreto, este valor ha de superar a la dureza del material abrasivo en un factor de 1,3, esto es:

$$H_m = 1,3 \cdot H_a \quad (\text{Ecuación 5})$$

Una vez superado este valor, seguir aumentando la dureza del material (H_m), no implica mejoras significativas en el desgaste. La [ecuación 5](#) puede emplearse como criterio para una baja velocidad de abrasión.



1.4.2.3. DESGASTE POR FATIGA

Cuando se habla de fatiga, se habla de ciclos, por lo que suele ser más habitual en situaciones de rodadura o impactos. Este mecanismo se desarrolla del siguiente modo:

Como consecuencia del deslizamiento, rodadura o impacto repetido varias veces, el material próximo a la superficie experimenta una carga cíclica.

Esta carga cíclica origina grietas, que se propagan e interseccionan tanto con la superficie como consigo mismas formando un entramado. A esta fase se le llama periodo inicial. Ya aquí se producen algunos cambios topográficos, así como se aprecian algunas deformaciones plásticas.

El entramado de grietas provoca que por cualquier movimiento posterior se desprendan partículas, apareciendo así el desgaste. El desprendimiento de partículas sería la segunda fase principal del desgaste por fatiga, donde sí hay pérdida de material, a diferencia de la fase inicial.

Este proceso, fase inicial y segunda fase, se sigue repitiendo de modo que se sigue desgastando la superficie del material.

Si en vez de en dos fases, se divide el proceso en varias etapas, se tiene el siguiente esquema (imagen 9):

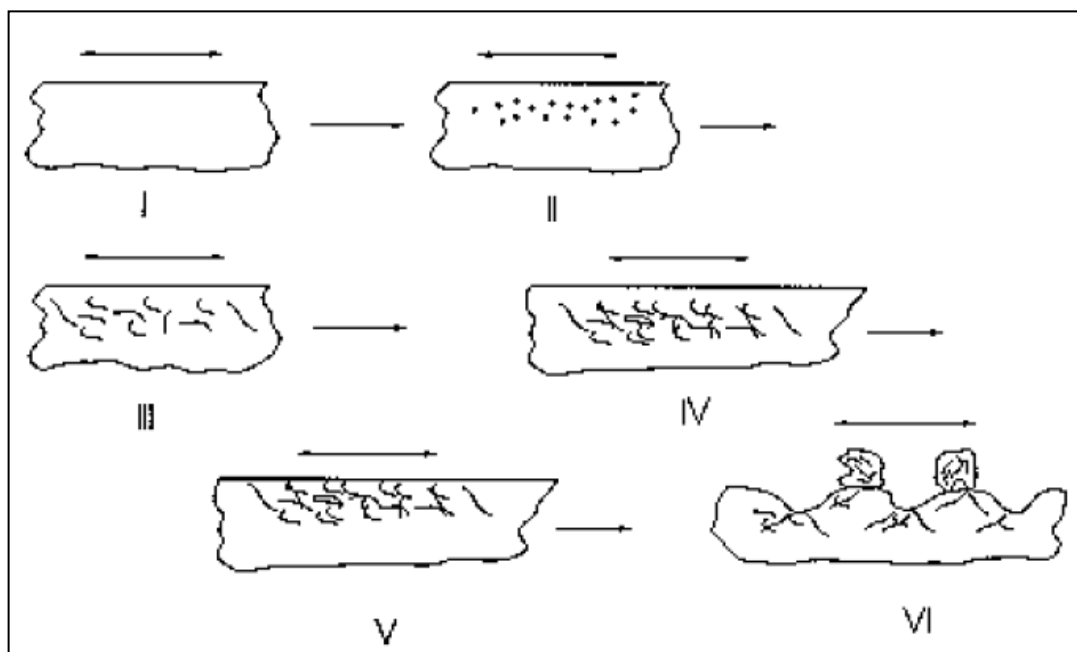


Imagen 9: Desgaste por fatiga. Etapas.

Donde:

Etapa I:

El material soporta una carga cíclica en su superficie.

**Etapa II:**

Nucleación de grietas en regiones próximas a la superficie.

Etapa III:

Crecimiento de las grietas.

Etapa IV:

Unión de las grietas, formando un entramado.

Etapa V:

Intersección de las grietas con la superficie.

Etapa VI:

Formación de partículas libres. Material desgastado.

1.4.2.4. DESGASTE POR EROSIÓN

Este tipo de desgaste suele ser producido por un fluido con partículas con movimiento relativo a la superficie del sólido.

Estas partículas abrasivas que contiene el fluido provocan en el material un fallo por agrietamiento.

Se desarrolla del siguiente modo:

Las partículas abrasivas contenidas en el fluido inciden sobre el material provocando un mayor o menor desgaste en función del ángulo de ataque.

Este ángulo de ataque es distinto dependiendo de si se trata de materiales frágiles, o de materiales dúctiles.

Para materiales frágiles, el mayor desgaste se produce, cuando el ángulo de incidencia es lo más cercano posible a la perpendicular con la superficie. Para materiales dúctiles, el mayor desgaste se produce, con un ángulo de ataque de unos 20°.

1.4.2.5. DESGASTE POR OXIDACIÓN

El desgaste por oxidación es un desgaste de tipo químico. El rozamiento debido al deslizamiento de una superficie sobre otra, provoca una continua formación y eliminación de productos de reacción, que en este caso es óxido.



El aumento de temperatura debido a la fricción favorecerá la reactividad y, por tanto, el desgaste.

Para el deslizamiento en seco bajo cargas ligeras, la huella en el desgaste metálico que se observa es muy suave, y de apariencia vidriosa. El aspecto vidrioso se asocia a la capa de óxido.

Bajo estas condiciones, el coeficiente de desgaste es muy pequeño y se observan finas partículas de desgaste de óxidos metálicos.

El desgaste aparece al arrancarse la capa de óxido como resultado del contacto entre las asperezas, y una vez arrancado, el óxido vuelve a aparecer en estas áreas desnudas de la superficie, y vuelve a separarse repitiéndose el proceso.

El punto que se supone más desgastado, está en la interfase entre el metal y el óxido y es el resultado de “despegarse” la capa óxido durante el deslizamiento.

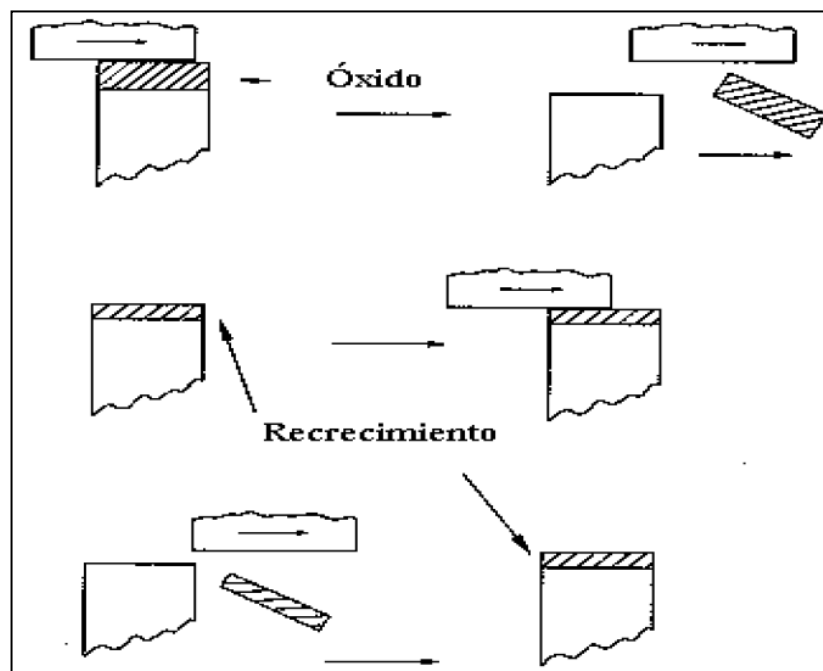


Imagen 10: Desgaste por Oxidación.

En la [imagen 10](#) se ilustra de manera sencilla el proceso de este tipo de desgaste. La zona rayada representa la capa de óxido que una vez desprendida, vuelve a crecer, provocándose así un continuo desgaste del material.



1.4.3. RELACIÓN ENTRE FRICCIÓN Y DESGASTE

Se han expuesto en dos apartados anteriores y, de manera separada, los conceptos de fricción y desgaste, sin embargo, son fenómenos que están relacionados, debido a la influencia que puede producir el uno sobre el otro.

La fricción y el desgaste son sensibles a los mismos parámetros y en general a los mismos tipos de fenómenos. Por ello, la fricción y el desgaste deben considerarse fenómenos relacionados pero no equivalentes, aunque no sean independientes.

El desgaste puede dar lugar a modificaciones superficiales que influyan sobre la fricción, tales como formación de películas y cambios de rugosidad. Por su parte, la fricción, mediante un efecto de calentamiento o de esfuerzos de tracción, puede modificar el comportamiento del material y, por tanto, influir en el desgaste.

Cabe decir que la acumulación de partículas de desgaste en la interfase puede dar lugar a un menor arranque de material, a pesar del aumento del coeficiente de fricción.

1.5. CONCEPTOS EN LUBRICACIÓN

Se tienen conocimientos del uso de la lubricación desde la antigüedad, pero no empezó a estudiarse como ciencia hasta el siglo XVII, fomentada por el uso de cojinetes y rodamientos. En el siglo XX se desarrollaron los lubricantes compuestos con base y aditivos, los llamados lubricantes modernos, lubricantes complejos que cada vez se van mejorando. El responsable de este avance resultó ser la aparición de la automoción y el motor de vapor.

Todo avance hasta el momento se debía a estudios empíricos ya que se carecía de las técnicas analíticas hoy presentes. Las técnicas analíticas, que han aparecido en las últimas décadas, permiten analizar la química responsable del fenómeno de la lubricación, e ir más allá en este terreno.

Se han utilizado diversos tipos de aceites a lo largo de la historia de la lubricación, además de otros materiales, no expuestos aquí, por no ser el objeto del estudio aquí presente. Además, se está investigando sobre los líquidos iónicos que pese a no ser aceites, están mostrando unas cualidades de gran interés en lo que a lubricación se refiere.

En este apartado, se comenzará exponiendo conceptos básicos de la lubricación, partiendo de la definición del sistema lubricante, pasando por los diferentes regímenes que se pueden presentar en contactos deslizantes, y por supuesto, hablando de los lubricantes empleados y en estudio. Los líquidos



iónicos, protagonizarán un apartado propio, posterior a este, dado su interés en este proyecto, propiciando una mayor extensión.

1.5.1. SISTEMA LUBRICANTE

Un sistema lubricante se basa generalmente en la presencia de un fluido lubricante situado entre dos superficies con movimiento relativo de una respecto de la otra, y que soportan una carga.

Las funciones que tienen los lubricantes van desde controlar la fricción y el desgaste, hasta eliminar el calor para reducir las tensiones térmicas de los elementos mecánicos, pasando por la protección de los elementos frente a la corrosión.

La lubricación depende de las propiedades tanto físicas, como químicas del lubricante utilizado. Las propiedades físicas determinan su habilidad para operar bajo condiciones de lubricación hidrodinámica; y las propiedades químicas determinan el buen comportamiento bajo lubricación límite. La lubricación hidrodinámica y lubricación límite, se definen en el apartado [1.5.3](#) referente a regímenes de lubricación.

1.5.2. PRINCIPIOS DE LA LUBRICACIÓN

La lubricación de nuestros días se basa en dos principios, que son los siguientes:

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

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

En el siguiente apartado se expondrán con más detalle los tipos de régimen de lubricación.



1.5.3. REGÍMENES DE LA LUBRICACIÓN EN CONTACTOS DESLIZANTES

El modelo más aceptado para lubricación en contactos deslizantes es el mostrado en la [imagen 11](#).

Dicho modelo fue formulado por Stribeck en 1902, y se conoce como curva de Stribeck. Puede verse en el mismo, la variación de la fricción en función del parámetro de Hersey, que viene dado por:

$$\frac{\eta \cdot v}{F_N} \quad (\text{Ecuación 6})$$

Siendo,

v , velocidad de deslizamiento.

η , viscosidad dinámica.

F_N , fuerza normal aplicada.

Puede verse en el modelo que 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.

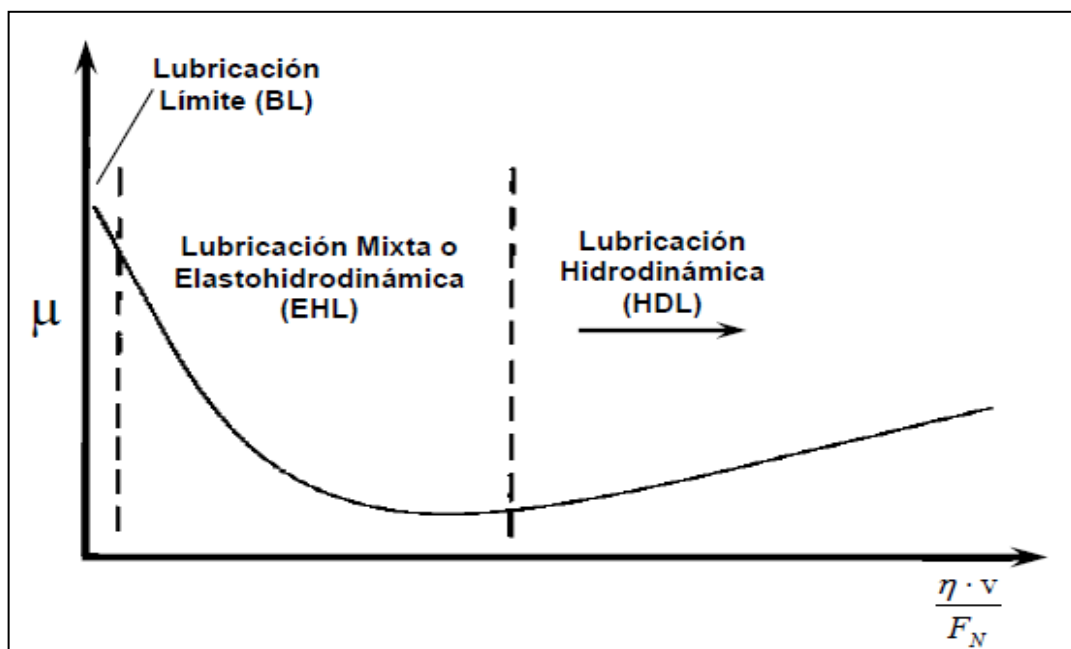


Imagen 11: Curva de Stribeck. Regímenes de lubricación.

No obstante, con este modelo no se explica el valor de fricción obtenido cuando éste depende de la fuerza aplicada y las superficies en contacto se adhieren una a otra.



Un nuevo mapa de lubricación propuesto más recientemente, es el mostrado en la [imagen 12](#). En el que aparecen los conceptos siguientes:

h , espesor de película.

R_g , radio efectivo de las moléculas del lubricante.

R_c , rugosidad combinada de las dos superficies.

La explicación a dicho mapa es la siguiente:

Régimen elastohidrodinámico (EHL):

Se caracteriza por la deformación elástica que sufren las asperezas de las superficies cuando entran en contacto.

Los parámetros críticos de este régimen son la viscosidad y los coeficientes de viscosidad–presión del lubricante.

Aumentado la presión de contacto se produce la deformación plástica de las asperezas, decreciendo el espesor de película (h).

Régimen de lubricación límite (BL):

Conforme a lo anterior, cuando h es inferior al rango de la rugosidad de las superficies, el contacto entre las asperezas se convierte en el mecanismo dominante para soportar la carga, encontrándonos dentro de la BL.

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

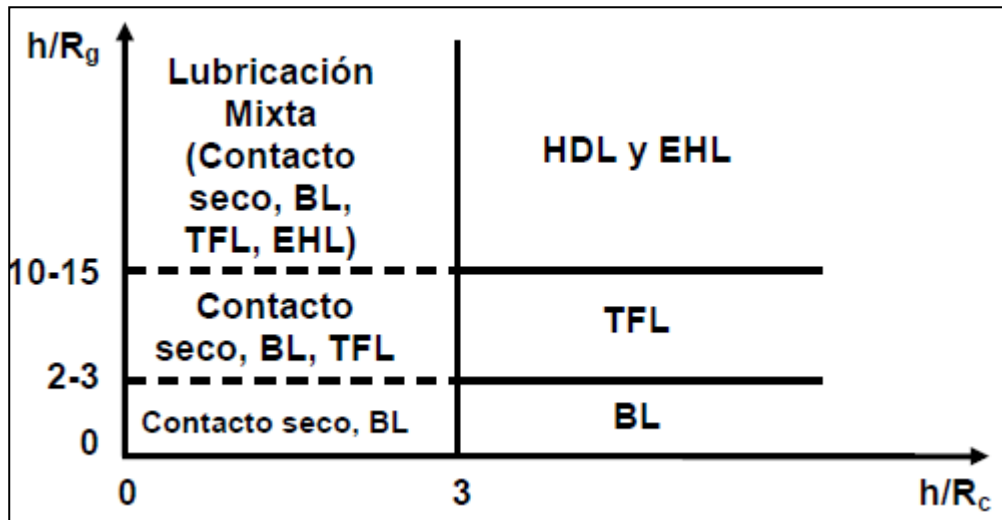


Imagen 12: Regímenes de lubricación.

Régimen de lubricación de película fina (TFL):

Así se denomina a la zona de transición entre EHL y BL, en la que a diferencia de en la BL, el lubricante es móvil debido a que la película es relativamente gruesa, y la viscosidad tiene una influencia importante.

En esta región, hablamos de un espesor de película que puede llegar a ser del orden de nanómetros, pero aún así, y aunque 'h' sea inferior a la rugosidad combinada de ambas superficies en contacto, es posible una buena lubricación, si se trata por ejemplo, de superficies muy pulidas.

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

1.5.4. ACEITES LUBRICANTES

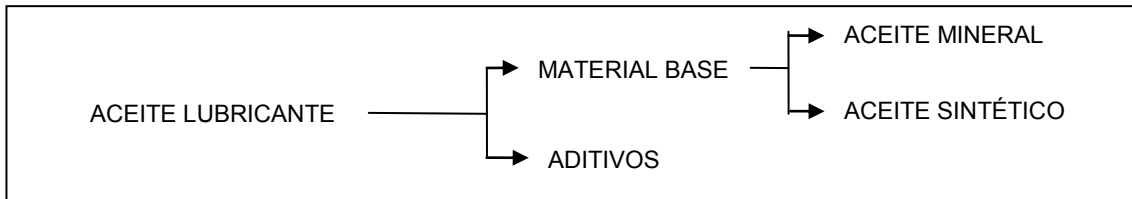
Para la mayoría de las aplicaciones, la elección convencional es un lubricante basado en aceites minerales, cuyas propiedades son bien conocidas y queda caracterizado normalmente por la viscosidad y el índice de viscosidad.

Otros lubricantes empleados son los aceites sintéticos, como los basados en ésteres sintéticos. En este caso, además de la viscosidad, se han de evaluar propiedades como la conductividad térmica y la polaridad.

Todo aceite lubricante se compone de un aceite base, o material base y de aditivos. El aceite base determina las propiedades físicas y los aditivos son los responsables de mejorar las propiedades químicas.



El material base suele estar en una proporción entre el 75% y el 95% en el aceite lubricante, respecto de los aditivos.



1.5.4.1. ACEITE MINERAL

Este tipo de aceites se obtienen por destilación y posterior tratado del petróleo. Se componen de hidrocarburos aunque pueden contener compuestos de azufre e impurezas menores.

Según la estructura química que posean se clasifican en:

- Parafínicos.
- Nafténicos.
- Aromáticos.

Aceites Parafínicos:

En su composición predominan hidrocarburos alifáticos, formados por moléculas de cadena lineal con o sin ramificaciones. Su uso es el más común, ya que poseen un alto índice de viscosidad.

Aceites Nafténicos:

Caracterizados por su alta proporción de hidrocarburos nafténicos, con moléculas formadas por anillos saturados con o sin ramificaciones. Tienen un bajo índice de viscosidad, aunque presentan buenas características en su uso a baja temperatura.

Aceites aromáticos:

Contienen una proporción elevada de hidrocarburos aromáticos, formados por anillos aromáticos que pueden contener o no sustituyentes. Poseen un muy bajo índice de viscosidad.

La representación esquemática de la estructura molecular, para cada tipo de estos aceites, se muestra en el siguiente cuadro (imagen 13).

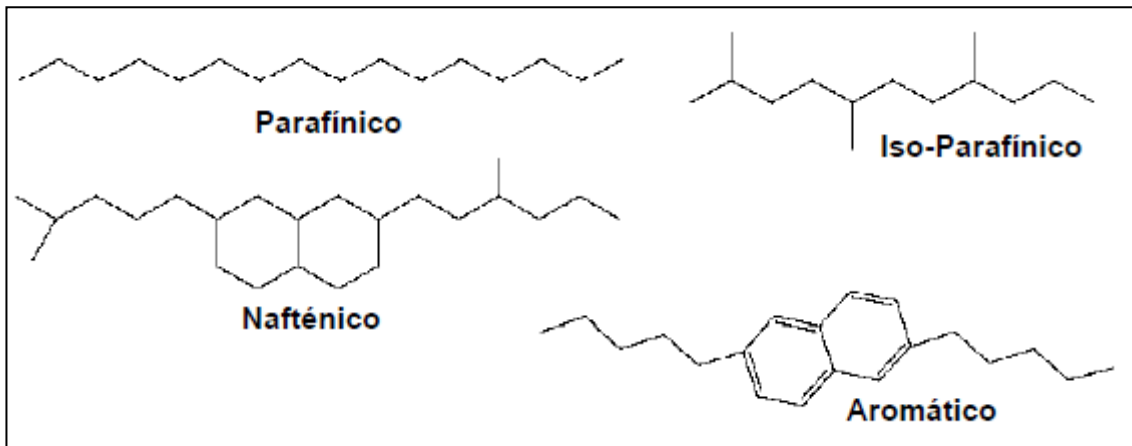


Imagen 13: Diferentes estructuras de aceites minerales.

La legislación europea demanda productos con un alto grado de biodegradabilidad, reciclaje y no-toxicidad. Además, cada vez se requiere más el ahorro de combustible.

Los aceites minerales no son biodegradables, además de poseer sulfuros y compuestos volátiles, por lo que, aunque sean buenos lubricantes, van dejando paso, cada vez más a los lubricantes sintéticos.

1.5.4.2. ACEITE SINTÉTICO

Son aceites de diseño, creados a partir de moléculas procedentes del petróleo que se enlazan por síntesis para obtener un producto lubricante de propiedades prefijadas.

Los aceites sintéticos han tenido un gran auge en los últimos años, ya que pueden llegar a superar las prestaciones que proporciona su equivalente mineral. Aproximadamente, el 10% de la producción global de aceites lubricantes son productos totalmente sintéticos.

Entre las características de este tipo de aceites se encuentran:

- Buen índice de viscosidad.
- Baja volatilidad.
- Buena fluidez a baja temperatura.
- Alta estabilidad térmica.
- Baja toxicidad.

El mayor inconveniente de este tipo de lubricantes es su coste, pudiendo ser de 3 a 500 veces mayor que el de un lubricante mineral.

Clasificación de los aceites sintéticos:



- Polialfaolefinas (PAO).
- Ésteres. Entre los que se encuentran:
 - Polialquilenglicol (PAG).
 - Triglicéridos.
 - Diésteres.
 - Polioliol Ésteres.
 - Ésteres complejos.

Polialfaolefinas:

Las PAO se usan actualmente como fluidos base en multitud de aplicaciones de altas prestaciones, pero presentan inconvenientes como la oxidación y la posibilidad de producir la degradación de los sistemas de sellado.

No se consideran biodegradables.

Destacan por su alto índice de viscosidad siendo altamente empleados.

Ésteres:

Los ésteres sintéticos proceden, en su forma más simple, de un alcohol y un ácido graso, por lo que abarcan un amplio rango de fluidos base con propiedades que varían enormemente dependiendo de su estructura.

La posibilidad de diseñar el indicado para una aplicación, los hace atractivos a la hora de sustituir a los aceites minerales.

Han sido utilizados en la industria como el principal aditivo de los lubricantes de hidrocarburo procedentes del petróleo. En comparación con los hidrocarburos, los ésteres tienen momentos dipolares muy altos, lo que mejora su capacidad lubricante gracias a la fuerte interacción que se produce con las superficies metálicas.

No son tóxicos y poseen una excelente biodegradabilidad.

En la imagen 14 pueden verse cuatro ejemplos de estructura molecular de ésteres usados como fluidos base.

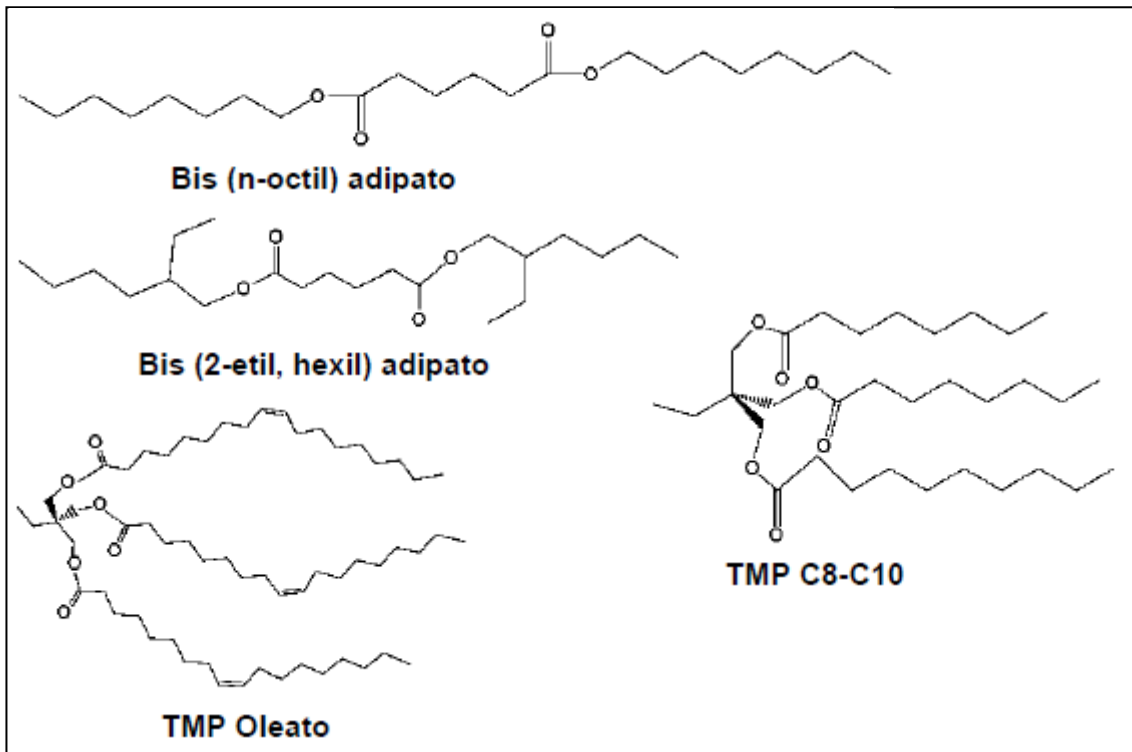


Imagen 14: Estructura molecular de cuatro tipos de ésteres distintos.

1.5.4.3. ADITIVOS

Los aditivos son agentes químicos añadidos en pequeñas proporciones a los aceites base para mejorar sus prestaciones y aumentar su vida útil.

La mayor parte de las mejoras en el comportamiento de los lubricantes industriales desde finales de la década de 1930 ha sido fruto de los aditivos.

En general están formados por un grupo funcional unido a una cadena hidrocarbonada que le proporciona solubilidad en el aceite base. Pueden ser desde inhibidores de corrosión hasta modificadores de fricción o aditivos antidesgaste.

Además de los aditivos ya utilizados en lubricación, es necesario el desarrollo continuo de los mismos, por los siguientes aspectos:

- Mejorar las prestaciones del lubricante.
- Adecuación medioambiental de los lubricantes.
- Exigencias de temperatura en la industria. Por ejemplo, en el caso de la aeronáutica donde se necesitan lubricantes que funcionen entre temperaturas de -40°C y 300°C , durante más de 4000 horas de



funcionamiento, cuando hoy en día no hay lubricantes efectivos por encima de los 150°C.

- Para conseguir adaptarlos a los lubricantes sintéticos.
- Aumento de la vida útil del lubricante.
- Evitar interacciones indeseadas en las superficies lubricadas.

1.6. LIQUIDOS IÓNICOS

Entre otras muchas aplicaciones científicas y tecnológicas, los LIs están produciendo un profundo impacto en tribología. Los LIs han mostrado una excelente capacidad como lubricantes de materiales metálicos y cerámicos en condiciones severas de deslizamiento (12).

En este proyecto, se realizarán ensayos tribológicos donde además de considerar un aceite comercial, se utilicen líquidos iónicos. A continuación, se definirá no sólo lo que es un líquido iónico, sino sus propiedades, y la razón por la que se estima y conoce que sean muy buenos lubricantes.

1.6.1. DEFINICIÓN

Cuando un compuesto iónico se encuentra en fase líquida se dispone de un líquido que está formado exclusivamente por iones.

Las sales fundidas son líquidos que están constituidos por iones pero, debido a su elevada temperatura de fusión, gran poder de corrosión y alta viscosidad, no pueden utilizarse como fase líquida para efectuar reacciones químicas. Por esta razón, el término de líquido iónico no se utiliza, a pesar de que formalmente lo son, para designar a las sales fundidas. Con este término, líquidos iónicos, se designa a otros compuestos que también son líquidos formados exclusivamente por iones pero sus propiedades son muy diferentes a las que tienen los líquidos procedentes de sales fundidas.

La bibliografía científica lo mismo que la literatura de patentes reserva el término líquido iónico para designar a los compuestos que están formados exclusivamente por iones y que son líquidos a temperatura ambiente.

Existen referencias de este tipo de compuestos desde 1914 pero es en la segunda mitad del siglo XX cuando Hurley y Weir descubren que se pueden sintetizar sales que son líquidas a temperatura ambiente. Este descubrimiento



permanece mucho tiempo como una curiosidad sin suficiente interés para los químicos hasta que se van conociendo sus propiedades singulares como líquidos y se inician los estudios electroquímicos (8).

Los líquidos iónicos (LI) quedan por tanto definidos como sales, que presentan la peculiaridad de tener un punto de fusión inferior al punto de ebullición del agua, y que suelen ser estables con ella.

Inicialmente, estos materiales fueron desarrollados para su uso como electrolitos, pero han ido ganando importancia y un particular interés para otras aplicaciones como la lubricación, debido a las características que poseen de:

- Volatilidad prácticamente nula, con una presión de vapor casi cero, ya que están compuestos completamente de iones.
- Inflamabilidad despreciable.
- Una alta estabilidad térmica y un bajo punto de fusión.
- Una miscibilidad controlada con los compuestos orgánicos y con agua.

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

1.6.2. COMPOSICIÓN

Los diferentes líquidos iónicos están formados por un catión y un anión. La mayor parte de los cationes tienen naturaleza aromática con átomos de nitrógeno en el anillo, heterociclos nitrogenados, mientras que los aniones suelen estar constituidos por diferentes elementos químicos. En la imagen 15 se muestra el catión y el anión que forman uno de estos líquidos iónicos.

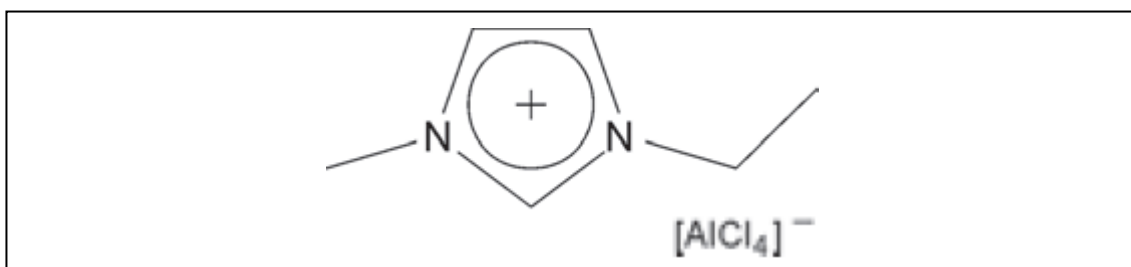


Imagen 15: Catión y anión de un líquido iónico. Catión: 1-etil 3-metilimidazolio. Anión: tetracloroaluminato.



En la imagen 16 se muestran diferentes cationes, y en la imagen 17 diferentes aniones con los que se pueden construir un gran número de líquidos iónicos al combinar cationes y aniones.

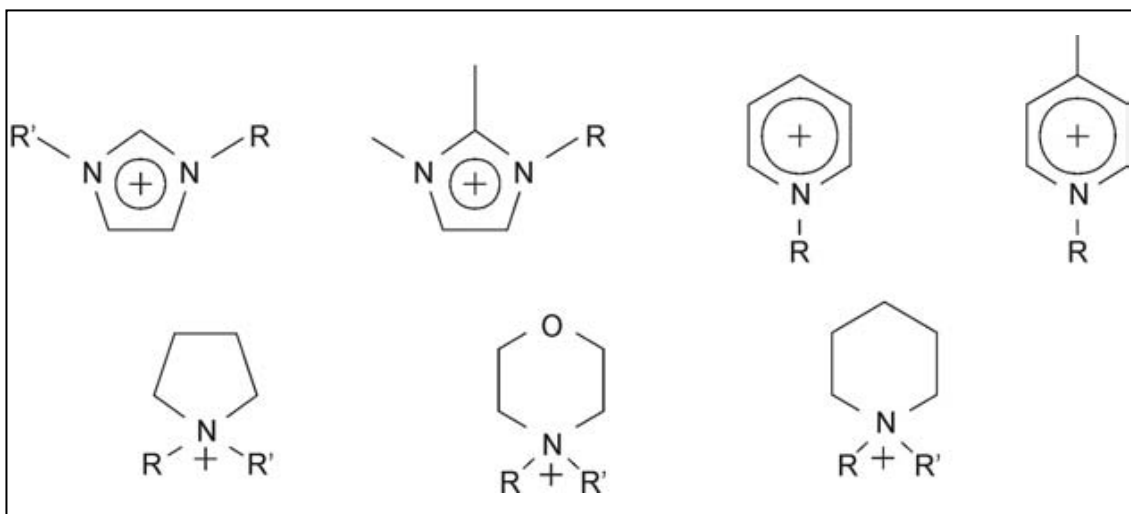


Imagen 16: Diferentes cationes que configuran los líquidos iónicos. R y R' son cadenas orgánicas lineales: Etil, Propil, Butil, Pentil, Hexil, etc.

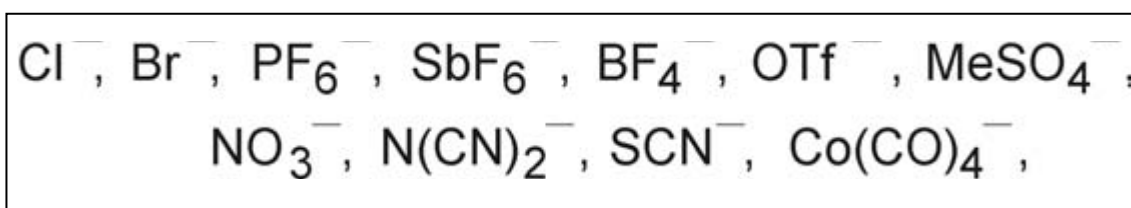


Imagen 17: Diferentes aniones que configuran los líquidos iónicos.

Al disponer de un gran número de aniones y de cationes para diseñar los líquidos iónicos, se puede elegir la combinación más apropiada para que se adapten a las exigencias de una determinada aplicación. El diseñador del líquido iónico dispone de un componente, el catión, principal responsable del comportamiento químico y de otro, el anión, que aporta la mayor parte de las propiedades físicas. Existen muchas combinaciones posibles de cationes y aniones, habiendo un número potencial de LI del orden de 10^{18} .

La composición química general de estos materiales es sorprendentemente consistente, incluso aunque la composición específica y las propiedades físicas y químicas varían enormemente.

La razón por la que los LIs son líquidos a temperatura ambiente es la siguiente: Estos compuestos, son sales formadas por iones muy asimétricos y de gran tamaño por lo que las fuerzas atractivas catión-anión son más débiles que las fuerzas que intervienen en las sales iónicas convencionales (sales fundidas). Cuando se van uniendo los iones negativos con los iones positivos se produce



un elevado empaquetamiento entre ellos para formar el cristal. Sin embargo, al partir de dos iones poco uniformes y uno de ellos, el catión orgánico, muy asimétrico no puede lograrse un empaquetamiento que dé lugar a una estructura compacta. Basta un pequeño aporte de energía para separar los aniones y los cationes que configuran el sólido y transformarlo en un líquido. Este pequeño aporte se logra cuando se expone a temperaturas próximas a las del ambiente.

En la imagen 18 se visualiza un líquido iónico, (C14-mim)(PF₆), cuyo radical tiene una gran longitud.

La red cristalina a partir de iones tan diferentes como el (C14-mim)⁺ y el (PF₆)⁻ se organiza con una disposición como la mostrada en la imagen 19. La estructura del cristal responde a una ordenación de las moléculas en capas debido a la separación que implica la cadena alquílica. Esta estructura puede destruirse fácilmente, por exposición a temperatura ambiente, dando lugar a un líquido formado por sus iones.

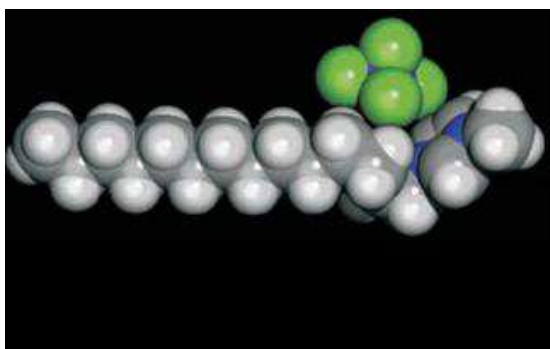


Imagen 18: Estructura de la molécula (C14-mim)(PF₆).

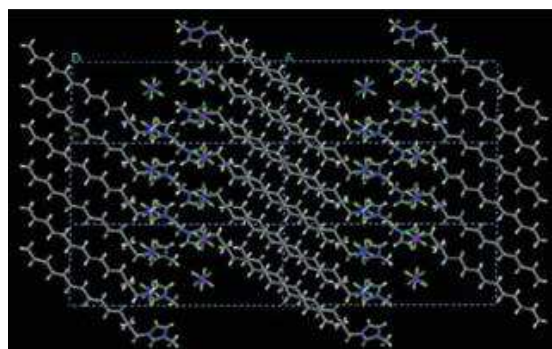


Imagen 19: Empaquetamiento de los iones (C14-mim)⁺ (PF₆)⁻ en la red cristalina.

1.6.3. PROPIEDADES DE LOS LÍQUIDOS IÓNICOS

Las propiedades fisicoquímicas de los LI pueden ajustarse variando las estructuras de los cationes y aniones y sus combinaciones.

Punto de fusión:

El punto de fusión establece el límite inferior del intervalo de temperatura en el que puede utilizarse el líquido iónico como disolvente. Se puede disponer de líquidos iónicos en un intervalo cercano a los 300°C ya que la temperatura de fusión de este tipo de compuestos varía desde -90°C hasta 200°C.

Se han encontrado ciertas tendencias como la disminución del punto de fusión con la incorporación de cationes mayores y más asimétricos. Ciertas combinaciones de catión-anión dan lugar a puntos de fusión muy bajos.



Los líquidos iónicos con aniones altamente fluorados (BF_4^- , PF_6^- , $(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}^-$, CF_3COO^- , etc.) son generalmente líquidos a bajas temperaturas, formando estructuras cristalinas al solidificar, produciéndose una cristalización lenta. Empíricamente se ha observado que el punto de fusión decrece según el siguiente orden: $\text{Cl}^- > \text{PF}_6^- > \text{BF}_4^-$.

Dos de las familias más importantes de LI son:

- Los tetrafluoroboratos de 1-alkil, 3-metilimidazolio.
- Las sales de hexafluorofosfato.

En el diagrama de fases de la primera familia, imagen 20, se puede ver que para una longitud de la cadena alquilo de entre dos y diez átomos de carbono, se cristaliza al enfriar por debajo de -80°C . Cuando la cadena es entre doce y dieciocho átomos de carbono, se tiene un sólido a temperatura ambiente, con comportamiento de cristal líquido.

Para la segunda familia, el diagrama de fases, tiene una forma similar, como puede verse en la imagen 21.

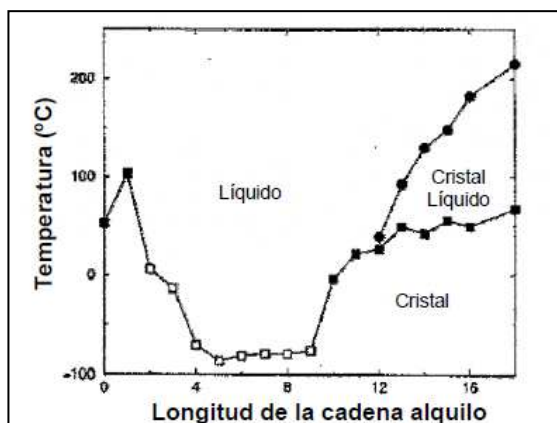


Imagen 20: Diagrama de fases para los tetrafluoroboratos de 1-alkil, 3-metilimidazolio.

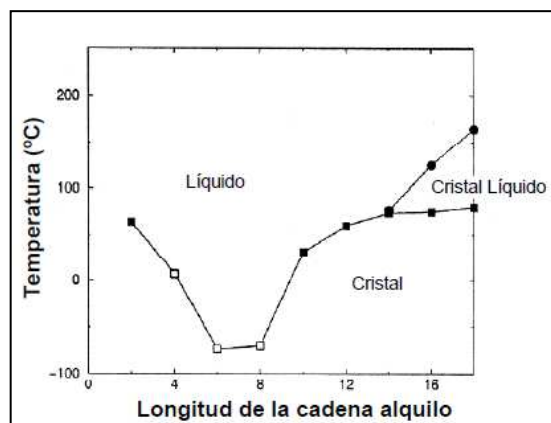


Imagen 21: Diagrama de fases para los hexafluorofosfatos de 1-alkil, 3-metilimidazolio.

Además, numerosas sales de imidazolio muestran características de superenfriamiento, con puntos de congelación menores que el punto de fusión, obteniéndose a menudo, una transición vítrea alrededor de los $-80/-100^\circ\text{C}$.

Estabilidad térmica:

La mayoría de los líquidos iónicos no son volátiles y en la frontera superior al rango de liquidus se tiene la temperatura de descomposición térmica.

La descomposición térmica, define pues, el límite superior del intervalo de temperatura en el que pueden utilizarse los LI. La estabilidad térmica, se establece como la temperatura a la que se inicia el cambio en la curva de análisis termogravimétrico (TGA).



La presencia de cationes orgánicos, restringe las temperaturas superiores de estabilidad, teniendo lugar la pirolisis a temperaturas entre 350 y 450 °C, si no hay otros caminos de descomposición accesibles a menores temperaturas.

En la imagen 22, pueden verse datos obtenidos mediante TGA, que visualizan lo expuesto.

Recientemente, se han establecido temperaturas de degradación de varios LI de imidazolio menores que las previstas. Además, pese a que el TGA es fácilmente reproducible y de sencilla determinación, su aplicación no garantiza que el líquido iónico sea despreciable. Los resultados gravimétricos isoterms aportan unos resultados más fiables para asegurar la estabilidad térmica.

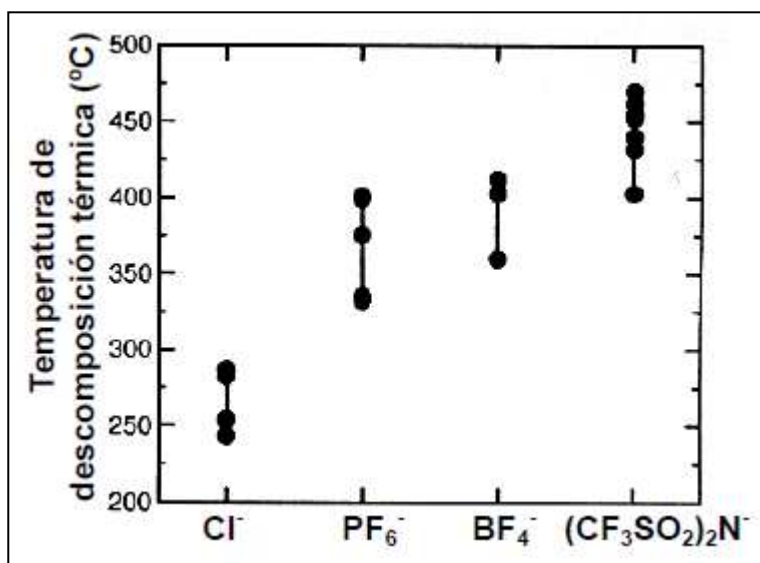


Imagen 22: Rangos de la temperatura de descomposición.

Viscosidad:

Los valores de viscosidad dinámica a temperatura ambiente se encuentran entre 10 y 1000 centipoises. Su valor depende fuertemente de la temperatura, la presión y las impurezas.

Esta propiedad se modifica con el número de carbonos del radical del anillo aromático. La viscosidad aumenta al aumentar la longitud de la cadena del sustituyente del imidazolio.

La presencia de agua y disolventes orgánicos disminuye la viscosidad mientras que los cloruros la aumentan, siendo muy rápida la disminución cuando se trata de agua.

Para LI con el mismo anión, la tendencia es que a cadenas alquilo más largas, se obtengan fluidos más viscosos.



Se ha llegado mediante estudios, a la conclusión de que las propiedades eléctricas de los LI dependen de la viscosidad, disminuyendo la conductividad al aumentar la cadena alquilo y por lo tanto la viscosidad.

Densidad:

En general, todos los LI tienen mayor densidad que el agua, siendo las densidades registradas entre $1,12 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ y $2,4 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

Esta propiedad puede modificarse cambiando la longitud de la cadena del sustituyente del anillo imidazólico. A medida que crece el número de carbonos de la cadena disminuye la densidad.

Esta propiedad es la menos sensible a las variaciones de temperatura, además de que el impacto de las impurezas sobre la misma, también es menos dramático, a diferencia de lo que ocurre con la viscosidad.

Miscibilidad:

Con sólo cambiar el anión Cl^- a PF_6^- , la miscibilidad de los LIs con el agua, puede variar desde completamente miscible a casi totalmente inmisible.

Los aniones pequeños del tipo de los haluros, generalmente producen LIs solubles en agua. La presencia de aniones grandes, por el contrario, genera LIs hidrofóbicos.

El agua es la impureza más común en los LIs, encontrándose incluso en los hidrófobos, que pueden llegar a absorber rápidamente la humedad del ambiente.

Los LIs tienden a ser inmiscibles con disolventes no polares. La disolución de los LIs en disolventes no polares implica la transferencia de las unidades presentes en la red de iones del LI a la disolución. La estructura de los líquidos iónicos sería la responsable de los diagramas de fase resultantes de estas mezclas binarias. Entre los disolventes con mayor polaridad, los ésteres exhiben una solubilidad variable con los LIs, en función de la naturaleza de los mismos.

Polaridad:

Los LIs son disolventes moderadamente polares. Su constante dieléctrica relativa (ϵ_r) se encuentra entre 8,8 y 15,2, disminuyendo este valor al aumentar la longitud alquílica.

A la hora de determinar la polaridad de los LIs debemos tener en cuenta la longitud de la cadena alquílica y la naturaleza del anión. Para un mismo anión, la polaridad del LI decrece al aumentar la longitud de la cadena. Pero puede ajustarse el valor de ϵ_r mediante cambios del catión y el anión.



Cuando se ha de seleccionar el LI como disolvente, el parámetro más empleado para definir el comportamiento disolvente-soluto es la polaridad.

Estructura de los LI puros en estado sólido:

En las imágenes 23 y 24, puede verse la estructura en estado sólido. Los LIs puros forman una red de cationes y aniones conectados por puentes de hidrógeno en la que cada anillo de imidazolio se encuentra rodeado por tres aniones y viceversa.

En la imagen 23, donde se tiene la estructura cristalina del hexafluorofosfato de 1,3-dimetilbenzilimidazolio, los octaedros representan los aniones de hexafluorofosfatos.

En la imagen 24, se tiene la estructura cristalina del tetrafluoroborato de 1-etil, 3-metilimidazolio. En a) se muestra el empaquetamiento molecular, y en b) la estructura estratificada de aniones y cationes.

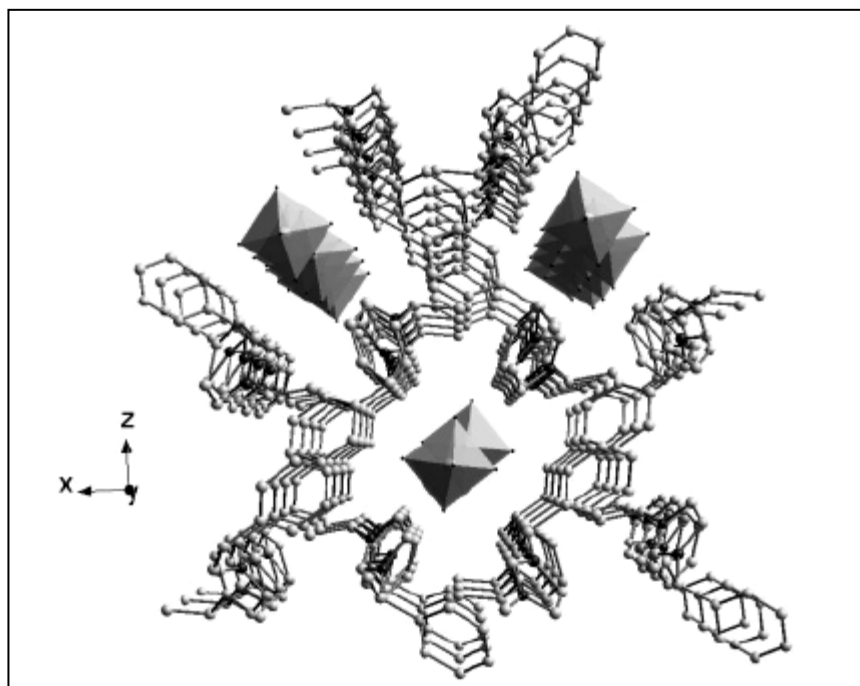


Imagen 23: Estructura cristalina del hexafluorofosfato de 1,3-dimetilbenzilimidazolio.

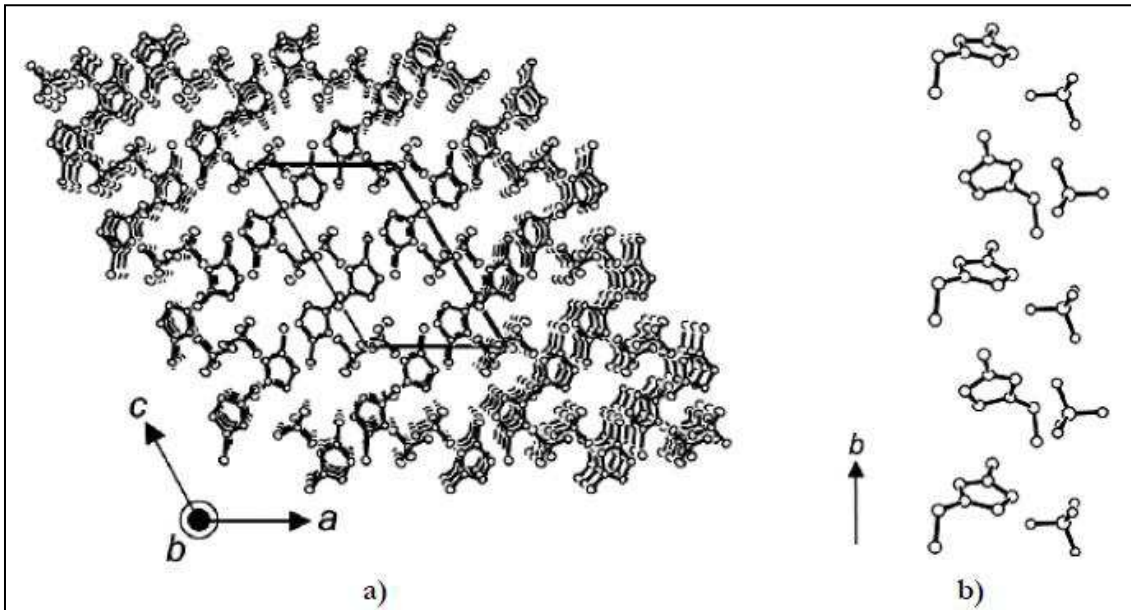


Imagen 24: Estructura cristalina del tetrafluoroborato de 1-etil, 3-metilimidazolio.

Estructura de los LI puros en estado líquido:

En la mayoría de los casos sólo se produce un aumento del 10-15% del volumen entre el estado cristalino y el estado líquido de los LIs, por lo que las distancias ión-ión o átomo-átomo son similares en ambos estados. Las similitudes entre la estructura de los LIs en estado sólido y líquido se mantienen como consecuencia de las fuerzas coulómbicas entre los cationes y aniones.

La estructura de los LIs puros en estado líquido se puede asimilar también a una red supramolecular polimérica, en la que cada anión está rodeado de tres cationes y viceversa, conectados por puentes de hidrógeno.

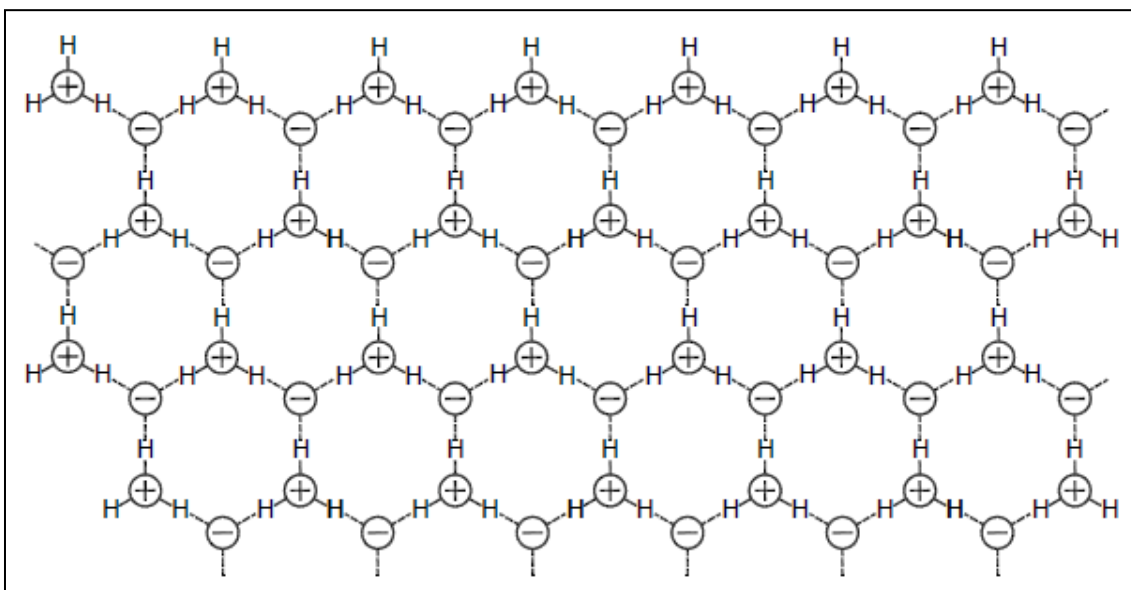


Imagen 25: Estructura supramolecular polimérica en estado líquido.



Estructura de los LI en disolución:

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

Debido a su naturaleza iónica y su composición orgánica, los Líquidos iónicos, son capaces de disolver compuestos orgánicos, compuestos inorgánicos e incluso, materiales poliméricos.

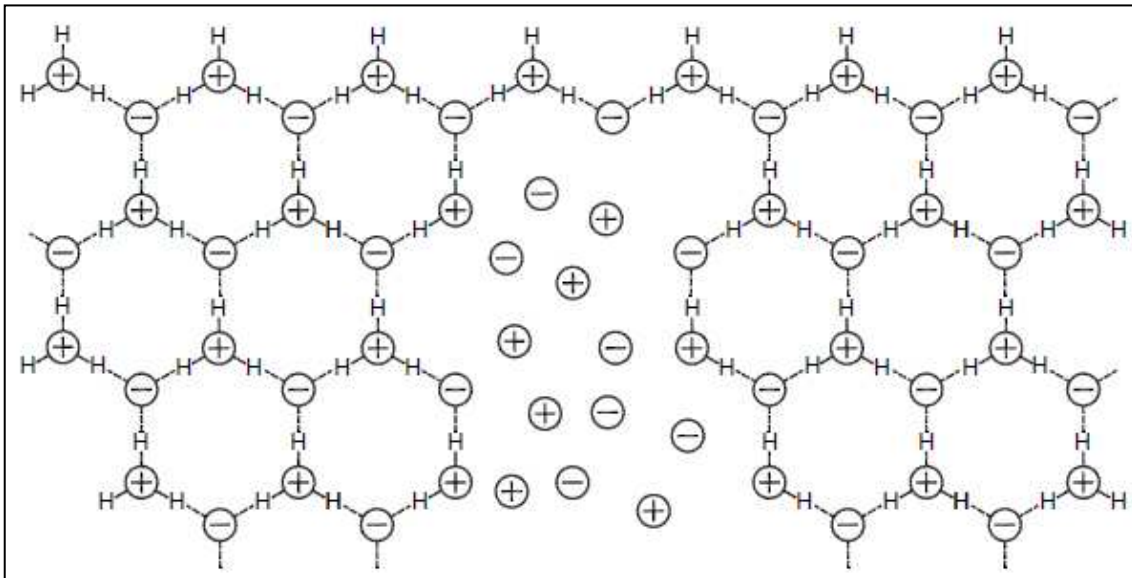


Imagen 26: Ordenamiento de los LIs en presencia de otras moléculas.

Influencia de la presencia de agua en líquidos iónicos en disolución:

Algunos líquidos iónicos son sensibles al agua, sufren modificaciones en su estructura o en su comportamiento, por lo que deben emplearse en ambientes secos.

Los LIs “húmedos” se consideran materiales nanoestructurados en regiones polares y no-polares. Las nanoestructuras permiten que las moléculas neutras queden en las regiones menos polares, mientras que la difusión de las especies iónicas se produce de forma rápida a través de las regiones polares o húmedas.

Por lo tanto, los LIs, cuando se mezclan con otras moléculas se deben considerar como materiales nanoestructurados en regiones polares y no polares, dejando de ser estructuras supramoleculares.

En disolución pueden observarse:

-Pares de hidrógeno.

-Pares de iones, agregados de tres iones o más, si están en disolución infinita en otras moléculas y conforme aumenta la concentración del LI.



En la imagen siguiente, pueden verse este tipo de asociaciones en un líquido iónico en disolución. Conforme aumenta la concentración, hay asociaciones de iones más grandes, en concreto, en esta figura, hasta tres.

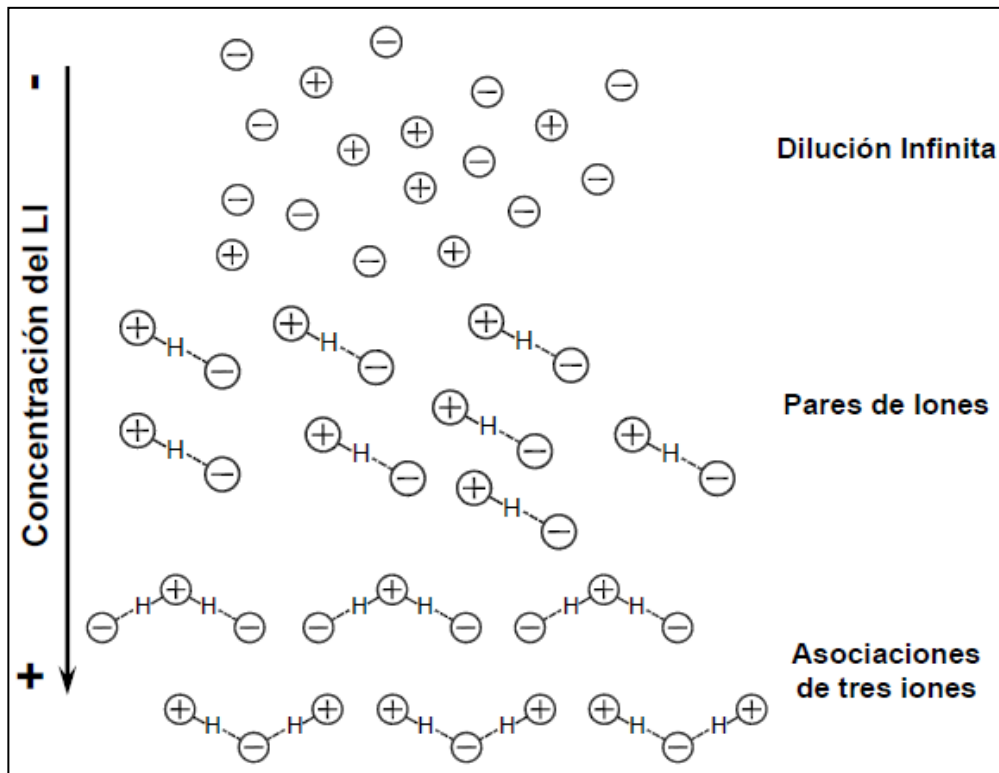


Imagen 27: LI en disolución.

1.6.4. LÍQUIDOS IÓNICOS PRÓTICOS FRENTE APRÓTICOS

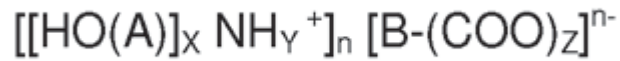
Los LIs pueden dividirse en dos grupos: líquidos iónicos apróticos y líquidos iónicos próticos (PILs).

En este proyecto, serán utilizados dos tipos de líquidos iónicos, uno prótico y otro aprótico, además del aceite comercial PAO6. Por ello, se pretende en este apartado, comentar la diferencia entre estos dos tipos de LIs.

Los líquidos iónicos próticos (PILs) se caracterizan en que no poseen haluros, azufre, fósforo, metales pesados y grupos orgánicos aromáticos. Este aspecto, es lo que los diferencia de los líquidos iónicos apróticos.

Los halógenos presentes en LIs apróticos provocan procesos de corrosión y tribocorrosión (los más usados son los derivados del catión imidazolio), y es la razón por la que se está incrementando la tendencia al uso de LIs próticos.

Los PILs presentan una forma del tipo:



Donde, A y B son cadenas hidrocarbonadas saturadas o insaturadas (12).

Experimentos en el departamento han mostrado un mejor comportamiento en tribología de tres LIs próticos respecto de dos LI apróticos, comparados a su vez con PAO6. Dichos experimentos han mostrado que los LIs interaccionan con las capas superficiales de cobre y además producen mejores resultados aquellos que forman capas adsorbidas y no provocan corrosión.

Se ha demostrado por el grupo de Investigación de Ingeniería de Materiales y Metalurgia de la Universidad Politécnica de Cartagena, la presencia de capas adsorbidas en la superficie de cobre tras utilizar como lubricante el LI prótico DAd que consiste en una sal de amonio.

En este proyecto, se van a utilizar el LI prótico DAd y el LI aprótico LP-106. Estos serán presentados en el capítulo 2 de esta memoria referente a los materiales utilizados.

Como antecedente del LP-106, utilizado en experimentos del laboratorio del departamento, utilizando Cu OFHC, se ha descubierto la formación de una capa superficial de fósforo y flúor en el cobre.

Esos estudios con DAd y LP-106, se realizaron con baja rugosidad y con motivo de comparación con otros lubricantes, así como también se pretendía realizar estudios de corrosión. En esta memoria se volverán a utilizar ambos LIs, pero esta vez utilizando una alta rugosidad y se comparará el comportamiento en tribología utilizando las dos microestructuras de cobre en juego, además de volver a realizar una comparación entre los tres lubricantes, donde se incluye al PAO6.

1.7. EFECTOS DE LA PRESIÓN Y TEMPERATURA EN LA ESTRUCTURA CRISTALINA DEL COBRE DE ALTA PUREZA

Normalmente se utilizan métodos como el extrusionado y similares, donde combinando presión y temperatura, lo que se pretende es refinar el tamaño de grano, pero esto ocurre con metales tales como el aluminio. Con el cobre se observa un comportamiento algo diferente, según los métodos que se sigan.



Además, las consecuencias de la combinación de temperatura y presión en metales, y sus respectivas aleaciones, en el tamaño de grano, no es algo que quede aún claro.

En este trabajo, tiene especial interés el cambio microestructural que se puede producir en el Cu OFHC, cuando se somete a las condiciones de presión y temperatura, de la prensa de montaje utilizada en el laboratorio para la elaboración de probetas mediante el método de compactación en caliente.

Las condiciones de la prensa o empastilladora serán las de 180°C y 0,4 MPa, durante además un tiempo de unos 20 minutos. Este proceso será detallado en el capítulo 2 relativo a métodos y materiales.

Se muestra a continuación, aquellos datos extraídos de la bibliografía científica, donde se han considerado aspectos de temperatura y presión en el cobre, a modo de tener una orientación de los posibles resultados que podemos obtener en nuestro experimento, así como poder contrastar lo que nos ocurra con lo que ha pasado antes en condiciones, que no siendo las mismas, han estado presentes de manera aislada, efectos de de presión o temperatura en el mismo material.

Sin embargo, cabe añadir, que las condiciones exactas de combinación de presión (aunque baja) y temperatura en el cobre, tal y como en este caso se tienen, no figuran redactadas en ningún informe previo, tratándose en este caso de un estudio exclusivo que podría presentar resultados diferentes a los que se esperarían, conforme a los apartados que se exponen a continuación.

1.7.1. EFECTOS DE LA TEMPERATURA EN LA ESTRUCTURA CRISTALINA DEL COBRE

Artículos científicos han expuesto la influencia que presenta la temperatura en la estructura cristalina del cobre.

Pese a que en casos como ocurre con el Aluminio puro, severas deformaciones plásticas (SPD), así como técnicas de torsión angular (ECAE) contribuyen a un refinamiento del tamaño de grano. No quedan claros estos efectos en los materiales, ya que incluso cuando se trata de aleaciones de aluminio o incluso cuando se trata de cobre, el comportamiento parece ser contrario.

En concreto se han realizado estudios mediante ECAE con cobre en los que se ha apreciado una recristalización de los granos del mismo a partir de una temperatura de 150°C. Además, como puede verse en la imagen 28, a partir de la temperatura de recristalización, conforme aumenta la temperatura de deformación, también aumenta el tamaño de los granos recristalizados (5).



Esa apreciación se ha realizado mediante un experimento con lingotes de cobre sometidos a extrusión angular en una prensa con dos canales de sección idéntica, cuadrada e intersectados 90° (5).

Puede apreciarse en las micrografías correspondientes a las imágenes 29 y 30, este agrandamiento del tamaño de grano a los 150°C .

Puede apreciarse en la imagen 28, como el aumento del tamaño de grano es considerablemente grande a los 200°C de temperatura en ese proceso ECAE.

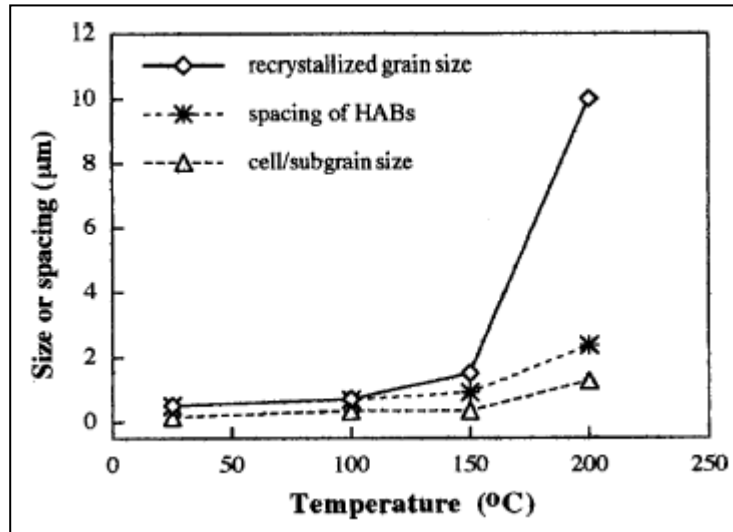


Imagen 28: Temperatura de recristalización del cobre. Influencia de la temperatura de deformación en el tamaño de grano.

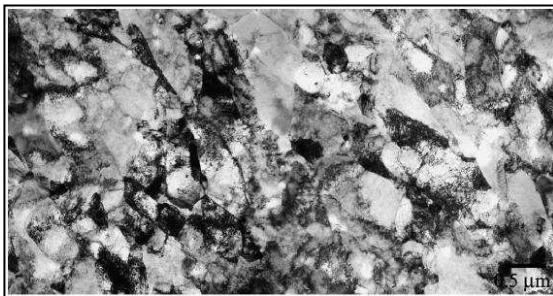


Imagen 29: Microestructura obtenida mediante extrusión angular en igual canal, ángulo entre canales de 90° . Temperatura: 100°C .

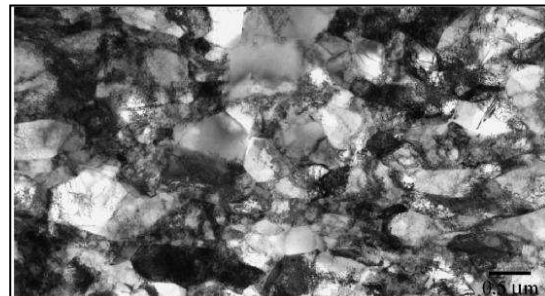


Imagen 30: Microestructura obtenida mediante extrusión angular en igual canal, ángulo entre canales de 90° . Temperatura: 150°C .

Estos resultados han sido obtenidos mediante un proceso diferente al que realmente se tiene en la investigación presente, por lo que estos valores serán contrastados con lo que realmente ocurra en la empastilladora, a modo de comparar si ocurre lo mismo en cuanto a que haya una recristalización, y si esa recristalización contribuye o no a una disminución en el tamaño de grano. Los cambios de microestructura podrán acarrear diferencias tanto de dureza como de comportamiento tribológico que también deberán ser estudiados.

La temperatura de 180°C de la prensa de montaje (que es la que se tendrá en este proyecto de investigación), es superior a la temperatura donde se conoce que el cobre presenta un alto índice de recristalización, tal como se ha visto en



la imagen 28, dicha recristalización es reconocidamente acusada a partir de 150°C, y algo más leve a partir de 100°C y hasta 150°C. Se estima que habrá por tanto recristalización.

¿Ocurrirá en nuestra empastilladora un agrandamiento del tamaño de grano o un refinamiento? ¿Habrá recristalización o no se producirá afectación alguna? Todos estos aspectos se irán viendo y comentando en los sucesivos capítulos de esta memoria.

1.7.2. EFECTOS DE LA PRESIÓN EN LA ESTRUCTURA CRISTALINA DEL COBRE

En esta apartado se expondrá un antecedente localizado en la bibliografía (6), de lo ocurrido en cobre de alta pureza (99,99%) cuando se le sometió a un caso concreto de compresión dinámica, las presiones que tenemos en el proceso de la empastilladora no son exactamente las mismas, debido a que la presión de la que se hablará en este apartado será notablemente mayor que la que realmente tendremos en la empastilladora, sin embargo, este estudio realizado por otros autores podrá valer a modo de esclarecer que nos ocurre en el caso concreto que nos atañe, a fin de poder explicar, que influye más si el efecto de la temperatura, o el efecto de la presión, en nuestro estudio.

Se ha comprobado, que la compresión dinámica con alto valor de presión puede contribuir a un refinamiento de grano.

En un caso concreto, utilizando muestras de cobre cilíndricas, a las que se les somete a presión mediante el impacto de un peso sobre ellas. La compresión dinámica con una elevada presión provoca la aparición de bandas en la microestructura del cobre, de ancho equivalente a la deformación habida en el material, de modo que a mayor deformación, menor ancho. Las celdas observadas dentro de las bandas son más pequeñas en tamaño que las encontradas fuera de ellas.

Conforme aumenta la presión se provoca la aparición de una segunda familia de micro-bandas que interseca con las primeras formando paralelogramos en las intersecciones. Dentro de dichos paralelogramos los granos que se forman son notablemente más pequeños ya que se habla del orden de nanovolúmenes.

Comprimiendo una muestra en el rango de $\phi = 0 - 0,38$, correspondiente a un rango de presión de $1,75 \cdot 10^2 - 2,7 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$. La imagen 31 muestra este cruce de bandas.

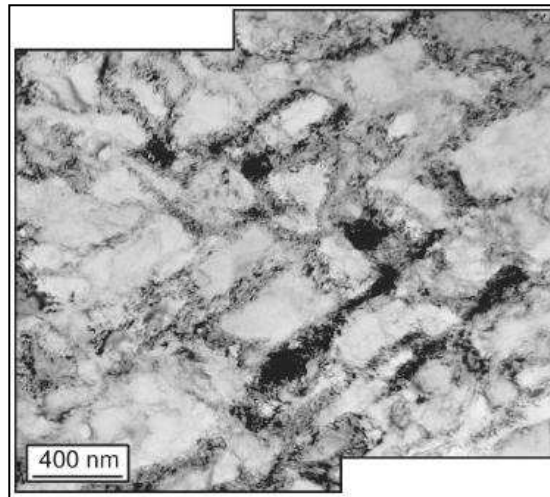


Imagen 31: Cruzamiento de micro-bandas, $\phi=0,38$.

La imagen 32, muestra un cuadro donde se indica entre otros aspectos, el tamaño de grano según el método seguido, cantidad de presión ejercida.

method, deformation size	large misorientation angles fraction, mean grain size [nm]
ECAP, $\phi = 12$	90 %, d = 210 nm [19]
CEC, $\phi = 14$	53 %, d = 200 nm [20]
HE, $\phi = 3.79$	80%, d = 225 nm [21]
dynamic compression by special laboratory hammer, $\phi = 0.38$	60% (present work)

Imagen 32: Tamaño de grano en función de la deformación habida en el proceso. Fuente (6).

En la imagen 33, puede verse un gráfico que muestra los anchos de las microbandas formadas en el cobre, en función de la deformación.

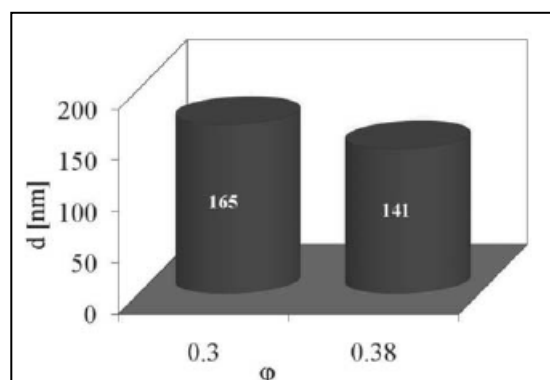


Imagen 33: Ancho de las microbandas (d) en función de la deformación (ϕ).

El proceso extraído de la bibliografía mencionada, indica que además la dureza en el material de cobre aumenta, debido a estos cambios en la microestructura. Este último aspecto se ve reflejado en la imagen 34.

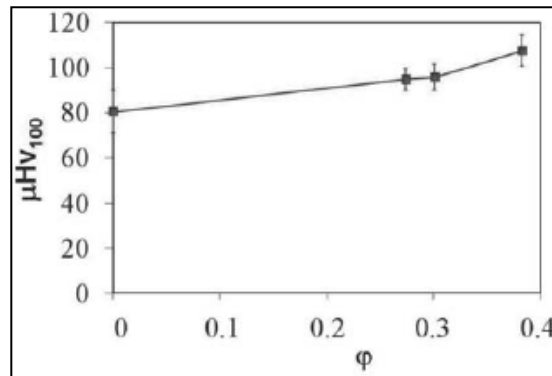


Imagen 34: Microdureza del cobre policristalino Cu99,99 en función de la deformación.

Este estudio, realizado en la investigación referente a la bibliografía (6), presentan unas presiones bastante mayores a las que se tienen en la empastilladora donde lo que hay es una presión de 0,4 MPa. Puede pensarse por tanto, que la influencia de la presión no sea tanta como la de la temperatura, que si es superior a la de recristalización del cobre comentada en el apartado 1.7.1. Sin embargo habida cuenta de la no similitud del proceso de empastillado, donde se encuentran combinadas presión y temperatura, posiblemente los resultados puedan ser o no distintos a estos que se van mostrando en las bibliografías encontradas. La exclusividad del proceso que realmente se tendrá en el empastillado, podrá ser por primera vez reflejado en este informe.

1.8. OBJETIVOS DE ESTE PROYECTO

En este proyecto de investigación se siguen cuatro objetivos principales, estos son:

1. En primer lugar, comprobar si existe afectación o no, al material de cobre (Cu OFHC), debido a las condiciones a las que se somete en la prensa de montaje, en el método de preparación de probetas mediante compactación en caliente. Se hablará de dos métodos, uno que prescinde del uso de la prensa, y otro que la utiliza.

La comparación de ambos métodos de preparación de probetas, se basará en una caracterización microestructural, estudiando los posibles cambios ocasionados en la estructura cristalina del material dentro de la prensa de montaje, y que podrán repercutir en el tamaño de grano, dureza y en el comportamiento tribológico del mismo. Realizándose para ello medidas y ensayos en ambos cobres.



La preparación de ambos tipos de probetas es posible mediante el uso de dos tipos de resinas para el material soporte de las mismas.

2. Realizar ensayos tribológicos, tanto en seco, como con lubricación. Estos ensayos de caracterización microestructural, permitirán la selección del tipo de probeta más adecuada para la realización de dichos ensayos, basándose en aquella en la que se produzca menor desgaste.
3. Comparar tres tipos de lubricantes, con cada tipo de microestructura. Estos lubricantes serán el lubricante sintético PAO6, y dos líquidos iónicos.

Los dos líquidos iónicos serán Adipato de di [bis-(2-hidroxietil)amonio] y Hexafluorofosfato de 1-hexil,4-metilimidazolio, denominados DAd y LP-106 respectivamente. El primero de carácter prótico y el segundo de carácter aprótico. El uso de estos dos lubricantes nos permitirá comparar por primera vez, a un líquido prótico con uno aprótico en tribología y con el mismo material de cobre, a alta rugosidad.

4. El cuarto objetivo de este proyecto, es averiguar qué método es más apropiado para la obtención de la tasa de desgaste en ensayos tribológicos en las estructuras de cobre objeto de estudio. Se compararán dos métodos, uno mediante una ecuación dada por la Norma ASTM G-99, y que es ampliamente utilizado, y un método establecido por los datos de volumen hueco y pico, medidos por un microperfilómetro de precisión.



2 MATERIALES Y MÉTODOS EXPERIMENTALES





2. MATERIALES, EQUIPOS Y MÉTODOS EXPERIMENTALES

En este capítulo se realizará una enumeración de los distintos materiales a emplear en los ensayos objeto de este proyecto, para que se tenga un conocimiento de los mismos. De igual modo se irá exponiendo la metodología a seguir en cada ensayo al tiempo que se van comentando los aparatos que forman parte de cada etapa.

En el apartado concerniente a los líquidos iónicos utilizados en este proyecto, se ha explicado la razón por la que se ha querido ensayar con ellos concretamente.

No figuran en este tema los resultados de mediciones, o imágenes asociadas a cada ensayo, simplemente la explicación de la metodología científica seguida de manera ordenada según cómo se ha decidido proceder en este trabajo, cada vez que se ha efectuado una toma de datos, o se ha requerido la realización de un ensayo.

Los resultados obtenidos para cada caso, así como la discusión de los mismos, figuran en el capítulo 3 de esta memoria “Capítulo 3: Discusión de resultados”.

2.1. MATERIALES

2.1.1. COBRE DE ALTA CONDUCTIVIDAD LIBRE DE OXÍGENO

El cobre utilizado para cada probeta así como para cada punzón, consiste en un cobre de alta conductividad libre de oxígeno (Cu OFHC), con una pureza superior al 99,95%.

Posee una estructura cristalina cúbica centrada en las caras con granos equiaxiales de unos $150\mu\text{m}^1$ (4).

Para el caso de las probetas, el cobre viene suministrado en láminas de 3,2mm de espesor, y para el caso de los punzones, este material viene suministrado en barras de 12,6 mm de diámetro. Ambos productos han sido proporcionados por el fabricante Goodfellow.

Posteriormente se verán dos modos de preparación de probetas de cobre, y pese a que se parte de la misma lámina para ambos casos, se estudiarán

¹ En el capítulo 3, se muestran los resultados de medición del tamaño medio de grano, que efectivamente corresponden a este orden de magnitud.



posibles diferencias en la microestructura de la misma, causadas por la diferencia del modo de preparación del conjunto lámina y base de la probeta.

En este apartado, se comentarán las propiedades y características del cobre tal y como nos lo suministran originalmente.

En el siguiente cuadro se muestran propiedades de interés del Cu OFHC, que salvo este valor de dureza, pueden encontrarse en la página del fabricante².

Características del Cu OFHC	
Composición química	
% peso Cu	99,95
Peso atómico (u.m.a)	63,546
Estructura cristalina	
C.C.C	
Propiedades mecánicas	
Coeficiente de Poisson	0,343
Módulo elástico (GPa)	129,8
Dureza Vickers (Kg/mm ²) ³	105
Propiedades físicas	
Densidad (Kg/m ³)	8960
Punto de Fusión (K)	1357,6
Punto de ebullición (K)	2840
Propiedades térmicas y eléctricas	
Entalpía de vaporización (KJ/Mol)	300,3
Entalpía de fusión (KJ/Mol)	13,05
Calor específico (W/(Kg·K))	380
Conductividad térmica (W/(m·K))	401
Conductividad eléctrica (m·Ω) ⁻¹	59,6·10 ⁶

2.1.2. LUBRICANTES

2.1.2.1. LUBRICANTE COMERCIAL

2.1.2.1.1. ACEITE LUBRICANTE SINTÉTICO POLIALFAOLEFINA

La polialfaolefina (PAO) es un tipo de aceite sintético derivado de polialfaolefinas, utilizado comercialmente, y que será comparado en este proyecto con otros lubricantes aún no conocidos en el mercado, que serán Líquidos Iónicos.

² www.goodfellow.com

³ Este valor de dureza se ha medido en el laboratorio, el método seguido figura explicado en el apartado para tal fin de esta memoria (2.2.2.3 y 3.1.1.).



Este aceite de diseño, se crea a partir de moléculas procedentes de aceite crudo y se caracteriza frente a otros aceites sintéticos como son los poliésteres, diésteres y poliglicoles, en su alto índice de viscosidad.

El PAO se caracteriza además por su baja volatilidad, buena fluidez a baja temperatura, alta estabilidad térmica y baja toxicidad.

Existe un amplio rango de PAO caracterizados por su diferente viscosidad. Así por ejemplo podemos encontrar PAO10 con una más alta viscosidad. La polialfaolefina que se utilizará en el laboratorio será Polialfaolefina 6 (PAO6), que es un tipo de PAO de baja viscosidad (5,6 - 6 cst) dentro de los diferentes PAOs.

A bajo se exponen algunas propiedades interesantes de este aceite.

Propiedades de interés del PAO6		
pH en estado puro	Conductividad eléctrica (mS/cm a 25°C)	Viscosidad (Pa·s a 25°C)
7,14	0	0,0485

Además de las propiedades mostradas en el cuadro anterior, resulta interesante ver cómo se comporta dicho lubricante frente a un análisis de termogravimetría. A continuación puede verse este aspecto.

2.1.2.1.1.1. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE PAO PURO

El análisis de termogravimetría (TGA) se ha realizado mediante un analizador Shimadzu TGA-50. Se ha colocado una muestra de 10 mg en la termobalanza y se ha realizado el ensayo en atmósfera de aire desde temperatura ambiente hasta temperatura de 600°C. La velocidad de calentamiento es de 10°C/min. El resultado es el siguiente (imagen 35):

En el eje de ordenadas puede verse el porcentaje en peso del aceite lubricante, el cual llegado a una temperatura entre los 220°C y los 250°C, experimenta una descomposición que propicia una pérdida considerable de peso. Ello indica un claro evaporamiento del PAO puro casi de manera total sin necesidad de llegar a la alta temperatura de 600°C. Puede decirse que se trata de un aceite muy voluble.

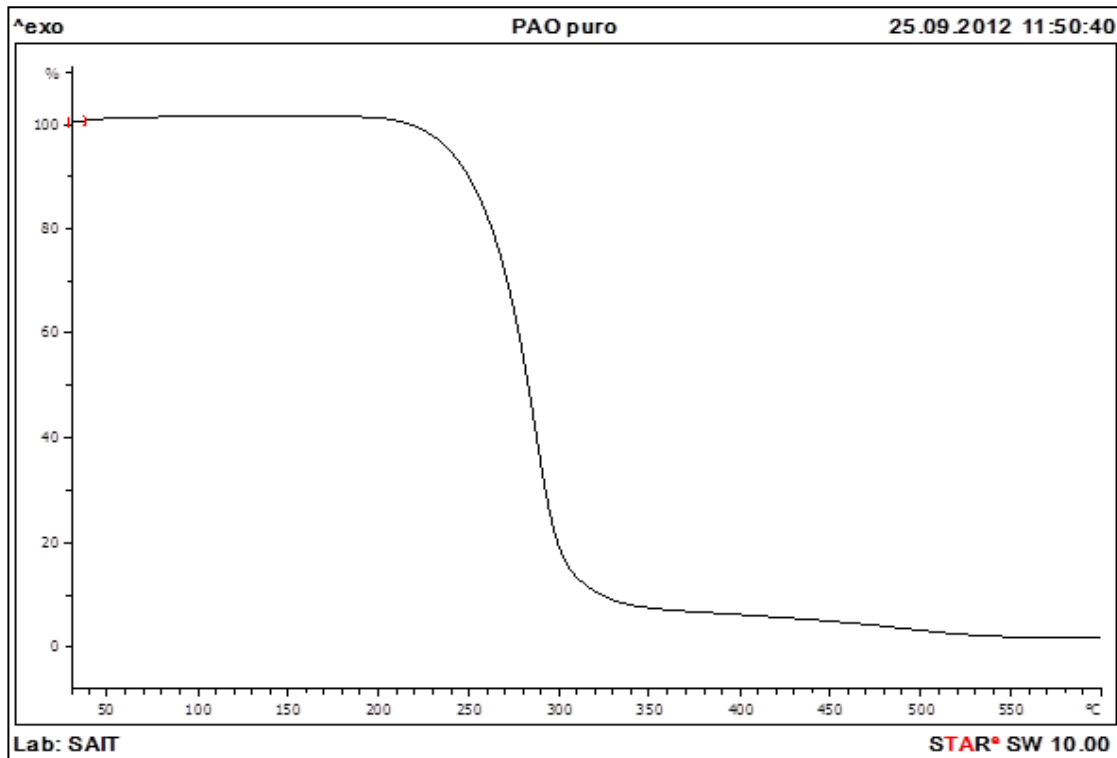


Imagen 35: Análisis TGA para PAO puro, atmósfera de aire estático

2.1.2.1.1.2. ESPECTRO INFRARROJO DE PAO PURO

El espectro de infrarrojos se ha registrado con un espectrofotómetro Nicolet Magna FT-550 que se controla mediante el software Omnic 2.1 desde un ordenador.

Sin pretender realizar una mayor extensión en este tema, se muestra a continuación, el espectro de infrarrojos para el PAO puro.

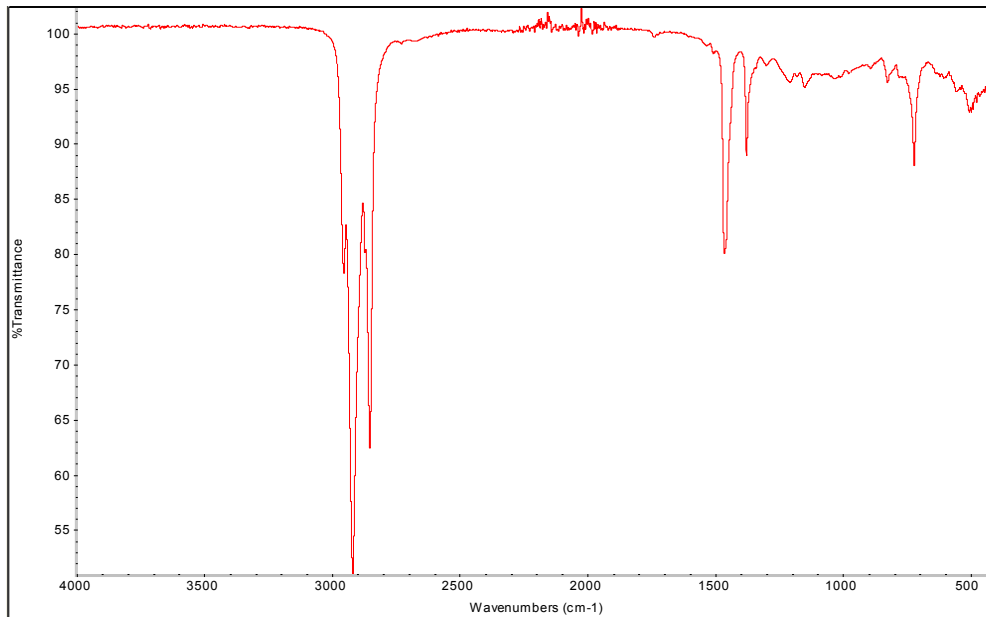


Imagen 36: Espectro de infrarrojos para PAO puro.

2.1.2.2 LÍQUIDOS IÓNICOS

2.1.2.2.1. ELECCIÓN DE LOS LI UTILIZADOS EN ESTE PROYECTO

En este proyecto se utilizan dos tipos de líquidos iónicos, que son seleccionados de entre tres tipos, en función de cuál de ellos tiene un mejor comportamiento en unos ensayos previos realizados de tribología. Se considera un mejor comportamiento en tribología, en este proyecto, a aquel caso en el que el desgaste producido sea menor.

Esos ensayos tribológicos previos (17) consisten en la utilización de los líquidos iónicos: DAd, DSa, LP-106, en probetas cuyas rugosidades oscilan entre 0,06 y 0,08. Se comparan estos líquidos iónicos, dando un mejor resultado DAd y LP-106, como lubricantes.

Estos ensayos justifican que hayan sido esos dos lubricantes, el DAd y el LP-106, los usados y que no se haya ensayado con DSa. Sin embargo hay que decir, que es la primera vez que se ha decidido realizar ensayos de tribología usando LP-106 sobre cobre.

Cabe añadir que el hecho de que LP-106 y DAd sean mejores lubricantes que DSa se obtiene de considerar un cálculo de volumen de desgaste mediante el método del volumen Agujero–Pico del que también se hablará en esta memoria. El desgaste es menor en LP-106, frente a DAd y DSa, siendo mayor en este último. El resultado de volúmenes de desgaste, se obtiene diferente si el cálculo se realiza mediante el método de la Norma ASTM-G99, sin embargo, este último método, que será estudiado igualmente en esta memoria se considera a priori, menos exacto.



El interés del hexafluorofosfato de 1-hexil, 3-metilimidazolio (LP-106), como lubricante, se debe a que estudios previos realizados en el departamento (17), dónde se pretende estudiar la producción o no de corrosión en el cobre, determinan que el LP-106, interacciona fuertemente con él, pero ¿es corrosión lo que produce?

La interacción que se produce entre el cobre y el LP-106 dista de parecer corrosión, resultando más bien una adsorción de LP-106 en la capa de cobre.

Del análisis XPS y EDX se observó una clara diferencia entre la zona expuesta al LI y la no expuesta al mismo. De manera que en la zona donde se colocó LP-106 y luego se limpió para la realización del análisis de composición, aparecen no sólo óxidos, si no también flúor y fósforo, hay unos oxígenos que más que ser un óxido formado en el Cu, podrían ser del mismo LI. Esto da un indicio de que más que productos de corrosión, lo que se muestra al microscopio sea más bien perteneciente al propio líquido iónico, de manera que haya interactuado con el cobre donde hacía contacto superficial.

Sólo es posible analizar mediante XPS la capa superficial en el orden de nanómetros por lo que no pueden realizarse comentarios seguros de lo que haya podido suceder en zonas más profundas de la superficie (tipo de compuesto formado, profundidad de la interacción, etc). Lo que sí parece claro es que no se trata de corrosión, si no de otro tipo de interacción que origina una capa que probablemente sea protectora, ello explicaría el buen comportamiento a desgaste y de ahí el interés en seguir realizando pruebas con él con otras rugosidades.

Los ensayos tribológicos con esas probetas a baja rugosidad (17) usando LP-106 como lubricante, corroboran el hecho de que no haya corrosión, ya que hay un comportamiento más o menos uniforme en la fricción obtenida del ensayo, en una zona donde se estabiliza. Además dichos ensayos en comparación con otros en los que se ha empleado DAd y DSA también como lubricantes, denotan una buena conducta al desgaste con LP-106. ¿Será esa capa de LI, LP-106, resultado de una adsorción en la superficie de la lámina de cobre, una capa protectora frente al desgaste? He ahí otro objeto de estudio.

Se tiene interés pues, en usar LP-106 en este proyecto y comparar su conducta no sólo con los lubricantes PAO6 y DAd, si no también cómo se comporta con ambas microestructuras de cobre en estudio.

2.1.2.2.2. LÍQUIDO IÓNICO DAd

Propiedades de interés del DAd		
pH en estado puro	Conductividad eléctrica (S)	Viscosidad (Pa·s)
7,96	$224,8 \cdot 10^{-6}$	1,51

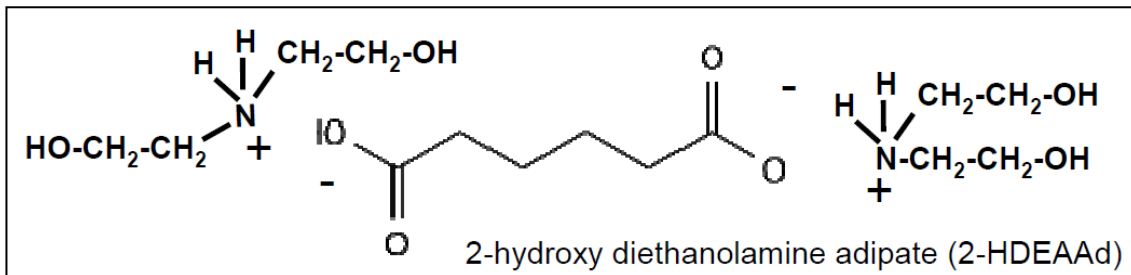


Imagen 37: Estructura molecular del DAd.

Se trata del 2-hydroxy diethanolamine adipate, (2-HDEAAAd), y será nombrado a lo largo de esta memoria como DAd.

Como ya se expuso en el capítulo 1, apartado 1.6.4., este líquido iónico es de carácter prótico.

Como puede verse en la imagen 37 relativa a la molécula del LI DAd, se trata de una estructura alargada. Cuando se coloca el lubricante sobre la superficie del metal, los iones quedan en el lado de la superficie, y entre cada cadena, disponiéndose dicha molécula en posición vertical. Esto induce a pensar que cuanto más larga sea la cadena del lubricante, más alejadas quedarán las superficies que se estudien en contacto, debido a que el lubricante establecerá una separación, en cierto modo, de ambas.

2.1.2.2.1. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE DAd

El equipo utilizado y el procedimiento para la obtención de la curva que se muestra a continuación es el mismo que se expuso para el caso del PAO.

Observando dicha curva (imagen 38), puede verse un comienzo de pérdida de peso en DAd desde los 30 °C. Esa pérdida de peso no es tan brusca como ocurría con PAO, puede atribuirse a pérdida de agua. A partir de los 140°C, aproximadamente, donde se tiene un peso del lubricante del 90%, comienza otra pendiente, puede verse una pendiente que acaba en los 600°C, temperatura a la cual ya se ha volatilizado todo el lubricante.

En ningún caso ninguna de las pendientes presentes en este gráfico es tan brusca a la que presenta el gráfico de PAO puro. La segunda pendiente, más grande, que va desde los 140°C hasta los 600°C, en realidad presenta como varios tramos. Dichos tramos pueden deberse a la formación de diferentes compuestos en el LI a lo largo de las distintas temperaturas, de modo que en un momento dado, dicho compuesto en cuestión se volatiliza, y así sucesivamente con los otros que se vayan formando. No hay que olvidar, que se está en contacto con aire, y pueden ocurrir reacciones que provoquen esa pérdida de peso.



Si se establece una comparación de la volatilidad del LI DAd frente al PAO, cabe decir que PAO puro es mucho más volátil, consumiéndose casi en su totalidad a los 300°C mientras que DAd a esa misma temperatura de 300°C estaría a un 50% de su peso y seguiría con la misma pendiente con la que empezó a volatilizarse a los 140°C, hasta los 600°C donde ya se evapora en su totalidad.

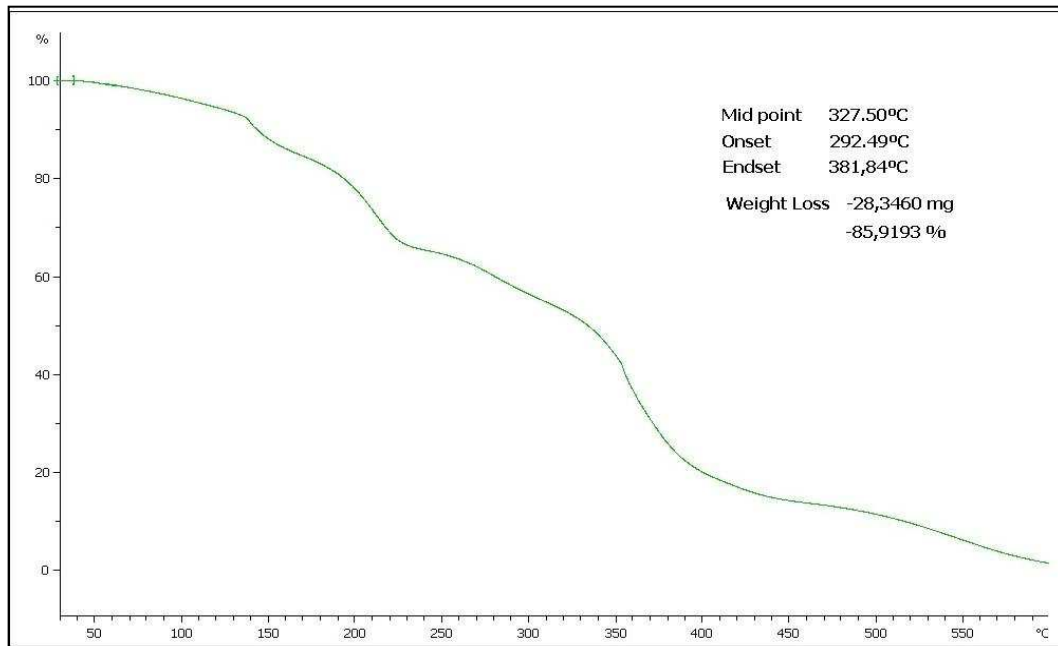


Imagen 38: Análisis TGA de DAd en atmósfera de aire estático.

2.1.2.2.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS PARA DAd

De igual modo que se hizo para el PAO, se muestra a continuación el espectro de infrarrojos correspondiente al Líquido iónico DAd.

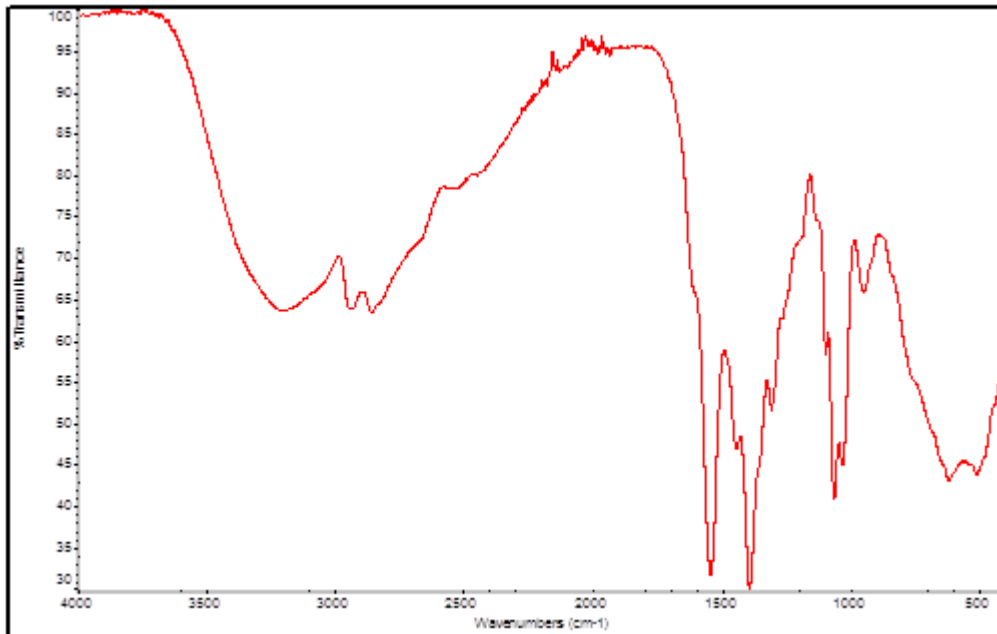


Imagen 39: Espectroscopía de infrarrojos para DAd.

2.1.2.2.3. LÍQUIDO IÓNICO LP-106

Se trata del hexafluorofosfato de 1-hexil, 3-metilimidazolio, un líquido iónico de cadena larga que posee flúor y fósforo en su anión, esto indica que se trata de un líquido iónico aprótico tal y como se comentó en el capítulo 1 (apartado 1.6.4.). A lo largo del informe será llamado LP-106.

La siguiente imagen muestra la estructura molecular de este LI, que como puede verse es cíclica.

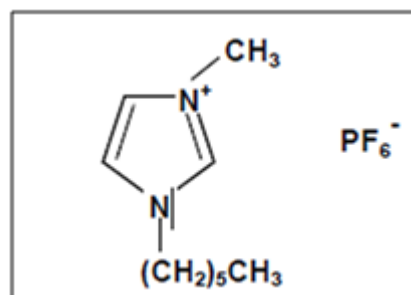


Imagen 35: Molécula de LP-106

Estos anillos pertenecientes a las moléculas, se distribuyen uniformemente en la superficie del metal cuando se deposita el LI sobre ellos, en este caso, no puede hacerse la apreciación de lo que podría pasar o no según la largura de la cadena, ya que en este caso, no es una cadena, sino un anillo. Si que se puede sin embargo pensar que probablemente este LI aún siendo bueno, lubrique peor que el DAd, debido a que el DAd en posición vertical es más largo.



Resulta pues muy interesante comprobar, diferencias entre el LI DAd y el LI LP-106, sus diferentes estructuras moleculares pueden influir en los resultados tribológicos.

Propiedades de interés del LP-106 son:

Propiedades de interés del LP-106		
pH en estado puro ⁴	Conductividad eléctrica (S a 21,3°C) ⁵	Viscosidad (Pa·s)
7,93	$590 \cdot 10^{-6}$	0,33

2.1.2.2.3.1. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE LP-106

En este caso, puede observarse (imagen 40) que la pendiente más brusca de pérdida de lubricante se obtiene a partir de los 320°C aproximadamente. Previamente, a los 180°C hay una pérdida menos apreciable de material, que puede deberse, bien a agua presente en el LI, bien a algún compuesto que se vaya formando en el mismo a consecuencia de la alta temperatura y que se vaya volatilizando antes que el resto. A partir de los 400°C la pendiente es también menos apreciable quedando a los 600°C una cantidad de lubricante equivalente al 21,4% aproximadamente respecto del que había inicialmente.

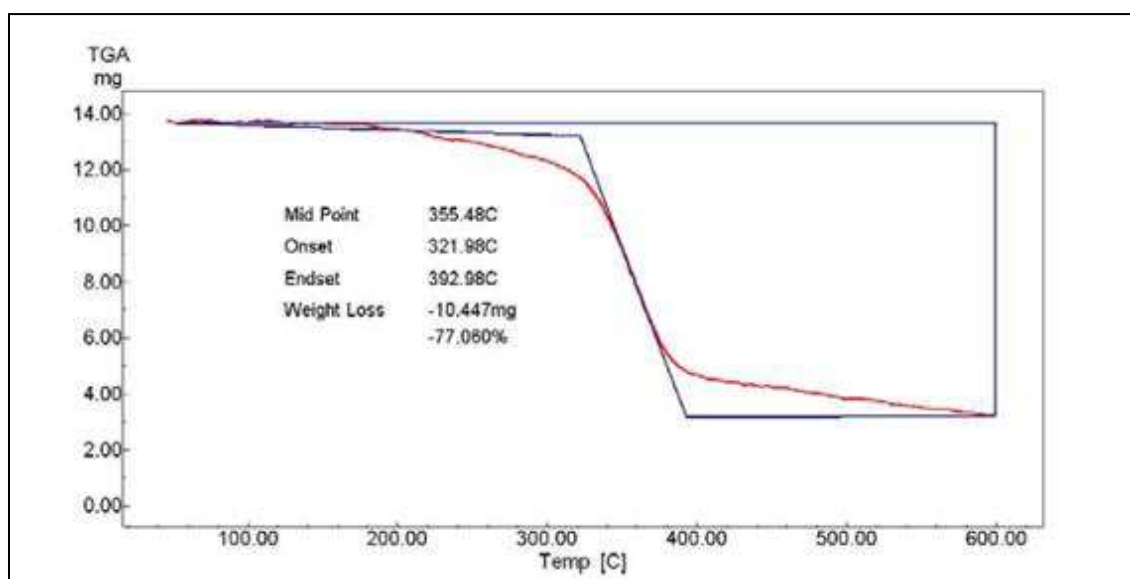


Imagen 40: Análisis TGA para LP-106, en atmósfera de aire estático.

Este líquido iónico, a diferencia del DAd, presenta una volatilidad más brusca a partir de los 300°C, que compensa el no haberse volatilizado apenas antes de esa temperatura. A modo general, resiste mejor a los 600°C por el hecho de no haberse volatilizado totalmente. Sin embargo si consideramos la temperatura

⁴ La medida del pH se ha realizado en el laboratorio mediante el uso de un PHmetro de la casa EUTECH INSTRUMENTS, modelo PH 600.

⁵ La medida de la conductividad eléctrica se ha realizado en el laboratorio mediante el uso de un conductímetro de la casa EUTECH INSTRUMENTS, modelo COND 600.



de 300°C, tendríamos más cantidad de LP-106 que de DAd. Según la aplicación habría que ver cual interesa más de los dos.

Si se compara a LP-106 con PAO puro, es obvio que el primero presenta un mejor comportamiento a la temperatura, ya que se comienza a desintegrar a una temperatura en la que el PAO ya se ha consumido por completo.

Todos los ensayos tribológicos que tienen cabida en este proyecto, se desarrollaran en ambiente de laboratorio, siendo pues, la temperatura ambiente la tenida en todo momento. No se tendrá pues preocupación de una volatilidad del lubricante, al menos durante los ensayos.

2.1.2.2.3.2. ESPECTRO DE INFRARROJOS DE LP-106

Por último, y al igual que se hizo con los otros lubricantes, se finaliza la presentación de las propiedades del LP-106, mostrando su espectro de infrarrojos.

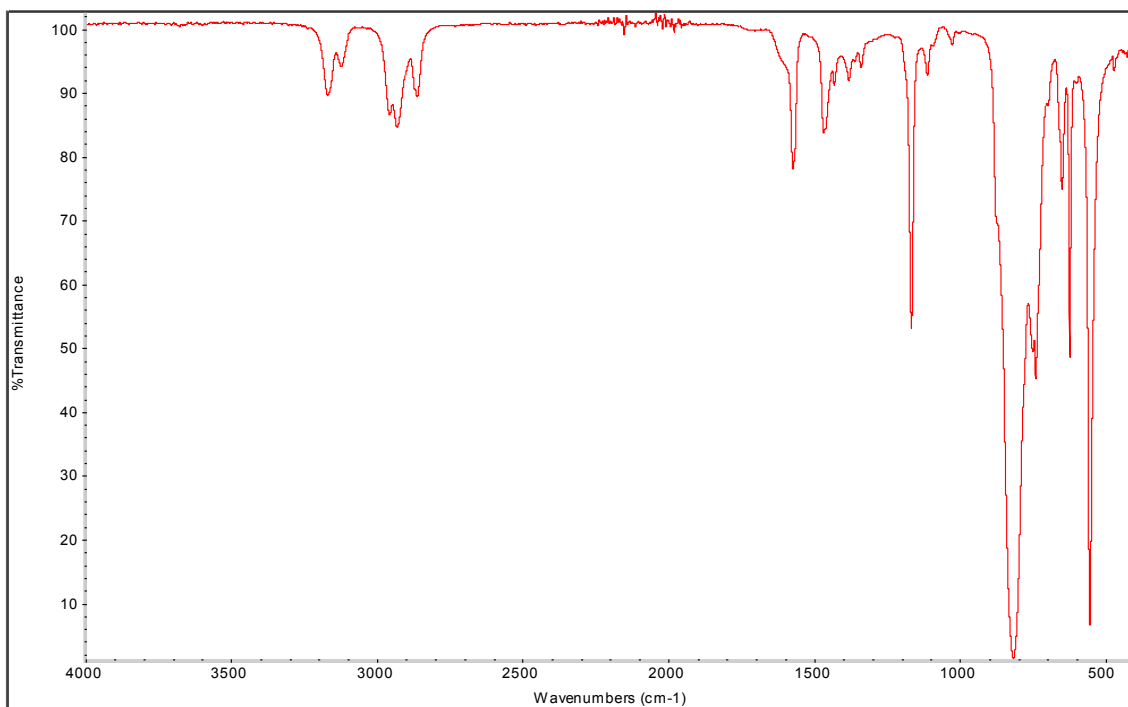


Imagen 41: Espectro de infrarrojo para LP-106.



2.2. MÉTODOS EXPERIMENTALES

2.2.1 ELABORACIÓN DE PROBETAS: EQUIPOS Y MÉTODOS

2.2.1.1. PREPARATORIA DE PROBETAS

Se detalla a continuación el proceso a seguir para el preparado de las probetas que serán requeridas en los ensayos de este proyecto.

Como se verá a lo largo de esta memoria, se requerirá la elaboración de dos tipos particulares de probetas elaboradas a partir del mismo material de cobre, pero que se caracterizan por poseer un material de soporte distinto debido a una utilización de distintas poliamidas. Dichos modos de preparación se denominarán: Preparación de probeta mediante compactación en caliente y Preparación de probeta en frío. Las diferencias que esto último puede acarrear en el cobre final a utilizar en cada ensayo será estudiado, de modo que en apartados posteriores se establecerá una comparación sobre cuál de los dos modos de preparación resulta más conveniente para el tipo de ensayos al que nos vamos a enfrentar.

En primer lugar se indican los materiales a emplear, en segundo lugar los aparatos que se requerirán, y finalmente el procedimiento a seguir.

Materiales a emplear:

- Lamina de cobre de alta conductividad y libre de oxígeno, con una pureza superior al 99,95%. Tipo OFHC. El espesor de la lámina es de 3,2mm.
- Material de soporte de la probeta:
Para las probetas elaboradas mediante compactación en caliente se utilizará una poliamida termoplástica en polvo.

Para las probetas elaboradas en frío se utilizará una resina y un líquido endurecedor de la misma. La resina será VariDur 10, de tipo acrílica y basada en metacrilato. El endurecedor consistirá en un ácido metacrílico monoéster propano, 1-2 diol.

Aparatos a emplear:

- Cortadora (abrasive cutter), de la marca Buehler Metaserv.
- Micrómetro.
- Pulidora metalográfica.



- Prensa de montaje: Este aparato sólo se requiere para la elaboración de probetas mediante compactación en caliente.
- Molde: Se requerirá exclusivamente para la elaboración de probetas en frío.

Procedimiento:

- Mediante la cortadora y a partir de la lámina facilitada, se cortan muestras de cobre de 25x25mm. Las medidas se toman con ayuda de un micrómetro.

Las dimensiones de las muestras de cobre se han elegido de modo que sean aptas para los posteriores ensayos tribológicos.

- Mediante la pulidora, usando un plato de 400 para “No féreos blandos” número de desbaste 400, se perfecciona la geometría de las muestras de cobre recién salidas de la cortadora, con el objetivo de eliminar rebabas producidas por el corte.

El número 400 del plato significa gramos de abrasivo por pulgada cuadrada. La elección del número, se realiza en función del tipo de pulido que se requiera. Cuando se exponga el proceso de pulido de las probetas, dónde se requerirán cinco números distintos de platos, se verá mejor este aspecto.

- El siguiente proceso de preparación varía en función de si se trata de una probeta elaborada mediante compactación en una prensa de montaje, o si se trata de una probeta elaborada en frío.

Elaboración de probeta mediante compactación en caliente:

- Se toman 11,63 g aproximadamente de poliamida termoplástica en polvo. La razón de elegir este tipo de poliamida se debe a que una cantidad mayor puede dificultar tareas posteriores, como la colocación del punzón para la realización del ensayo tribológico.
- Se coloca la muestra de cobre lo más centrada posible en la ubicación que tiene la prensa de montaje.
- Se vierten los 11,63 g de poliamida termoplástica en polvo sobre la muestra de cobre en la misma ubicación donde se ha centrado.



- Se codifican las condiciones de trabajo de la prensa de montaje que son 0,4 MPa y 180°C.
- Se pone en funcionamiento la prensa de montaje, apareciendo en su pantalla la palabra “running cycle” y se espera a que acabe. Una vez finalizado este proceso aparece en la pantalla la palabra “cooling” que indica que comienza el enfriamiento de la probeta. Dicho enfriamiento es ayudado con un circuito de agua diseñado a tal fin. No obstante, es posible ayudarse de aire a presión para agilizar dicho enfriado y poder tener lista antes la probeta.

Este proceso tiene una duración de unos 20 minutos que son en su totalidad el tiempo de 180°C y 0,4 MPa, ya que el enfriamiento tiene una duración bastante menor.

- Finalmente, una vez obtenida la probeta de la prensa de montaje, puede volver a usarse la pulidora para redondear los contornos de la misma y eliminar rebabas. En esta ocasión las rebabas son de poliamida.

Elaboración de probeta en frío:

- Se coloca la muestra de cobre, previamente cortada y sin rebabas, en el centro del molde cuya geometría es la que queremos obtener.
- En un recipiente, se coloca una proporción de resina en polvo y endurecedor, que mezclándolos, forman una sustancia pastosa.
- Se vierte la mezcla anterior en el molde donde tenemos la muestra de cobre de 25x25mm, situada en el centro de su base.
- Se espera a que enfríe, y una vez frío se desprende del molde quedando la probeta.

Este proceso tiene una duración de unos 10 minutos, y es en su totalidad a temperatura ambiente.

- Finalmente, para tener la probeta totalmente preparada, es preciso pulirla hasta el nivel de rugosidad que se requiera.

A continuación se expone el procedimiento hasta pulido final, que es el más completo, y de requerirse una rugosidad mayor, simplemente hay que dejar de pulir cuando se llegue al plato de desbaste correspondiente.



2.2.1.2. PULIDO DE PROBETAS

En este proceso se deberá disponer de los platos con los siguientes números de desbaste: 600, 1200, 2500, plato de pre-pulido y plato de pulido final. Cuanto mayor sea el número de desbaste del plato, menor será la rugosidad obtenida en la probeta. Dichos platos se irán utilizando de manera consecutiva del siguiente modo:

- En primer lugar, se coloca en la pulidora el plato de desbaste 600, y se pone en marcha indicando la velocidad de giro, al tiempo que se enciende el grifo asociado a la misma. El objetivo de mantener el grifo abierto mientras gira la pulidora, es procurar que el plato vaya limpiándose de los restos que ocasiona la operación de pulido.
- Se coloca la probeta sobre la superficie del plato apoyando por el lado donde el cobre queda al descubierto, puesto que es la muestra de cobre lo que se pretende pulir, y cada cierta cantidad de segundos, 10 aproximadamente, vamos cambiando la posición de la probeta unos 180°.
- Posteriormente se cambia el plato de desbaste 600 por el plato de desbaste 1200, se coloca la probeta sobre el mismo girada 90° respecto de cómo estaba en el plato anterior. Se mantiene la probeta apoyada unos segundos, al igual que antes en esa dirección, y se gira posteriormente 180° respecto esa dirección, manteniéndola el mismo tiempo, al igual que se hizo con el plato anterior. El grifo ha de estar abierto y la velocidad ha de ser la misma que antes⁶.

Es importante remarcar, que cuando se está en el mismo plato, el giro de la probeta sea de 180°, y cuando se cambia de plato, el giro sea de 90°, para un correcto pulido. Además, es importante lavar la probeta cada vez que se vaya a cambiar de plato, para evitar la contaminación de los mismos, con las partículas arrancadas por el de inferior desbaste.

- Posteriormente, se cambia el plato de desbaste 1200 por el de desbaste 2500 y se procede igual que con los platos anteriores.
- A continuación se procede a cambiar el plato de 2500 por el de pre-pulido. Con este plato, la probeta ha de estar especialmente limpia, y sobre él ha de verterse un líquido especialmente preparado para pre-pulido, que es el que contiene las partículas erosivas. El agua que salga por el grifo ha de ser mínima para evitar que dichas partículas depositadas en el plato, se eliminen. Además puede usarse una

⁶ La velocidad utilizada en este proyecto ha oscilado entre 200 y 300 r.p.m.



disolución de acético puro en agua, que echada sobre la superficie de la probeta, provoca un pulido químico en el cobre, ayudando en el proceso y mejorando el aspecto final de “espejo”. Es importante cortar dicha reacción en agua, acabado el pulido. La colocación de la probeta sobre este plato es distinta ya que si bien debe apoyarse como antes, ahora se deben ir realizando giros sobre la misma al tiempo que se pule.

Las partículas erosivas del líquido especial de pre-pulido tienen un tamaño de $1\mu\text{m}$.

Conforme se va puliendo en este plato se va comprobando como la superficie de la probeta va quedando similar a un espejo.

- Por último se utiliza el plato de pulido final. Con este tipo de plato se procede al igual que con el anterior, limpiando y proporcionando el mismo líquido de acético sobre la probeta. Se requiere un líquido especial de pulido final sobre el plato y una abertura mínima del grifo de agua mientras se va puliendo. La probeta ha de ir girando sobre ella misma del mismo modo que se hizo antes con el plato de pre-pulido.

Las partículas erosivas del líquido especial para pulido final tienen un tamaño de $0,25\mu\text{m}$.

- Finalmente la probeta está lista cuando su superficie se asemeje a un espejo.
- Una vez conseguido el pulido final, se lava con agua, se le aplica etanol, y se seca mediante aire a presión o con un secador. La utilización de etanol ayuda a evitar restos de agua en el cobre.
- La rugosidad conseguida se comprueba mediante el rugosímetro PL100. Este aparato va vinculado a un programa denominado rt-150, mediante el cual se dan las indicaciones oportunas para la medida de la rugosidad.

Este aparato trabaja realizando un recorrido sobre el material y sacando la media de rugosidad en el recorrido realizado. En nuestro caso se programará para que el recorrido de cada medida sea de $4,8\text{mm}$. En pantalla, una vez ha efectuado la medida, aparecen entre otros, los valores de Rugosidad media (R_a) y rugosidad máxima (R_t), para cada probeta se efectuará más de una medida de R_a y R_t para efectuar medias y desviaciones típicas.



La probeta estará totalmente preparada, una vez se ha comprobado, mediante el rugosímetro, que efectivamente, la rugosidad obtenida es la deseada. A partir de ahí, estará lista para realizar sobre ella ensayos con el tribómetro.

Todo este proceso se ha de seguir para cada una de las probetas que se necesiten en los ensayos.

A continuación se presentan imágenes en referencia a los procesos antes mencionados:



Imagen 42: Lámina de cobre de 3,2mm de espesor.



Imagen 43: Cortadora.

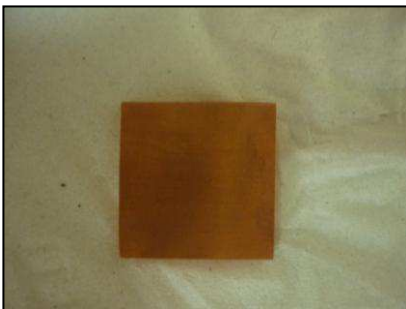


Imagen 44: Muestra de cobre 25x25mm.



Imagen 45: Utensilios de manejo de la poliamida termoplástica.

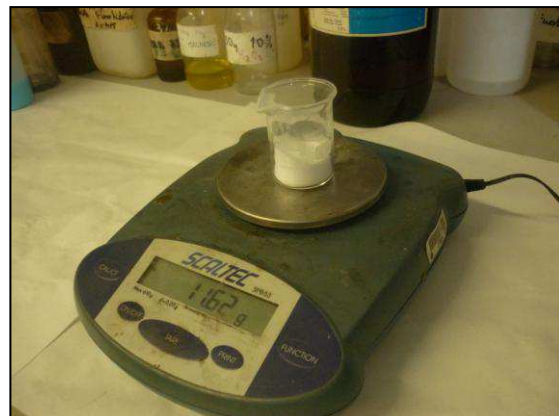


Imagen 46: 11,63 g de poliamida termoplástica.



Imagen 47: Prensa de montaje.

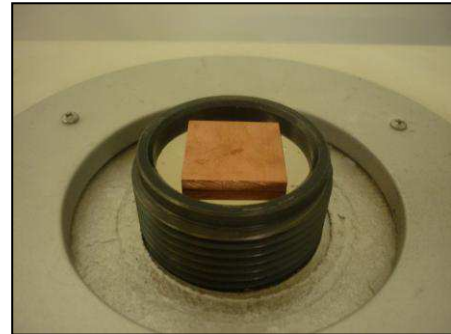


Imagen 48: Colocación de la muestra de cobre en la ubicación de la prensa de montaje.



Imagen 49: Vertido de la poliamida termoplástica en la prensa de montaje.

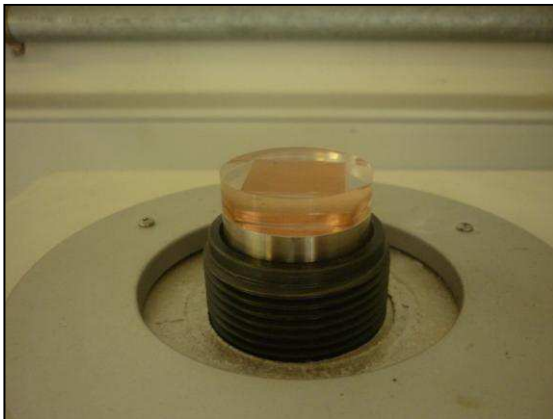


Imagen 50: Salida de la probeta de la prensa de montaje.

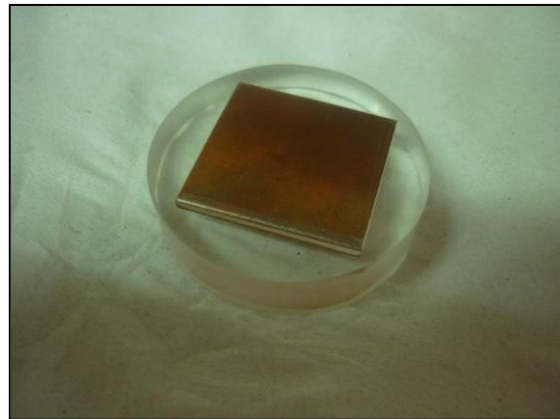


Imagen 51: Probeta recién salida de la prensa de montaje.

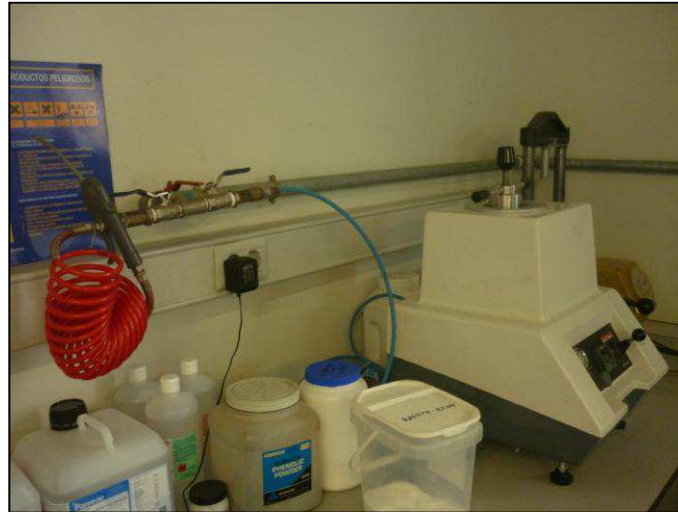


Imagen 52: Conjunto prensa de montaje y aire a presión.

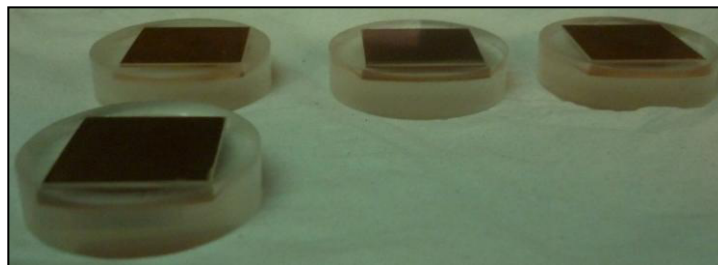


Imagen 53: Varias probetas obtenidas en la prensa de montaje.

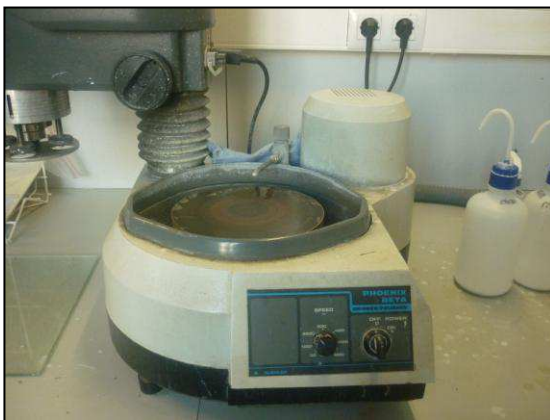


Imagen 54: Pulidora metalográfica.



Imagen 55: Diversos platos para la pulidora.

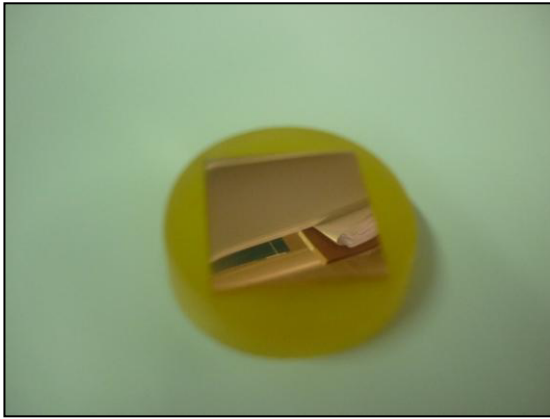


Imagen 56: Probeta en frío pulida hasta pulido final. Resultado final similar a un espejo.



Imagen 57: Rugosímetro.

2.2.2. COMPARATIVA DE DOS MÉTODOS DE PREPARACIÓN DE PROBETAS: PROBETA ELABORADA EN FRÍO Y PROBETA ELABORADA POR COMPACTACIÓN EN CALIENTE

Como ha quedado indicado previamente, el primer objetivo del presente proyecto, es comprobar la afectación al material de cobre de las condiciones a las que se somete en la máquina de compactación o empastilladora. Dichas condiciones de 0,4 MPa y 180 °C, podrían afectar o no significativamente a la estructura cristalina del material objeto de estudio, y podría significar cambios en el comportamiento tribológico del mismo.

Además de un cambio en la estructura cristalina, es de interés realizar mediciones de durezas en el cobre sometido a las condiciones del empastillado (Cu compactado), frente al cobre no sometido a las mismas (Cu OFHC). Este posible cambio en la dureza, puede estar relacionado o no con el cambio microestructural del cobre y en cualquier caso, podría suponer cambios en el comportamiento frente a fricción y desgaste de las probetas.

Se tratará pues de dar respuesta clara al hecho de si hay o no un cambio estructural en el cobre en función del método de preparación de probetas, y de haberlo, responder a cómo afecta a los ensayos tribológicos. Se deberá seleccionar la probeta más adecuada para la realización de estos ensayos, siendo aquella que produzca menos desgaste de material.

Los pasos a seguir para realizar este estudio serán los siguientes:

- Elaborar una probeta mediante cada método de preparación. Se obtendrán así una probeta elaborada en frío y otra elaborada en caliente. Se tendrán, por tanto, a lo largo de todo este proyecto, dos estructuras concretas de cobre: El de la probeta elaborada en frío será Cu OFHC, y el de la probeta elaborada mediante compactación en caliente será Cu compactado. La metodología de



preparación de probetas de ambos tipos viene expuesta en el apartado [2.2.1.](#) de este documento.

Cobre de probeta elaborado en frío → Cu OFHC

Cobre de probeta elaborada por compactación en caliente → Cu compactado.

- Seccionar mediante la cortadora ambas probetas para poder estudiar su estructura cristalina tanto en la superficie plana como en el perfil, al igual que se requerirán medidas de dureza tanto en el perfil como en la superficie plana.

Será denominado en lo sucesivo superficie plana a la superficie del cobre que queda al descubierto en la configuración cobre-poliamida de la probeta y donde serán realizados los oportunos ensayos tribológicos.

Se denominará perfil a la zona de la lámina de cobre quedada al descubierto tras el seccionado de la probeta.

- Medida de durezas en ambas probetas de cobre: Cu OFHC y Cu compactado.

- Para la toma de imágenes de las microestructuras, se realiza un atacado de las superficies, con el objeto de dejar los granos al descubierto y poder observar claramente la microestructura al microscopio. El atacante a utilizar será ácido acético al 10% en agua. Ese ataque consiste en un pulido químico que deja al descubierto los granos de la estructura cristalina.

- Realizar imágenes de ambas estructuras cristalinas, tanto del Cu OFHC, como del Cu compactado. Se tomarán imágenes de la plana y del perfil a los aumentos que sean oportunos. El equipo que se utilizará para ello se expone en el apartado [2.2.2.1.](#) de esta memoria.

- Realizar ensayos tribológicos en seco o con un lubricante comercial con el objeto de establecer diferencias entre ambas micro-estructuras y seleccionar la que conlleva un mejor comportamiento al desgaste. De igual modo, se pretende ensayar con dos tipos de líquidos iónicos, a modo de establecer diferencias.

2.2.2.1. PREPARACIÓN DE LA PROBETA PARA VER SU ESTRUCTURA

¿Cómo se prepara la superficie de una probeta para que su estructura cristalina pueda ser vista al microscopio?

En primer lugar se realiza un pulido final a la probeta, tal y como se ha explicado en el apartado de preparación de probetas.

Una vez la probeta se ha pulido hasta pulido final, se realiza un ataque químico en la superficie con un reactivo adecuado para cobre. En este caso la



composición del reactivo es: 30 gramos de Cl_3Fe , 60 ml de HCl , 300ml de EtOH .

La aplicación del reactivo se realiza untando un algodón con dicho compuesto, y dando pasadas sobre la superficie de la probeta hasta que pueda visualizarse el ataque, con la claridad suficiente como para que se aprecie la superficie granular. Una vez llegado a este punto, es de gran importancia cortar con agua la reacción de ese compuesto con el cobre, y secar muy bien la superficie ayudándose de Etanol.

Si una vez puesto en el microscopio, no se pueden ver con claridad los granos, se ha de volver a repetir el proceso de pulido final y aplicación del reactivo. El proceso de pulido esta vez, es suficiente con repetir la última fase concerniente al plato de pulido final o pre-pulido y pulido final. Pero siempre se ha de pulir otra vez antes de volver a aplicar el reactivo.

2.2.2.2. EQUIPO UTILIZADO PARA LA TOMA DE IMÁGENES DE MICROESTRUCTURAS

La toma de imágenes de ambas probetas de cobre se realizará mediante un microscopio óptico LEICA asociado a un ordenador que lleva implantado el software "Optimas", dicho software permite la visualización en pantalla de las imágenes observadas por el microscopio, la toma de imágenes para posterior tratado, y la toma de medidas sobre pantalla entre otras opciones. Este microscopio, será ampliamente utilizado durante este proyecto, mencionándolo en diversos apartados como la elaboración de punzones, medidas de anchos de huella, así como también se utilizará el analizador de imágenes asociado para el mismo fin.

El objetivo de tomar imágenes de la microestructura del Cu OFHC y Cu compactado, será establecer una comparación entre ambos.

La [imagen 58](#) muestra este microscopio tal y como se encuentra en el laboratorio así como en la [imagen 59](#) se observa un ejemplo de uso del programa Optimas:



Imagen 58: Microscopio LEICA

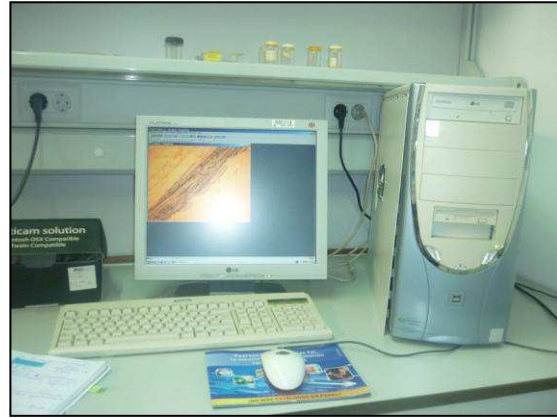


Imagen 59: Utilización del programa Optimas para la toma de una imagen de huella sobre probeta de cobre.

Las imágenes tomadas para el estudio de microestructura se verán y discutirán en el apartado correspondiente del capítulo 3 sobre discusión de resultados.

2.2.2.3. EQUIPO UTILIZADO PARA LA MEDIDA DE DUREZAS

El equipo utilizado para la medida de las durezas de las probetas de cobre es un microdurómetro con punzón de punta de diamante. Se tomará dureza Vickers y el peso utilizado será de 50 gr, por tanto, nos referimos a un ensayo del tipo $HV_{0,05}$, que significa que se va a obtener Dureza Vickers con un peso de 50 gr.

Con el penetrador de punta de diamante, se realizan tantas huellas en la plana y en el perfil de ambas probetas, como se estime oportuno para obtener una media y desviación típica aceptables.

La [imagen 60](#) muestra el microdurómetro utilizado en este proyecto.



Imagen 60: Microdurómetro presente en el laboratorio para medidas de Dureza Vickers.



2.2.2.4. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS: EQUIPOS Y TRATADO DE RESULTADOS

El equipo a utilizar para estos ensayos es un Tribómetro Implant Sciences Corporation, modelo ISC-200, en lo sucesivo se denominará tribómetro de punzón. Este aparato va asociado a un ordenador donde figura el programa PC-Stripchart, dicho programa va tomando las medidas de fricción del ensayo a cada momento. La [imagen 61](#) muestra este tribómetro trabajando así como la [imagen 62](#) muestra el programa PC-Stripchart almacenando las medidas de fricción que el sensor del tribómetro va marcando.

Todos los ensayos se harán mediante contacto cobre-cobre, esto es, probeta de cobre y punzón de cobre.



Imagen 61: Vistas del tribómetro trabajando con una probeta de cobre y punzón de cobre.



Imagen 62: Medidas de fricción tomándose mediante PC-Stripchart.

Dado que se pretende estudiar el comportamiento tribológico frente a la microestructura del cobre, cada ensayo debe producirse bajo idénticas condiciones variando sólo la microestructura. Por supuesto, esto debe ser así tanto en ensayos en seco como en ensayos con lubricación.



Condiciones del ensayo con el tribómetro:

Las condiciones de ambos ensayos han de ser idénticas para que se denoten con claridad las posibles diferencias de comportamiento de ambas probetas frente al desgaste y fricción.

- El peso que se colocará será de 100 gramos y estará situado en medio del brazo de modo que la fuerza aplicada sobre la probeta por la punta del punzón sea de 0,49 Newton.
- La velocidad de giro del tribómetro será de 0,10 m/s y permanecerá constante durante todo el ensayo.
- El camino recorrido en el ensayo tendrá forma circular y tendrá un radio de 9 mm.
- El punzón utilizado deberá tener un radio de curvatura en su punta semiesférica de 0,8mm.

La distancia recorrida sí que variará según se trate de ensayos en seco o de ensayos con lubricación, siendo menor en los ensayos en seco dada la mayor agresividad del contacto. De hecho, forma parte de este proyecto averiguar si es posible la realización o no de ensayos en seco, o si el tribómetro no podrá soportar las posibles vibraciones que acarree dicho contacto. En este último caso, deberá procederse únicamente a la comparación de las microestructuras mediante el uso de lubricante.

Las distancias para las que se programará el tribómetro serán para ensayos en seco de 65,55 metros salvo que hayan de interrumpirse por violentos. La distancia para la que se programarán los ensayos con lubricación será de 500 metros. Esto se irá diciendo nuevamente en los apartados oportunos.

CONDICIONES CONSTANTES EN ENSAYOS CON TRIBÓMETRO:

Radio punzón → 0,8mm

Fuerza en punta → 0,49N

Radio de giro → 9mm

Velocidad de giro → 0,10 m/s

Distancia recorrida en ensayos en seco → 65,55m

Distancia recorrida en ensayos con lubricante → 500m



2.2.2.4.1. ELABORACIÓN DE PUNZONES: EQUIPOS Y MÉTODO

La preparatoria de los punzones para los ensayos tiene lugar de forma manual mediante el uso de una lima de desbaste 1200, alternándose con el uso de la pulidora cuando sea preciso.

Mediante el microscopio Leica, se va observando el punzón de punta y de perfil de manera que se perfeccione la geometría semiesférica que se requiere en la punta. Además con el programa Optimas se mide el radio de dicha punta, comprobándose así, que cada punzón posea un radio lo más próximo a 0,8mm.

La [imagen 63](#) muestra un punzón de estas características.

Una vez conseguida la geometría requerida del punzón, se capturan imágenes de la punta y del perfil del mismo, que servirán para compararlas con las imágenes que también se obtendrán tras el ensayo. Estas imágenes del punzón, revelarán el daño sufrido en la punta mediante el ensayo de fricción, ya que se contrastará la presencia de una huella posterior al ensayo, frente a la geometría sin huella del punzón al inicio del ensayo.

Es imprescindible no olvidar limpiar con Etanol tanto probeta como punzón elaborados, antes de iniciar un ensayo con el tribómetro.

A continuación se expone el método seguido en este proyecto de manera rigurosa:

- 1) Se lima la punta del punzón redondeándola con el papel de lija de desbaste 1200. Como se ha expuesto antes, la punta ha de adquirir geometría semiesférica.
- 2) Se toman imágenes mediante el microscopio LEICA del punzón antes del ensayo. Estas imágenes serán:

Imagen de punta: El aumento empleado será de 10x, se colocará pues, el papel de 10x para que aparezca en pantalla el valor de 100 μ m en las imágenes indicando la escala.

Imagen de perfil: Esta imagen se tomará con un aumento de 2,5x y se colocará el papel de 2,5x para que aparezca la escala en pantalla indicándose el valor de 400 μ m.

A partir de esta imagen del perfil se toma el valor del radio de curvatura de la punta, previa calibración del aparato.

- 3) Limpieza con etanol del punzón para dejarlo listo para el ensayo.



Imagen 63: Punzón tipo para los ensayos tribológicos Cu-Cu. Radio de la punta de 0,8mm.

2.2.2.4.2. ENSAYOS EN SECO

Estos ensayos, tienen el único objetivo de comparar la microestructura del cobre perteneciente a ambos tipos de probetas: El Cu OFHC y el Cu compactado. Existe la necesidad de proceder a estos estudios, si una vez observadas las microestructuras, se aprecian diferencias entre cada uno de los cobres habidos en cada probeta.

Para poder establecer medias y desviaciones típicas aceptables, se procurará realizar como mínimo tres ensayos con cada tipo de probeta.

El proceso de realización de los estudios tribológicos se caracteriza por las siguientes secuencias:

- **Tratado previo de los objetos de estudio:**

El tratado previo consiste en la preparación de la probeta y preparación del punzón, siguiendo los pasos ya expuestos, en el apartado de preparación de probetas, y preparación de punzones. Las probetas en este caso, serán pulidas hasta pulido final.

- **Puesta en Marcha del tribómetro:**

En este momento, se coloca la probeta y el punzón en el tribómetro, se nivela el brazo del mismo donde se ha de colocar la pesa posteriormente, se dan las indicaciones de modo de funcionamiento de velocidad, metros que se han de recorrer, en este caso 65,55 m. No hay que olvidar limpiar la probeta y el punzón antes del ensayo, usando para ello acetona o etanol.

El tribómetro una vez en marcha registrará los datos de fricción a cada momento a lo largo del ensayo, hasta que pare.



- **Tratado posterior del objeto de estudio:**

Una vez realizados los ensayos, será necesario observar las huellas marcadas tanto en la probeta, como en el punzón. Para ello se utilizará el microscopio Leica. Es necesario medir el área de desgaste de la punta del punzón, y el perímetro de dicha huella. El aumento apropiado para la correcta visualización de la huella en las probetas será de 20x.

Además se utilizará un microperfilómetro óptico de no contacto de marca y modelo Taylor Hobson Talysurf CLI 500, para la toma de medidas de los perfiles de huella en la probeta. Los datos obtenidos con TalyMap, ayudarán en el cálculo del volumen de desgaste.

Con el microperfilómetro se reproduce tridimensionalmente la superficie de la probeta. Sus parámetros son: Medición de micro-alturas, tamaño y consistencia del granulado, áreas y volúmenes, zonas de contacto, topografía superficial, rugosidad 2D estándar.

En definitiva, el microperfilómetro es un instrumento de medición topográfica superficial que va asociado a un programa denominado Talysurf mediante el que se programan sus medidas y se toman imágenes de la superficie a analizar. Posteriormente, dichas imágenes pueden ser tratadas mediante otro programa denominado TalyMap. Esto es, Talysurf se utiliza para medir, y TalyMap, para analizar resultados.

En la [imagen 64](#) se puede ver al microperfilómetro tomando medidas de las huellas ocasionadas en la superficie de dos probetas y en la [imagen 65](#) se puede ver el programa Talysurf, perteneciente al equipo y donde se aprecia el barrido que está realizando el aparato en una zona, o cuadrante de una de las probetas.



Imagen 64: Micro-perfilómetro de no contacto trabajando con dos probetas.

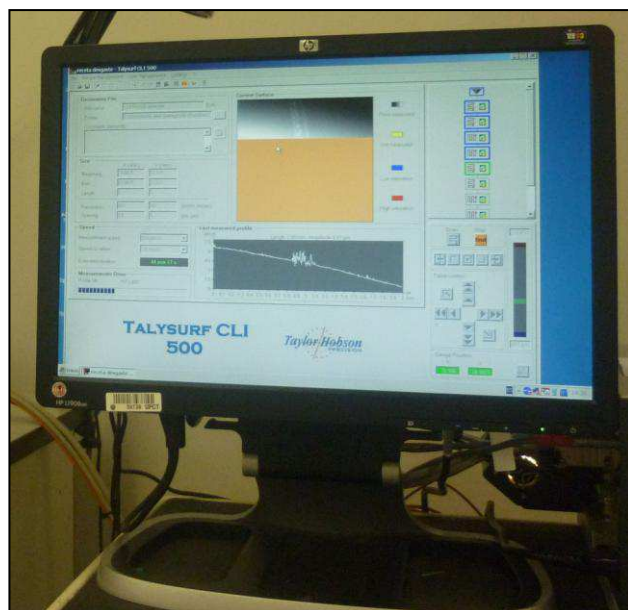


Imagen 65: Programa TalySurf asociado al microperfilómetro para la toma de imágenes del aparato.



Los valores obtenidos con TalySurf y tratados con TalyMap serán de importancia a la hora de calcular la tasa de desgaste.

En este proyecto se calculará la tasa de desgaste mediante dos procedimientos, uno será a partir de los valores obtenidos de volumen hueco y volumen pico proporcionados por el microperfilómetro, y otro mediante los valores de ancho de huella de la probeta medidos con el microscopio Leica. La medida del cálculo del volumen de desgaste a partir del ancho de huella, se realiza conforme a la ecuación dada por la norma ASTM G-99. La explicación de ambos métodos de obtención de la tasa de desgaste se verán en los apartados 2.2.3. y 2.2.4. respectivamente.

Además de observar la huella de la probeta al microscopio Leica y en el microperfilómetro, ha de ser mirada igualmente, en el microscopio electrónico de barrido SEM. El objetivo de mirar al SEM es obtener una imagen topográfica y una imagen EDX. La imagen EDX dará la composición de la muestra e indicará las posibles reacciones ocasionadas debido al contacto o bien por oxidación.

De producirse partículas de desgaste, estas han de ser recogidas y miradas igualmente en el SEM, la geometría de las mismas puede dar indicaciones del tipo de desgaste sufrido en el contacto del ensayo.

En la [imagen 66](#) se muestra el Microscopio Electrónico de Barrido Hitachi S-3500N, que es con el que se trabaja en el laboratorio.



Imagen 66: Microscopio Electrónico de Barrido Hitachi S-3500N.



ENSAYOS TRIBOLÓGICOS EN SECO	
Tratado previo de los objetos de estudio	Preparación de probetas y punzones.
Puesta en marcha del tribómetro	Previa codificación de parámetros de velocidad y recorrido del punzón en probeta, nivelación del tribómetro, colocación de probeta y punzón, y colocación de pesa.
Tratado posterior de los objetos de estudio.	Obtención de curvas de fricción, toma de imágenes de huellas, cálculo de la tasa de desgaste, Obtención de la composición y mapa elemental de oxígeno de la huella, observación de partículas arrancadas durante el ensayo.

2.2.2.4.3 ENSAYOS CON LUBRICANTE

A continuación se exponen minuciosamente los pasos a seguir para la realización de los ensayos con lubricante. Estos ensayos se caracterizan principalmente por la presencia de un lubricante. Además, dicho lubricante, facilitará el posterior guardado de las partículas de desgaste del ensayo, para tratarse y examinarse en el SEM.

El lubricante que primero se va a utilizar es PolialfaOlefina, a partir de ahora PAO6, de este lubricante ya se expusieron datos en el apartado [2.1.2](#) de esta memoria. Es interesante realizar el estudio previamente con un lubricante conocido en el mercado antes de entrar en ensayos con lubricantes aún en investigación.

A continuación se expondrá la metodología a seguir en este tipo de ensayos lubricados en función de la microestructura, usando según el caso: Aceite comercial PAO6, LI Dad y LI LP-106.

2.2.2.4.3.1. METODOLOGÍA

En estos ensayos las condiciones han de ser para todas las probetas, siempre las mismas y sólo cambiará la microestructura, al igual que ocurría con los ensayos en seco. Estos ensayos tienen el objetivo de caracterizar el comportamiento del material en función de la microestructura, pero esta vez con el uso de un lubricante.



La rugosidad de las probetas estará comprendida entre 0,1 y 0,15 μm y las condiciones velocidad del tribómetro y demás parámetros, siguen siendo los mismos que se expusieron en el apartado 2.2.3.

Es de vital importancia utilizar en cada ensayo, la misma cantidad de lubricante, ya que como se ha dicho, todas las condiciones han de ser las mismas y sólo cambiará la microestructura, por estar comparando dos tipos de cobre: Cu OFHC y Cu compactado.

Se realizarán como mínimo seis ensayos para cada lubricante, esto es, tres por cada tipo de probeta, de modo que sea posible establecer una media y desviación típica aceptables. Al igual que se hace con los ensayos en seco.

Debido a que en estos ensayos no es preciso conseguir una baja rugosidad en las probetas, y dada la presencia del lubricante, el cual hay que medir minuciosamente. Se redactan a continuación los pasos a seguir.

Tres ensayos para probeta elaborada por compactación en caliente, modo de operación:

- 1) Se pule la probeta para conseguir la rugosidad requerida entre 0,1 y 0,15 μm . Para ello se utiliza en la pulidora un plato de desbaste de 600 y se comprueba la rugosidad en el rugosímetro. Ese es el plato con menor número de desbaste que se utilizará en estos ensayos para este material, y dará la rugosidad más alta, por lo que en cualquier caso la rugosidad obtenida será la considerada y la más cercana a la que queremos.

La media y desviación típica de la rugosidad de cada probeta vendrá dada a partir de cuatro valores medidos por el rugosímetro.

- 2) Se prepara punzón para el ensayo:

La explicación de la preparatoria del punzón ya se expuso en el apartado [2.2.2.3.1](#). El modelo de punzón será el mismo para todos los ensayos, dada la necesidad de que absolutamente todas las condiciones sean las mismas. No obstante, dada la dificultad de conseguir una geometría exactamente semiesférica de manera manual y el valor exacto de 0,8mm de radio, lo importante a tener en cuenta es que la presión Hertziana en el contacto sea siempre la misma. Este último aspecto de la presión de contacto se comentará en el capítulo relativo a discusión de resultados, ya que se verá la presión de contacto Hertziana para cada ensayo.

- 3) Limpieza de la probeta pulida y del punzón preparado con acetona o etanol antes del ensayo con el tribómetro.



- 4) Medición del volumen de lubricante que se va a utilizar en cada ensayo. Puesto que todos los ensayos con igual lubricante, han de tener igual cantidad de éste, hay que ser riguroso en la medida de la cantidad echada en cada probeta, al tiempo que hay que cuidar que el lubricante se eche repartido sobre la misma de manera uniforme, para que todos los lados de la probeta estén en igualdad de condiciones. Además el reparto uniforme del lubricante ha de hacerse al tiempo que se va echando y no restregando sobre la superficie, hay que evitar bajo cualquier circunstancia restregar sobre la superficie donde se va a realizar el estudio tribológico.

Se exponen varias formas a considerar de medir el lubricante:

1. Mediante el uso de una pipeta, viendo la diferencia entre lo que se ha echado y lo que había en la pipeta. Este método es poco preciso al pegarse en ella lubricante y poseer pocas rayas, lo que acarrearía echar bastante lubricante de modo que se procure llegar de una raya a otra (0,5ml).
 2. Otra alternativa es pesar el lubricante que se va a emplear en cada ensayo mediante el peso. Se tara el equipo a cero con la probeta sin lubricante, y se van añadiendo gotas. El volumen de este modo, se obtendría con el peso y la densidad del lubricante. Este método no será el elegido dado que no es conocida la densidad de los lubricantes que se van a emplear.
 3. Otra opción, que es más precisa y será la empleada consiste en colocar la probeta sin lubricante en el peso tarándolo a cero con ella puesta. Posteriormente se llena la pipeta de lubricante hasta los 1,5 ml y se van echando gotas de lubricante sobre la superficie de la probeta, cuidando que este uniformemente repartido. Al mismo tiempo, se observa la cantidad de volumen vaciado con la pipeta y se va pesando el lubricante. Para cada probeta se ha de echar el mismo lubricante, por lo que dado que la medida de la pipeta puede dar errores, así como la cantidad de gotas, es importante fijarse en que el peso echado sea coincidente para cada ensayo. Se trata de ir controlando tanto el número de gotas aproximado que se va echado como la coincidencia del peso en cada ensayo.
- 5) Ensayo con el tribómetro:
En el momento en el que el punzón está listo y la probeta con lubricante ha sido preparada, se procede a realizar el ensayo tribológico con el tribómetro. Para este paso, se ha de seguir el modo de proceder con el



tribómetro, preparación y colocación de sus elementos tal y como se indica en el apartado [2.2.2.3.](#), con la única salvedad de que en este caso, la probeta contiene lubricante en su superficie.

- 6) Tras el ensayo se procede a guardar los valores de fricción obtenidos. Estos valores son de importancia en el estudio, y servirán para caracterizar ambas microestructuras.
- 7) Se ha de limpiar la probeta del lubricante al tiempo que se han de guardar las partículas arrancadas en un bote para el posterior tratado de las mismas. Estas partículas ayudarán a definir, junto con las huellas de la probeta, el tipo de desgaste sufrido en el ensayo y de ahí la importancia de que sean observadas.
- 8) Limpiar tanto punzón como probeta, usando etanol, acetona, o un disolvente apropiado para aceites. En el caso del aceite PAO, convendría hexano, pero para líquidos iónicos sería suficiente con etanol o acetona. Esta limpieza es necesaria para la toma de imágenes.
- 9) Toma de imágenes de la huella habida en la probeta tras el ensayo, y toma de imágenes de la huella habida en el punzón tras el mismo ensayo. Además se ha de calcular el área dañada en la punta del punzón.

Las imágenes se tomarán mediante el microscopio Leica y de la siguiente manera, con el objeto de permitir una correcta visualización:

Para la huella de la probeta, el aumento a utilizar será de 20x, además se tomarán imágenes de los cuatro cuadrantes para que cuando se proceda al cálculo de la tasa de desgaste, se facilite el cálculo del ancho de huella.

Para la huella del punzón se ha de tomar una imagen en punta, utilizando para ello el aumento de 10x, y una o dos imágenes de perfil con aumento de 2,5x.

A partir de la imagen de punta del punzón, se ha de calcular mediante el software optimas, el área de desgaste en el mismo.

- 10) Medición topográfica de la superficie de la probeta tras el ensayo:

En este paso se hace uso del microperfilómetro comentado en el apartado, tal y como se expuso en apartados anteriores. Mediante este equipo, se extraen los datos oportunos para el posterior cálculo del



volumen de desgaste y el cálculo de la tasa de desgaste. La tasa de desgaste está relacionada directamente con el volumen de desgaste tal y como se puede ver en los apartados correspondientes al cálculo de la misma.

11) Tratado de las partículas que se han arrancado en el ensayo:

Antes de poder observar las partículas en el SEM (Microscopio Electrónico de Barrido), es necesario acondicionarlas ya que al guardarlas tras el ensayo, llevan consigo lubricante, disolvente del lubricante, y posibles restos de suciedad.

Para acondicionarlas se procede a limpiarlas combinando el uso de un disolvente apropiado junto con el uso de la centrifugadora. Esto es, se hará una separación de las partículas, lubricante y demás restos mediante centrifugado, al tiempo que se va alternando con un lavado de las mismas añadiendo disolvente a la mezcla partículas-lubricante.

De la centrifugadora, las partículas salen conteniendo el disolvente líquido que se ha empleado para la eliminación del lubricante y es preciso introducirlas en un horno para que se sequen. Es de vital importancia que estén secas antes de introducirlas en el SEM, ya que el SEM requiere la ausencia de agua y productos que puedan evaporarse en el mismo, debido a que trabaja en vacío. De haber productos evaporables en el vacío del microscopio SEM, estos pueden producir daños a la larga en el equipo.

12) Observación en el microscopio SEM, tanto de la huella de la probeta como de las partículas arrancadas. Se realiza de este modo un microanálisis de la huella, así como un mapa elemental de oxígeno.

Tres ensayos con probeta elaborada mediante resina en frío:

El modo de operar aquí es el mismo que para el caso de las probetas compactadas, ya que lo que interesa caracterizar aquí es el comportamiento frente a la microestructura.

ENSAYOS TRIBOLÓGICOS USANDO LUBRICANTE	
Tratado previo de los objetos de estudio	Preparación de probetas y punzones. Medida del peso y volumen del lubricante a utilizar.



Puesta en marcha del tribómetro	Previa codificación de parámetros de velocidad y recorrido del punzón en probeta, nivelación del tribómetro, colocación de probeta con lubricante y punzón, y colocación de pesa.
Tratado posterior de los objetos de estudio.	Obtención de curvas de fricción, toma de imágenes de huellas, cálculo de la tasa de desgaste, Obtención de la composición y mapa elemental de oxígeno de la huella, observación de partículas arrancadas durante el ensayo.

2.2.3. CÁLCULO DE LA TASA DE DESGASTE MEDIANTE EL MÉTODO DE AGUJERO-PICO

El método del agujero-pico para el cálculo de la tasa de desgaste, parte de los datos obtenidos mediante el programa TalyMap asociado al microperfilómetro, donde se analizan las imágenes obtenidas mediante el también asociado programa TalySurf, que consistía en analizar topográficamente la huella de la probeta.

Se ha de tener en cuenta que se procede analizando los cuatro cuadrantes de cada probeta, a fin de obtener medias, por tanto, para cada probeta, se tendrán cuatro medidas de los datos a continuación comentados.

En primer lugar, se centra la atención en la gráfica de TalyMap correspondiente a un cuadrante concreto de la huella de una de las probetas procesadas. Interesa conocer el dato de la longitud de la cuerda del arco, y dicho valor corresponde a la medida de la distancia horizontal (en mm), de la gráfica asociada a la medida del arco, tal y como se muestra en la [imagen 67](#) resaltado mediante una cuadrícula en rojo.

El radio de la huella es conocido, ya que se había fijado en las condiciones de funcionamiento del tribómetro. El punzón se había colocado de modo que el recorrido circular alrededor del centro de la probeta era de 9mm de radio.

Por tanto, el ángulo del arco, a partir de los datos de longitud del arco y radio, se calcula con la siguiente expresión:

$$\Theta = 2 \cdot \arcsen\left(\frac{\text{longitud de la cuerda}}{2 \cdot \text{Radio}}\right) \quad (\text{Ecuación 7})$$

Siendo Θ el ángulo del arco.

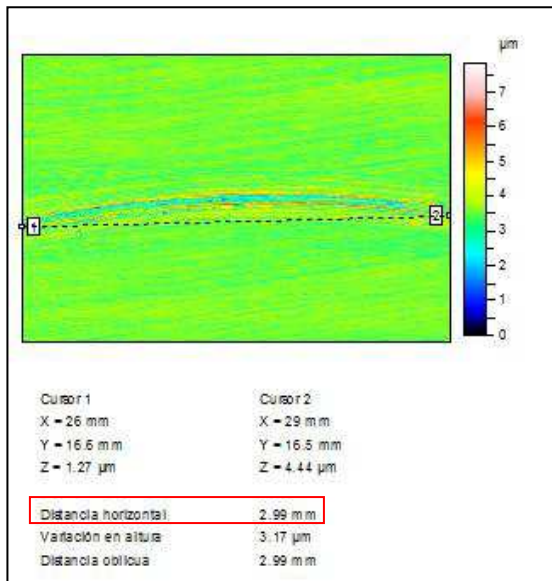


Imagen 67: Obtención de la longitud de cuerda mediante TalyMap.

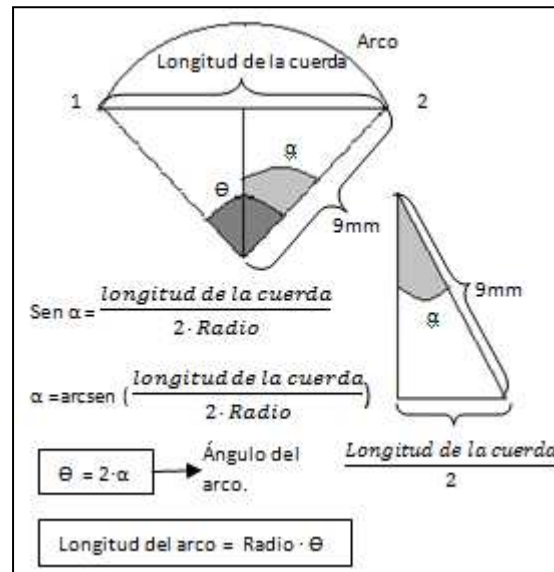


Imagen 68: Deducción de la expresión de la longitud del arco.

Una vez obtenido el ángulo del arco, se puede obtener la longitud del arco sin más que realizar un barrido con el radio.

$$\text{Longitud del arco} = \text{radio} \cdot \Theta \quad (\text{Ecuación 8})$$

Posteriormente, se procede a calcular el volumen desgastado en cada cuadrante. Para ello se necesitan los valores de volumen hueco y volumen pico que ofrece TalyMap. Dichos valores se pueden ver en la imagen relativa al sector volumen y vienen dados en μm^3 . Es preciso pues realizar el cambio a mm^3 para operar convenientemente con las expresiones. El volumen desgastado será la diferencia de ambos volúmenes del siguiente modo:

$$\text{Volumen de desgaste} = \text{Volumen hueco} - \text{Volumen pico} \quad (\text{Ecuación 9})$$

Si al volumen de desgaste calculado así en un cuadrante se le divide por la longitud del arco, lo que se tiene es el volumen de desgaste en ese cuadrante por unidad de longitud de arco. Y si se quiere considerar el volumen de desgaste para toda la probeta, se deberá realizar un barrido a lo largo de toda la circunferencia que comprende la huella. Por tanto, el volumen de desgaste de toda la probeta considerando el valor de un cuadrante sería:

$$\frac{2 \cdot \pi \cdot \text{Radio} \cdot \text{Volumen de desgaste cuadrante}}{\text{longitud del arco del cuadrante}} \quad (\text{Ecuación 10})$$

El volumen de desgaste total de la probeta será la media de los volúmenes de desgaste de toda la probeta para cada cuadrante calculados estos como antes se ha expuesto.

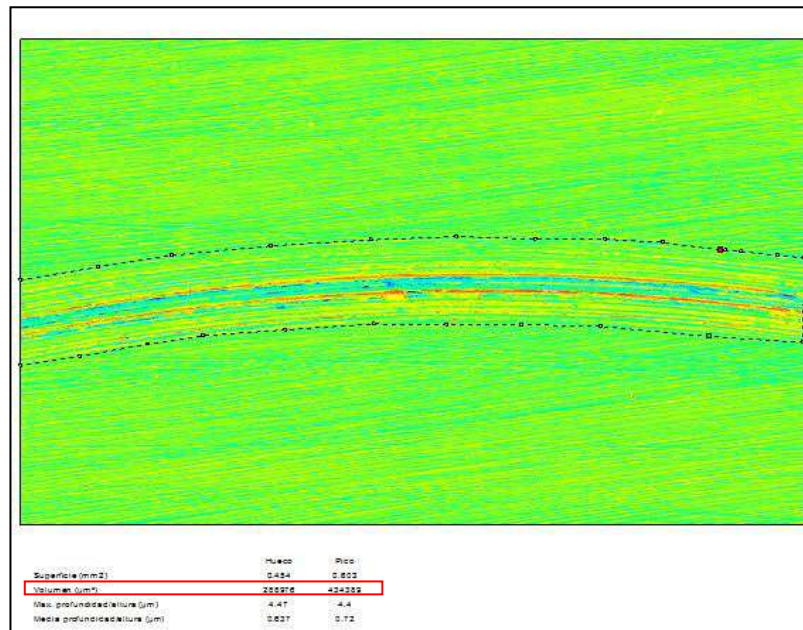


Imagen 69: Obtención de los datos de volumen hueco y volumen pico en TalyMap.

En la imagen 69 puede verse marcado en rojo, la obtención de los valores de volumen hueco y volumen pico mediante el programa.

Esta manera de obtener el volumen desgastado en cada probeta, es la seguida en esta memoria y la que se comparará con la del método de la ecuación dada por la norma ASTM G-99.

TalyMap ofrece otra posibilidad de calcular el volumen de desgaste mediante el método de agujero-pico mediante una extrapolación de perfiles medios en cada cuadrante. En este caso en vez de valores de volumen hueco y pico, lo que se tiene son valores de área de hueco y pico del perfil de la huella en cada cuadrante. El método de cálculo consistiría básicamente en realizar el barrido de cada área, pico y hueco, a lo largo de la geometría circunferencial de la huella del siguiente modo:

$$\text{Volumen hueco} = 2 \cdot \pi \cdot \text{Radio} \cdot \text{Área interior} \quad (\text{Ecuación 11})$$

$$\text{Volumen pico} = 2 \cdot \pi \cdot \text{Radio} \cdot \text{Área exterior} \quad (\text{Ecuación 12})$$

Siendo área interior y área exterior, las áreas de hueco y pico respectivamente.

El volumen de desgaste vendría dado por:

$$\text{Volumen de desgaste} = \text{Volumen hueco} - \text{Volumen pico} \quad (\text{Ecuación 13})$$

De igual modo que antes pero con los volumen hueco y pico calculados de este otro modo. Recordar en todos los casos que el valor considerado para cada probeta, será la media de todos sus cuadrantes.



En la imagen 70 se observa el gráfico de perfiles obtenido con el programa TalyMap, donde resaltado en rojo se tienen los valores de área hueco y pico. Dichos valores, que vienen expresados en μm^2 , deben ser pasados a mm^2 para operar en las expresiones anteriores.

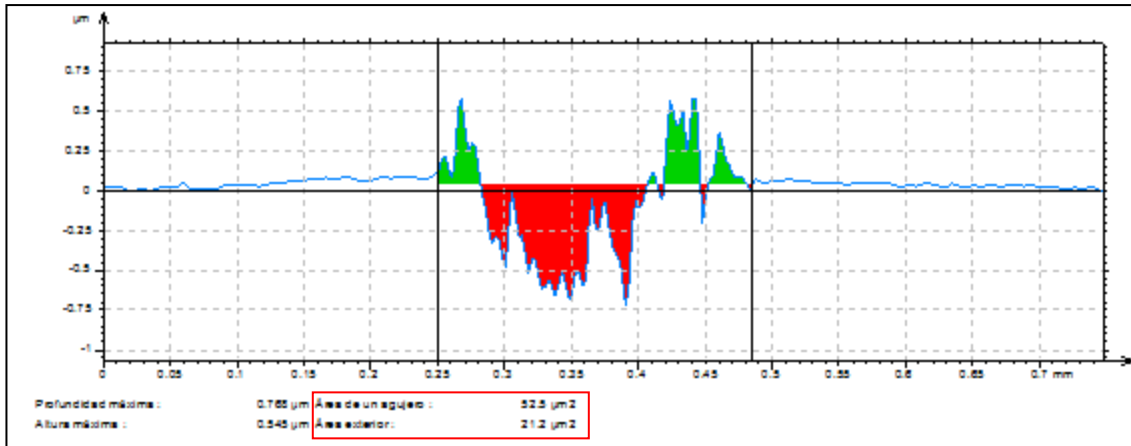


Imagen 70: Obtención del área hueco y área de pico en la extrapolación de perfiles mediante TalyMap.

Esta segunda manera, mediante extrapolación de perfiles medios, pese a haber sido también calculada en el laboratorio, no se ha considerado en esta memoria.

Finalmente, se ha de calcular la tasa de desgaste a partir del valor del volumen de desgaste. La tasa de desgaste viene dada por:

$$K = \frac{W}{C \cdot D} \quad (\text{Ecuación 14})$$

Donde:

‘K’ es la tasa de desgaste,

‘W’ es el volumen de desgaste, calculado mediante el método del agujero-pico.

‘C’ es la carga en punta del punzón, que hay en el contacto, medida en Newton.

‘D’ es la distancia recorrida en el ensayo, 500 metros en el caso de ensayos lubricados.

2.2.4. CÁLCULO DE LA TASA DE DESGASTE MEDIANTE EL MÉTODO DADO POR LA NORMA ASTM-G99

El método dado por la norma ASTM G-99, ha sido calculado en esta memoria con objeto de compararlo con el método del agujero-pico ofrecido por TalyMap.



Esa norma parte de la suposición de que la huella producida en el metal sobre el que se ensaya, es de geometría perfectamente semiesférica, e igual a la punta del punzón que incide sobre la superficie.

Esta suposición no concuerda con la geometría llena de picos de la huella real producida en el cobre cuando se ensaya con él en contactos con el tribómetro de punzón. Sin embargo, la expresión ofrecida por esta norma, es ampliamente utilizada en investigaciones de tribología y con el mismo metal, por lo que he ahí la necesidad de comparar el margen de error que realmente tiene este modo de calcular el desgaste.

El método se basa en la siguiente ecuación, mediante la cual se obtiene el volumen de desgaste en la probeta.

$$W = 2 \cdot \pi \cdot R \cdot [r^2 \cdot \arcsen\left(\frac{d}{2 \cdot r}\right) - \left(\frac{d}{4}\right) \cdot (4 \cdot r^2 - d^2)^{\frac{1}{2}}] \quad (\text{Ecuación 15})$$

Donde:

‘W’ es el volumen de desgaste en mm³,

‘R’ es el radio de giro del punzón sobre el disco en mm, es decir, los 9mm de radio de la huella.

‘d’ es la anchura media de la huella de desgaste en mm.

‘r’ es el radio del punzón esférico elaborado en cada punzón.

El cálculo de la tasa de desgaste se realiza al igual que antes del siguiente modo:

$$K = \frac{W}{C \cdot D} \quad (\text{Ecuación 16})$$

Donde:

‘K’ es la tasa de desgaste,

‘W’ es el volumen de desgaste, calculado mediante la ecuación que ofrece la norma ASTM G-99.

‘C’ es la carga en punta del punzón, que hay en el contacto, medida en Newton.

‘D’ es la distancia recorrida en el ensayo, 500 metros en el caso de ensayos lubricados.





3 DISCUSIÓN DE RESULTADOS





3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Este capítulo se caracteriza por la presencia de los resultados de cada ensayo. Si ya en el capítulo 2 se expuso la metodología a seguir y los equipos a utilizar, lo que ahora se pretende es dar un significado a lo obtenido una vez se han tomado los datos oportunos, las imágenes oportunas, y en definitiva, se trata de discutir a la vista de los resultados, qué es lo que ha ocurrido en cada probeta y establecer conclusiones al respecto.

3.1. COMPARATIVA DE PROBETAS SEGÚN MODO DE PREPARACIÓN

Como ya ha sido comentado en los capítulos anteriores, el motivo de la caracterización microestructural se debe a la consideración de dos modos de preparación de probetas: Probetas elaboradas mediante compactación en caliente y probetas elaboradas en frío. Se comentó en el capítulo 2 la necesidad de estudiar las posibles diferencias entre el cobre de una y otra probeta. Considerando la posibilidad de un cambio en la dureza del material, un cambio en la estructura cristalina, y su influencia sobre el comportamiento tribológico del material.

Se tendrán por tanto, a lo largo de todo este proyecto, dos tipos de probetas de cobre. El cobre correspondiente a las probetas elaboradas en frío, que mantiene sus condiciones originales, será denotado al igual que se hizo en el capítulo 2 como Cu OFHC, siendo el de las probetas compactadas en caliente denominado Cu compactado.

Cu OFHC → El cobre que contiene la probeta elaborada en frío.

Cu compactado → El cobre que contiene la probeta compactada en caliente.

3.1.1. COMPARATIVA DE DUREZAS

Una vez elaboradas ambas probetas y pulidas hasta pulido final, se realiza una sección en ambas, de modo que puedan realizarse mediciones de dureza Vickers (HV) tanto en la superficie de la lámina de cobre, como en el perfil. Se podrá así establecer si hay cambios o no en la dureza del Cu OFHC respecto del Cu compactado, sometido a 0,4 MPa y 180°C.

El equipo utilizado es un microdurómetro con punzón de punta de diamante. Esto ya se indicó en el apartado 2.2.2.3., donde además se puede ver una imagen del mismo.



Con el penetrador de punta de diamante se realizan varias huellas en los siguientes casos:

- Medida en el Cu OFHC:

Se tomaron medidas de dureza Vickers en la superficie, que se denominará de ahora en adelante, “planta de Cu OFHC” y en el perfil, denominándose “perfil de Cu OFHC”.

Las medidas realizadas en la planta se tomaron de forma aleatoria por la superficie, mientras que las medidas de dureza en el perfil se tomaron de manera ordenada una distancia fija de 0,25 mm.

- Medida en el Cu compactado:

Se tomaron medidas en la planta del lado expuesto al exterior de la probeta. Estas medidas se hicieron al igual que en el caso anterior de manera aleatoria sobre la planta, ya que toda la zona ha estado sometida a la misma presión de 0,4 MPa y el objetivo es comparar los resultados con el caso del Cu OFHC.

En el perfil del Cu compactado, las medidas se tomaron a lo largo del mismo a una distancia constante entre medida y medida de 0,25 mm.

A continuación se muestran las medidas realizadas en cada caso:

Para el Cu OFHC, el número de medidas de HV es de tres a lo largo de la superficie en planta, la media y desviación típica de los valores se muestra a continuación:

Cu OFHC, HV:

HV planta	Valor medio de HV planta
106	104,667
103	Desviación típica
105	1,528

Para el cálculo de la desviación típica se tiene en cuenta la expresión:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1} \quad (\text{Ecuación 17})$$



En el cálculo de la dureza para el perfil, se realizó el punzonado 14 veces transversalmente de extremo a extremo cada 0,25 mm, la última medida, sin embargo, está a 10 mm de la anterior:

HV perfil	Distancias (mm)
101	0
108	0,25
117	0,5
114	0,75
117	1
110	1,25
101	1,5
117	1,75
109	2
109	2,25
102	2,5
110	2,75
103	3
99,3	3,1

Valor medio de HV perfil
108,379
Desviación típica
6,335

Como era de esperar, en el fragmento de cobre que no ha sido sometido a ninguna presión ni temperatura, el valor de la Dureza Vickers es prácticamente constante tanto en la planta como en el perfil. No varía dureza a lo largo de la sección transversal.

Cu compactado, HV:

Para la planta se realizaron 8 punzonados distintos de manera aleatoria. Se han tomado más medidas que antes dado que en este caso se puede sospechar que haya algún cambio en distintos puntos, aunque como podemos ver de los resultados, no ha sido así, lo que también se justifica al estar todo a igual presión.

HV planta
103
107
106
109
104
102
104
106

Valor medio de HV planta
105,125
Desviación típica
2,295



Cu compactado, HV en el perfil:

Las medidas se han tomado desde la zona cercana a la cara al descubierto de la probeta, superficie libre de poliamida, hasta la cara del lado del material base de la probeta.

HV perfil	Distancia (mm)
96,2	0
109	0,25
96,8	0,5
93,7	0,75
110	1
107	1,25
91,1	1,5
98,7	1,75
104	2
99	2,25
101	2,5
102	2,75
101	3
97,4	3,15

Valor medio de HV perfil
100,493
Desviación típica
5,558

La dureza obtenida en Cu compactado se asemeja al caso de Cu OFHC aunque disminuye la media en el perfil, la disminución puede ser significativa y estar relacionada con un cambio estructural. La diferencia observada es notable en el caso del perfil, no apreciándose en el caso de la planta. Sin embargo, dado el mismo orden de magnitud de las desviaciones y los valores, podemos decir, que la dureza es prácticamente igual se trate de Cu OFHC, o se trate de Cu compactado.

No hay diferencias apreciables en la dureza del cobre causadas por el distinto modo de preparación de probetas.

3.1.2. IMÁGENES DE LA MICROESTRUCTURA

Como se expuso en el capítulo 2, el equipo utilizado para realizar las imágenes es el microscopio óptico LEICA. A continuación se exponen las imágenes y se establece la comparación.

Caso de la “planta de Cu OFHC” frente a la “planta de Cu compactado”:

En este caso se han considerado dos tipos de aumentos a fin de poder esclarecer diferencias: una a más aumentos, siendo éstos de 10x, en cuya



escala viene fijada la medida de $100\mu\text{m}$, y otra de menos aumentos, siendo éstos de 2,5x, siendo la escala de $400\mu\text{m}$.

Imágenes asociadas a la “planta de Cu OFHC”:

Como ya se dijo, se considera Cu OFHC, al cobre perteneciente a la probeta elaborada en frío. Las micrografías obtenidas, asociadas a la planta son:



Imagen 71: Planta de Cu OFHC, aumento 10x.



Imagen 72: Planta de Cu OFHC, aumento 2,5x.

Imágenes asociadas a la “planta de Cu compactada”:



Imagen 73: Planta de Cu Compactado, aumento 10x.

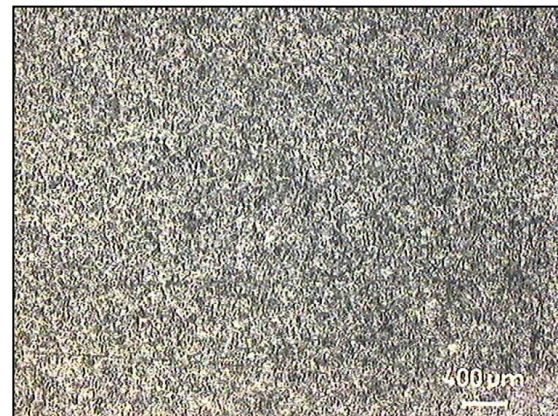


Imagen 74: Planta de Cu compactado, aumento 2,5x.

En las imágenes mostradas, se observa claramente una disminución en el tamaño de grano. Puede decirse, que la prensa de montaje afecta a la estructura cristalina del cobre con el que se va a trabajar y que afecta disminuyendo su tamaño de grano.

A continuación se muestran imágenes correspondientes a la sección del perfil de ambas probetas.

Caso del “perfil de Cu OFHC” frente al “perfil de Cu compactado”:

En este caso se han tomado imágenes en el centro del perfil a los mismos distintos aumentos que antes, pero además, se han tomado imágenes cerca de



cada uno de los extremos, para visualizar algún tipo de diferencia posible en el caso del Cu compactado, donde probablemente, haya cambios respecto del lado al descubierto, sobre el que tendrán lugar los ensayos tribológicos.

Imágenes del “perfil de Cu OFHC”, en la zona central de la sección:

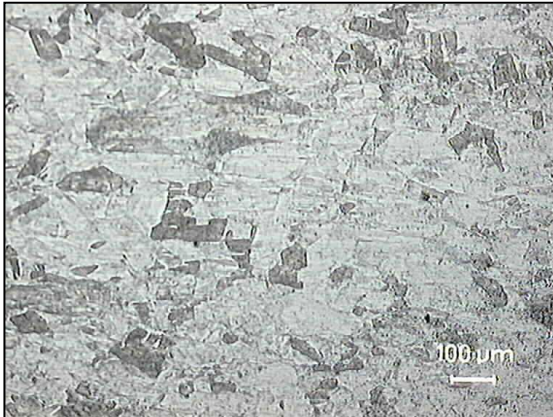


Imagen 75: Zona interior del perfil de Cu OFHC, aumento 10x.

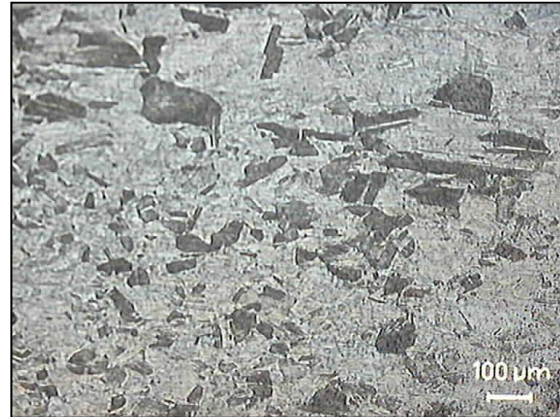


Imagen 76: Zona interior del perfil de Cu OFHC, aumento 10x.

Imágenes de las zonas cercanas a los extremos del “perfil de Cu OFHC”:



Imagen 77: Cu OFHC aumento 10x, vista de perfil cercano a extremo.

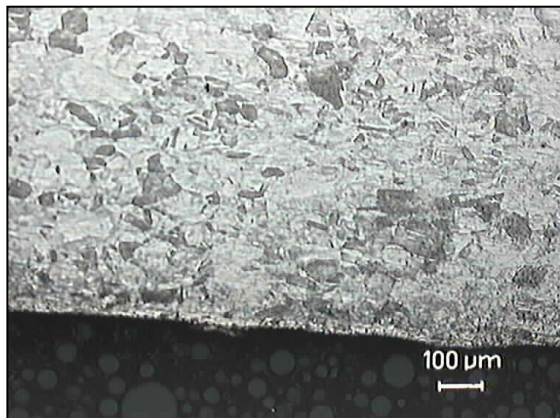


Imagen 78: Cu OFHC, aumento 10x, vista de perfil cercano a extremo.



Imagen donde se observa todo el “perfil de Cu OFHC”, de lado a lado:

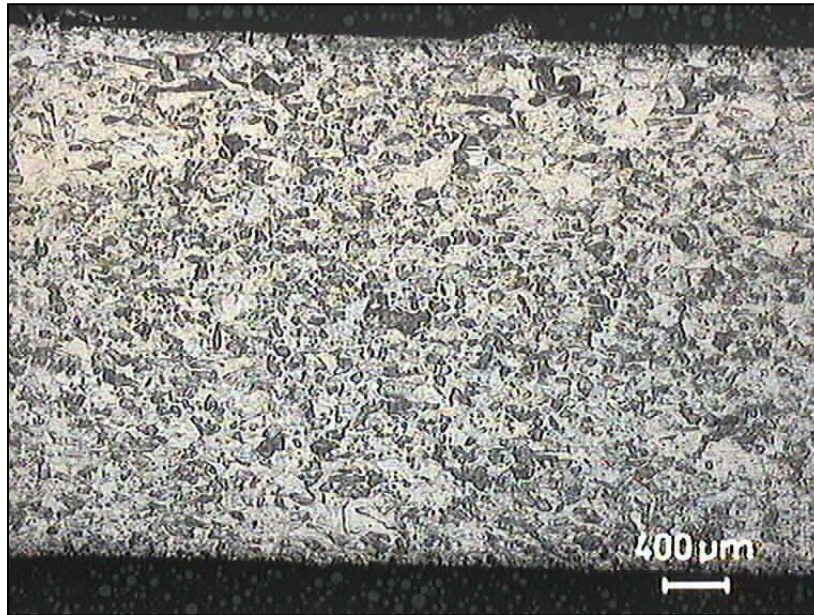


Imagen 79: Observación en microscopio Leica del perfil de Cu OFHC de lado a lado.

Imágenes del “perfil de Cu Compactado”:

En este se ha vuelto a tomar una imagen del centro a mayor aumento, así como del extremo libre de la probeta y del extremo del lado de la resina. Luego una imagen a menos aumento que acapara todo el perfil.

Imagen central:



Imagen 80: Zona central del perfil de Cu compactado, aumento 10x.



Imagen del “perfil de Cu compactado” colindante al lado libre en la probeta en primer lugar, y colindante al lado de la poliamida en el segundo lugar:

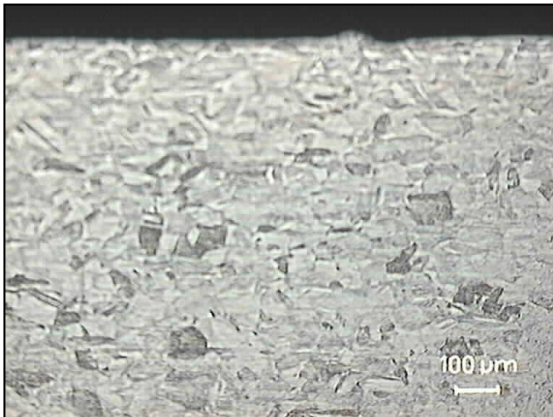


Imagen 81: Lado colindante al lado libre de la probeta, Cu compactado.

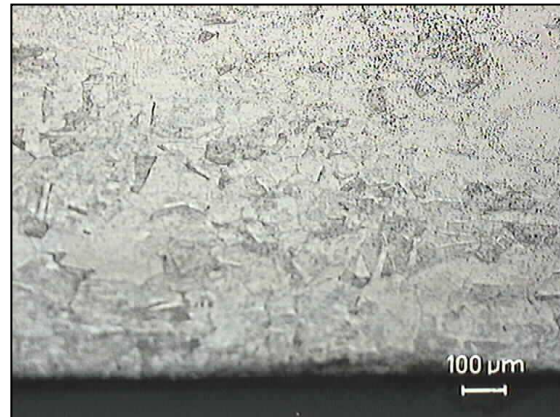


Imagen 82: Lado colindante a la poliamida del Cu compactado.

Imagen de la sección del “perfil de Cu compactado” al completo:

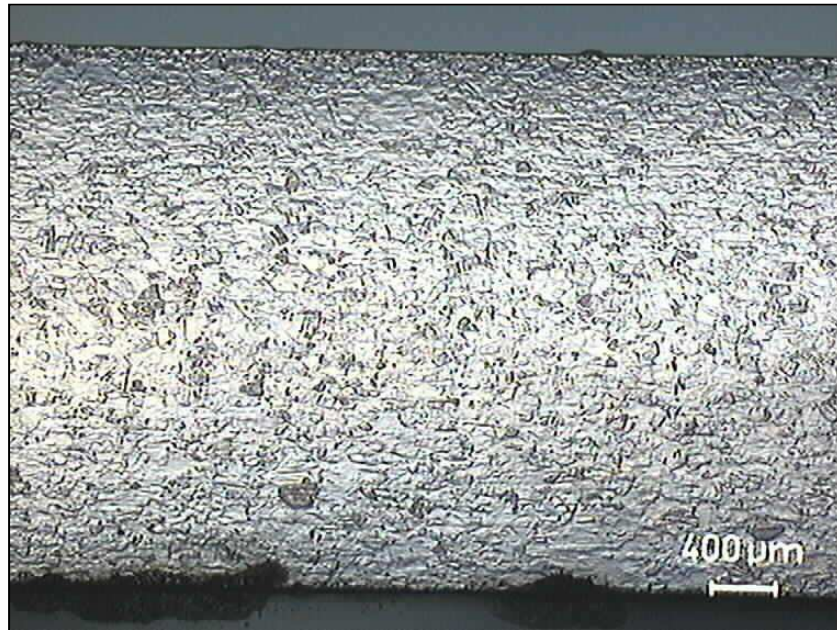


Imagen 83: Imagen del perfil de Cu compactado, aumento 2,5x.

Se observa claramente en las imágenes del perfil, una disminución en el tamaño de grano, siendo más pequeño para el Cu compactado. Puede verse una mayor nitidez en la visualización de los granos a aumento 2,5x en el caso de Cu OFHC, frente a la dificultad de visualizarlos, a ese mismo aumento, en el caso de Cu compactado.

El tamaño de grano del Cu Compactado resulta considerablemente menor que el tamaño de grano del Cu OFHC.



3.1.2.1. TAMAÑO DE GRANO MEDIO

Si medimos el tamaño de grano medio en las plantas, para ambas microestructuras de cobre, se tiene lo siguiente:

Cu OFHC → Tamaño de grano medio = 0,097mm;

Desviación típica = 0,0405.

Cu compactado → Tamaño de grano medio = 0,0285mm;

Desviación típica= 0,0090.

Hay una disminución aproximada del 70% en el tamaño de grano del Cu compactado, respecto del Cu OFHC.

Pasando a micras, los valores de tamaño de grano tenemos:

Tipo de cobre	Tamaño de grano medio
Cu OFHC	97 μm¹
Cu compactado	28,5 μm

Queda claro, que se produce un cambio en la microestructura del cobre mediante el modo de preparación de probetas por compactación en caliente. Esta preparatoria de probetas podría acarrear cambios en el comportamiento tribológico del material.

Las condiciones del proceso de empastillado en prensa de montaje, producen un cambio microestructural en el cobre. Dicho cambio acarrea disminución del tamaño de grano medio.

Se procede pues a realizar una investigación acerca del comportamiento de ambas estructuras frente a ensayos tribológicos. Es posible que ese cambio estructural proporcione un comportamiento distinto frente al desgaste.

Se propone a continuación, realizar varios ensayos de deslizamiento en seco con el tribómetro en contacto cobre-cobre. Será de interés comprobar, dónde se obtiene menor fricción y menor desgaste, y ello indicará cual es el método preparatorio de probetas más interesante para realizar ensayos tribológicos.

3.1.3. ENSAYOS EN SECO

Las probetas que serán usadas para estos ensayos serán pulidas hasta pulido final, a fin de que el contacto sea lo menos agresivo posible.

¹ Este valor de tamaño de grano es aproximado al presentado en el capítulo 2 para este tipo de cobre.



3.1.3.1. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS DE CONTACTO Cu-Cu EN SECO PARA AMBOS TIPOS DE PROBETAS.

Se han realizado diversos ensayos en seco, para Cu compactado y Cu OFHC. La mayor parte de ellos han sido imposibles de llevar a cabo sin interrumpir el ensayo en un tiempo cercano al inicio, parada obligada para evitar la rotura del aparato debido a las enormes vibraciones que se producían.

En concreto, tres ensayos han podido pararse en una distancia de 65,5 metros, pero no son fiables los datos derivados de los mismos, dado que ha sido más habitual encontrar ensayos que debían interrumpirse.

Hablamos de coeficientes de fricción comprendidos entre 0,1 y 0,2, en los ensayos de hasta 65,5 m, uno de compactada y dos de en frío, que han llegado a un tiempo aproximado de unos 15 minutos, y otros, de fricciones más elevadas aún, esto es, valores superiores a la unidad e incluso superando el valor de dos, que han debido interrumpirse y que han sido al menos cinco ensayos más.

Esta situación se ha dado tanto para las probetas de Cu compactado como para las probetas de Cu OFHC, de modo que en seco no es posible establecer conclusiones respecto a la tribología. Si decir que los coeficientes de fricción son elevados y superiores a la unidad, incluso superando el valor de dos en ocasiones, las vibraciones son en consecuencia altas, y el contacto muy agresivo.

Esto se corrobora en el PFC de Pedro Bastida Iniesta realizado en el curso anterior (4), donde mediante el uso de otro tipo de tribómetro, expresó la necesidad de interrumpir los ensayos para evitar daños en el equipo.

Sí se observa, no obstante, una pequeña disminución de la fricción en el caso de probeta en frío, pero estas diferencias deberán estudiarse mejor utilizando lubricación para poder corroborarlas. No se incluirán en esta memoria, por tanto, los resultados obtenidos en ningún caso de los ensayos en seco, dada la poca fiabilidad de los mismos.



Imagen 84: Probeta compactada y elaborada en frío tras ensayo con sus respectivos punzones.



Imagen 85: Ensayo tribológico del contacto Cu-Cu en seco.

3.1.4. ENSAYOS CON LUBRICANTE PAO PARA AMBOS TIPOS DE PROBETAS

Antes de comenzar a estudiar el comportamiento utilizando líquidos iónicos como lubricantes, sobre las distintas microestructuras del cobre, en función del método de preparación de probetas, conviene realizar estudios con un lubricante ya conocido en el mercado. La polialfaolefina 6 (PAO6), es un aceite utilizado industrialmente, del que se tienen datos conocidos y es el elegido para nuestros ensayos con lubricante comercial. Las propiedades del mismo pueden verse en el apartado 2.1.2.1.1.

Dada la dificultad de estudiar la tribología de ambas microestructuras en ensayos en seco, el estudio a realizar con PAO6 adquiere un mayor interés.

La metodología seguida se ha explicado en el capítulo 2 en el apartado 2.2.2.4.3.1.

La nomenclatura utilizada a lo largo de esta memoria para los ensayos del material compactado será PAO6C. Se hará un mínimo de tres ensayos por cada tipo de probeta, denominándose estos ensayos para el caso de probeta compactada: PAO6C1, PAO6C2 y PAO6C3, respectivamente. De la misma manera, la nomenclatura seguida para los ensayos de probeta en frío será PAO6F, siendo: PAO6F1, PAO6F2 y PAO6F3, los ensayos respectivos de las probetas asociadas a ese grupo.

Se vuelve a aclarar aquí, que las probetas “C”, contienen el Cu compactado, y las probetas “F” el Cu OFHC.

Probetas PAO6C → Ensayos de Cu compactado con PAO6

Probetas PAO6F → Ensayos de Cu OFHC con PAO6



En estos ensayos, dado que no se trata de un contacto muy agresivo por la presencia de un lubricante, se ha prescindido de realizar un pulido final, siendo suficiente un pulido con plato de desbaste 600. La rugosidad que se pretende alcanzar con ello está comprendida entre 0,1 y 0,15 μm . Se ha operado, por tanto, con igual plato de desbaste en ambos tipos de probetas.

A continuación, además de los valores de rugosidad de cada probeta y el valor de radio de cada punzón elaborado, se ha obtenido el valor de la presión Hertziana que tiene lugar en el contacto entre la punta del punzón y la probeta, ya que como se explicó en el capítulo 2, la elaboración manual de su punta redondeada, puede no dar un valor de radio exactamente igual a 0,8mm, pero ello no supone una variación considerable en la presión Hertziana, que es la que se debe procurar igual en cada ensayo.

Puede verse de hecho, que para valores cercanos a 0,8mm, el valor de la presión media en el contacto es similar. Dichos valores, que pueden verse junto con los valores de radio del punzón, se han obtenido a partir del coeficiente de Poisson, el módulo elástico de ambos materiales en contacto, que en este caso es el mismo en ambos casos (Cu) y el radio de ambas superficies, siendo cero en el caso de la probeta que es una superficie plana y 0,8mm o similar el del punzón.

Para aportar mayor claridad al procedimiento seguido en la toma de datos del microperfilómetro, se ha incluido un apartado (3.1.4.7.) donde se muestran los datos tal y como los proporciona el software TalyMap asociado al aparato, esto es, una serie de imágenes y gráficos donde se aprecia la topografía de la superficie de la probeta, y se obtienen valores del perfil de huella y del agujero-pico en la misma. Esa explicación se ha realizado utilizando los resultados para uno de los cuadrantes de huella de una de las probetas ensayadas. Para el resto de cuadrantes y ensayos, ya sean los de igual lubricante o los de otros lubricantes, no se han incluido estas imágenes y gráficos para evitar una extensión excesiva de este capítulo, pero el modo de proceder en la toma de datos es el mismo y se considera perfectamente expuesto con el caso comentado.

3.1.4.1. PREPARACIÓN DE PROBETAS Y PUNZONES EN ENSAYOS PAO6C.

PAO6C1:

Medida de la Rugosidad Probeta (μm)			
Ra1	0,12	Rt1	1,235
Ra2	0,085	Rt2	0,766
Ra3	0,106	Rt3	0,862
Ra4	0,134	Rt4	1,474



Ra media	0,111	Rt media	1,084
Desviación Ra	0,021	Desviación Rt	0,329

Medida del volumen y peso del lubricante	
Volumen en pipeta (ml)	0,5
Peso (gr)	0,4939
Nº de gotas (aprox.)	21

Punzón PAO6C1	
Diámetro	1,57
Radio	0,785
Presión media Hertziana en el contacto	
Pm (GPa)	0,63

PAO6C2:

Medida de la Rugosidad Probeta (μm)			
Ra1	0,116	Rt1	1,043
Ra2	0,135	Rt2	2,312
Ra3	0,141	Rt3	1,821
Ra4	0,117	Rt4	1,884
Ra media	0,127	Rt media	1,765
Desviación Ra	0,013	Desviación Rt	0,528

Punzón PAO6C2	
Diámetro	1,685
Radio	0,843
Presión media Hertziana en el contacto	
Pm (GPa)	0,6

Medida del volumen y peso del lubricante	
Volumen en pipeta (ml)	0,5
Peso (gr)	0,5001
Nº de gotas (aprox.)	22

PAO6C3:

Medida de la Rugosidad Probeta (μm)			
Ra1	0,108	Rt1	3,054
Ra2	0,113	Rt2	2,382
Ra3	0,094	Rt3	0,888
Ra4	0,122	Rt4	0,178
Ra media	0,109	Rt media	1,626
Desviación Ra	0,012	Desviación Rt	1,323

Punzón PAO6C3	
Diámetro	1,456
Radio	0,728
Presión media Hertziana en el contacto	
Pm (GPa)	0,66

Medida del volumen y peso del lubricante	
Volumen en pipeta (ml)	0,5
Peso (gr)	0,494
Nº de gotas (aprox.)	20



Los valores de Ra, aluden a la rugosidad media, Rt a la rugosidad máxima en la probeta y Pm es la presión media Hertziana en el contacto Punzón-Probeta².

3.1.4.2. PREPARACIÓN DE PROBETAS Y PUNZONES EN ENSAYOS PAO6F.

PAO6F1:

Medida de la Rugosidad Probeta (μm)			
Ra1	0,144	Rt1	1,597
Ra2	0,094	Rt2	0,859
Ra3	0,09	Rt3	0,776
Ra4	0,119	Rt4	1,089
Ra media	0,112	Rt media	1,080
Desviación Ra	0,025	Desviación Rt	0,369

Punzón PAO6F1	
Diámetro	1,672
Radio	0,836
Presión media Hertziana en el contacto	
Pm (GPa)	0,6

Medida del volumen y peso del lubricante	
Volumen en pipeta (ml)	0,5
Peso (gr)	0,49
Nº de gotas (aprox)	22

PAO6F2:

Medida de la Rugosidad Probeta (μm)			
Ra1	0,089	Rt1	0,854
Ra2	0,118	Rt2	1,235
Ra3	0,092	Rt3	0,845
Ra4	0,094	Rt4	1,008
Ra media	0,098	Rt media	0,986
Desviación Ra	0,013	Desviación Rt	0,182

Punzón PAO6F2	
Diámetro	1,761
Radio	0,881
Presión media Hertziana en el contacto	
Pm (GPa)	0,58

Medida del volumen y peso del lubricante	
Volumen en pipeta (ml)	0,5
Peso (gr)	0,51
Nº de gotas (aprox)	22

PAO6F3:

Medida de la Rugosidad Probeta (μm)			
Ra1	0,089	Rt1	0,761
Ra2	0,087	Rt2	0,69
Ra3	0,102	Rt3	0,956

² Obtenida a través de la aplicación en la página web: Tribology-ABC



Ra4	0,086	Rt4	0,655
Ra media	0,091	Rt media	0,766
Desviación Ra	0,007	Desviación Rt	0,134

Medida del volumen y peso del lubricante	
Volumen en pipeta (ml)	0,5
Peso (gr)	0,5369
Nº de gotas (aprox.)	22

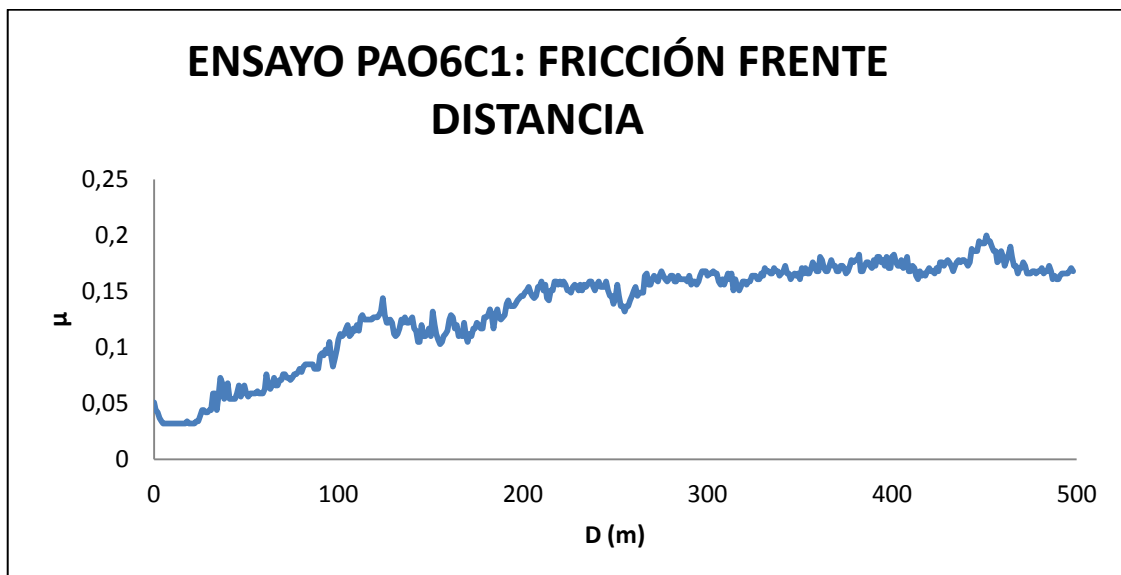
Punzón PAO6F3	
Diámetro	1,774
Radio	0,887
Presión media Hertziana en el contacto	
Pm (GPa)	0,58

Durante el ensayo con el tribómetro se va tomando la fricción producida en el contacto Punzón- Probeta. Y posteriormente se hace una toma de imágenes de los cuatro cuadrantes de la huella producida en la probeta así como de la huella producida en el punzón. Todo esto se muestra a continuación.

3.1.4.3. COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN LOS ENSAYOS PAO6C.

Para cada uno de los tres ensayos C habidos, se han obtenido curvas de fricción frente a la distancia recorrida del punzón, e igualmente se ha procedido a obtener una curva media a los tres ensayos.

Ensayo PAO6C1:



Gráfica 1: Fricción frente distancia, ensayo PAO6C1.

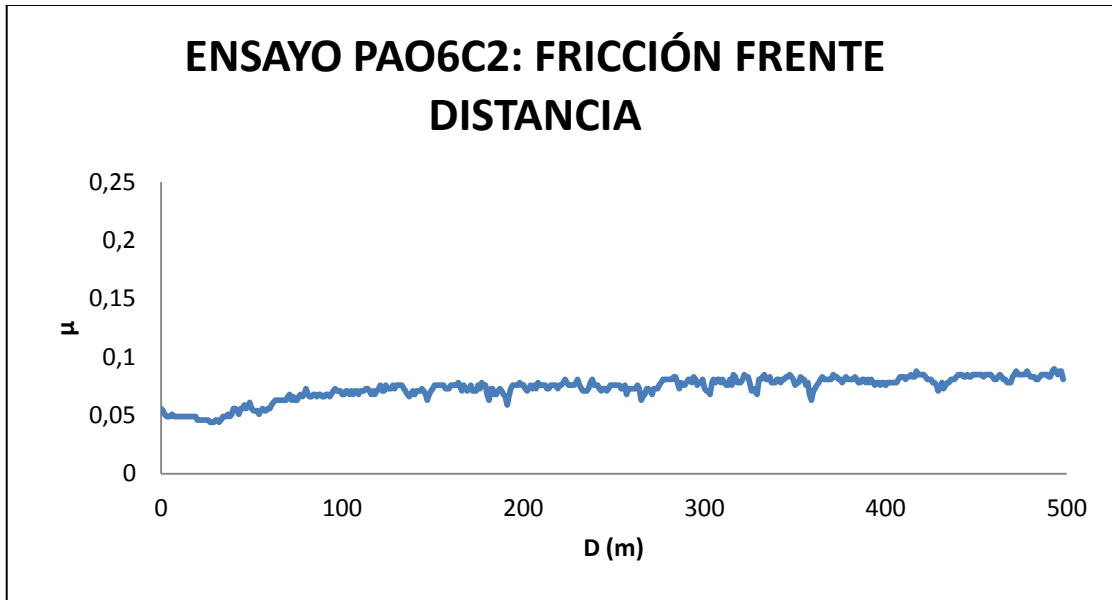
Se observa un aumento gradual de la fricción hasta los 300 metros aproximadamente, después la fricción tiende a oscilar en torno a un valor constante, aunque aumente en ciertos momentos.



La media y desviación típica de la fricción a lo largo de este ensayo es:

Coeficiente de fricción medio (μ medio) PAO6C1	0,136
Desviación típica	0,044

Ensayo PAO6C2:



Gráfica 2: Fricción frente distancia, ensayo PAO6C2.

En este ensayo se ven oscilaciones de la fricción alrededor de un valor manteniéndose constante en algunos momentos, siendo ese valor constante mayor conforme mayor es el recorrido hecho. Las diferencias en la fricción desde que comienza el ensayo no son tan significativas como en el caso anterior.

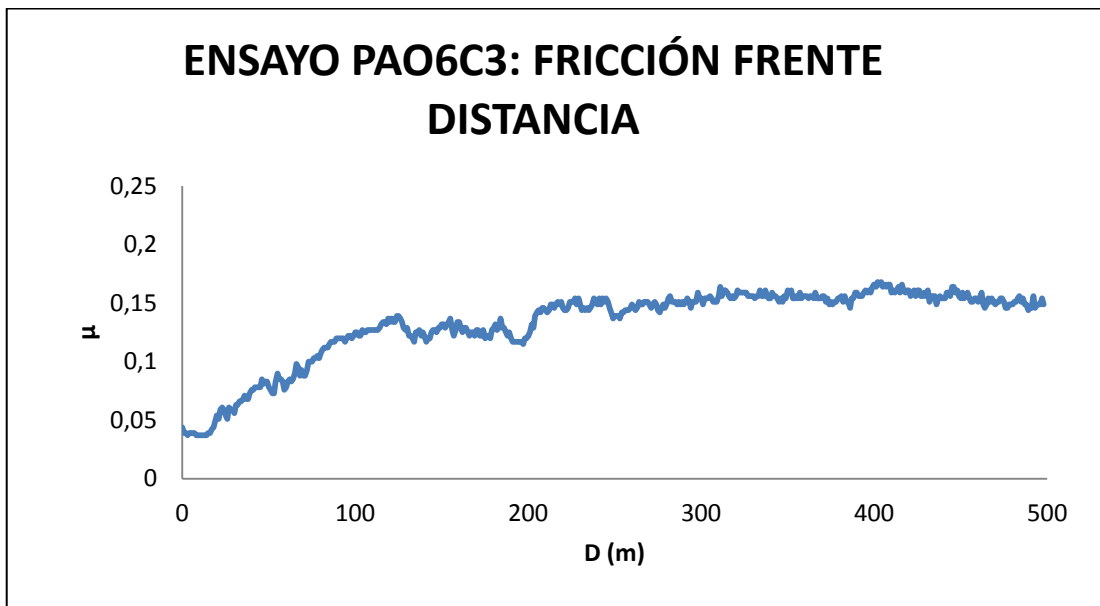
La media y desviación típica en este caso es:

Coeficiente de fricción medio (μ medio) PAO6C2	0,073
Desviación típica	0,010

Se aprecia una media inferior al caso anterior (ensayo C1), con el tercer ensayo se esclarecerá la tendencia real de la media en estos ensayos, la de valor más alto o la de valor más bajo.



Ensayo PAO6C3:



Gráfica 3: Fricción frente distancia, ensayo PAO6C3.

Se aprecia un aumento gradual de la fricción hasta llegar a los 264 metros donde ya se va teniendo un valor casi constante de fricción. Este comportamiento se asemeja más al del primer ensayo, aunque no se alcanzan los valores elevados de fricción del final, sí sin embargo se acercan y el comportamiento es similar.

La media y desviación típica correspondiente es:

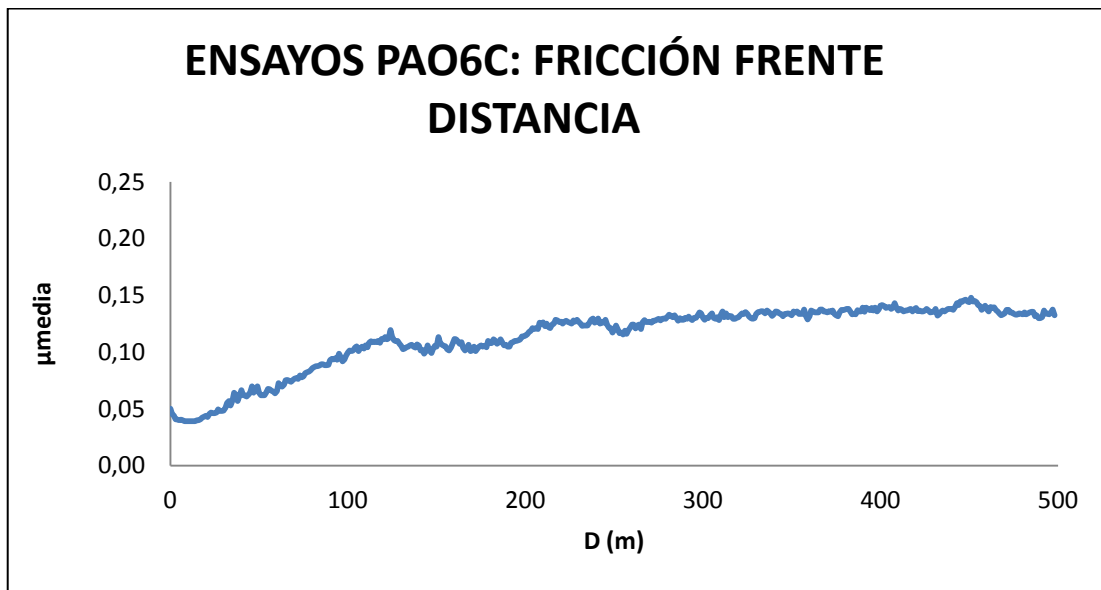
Coefficiente de fricción medio (μ medio) PAO6C3	0,133
Desviación típica	0,032

Puede verse que la desviación típica es similar a la del ensayo PAO6C1.

A continuación se muestra la media del comportamiento en los ensayos PAO6C.



Ensayos PAO6C:



Gráfica 4: Fricción media frente distancia, ensayos PAO6C.

La media y desviación típica respectiva para la media de los tres ensayos es:

Coefficiente de fricción medio (μ medio) PAO6C	0,114
Desviación típica	0,035

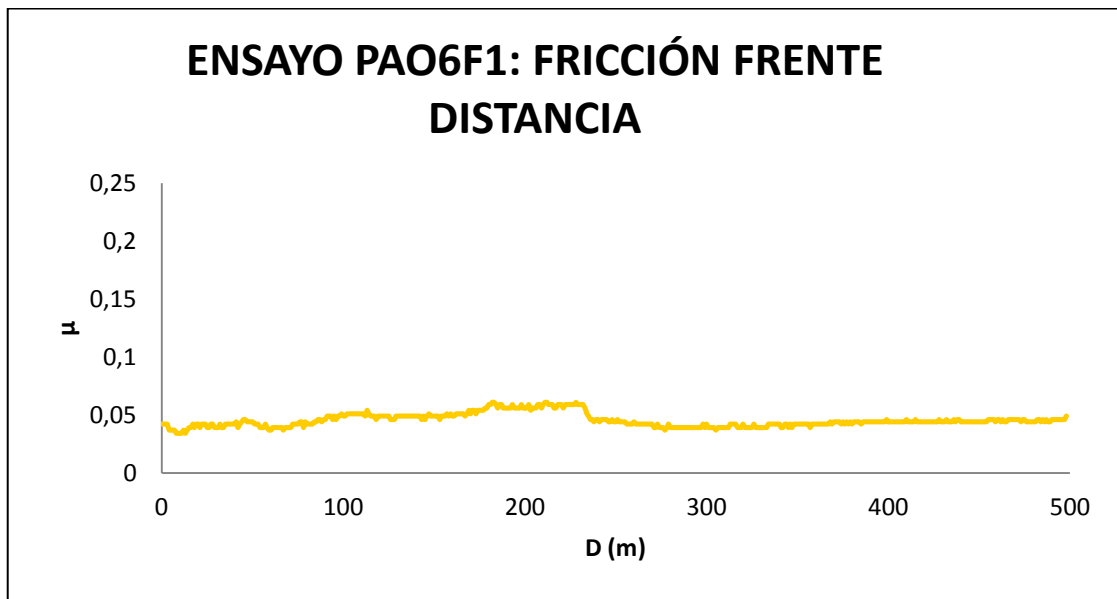
Estos resultados de fricción serán comparados con los obtenidos en los ensayos PAO6F.

3.1.4.4. COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN LOS ENSAYOS PAO6F.

En este apartado se va a proceder de igual modo que se hizo en el apartado anterior referente a probetas elaboradas mediante compactación en caliente. Una vez obtenido el comportamiento a fricción de este tipo de probetas, se establecerá una comparación con las del caso anterior. A fin de saber cuáles presentan una menor fricción en el contacto.



Ensayo PAO6F1:



Gráfica 5: Fricción frente distancia, ensayo PAO6F1.

En este caso todos los valores de fricción se asemejan en cada punto del recorrido, hay una leve oscilación alrededor de una media, no se aprecian aumentos o descensos de notoriedad, se trata de valores prácticamente constantes. Sin embargo, sí que hay un pequeño aumento en los valores que en los 181 metros alcanza su valor máximo, para poco después disminuir ligeramente, y permanecer constante.

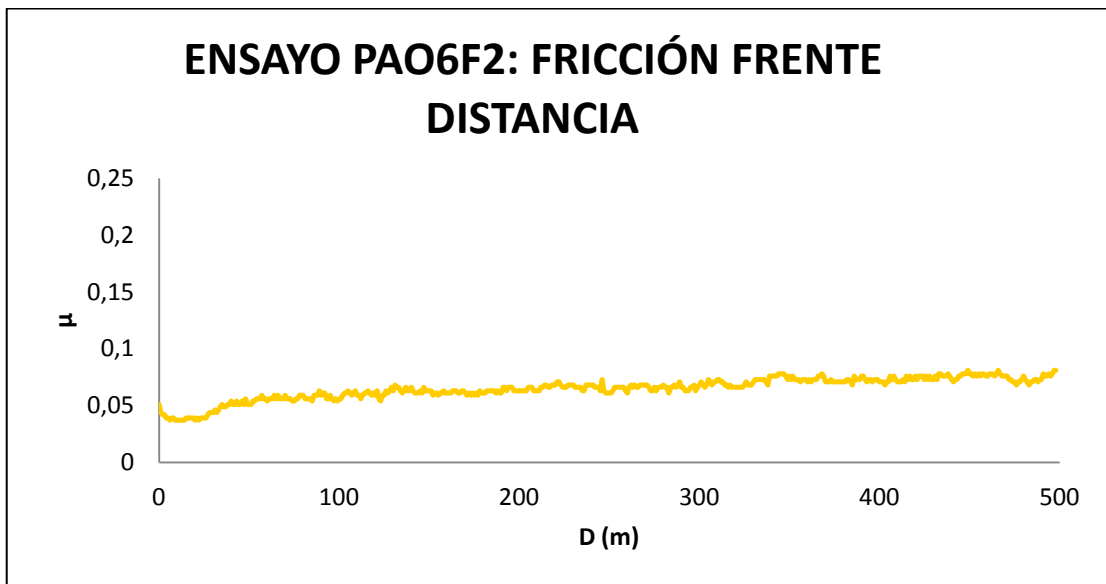
La media y desviación típica asociada a este ensayo es:

Coefficiente de fricción medio (μ medio) PAO6F1	0,045
Desviación típica	0,006

A simple vista ya se observa una media del orden de la mitad respecto a los ensayos de probeta compactada, pero esto sólo es un primer ensayo con probetas de cobre original. Se ha de ver junto con los demás ensayos PAO6F, si la media del total de los mismos, acarrea diferencias significativas respecto a los ensayos PAO6C.



Ensayo PAO6F2:



Gráfica 6: Fricción frente distancia, ensayo PAO6F2.

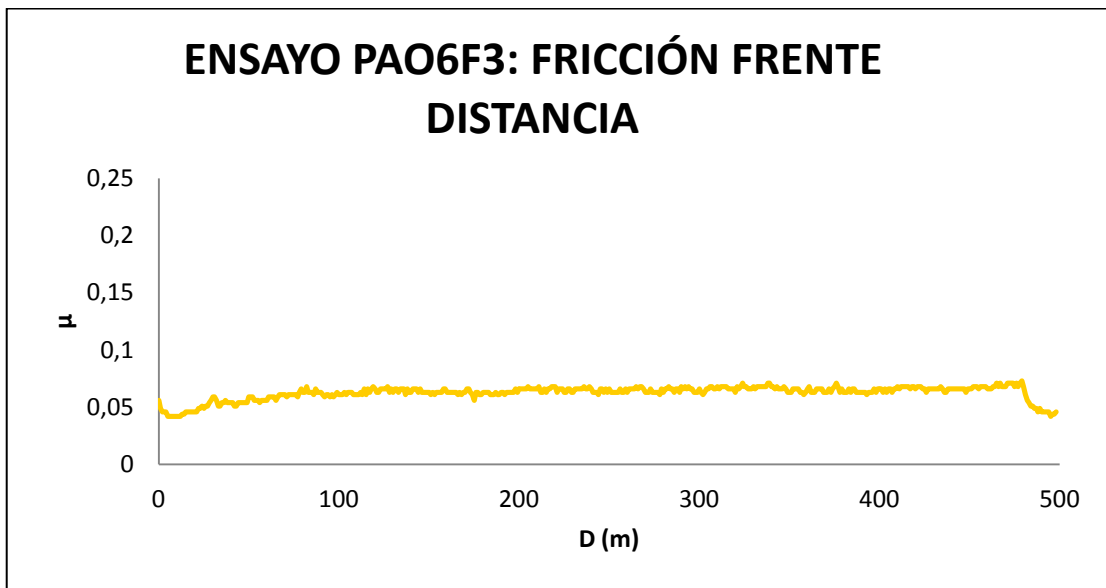
La media y desviación típica respectiva es:

Coefficiente de fricción medio (μ medio) PAO6F2	0,065
Desviación típica	0,010

En este ensayo se observa un aumento de la fricción conforme aumenta la distancia recorrida. No obstante los valores no llegan nunca a ser tan altos a los de la media de ensayos con probeta compactada. Se mantiene el mismo orden de magnitud que en el ensayo de probeta en frío anterior. Los valores más elevados y que comienzan a ser casi constantes hasta el final comienzan a verse en los 344 metros de distancia recorrida.



Ensayo PAO6F3:



Gráfica 7: Fricción frente distancia, ensayo PAO6F3.

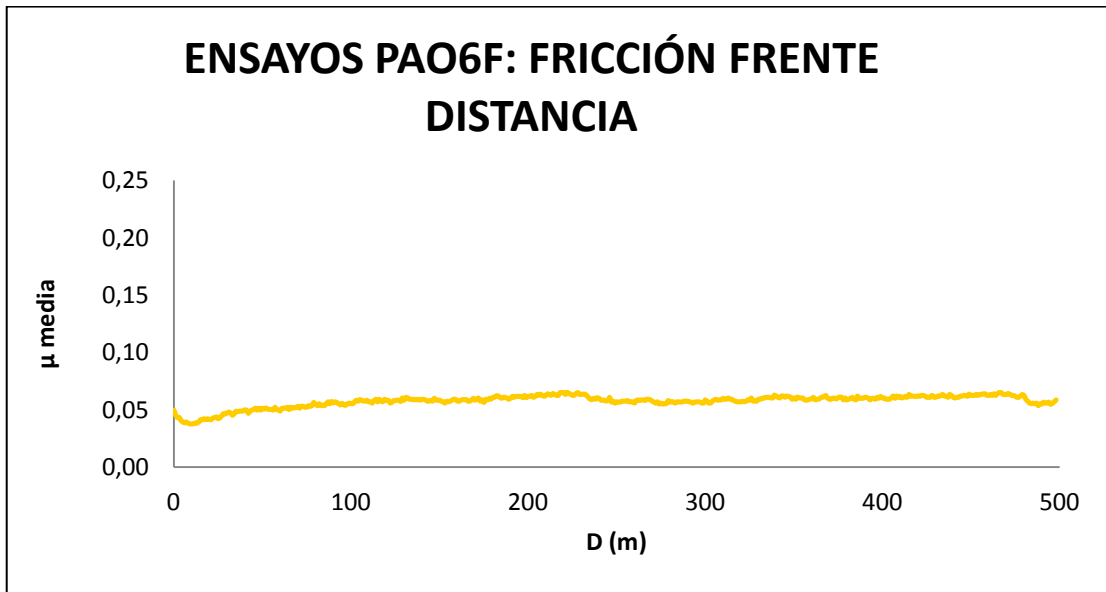
Media y desviación típica:

Coefficiente de fricción medio (μ medio) PAO6F3	0,063
Desviación típica	0,006

En este ensayo el comportamiento parece similar al anterior aunque hay una bajada de la fricción cuando ya queda poco para el final del ensayo. Esa bajada final de fricción se produce desde los 481 metros en adelante por lo que no se ha ignorado.

Ensayos PAO6F:

La fricción media de todos los ensayos efectuados con probetas elaboradas en frío, se expone a continuación.



Gráfica 8: Fricción media frente distancia, ensayos PAO6F.

Media y desviación típica:

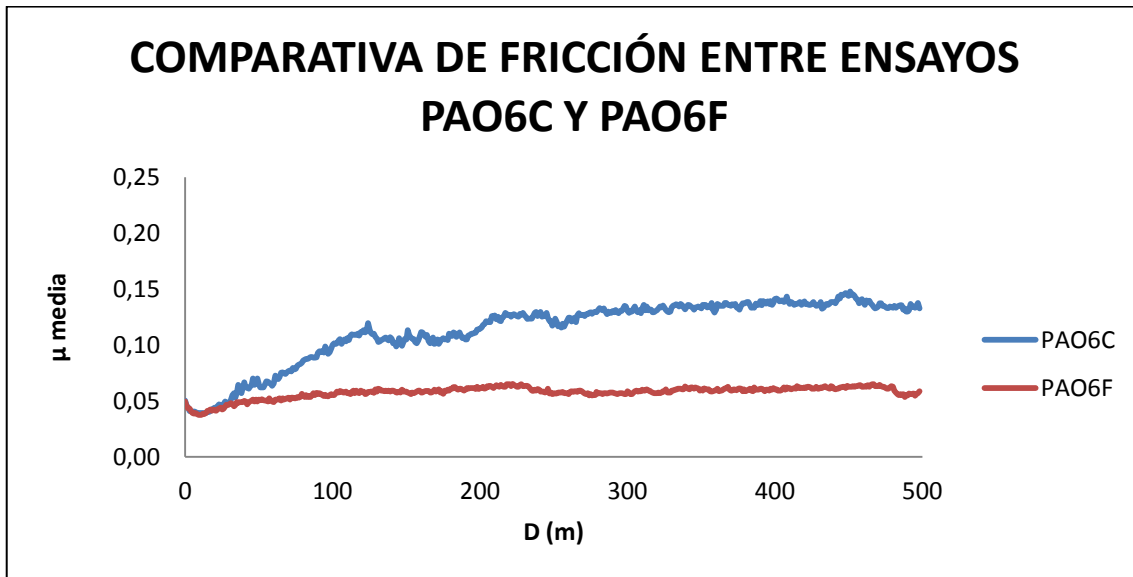
Coefficiente de fricción medio (μ medio) PAO6F	0,058
Desviación típica	0,011

La fricción ensayando con Cu OFHC usando PAO6 como lubricante (PAO6F), es del orden del 50% menor a la producida ensayando Cu compactado (PAO6C).

La desviación típica a su vez es inferior en ensayos PAO6F frente PAO6C, indicándose menos oscilaciones del valor de fricción durante todo el ensayo.

A continuación se muestra un cuadro comparativo y una gráfica de ambos comportamientos:

COMPARACIÓN FRICCIÓN DE PAO6C FRENTE PAO6F			
PAO6C		PAO6F	
μ MEDIA	DESVIACIÓN	μ MEDIA	DESVIACIÓN
0,114	0,035	0,058	0,011



Gráfica 9: Comparativa de fricción entre ensayos PAO6C y ensayos PAO6F.

Podría decirse que el comportamiento es menos agresivo para el cobre original si sólo se atendiera a valores de fricción. Continuando con el estudio se verá si se confirma esto, o si se encuentran datos que afirman lo contrario.

Absolutamente todos los gráficos expuestos en este apartado presentan los mismos rangos en los ejes para mejor comparación de los mismos.

3.1.4.5. IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO ÓPTICO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS PAO6C.

PAO6C1:

Huella en probeta:

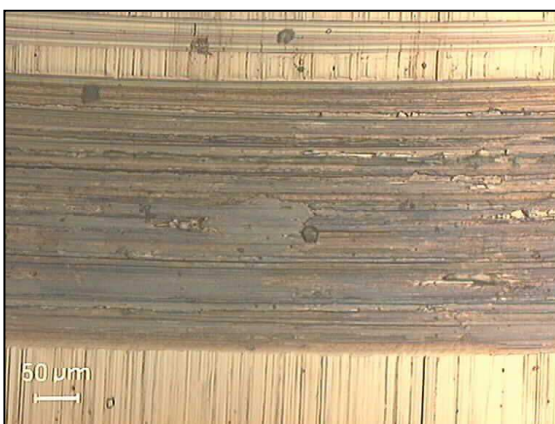


Imagen 86: Cuadrante inferior de la huella producida en probeta del ensayo PAO6C1.

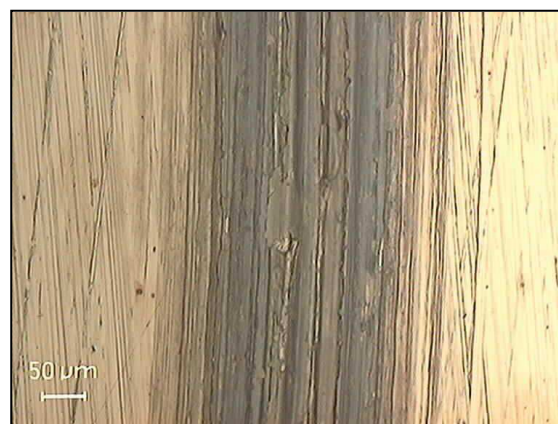


Imagen 87: Cuadrante derecho de la huella producida en probeta del ensayo PAO6C1.



Imagen 88: Cuadrante superior de la huella producida en probeta durante el ensayo PAO6C1.



Imagen 89: Cuadrante izquierdo de la huella producida en probeta durante el ensayo PAO6C1.

Huella en punzón:

A continuación se expondrán la imagen de la punta del punzón, así como la del perfil, al tiempo que se comparan con las imágenes realizadas tras el ensayo donde se observa la huella.

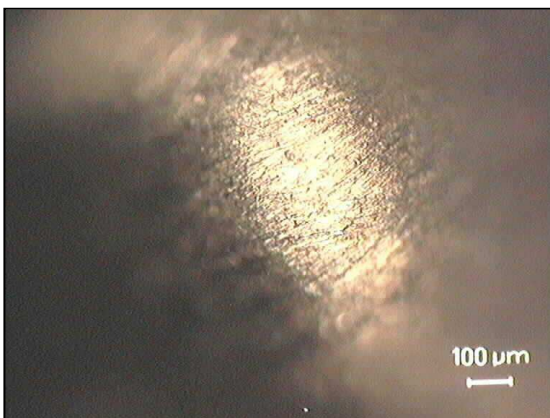


Imagen 90: Vista en punta del punzón antes del ensayo PAO6C1.

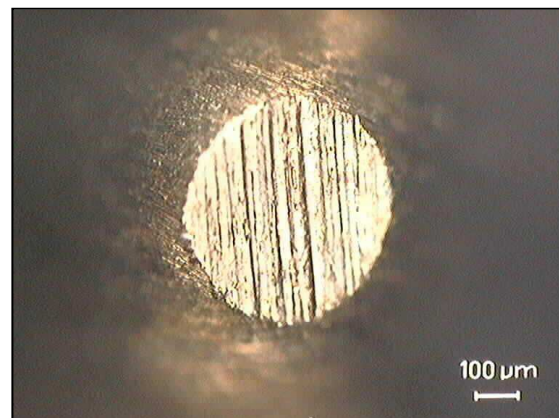


Imagen 91: Punta del punzón tras el ensayo PAO6C1.

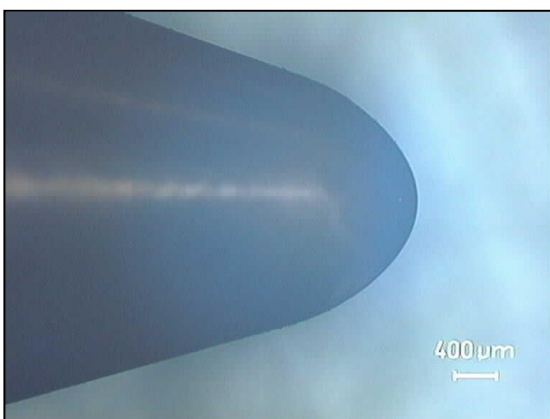


Imagen 92: Vista de perfil del punzón antes del ensayo PAO6C1.

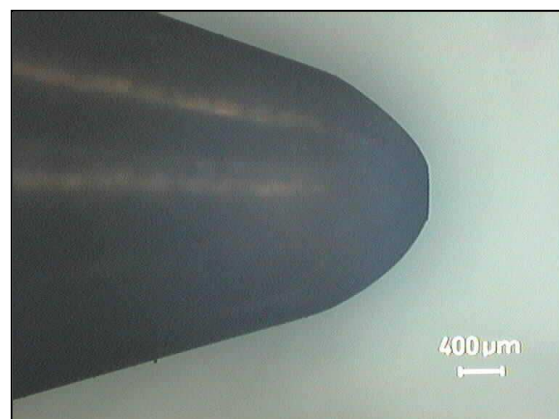


Imagen 93: Perfil del punzón tras realizar el ensayo, se aprecia huella en la punta producida en el ensayo PAO6C1.



Tamaño de la huella en el extremo del punzón:

Área Huella (mm ²)	0,18
Perímetro Huella (mm)	1,86

PAO6C2:

Huella en probeta:

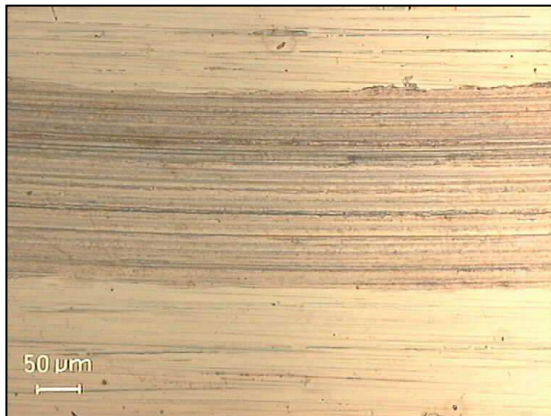


Imagen 94: Cuadrante inferior huella en probeta tras ensayo PAO6C2.

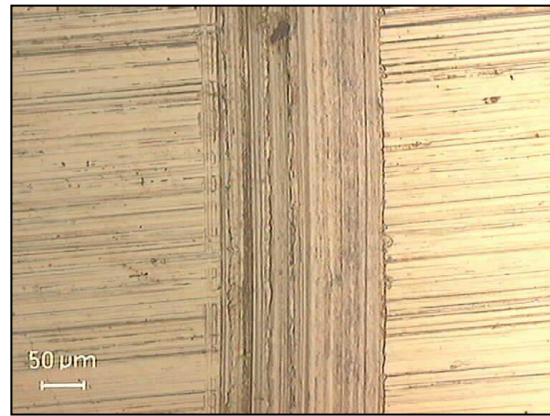


Imagen 95: Cuadrante derecho de la huella en probeta del ensayo PAO6C2.



Imagen 96: Cuadrante superior huella en probeta tras ensayo PAO6C2.



Imagen 97: Cuadrante izquierdo huella en probeta tras ensayo PAO6C2.

Huella en punzón:

De nuevo, se vuelven a establecer comparaciones entre la vista en punta y la vista en perfil del punzón antes y después del ensayo, viéndose claramente la huella tras el mismo y calculándose el área y el perímetro de dicha huella.

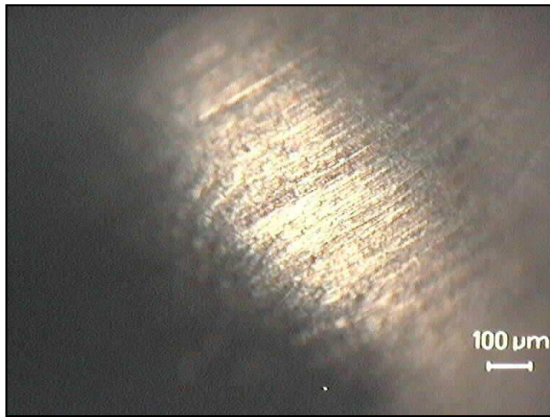


Imagen 98: Vista en punta del punzón del ensayo PAO6C2, antes del ensayo.



Imagen 99: Vista en punta del punzón tras ensayo PAO6C2, se observa huella.

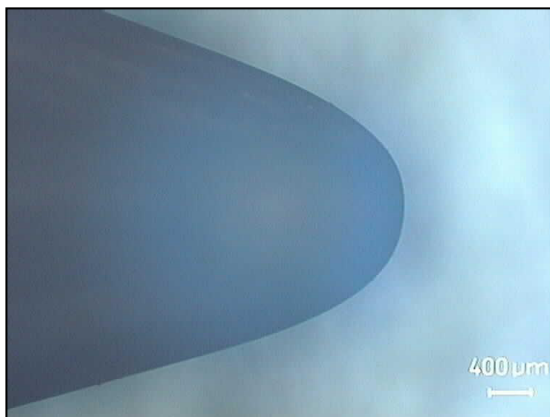


Imagen 100: Vista de perfil del punzón antes del ensayo PAO6C2.

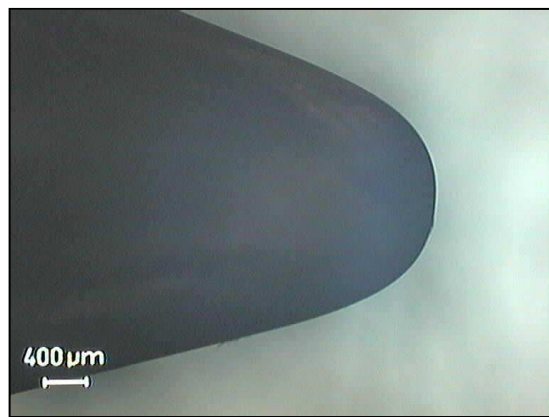


Imagen 101: Vista de perfil del punzón tras el ensayo PAO6C2, se observa chafilán en la punta.

Tamaño de la huella en el extremo del punzón:

Área Huella (mm ²)	0,1
Perímetro Huella (mm)	1,65

PAO6C3:

Huella en probeta:

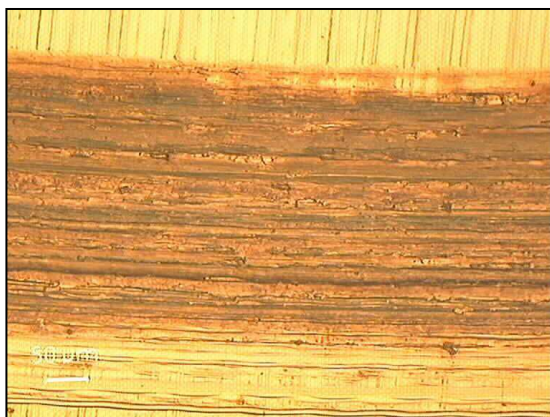


Imagen 102: Cuadrante inferior huella en probeta tras ensayo PAO6C3.

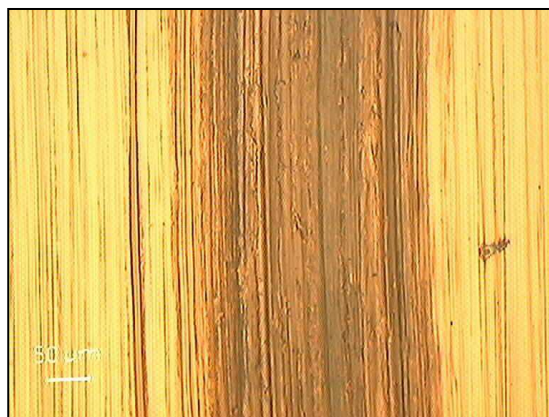


Imagen 103: Cuadrante izquierdo huella en probeta tras ensayo PAO6C3.

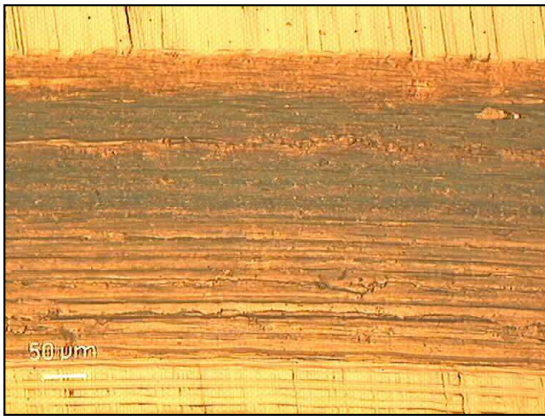


Imagen 104: Cuadrante superior huella en probeta tras ensayo PAO6C3.

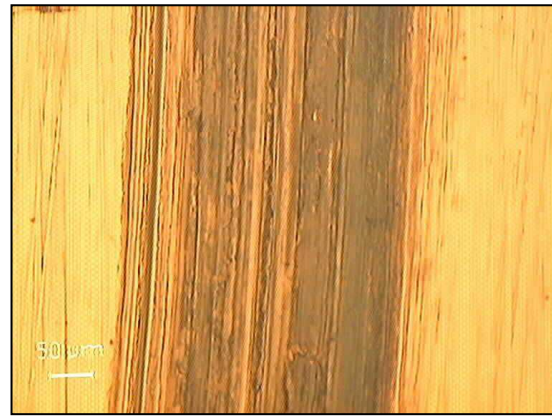


Imagen 105: Cuadrante derecho huella en probeta tras ensayo PAO6C3.

Huella en punzón:



Imagen 106: Vista en punta del punzón del ensayo PAO6C3, antes del ensayo.



Imagen 107: Vista en punta del punzón tras el ensayo PAO6C3.

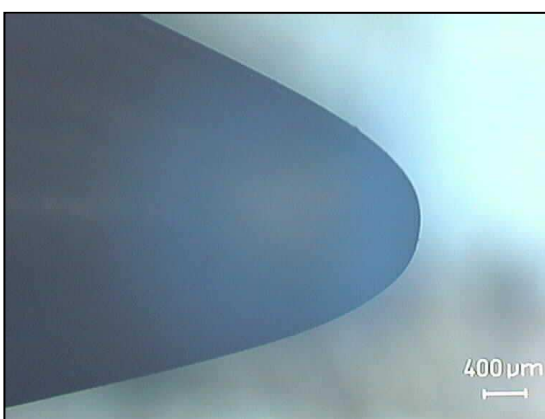


Imagen 108: Perfil de la punta del punzón del ensayo PAO6C3, antes del ensayo.

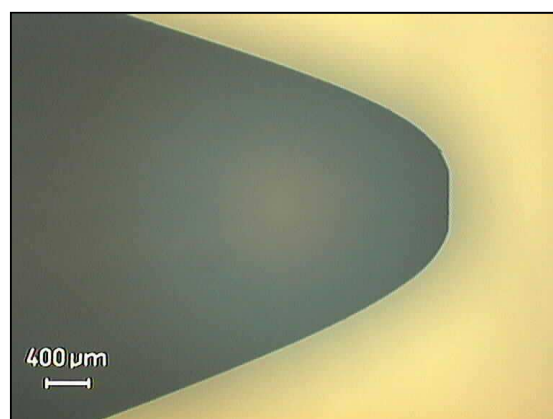


Imagen 109: Perfil de la punta del punzón del ensayo PAO6C3, tras el ensayo.

Tamaño de la huella del punzón:



Área Huella (mm ²)	0,19
Perímetro Huella (mm)	1,81

Media de áreas de huella en punzón ensayos PAO6C	0,156 mm²
Desviación típica de áreas de huella en punzón PAO6C	0,049
Media de perímetros de huella punzón ensayos PAO6C	1,77 mm
Desviación típica de perímetros de huella punzón PAO6C	0,109

3.1.4.6. IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A LOS ENSAYOS PAO6F.

PAO6F1:

Huella en probeta:

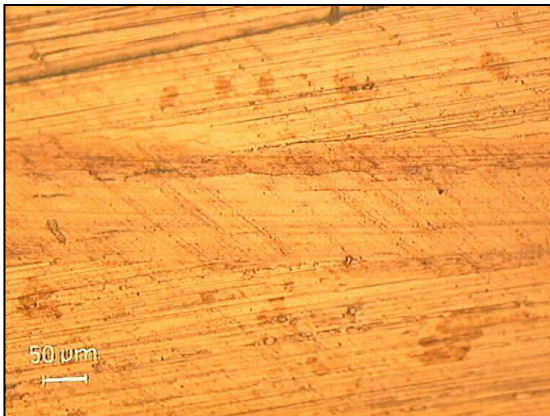


Imagen 110: Cuadrante inferior de huella en probeta tras ensayo PAO6F1.

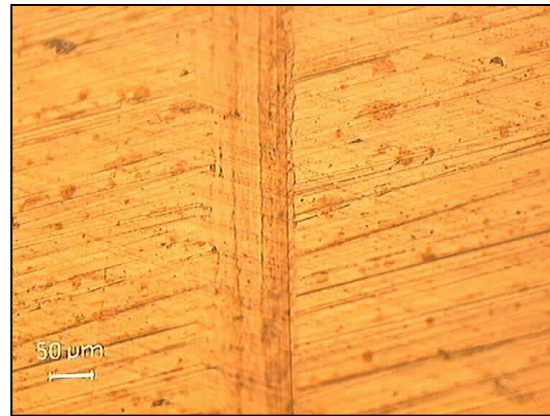


Imagen 111: Cuadrante izquierdo de huella en probeta tras ensayo PAO6F1.



Imagen 112: Cuadrante superior de huella en probeta tras ensayo PAO6F1.

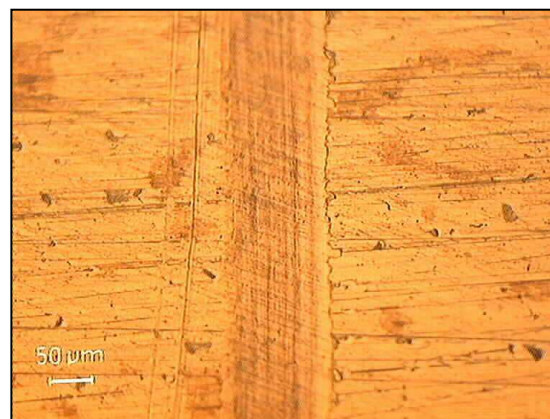


Imagen 113: Cuadrante derecho huella en probeta tras ensayo PAO6F1.



Huella punzón:

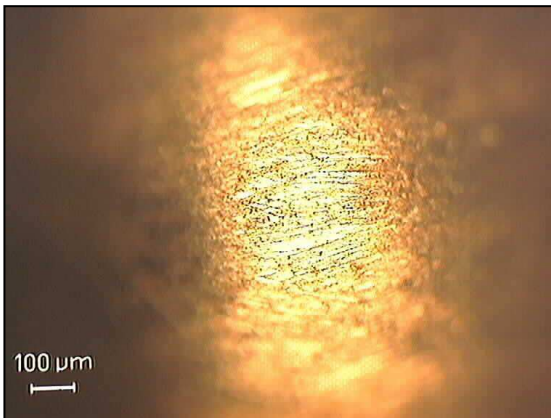


Imagen 114: Punta del punzón antes del ensayo PAO6F1.

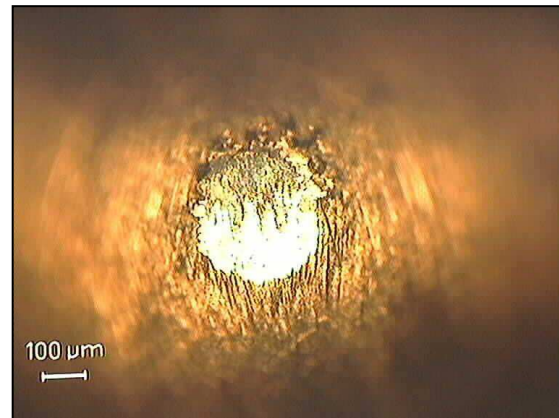


Imagen 115: Punta del punzón tras el ensayo PAO6F1.

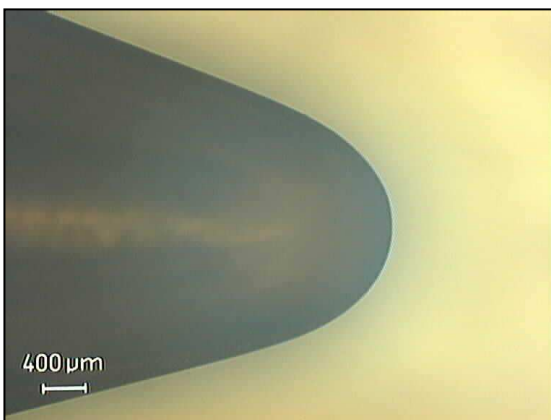


Imagen 116: Perfil de punta del punzón antes del ensayo PAO6F1, mediante esta imagen se tomó el valor del radio.

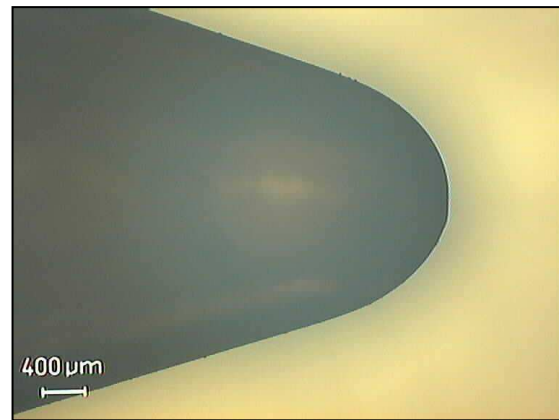


Imagen 117: Perfil de punta del punzón tras el ensayo PAO6F1.

Medida tamaño de huella en punzón:

Área Huella (mm ²)	0,07
Perímetro Huella (mm)	1,21

PAO6F2:

Huella en probeta:

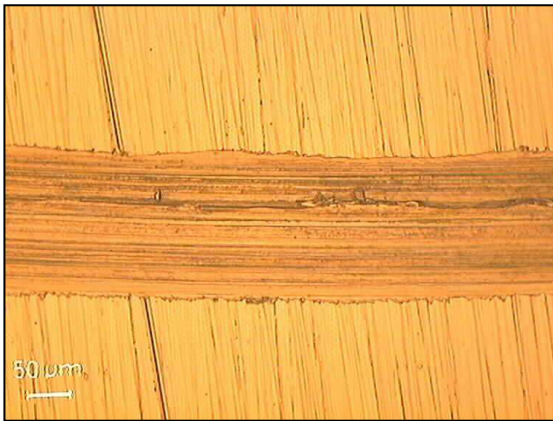


Imagen 118: Cuadrante inferior de huella en probeta tras el ensayo PAO6F2.

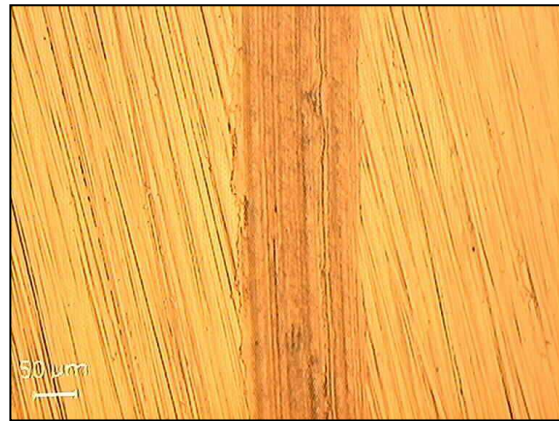


Imagen 119: Cuadrante izquierdo de huella tras el ensayo PAO6F2.



Imagen 120: Cuadrante superior de huella tras el ensayo PAO6F2.

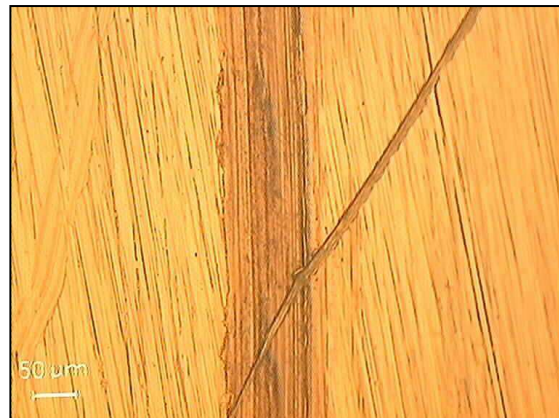


Imagen 121: Cuadrante izquierdo de huella tras el ensayo PAO6F2.

Huella en punzón:



Imagen 122: Punta del punzón antes del ensayo PAO6F2.

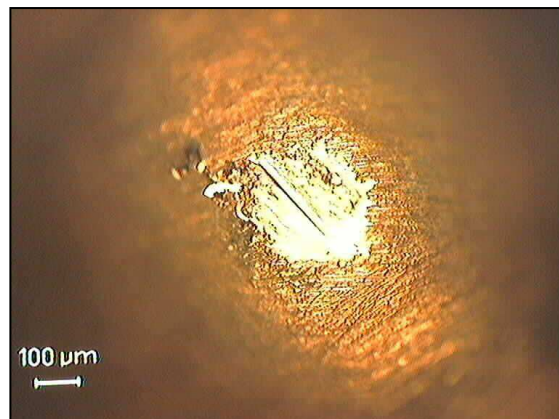


Imagen 123: Punta del punzón tras el ensayo PAO6F2.

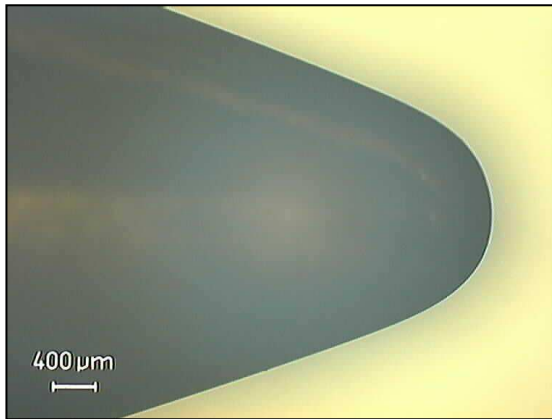


Imagen 124: Perfil de punta del punzón preparado para el ensayo PAO6F2.

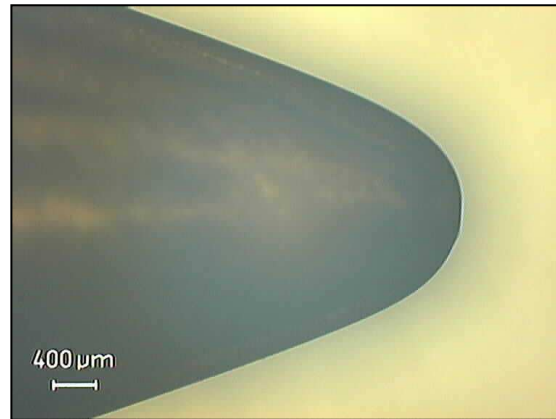


Imagen 125: Perfil de punta del punzón tras el ensayo PAO6F2, el pequeño chaflán de la punta es casi inapreciable.

Tamaño de huella en la punta del punzón:

Área Huella (mm ²)	0,07
Perímetro Huella (mm)	1,32

PAO6F3:

Huella en probeta:



Imagen 126: Cuadrante inferior de huella tras el ensayo PAO6F3.

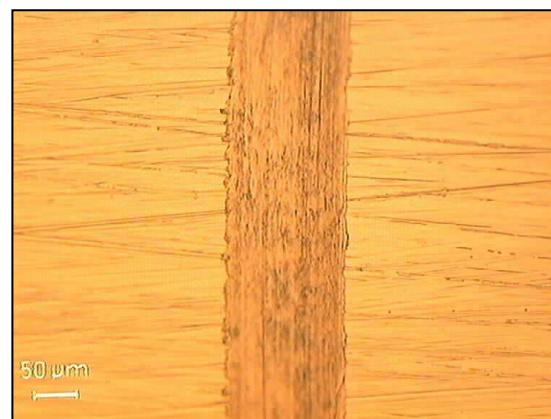


Imagen 127: Cuadrante izquierdo de huella tras el ensayo PAO6F3.



Imagen 128: Cuadrante superior de huella tras el ensayo PAO6F3.



Imagen 129: Cuadrante derecho de huella tras el ensayo PAO6F3.



Huella en punzón:

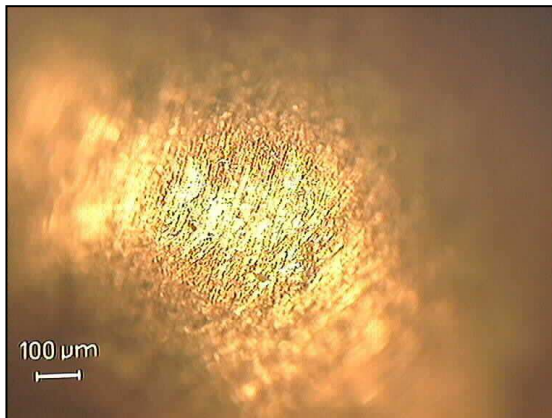


Imagen 130: Punta punzón preparado para el ensayo PAO6F3.

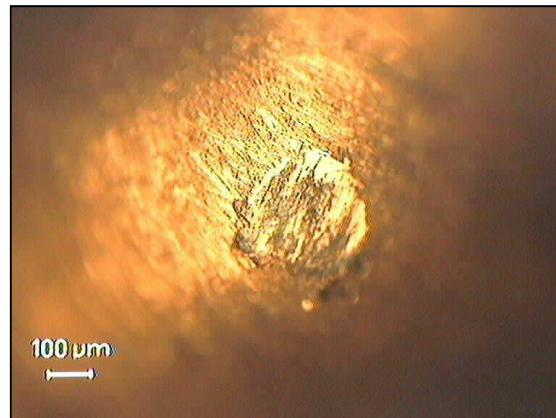


Imagen 131: Huella en punta punzón debido al ensayo PAO6F3.

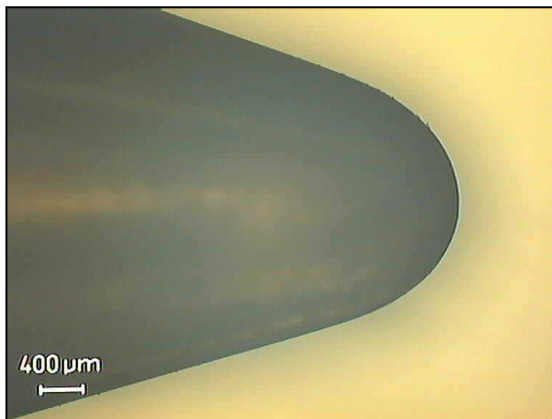


Imagen 132: Perfil del punzón antes del ensayo PAO6F3.

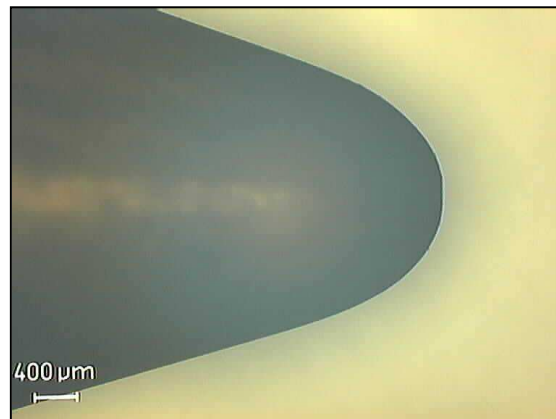


Imagen 133: Perfil del punzón con huella del ensayo PAO6F3.

Tamaño de la huella del punzón:

Área Huella (mm ²)	0,06
Perímetro Huella (mm)	1,08

Media de áreas de huella en punzón ensayos PAO6F	0,067 mm²
Desviación típica de áreas de huella en punzón PAO6F	0,005
Media de perímetros de huella en punzón PAO6F	1,20 mm
Desviación típica de perímetros de huella punzón PAO6F	0,120

Comparando las imágenes de la huella en las probetas de los ensayo PAO6C frente a las de los ensayos PAO6F, se observa claramente que, en el caso de los primeros es notablemente más ancha que la huella en los ensayos PAO6F.

¿Se produce un mayor desgaste en los ensayos C que en los ensayos F? Esto podrá verse mejor cuando se haga un examen topográfico de la superficie de la probeta mediante el microperfilómetro y se calcule el volumen de desgaste producido en ambos tipos de probeta.



En lo que respecta a la huella en el punzón, se aprecia una huella más pequeña en el caso de los ensayos PAO6F, siendo el área del orden de la mitad más pequeña frente a la habida en los ensayos PAO6C, en concreto un 43% aproximadamente más pequeña. Esto indica un menor desgaste del punzón en los ensayos PAO6F. Todo parece apuntar a un ensayo menos agresivo cuando se trata de probeta elaborada en frío. Convendrá ver qué ocurre con los datos que proporciona el microperfilómetro acerca del perfil de la huella, para concretar, en cuál de ellas se produce realmente un menor desgaste de material.

HUELLA EN PUNZÓN	CUADRO COMPARATIVO	
	ENSAYOS PAO6C	ENSAYOS PAO6F
ÁREA	0,156 mm ²	0,067 mm ²
DESVIACIÓN ÁREA	0,049	0,005
PERÍMETRO	1,77 mm	1,20 mm
DESVIACIÓN PERÍMETRO	0,109	0,120

3.1.4.7. RESULTADOS DE MICROPERFILOMETRÍA PARA ENSAYOS PAO6C.

En este apartado se van a ver los datos obtenidos mediante el microperfilómetro, de la superficie de la probeta en cada ensayo C. Es de interés comprobar la profundidad de la huella, el volumen del sector, y el perfil de la huella.

La manera de proceder, ha sido como se indicó en el capítulo 2, mediante la realización de un barrido en cada cuadrante de la probeta. Los datos aquí dados se utilizarán para el cálculo de la tasa de desgaste en función del volumen hueco y pico de la huella.

En este apartado se expondrán los datos que se obtienen en cada imagen, obtenida con el software TalyMap, asociado al microperfilómetro utilizado para la toma de imágenes topográficas de la huella de cada probeta ensayada.

Se presentan las imágenes, a modo explicativo y sólo las del primer cuadrante de la huella de la probeta PAO6C1. El resto de imágenes obtenidas tanto en el resto de cuadrantes como en el resto de probetas, no se exponen aquí, salvo casos que lo requieran.

Ensayo PAO6C1:

Cuadrante superior:

La siguiente imagen muestra el cuadrante superior de la huella. Mediante una escala de colores se hace notar las zonas de mayor o menor profundidad, siendo las zonas profundas aquellas de color azul.

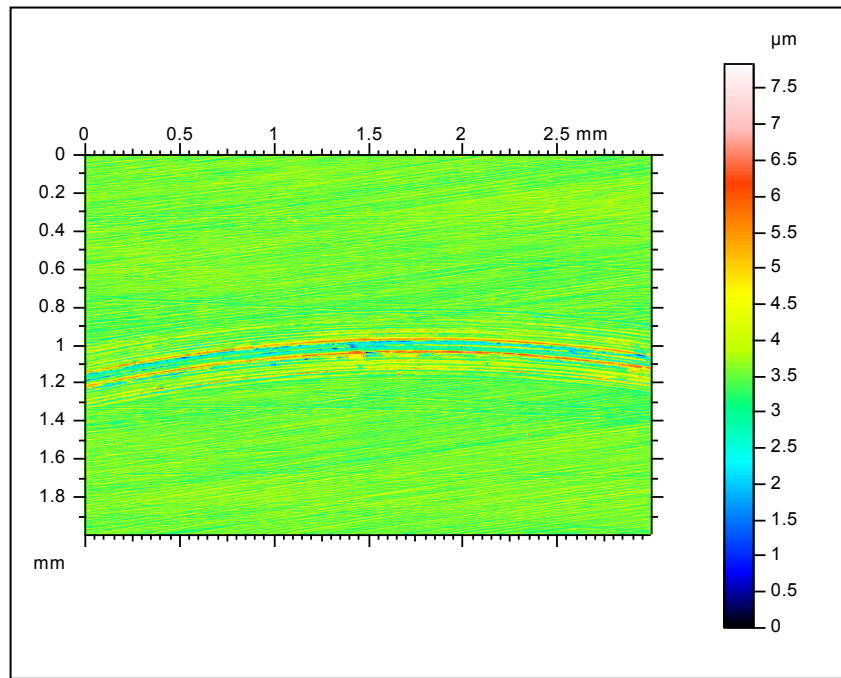


Imagen 134: Supresión de forma, cuadrante superior, probeta PAO6C1.

La imagen siguiente muestra una medida de la longitud del arco de dicha sección:

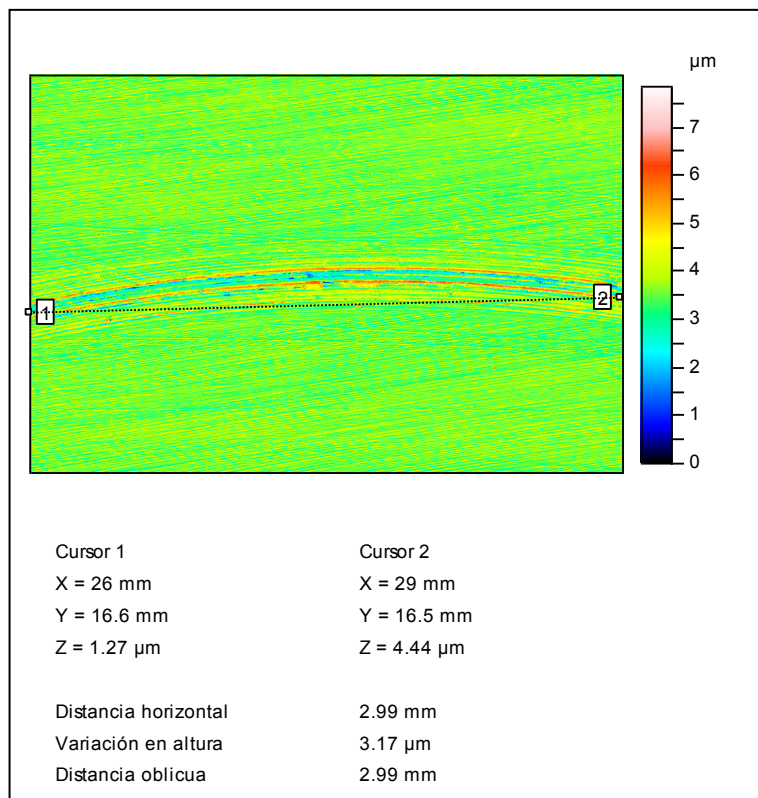


Imagen 135: Cuerda de cuadrante superior, probeta PAO6C1.



La longitud de la cuerda corresponde con el dato de distancia horizontal, siendo en este cuadrante de 2,99mm. Este valor no experimentará diferencias significativas en los distintos cuadrantes, así como en las distintas probetas. Se verá cómo o bien es de 3mm, o bien es de 2,99mm.

Lo que se ve a continuación es una vista en tres dimensiones de la zona de huella de este cuadrante.

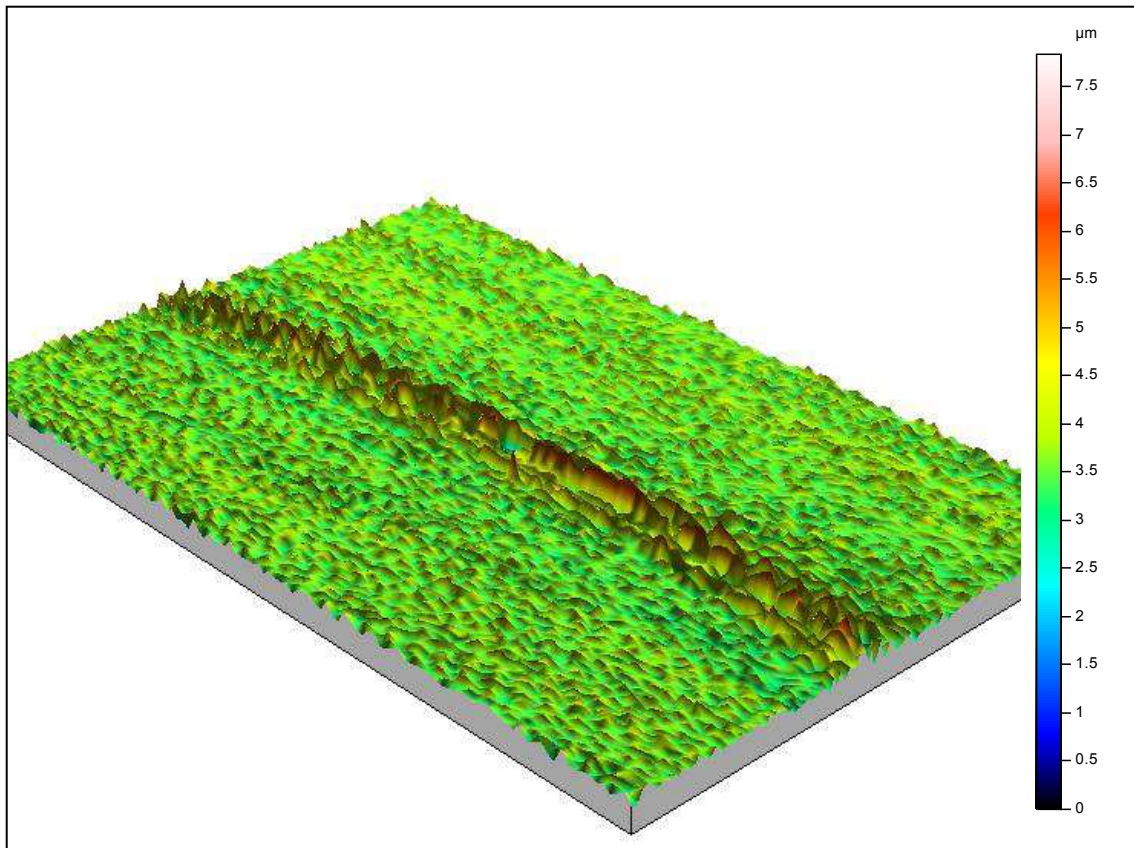


Imagen 136: Vista 3D, zona de huella cuadrante superior probeta PAO6C1.

Se realiza una medida del sector volumen bordeando le huella, tal como se ve en la siguiente imagen:

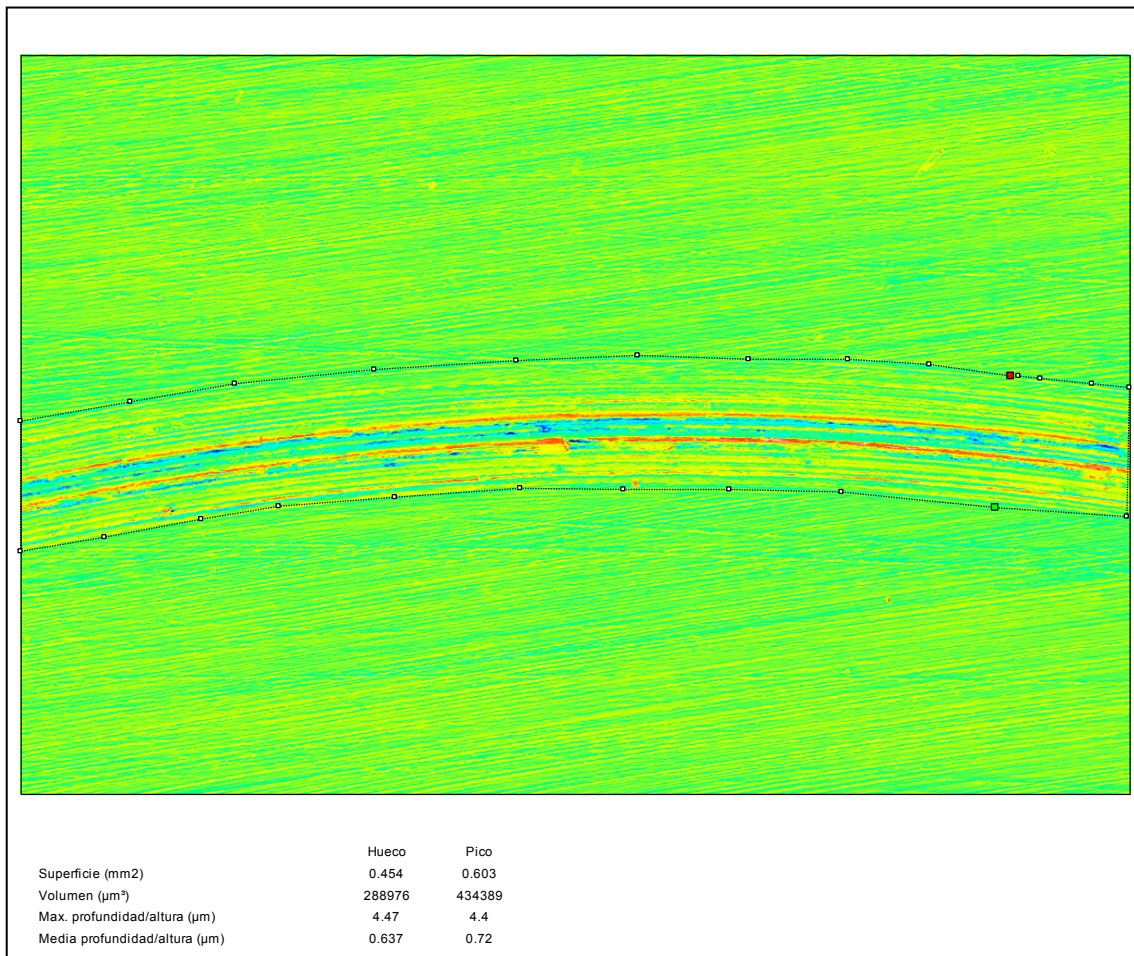


Imagen 137: Medida del sector volumen cuadrante superior, probeta PAO6C1.

Se aprecia en la parte inferior de la imagen, entre otros datos, la medida del volumen hueco y pico en μm^3 , que pasados a mm^3 y efectuando la diferencia entre ellos proporciona el volumen de desgaste en dicho cuadrante de huella.

A continuación, se muestran tres gráficas referentes al perfil de ese cuadrante de huella. En la primera se observan superpuestos, los perfiles sección a sección de dicho cuadrante. En la segunda, se observa el perfil medio obtenido para la sección de la huella de esa probeta. Y en la tercera se delimita claramente, el área de volumen hueco y el área de volumen pico de esa sección mediante los colores rojo y verde respectivamente.

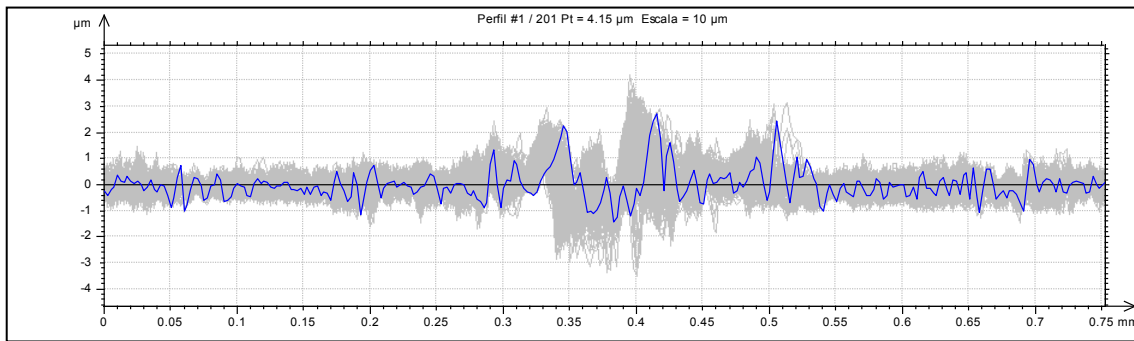


Imagen 138: Superposición de perfiles a lo largo del cuadrante superior en huella de probeta PAO6C1.

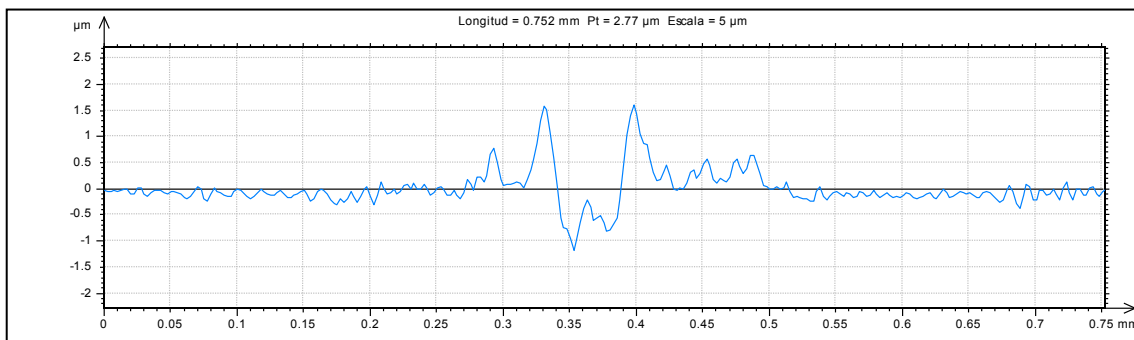


Imagen 139: Perfil medio del cuadrante superior en huella de probeta PAO6C1.

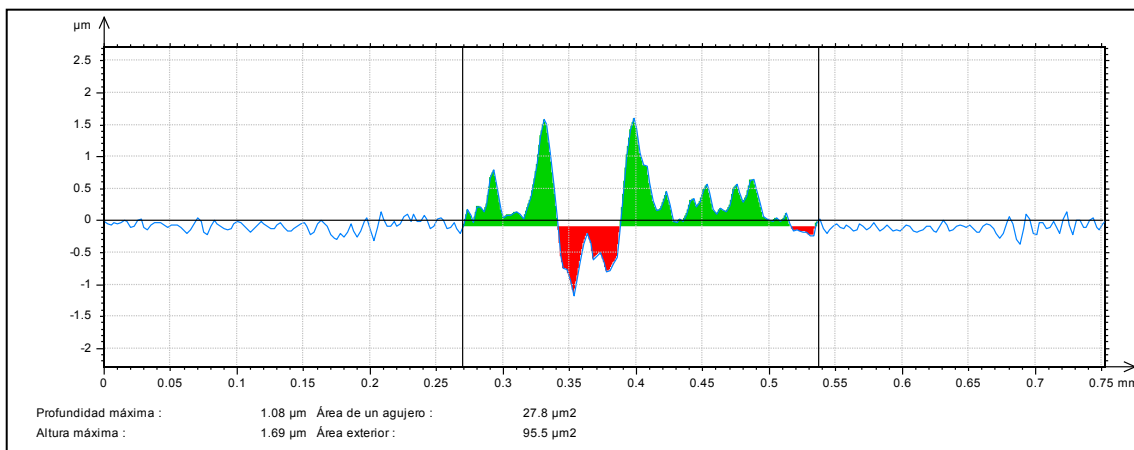


Imagen 140: Diferenciación del área del agujero y de pico en el perfil medio del cuadrante superior de la huella de probeta PAO6C1.

Para el resto de los cuadrantes del ensayo PAO6C1, al igual que para el resto de probetas PAO6C, no se muestran las gráficas obtenidas. Como se ha dicho antes, se irá directamente a los cálculos.

En las siguientes tablas se van a indicar los valores de interés en cada imagen y gráfico, para todos los cuadrantes de cada probeta del grupo de ensayos PAO6C.



PAO6C1: Datos conforme a la medida del Agujero-Pico.

CUADRANTES	LONGITUD DE LA CUERDA (mm)	ÁNGULO DEL ARCO	LONGITUD DEL ARCO	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
ARRIBA	2,99	0,3337	3,0039	$28,89 \cdot 10^{-5}$	$43,43 \cdot 10^{-5}$
IZQUIERDA	2,98	0,3326	2,9937	$32,21 \cdot 10^{-5}$	$50,29 \cdot 10^{-5}$
DERECHA	3	0,3348	3,0140	$34,70 \cdot 10^{-5}$	$50,80 \cdot 10^{-5}$
ABAJO	3	0,3348	3,0140	$30,65 \cdot 10^{-5}$	$33,88 \cdot 10^{-5}$
MEDIA	2,9925	0,3340	3,0064	$31,61 \cdot 10^{-5}$	$44,60 \cdot 10^{-5}$

PAO6C2: Datos conforme a la medida del Agujero-Pico.

CUADRANTES	LONGITUD DE LA CUERDA (mm)	ÁNGULO DEL ARCO	LONGITUD DEL ARCO	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
ARRIBA	2,98	0,3326	2,9937	$23,39 \cdot 10^{-5}$	$9,88 \cdot 10^{-5}$
IZQUIERDA	2,99	0,3337	3,0039	$26,19 \cdot 10^{-5}$	$11,29 \cdot 10^{-5}$
DERECHA	2,98	0,3326	2,9937	$34,54 \cdot 10^{-5}$	$14,11 \cdot 10^{-5}$
ABAJO	2,99	0,3337	3,0039	$26,04 \cdot 10^{-5}$	$17,17 \cdot 10^{-5}$
MEDIA	2,985	0,3332	2,9988	$27,54 \cdot 10^{-5}$	$13,11 \cdot 10^{-5}$

PAO6C3: Datos conforme a la medida del Agujero-Pico.

CUADRANTES	LONGITUD DE LA CUERDA (mm)	ÁNGULO DEL ARCO	LONGITUD DEL ARCO	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
ARRIBA	3	0,3348	3,0140	$36,08 \cdot 10^{-5}$	$38,07 \cdot 10^{-5}$
IZQUIERDA	2,99	0,3337	3,0039	$34,52 \cdot 10^{-5}$	$46,08 \cdot 10^{-5}$
DERECHA	2,99	0,3337	3,0039	$40,19 \cdot 10^{-5}$	$37,43 \cdot 10^{-5}$
ABAJO	3	0,3348	3,0140	$55,53 \cdot 10^{-5}$	$46,31 \cdot 10^{-5}$
MEDIA	2,995	0,3343	3,0089	$41,58 \cdot 10^{-5}$	$41,97 \cdot 10^{-5}$



Los datos obtenidos en las tablas anteriores son los utilizados posteriormente en el cálculo de la tasa de desgaste según uno de los dos métodos expuestos en el capítulo 2.

3.1.4.8. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6C MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.

En primer lugar se operará tomando los datos anteriores para cada caso y obteniendo el volumen de desgaste para cada probeta del modo que ya se explicó en el capítulo 2. Realizando la diferencia entre volúmenes hueco y pico, estableciendo medias de todos los cuadrantes, barriendo en toda la huella y considerando el radio respectivo de la misma de 9mm, se tiene para cada caso:

	VOLUMEN DE DESGASTE (mm ³)
PAO6C1	-0,002442619
PAO6C2	0,002720168
PAO6C3	-7,4252·10 ⁻⁵

Dada la acumulación de material deformado plásticamente en los bordes de la huella de desgaste, como puede verse, en las probetas 1 y 3 de los ensayos PAO6C, el volumen pico es superior al volumen hueco, y el volumen de desgaste ha resultado ser negativo, lo que no es un valor que pueda considerarse en nuestros estudios. Esto demuestra lo extremadamente blando que es el cobre ofreciendo una huella con muchos picos en su interior, un perfil lleno de altibajos. Dados estos resultados que impiden calcular una tasa de desgaste conforme a nuestro método y que sea fiable, se centra la atención en el volumen hueco de cada probeta.

Se realiza pues, una ponderación del volumen hueco y pico en cada probeta resultando:

	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
PAO6C1	0,0059	0,0083
PAO6C2	0,0051	0,0024
PAO6C3	0,0078	0,0079
MEDIA ³	0,0063	
DESVIACIÓN TÍPICA	0,0013	

³ Sólo se muestra la media del volumen hueco, debido a que será objeto de comentarios en lo que sigue de memoria, haciendo referencia al desgaste.



3.1.4.9. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6C MEDIANTE EL MÉTODO OFRECIDO POR LA NORMA ASTM G-99.

Este método se rige por la ecuación siguiente:

$$W = 2 \cdot \pi \cdot R \cdot [r^2 \cdot \arcsen\left(\frac{d}{2 \cdot r}\right) - \left(\frac{d}{4}\right) \cdot (4 \cdot r^2 - d^2)^{\frac{1}{2}}] \quad (\text{Ecuación 18})$$

Donde:

'W' es el volumen de desgaste en mm³,

'R' es el radio de giro del punzón sobre el disco en mm, es decir, los 9mm de radio de la huella.

'd' es la anchura media de la huella de desgaste en mm. Este valor se mostrará a continuación y se ha medido a partir de las imágenes tomadas en el microscopio Leica mostradas en el apartado 3.1.4.4. de esta memoria. Se ha realizado la toma de medida de ancho de huella para cada cuadrante, siendo la media el considerado para toda la huella.

'r' es el radio del punzón esférico elaborado en cada punzón.

A continuación se muestra el cálculo según este procedimiento de la tasa de desgaste, donde se ve que en este caso, rodeado de suposiciones y por tanto menos minucioso que el método del agujero-pico, sí que se obtiene una tasa de desgaste positiva.

ENSAYOS PAO6C	R (mm)	R (mm)	ANCHO DE HUELLA d (mm)
PAO6C1	9	0,785	0,30775
PAO6C2	9	0,843	0,20375
PAO6C3	9	0,728	0,2975

MEDIA DE ANCHOS DE HUELLA (mm)	0,2697
DESVIACIÓN TÍPICA DE ANCHOS DE HUELLA	0,0573

VOLUMEN DE DESGASTE W (mm ³)	TASA DE DESGASTE K (mm ³ /N·m)
0,177	7,2·10 ⁻⁴
0,048	⁴ 1,9·10 ⁻⁴
0,173	7,0·10 ⁻⁴
MEDIA	7,1·10 ⁻⁴

Las diferencias en este caso de un método a otro son gigantescas y conduce a la pregunta de si sucederá igual con la comparación de ambos métodos en el caso de los ensayos de probeta PAO6F. Este aspecto, además de comprobar

⁴ Dato atípico no considerado en la media.



si también se obtiene volumen de desgaste negativo en los casos F, se verá a lo largo de todo este informe.

Todo indica que para este tipo de probeta es mejor utilizar este modo de obtención de la tasa de desgaste ya que es coherente al hecho de que si el volumen hueco, y el ancho de huella, tal como se ha visto antes, son grandes, la tasa de desgaste también lo sea.

3.1.4.10. RESULTADOS DE MICROPERFILOMETRÍA PARA ENSAYOS PAO6F.

En el barrido realizado a la superficie de las probetas correspondientes a este grupo de ensayos, se aprecia una mayor uniformidad en la huella, que apunta a ser cercana a la forma ideal esperada. La huella en estos casos se caracteriza frente a los otros por presentar muchos menos picos en su interior, ser más estrecha y además los gráficos del perfil muestran que es menos profunda.

A continuación se presentan las tablas resumen de los valores que se van a tener en cuenta para el cálculo de la tasa de desgaste según el método del agujero-pico. Dichos valores se han obtenido de las imágenes sacadas mediante el programa TalyMap, a partir del barrido en cada cuadrante que ha efectuado el microperfilómetro para cada probeta, tal y como se ha ido explicando anteriormente.

Esta vez el volumen hueco si es superior al volumen pico, obteniéndose un volumen de desgaste positivo, siendo este el comportamiento esperado. Aspecto que no podíamos decir acerca del comportamiento de volúmenes pico superiores a volúmenes huecos del caso anterior.



PAO6F1: Datos conforme a la medida del Agujero-Pico.

CUADRANTES	LONGITUD DE LA CUERDA (mm)	ÁNGULO DEL ARCO	LONGITUD DEL ARCO	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
ARRIBA	3	0,3348	3,0140	17,51·10 ⁻⁵	1,07·10 ⁻⁵
IZQUIERDA	2,99	0,3337	3,0039	8,43·10 ⁻⁵	1,21·10 ⁻⁵
DERECHA	2,99	0,3337	3,0039	15,13·10 ⁻⁵	3,22·10 ⁻⁵
ABAJO	3	0,3348	3,0140	7,01·10 ⁻⁵	4,09·10 ⁻⁵
MEDIA	2,995	0,3343	3,0089	12,02·10 ⁻⁵	2,40·10 ⁻⁵

PAO6F2: Datos conforme a la medida del Agujero-Pico.

CUADRANTES	LONGITUD DE LA CUERDA (mm)	ÁNGULO DEL ARCO	LONGITUD DEL ARCO	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
ARRIBA	3	0,3348	3,0140	13,44·10 ⁻⁵	3,20·10 ⁻⁵
IZQUIERDA	2,99	0,3337	3,0039	18,29·10 ⁻⁵	6,40·10 ⁻⁵
DERECHA	2,98	0,3326	2,9937	27,44·10 ⁻⁵	10,80·10 ⁻⁵
ABAJO	3	0,3348	3,0140	15,90·10 ⁻⁵	0,70·10 ⁻⁵
MEDIA	2,9925	0,3340	3,0064	18,77·10 ⁻⁵	5,28·10 ⁻⁵

PAO6F3: Datos conforme a la medida del Agujero-Pico.

CUADRANTES	LONGITUD DE LA CUERDA (mm)	ÁNGULO DEL ARCO	LONGITUD DEL ARCO	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
ARRIBA	3	0,3348	3,0140	11,90·10 ⁻⁵	4,46·10 ⁻⁵
IZQUIERDA	2,99	0,3337	3,0039	13,61·10 ⁻⁵	1,67·10 ⁻⁵
DERECHA	2,99	0,3337	3,0039	19,40·10 ⁻⁵	0,30·10 ⁻⁵
ABAJO	3	0,3348	3,0140	18,07·10 ⁻⁵	3,45·10 ⁻⁵
MEDIA	2,995	0,3343	3,0089	15,74·10 ⁻⁵	2,47·10 ⁻⁵



3.1.4.11. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6F MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.

Operando del modo ya expuesto en el caso de los ensayos PAO6C, los valores de volumen de desgaste, que esta vez si dan positivos, por ser el volumen hueco mayor al volumen pico, son:

	VOLUMEN DE DESGASTE (mm ³)
⁵ PAO6F1	0,0018
PAO6F2	0,0025
PAO6F3	0,0024

La tasa de desgaste, se calcula como,

$$K = \frac{W}{C \cdot D}$$

Siendo:

'K' la tasa de desgaste,

'W' el volumen de desgaste,

'C' la carga en Newton en el contacto tras poner una pesa de 100 Kg en el centro del brazo del tribómetro, que es de 0,49 Newton.

'D' la distancia recorrida en el ensayo, que en todos los casos con lubricación es de 500 metros.

El resultado de tasa de desgaste media para este grupo de ensayos resulta ser:

TASA DE DESGASTE MEDIA ENSAYOS PAO6F
1,027 · 10 ⁻⁵ (mm ³ /N·m)

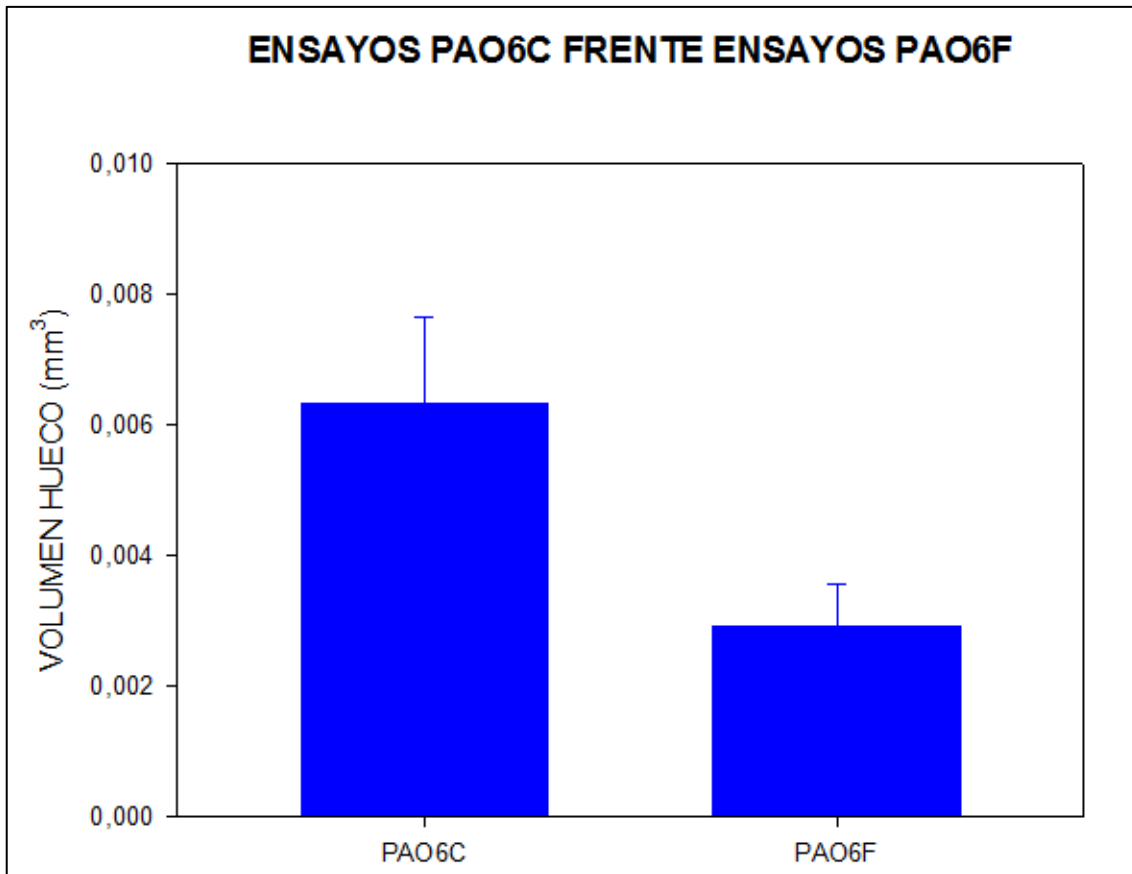
Se exponen además los volúmenes hueco y pico de estos ensayos F para contrastarlos con los ensayos C, ya que no se puede comparar la tasa de desgaste por dificultad de obtenerla mediante este método en los casos C.

	VOLUMEN HUECO (mm ³)	VOLUMEN PICO (mm ³)
PAO6F1	0,00225	0,00045
PAO6F2	0,00353	0,00099
PAO6F3	0,00295	0,00046
MEDIA	0,0029	
DESVIACIÓN TÍPICA	0,0006	

⁵ Este valor no se ha considerado para la media en el cálculo de la tasa de desgaste.



Centrándonos en el volumen hueco, V1, y situando ambos grupos de ensayos, PAO6C y PAO6F respectivamente, uno al lado del otro, que es lo que se tiene en el gráfico siguiente, se observa claramente, el mayor orden de magnitud del volumen hueco de los casos PAO6C frente a los casos PAO6F. Los valores de las medias pueden verse igualmente en el cuadro que le sigue.



Gráfica 10: Volúmenes hueco en ensayos PAO6C Y PAO6F.

VOLUMEN MEDIO HUECO DEL MÉTODO AGUJERO-PICO	
PAO6C	0,0063 mm³
DESVIACIÓN PAO6C	0,0013
PAO6F	0,0029 mm³
DESVIACIÓN PAO6F	0,0006

Puede verse que el volumen hueco para los ensayos PAO6F es un 54% aproximadamente menor que para los ensayos PAO6C. De donde se extrae, que hay un mayor desgaste en la probeta elaborada mediante compactación en caliente que en la elaborada en frío, ya que los valores de volumen de desgaste hueco en el primer caso son del orden del doble de los valores de la probeta elaborada en frío. Se observa claramente, una mayor erosión en el caso de las probetas C.



Las probetas de Cu compactado ensayadas con lubricante PAO6 (PAO6C), presentan un desgaste del orden del doble superior al desgaste habido en las de Cu OFHC, ensayadas en iguales condiciones (PAO6F).

Esta conclusión, no concuerda con el hecho de que en el Cu compactado los granos sean de menor tamaño, tal y como se ha visto en las micrografías. Según se conoce de distintas bibliografías científicas, la tendencia actual es ir buscando tamaños de grano cada vez más pequeños, incluso se habla en muchos casos de nanogranos, y diferentes técnicas que consigan disminuir el tamaño de grano en materiales, debido a que normalmente, un tamaño de grano menor, presenta mejores características frente al desgaste del material. Lo que aquí nos ocurre, resulta contrario a lo que cabría esperar. Más adelante, en esta memoria, se volverá sobre este aspecto⁶.

3.1.4.12. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS PAO6F MEDIANTE EL MÉTODO OFRECIDO POR LA NORMA ASTM G-99.

Se pretende ahora comparar el método obtenido mediante la norma ASTM G-99, para la obtención de la tasa de desgaste, frente al método del agujero-pico, que como vimos da resultados coherentes para las probetas en frío, no siendo buenos para las probetas elaboradas mediante compactación en caliente.

Será de interés observar si el orden de magnitud de los resultados de este método son similares o no a los del método anterior.

Procediendo al igual que con las probetas C, se tiene:

ENSAYOS PAO6F	R (mm)	r (mm)	ANCHO DE HUELLA (d) (mm)
PAO6F1	9	0,836	0,101
PAO6F2	9	0,881	0,140
PAO6F3	9	0,887	0,130

MEDIA DE ANCHOS DE HUELLA (mm)	0,1239
DESVIACIÓN TÍPICA DE ANCHOS DE HUELLA	0,0202

VOLUMEN DE DESGASTE (W)	TASA DE DESGASTE
0,006	$2,390 \cdot 10^{-5}$
0,015	$6,037 \cdot 10^{-5}$
0,012	$4,799 \cdot 10^{-5}$
MEDIA	$4,409 \cdot 10^{-5}$
DESVIACIÓN TÍPICA	$1,854 \cdot 10^{-5}$

⁶ En el apartado 3.1.6. se ha expuesto este aspecto, donde se concluye, que los resultados están altamente influenciados por el tipo de resina utilizada en la base de las probetas.



Si comparamos ambos métodos de obtención de la tasa de desgaste, para el caso de los ensayos PAO6F, vemos que pese a que el método seguido en este apartado es menos minucioso por partir de la suposición de que la huella es perfectamente semiesférica, los órdenes de magnitud en ambos métodos son similares, pudiendo parecer un método apto para este tipo de material de cobre.

Las diferencias en los valores, se deben a las consideraciones de perfil semiesférico de la huella, no siendo así en realidad, habiendo picos incluso en el caso de probetas elaboradas en frío, aunque estos picos sean menores, y en menos cantidad.

COMPARACIÓN DE TASA DE DESGASTE EN ENSAYOS PAO6F	
MÉTODO AGUJERO-PICO ($\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$)	MÉTODO ECUACIÓN ($\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$)
$1,027 \cdot 10^{-5}$	$4,409 \cdot 10^{-5}$

Puesto que en los ensayos PAO6C la cantidad de picos era importante, al tiempo que superaban en altura el valor del volumen hueco, el cálculo de la tasa de desgaste por el segundo método en probetas PAO6C apuntaba ser el adecuado, sin embargo, conviene realizar una comparación entre los resultados del método de la norma para probetas de este tipo y para probetas PAO6F. Para ello se expone el siguiente cuadro comparativo:

COMPARACIÓN MÉTODO NORMA ASTM G-99 ENSAYOS PAO6C Y PAO6F			
PAO6C	TASA DESGASTE ($\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$)	PAO6F	TASA DESGASTE ($\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$)
Media	$7,1 \cdot 10^{-4}$	Media	$4,409 \cdot 10^{-5}$

El cuadro comparativo para ambos tipos de probetas muestra, que efectivamente, mediante el método de la norma, se obtiene una tasa de desgaste mayor, en un orden de magnitud, para las probetas de Cu compactado (probetas PAO6C).

Esto es acorde con el hecho de que el volumen hueco en el caso de probetas PAO6C, era mayor según los datos medidos por el microperfilómetro, y donde se observaba un volumen hueco claramente mayor. Eso sí, la diferencia de volúmenes huecos dados por el microperfilómetro era de un 54%, frente a una diferencia del 93% que se tiene con el método de la norma ASTM G-99 para lo que a la tasa de desgaste se refiere. El no poder calcular una tasa de desgaste para los casos PAO6C, impide realizar mayores comentarios acerca de las diferencias concretas en los valores para uno u otro método.



Por el momento, se puede concluir que mediante el método de la Norma ASTM G-99, la tasa de desgaste para las probetas PAO6C también es superior a la obtenida para las probetas PAO6F.

Por tanto, dado que este método no origina tasas de desgaste negativas, podría considerarse adecuado para el material de cobre. Conforme se vea el comportamiento con el resto de lubricantes a ensayar, podrá ir viéndose mejor este aspecto.

3.1.4.13. ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X Y MAPA ELEMENTAL DE OXÍGENO EN HUELLAS DE ENSAYOS PAO6C Y ENSAYOS PAO6F.

En este apartado, se observará al microscopio electrónico de barrido (SEM), una probeta representativa de cada uno de los dos bloques de ensayos anteriores.

La elección de la probeta que representará cada uno de los ensayos PAO6C y PAO6F se hará atendiendo a aquella cuyo volumen hueco sea más cercano a la media correspondiente. De este modo, las probetas elegidas son:

Para ensayos C: La probeta PAO6C1,

Para ensayos F: La probeta PAO6F3.

Una vez seleccionada la probeta que representa a cada grupo de ensayos, se procede a su observación en el microscopio SEM, con objeto de realizar imágenes topográficas (SE), Espectroscopia de Rayos X (EDX o bien RX), y un mapa elemental de oxígeno.

Mediante las imágenes SE, se observará la topografía a distintos aumentos de la huella en cada caso. La calidad en la toma de imágenes es mayor que la habida en el microscopio Leica usado anteriormente, y de ahí su interés.

Con los RX se pretende obtener la composición de la muestra. Se prestará especial atención a las diferencias dentro y fuera de la huella, a fin de averiguar si ha habido algún tipo de reacciones en el contacto, o si se ha producido una oxidación más agresiva en dicha zona.

El Mapa Elemental de Oxígeno, permitirá ver las zonas más oxidadas.

En la preparación de las probetas, antes de ser observadas al SEM hay que procurar un camino de cierre para los electrones mediante un adhesivo de papel de carbono que rodeará la poliamida. Es de vital importancia como ya se comentó anteriormente, que aquello que se introduzca en la cavidad del SEM para su estudio, esté totalmente seco, libre de sustancias que puedan evaporarse en el ambiente de vacío al que trabaja el equipo.



A continuación se muestran los resultados de la topografía de la huella para el caso de probeta compactada ensayada con PAO6. Se denota la presencia de líneas paralelas a lo largo de toda la huella, que son las causantes del volumen hueco y pico. Tal y como ya se vio mediante el microscopio Leica. Se observa una mayor proporción de líneas paralelas en el caso de la probeta C que en la probeta F. La mayor anchura de la huella de la probeta C, también destaca frente a la huella de la probeta F, tal y como se comentó ya en apartados anteriores de esta memoria.

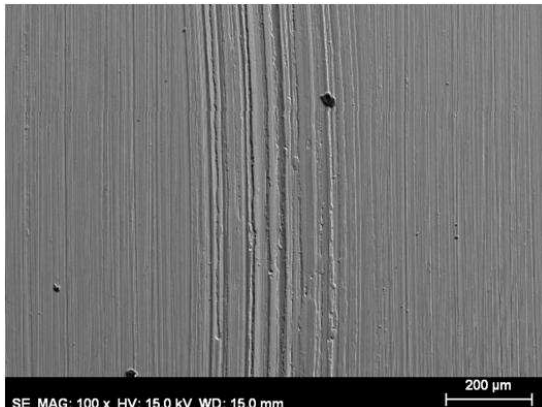


Imagen 141: Huella Cu Compactado + PAO

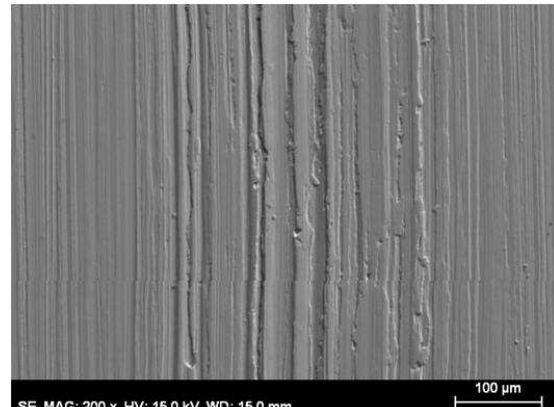


Imagen 142: Huella Cu Compactado + PAO

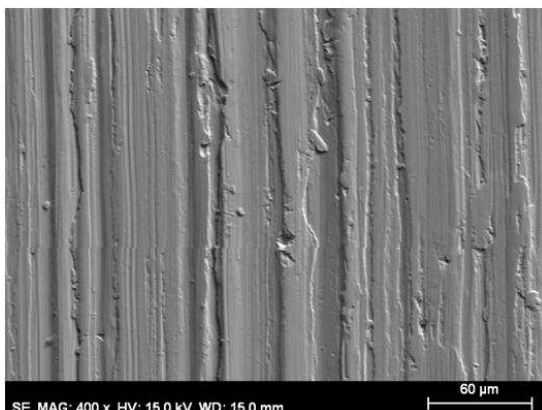


Imagen 143: Huella Cu Compactado + PAO

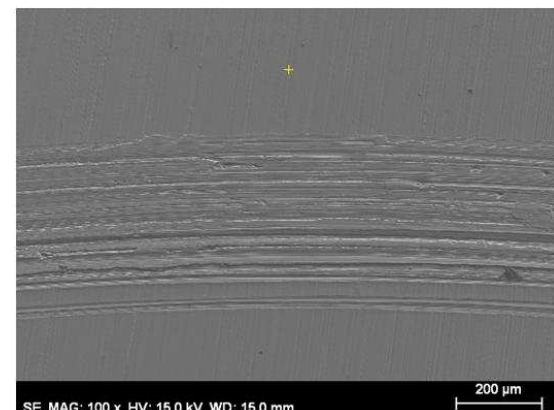


Imagen 144: Huella Cu Compactado + PAO, el punto indica la zona del EDX.

En la imagen 144, se visualiza un punto en la zona exterior a la huella. En dicho punto se ha realizado la EDX que se presenta a continuación y que da a conocer la composición de esa zona.

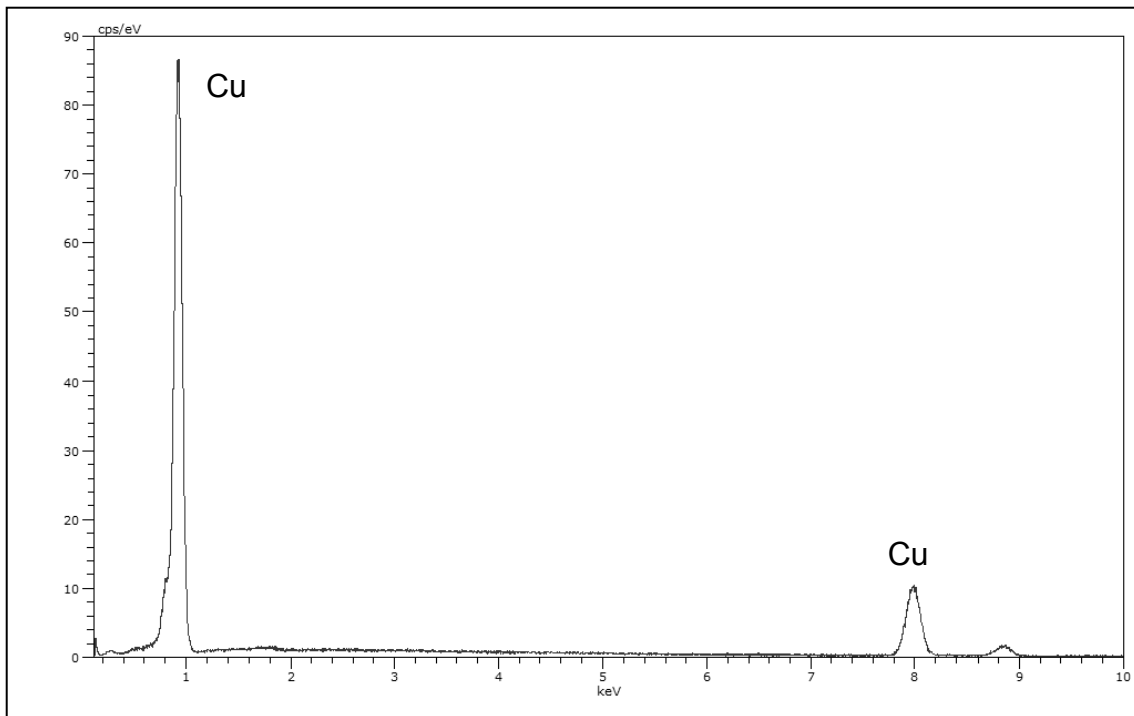


Imagen 145: EDX exterior de huella probeta Cu compactado + PAO.

Cada pico presente en la espectroscopia está asociado a un elemento de la tabla periódica, y de ese modo se conoce la composición.

Como podemos ver, fuera de la huella, el material es efectivamente Cu, sin que se aprecien proporciones de óxidos significativas.

Spectrum:					
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Copper	K-series	105.45	97.80	90.07	3.4
Carbon	K-series	1.68	1.56	7.61	0.3
Oxygen	K-series	0.68	0.63	2.32	0.2
Total:		107.82	100.00	100.00	

Del mismo modo que se ha procedido con un punto fuera de la huella, ahora se procede con un punto situado en el interior de la misma, tal como se ve en la imagen 146.

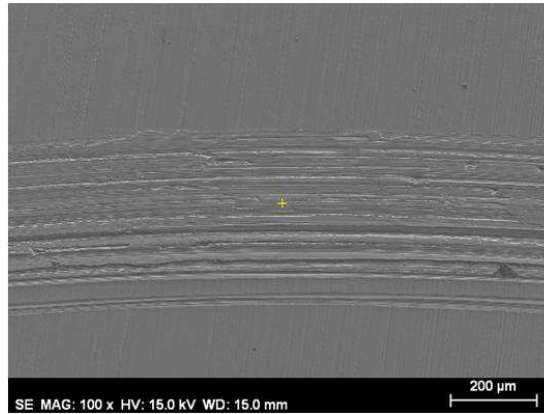


Imagen 146: Selección de un punto interior en huella de Cu compactado + PAO para EDX.

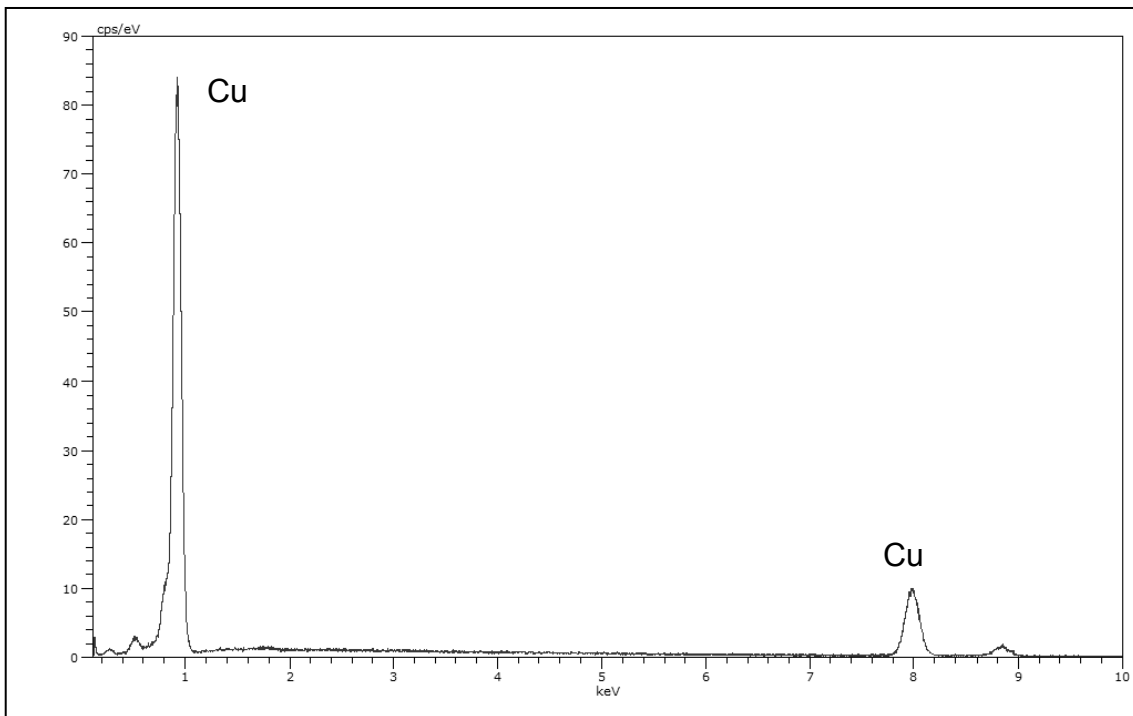


Imagen 147: EDX interior a huella Cu compactado + PAO

Spectrum:					
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Copper	K-series	101.27	96.08	84.34	3.2
Oxygen	K-series	2.32	2.20	7.67	0.4
Carbon	K-series	1.81	1.72	7.99	0.3
Total:		105.40	100.00	100.00	



En la espectroscopia del interior de la huella se aprecia un porcentaje mayor de oxígeno, lo que indica que esa zona es susceptible de ser oxidada, aunque no obstante el nivel de óxidos no es muy elevado. Todo esto se verá mejor en el mapa elemental de oxígeno. Puede decirse que el porcentaje de oxígeno en el interior de la huella sigue siendo despreciable frente al material Cu, de modo que el lubricante no ha reaccionado con él en este sentido.

En los siguientes mapas (imágenes 148 y 149), podemos ver la concentración de Cu, O, y C, en la muestra de probeta PAO6C.

Cu: Color Rojo,

O: Color Verde,

C: Color Azul.

Como se aprecia en las imágenes 148 y 149, el color verde, correspondiente al oxígeno presente en la huella, brilla más en su interior, lo que indica un mayor porcentaje de oxígeno en el interior que en el exterior de la huella. No hay rastros de suciedad apreciables salvo alguna mota de polvo que aparece brillando en azul. Puede decirse con estos resultados, que no hay un cambio apreciable entre el material de la probeta en la zona de huella frente a la zona exterior a la huella en los casos PAO6C.

En los ensayos PAO6, correspondientes al Cu compactado, se observa una concentración de oxígeno mayor en el interior de la huella de desgaste.

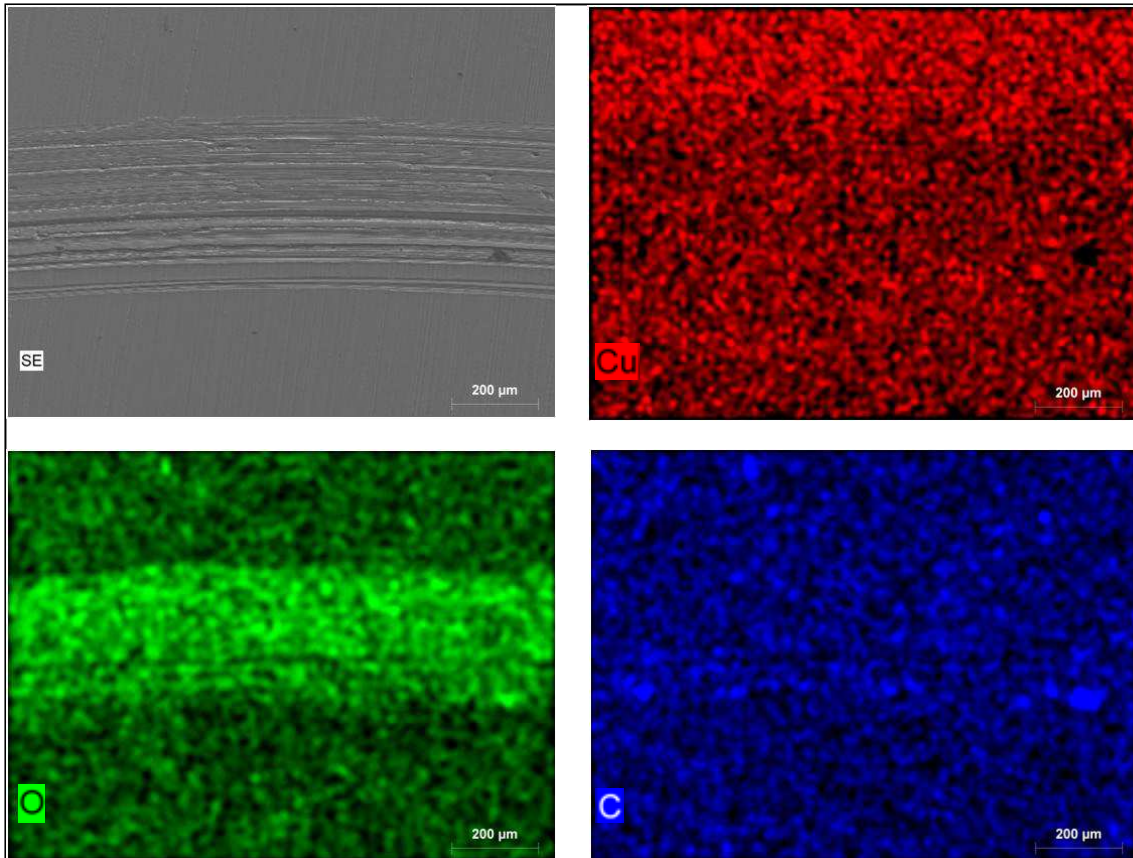


Imagen 148: Cantidad de Cu, O, y C, en la muestra de probeta PAO6C.

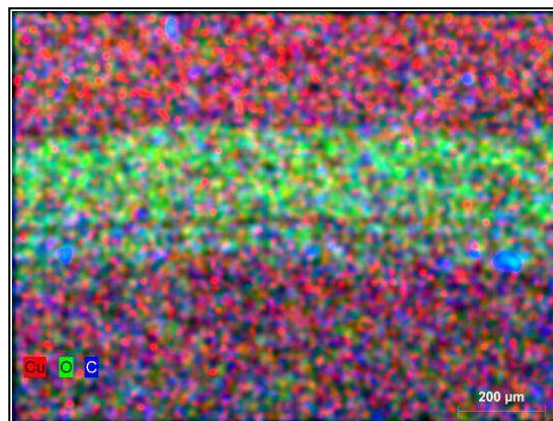


Imagen 149: Cantidad de Cu, O, y C, en la muestra de probeta PAO6C.

A continuación se estudia lo ocurrido en los casos PAO6F. Habida cuenta de que se trata de una microestructura diferente, tal y como se vio en las imágenes de análisis de microestructura, existe la posibilidad de que el comportamiento a oxidación pueda ser distinto.

Se comienza al igual que antes, mostrando la topografía a distintos aumentos de la huella, posteriormente se realiza un análisis de composición dentro y fuera de la huella para establecer diferencias y, finalmente, se examina más exhaustivamente el porcentaje de oxígeno en la huella u otros elementos



posibles como el Carbono, que además del material base Cobre, pueden haber.

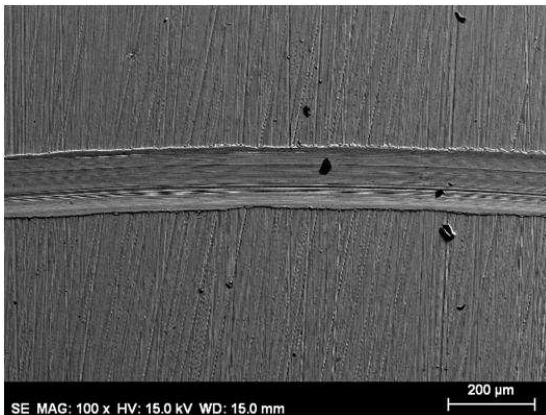


Imagen 150: Huella Cu OFHC + PAO

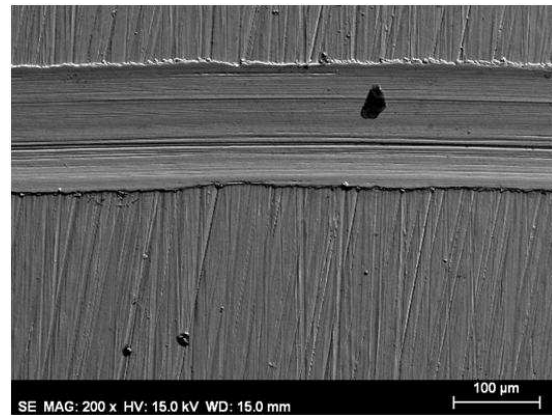


Imagen 151: Huella Cu OFHC + PAO

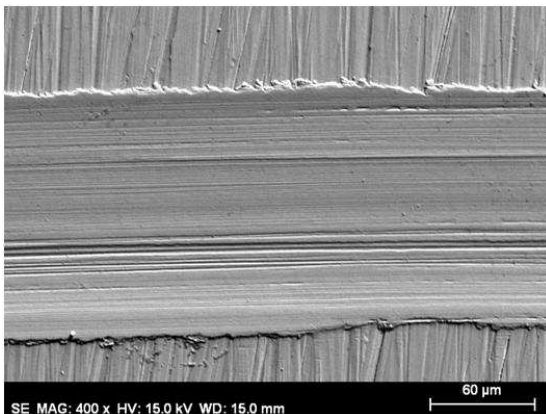


Imagen 152: Huella Cu OFHC + PAO

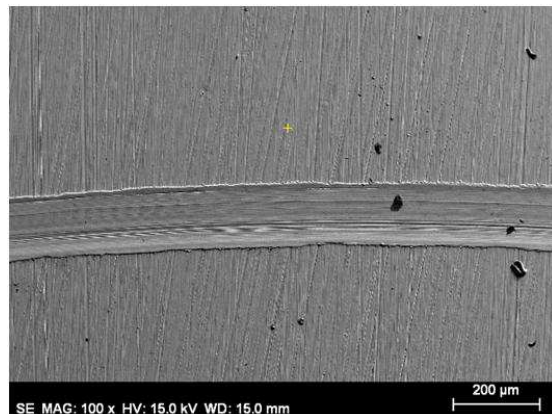


Imagen 153: Huella Cu OFHC + PAO, punto exterior indicando zona de EDX.

La existencia de líneas paralelas a lo largo de la huella, es indicativo del tipo de desgaste que ha sufrido el material, que apunta a que se trata de abrasión. Este aspecto, será comentado posteriormente cuando se examinen las partículas de desgaste en ambos tipos de ensayos, sin embargo, ya es posible esclarecer que ha existido en ambos casos una deformación plástica del material.

Para este mayor número de aumentos, 400x, es fácil ver la forma de los bordes de huella, donde se observa una deposición de material, por deformación plástica (imagen 152).

La imagen 153, presenta un punto exterior de donde se extrae el siguiente espectro de rayos X:

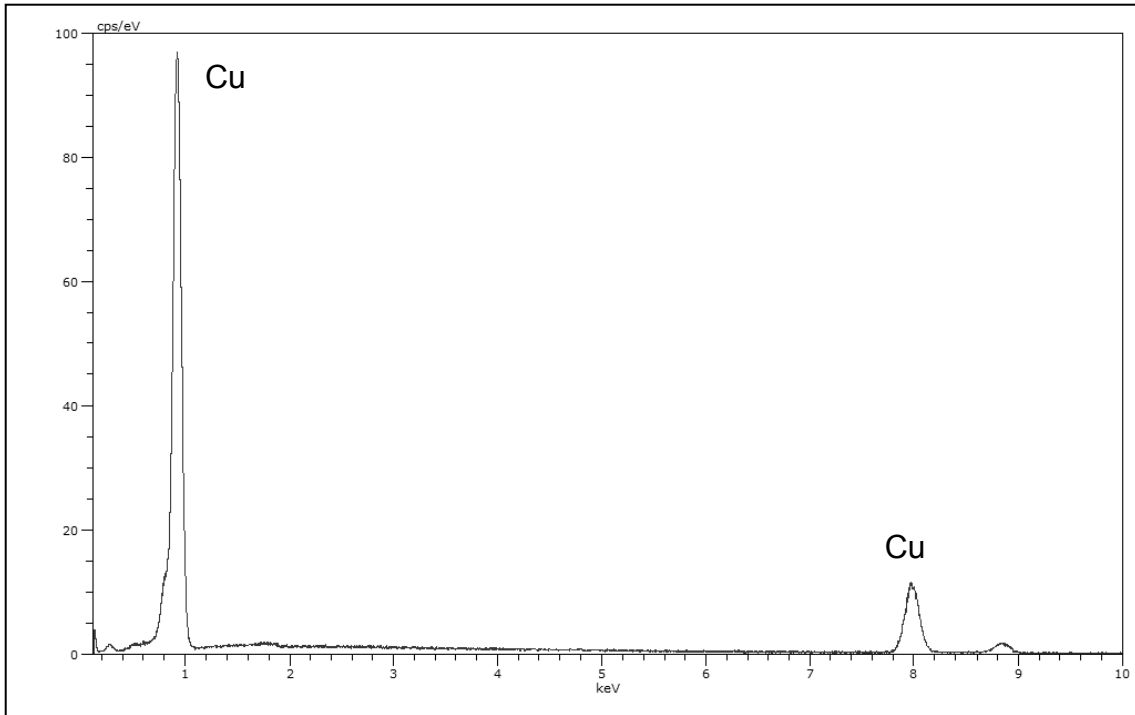


Imagen 154: EDX exterior de huella en Cu OFHC + PAO6.

Spectrum:

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Copper	K-series	102.09	96.91	86.51	3.3
Oxygen	K-series	1.01	0.96	3.39	0.2
Carbon	K-series	2.25	2.14	10.10	0.4
Total:		105.35	100.00	100.00	

Y en el interior de la huella:

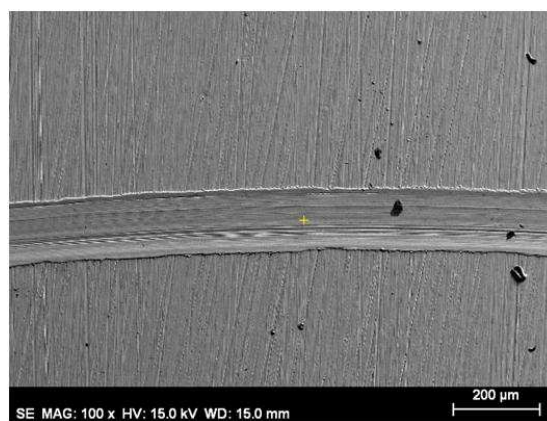


Imagen 155: Punto interior de Huella en Cu OFHC + PAO6, para EDX.

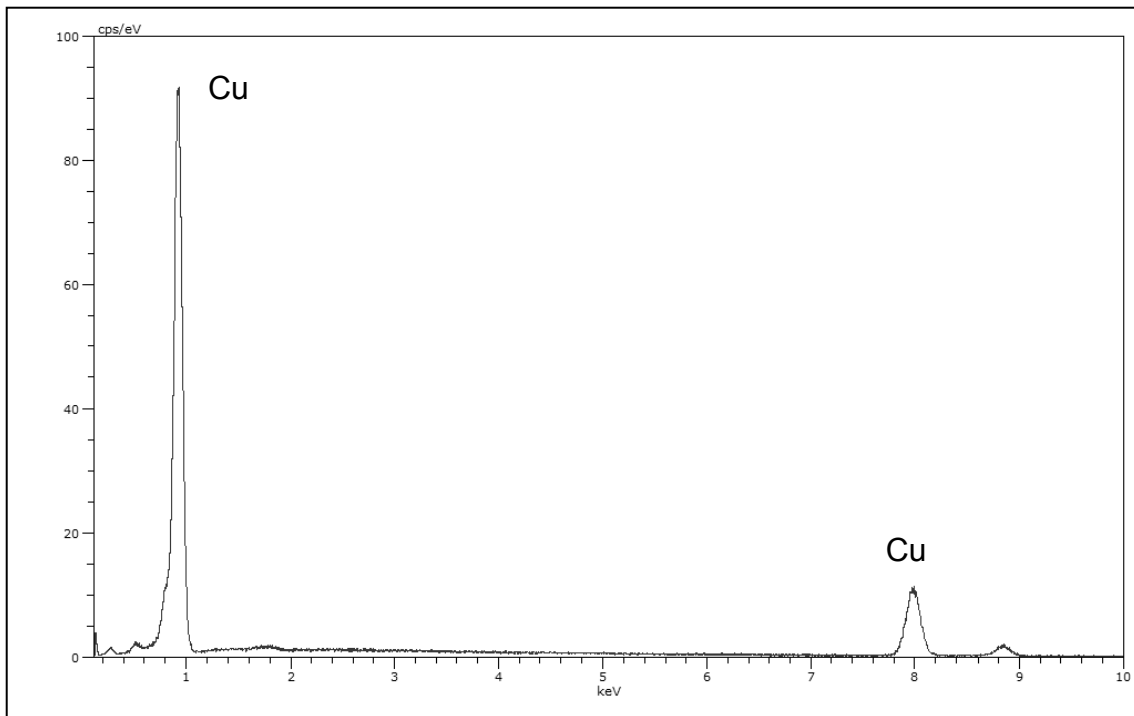


Imagen 156: EDX punto interior de Huella en Cu OFHC + PAO6

Spectrum:					
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Copper	K-series	104.18	96.74	86.11	3.3
Oxygen	K-series	1.36	1.27	4.48	0.3
Carbon	K-series	2.15	2.00	9.41	0.4
Total:		107.70	100.00	100.00	

De nuevo es superior, la cantidad de oxígeno en la huella que fuera de la misma.

Con los siguientes mapas, se apreciarán mejor los contrastes:

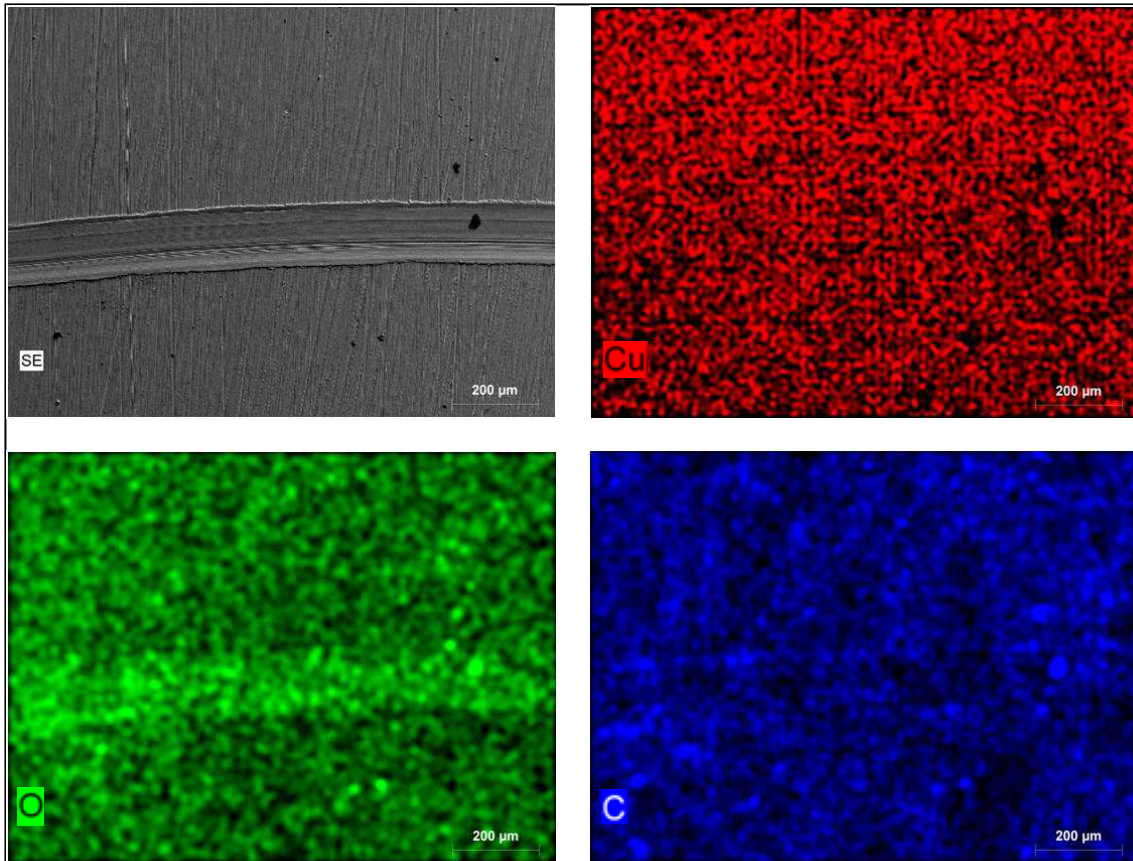


Imagen 157: Cantidad de Cu, O, y C, en la muestra de probeta PAO6F referente al ensayo con Cu OFHC + PAO6.

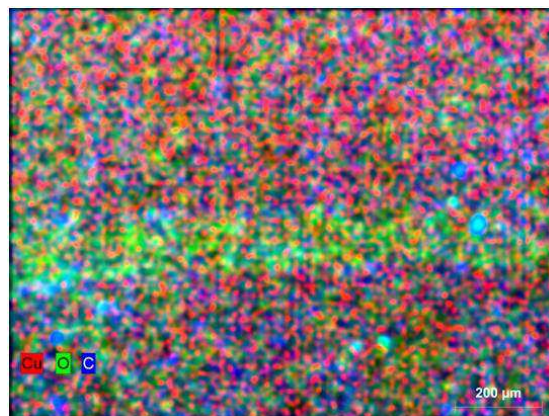


Imagen 158: Cantidad de Cu, O, y C, en la muestra de probeta PAO6F, referente a Cu OFHC + PAO6.

Sigue viéndose una mayor cantidad de oxígeno en la huella, esta vez sin embargo parece menor la cantidad frente a los ensayos C. Aún así, no es tan significativa la diferencia entre ambas probetas, como sí lo es entre el interior de la huella y el exterior en ambos casos.



3.1.4.14. PARTÍCULAS DE DESGASTE EN ENSAYOS PAO6C Y ENSAYOS PAO6F

El estudio de las partículas arrancadas en cada ensayo, cobra especial interés en la determinación del tipo de desgaste que ha tenido lugar en estos ensayos tribológicos.

La forma de las partículas ayuda a identificar la manera en la que ha tenido lugar el desprendimiento de ese fragmento de material respecto de la base del mismo. El tipo de examen al que se someten, es similar al expuesto antes para la huella de cada tipo de probeta.

Los ensayos habidos en los casos PAO6C Y PAO6F, no han obtenido una cantidad significativa de partículas, que permita recogerlas y proceder a un examen de las mismas, por tanto, se han vuelto a preparar dos nuevas probetas de cada tipo con el objeto de realizar un ensayo en iguales condiciones que los anteriores, pero de mayor duración, y poder así extraer partículas suficientes que permitan caracterizar con mayor exactitud el tipo de desgaste.

La longitud recorrida en estos casos de ensayos largos para la extracción de partículas de desgaste, ha sido de 1500 metros frente a los 500 metros de ensayo en los casos anteriores.

Tras la preparación de partículas, recogiéndolas y limpiándolas tal y como se explicó en el capítulo 2, sólo se han podido obtener suficientes en el caso de la probeta de Cu compactado. Al ser menor la cantidad de partículas obtenidas en el caso de los ensayos con probetas de Cu OFHC, no son suficientes para poder analizarlas en el SEM.

Esto último concuerda con los resultados obtenidos a lo largo de toda esta memoria. El desgaste de las probetas PAO6F (de Cu OFHC) era menor, la huella más fina y menos profunda, por lo que la cantidad de partículas extraídas en este caso es menor, y más difícil de acumular.

Sin embargo, dado que la forma de huella es similar en el aspecto de tener líneas paralelas en ambos casos, tal y como se ha visto en los distintos aumentos del SEM, denotando una deformación plástica en ambos casos, se espera que el mecanismo de desgaste sea el mismo en ambos tipos de probetas. Por lo tanto, aunque se haya producido mayor desgaste en las probetas de Cu Compactado, el mecanismo de desgaste puede definirse observando solamente las partículas extraídas del ensayo PAO6C (Cu compactado).

A continuación se muestra el análisis de partículas para el ensayo largo de probeta de Cu compactado, al que se le ha denominado PAO6CL.

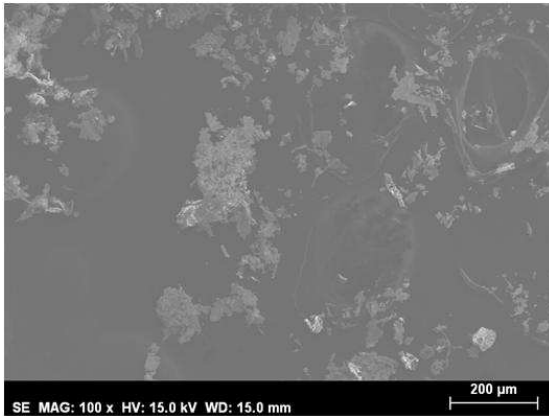


Imagen 159: Partículas de desgaste en ensayo PAO6CL.

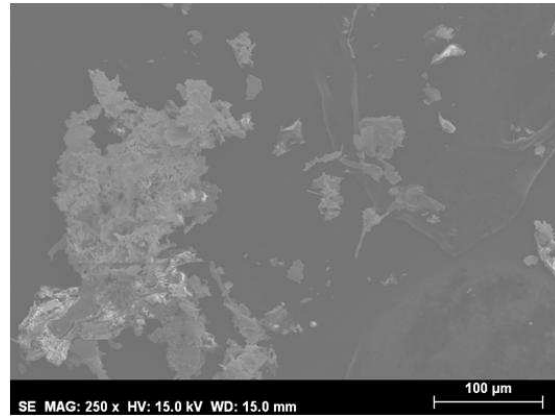


Imagen 160: Partículas de desgaste en ensayo PAO6CL.

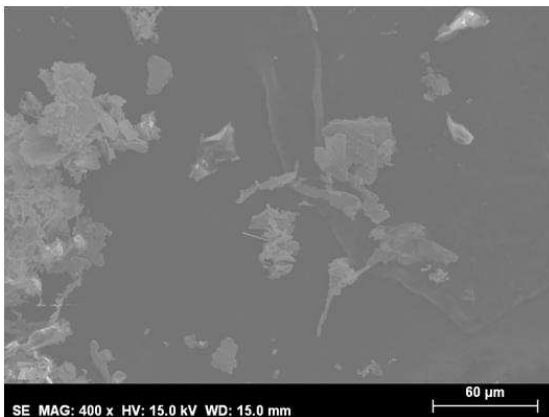


Imagen 161: Partículas de desgaste en ensayo PAO6CL.

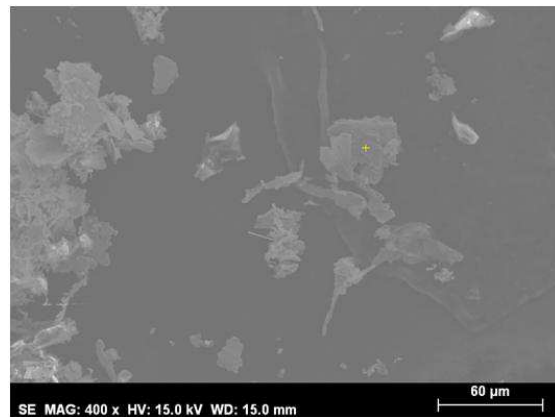


Imagen 162: Situación de un punto en partícula de desgaste en el ensayo PAO6CL, para EDX.

Analizando un punto interior a una de las partículas, se obtiene la composición de la misma. Este análisis, importante de hacer para corroborar que se trata de una partícula de cobre, es útil para saber si ha tenido lugar algún tipo de reacción.

Se realiza pues, el espectro de rayos X en la partícula, y se obtiene semejante a los obtenidos en la sección anterior (imagen 163).

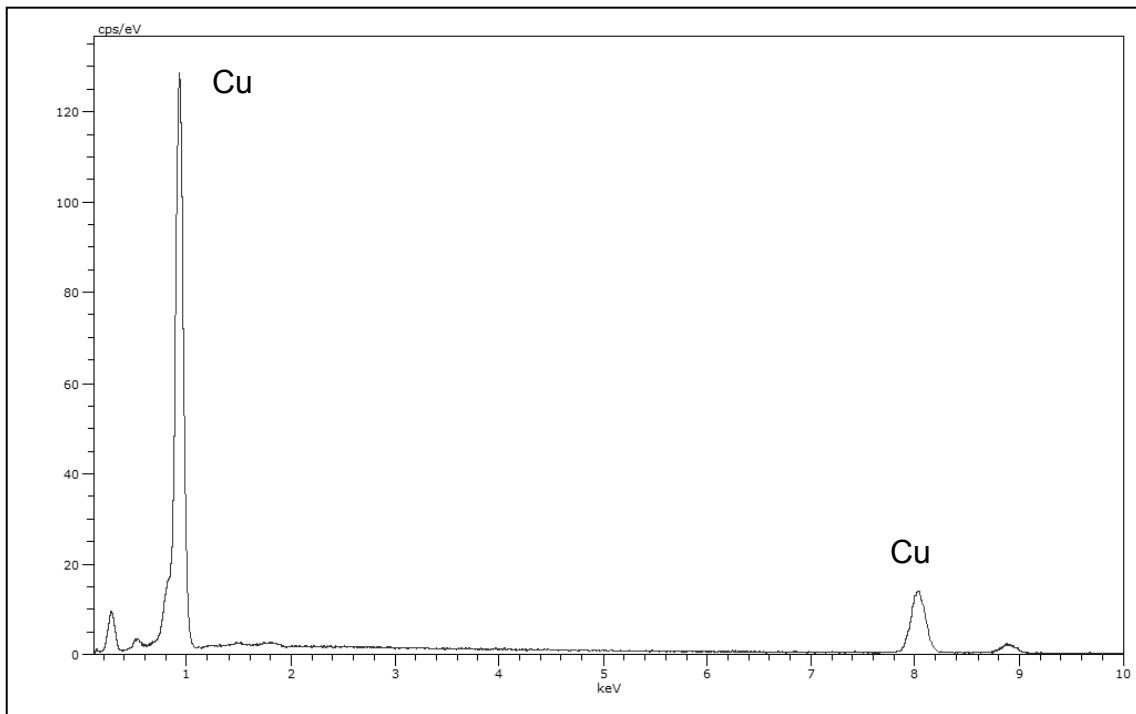


Imagen 163: EDX de partícula del ensayo PAO6CL

Spectrum:

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Copper	K-series	94.47	92.41	70.78	3.0
Carbon	K-series	6.22	6.09	24.66	0.8
Oxygen	K-series	1.53	1.50	4.56	0.3
Total:		102.23	100.00	100.00	

La imagen 164 se obtuvo a mayor número de aumentos.

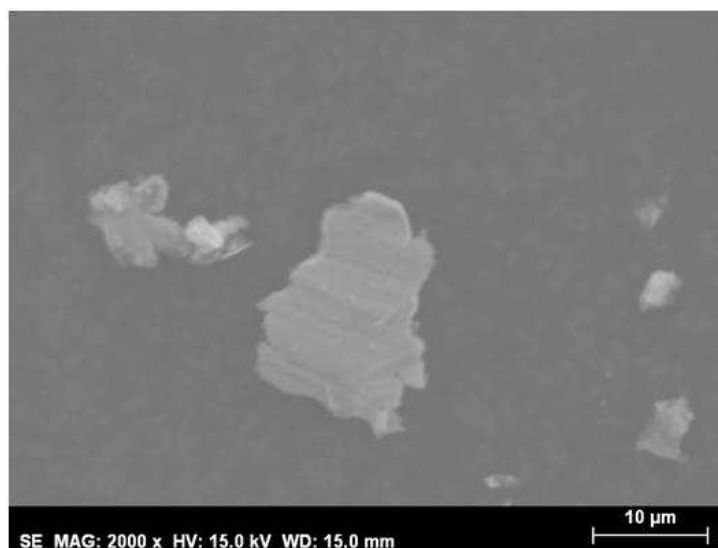


Imagen 164: Partícula de desgaste extraída del ensayo PAO6CL



Las partículas presentan una geometría plana, propia de una deformación plástica. Se deduce así que sólo existe un mecanismo de desgaste y que es abrasión con deformación plástica.

El mecanismo de desgaste producido en el contacto deslizante Cu-Cu estudiado es abrasión con deformación plástica.

3.1.4.15. DUREZA EN PUNTOS DE LA HUELLA TRAS REALIZAR LOS ENSAYOS PAO6C Y ENSAYOS PAO6F

Se pretendió en un primer momento efectuar la medida justo en un punto inferior a la huella, para lo que se seccionaron por la mitad las dos probetas representativas para cada bloque de ensayos PAO6, sin embargo, la poca resolución de la profundidad de la misma en el microscopio, así como la dificultad de evitar rebabas en el corte, impidieron tal objetivo.

Por tanto, se efectuaron medidas de dureza únicamente en la plana de ambas probetas y justo en medio de la huella. Los valores obtenidos en este caso son:

Para la probeta elaborada en caliente, el valor medio de dureza en la huella, es de 109,4 Vickers.

Para el caso de probeta elaborada en frío, el valor medio de dureza en la huella, es de 98,54 Vickers.

A diferencia de lo que ocurría antes de realizar el ensayo, la dureza en el caso del Cu OFHC, ha dado ligeramente inferior al cobre de la probeta elaborada por compactación en caliente. Ambos valores no son significativamente diferentes, y en comparación con los resultados de durezas obtenidos al comienzo de este capítulo, para las probetas aun sin ensayar, puede decirse que el ensayo no altera la dureza del material.

El ensayo no altera la dureza del material, considerándose ésta, en el interior de la huella prácticamente igual, antes y después del ensayo.

3.1.5. ENSAYOS CON LUBRICANTE DAd PARA AMBOS TIPOS DE PROBETAS

El procedimiento seguido para este tipo de lubricante se asemeja al seguido en el caso de los ensayos realizados con PAO6. Dicha metodología ha sido explicada en apartados anteriores.

Las condiciones del tribómetro, y el modo de medición de la cantidad de lubricante a depositar en cada probeta para la realización de los ensayos sigue



la misma metodología. El volumen de lubricante empleado es el mismo que para los casos de PAO6.

Se procede a mostrar directamente los resultados para la fricción, tasa de desgaste y composición de la huella.

Estos ensayos destacan por la no producción de huella en las probetas, que de haberla, es casi imperceptible, esto acarrea la no consideración de partículas extraídas en el desgaste de la probeta.

En lo siguiente se verán las nomenclaturas DAdC y DAdF que aludirán a los ensayos de probetas compactadas en caliente con lubricante DAd y probeta elaborada en frío (Cu OFHC) con lubricante DAd respectivamente.

Ensayos DAdC → Ensayos con probetas de Cu compactado usando lubricante DAd.

Ensayos DAdF → Ensayos con probetas de Cu OFHC usando lubricante DAd.

3.1.5.1. COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN ENSAYOS DAdC

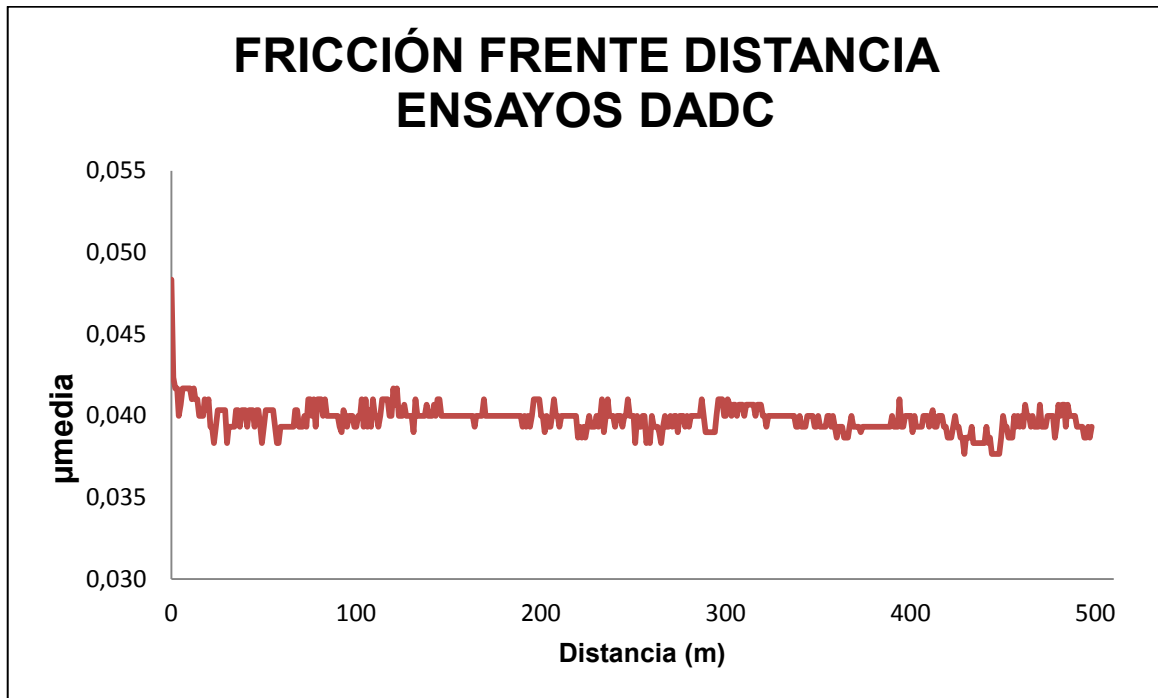
A continuación se muestra la media y desviación típica de la fricción obtenida a lo largo de los tres ensayos realizados para probetas de Cu compactado.

Coefficiente de fricción medio (μ medio) para DAdC2	0,039
Coefficiente de fricción medio (μ medio) para DAdC3	0,043
Coefficiente de fricción medio (μ medio) para DAdC4	0,037

La media total y la desviación típica correspondientes son:

Coefficiente de fricción medio (μ medio) para DAdC	0,040
Desviación típica	0,003

El gráfico de fricción a lo largo de todo el ensayo, correspondiente a la media de los tres ensayos es:



Gráfica 11: Fricción frente distancia en ensayos DAdC.

Cabe realizar la observación, de la distinta forma de la curva de fricción, para este lubricante frente a la obtenida ensayando con PAO6.

A diferencia de lo que ocurría con los ensayos anteriores, relativos a la utilización de lubricante PAO6, estos ensayos con DAd, presentan un valor alto de fricción al comienzo del ensayo que más tarde disminuye hasta estabilizarse.

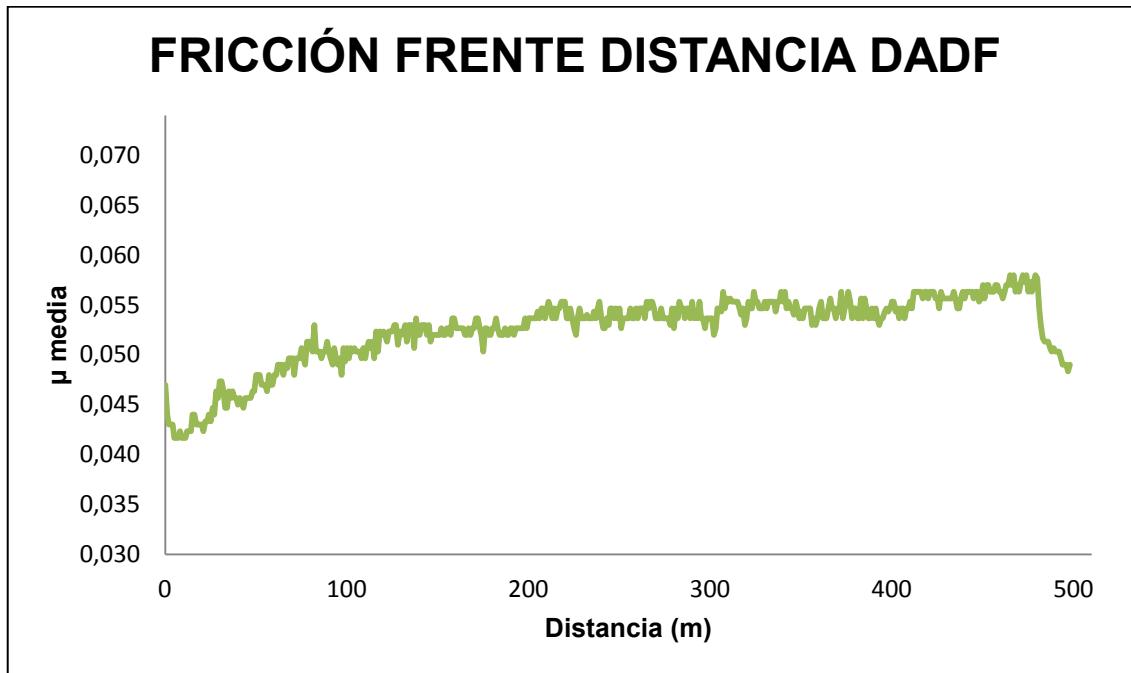
En los ensayos PAO6 por el contrario, se comenzaba con un valor bajo de fricción hasta llegar a una estabilización en un valor más alto.

3.1.5.2. COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN ENSAYOS DAdF

A continuación se muestra, la media y desviación típica de los ensayos DAdF, así como la curva de fricción a lo largo de todo el ensayo.

Coeficiente de fricción medio (μ medio) para DAdF1	0,056
Coeficiente de fricción medio (μ medio) para DAdF3	0,063
Coeficiente de fricción medio (μ medio) para DAdF4	0,039

Coeficiente de fricción medio (μ medio) para DAdF	0,053
Desviación típica	0,011



Gráfica 12: Fricción frente distancia en ensayos DAdF.

Si se comparan estos valores de fricción con los obtenidos con las probetas DAdC, se ve claramente que pese a ser ligeramente mayores los valores para DAdF, estos son del mismo orden de magnitud, no habiendo diferencias significativas.

3.1.5.3. IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS DAdC

Este lubricante iónico presenta mejor comportamiento que el anterior (PAO6) no produciendo huella en la probeta.

A continuación se ven dos imágenes de la misma probeta, donde se aprecia en una zona (imagen 165) una leve huella en posición vertical que se distingue por contraste por las marcas de pulido originales, pero que no aparenta tener profundidad alguna. En la imagen 166 perteneciente a la misma probeta, no se observa sin embargo huella alguna.

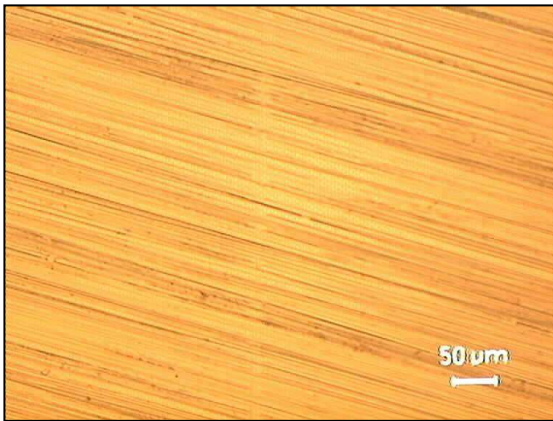


Imagen 165: Huella casi imperceptible en la probeta ensayo DAdC.



Imagen 166: Inexistencia de huella en otra zona de la misma probeta DAdC.

Las imágenes del punzón antes y después de utilizarlo en dicho ensayo, se muestran a continuación. Puede verse que las huellas son más pequeñas que en los casos de ensayos con PAO6, pero que pese a ser más pequeña, si se produce.

En definitiva, puede decirse que la huella en el punzón, pese a producirse siempre, es menor para el caso del lubricante DAd frente al lubricante PAO6.

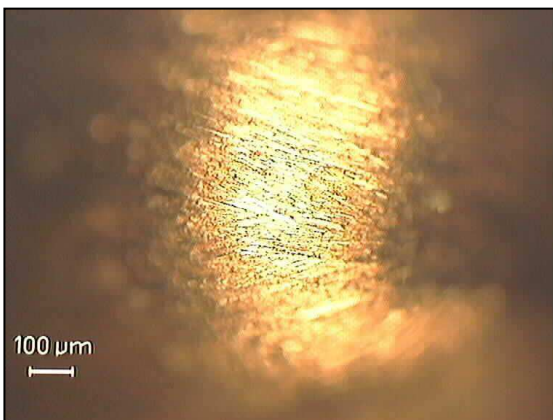


Imagen 167: Punta del punzón DAdC antes del ensayo.



Imagen 168: Punta del punzón del ensayo DAdC después.

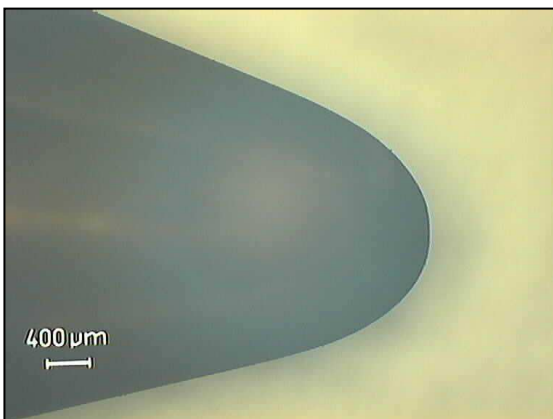


Imagen 169: Perfil del punzón antes del ensayo DAdC.

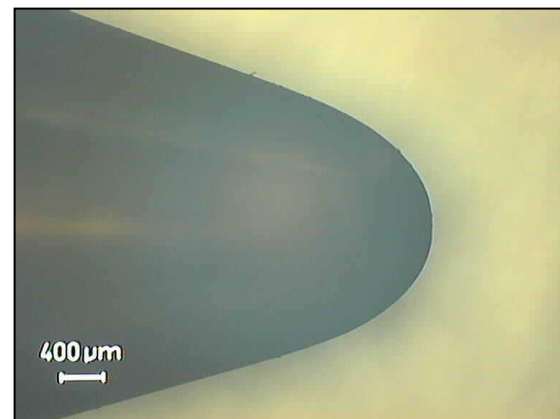


Imagen 170: Apenas se observa huella en el perfil del punzón tras el ensayo DAdC.



Área de la huella del punzón DAdC2	0,04 mm ²
Área de la huella del punzón DAdC3	0,04 mm ²
Área de la huella del punzón DAdC4	0,03 mm ²

Perímetro de la huella del punzón DAdC2	0,96 mm
Perímetro de la huella del punzón DAdC3	1,19 mm
Perímetro de la huella del punzón DAdC4	0,85 mm

Media del área de la huella del punzón ensayos DAdC	0,037 mm²
Desviación típica del área de la huella del punzón DAdC	0,005
Media del perímetro de la huella punzón ensayos DAdC	1 mm
Desviación típica del perímetro de la huella del punzón DAdC	0,173

3.1.5.4. IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS DAdF

Para los casos de probeta elaborada en frío, Cu OFHC, las imágenes de la huella en probeta muestran, al igual que con las probetas de Cu compactado, que la huella es imperceptible⁷. Puede decirse que DAd es un buen lubricante.

A continuación se muestran un par de imágenes asociadas a zonas de la probeta tras el ensayo DAdF, donde se aprecia una zona en la que sí se ha captado imagen de huella, pero dicha huella no se mantiene, siendo nula en el resto de cuadrantes, como puede verse en la imagen de al lado, correspondiente a la misma probeta, mirando en otro cuadrante.

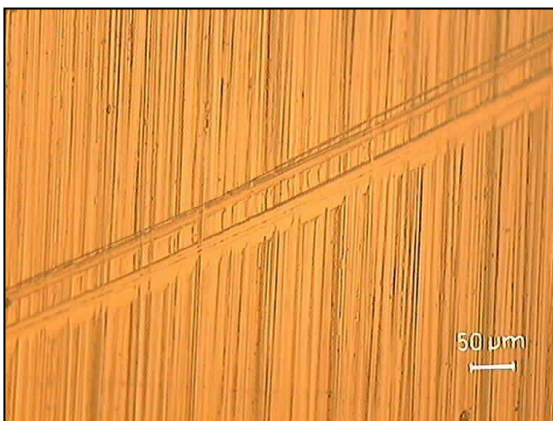


Imagen 171: Zona excepcional de huella en la probeta DAdF.

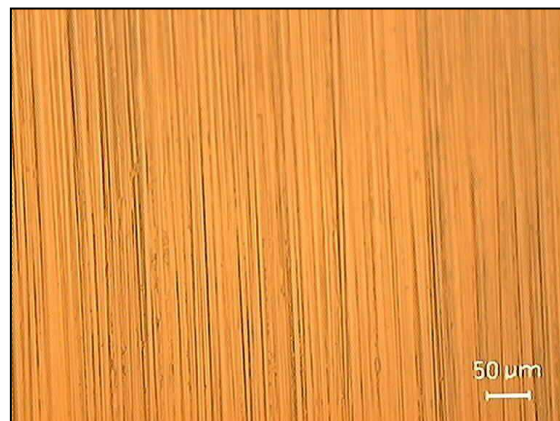


Imagen 172: Zona de la misma probeta DAdF donde no se aprecia huella.

A continuación se muestra la huella en el punzón así como la medida de la misma para cada caso.

⁷ Dichas imágenes son las realizadas a un ensayo representativo del grupo de ensayos correspondiente.

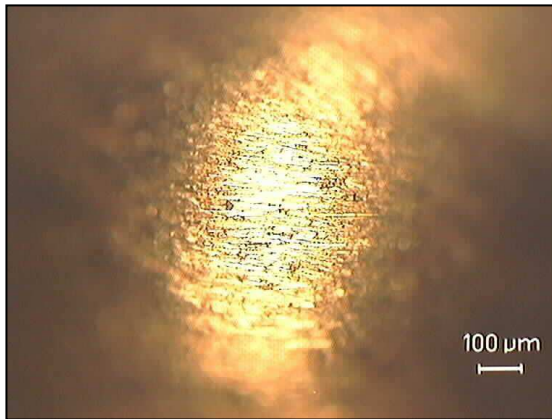


Imagen 173: Punta del punzón antes del ensayo DAdF.

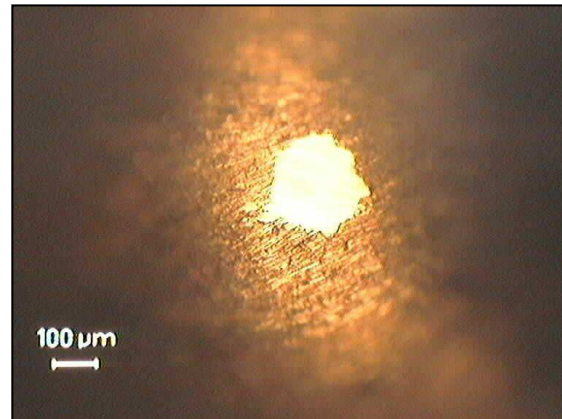


Imagen 174: Huella en punta del punzón debido al ensayo DAdF.

Las imágenes del perfil del punzón antes y después del ensayo no muestran apenas diferencias dado el pequeño tamaño de la huella. Por ello sólo resulta significativo mostrar la imagen en punta del mismo.

Área huella en punzón DadF1	0,05 mm ²
Área huella en punzón DadF3	0,04 mm ²
Área huella en punzón DadF4	0,04 mm ²

Perímetro de la huella en punzón DadF1	1,1 mm
Perímetro de la huella en punzón DadF3	0,99 mm
Perímetro de la huella en punzón DadF4	0,98 mm

Media del área de la huella del punzón en ensayos DAdF	0,043 mm²
Desviación típica del área de la huella punzón DAdF	0,005
Media del perímetro de la huella punzón en ensayos DAdF	1,02 mm
Desviación típica del perímetro de la huella punzón DAdF	0,066

No hay diferencias apreciables entre los tamaños de huella del punzón en los ensayos DAdC y DAdF. Lo mismo puede decirse de la probeta, por lo que antes de calcular la tasa de desgaste ya se puede ir pensando que el DAd es buen lubricante e igual de bueno para ambos tipos de microestructuras en juego.

3.1.5.5. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdC MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO

Se recuerda que este método parte de los datos proporcionados por el microperfilómetro, tal y como se ha visto en las ocasiones anteriores.



Los datos proporcionados por la topografía de la probeta en los cuatro cuadrantes de huella, muestran una ausencia de huella, resultando tanto los volúmenes hueco, como pico, de valor nulo, de esto se extrae que la tasa de desgaste es, en consecuencia, nula.

3.1.5.6. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdC MEDIANTE EL MÉTODO DE LA NORMA ASTM G-99

La prácticamente inexistencia de huella en la probeta, provoca que sólo en algún caso excepcional pueda ser medible un ancho de huella en alguna zona concreta de las probetas. El ancho de huella es tan pequeño, que el volumen de desgaste calculado también mediante el método de la norma, es prácticamente nulo. Se extrae pues, que la tasa de desgaste en este caso es igualmente nula.

Los valores de la tasa de desgaste mediante la norma no difieren significativamente respecto al método del agujero-pico, ya que es nula en ambos casos.

3.1.5.7. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdF MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO

En este caso y mediante este método, el desgaste resulta nulo también. Esto podría intuirse tras las imágenes mostradas, en las que se ha comentado la excepción en la aparición de una zona de huella que ni siquiera se mantiene en el recorrido del punzón en una misma probeta.

3.1.5.8. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS DAdF MEDIANTE EL MÉTODO DE LA NORMA ASTM G-99

Al igual que ocurría con las probetas de los ensayos DAdC, puede decirse que la tasa de desgaste mediante el método de la norma, es nula, ya que aunque se perciba en algunos casos cierta huella, ésta no es continua. Se dice pues que la huella, al igual que en los otros casos, es inapreciable.

Se obtiene pues, una tasa de desgaste nula por los métodos de agujero-pico y Norma igualmente.



3.1.5.9. ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X Y MAPA ELEMENTAL DE OXÍGENO EN HUELLAS DE ENSAYOS DAdC Y DAdF

Al igual que se hizo en los ensayos PAO, se muestran a continuación, las imágenes mediante el microscopio SEM, así como la composición de la huella.

Podrá verse que no hay apenas diferencias entre las composiciones en un punto dentro y fuera de la huella, ya que en realidad no hay una verdadera huella.

La prácticamente inexistencia de huella ha hecho difícil la localización de un punto para la toma de imagen. En el caso de la probeta elaborada en frío, el estudio se ha realizado sobre la zona donde la huella se notaba más.

Para el caso de la probeta elaborada por compactación en caliente, referente al Cu compactado, no ha sido posible localizar huella alguna, como ya se comentó en la toma de imágenes mediante Leica.

A continuación se muestra el estudio para la probeta DAdC.

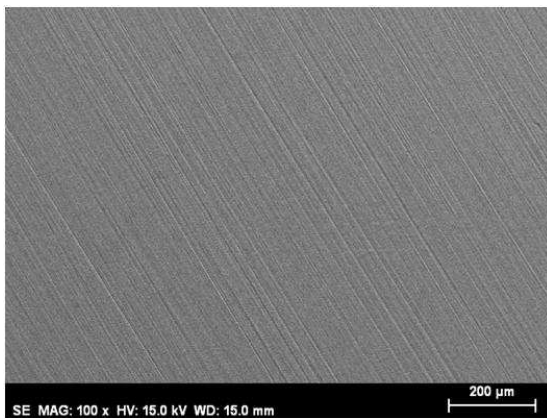


Imagen 175: SE de huella en Cu compactado + DAd, aumento 100x.

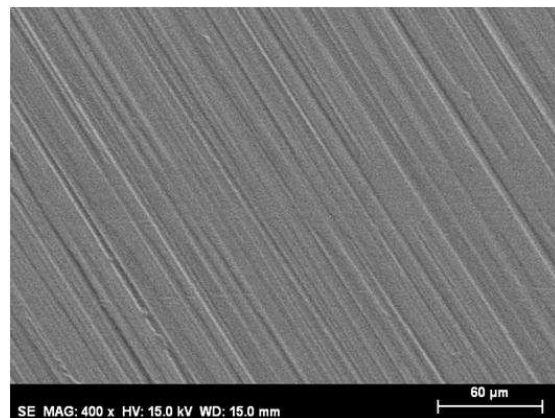


Imagen 176: SE de huella en Cu compactado +DAd, aumento 400x.

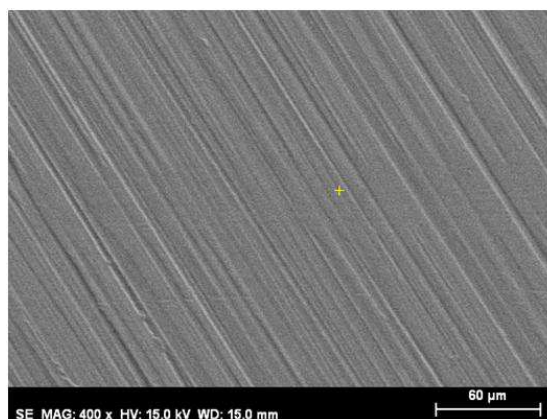


Imagen 177: Punto situado en el interior de la huella que es prácticamente imperceptible.

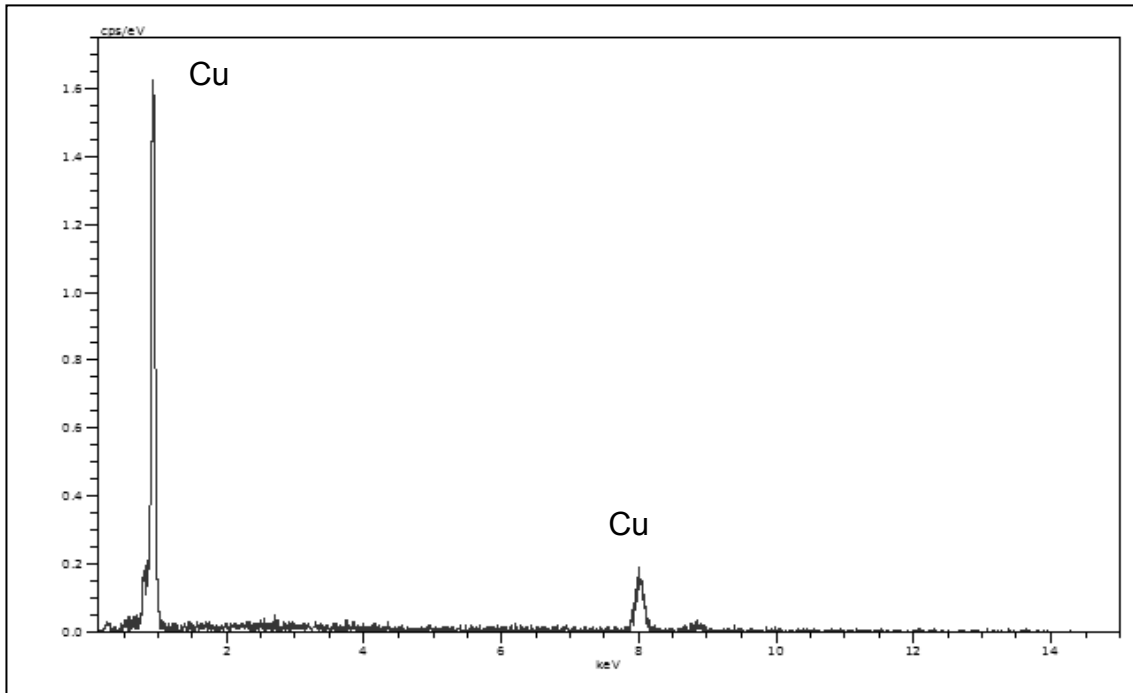


Imagen 178: EDX punto interior a huella en Cu compactado + DAd.

Spectrum:

Element	AN	Series	unn. C [wt. %]	norm. C [wt. %]	Error [%]
Copper	29	K-series	107.47	97.17	10.2
Carbon	6	K-series	1.76	1.59	1.8
Oxygen	8	K-series	1.36	1.23	1.6
Total:			110.60	100.00	

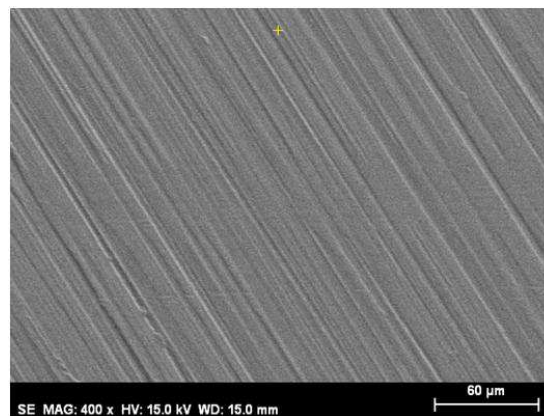


Imagen 179: Ubicación del punto exterior a la huella de Cu compactado + DAd, donde se aplicará el análisis de composición.

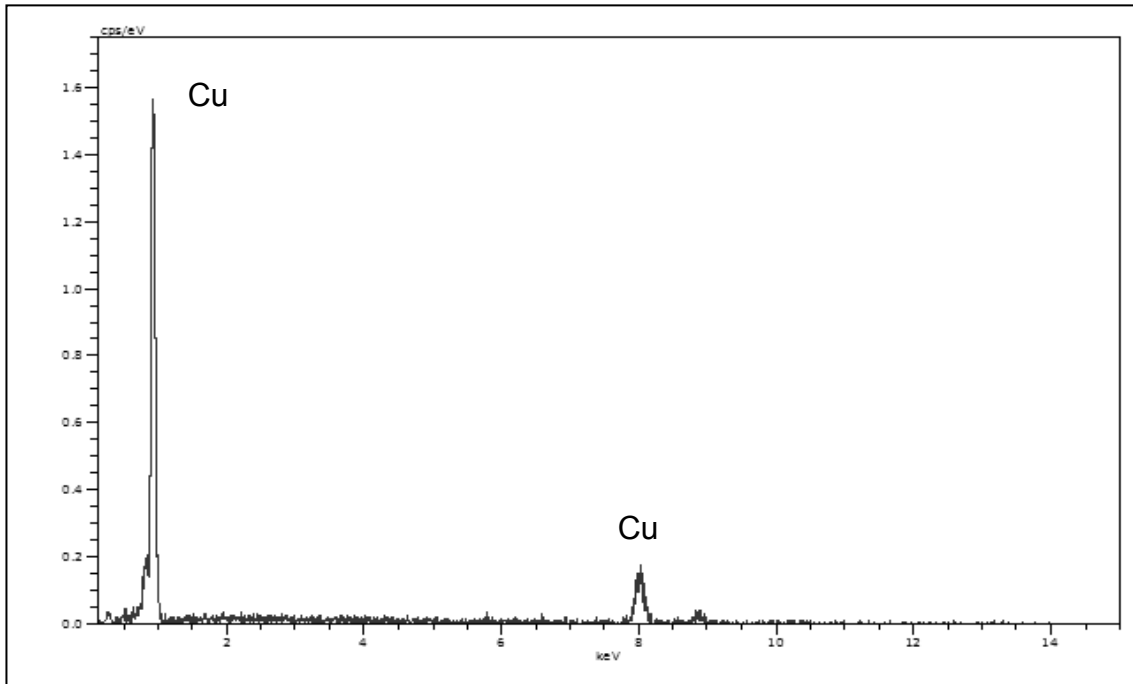


Imagen 180: EDX, fuera de la huella en Cu compactado + DAd.

Spectrum:					
Element	AN	Series	unn. C [wt. %]	norm. C [wt. %]	Error [%]
Copper	29	K-series	83.81	95.18	7.9
Carbon	6	K-series	2.27	2.58	2.3
Oxygen	8	K-series	1.97	2.24	2.1
Total:			88.06	100.00	

No se aprecian elementos diferentes al Cu en la superficie de la probeta en contacto con el LI DAd, se entiende pues, que el tiempo de exposición que ha de pasar para que se produzca una adsorción del LI al Cu, ha de ser mayor que el empleado en los ensayos tribológicos, que duran apenas una hora y 23 minutos aproximadamente.

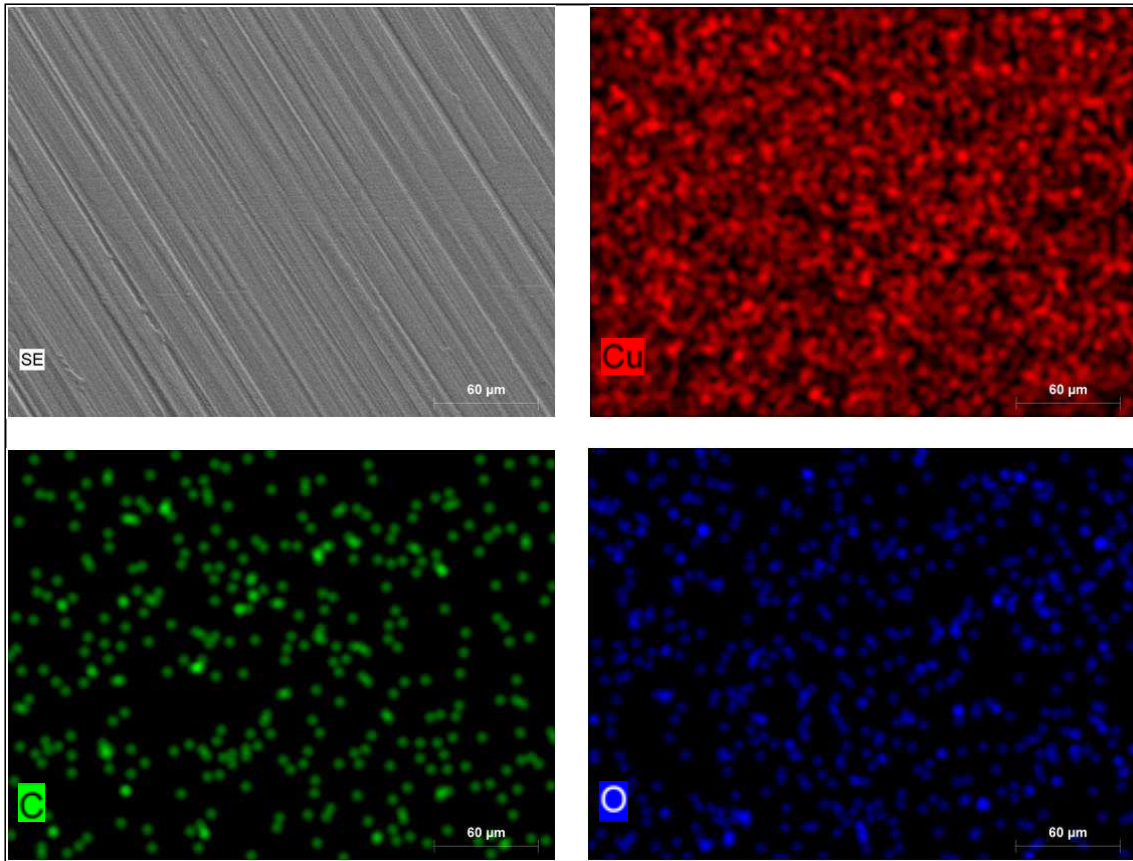


Imagen 181: Mapping de Cu, C y O en probeta de Cu compactado ensayada con DAd.

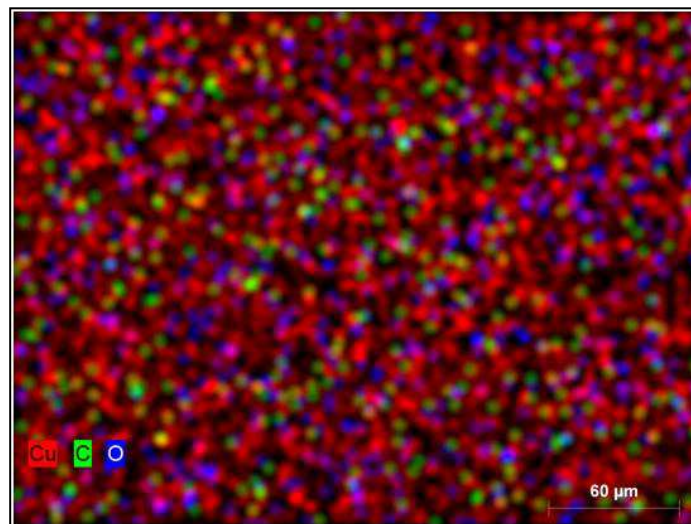


Imagen 182: Mapping de Cu, C y O en probeta de Cu compactado ensayada con DAd.

Se repite el mismo proceso de análisis para el caso de la huella en el ensayo DAdF, donde pese a que la mayor parte de huella no es apreciable, si que se ha visto una zona más marcada, y es la que se muestra a continuación.

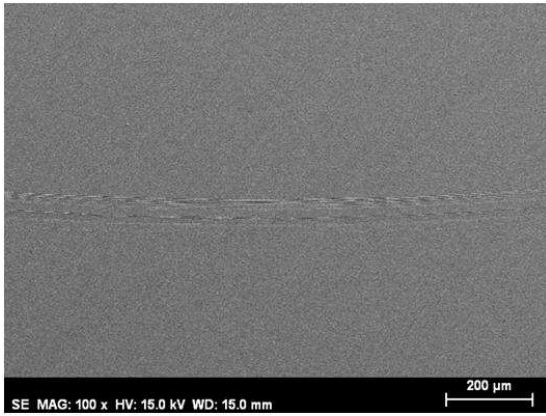


Imagen 183: Huella Cu OFHC + DAd.

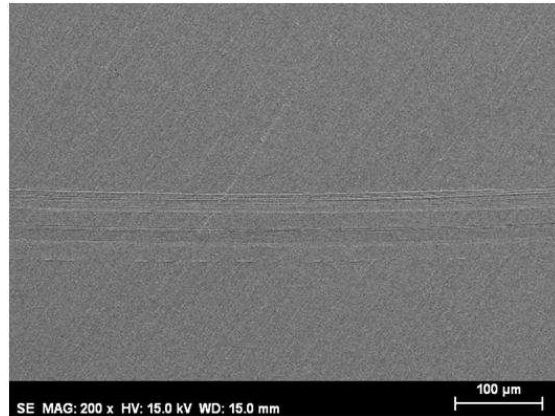


Imagen184: Huella Cu OFHC + DAd.

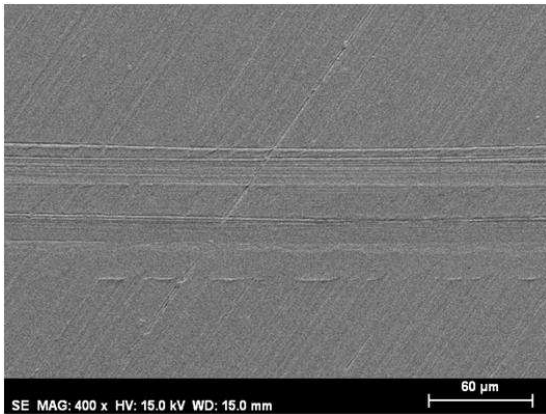


Imagen 185: Huella Cu OFHC + DAd.

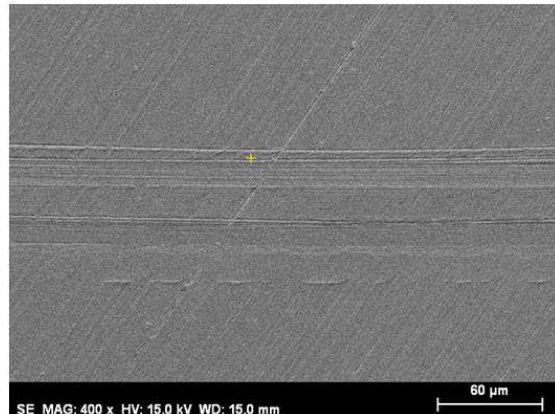


Imagen 186: Punto interior a huella Cu OFHC + DAd.

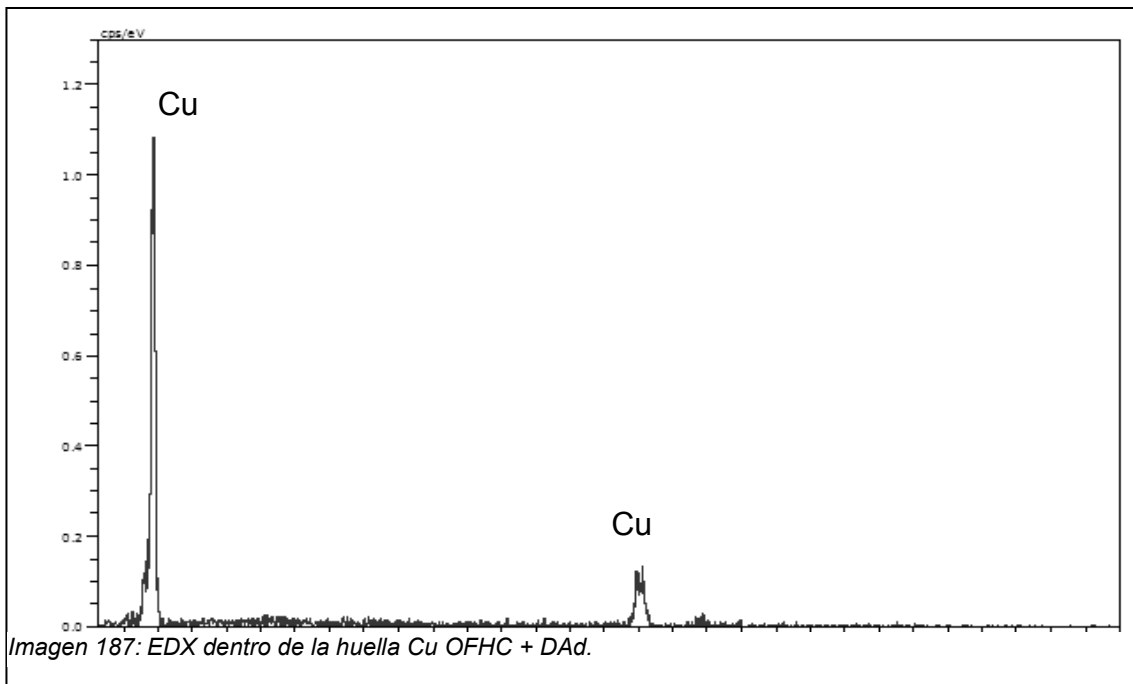


Imagen 187: EDX dentro de la huella Cu OFHC + DAd.



Spectrum:

Element	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Error [%]
Copper	29	K-series	117.31	97.98	12.1
Carbon	6	K-series	1.19	0.99	1.6
Oxygen	8	K-series	1.23	1.03	1.7
Total:			119.73	100.00	

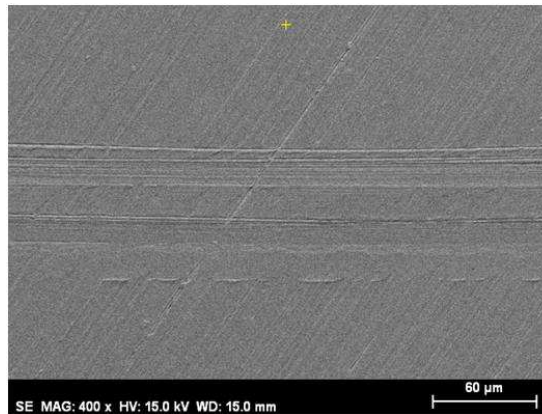


Imagen 188: Punto exterior a la huella en Cu OFHC + DAd.

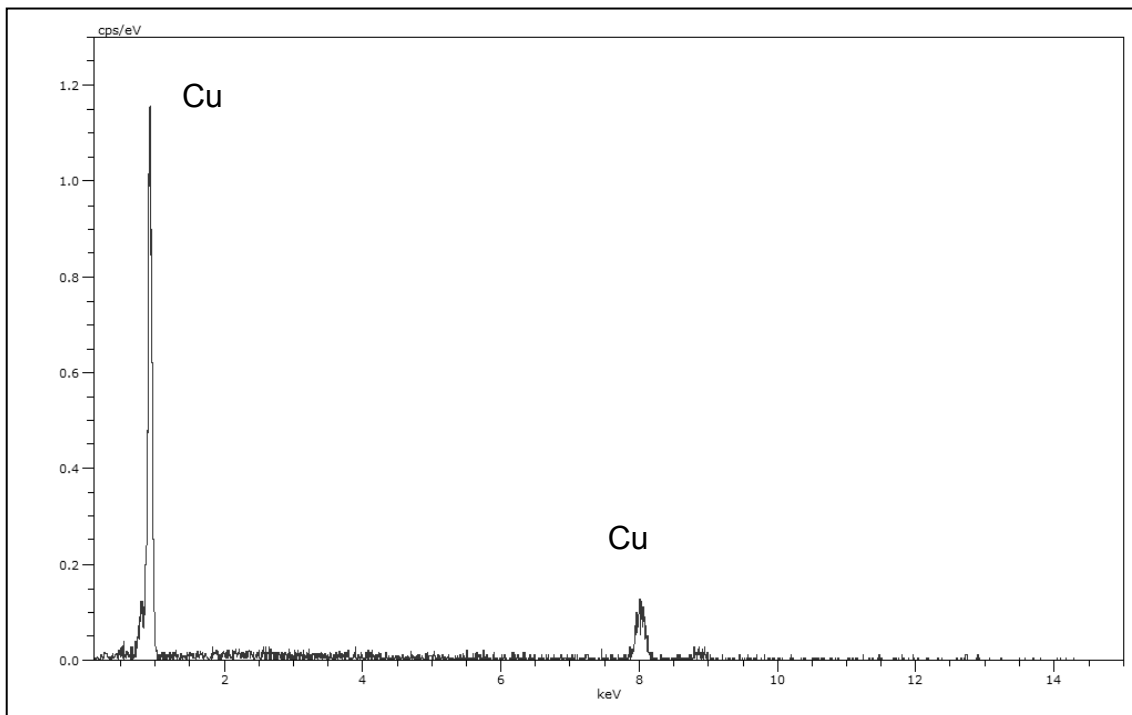


Imagen 189: EDX fuera de la huella Cu OFHC + DAd.



Spectrum:

Element	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Error [%]
Copper	29	K-series	104.23	97.45	11.3
Carbon	6	K-series	1.33	1.24	1.9
Oxygen	8	K-series	1.39	1.30	2.0
Total:			106.95	100.00	

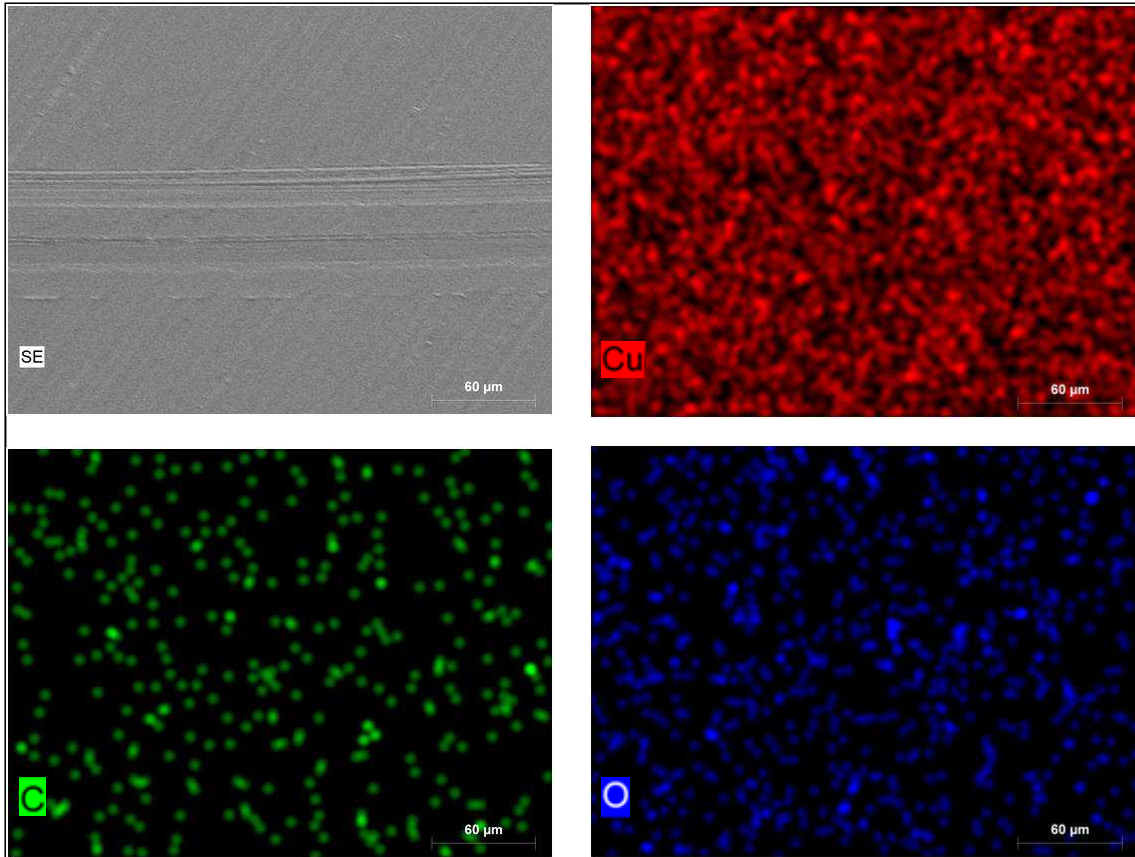


Imagen 190: Mapping en probeta de Cu OFHC ensayada con DAd.

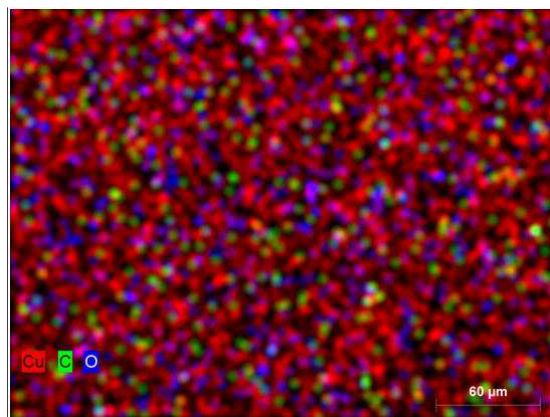


Imagen 191: Mapping en probeta de Cu OFHC ensayada con DAd.



Puede verse en todas las imágenes la uniformidad en la cantidad de oxígeno no habiendo diferencias con respecto al exterior de la huella.

No existe oxidación en las probetas ensayadas con DAd al ser prácticamente nula la huella producida.

3.1.6. RESINA BASE DE LAS PROBETAS

En este apartado se pretende aclarar que el mejor comportamiento a tribología observado en las probetas de Cu OFHC frente a las elaboradas por compactación en caliente, se achaca a la respuesta viscoelástica de la resina base de dicha probeta⁸, que provoca que la presión de contacto real en el ensayo no sea la misma que en el otro caso, resistiendo mejor la probeta elaborada en frío los 0,49 Newton ejercidos por la punta del punzón. El estudio de las diferencias de ambas resinas empleadas en la elaboración de una u otra probeta, no entra en los objetivos de este proyecto.

3.2. ENSAYOS CON LUBRICANTE LP-106 Y COMPARATIVA DE ENSAYOS SEGÚN LUBRICANTE

Se expondrán a continuación los resultados de los ensayos tribológicos utilizando el Líquido Iónico LP-106, a la vez que se establecerá una comparación entre este lubricante y los dos utilizados anteriormente (DAd y PAO6).

3.2.1. ENSAYOS CON LUBRICANTE LP-106

Estos ensayos sólo se realizarán con Cu compactado.

Dichos ensayos han sido denominados P1C, P2C, P3C, etc. según si se trata del primer, segundo o tercer ensayos. La 'P' indica que el LI utilizado es prótico, y la 'C' indica que se trata de la probeta elaborada por compactación en caliente.

Las características de cada ensayo son idénticas a los casos anteriores, modificándose el tipo de lubricante.

⁸ Se ha de recordar que cada tipo de probeta poseía una base de poliamida diferente.

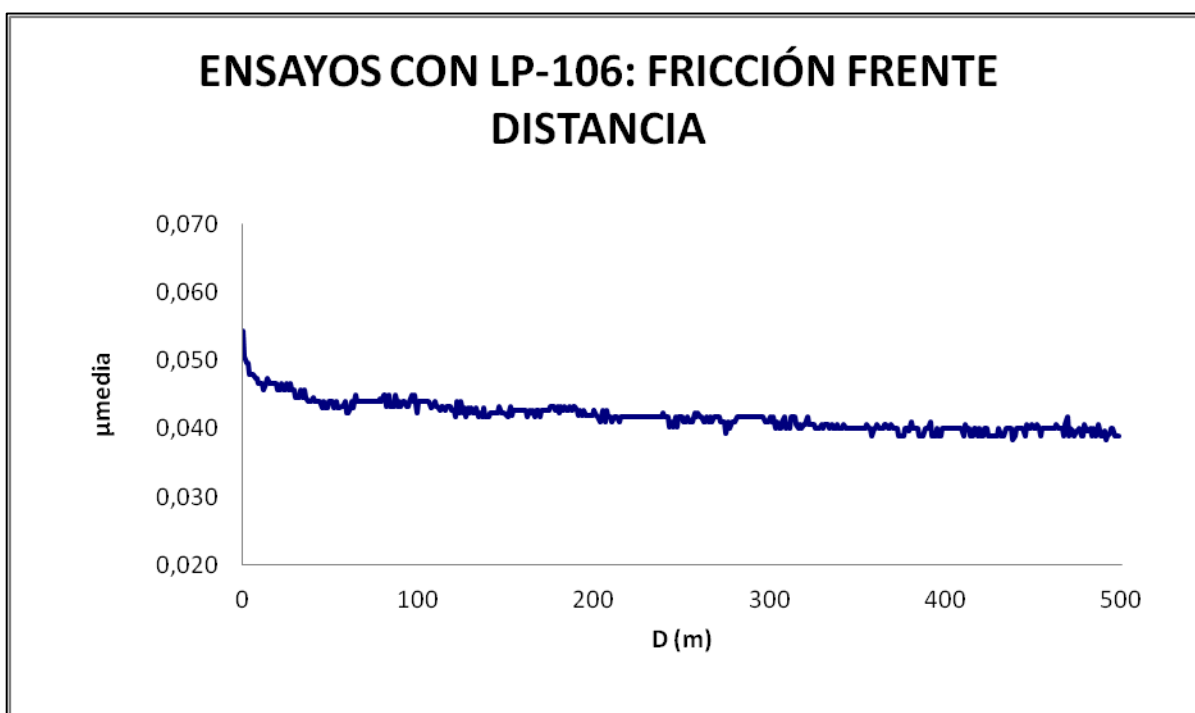


3.2.1.1. COEFICIENTES DE FRICCIÓN EN ENSAYOS CON LP-106

A continuación se muestra la curva media de fricción del grupo de ensayos con LP-106. Previamente se exponen además, los valores medios de cada ensayo individual con su media y desviación típica.

Coeficiente de fricción media (μ medio) para P2C	0,040
Coeficiente de fricción media (μ medio) para P3C	0,042
Coeficiente de fricción media (μ medio) para P5C	0,043

Coeficiente de fricción media (μ medio) para PC	0,042
Desviación típica	0,002

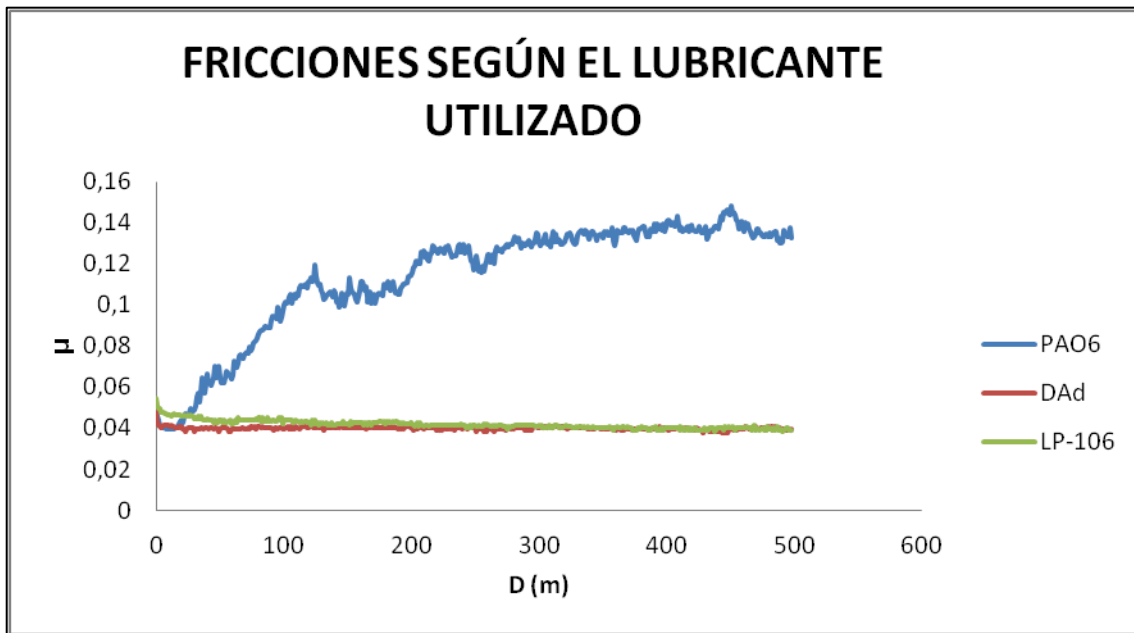


Gráfica 13: Fricción media frente distancia en ensayos con LP-106.

Como se observa, los coeficientes de fricción obtenidos son, al igual que ocurría con el lubricante DAd, inferiores a los producidos en el contacto cuando se ensayaba utilizando como lubricante PAO6.

Si se comparara con el lubricante DAd, la media no es significativamente diferente en un caso u otro, aunque tiende a ser ligeramente mayor con LP-106.

La siguiente gráfica muestra las tres curvas de fricción para los tres tipos de lubricantes, en el caso de Cu compactado.



Gráfica 14: Comparación de la fricción media en cada ensayo con lubricante.

Una vez más se corrobora la buena calidad de los LIs como lubricantes, frente a un aceite comercial.

		Comparación coeficiente de fricción según el lubricante utilizado ⁹		
		PAO6	DAd	LP-106
Coeficiente de fricción (μ)		0,114	0,040	0,042
Desviación		0,035	0,003	0,002

3.2.1.2. IMÁGENES MEDIANTE MICROSCOPIO LEICA ASOCIADAS A ENSAYOS CON LP-106

Como se ha realizado en apartados anteriores, podrán verse a continuación, imágenes asociadas a la huella en la probeta de ensayos con LP-106, así como asociadas al punzón. La huella en el punzón, es tan pequeña que no se aprecia en las imágenes tomadas del perfil, de ahí que carezca de interés mostrarla.

⁹ Esta comparación contempla únicamente los resultados obtenidos para ensayos con probetas elaboradas por compactación en caliente (Cu compactado).

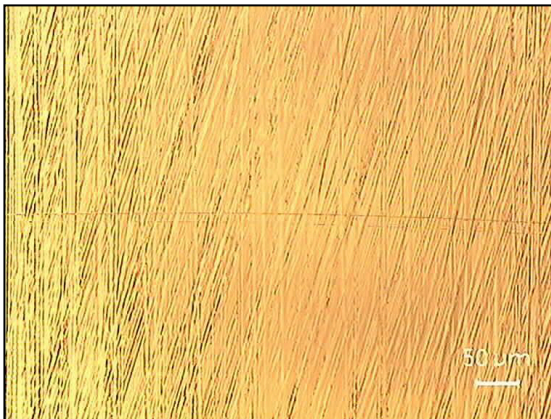


Imagen 192: Huella en ensayo con LP-106 cuadrante inferior.

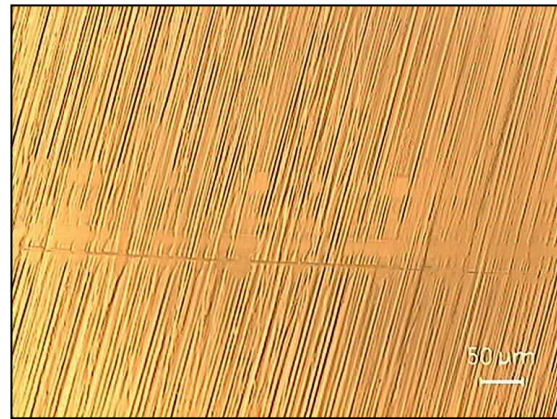


Imagen 193: Huella en ensayo con LP-106 cuadrante superior.

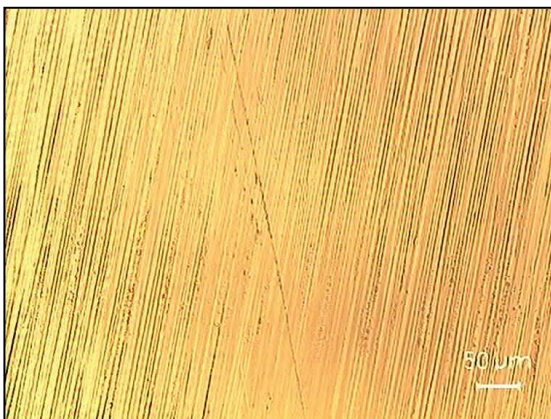


Imagen 194: Imagen de huella en una zona cercana al cuadrante derecho. Ensayos con LP-106. Observación de que justo en el cuadrante derecho la huella no se percibe.

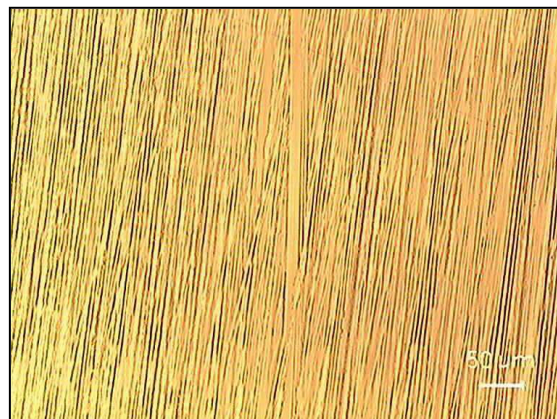


Imagen 195: Cuadrante izquierdo de huella en probeta en ensayo con LP-106.

Se realiza la observación siguiente respecto de las huella en las probetas, y es que en aquellos cuadrantes donde se percibe que haya huella, hay constancia de su inapreciable profundidad.

Esa poca profundidad de la huella en la probeta viene corroborada por las medidas del microperfilómetro, que proporcionan una tasa de desgaste nula, como podrá verse en el apartado posterior a tal fin.

Del mismo modo, esa casi inexistencia de huella pero que se percibe en anchos pequeños, pero medibles, permite un cálculo de la tasa de desgaste mediante el método dado por la norma ASTM-G99. Dicho aspecto se discutirá en el apartado de cálculo de la tasa de desgaste mediante ese método.

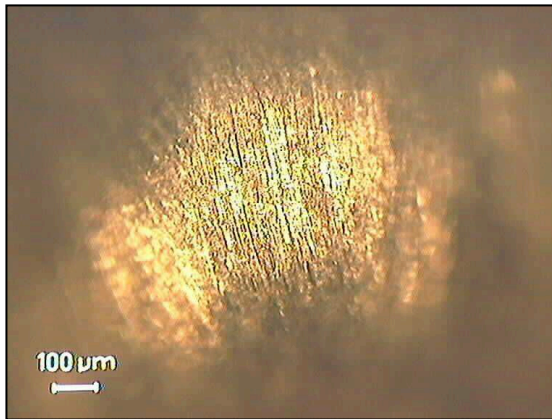


Imagen 196: Punzón ensayos con LP-106, vista en punta antes del ensayo.



Imagen 197: Imagen de la huella en la punta del punzón tras el ensayo usando como lubricante LP-106.

Área huella en punzón P2C	0,05 mm ²
Área huella en punzón P3C	0,04 mm ²
Área huella en punzón P5C	0,09 mm ²

Perímetro de la huella en punzón P2C	0,96 mm
Perímetro de la huella en punzón P3C	1,02 mm
Perímetro de la huella en punzón P5C	1,34 mm

Media del área de la huella del punzón ensayos con LP-106	0,06mm²
Desviación típica del área de huella punzón ensayos de LP-106	0,026
Media del perímetro de huella punzón ensayos con LP-106	1,10mm
Desviación típica perímetro de huella punzón ensayos de LP-106	0,204

Si se comparan las huellas en el punzón, podría decirse que hay un mayor desgaste del mismo en el caso del uso del lubricante LP-106 frente al lubricante DAd, no obstante, la diferencia no es significativa. El perímetro es casi el mismo en ambos tipos de LIs utilizados. Todo esto puede verse mejor en el siguiente cuadro comparativo, donde además, para los casos donde se ha empleado PAO6 como lubricante, el orden de magnitud tanto del área como del perímetro de la huella supera a los casos de utilización de LIs en una unidad.

	Comparación del desgaste del punzón según el uso del lubricante¹⁰		
	PAO6	DAd	LP-106
Área (mm²)	0,156	0,037	0,06
Desviación	0,049	0,005	0,026
Perímetro (mm)	1,77	1,00	1,10
Desviación	0,109	0,173	0,204

¹⁰ Esta comparación contempla solamente las probetas elaboradas mediante compactación en caliente (Cu compactado).



Comparando el área de desgaste del punzón en los ensayos con DAd y con LP-106 respecto del uso de PAO6, se tiene que cuando se usa DAd es un 76% menor y cuando se usa LP-106 es un 61,5% menor.

Realizando la misma comparación para el perímetro de la huella de desgaste del punzón. Cuando se utiliza como lubricante el LI DAd, el perímetro de huella es menor en un 43,5% respecto a la huella producida cuando se ensaya con PAO6, siendo un 38% más pequeño respecto PAO6 si lo que se usa es LP-106.

Ordenando de menor a mayor se tiene la siguiente secuencia:

Huella punzón usando DAd	<	Huella punzón usando LP-106	<	Huella punzón usando PAO6
-----------------------------	---	--------------------------------	---	------------------------------

3.2.1.3. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS CON LP-106 MEDIANTE EL MÉTODO DEL AGUJERO-PICO.

El valor de tasa de desgaste en probetas para los ensayos utilizando LP-106 es similar al de los casos donde se utilizó DAd, siendo prácticamente nulo el valor obtenido mediante el método del agujero-pico.

Realizando una comparación entre cada lubricante utilizado, y ordenando de menor a mayor desgaste, se tiene la siguiente secuencia, que muestra al lubricante DAd como el mejor entre todos los ensayados, siendo el lubricante LP-106 muy bueno y con un comportamiento similar al DAd, tanto en lo que a desgaste se refiere como en fricción.

$DAd \leq LP-106 < PAO6$

Prácticamente no hay desgaste alguno con ninguno de los LI. Esta conducta era algo previsible dado que se escogieron entre un grupo de lubricantes, como se ha expuesto en el capítulo 2, y se partía de la base de que serían buenos.

Puede decirse, que incluso con alta rugosidad, dichos líquidos lónicos, uno de carácter prótico (LP-106) y otro de carácter aprótico (DAd) son igualmente buenos ya sea baja o alta la rugosidad que tenga la superficie de la probeta.

En lo que respecta a la fricción, se aprecian valores mayores de la misma cuando se trata de alta rugosidad, nuestro caso, respecto de baja rugosidad en la superficie de la probeta (17).



3.2.1.4. DESGASTE PRODUCIDO EN ENSAYOS CON LP-106 MEDIANTE EL MÉTODO OFRECIDO POR LA NORMA ASTM G-99

ENSAYOS CON LP-106	R (mm)	r (mm)	ANCHO DE HUELLA d (mm)
P2C	9	0,808	0,051
P3C	9	0,824	0,034
P5C	9	0,878	0,028

MEDIA DE ANCHOS DE HUELLA (mm)	0,038
DESVIACIÓN TÍPICA DE ANCHOS DE HUELLA	0,012

VOLUMEN DE DESGASTE, W (mm ³)	TASA DE DESGASTE (mm ³ /N·m)
0,000785799	$3,20734 \cdot 10^{-6}$
0,000220016	$8,98023 \cdot 10^{-7}$
0,000111693	$4,55888 \cdot 10^{-7}$
MEDIA	$1,52042 \cdot 10^{-6}$
DESVIACIÓN TÍPICA	$1,47755 \cdot 10^{-6}$

Si se comparan los resultados de tasa de desgaste para estos ensayos mediante ambos métodos, Agujero-pico y Norma, respectivamente, puede verse que aunque se registren datos mediante la norma donde el microperfilómetro no encuentra, sí que es verdad que los valores son pequeños, pudiendo considerarse casi nulos, al menos frente a los obtenidos con el lubricante PAO6. Se recuerda que estos datos son el resultado de una pequeña apreciación de huella, pero nada profunda.

Si se compara sin embargo este mismo método de la norma para los tres lubricantes utilizados, tenemos el siguiente cuadro comparativo de sus tasas de desgaste¹¹:

COMPARACIÓN DESGASTE SEGÚN NORMA ASTM G-99 PARA LOS TRES LUBRICANTES EMPLEADOS	
LUBRICANTE	TASA DE DESGASTE (mm ³ /N·m)
PAO6	$7,1 \cdot 10^{-4}$
DAd	0
LP-106	$1,520 \cdot 10^{-6}$

Según el método ofrecido por la Norma ASTM G-99, el desgaste producido por cada lubricante es de menor a mayor según la siguiente secuencia:

$$\text{DAd} < \text{LP-106} < \text{PAO6}$$

¹¹ Se consideran únicamente los casos de Cu compactado.



Esta secuencia coincide con la que se obtuvo con el volumen hueco medido con el microperfilómetro, por tanto, a efectos comparativos entre distintos lubricantes, son igualmente válidos ambos métodos de cálculo de la tasa de desgaste. Cabe realizar la observación, no obstante, de que el ancho de huella poco profunda ha dado un valor más elevado de lo esperado para LP-106 si se compara con el valor obtenido del análisis con el microperfilómetro.

3.2.1.5. ESPECTROSCOPIA DE RAYOS X Y MAPA ELEMENTAL DE OXÍGENO EN LA HUELLA DE ENSAYOS CON LP-106

Como en casos anteriores, se muestra aquí de nuevo la topografía de la huella, medida con el SEM, al tiempo que se observan los EDX y el mapa elemental de oxígeno, tanto de un punto interior como exterior de la huella.

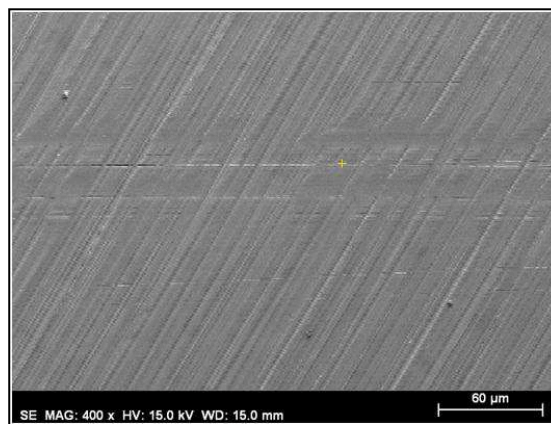


Imagen 198: Topografía de la huella presente en una probeta tras ensayar tribológicamente usando LP-106 como lubricante. Equipo utilizado SEM.

La imagen 198 presenta un punto amarillo en el interior de la huella. Ese punto indica, como en apartados anteriores, la zona interior de la huella donde se han realizado los análisis EDX y mapa elemental de oxígeno que se muestran a continuación.

El EDX realizado en el interior de la huella, muestra la presencia de P y F.

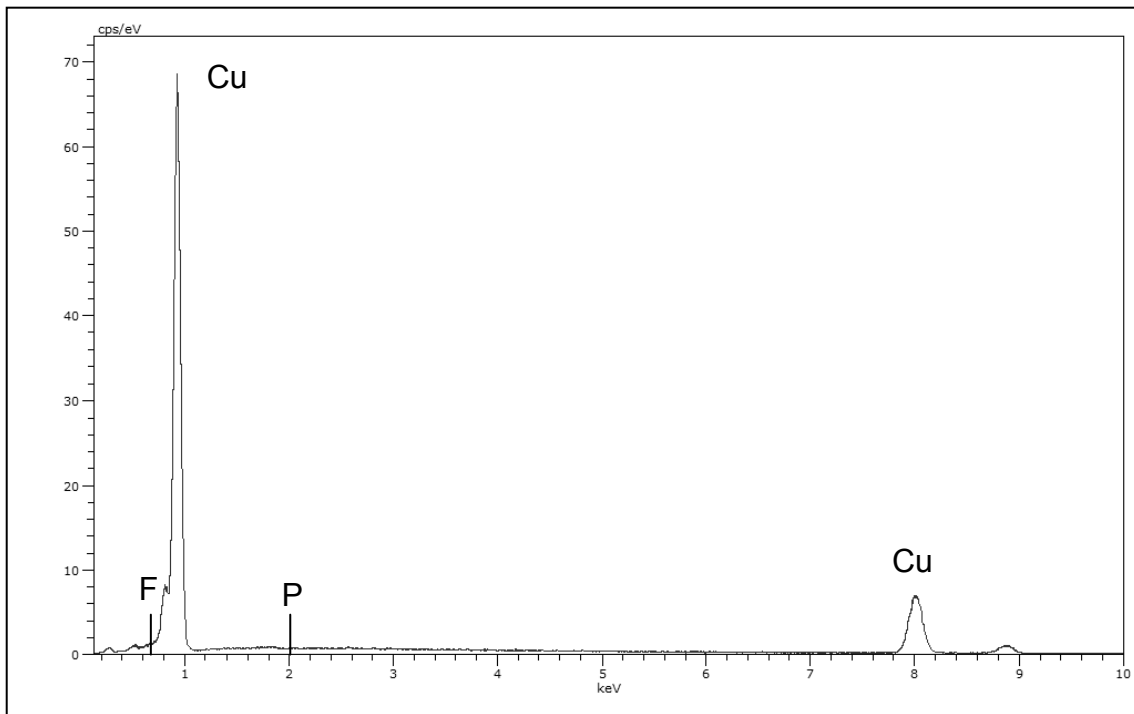


Imagen 199: EDX de punto interior a la huella en ensayo tribológico Cu-Cu usando LP-106 como lubricante.

El análisis del espectro muestra los porcentajes de la composición, que se podrán comparar, al igual que se ha ido haciendo hasta ahora, con el mismo análisis pero en el exterior de la huella.

Spectrum:					
Element	Series	unn. C [wt. %]	norm. C [wt. %]	Atom. C [at. %]	Error [%]
Copper	K-series	103.39	97.62	90.55	3.3
Carbon	K-series	1.07	1.01	4.94	0.2
Oxygen	K-series	0.73	0.69	2.54	0.2
Fluorine	K-series	0.59	0.55	1.72	0.1
Phosphorus	K-series	0.14	0.13	0.25	0.0
Total:		105.91	100.00	100.00	

Seleccionando ahora un punto fuera de la huella, tal y como se ve a continuación (imagen 200), puede verse un espectro poco variable al anterior. Se tiene igualmente P y F, presentes en el lubricante LP-106.

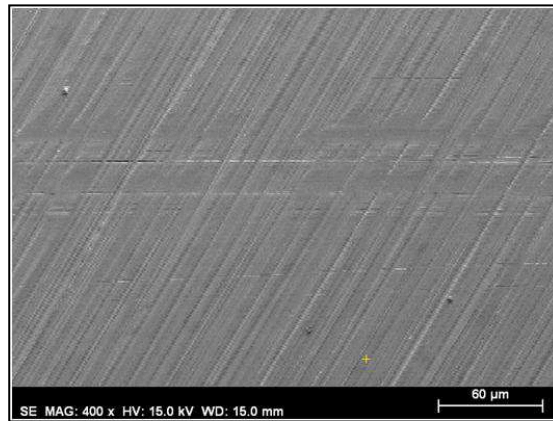


Imagen 200: Punto exterior a huella, ensayo con LP-106.

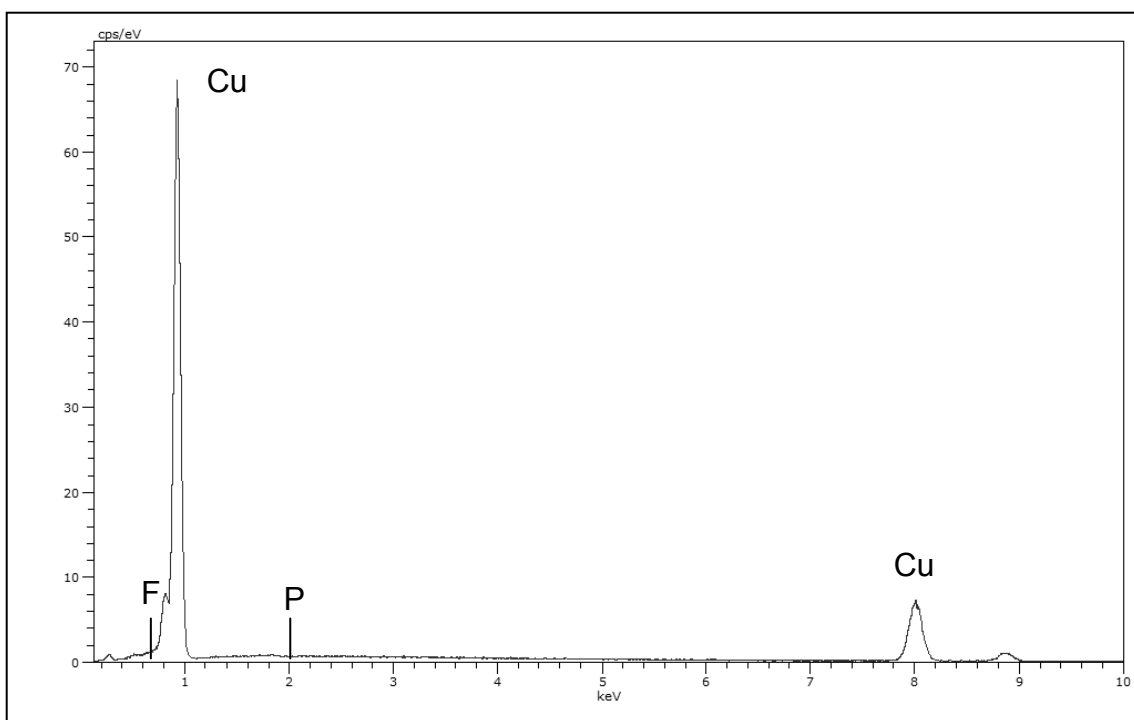


Imagen 201: EDX del exterior de la huella de probeta ensayada tribológicamente con lubricante LP-106.

Spectrum:					
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Copper	K-series	102.98	97.75	90.83	3.3
Carbon	K-series	1.15	1.09	5.38	0.2
Oxygen	K-series	0.54	0.52	1.90	0.1
Fluorine	K-series	0.58	0.55	1.72	0.1
Phosphorus	K-series	0.09	0.09	0.17	0.0
Total:		105.36	100.00	100.00	



Por último, se muestran los mapas de cada elemento arriba expuesto en la superficie de la probeta, para apreciar diferencias entre el interior de la huella o fuera de la misma, cierto es, que dado el espectro del EDX, no se esperan diferencias, veamos si es así realmente (imágenes 202 y 203). En este caso, los colores púrpura y azul claro pertenecen al fósforo y flúor respectivamente.

Efectivamente, apoyándonos en las imágenes siguientes (imágenes 202, 203 y 204), podemos decir que la composición de la superficie de la huella es uniforme, no habiendo diferencia entre la zona de la huella, la cual no es muy agresiva, y es casi inapreciable, y la zona exterior a la misma.

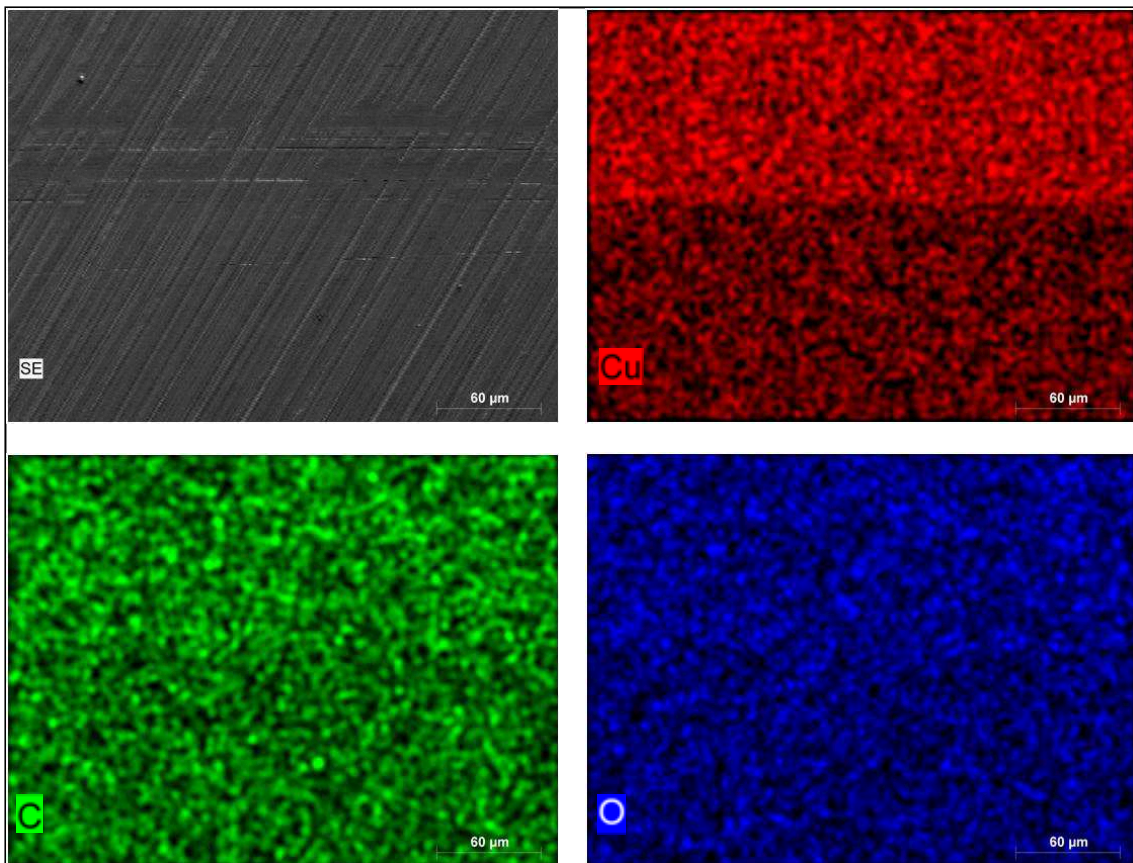


Imagen 202: Mapas elementales de Cu, C y O en la probeta ensayada con LP-106

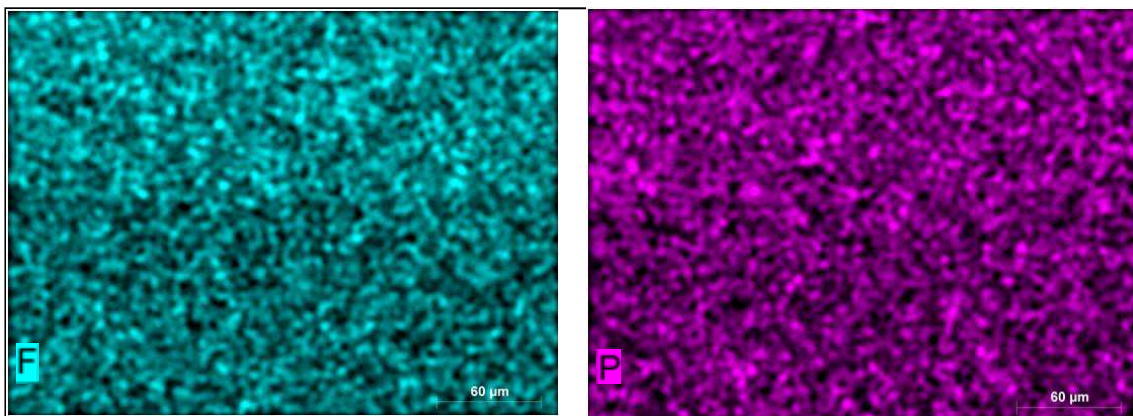


Imagen 203: Mapas elementales de Flúor y Fósforo en la probeta ensayada con LP-106.

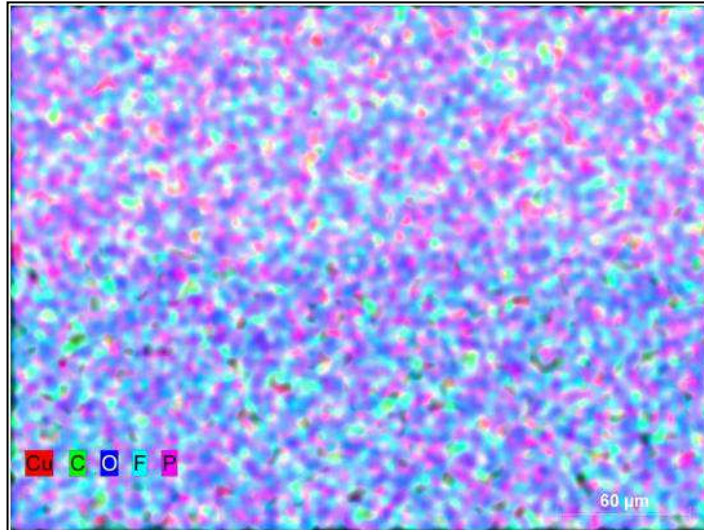


Imagen 204: Mapa de elementos en la superficie de la probeta ensayada con LP-106.

No existe oxidación en las probetas ensayadas con LP-106 al ser prácticamente nula la huella producida.



CONCLUSIONES





4. CONCLUSIONES

1. Efecto del procedimiento de preparación de probetas de ensayo sobre la microestructura y propiedades de cobre libre de oxígeno de alta pureza (OFHC):
 - 1.1. Las probetas empastilladas mediante compactación en caliente presentan menor tamaño de grano que las empastilladas en frío. Sin embargo, este cambio microestructural prácticamente no modifica la dureza del material.
2. Cuando se utiliza el lubricante sintético polialfaolefina 6 en el contacto cobre-cobre, se obtiene un coeficiente de fricción de 0,11 para el material compactado en caliente y de 0,06 para el material de partida empastillado en frío.
3. El desgaste de los punzones de cobre contra el disco de cobre compactado en caliente es de $0,16\text{mm}^2$, mientras que frente al cobre empastillado en frío es de sólo $0,067\text{mm}^2$.
4. La tasa de desgaste del material compactado en caliente obtenida mediante la Norma ASTM G-99 es de $7,1 \cdot 10^{-4}$ ($\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), mientras que para el cobre empastillado en frío es de $4,4 \cdot 10^{-5}$ ($\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), es decir, un orden de magnitud inferior.

Mediante el método del agujero-pico, la comparación de desgastes se establece mediante volúmenes hueco resultantes en la huella, siendo para el material empastillado en caliente de $0,006\text{mm}^3$ y para el empastillado en frío de $0,003\text{mm}^3$, es decir una diferencia de la mitad.

- Por tanto, cuando se utiliza PAO6, el comportamiento tribológico es siempre mejor para el material original empastillado en frío.
 - El mecanismo de desgaste es mixto: adhesión con deformación plástica y abrasión.
5. Lubricantes líquidos iónicos:
 - Se han ensayado dos tipos de lubricantes iónicos, el prótico adipato amónico (DAd) y el aprótico de imidazolio LP106.



- Los líquidos iónicos reducen el coeficiente de fricción del cobre compactado en caliente hasta valores de 0,04-0,05, lo que supone un 63,64% de reducción respecto a PAO6.
- Las tasas de desgaste del cobre en presencia de los nuevos lubricantes iónicos son prácticamente despreciables.



BIBLIOGRAFÍA

- (1) European Copper Institute (www.eurocopper.org).
- (2) <http://elementos.org.es/cobre>
- (3) "Friction, wear and structure of Cu samples in the lubricated steady friction state." Alexey Moshkivich, Vladislav Perfilyev, Louisa Meshi, Shmuel Samuha, Sidney Cohen, Hagai Cohen, Alex Laikhtman, Lev Rapoport. Tribology International 46 (2012) 154-160. ELSEVIER.
- (4) "Estudio del Comportamiento Tribológico del Contacto Cobre-Cobre lubricado con Líquidos Iónicos". Pedro Bastida Iniesta.
- (5) "The effect of strain path and temperature on the microstructure developed in copper processed by ECAE" W.H.Huang, C.Y. Yu, P.W. KAO, C.P. Chang. Materials Science and Engineering A366 (2004) 221-228.
- (6) "Microstructure and properties of dynamically compressed copper Cu99.99". B. Leszczynska-Madej, M. Richert. JAMME, Volume 39, Issue 1, March 2010.
- (7) "Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale in copper". K. Wang, N.R. Tao, G. Liu, J.Lu, K. Lu. Acta Materialia 54 (2006) 5281-5291.
- (8) "Líquidos Iónicos a temperatura ambiente: Un nuevo medio para las reacciones químicas." Arturo Romero Salvador, Rev. R. Acad. Cienc. Exact. Fís. Nat. (Esp) Vol. 102, N°1, pp 79-90,2008. IX Programa de Promoción de la Cultura Científica y Tecnológica.
- (9) "La tribología: Ciencia y tecnología para el mantenimiento." Francisco Chavez Martínez.
- (10) "Fluidos Iónicos en Lubricación de Contactos Aluminio-Acero. Interacciones Superficiales y Triboquímicas". Ana Eva Jiménez Ballesta.
- (11) "Mejora de la resistencia al deslizamiento de contacto cobre.cobre mediante uso de lubricantes avanzados." Alberto escámez Morales.



- (12) Bermúdez Olivares, María Dolores, Jiménez Ballesta, Ana Eva y Sanes Molina, José. “Líquidos iónicos próticos.” Patente. P201131590. España. Aprobada, pendiente de publicación.
- (13) “Development of surface mechanical attrition treatment (SMAT) and electrodeposition process for generating nanostructured materials and study of their tensile properties” Chan, Hoi Lam, The Hong Kong Polytechnic University. 2010.
- (14) La Farga Lacambra, Your copper solutions. Empresa de material ferroviario.
- (15) KLK, Electro materials.
- (16) www.ferropedia.es
- (17) “Lubricación de contactos Cobre-Cobre e interacciones superficiales con líquidos iónicos próticos y apróticos.” Tulia Espinosa Rodríguez, Carmen Palazón Carrión, José Sanés Molina, Ana Eva Jiménez Ballesta, María Dolores Bermúdez Olivares.