IV.1. Materiales

En este capítulo se describen las características principales de cada uno de los materiales de partida utilizados. Asimismo, se comentan cada una de las técnicas experimentales empleadas para la obtención de estos materiales y sus propiedades físicas y mecánicas básicas, datos extraídos de la tesis "Fabricación de aluminio de alta resistencia por mecanosíntesis y sinterización" realizada por Jesús Cintas Físico, y las propiedades medidas, tanto en los materiales pulverulentos, como en los compactos. Hay que tener en cuenta que el método empleado para la fabricación del material en forma de polvo, y las técnicas de consolidación del mismo, van a determinar la composición y estructura de los compactos obtenidos. Esto condicionará, en gran medida, sus propiedades tecnológicas y mecánicas. A continuación, se expone un extracto resumido de esta misma tesis para aclarar el camino seguido para la obtención de dichos materiales.

Se siguió un procedimiento idéntico para la fabricación de todos los polvos, con el objeto de poder realizar comparaciones entre ellos. Del mismo modo, el procesado secundario, o de consolidación, de los polvos ha sido el mismo para casi todos los materiales. Este procesado secundario, como se describirá detalladamente con posterioridad, consiste en un prensado uniaxial en frío a 850 MPa, seguido de una sinterización, en vacío de 5 Pa, a 650 °C durante 1 hora.

El material base utilizado para fabricar los diferentes materiales estudiados en esta Tesis, es polvo de aluminio de pureza superior al 99.7 %, suministrado por la empresa alemana ECKART-WERKE. Como aditivos, se ha empleado cobre, también de la misma compañía ECKART-WERKE.

Las moliendas se han realizado en vacío y amoniaco, suministrado por AIR LIQUIDE. Como agente controlador de los procesos de fractura y soldadura durante la molienda (ACP), se ha utilizado una cera orgánica micropolvo (etilen bisestearamida) de CLARIANT.

IV.1.1. Procesado primario. Molienda mecánica de alta energía

Como medio para procesar los diferentes materiales en forma de polvo empleados, se optó por el aleado mecánico. Básicamente, consiste en la molienda de polvo, o mezcla de polvos de diferentes materiales, en un molino de bolas. La gran energía transferida al polvo a través de las bolas, hace que se obtengan materiales pulverulentos muy homogéneos y de estructura controlada. En la Tabla IV - 1 se indican los valores para los parámetros de los que depende el proceso de molienda.

Volumen de la vasija	1400 cm ³
Razón de carga = Bolas / Polvo	50:1
Bolas empleadas	Acero ó CW-Co
Masa de polvo	72 g
ACP	1.5 ó 3 %
Velocidad del rotor	500 rpm
Atmósfera de molienda	Vacío, aire, CH ₄ y NH ₃ en proporciones variables
Refrigeración	Agua a 15 ó 28 ºC
Tiempo de molienda	10 h

Tabla IV - 1 Parámetros de molienda mecánica para los materiales de partida

Para realizar las mezclas de los diferentes gases empleados en moliendas de atmósfera controlada, se ha contado con la ayuda de un pulmón de acero.

El procedimiento consta de hacer vacío hasta 5 Pa, para después llenar la vasija con la mezcla gaseosa requerida. Proceso que se repite hasta tres veces para asegurar la mezcla adecuada. Esta mezcla de gases se mantiene a sobrepresión 3×104 Pa (0.3 bar), con el fin de evitar la incursión de aire procedente del ambiente.

El equipo de vacío está formado por una bomba rotativa EDWARDS E2M2 de dos etapas y 2.8 m3/h, una bomba difusora de aceite EDWARDS de 150 l/s y un controlador de presión BALZERS TPG 300. El vacío utilizado es de 5 Pa.

IV.1.2. Procesado secundario. Consolidación

La gran tendencia a la oxidación del aluminio hace que se rodee de una capa de Al2O3. Debido a la estabilidad y densidad de esta capa de óxido, el procesado pulvimetalúrgico de aluminio suele ser complicado. Se hace necesario incluir etapas que produzcan alta deformación en el polvo, y así romper las capas de alúmina.

Se ha desarrollado un método muy sencillo para la consolidación del polvo de aluminio. Consiste en una etapa de tratamiento térmico del polvo seguida de un doble ciclo de prensado y sinterizado.

Para los materiales utilizados en este proyecto, incluso se ha conseguido eliminar la etapa de tratamiento térmico del polvo. Mediante el control de las variables del proceso de molienda, se han producido polvos con tamaño de partícula reducidos. Esto, unido a las ventajas de la sinterización en fase líquida (supersolidus), ha permitido reducir aún más el proceso. De este modo, el procesado secundario o de consolidación utilizado, consta únicamente de un ciclo simple de prensado uniaxial en frío, seguido de una sinterización en vacío de 5 Pa. Generalmente, la presión de consolidación aplicada es de 850 MPa, y la temperatura de sinterización de 650 °C.

IV.1.2.1. Compactación

Para la compactación, se ha empleado una máquina universal de ensayos SUZPECAR MUE-60 con control automático. Se han fabricado compactos de tipo cilíndrico. Se presenta en la Figura IV - 1 el esquema con sus dimensiones.



Figura IV - 1 Esquemas de los compactos resultantes

Las matrices empleadas son de acero F-522 (\equiv DIN 1.2419) bonificado. Como lubricante se ha empleado una suspensión a base de acetona y cera orgánica EBS (etileno-bis-estearamida) aplicada en las paredes de la matriz. Dicha cera es idéntica a la empleada como agente controlador del proceso durante la molienda de los polvos.

Tras la lubricación y el llenado de la matriz con los polvos a consolidar, se aplicó carga con una velocidad de 588 N/s. Una vez alcanzada la presión final, se mantuvo la carga aplicada durante dos minutos, transcurridos los cuales, se procedió a la descarga y extracción del compacto.

IV.1.2.2. Sinterización

Para la sinterización de los compactos, resultado de la tesis de Jesús Cintas <u>Físico</u>, se ha usado un horno de tubo horizontal LINDBERG de 12 kW de potencia. Sus resistencias son de CSi, e incorpora un controlador de temperaturas programable EUROTHERM. Dicho controlador está conectado a un termopar, que se introduce dentro del horno mediante una varilla unida a la tapadera de la boca de carga. El tubo del horno está construido en acero AISI 304 (equivalente a 1.4301 UNE-EN 10088-1:1995) y la refrigeración de sus extremos se realiza con agua.

Etapa	1	2	3
Gradiente [ºC/min]	10	5	1
Temperatura final [°C]	600	645	650
Duración [h]	0	0	1

Tabla IV - 2 Datos de operación en el horno de sinterizado



Figura IV - 2 Programa de sinterización a 650°C durante 1 hora

Una bomba rotativa TELSTAR 2G6 de 6 m3/h conectada al horno, ha asegurado un vacío de 5 Pa durante todo el proceso de sinterizado. Este equipo tiene un controlador de presión TELSTAR 937, con sus correspondientes medidores Pirani y Penning. Los compactos se colocan sobre un portamuestras de acero inoxidable constituido por dos placas paralelas separadas una distancia de 20 mm. Un termopar colocado en el portamuestras asegura el control de la temperatura en cada instante. El ciclo de sinterizado empleado normalmente en este trabajo, consta de un calentamiento a 650°C durante 1 hora, seguido de enfriamiento en el horno hasta unos 200 °C, previamente a su exposición al aire. Las rampas de temperatura aplicadas en este tipo de sinterización son detalladas en la Figura IV - 2 y la Tabla IV - 2.

IV.2. Propiedades básicas de los compactos obtenidos

IV.2.1. Evaluación de la densidad. Influencia de la metodología empleada (porosidad)

La densidad de una muestra se determina a partir del conocimiento de su volumen y su peso. Pesar una muestra se puede hacer sencillamente en una balanza de laboratorio, pero el problema está en saber cuál es su volumen real para poder obtener una medida lo más fiel posible a la real. La densidad del compacto ρ (en g/cm³) se determina según el cociente entre la masa M (en gramos) y el volumen V (en cm³). Para el cálculo de este volumen hay diversos métodos:

- <u>Medidas geométricas</u>. Mediante este método se hacen medidas para obtener el volumen geométrico que encierra la muestra. Que se calculará en función de la geometría del compacto.
- <u>Densidad a partir de El Principio de Arquímedes</u>. Este principio dicta que "Todo cuerpo sumergido en un fluido experimenta un empuje vertical hacia arriba igual al peso del fluido desalojado". Existen diversos métodos para calcular la densidad, por ejemplo, impregnando el compacto mediante vacío o por calentamiento [86], pero en este proyecto se impregna con agua destilada por calentamiento.
 - <u>Determinación de la densidad por el método de Arquímedes</u> <u>impregnando de agua el compato mediante calentamiento</u>. Este método se describe en la normativa ASTM C373-88 [87]. Se basa en obtener el peso de la muestra en seco y tras impregnar la muestra de agua. El

método de impregnación que se realiza sumergiendo la probeta en agua, manteniendo la temperatura de $82^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$ durante al menos 4 horas y enfriar a la temperatura ambiente. Luego, se pesa la muestra impregnada sumergida en agua destilada habiendo tarado el dispositivo soporte de la muestra. El fluido que se utiliza es agua destilada. A continuación se explicara con detalle este método, ya que es el utilizado para la obtención de la densidad experimental de los materiales ensayados.

Para la determinación de la densidad ρ de los compactos se ha decidido aplicar el método de Arquímedes con impregnación mediante agua destilada por ser el más sencillo y fiable desde el punto de vista experimental, las medidas realizadas en la balanza OHAUS EXPLORER PRO con un soporte especial para realizar las medidas sumergidas. Dicho método viene descrito en la normativa ASTM C373-88 [87]. El procedimiento a seguir para aplicar el método consiste en los siguientes pasos:

- 1) Pesar la probeta en seco. Este valor se corresponde con la masa de la probeta en seco D (masa en gramos).
- 2) Calentar la probeta en agua destilada durante 5 horas. Dejar reposar en agua 24 horas.
- 3) Pesar la probeta impregnada sumergida en agua. Este valor corresponde a la masa de la probeta sumergida S (masa en gramos).
- 4) Sacar la probeta sumergida y eliminar el exceso de agua con un paño húmedo.
- 5) Pesar la probeta sin el agua sobrante. Este valor corresponde a la masa de la probeta saturada M (masa en gramos).

Por medio de la Ecuación IV – 1 se calcula la densidad, teniendo en cuenta que 1 cm3 de agua destilada pesa 1 gramo.

$$\rho = \frac{D}{M - S}$$
 Ecuación IV - 1

Influencia de la metodología empleada (porosidad)

Las diferencias obtenidas en el método geométrico y el de Arquímedes se deben a que existe una porosidad aislada e interconectada, que se expone en el capítulo III (pág. 12), por tanto, es un volumen extra que se cuenta en el método geométrico. Esta razón implica unas densidades menores en el caso geométrico. Y las diferencias pueden dar una idea del nivel de porosidad de cada pieza.

IV.2.2. Obtención de la microdureza Vickers

Se han realizado ensayos para determinar la microdureza Vickers HV mediante un microdurómetro la Figura IV - 3. El ensayo se lleva a cabo aplicando un penetrador piramidal de diamante (ángulo de 136° entre caras opuestas) sobre la superficie del material convenientemente preparada, con un dispositivo para cargas menores de 0.2 kg, un ocular de 10X y tres objetivos de 10X, 40X y 60X. A diferencia de los valores de dureza Vickers obtenidos con cargas elevadas, los valores de microdureza varían con la carga utilizada en el ensayo [88].

Comportamiento tribomecánico de compactos de aluminio nanoestructurados Capítulo IV: Marco Experimental



Figura IV - 3 Microdurómetro Zwick 3212

De cada muestra se han realizado 4 medidas, empleando cargas por medio de un indentador piramidal con punta de diamante (dureza Vickers) de 100, 200, 300 y 500 gramos para luego medir por medios ópticos con un zoom de 600x. Se tuvo cuidado de aplicar, a cada nivel de carga, la velocidad adecuada para evitar efectos de inercia [89]. La velocidad de caída del penetrador se ha regulado de forma que la manivela tarde 50 segundos en realizar el recorrido (0.12 mm/s). La carga se mantiene aplicada un mínimo de 10 s para garantizar el equilibrio.

Con ayuda de un dispositivo micrométrico adaptado a un microscopio óptico se mide la diagonal de la huella d, tomándose como valor de microdureza el correspondiente a la presión de equilibrio del penetrador sobre el material, calculado mediante:

$$HV[kp / mm^{2}] = 1854.4 \frac{P[g]}{d^{2} [\mu m]^{2}}$$
 Ecuación IV - 2

IV.2.3. Resistencia a tracción

En la tesis de Jesús Cintas Físico, se obtuvo la resistencia a tracción mediante este ensayo, de entre los que destacan la resistencia a tracción, deformación experimentada, límite elástico y módulo de Young. Se ha empleaó una máquina universal de ensayos INSTRON 5505, Figura IV - 5, con célula de carga de 100 kN y un extensómetro de 25 mm, dotada de las correspondientes mordazas para el ensayo de tracción. El control del ensayo se fijó por carga, fijando una velocidad de 100 N/s. La máquina universal está controlada mediante un PC, a través del software suministrado por la empresa fabricante del equipo de ensayo. Además, del control, los programas se encargan de la captura y análisis de los datos resultantes de la experiencia.

Las probetas de tracción, antes de ser sometidas al ensayo, se marcaron con líneas separadas entre si, aproximadamente, 25 mm desde cada uno de los extremos. De este modo, a partir de las medidas de la separación entre líneas antes y después del ensayo, se puede determinar la deformación remanente que queda tras la rotura. Además de esta medida manual del alargamiento, el ensayo de tracción se realizó con ayuda de un extensómetro de 25 mm, que permite recoger las deformaciones del compacto por unidad de tiempo.

Por otra parte, la resistencia a la tracción se determina como:

$$R[MPa] = \frac{9.81 \cdot C[Kg]}{a \cdot e[mm]2}$$
 Ecuación IV - 3

siendo a y e los valores de las dos dimensiones de la sección (ancho y espesor) de la probeta de tracción, y C el valor de la carga de rotura.

IV.3. Comportamiento mecánico

IV.3.1. Evaluación del módulo de Young dinámico

Las probetas ya preparadas se han sometido a estudio mediante la técnica de ultrasonidos para determinar el módulo de Young dinámico. Se ha empleado un equipo KRAUTKRAMER USM 35 (Figura IV - 4) y se han medido las velocidades de propagación de las ondas acústicas, tanto para las ondas longitudinales como para las ondas transversales.



Figura IV - 4 Equipo de ultrasonidos KRAUTKRAMER USM 35

Para las ondas longitudinales se ha empleado un palpador PANAMERICS-NDT PF4R-10 de 4 MHz, 10 mm y número 530572 y como fluido acoplante Ultrasonic couplant SONOTRACE GRADE 30, mientras que para las ondas transversales se ha usado un palpador PANAMETRICS V153 de 1.0 MHz/.5" y número 526683 y como fluido acoplante Shear Wave Couplant 4.OZ. PANAMETRICS-NDT.

Para el aluminio sólido los valores de las velocidades de propagación de las ondas longitudinales vL y de las transversales vT se encuentran en el entorno de 6.000 km/s y 3.000 km/s, respectivamente y el valor del módulo de la elasticidad es de 70-80 GPa [90].

Primeramente se han ajustado los parámetros del equipo. En el grupo de funciones BAS se ha puesto RETARDO a 0 y RET. PAL. a 0. En el grupo de funciones RECP se ha puesto dB FINO > 0, RECHAZO a 0, FRECUEN a una frecuencia adecuada al palpador (0.8-8 MHz), y RECTIF se ha puesto a rectcom. Por último, se ha puesto en la puerta a TOF a pico.

Una vez ajustados los parámetros anteriores se procede a la calibración. Previamente se ha ajustado el CAMPO a un valor adecuado a la probeta. Para la calibración se introducen los puntos de referencias para dos ecos. En el grupo de funciones CAL, se introduce en S-REF1 el valor de la altura de la probeta y en S-REF2 el doble de la altura de la probeta. Se mueve la puerta de tal forma que se registren los dos ecos anteriores y posteriormente en el grupo de funciones BAS se lee la velocidad en m/s [90].

IV.3.2. Resistencia mecánica biaxial

Los tres materiales se ensayaron biaxialmente, en concreto del tipo ball-on-threeballs. El ensayo se realizó en una máquina universal de ensayos INSTRON 5500 mediante unas matrices que permiten la fijación de las bolas soporte y de la bola que aplica la carga. Las bolas soporte y de carga se eligieron de acero, por ser un material muy duro y así evitar alterar las medidas, adquiridas durante el ensayo (Figura IV - 5).



Figura IV - 5 INSTRON 5505

Las muestras se obtuvieron de los compactos sinterizados cortando un disco de cada material de 1mm de espesor con la máquina de corte Struers Secotom-10 a una velocidad de corte reducida 0,025 mm/s. Esto evitaría que las superficies planas no acumularan mucha tensión superficial. Luego, se ha preparado una de las caras circulares de manera análoga a las muestras que se ensayaron tribológicamente pero haciendo énfasis en los tiempos de pulido, tanto en suspensión de diamante como en

el pulido con polvo de alúmina. Tras obtener las muestras se comprobó que cada una no tuviera una inclinación mayor al 5%, midiendo espesores con un pie de rey, en diferentes ángulos.

Los parámetros de los ensayos se exponen en la Tabla IV - 3.

Velocidad de carga (N/s)	Material de las bolas	Ra(mm)	t(mm)	υ
100	Acero	3.46	0,9	0,3

Tabla IV - 3 Parámetros de ensayo biaxial

IV.4. Comportamiento tribológico

Para evaluar el comportamiento tribológico de estos materiales se ha utilizado una máquina tribológica MT4002, Figura IV - 6, con el fin de obtener el volumen perdido durante los ensayos, a partir de la masa perdida y mediante la medida del ancho del surco tras el ensayo, por medios ópticos.



Figura IV - 6 Máquina de ensayos tribológicos MT4002

IV.4.1. Ensayos de desgaste

IV.4.1.1. Definición del tribosistema utilizado y los parámetros del ensayo

Se han realizado ensayos pin-on-disk asimétricos continuos y con paradas, con área de contacto esférica, para evaluar la pérdida de masa durante el comportamiento lineal y, luego, poder evaluar la masa implicada en el proceso de rodaje, en los ensayos continuos (este procedimiento se explicará con detalle más adelante). Con

esto, se elimina el comportamiento no lineal, a la hora de evaluar estos ensayos.	En
la Tabla IV - 4 se exponen los parámetros de estos ensayos.	

Velocidad de rotación (r.p.m.)	Radio de ensayo (mm)	Radio indentador (mm)	Material del indentador	Cargas (N)	T ^a (°C)
400	1.5	3	Alúmina	2/5/10/15	25

Tabla IV	- 4	Parámetros	de	ensavos	tribológicos
				•	

IV.4.1.2. Ensayos de desgaste continuos

Consisten en ensayos tribológicos pin-on-disk. El indentador utilizado es de alúmina, con geometría esférica de 6mm de diámetro. Estos ensayos se realizaron durante 1000 metros, para los tres materiales y las diferentes cargas, sin parar.

Los discos que se ensayaron en la máquina tribológica necesitan una preparación previa que consiste en los siguientes pasos:

 Los discos ensayados en la máquina tribológica provienen de los compactos sinterizados, que se comentan en el apartado "Materiales de partida" cortados, de manera que el corte sea perpendicular al eje del cilindro, en la máquina Struers Secotom-10 (Figura IV - 7) con velocidad de corte de 0,250 mm/s con un espesor en torno a 3 mm, de manera que las caras planas queden lo más paralelas posible.



Figura IV - 7 Máquina de corte Struers Secotom-10

- 2) Desbaste de los discos, se trata en dos fases:
 - a. Este proceso consiste en desbastar refrigerando con agua y aplicando dos tipos de lijas para eliminar las marcas del corte previo con una lija nº 1000, en primer lugar, y luego otra del nº 2400. Se ha empleado una máquina lijadora STRUERS KNUTH-ROTOR-3. (Figura IV - 8).
 - b. Desbaste fino sobre una superficie dura (disco de fijación magnética para abrasivo de diamante) usando como abrasivo una suspensión de polvo de diamante de 9 micras.



Figura IV - 8 Lijadora STRUERS KNUTH-ROTOR-3

 Pulido mecánico-químico con una mezcla de óxido de magnesio (MAGOMET) y peróxido de hidrógeno (30%). Se ha realizado el pulido de forma manual.

IV.4.1.3. Ensayos de desgaste con paradas (discontinuos)

Los ensayos con paradas consisten en un ensayo tribológico pin-on-disk, con diferentes cargas. El indentador utilizado es de alúmina, con geometría esférica de 6mm de diámetro. La diferencia con respecto al ensayo continuo es que previamente se aplica un ensayo continuo de doscientos metros para asegurar que cada ensayo de cien metros está se comporta linealmente con respecto a la pérdida de masa. Y luego, se realizan nueve ensayos de 100m sobre el mismo surco. La preparación de las muestras es análoga al caso continuo.

IV.4.1.4. Procedimiento para estimar la zona de rodaje a partir de los ensayos discontinuos. Modificaciones en el procesamiento de los datos, inherentes a la influencia de la etapa de rodaje

Para realizar esta estimación, a partir de los datos de ensayo con paradas, se realizó un promedio de la masa perdida cada 100 metros para obtener un valor promedio que implica la cantidad de masa perdida por metro recorrido.

Viendo en la Figura IV - 9 una gráfica de penetración frente a la distancia recorrida se advierte la zona de penetración no lineal que se trata de omitir para el cálculo del volumen perdido y la distancia recorrida, igualmente.

El método para la estimación se puede esquematizar de la siguiente manera, partimos de la base de que se obtuvieron los datos con paradas de la masa inicial y de la masa tras los primeros 100 metros que contiene el comportamiento no lineal (m_0-m_{100}) :

- 1) Obtener un promedio de la perdida de masa (m_{pm}) en los nueve ensayos de 100 metros.
- 2) Evaluar los metros recorridos de ensayo continuo, correspondiente a la carga y material, desde el comienzo del ensayo hasta finalizar el comportamiento no lineal de penetración del indentador (m_r)
- 3) Con el dato obtenido en el paso anterior se determina, de los 100 metros iniciales, cuántos metros corresponden a comportamiento lineal (d_l).
- Una vez determinada la distancia recorrida con comportamiento lineal hasta los 100 primeros metros podemos obtener la masa correspondiente a ese tramo con una regla de tres simple, ya que tenemos el dato promediado de la masa que se pierde cada 100 metros para ese material y carga (m_l) (Ecuación IV - 4).



Figura IV - 9 Gráfica típica de ensayo tribológico

 $m_l = m_{pm} \times d_l \div 100$ Ecuación IV - 4

5) Este paso determina la masa de rodaje (m_r) con la Ecuación IV - 5:

$$m_r = (m_0 - m_{100}) - m_l$$
 Ecuación IV - 5

Se decidió utilizar el modelo matemático de desgaste, que se comenta en el apartado teórico de esta memoria, correspondiente a desgaste adhesivo y abrasivo. La Ecuación IV- 6 ofrece un coeficiente de desgaste adimensional que asume ambos mecanismos de desgaste:

$$\frac{V}{L} = K \frac{P}{3\sigma_y} = K \frac{P}{H_m}$$
 Ecuación IV - 6

Las modificaciones oportunas para separar el efecto del rodaje de los cálculos se resumen en los siguientes pasos:

- 1) Modificar la masa inicial de cada ensayo continuo restándole la masa de rodaje obtenida mediante la estimación del apartado anterior.
- 2) Al volumen perdido, obtenido a partir del ancho del surco se le resta el volumen de rodaje correspondiente, resultante de dividir la masa de rodaje entre la densidad experimental.
- 3) Modificar la distancia L de ensayo restándole la distancia de rodaje, correspondiente al comportamiento no lineal (d_r).

IV.4.1.5. Procedimiento experimental para la obtención del volumen perdido

Las medidas del surco se han realizado con un microscopio de haz de luz NIKON modelo EPIPHOT 200, con doce medidas por cada probeta en un ángulo cada una. La medición en pantalla se realizó de con un papel milimetrado de manera que 54 cuadros en el papel milimetrado corresponde a un milímetro según la escala de la foto, a partir del calibre. Con este procedimiento y realizando un promedio de los datos se obtiene el ancho del surco.

IV.4.1.5.1. A partir de la masa desgastada

La metodología seguida para la medida de las masas iniciales y finales de los discos, ya se trate de un ensayo continuo o con paradas, se expone en los siguientes pasos:

- Limpieza de los residuos, tanto del indentador de alúmina, como de los discos, por ultrasonidos con un sistema de ULTRASONS P SELECTA en acetona durante 4 minutos.
- 2) Una vez secos los discos se han pesado en una balanza digital OHAUS EXPLORER PRO modelo EP114C con una sensibilidad de 0.0001 gramos (Figura IV - 10). Con lo que se obtiene la masa inicial.
- 3) Ensayo tribológico.
- 4) Análogamente a los pasos 1) y 2) se obtiene el peso final tras el ensayo de desgaste. Y se obtiene la masa final.



Figura IV - 10 Balanza OHAUS EXPLORER PRO

IV.4.1.5.2. A partir del ancho del surco

Mediante un microscopio óptico se tomaron seis imágenes de cada muestra ensayada. De cada imagen se realizaron dos medidas del ancho del surco, cada una en un ángulo distinto. Estas medidas se tomaron con un papel milimetrado, en el que previamente se calibró a partir de un patrón que indica la distancia de un milímetro. Luego, se realizó un promedio de estos anchos para obtener un ancho de surco medio, que es el valor con el que se obtiene la estimación del volumen perdido, a partir de la Ecuación IV - 7:

$$V_{surco} = \frac{3^2}{2} \cdot (2Asen(\frac{a}{6}) - Sen(2 \cdot Asen(\frac{a}{6})) \cdot \frac{6\pi}{1000})$$
 Ecuación IV - 7

IV.4.2. Evaluación del coeficiente de desgaste absoluto y normalizado

Coeficiente de desgaste absoluto

Este coeficiente evalúa la tasa de pérdida de volumen lineal, obtenido por pérdida de masa y por ancho del surco, respecto a la distancia recorrida, Ecuación IV - 8. En este proyecto se utiliza el volumen perdido durante la fase lineal y su correspondiente distancia lineal.

$$K_{abs}[\frac{mm^3}{m}] = \frac{V}{d}$$
 Ecuación IV - 8

Coeficiente de desgaste normalizado

Este coeficiente es adimensional, y se evalúa a partir del volumen perdido lineal, obtenido a partir de la pérdida de masa y del ancho del surco, de la distancia lineal recorrida, de la carga aplicada y la dureza del material, Ecuación IV - 9.

$$K = \frac{V \cdot H}{d \cdot P} \qquad \qquad \text{Ecuación IV - 9}$$

Además de servir para evaluar la tasa de desgaste, sirve para comparar la efectividad frente a desgaste comparándolo contra la carga, ya que está en el denominador. E incrementando su valor, al multiplicar por la dureza, evalúa la efectividad de la dureza. Con esto se consigue un parámetro que puede servir para comparar distintos materiales, además, si se realiza un estudio con microscopía óptica o electrónica, del daño resultante, tras los ensayos se puede identificar, para un mismo nivel de desgaste, el tipo y mecanismo de desgaste presente. Ciertos estudios dan como resultado la aplicación del coeficiente adimensional de esta manera Figura IV - 11.

Comportamiento tribomecánico de compactos de aluminio nanoestructurados Capítulo IV: Marco Experimental



Figura IV - 11 Mecanismos de desgaste en función del coeficiente de desgaste normalizado

IV.4.3. Identificación de los mecanismos y tipos de desgaste mediante el uso de microscopia óptica y electrónica. Evaluación de la influencia del tipo de material y las solicitaciones impuestas

Microscopía óptica

Además de servir para evaluar el ancho del surco, las imágenes obtenidas mediante estos medios, sirven para identificar daños desde un punto de vista global.

Microscopía electrónica

Este medio de obtención de imágenes permite obtener un nivel de detalle mucho mayor que la óptica normal. Además, permite la caracterización topográfica de la superficie evaluada. Comportamiento tribomecánico de compactos de aluminio nanoestructurados Capítulo IV: Marco Experimental

Índice del capítulo IV: Marco experimental

IV.1. Materiales	64
IV.1.1. Procesado primario. Molienda mecánica de alta energía	65
IV.1.2. Procesado secundario. Consolidación	65
IV.1.2.1. Compactación	66
IV.1.2.2. Sinterización	66
IV.2. Propiedades básicas de los compactos obtenidos	68
IV.2.1. Evaluación de la densidad. Influencia de la metodología	empleada
(porosidad)	68
IV.2.2. Obtención de la microdureza Vickers	69
IV.2.3. Resistencia a tracción	70
IV.3. Comportamiento mecánico	72
IV.3.1. Evaluación del módulo de Young dinámico	72
IV.3.2. Resistencia mecánica biaxial	73
IV.4. Comportamiento tribológico	75
IV.4.1. Ensayos de desgaste	75
IV.4.1.1. Definición del tribosistema utilizado y los parámetros del ensayo	75
IV.4.1.2. Ensayos de desgaste continuos	76
IV.4.1.3. Ensayos de desgaste con paradas (discontinuos)	77
IV.4.1.4. Procedimiento para estimar la zona de rodaje a partir de lo	s ensayos
discontinuos. Modificaciones en el procesamiento de los datos, in	herentes a
la influencia de la etapa de rodaje	77
IV.4.1.5. Procedimiento experimental para la obtención del volumen perdie	lo 79
IV.4.1.5.1. A partir de la masa desgastada	79
IV.4.1.5.2. A partir del ancho del surco	79
IV.4.2. Evaluación del coeficiente de desgaste absoluto y normalizado.	80
IV.4.3. Identificación de los mecanismos y tipos de desgaste mediante	el uso de
microscopia óptica y electrónica. Evaluación de la influencia de	el tipo de
material y las solicitaciones impuestas	81

Índice de tablas del capítulo IV: Marco experimental

Tabla IV - 1 Parámetros de molienda mecánica para los materiales de partida	
Tabla IV - 2 Datos de operación en el horno de sinterizado	
Tabla IV - 3 Parámetros de ensayo biaxial	74
Tabla IV - 4 Parámetros de ensayos tribológicos	76

Índice de figuras del capítulo IV: Marco experimental

Figura IV - 1 Esquemas de los compactos resultantes	66
Figura IV - 2 Programa de sinterización a 650°C durante 1 hora	66
Figura IV - 3 Microdurómetro Zwick 3212	70
Figura IV - 4 Equipo de ultrasonidos KRAUTKRAMER USM 35	72
Figura IV - 5 INSTRON 5505	73
Figura IV - 6 Máquina de ensayos tribológicos MT4002	75
Figura IV - 7 Máquina de corte Struers Secotom-10	76
Figura IV - 8 Lijadora STRUERS KNUTH-ROTOR-3	77
Figura IV - 9 Gráfica típica de ensayo tribológico	
Figura IV - 10 Balanza OHAUS EXPLORER PRO	
Figura IV - 11 Mecanismos de desgaste en función del coeficiente de desgaste	
normalizado	81

Índice de ecuaciones del capítulo IV: Marco experimental

Ecuación IV - 1	
Ecuación IV - 2	
Ecuación IV - 3	
Ecuación IV - 4	
Ecuación IV - 5	
Ecuación IV - 6	
Ecuación IV - 7	
Ecuación IV - 8	
Ecuación IV - 9	