

# Capítulo III

## Materiales y métodos

### 1. Materiales utilizados en la experimentación

#### 1.1 Cobre

##### 1.1.1 Introducción

Para la realización de nuestro trabajo vamos a utilizar **4 muestras de cobre**:

Por un lado, disponemos de 1 muestra de cobre microestructurado.

Por otro lado, vamos a conseguir 3 muestras de cobre nanoestructurado a partir de un disco de cobre comercial de alta conductividad libre de oxígeno (OFHC) microestructurado con las siguientes características:

Diámetro del disco: 100mm.

Dureza Vickers: 97Kg/mm<sup>2</sup>.

Tamaño aproximado de grano: 150 μm.

Para mecanizar el disco mediante un proceso LSEM usamos una herramienta apropiada con las siguientes características:

Angulo de rascado ( $\alpha$ ): +5°.

Anchura de la viruta no deformada ( $t$ ): 0.25mm.

Grosor de la viruta ( $w$ ): 6.3 mm.

Distancia entre filo de corte y cuña superior ( $t_c$ ): Este parámetro será variable.

Como  $\lambda = \frac{t_c}{t}$  tomamos 3 valores de  $t_c$  (0.45, 1.05 y 1.85 mm) de forma que obtendremos 3 muestras con valores de  $\lambda=1.8, 4.2$  y  $7.4$ .

Así obtendremos los puntos A, B y C respectivamente, con el correspondiente valor de deformación cortante efectiva  $\gamma=2.2, 4.3$  y  $7.4$ , que podemos observar en la figura 3.1, donde se representa la variación de la deformación cortante ( $\gamma$ ) con el parámetro  $\lambda$  para un ángulo de rascado constante ( $\alpha=+5^\circ$ ).

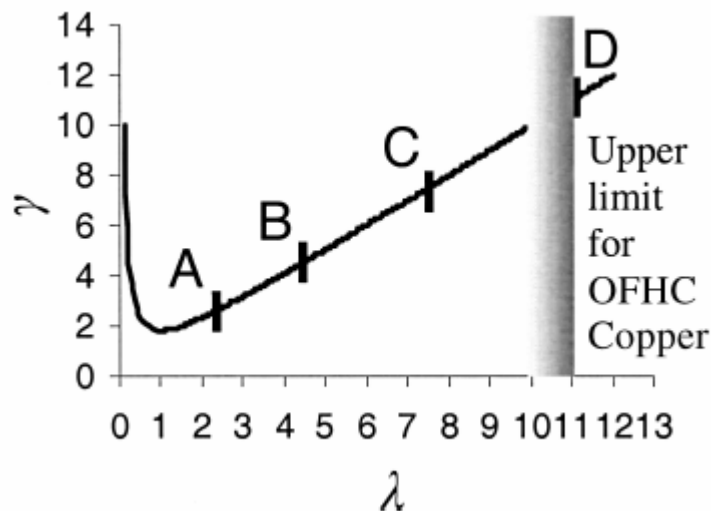


Figura 3.1. Variación de  $\gamma$  con  $\lambda$  para un  $\alpha$  constante.

El punto D ( $\lambda=11$ ) corresponde a un valor de  $t_c$  límite (2.75 mm), ya que a partir del mismo, como ya se comentó anteriormente, no se produce el fenómeno de extrusión y ya no nos encontramos en un proceso de LSEM, sino en un mecanizado convencional.

Para un ángulo de rascado constante,  $\gamma$  es mínimo cuando  $\lambda=1$ .

Las 3 muestras de cobre nanoestructurado que vamos a utilizar en nuestros ensayos presentan diferentes configuraciones de grano en función de la deformación cortante efectiva.

- Para  $\gamma=2.2$  tenemos una configuración **direccional** de los mismos, siendo estos alargados en la dirección en que se produce la extrusión. Este tipo de cobre ha sido obtenido mediante un proceso de baja deformación y baja velocidad (Low Strain – Low Speed). En lo sucesivo lo denominaremos como **Cu-nano direccional**.

- Para  $\gamma=7.4$  los granos no están dispuestos siguiendo ninguna dirección determinada, sino que presentan una distribución en todas las direcciones. Aquí el proceso de obtención ha sido de deformación alta y baja velocidad (High Strain – Low Speed). A esta muestra la denominaremos como **Cu-nano equiaxial**.
- Por último, para  $\gamma=4.3$ , los granos muestran un comportamiento intermedio entre los dos anteriores, por haber sido aplicado un proceso con deformación intermedia y baja velocidad (Intermediate Strain – Low Speed). Para hacer referencia a este tipo de cobre utilizaremos el término **Cu-nano-equiaxial/direccional**.

En la tabla 3.1 se hace un resumen de todos estos factores.

*Tabla 3.1. Relación entre proceso de formación, dirección de los granos y deformación cortante efectiva en las muestras de cobre nanométrico.*

Proceso de deformación	Orientación de los granos	$\gamma$
H-L (High Strain-Low Speed)	Equiaxial	7,4
I-L (Intermediate Strain-Low Speed)	Equiaxial-Direccional	4,3
L-L (Low Strain-Low Speed)	Direccional	2,2

En todos los casos la velocidad de procesado es baja (Low Speed) para evitar efectos de recalentamiento.

### 1.1.2 Propiedades del cobre microestructurado.

- **Composición química:**

- Composición: 99.5 % Cu (% en peso)
- Peso atómico: 63,536 uma

- **Estructura Cristalina:**

Cúbica centrada en las caras con granos equiaxiales de aproximadamente unos 150  $\mu\text{m}$

- **Propiedades físicas:**

- Densidad: 8920  $\text{Kg/m}^3$

- **Propiedades térmicas**
  - Punto de fusión: 1357,6 K
  - Punto de ebullición: 2840 K
  - Entalpía de vaporización: 300,3 KJ/mol
  - Entalpía de fusión: 13,05 KJ/mol
  - Calor específico: 380 J/(Kg.K)
  - Conductividad térmica: 401 W/(mK)
- **Propiedades eléctricas**
  - Conductividad eléctrica:  $59,6 \times 10^6 \text{ (m}\Omega\text{)}^{-1}$
- **Propiedades mecánicas**
  - Coefficiente de Poisson: 0.35
  - Módulo elástico: 110 Gpa
  - HV: 97 Kg/mm<sup>2</sup>

En la figura 3.2 se muestra la estructura cristalina del cobre microestructurado.

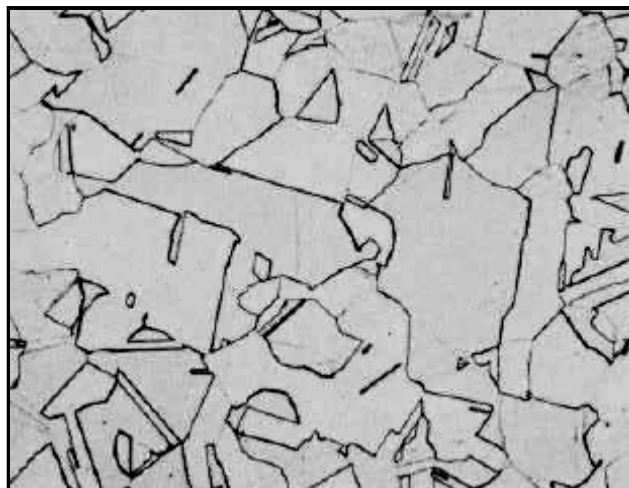


Figura 3.2. Microestructura del cobre microestructurado 250X <sup>[12]</sup>.

### 1.1.3 Propiedades del cobre nanoestructurado

A continuación se muestran la forma y dimensiones de las probetas de material nanoestructurado obtenidas por mecanización del Cobre OFHC así como su microestructura (Fig 3.3):

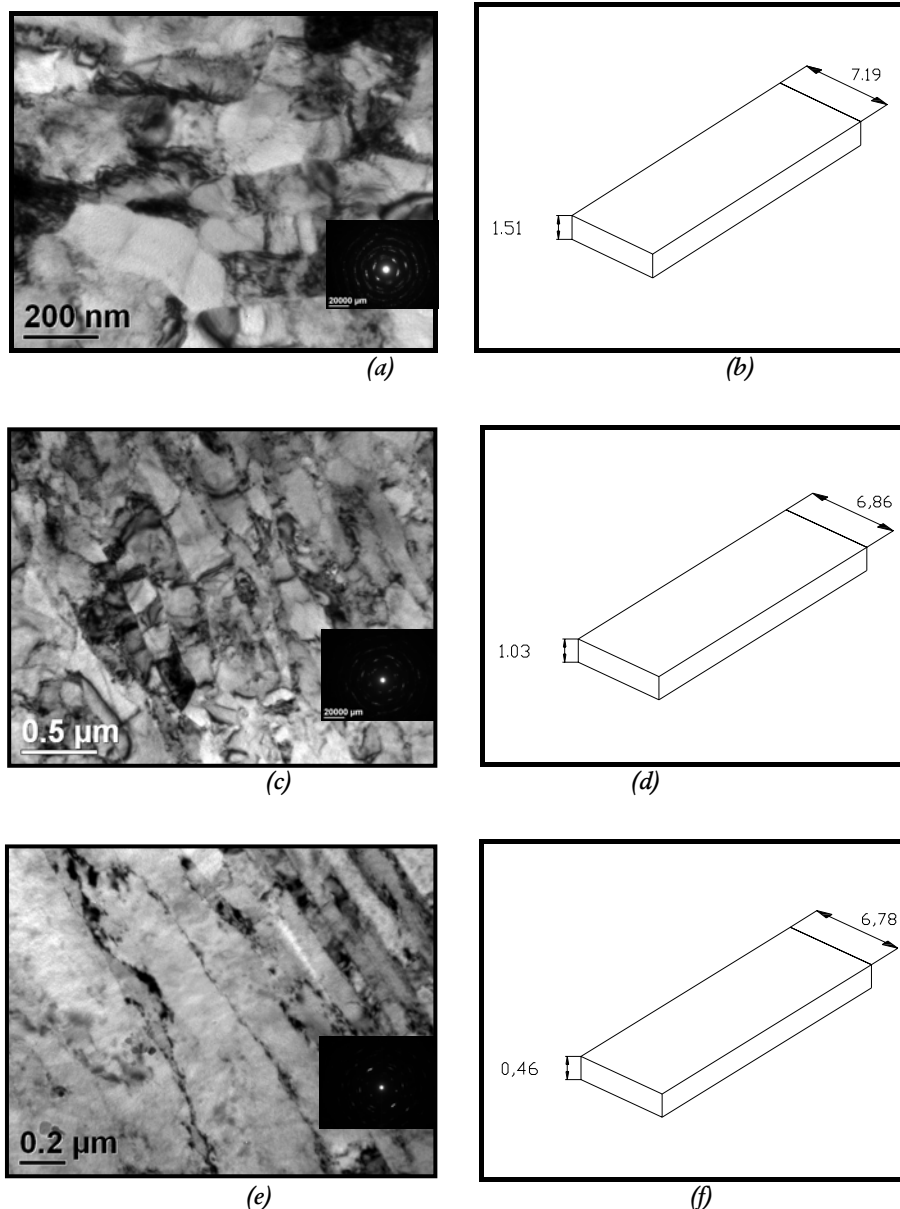


Figura 3.3 Microestructuras<sup>[16]</sup> y dimensiones de las láminas de cobre nanoestructurado: (a) y (b)  $Cu-\gamma = 7.4$  ; (c) y (d)  $Cu-\gamma = 4.3$  ; (e) y (f)  $Cu-\gamma = 2.2$ .

En la *Tabla 3.2* se recogen las características de estas muestras.

*Tabla 3.2. Características de las muestras de cobre microestructurado*

Material de partida	Deformación cortante efectiva ( $\gamma$ )	Microestructura	Tamaño de grano	Dureza Vickers (Kg/mm <sup>2</sup> )
CU OFHC	7.4	Granos equiaxiales	250 nm	158
CU OFHC	4.3	Granos equiaxiales y granos alargados	300nm	157
CU OFHC	2.2	Granos alargados	≈300nm	148

## 1.2 Punzón de acero

Se utilizaron bolas de acero AISI 52100 templado, con un diámetro de 8 mm.

Las bolas de acero fueron suministradas por la empresa “Luis Aparicio”.



*Figura 3.4. Penetrador con bola de acero.*

Las características de dichas bolas así como su certificado de calibración se pueden consultar en el **anexo VI (Certificado de calibración)**.

## 2. Equipos utilizados para la experimentación

### 2.1 Empastilladora

Se ha utilizado una empastilladora de la marca Buehler, modelo Metaserv, para el mejor manejo de todas las piezas utilizadas para el desarrollo de las investigaciones



Figura 3.5. Empastilladora

### 2.2 Pulidora metalográfica

Para el pulido de las probetas se ha utilizado una pulidora de la casa Buehler, modelo Metapol 8.



Figura 3.6. Pulidora automática.

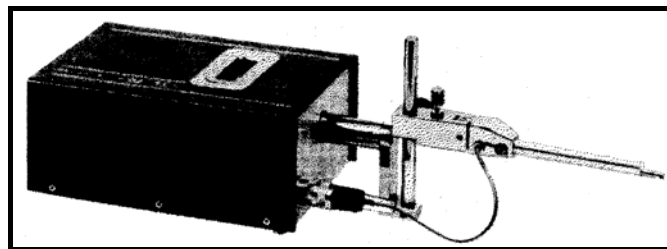
### 2.3 Rugosímetro

Se ha utilizado para medir la rugosidad de las probetas un rugosímetro de laboratorio Profiltest SM-7, que permite medir la rugosidad y la evaluación de los parámetros según tres normas: DIN, ISO y CNOMO.

En el presente proyecto se ha utilizado la norma DIN 4768 (Ver **anexo IV**) **“Determinación de los valores de rugosidad con aparatos electrónicos de palpado”**.

Con las normas DIN e ISO se puede seleccionar, tanto el “Cut Off” (a elegir entre 0,25-0,8-2,5 mm) que se elegirá en función de la rugosidad media esperada en las probetas, como el número de “Cut Off” (a seleccionar entre 2 y 32).

La interacción entre el rugosímetro y el operador tiene lugar a través de la pantalla digital LCD y el teclado de membrana, dotada de auto-repetición, que permiten junto con el menú, la configuración y ejecución de todas las funciones.



*Figura 3.7. Rugosímetro SM-7.*

### 2.4 Tribómetro

Todos los estudios tribológicos se realizaron en una máquina de Microtest, modelo MT/300/SCM, que cumple con las especificaciones requeridas en la **norma ASTM G133-05 (Anexo V)**.

Todos los datos se registran en tiempo real y se representan mediante un programa informático MT 4001 98. Todas las características del tribómetro y del software relacionado con el mismo pueden ser consultadas en el **Anexo VIII (Tribómetro y software asociado)**.

En la figura 3.8 se puede ver el tribómetro, ubicado en el SAIT de la universidad politécnica de Cartagena.





Figura 3.8 .Tribómetro MT/30/SCMT de Microtest.

La figura 3.9 muestra el funcionamiento del tribómetro cuando se halla configurado para realizar un movimiento lineal alternativo.

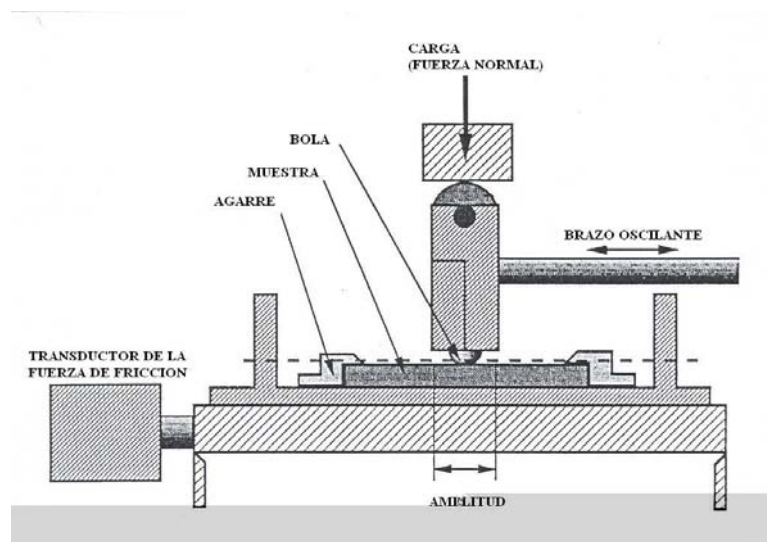


Figura 3.9. Esquema del tribómetro tipo bola sobre plano con deslizamiento oscilatorio.

## 2.5 Microscopio óptico

Para el estudio morfológico y metalográfico de los materiales sometidos a fricción y desgaste se ha utilizado el microscopio óptico Leica DMRX



Figura 3.10. Microscopio óptico Leica DMRX

## 2.6 Analizador de imagen

Se ha utilizado un analizador de imagen acoplado al microscopio óptico Leica DMR que utiliza el software “Optimas v 6.5” para la medición de las huellas de desgaste.

## 2.7 Perfilómetro

Parar el análisis de las secciones de las huellas se ha usado un perfilómetro PL100 que trabaja con el software RT-150.



Figura 3.11. Generador de perfiles PL 100

## 2.8 Microscopio electrónico de barrido

Se ha utilizado el microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N, con las siguientes características:

- Resolución de imagen de electrones secundarios: 3,5 nm.
- Aumentos: desde x18 hasta x300.000 (>60 etapas).
- Voltaje de aceleración: desde 0,5 hasta 30 KV, ajustable por pasos.
- Corriente de sonda: desde 1 pA a 1mA ajustables.
- Fuente de electrones: Filamento de W, polarización automática, alineamiento electrónico del cañón.
- Lentes: Supresión de histéresis, corriente de sonda con ajuste manual o automático, corrección de astigmatismo manual y electrónica.
- Enfoque manual y automático con ajuste grueso y fino, rastreo automático de foco.
- Cámara y platina: Motorización de los ejes X e Y.
- Detectores:
  - Secundarios.
  - Retrodispersados en modo composición y modo topográfico.

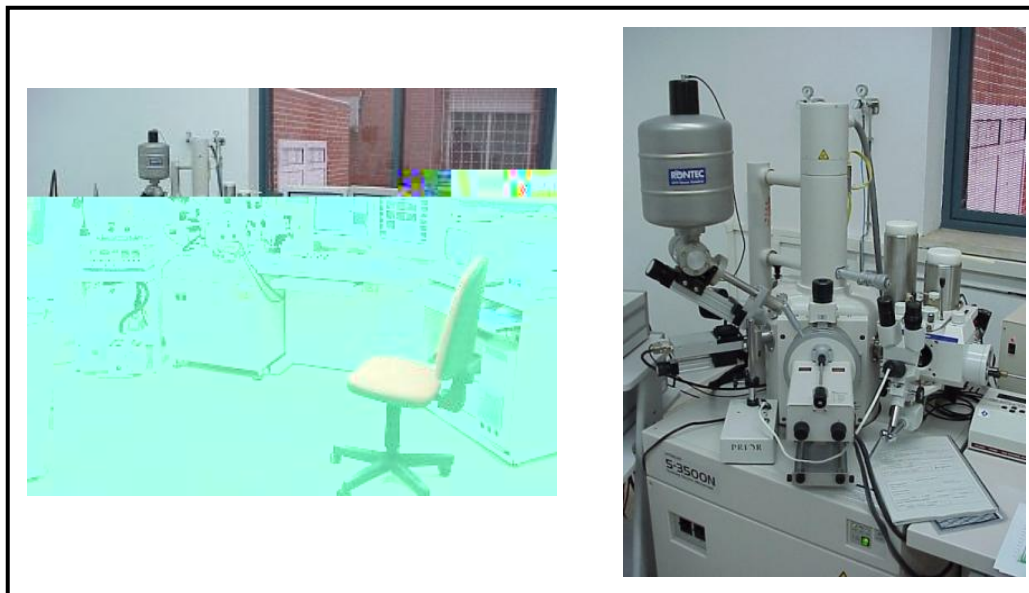


Figura 3.12. Microscopio electrónico de barrido Hitachi 3500N.

### 3. Procedimiento experimental

El procedimiento experimental seguido se resume en el siguiente diagrama:

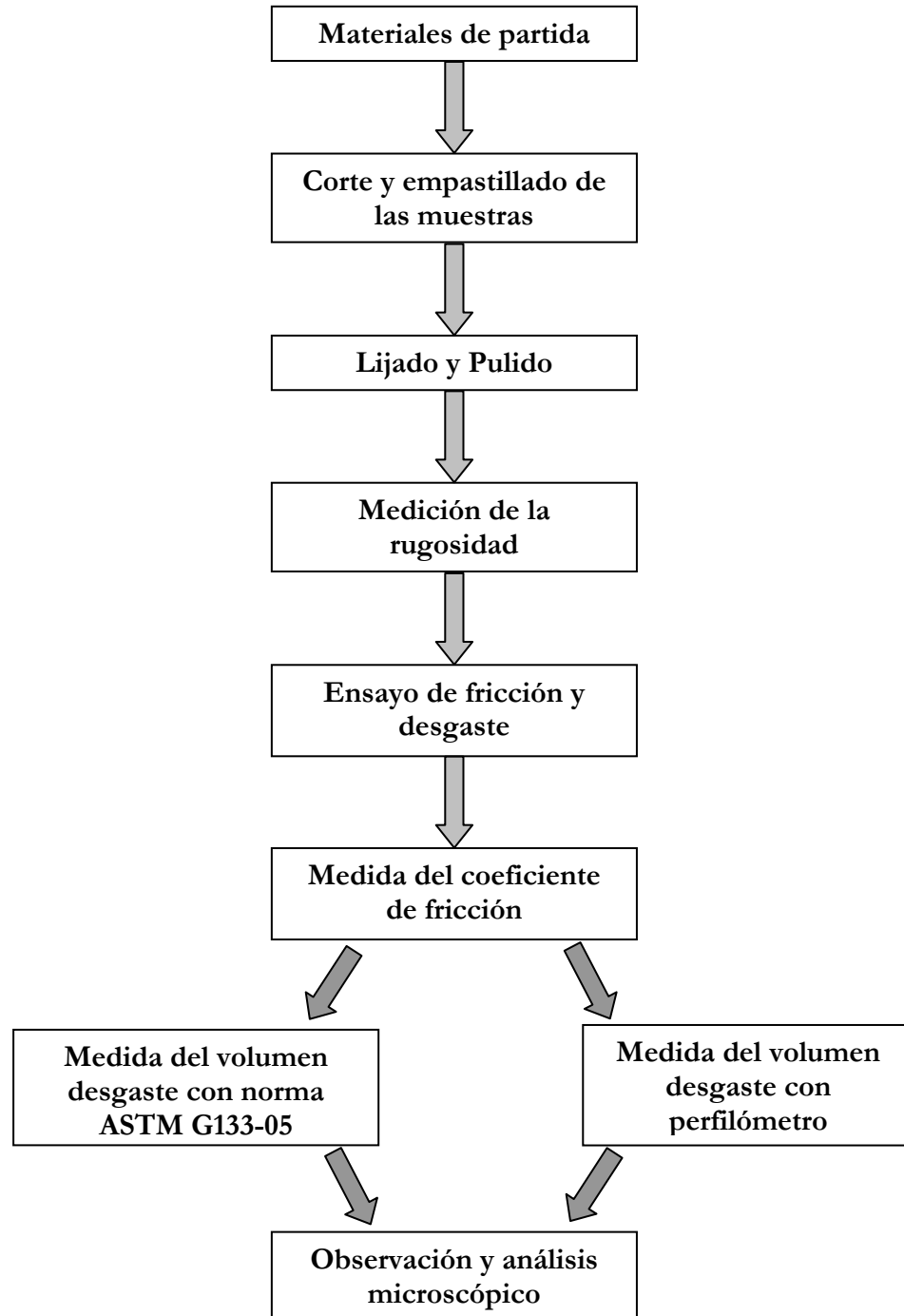


Figura 3.13. Procedimiento experimental

### 3.1 Preparación de las probetas

Para la realización de los ensayos, las probetas han sido cortadas y empastilladas. En el caso de los materiales microestructurados, éstas han sido empastilladas directamente, pero en el caso de los nanoestructurados han sido empastilladas apoyadas en un trozo de acero para evitar que éstas se curven durante el ensayo debido a su pequeño grosor

### 3.2 Medida de la rugosidad

Cada una de las probetas tiene que tener una rugosidad media  $R_a$  comprendida entre 0,1 y 0,2 $\mu\text{m}$ . Para ello, se han utilizado discos de carburo de silicio de las siguientes granulometrías: 240-400-600-1200-4000. El tiempo empleado para cada disco es 2 minutos con una fuerza de 30N.

Una vez preparadas las probetas, se tomaron los siguientes valores de rugosidad:  $R_a$ ,  $R_t$ , de acuerdo a la norma DIN 4768 se han realizado medidas en tres direcciones distintas. Las medidas realizadas están recogidas en el **Anexo III “Medidas de rugosidad”**.

### 3.3 Ensayo de fricción y desgaste

Para la realización del ensayo de fricción y desgaste se sitúa la probeta en el tribómetro previamente ajustado y nivelado dando comienzo al ensayo.

El tribómetro está conectado a un ordenador y mediante el programa informático MT-4001 98 se registran todos los valores de fricción en tiempo real.

Los parámetros de los ensayos se exponen a continuación:

- *Pin de acero.* AISI 52100 de 0,8 mm de radio.
- *Carga.* Realizaremos tres ensayos con una carga de 2N.
- *Velocidad.* 2 rev/s.
- *Distancia recorrida.* 20 m.
- *Amplitud:* 5 mm.
- *Distancia de brazo:* 378 mm.
- *Temperatura y presión:* Se recogen en el **anexo VII** (Condiciones ambientales de los ensayos).

### 3.4 Medida del coeficiente de fricción

Los datos de fricción se registran en tiempo real mediante el programa informático MT-4000 f98. Con estos datos se construyen las gráficas de fricción-distancia para cada uno de los ensayos realizados como se puede observar en el **anexo I “Gráficas de coeficiente de fricción frente a distancia en tiempo real”**. Una vez realizadas las gráficas de los distintos ensayos, se comparan los resultados obtenidos para cada tipo de material y estructura cristalina.

### 3.5 Medida del volumen de desgaste

La observación de las huellas de las probetas se realizan mediante el microscopio metalográfico conectado al sistema de análisis de imagen “Optimas”. Se ha dividido la huella obtenida en 4 sectores y para cada sector se tomaron 15 medidas de la anchura de la huella. Estas medidas están recogidas en el **anexo II “Tablas de medidas de desgaste”**.

El volumen de desgaste de cada una de las pruebas se determina a través de la anchura de la huella según la ecuación desarrollada a continuación y que se especifica en la norma ASTM G133-05 (ver **anexo V**)<sup>[17]</sup>. Podemos ver las dimensiones de la huella en la figura 3.14:

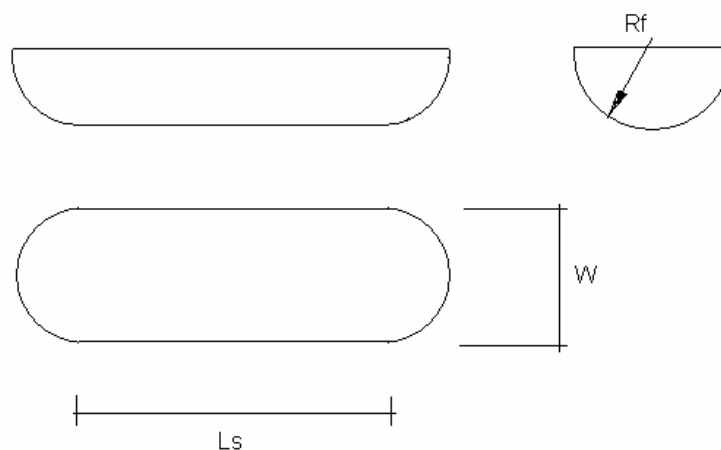


Figura 3.14. Dimensiones de la huella

Para calcular el volumen desgastado utilizamos la fórmula recomendada por la norma.

$$V_f = L_s \left[ R_f^2 \arcsin\left(\frac{W}{2R_f}\right) - \left(\frac{W}{2}\right)(R_f - hf) \right] + \frac{\pi}{3} \cdot (3R_f - hf) \quad (3.1)$$

donde:

$V_f$ : volumen desgastado.

$L_s$ : longitud de la huella (5mm).

$R_f$ : Radio de la bola de acero (4mm).

$W$ : anchura de la huella.

$$hf = R_f - \sqrt{R_f^2 - \frac{W^2}{4}}$$

El volumen de desgaste producido durante el ensayo, se calcula a partir de una anchura de huella que se corresponde con la media aritmética de las 30 medidas tomadas a lo largo de la superficie desgastada.

Se puede determinar el **coeficiente de desgaste** según la ecuación [3.2]:

$$k = \frac{V_f}{D \cdot C} \quad (3.2)$$

donde:

$V_f$ : desgaste en  $\text{mm}^3$ .

$D$ : distancia recorrida en m(20m).

$C$ : carga en N (2N).

Este parámetro “k” es válido para poder comparar ensayos de desgaste, cualesquiera que sean las condiciones de carga y distancia recorrida.

Como información adicional, se tomarán 10 medidas de los perfiles de huellas con un generador de perfiles, de modo que obtendremos un área media de desgaste.

Con ésta podremos calcular el volumen de desgaste, y por tanto, el coeficiente de desgaste para su posterior comparación con el obtenido con la norma.

El volumen de desgaste será obtenido para el generador de perfiles según la ecuación<sup>[20]</sup>(3.3):

$$V_f = L_s \cdot A_{util} \quad (3.3)$$

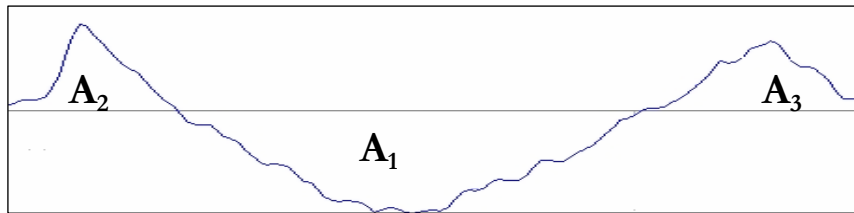
Donde:

R: radio de giro huella de desgaste.

$A_{util}$  = Área negativa – Área positiva

*Área negativa*: área que queda por debajo de la línea que une los puntos anteriores al comienzo de la huella que conservan la planicie de la superficie ( $A_1$  en la *Figura 3.15*).

*Área positiva*: área que queda por encima de la línea que une los puntos anteriores al comienzo de la huella que conservan la planicie de la superficie ( $A_2$  y  $A_3$  en la *Figura 3.15*).



*Figura 3.15. Representación esquemática de la huella y la superficie de la pieza*

De este modo obtendremos K a partir de la ecuación (3.2):

$$k = V_f / D C$$

donde:

Vf: desgaste en  $\text{mm}^3$ .

D: distancia recorrida en m (20m).

C: carga en N (2N).



### **3.6 Observación y análisis microscópico**

Una vez finalizado el ensayo y realizadas las medidas correspondientes se procedió a la observación de la huella y de la bola a través de los microscopios óptico y electrónico de barrido. Así, se analizará el mecanismo de desgaste, y otros aspectos microscópicos que se hayan producido bajo las condiciones de ensayo fijadas.

En el **Anexo IX (Micrografías)** se pueden consultar todas las fotografías realizadas a las huellas y a las bolas de acero, tanto con el microscopio óptico como con el electrónico.