



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, BIOTECNOLOGÍA Y
MATERIALES

EL USO DE NANO-LÁMINAS DE TiS_2 PARA LUBRICACIÓN SÓLIDA
-
EFFECTO DE LA DISTANCIA INTRALAMINAR

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL QUÍMICO

CARLOS TOMÁS BARRERA VIZCARRA

PROFESOR GUÍA:
ANDREAS ROSENKRANZ

PROFESOR CO-GUÍA:
RODRIGO ESPINOZA GONZÁLEZ

COMISIÓN:
FRANCISCO GRACIA CAROCA

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por:
FONDECYT 1220331

SANTIAGO DE CHILE
2022

**RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR
AL TÍTULO DE: INGENIERO CIVIL QUÍMICO.
POR: CARLOS TOMÁS BARRERA VIZCARRA.
FECHA: 2022.
PROF. GUÍA: ANDREAS ROSENKRANZ.**

EL USO DE NANO-LÁMINAS DE TiS_2 PARA LUBRICACIÓN SÓLIDA

EFFECTO DE LA DISTANCIA INTRALAMINAR

En el presente tema de investigación se busca desarrollar el concepto de la tribología asociada al estudio de un nuevo material 2D (recubrimiento) denominado disulfuro de titanio, al variar la distancia intralaminar de sus nano-láminas y su efecto relacionado con la fricción y desgaste, ya que no se presentan investigaciones en curso en la actualidad. Es por ello que surge la necesidad de contar con recubrimientos que generen mejores condiciones de durabilidad y sean más propensos a evitar el desgaste, para en un futuro tener una aplicación en varias disciplinas de la sociedad como son la mecánica y la química.

Entre los pilares fundamentales sobre los cuales se cimienta el trabajo de título están el poder aprender de la fricción y desgaste que existe al modificar químicamente el TiS_2 P al variar la distancia intralaminar presente entre las nano-láminas que conforman este material.

Principalmente en el documento se comienza por generar un repaso mínimo en cuanto a los parámetros que se emplean, así como entender el concepto de lubricación sólida que es propiamente el revestimiento a estudiar, para luego dar paso a una contextualización de los pocos alcances que se hallan hasta estos días y qué recubrimientos son empleados en la ciencia y tecnología, propiciando un estado de arte adecuado.

Se explicita la metodología a seguir en cuanto a la síntesis, caracterizaciones y el tratamiento de los recubrimientos junto al uso de equipos de laboratorio con especial énfasis en la manipulación de un tribómetro multifuncional, así como de las estrategias a aplicar en la fabricación de los ensayos a evaluar por medio del desgaste.

Entre los aspectos más relevantes de este trabajo está el poder analizar y examinar con detalle la homogeneidad, rugosidad, espesor, COF, líneas de desgaste y volumen de desgaste para ambas conformaciones, donde se concluye que el TiS_2 OA es más estable que el P respecto a su COF y presentaría mayor resistencia al desgaste, así optimizando la duración de los dispositivos donde se aplicará este material 2D.

“El humano no tiene límites, puede hacer lo que se proponga. Debes pensar más allá de tus propios límites, correr contra lo impensado.”
Eliud Kipchoge.

Agradecimientos

Primero que todo deseo partir agradeciendo a mi familia por estar continuamente apoyándome en esta gran aventura que ha sido la de poder alcanzar el grado de ingeniero civil químico, en especial a mi madre *María Vizcarra*, que me ha acompañado en este largo proceso de aprendizaje que culmina de la manera que esperé desde el primer día que decidí optar por este objetivo.

Quiero destacar a una persona muy influyente en mi vida, como lo fue mi abuelita *Petronila Marza*, respecto a dar lecciones de como lograr mantener la perseverancia y constancia frente a una infinidad de escenarios que se me fueron presentando en mi estadía en la casa de estudio.

No me puedo olvidar de mi pequeño hijo *Tomás Agustín Barrera*, que en todo momento vive en mi corazón y mente, quien me sostiene y ampara diariamente.

Dar mis gratificaciones a *Luna*, que me acompañó por muchos años y me hizo tan feliz a lo largo de mi estadía en la universidad, con tal de poder enfocarme en las metas y objetivos trazados.

También muy contento por el apoyo brindado por el profesor *Andreas*, quien ha sido de mucha ayuda en la realización del presente trabajo, proporcionándome en todo momento tranquilidad, facilitando tiempo y mejor disposición a resolver todas mis inquietudes frente a diferentes situaciones.

Reconocer el buen trato y amabilidad de todos los compañeros y personas con los cuales compartí en el laboratorio de materiales al realizar la presente tesis, así como las gratas conversaciones políticas y de reflexiones sociales que transcurrieron durante el año.

Tabla de Contenido

1. Introducción	1
1.1. Motivación	1
1.2. Objetivos y Limitaciones	4
1.2.1. Objetivo General	4
1.2.2. Objetivos Específicos	4
1.2.3. Limitaciones	4
2. Antecedentes	5
2.1. Conceptos	5
2.1.1. Rugosidad	5
2.1.2. Parámetros de rugosidad	6
2.1.2.1. Altura media aritmética (R_a)	6
2.1.2.2. Desviación cuadrática media (R_q)	7
2.1.3. Fricción	7
2.1.4. Lubricación sólida	9
2.1.5. Reacciones triboquímicas	12
2.2. Contexto	13
2.3. Estado del Arte	14
3. Metodología	17
3.1. Síntesis de TiS_2	17
3.2. Caracterización del TiS_2	18
3.2.1. Tratamiento y Diseño	19
3.2.1.1. Tribometría	19
3.2.1.2. Interferometría de luz blanca	19
3.2.1.3. Microscopía óptica	19
3.3. Condiciones claves	20
3.3.1. Spray Coating	20
3.3.2. Bolas de acero	21
3.4. Estrategia de ensayos tribológicos	21
3.4.1. Concentración	21
3.4.2. Carga Normal	21
3.5. Materiales y equipos	23
3.6. Preparación de los recubrimientos de TiS_2	25
3.7. Uso de softwares	27
3.7.1. ImageJ	27
3.7.2. MFT18R4c Tribometer	27

3.7.3. MFT18R4c Profiler	27
3.7.4. OriginPro	28
3.7.5. ZEN	28
3.7.6. MountainsLab 9	28
4. Resultados y Discusiones	30
4.1. Homogeneidad	30
4.1.1. Sin recubrimiento	30
4.1.2. TiS ₂ P y TiS ₂ OA a distintas concentraciones	31
4.2. Rugosidad superficial	32
4.2.1. Sin recubrimiento (acero inoxidable)	32
4.2.2. TiS ₂ P	33
4.2.3. TiS ₂ OA	34
4.3. Espesor	36
4.3.1. TiS ₂ P	36
4.3.2. TiS ₂ OA	36
4.4. COF	38
4.4.1. Efecto de la carga normal a distintas concentraciones	38
4.4.2. Efecto de la concentración a distintas cargas normales	41
4.5. Análisis de desgaste	43
4.5.1. Referencia (acero inoxidable)	44
4.5.2. TiS ₂ P	44
4.5.3. TiS ₂ OA	46
4.6. Volumen de desgaste	48
5. Conclusiones	54
6. Glosario	55
Bibliografía	57
Anexos	61
A. Cálculo de la presión de contacto de Hertz	61
B. Pistas de desgaste	63
B.1. Referencia (acero inoxidable)	63
B.2. TiS ₂ P	64
B.3. TiS ₂ OA	66

Índice de Tablas

2.1.	Coeficientes de fricción para 4 lubricantes sólidos a temperaturas ambientales.	16
3.1.	Magnitudes de los parámetros necesarios para determinar los valores de cada presión de contacto de Hertz para cada carga normal aplicada en el estudio.	22
4.1.	Rugosidades (Ra y Rq) para el sustrato sin desgaste (sin recubrimiento). . .	33
4.2.	Rugosidades (Ra y Rq) para las pistas de TiS ₂ P a diferentes concentraciones.	33
4.3.	Rugosidades (Ra y Rq) para las pistas de TiS ₂ OA a diferentes concentraciones.	34
4.4.	Espesor para las pistas de TiS ₂ P sometidas a diferentes cargas normales. .	36
4.5.	Espesor para las pistas de TiS ₂ OA sometidas a diferentes cargas normales.	37

Índice de Ilustraciones

1.1.	Hay cercano a 40 compuestos diferentes de TMDC en capas. Los metales de transición y los tres elementos calcógenos se destacan en la tabla periódica [11].	3
2.1.	Resolución de varios métodos de medición de rugosidad [17].	6
2.2.	Definición de la altura media aritmética (R_a) [18].	7
2.3.	Definición de la fuerza tangencial F_t . La fricción interfacial es el origen de la resistencia de un sólido al deslizamiento [20].	8
2.4.	Evolución de la fuerza de rozamiento a través del tiempo: a) Deslizamiento sin stick-slip; b) Deslizamiento con stick-slip [20].	8
2.5.	Los tres mecanismos principales de fricción para materiales 2D multicapas son: Rodadura (A), Deslizamiento (B) y Exfoliación (C). La superficie inferior se encuentra estacionaria, mientras que la superficie superior se mueve hacia la izquierda. La marca roja funciona como punto de referencia [21]. . .	9
2.6.	Grupos de recubrimientos superficiales [22].	10
2.7.	Imagen de una película cubierta de oro usando interferometría de barrido de luz blanca. La región del cuadrado azul muestra el área donde se analiza el espesor de la película [24].	11
2.8.	Ilustración esquemática donde se observa una bola hemisférica que se desliza sobre un sustrato recubierto de un lubricante sólido con la superficie de desgaste en contacto con la película de transferencia en la cara opuesta de la bola [27].	12
2.9.	Vista conceptual de las reacciones triboquímicas en diferentes posiciones de la zona de contacto [29].	13
2.10.	Imágenes SEM de nano-láminas superficiales desgastadas de MoS_2 a 500 °C [32].	14
2.11.	Nano-láminas de TiS_2 con distancias intralaminares de 0,7 nm [34].	15
3.1.	Etapas principales para la fabricación del TiS_2 OA [44].	17
3.2.	Gráficos respecto a la masa perdida y la intensidad normalizada para el TiS_2 P y OA. [46].	18
3.3.	Imágenes del TiS_2 P para magnificaciones a x330 y x1.200 [46].	19
3.4.	Aerógrafo utilizado en la fabricación de los recubrimientos de ambos compuestos a distintas concentraciones.	20
3.5.	Bolas de acero usadas como cuerpo encargado de aplicar la carga normal sobre el recubrimiento para dar origen a pistas de desgaste.	21
3.6.	Sensor de fuerza 2D con un rango de carga máxima de hasta 5 N, localizado en el tribómetro multifuncional [47].	22

3.7.	Materiales de laboratorio: TiS_2 P (a); TiS_2 OA (b); Sustrato recubrimientos (c); Sustrato espesores (d); Etanol (e); Alcohol isopropílico (f); Agua desmineralizada (g).	23
3.8.	Equipos de laboratorio: Tribómetro multifuncional (a); Microscopio óptico (b); Termómetro digital (c); Agitador magnético con placa calefactora (d); Balanza digital (e); Computador (f); Compresor de aire (g); Baño de ultrasonido (h); Secador eléctrico (i).	24
3.9.	Fabricación de varias concentraciones para los dos recubrimientos estudiados, al inicio (t=0 horas) se mezcla el soluto de TiS_2 con etanol y al final (t=1 hora) las soluciones se encuentran sonicadas y listas para ser usadas en la etapa de spray-coating, donde al ser inyectadas en el aerógrafo, éstas se depositan sobre el sustrato de acero inoxidable para generar los recubrimientos a analizar. Soluciones de TiS_2 P y OA con etanol antes de sonicar para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (b); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (c); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (d); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (e); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (f). Soluciones de TiS_2 P y OA con etanol después de sonicar para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (g); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (h); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (i); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (j); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (k); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (l).	25
3.10.	Recubrimientos de TiS_2 P y OA con etanol sobre el sustrato de acero inoxidable después de sonicar para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a, b); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (c, d); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (e, f); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (g, h); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (i, j); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (k, l).	26
4.1.	Homogeneidad del sustrato de acero inoxidable sobre el que se deposita el recubrimiento. a) Superficie del sustrato de acero inoxidable visto por un microscopio óptico a una magnificación de x20. b) Superficie del sustrato de acero inoxidable tratado por el software ImageJ a una magnificación de x20.	30
4.2.	Homogeneidad de TiS_2 P por microscopía óptica e ImageJ para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a, b); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (c, d); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (e, f); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (g, h); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (i, j); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (k, l).	31
4.3.	Homogeneidad de TiS_2 OA por microscopía óptica e ImageJ para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a, b); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (c, d); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (e, f); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (g, h); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (i, j); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (k, l).	32
4.4.	Gráficos de rugosidades R_a y R_q a diferentes concentraciones. (a): Curvas de rugosidad R_a para la referencia, TiS_2 P y TiS_2 OA. (b): Curvas de rugosidad R_q para la referencia, TiS_2 P y TiS_2 OA.	35
4.5.	Gráfico de espesores para el TiS_2 P y TiS_2 OA a diferentes concentraciones.	37
4.6.	Evolución del COF para el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento (referencia) a distintas cargas normales.	38
4.7.	Evolución del COF para el TiS_2 P a distintas concentraciones para las siguientes cargas normales constantes: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d); 800 mN (e); 1500 mN (f).	39
4.8.	Evolución del COF para el TiS_2 OA a distintas concentraciones para las siguientes cargas normales constantes: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d); 800 mN (e); 1500 mN (f).	40
4.9.	Evolución del COF para el TiS_2 P a distintas cargas normales para las siguientes concentraciones constantes: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (b); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (c); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (d); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (e); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (f).	42

4.10.	Evolución del COF para el TiS_2 OA a distintas cargas normales para las siguientes concentraciones constantes: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (b); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (c); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (d); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (e); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (f).	43
4.11.	Pistas de desgaste para el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento para las siguientes cargas normales: 400 mN (a); 800 mN (b); 1500 mN (c). . .	44
4.12.	Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $0,1 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $0,25 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f). . .	45
4.13.	Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $1,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $2,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $5,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f). . .	46
4.14.	Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,1 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,25 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f).	47
4.15.	Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $1,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $2,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $5,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f).	48
4.16.	Imágenes obtenidas por el WLI tratadas con MountainsLab 9 donde se observan volúmenes de desgaste para distintas pistas. a) TiS_2 P a $2,0 \frac{mg}{mL}$ a 1500 mN; b) TiS_2 OA a $2,0 \frac{mg}{mL}$ a 1500 mN; c) TiS_2 P a $5,0 \frac{mg}{mL}$ a 200 mN; d) TiS_2 OA a $5,0 \frac{mg}{mL}$ a 200 mN.	49
4.17.	Gráficos de volúmenes de desgaste aplicando diferentes cargas normales sobre la referencia, TiS_2 P y TiS_2 OA a determinadas concentraciones. (a): Curvas de volúmenes de desgaste a 50 mN. (b): Curvas de volúmenes de desgaste a 100 mN.	50
4.18.	Gráficos de volúmenes de desgaste aplicando diferentes cargas normales sobre la referencia, TiS_2 P y TiS_2 OA a determinadas concentraciones. (a): Curvas de volúmenes de desgaste a 200 mN. (b): Curvas de volúmenes de desgaste a 400 mN.	51
4.19.	Gráficos de volúmenes de desgaste aplicando diferentes cargas normales sobre la referencia, TiS_2 P y TiS_2 OA a determinadas concentraciones. (a): Curvas de volúmenes de desgaste a 800 mN. (b): Curvas de volúmenes de desgaste a 1500 mN.	52
A.1.	Configuración de dos cuerpos en contacto: Bola de acero sobre un sustrato de acero inoxidable (Esfera sobre una placa plana) [53].	61
B.1.	Pistas de desgaste para el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c). . .	63

B.2.	Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	64
B.3.	Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	64
B.4.	Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	65
B.5.	Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	65
B.6.	Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	66
B.7.	Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	66
B.8.	Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	67
B.9.	Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d). .	67

Capítulo 1

Introducción

1.1. Motivación

El presente trabajo pretende abordar la utilización de la tribología en cuanto a la importancia que subyace en ella, mediante el uso de un lubricante sólido que aspira a poseer propiedades que le conciernen un carácter de exploración y aplicación en las próximas décadas en una variedad de campos interdisciplinarios que son fundamentales en el futuro y en el constante desarrollo de tecnologías capaces de enfrentar el fenómeno de la fricción.

Se busca por medio de este estudio recabar información provechosa del análisis que surja al examinar los resultados de distintas variables pertenecientes a mecanismos tribológicos que demuestren principalmente eficiencia del material y bajo nivel de fricción al utilizar el disulfuro de titanio depositado en una gran cantidad de materias primas que representan el sustrato, donde el compuesto estudiado funciona como recubrimiento.

A modo de exordio, la tribología presenta como base la creación de rodamientos de baja fricción en los comienzos de la civilización, donde se buscaba transportar a los seres humanos y materiales de una ubicación a otra. Por ende, los grandes desafíos que se enfrentaban en ese entonces tenían relación con tener que minimizar la fricción. El estudio referente a esta disciplina, para comprender los conceptos de fricción y desgaste, se dejó esperar por varios siglos, pero no fue hasta el año 1886 que el científico Osborne Reynolds prueba que la presión hidrodinámica del líquido arrastrado por parte de superficies deslizantes era suficiente para lograr que se evitara el contacto entre las superficies. Por ende, el estudio acabado de las nociones de fricción y desgaste propone el uso de investigación experimental que está ligada a la utilización de instrumentación avanzada, lo cual da énfasis a que el detalle de las interacciones que conlleva esta disciplina se comprende a partir de escala microscópica [1].

La tribología se dedica al estudio de los fenómenos relacionado con el roce de superficies. Más bien, de forma clara es un estudio científico y sistemático de superficies que interactúan entre sí. Esta disciplina contempla la observación y análisis de la física, química y la mecánica de las superficies que están en contacto, donde se incluyen la fricción, la lubricación y el desgaste de los materiales [2].

La lubricación de las superficies que están en contacto se convierte en un requisito primordial de todos los sistemas de deslizamiento. El lubricante se puede considerar el tercer cuerpo que se coloca entre las superficies que interactúan para evitar el contacto directo entre estas áreas con el objetivo de reducir la fricción, con ello se forma una interfaz donde radica necesariamente entender sus propiedades tribológicas. Por lo que al aplicar un adecuado lubricante se puede reducir significativamente la fricción como el desgaste [2].

Hoy en día la tribología juega un importante rol en una variedad de áreas tecnológicas, siendo las más preponderantes tanto las de pulido como las de lubricación de sustratos en aplicaciones electrónicas, además del aumento de la vida útil de los componentes mecánicos. Lo anterior se condice con que a disciplina tiene un rol importante en varias áreas de la industria tecnológica, como lo son en componentes individuales, ensamblajes y procesos de fabricación, más bien el detalle es que la conservación energética sea un punto a favor, ya que con ello el mantenimiento de máquinas y equipos es menor, lo cual se traduce en una productividad beneficiosa para el sector industrial [3].

Hay varios campos disciplinarios para la aplicación de la tribología, como lo son los siguientes: Bio-tribología donde existen materiales sintéticos y tejidos naturales como son los cartílagos, tendones y ligamentos para diseñar articulaciones y componentes protésicos [4]; Micro/Nano tribología están presentes en dispositivos micro/nano electromecánicos al ser usados como micro-depósitos, microbombas, rotores, válvulas y sensores [5]; Nano-lubricantes que al ser agregados con nanopartículas protegen los materiales de base al actuar como una capa protectora [6], y Tribología automotriz cuenta con varios métodos efectivos como el texturizado y recubrimiento de la superficie, así como la modificación del lubricante que ayuda a mejorar la eficiencia del motor producto de la fricción [7].

Con los recientes avances en tecnología, se requiere trabajar de forma constante en búsqueda de alternativas funcionales que puedan suplir los requerimientos del mercado y distintas empresas que las soliciten, como es la industria aeroespacial para generar materiales con baja fricción y alta adherencia [8]. Una solución respecto a lo que antecede es el uso de lubricantes sólidos que se pueden encontrar en forma de polvos, películas o materiales compuestos como son el disulfuro de molibdeno y grafito, donde las propiedades de auto-lubricación conceden coeficientes de fricción bajos. Se utiliza este tipo de lubricantes cuando la película lubricante formada por aceite no puede permanecer por un tiempo adecuado, la temperatura de funcionamiento o carga son altas y cuando la atmósfera circundante presenta partículas de polvo en grandes cantidades por unidad de volumen [9].

De manera de reafirmar el estudio, el minimizar el desgaste de tribocuerpos al utilizar lubricantes líquidos convencionales es un fenómeno común, pero su limitación está dada en estos aceites que sufren descomposición a temperaturas superiores a 300 °C, a través de la volatilización, mitigación y condensación de estos medios lubricantes. Por ende, al enfocarse en la durabilidad de un sistema mecánico al verse sometido a condiciones extremas de trabajo, se hace necesario el uso de lubricantes de base sólida como el MoS_2 , WS_2 , grafito, etc. El aprovechar este tipo de materiales es una solución viable y factible para minimizar la fricción y desgaste en un amplio rango de temperaturas desde

ambientales hasta aproximadamente 1000 °C. En síntesis, los lubricantes sólidos presentan un potencial prometedor, dada sus características de estabilidad térmica y química, agregando una gran estabilidad dimensional para lograr acabados con alta precisión y su bajo coeficiente de fricción [10].

Como se estudia un nuevo material 2D propuesto, es que se hace relevante hablar de los dicalcogenuros de metales de transición (TMDC), los cuales son químicamente versátiles al presentarse en forma de capas (películas) con fuertes enlaces en el plano e interacciones débiles fuera del plano que permiten la exfoliación en capas bidimensionales, estos compuestos son atractivos para una gran cantidad de aplicaciones, por ejemplo almacenamiento de energía, electrodos para baterías de iones de litio y supercondensadores [11]. Los TMDC son una clase de materiales 2D, donde la fórmula general es MX_2 , donde M es un elemento de metal de transición de los grupos IV (Ti, Zr, Hf, etc.), V (V, Nb o Ta) y VI (Mo, W, etc.), y X es un calcógeno (S, Se o Te) (Figura 1.1). Estos materiales forman estructuras en láminas, o sea X-M-X, con los átomos de calcógeno orientados en dos planos hexagonales separados por un plano de átomos metálicos [12].

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La-Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac-Lr	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Uut	Fl	Uup	Lv	Uus	Uuo

MX_2
 M = Transition metal
 X = Chalcogen

Figura 1.1: Hay cercano a 40 compuestos diferentes de TMDC en capas. Los metales de transición y los tres elementos calcógenos se destacan en la tabla periódica [11].

En conclusión, se hace fundamental estudiar y examinar propiedades tribológicas del compuesto 2D TiS_2 la cual presenta una simetría general de carácter hexagonal, en donde los átomos metálicos tienen coordinación trigonal en nano-láminas al variar la distancia intralaminar [13]. Se buscan observar parámetros en la escala microscópica del trabajo como son el estudio de la fricción y desgaste, con tal que arrojen valores que le otorguen a este material un potencial uso en recubrimientos, fabricación en materiales inteligentes dada sus propiedades mecánicas y magnéticas al presentarse como un eficaz lubricante sólido.

1.2. Objetivos y Limitaciones

Con tal de abordar claramente el tema de interés a desarrollar, se hace conveniente explicitar tanto los objetivos como las limitaciones que se hallan en la investigación propuesta.

1.2.1. Objetivo General

- Estudiar fricción y desgaste de nuevas nano-láminas compuestas de TiS_2 dependiendo de la distancia intralaminar.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Caracterizar las nano-láminas de TiS_2 con respecto a estructura, morfología y química superficial utilizando difracción de rayos X y microscopía.
- Depositar TiS_2 con dos distancias intralaminares (ajustadas por intercalación) en sustratos de acero inoxidable vía spray-coating, teniendo cuidado de usar la misma cantidad de material y obtener el mismo espesor.
- Caracterizar los recubrimientos con respecto a su homogeneidad, calidad, rugosidad y espesor utilizando interferometría de luz blanca (WLI), microscopía óptica, entre otros.
- Estudiar las propiedades tribológicas dependiendo de la distancia intralaminar que componen dichos recubrimientos con un tribómetro multifuncional.
- Analizar los mecanismos de fricción y desgaste observados en el estudio.

1.2.3. Limitaciones

Entre las restricciones que conlleva el desempeñar este trabajo de manera experimental, está el de no contar con formulaciones matemáticas que logren contrastar los resultados obtenidos mediante el uso de los equipos de laboratorio para determinar el comportamiento de los mecanismos tribológicos haciendo uso de softwares especializados.

Como se ha precisado, el enfoque del estudio de este nuevo material se concentra en explorar varios parámetros referentes a la tribología haciendo uso de equipos, donde se entregan de manera directa los resultados mediante un set de datos y gráficos para desprender las características ventajosas que concierne el interés de ambos compuestos. Se debe agregar que la distancia intralaminar respecto al material (lubricante) a estudiar solo presenta 2 medidas, con lo cual no es posible ampliar el rango de esta variable.

Capítulo 2

Antecedentes

De manera de explicitar y fundamentar la investigación realizada, en cuanto a los fenómenos observados y sus implicancias, es que se hace necesario dar a conocer de que tratan las manifestaciones al dejar expuesto el lubricante sólido a la acción de distintos parámetros en la experimentación del disulfuro de titanio.

2.1. Conceptos

2.1.1. Rugosidad

Resulta necesario presentar la noción de la rugosidad superficial, ya que es un parámetro que afecta directamente el comportamiento tribológico de las superficies, como es el caso en enclavamientos de asperezas o la deformación, que conllevan a aumentar la fricción. Comúnmente, la rugosidad superficial se intensifica con el contenido de azufre presente en un recubrimiento depositado en un determinado sustrato [14].

El tamaño de la rugosidad de las áreas que interactúan depende fundamentalmente de un promedio de la cantidad de recubrimiento que interactúa de manera directa con la superficie que genera fricción. Lo anterior se explica, dado que las superficies están en efecto en contacto exclusivamente en las puntas de las variadas asperezas que se presentan, con lo cual se deben sumar todas las singularidades anteriores para establecer el área de contacto total. Tomando en cuenta el tipo de equipo (instrumento) y aumento a utilizar para la medición de la topografía de la superficie a examinar, se observan diferentes características geométricas que están en un rango que va desde escalas nanométricas hasta milimétricas [15].

Cabe resaltar que los fenómenos de fricción y desgaste dependen claramente de la rugosidad superficial y de la evolución en el transcurso del tiempo. El determinar adecuadamente este parámetro es fundamental para el rendimiento y durabilidad del recubrimiento. Por consiguiente, para tener la capacidad de captar la transición de dúctil a frágil presente en la colisión de las asperezas superficiales en los procesos de desgaste aditivo, es que existen tres mecanismos como son: la remoción átomo por átomo en cargas livianas y bajo límite de adhesión; deformación dúctil o fractura frágil de las asperezas en cargas altas y adhesión de moderada a alta [16].

Para medir la superficie se debe tener en cuenta tres problemas básicos como son la descripción superficial, el desarrollo de sistemas representativos de evaluación de superficies y la realización técnica de los procesos de medición, esté último es relevante dado que, cualquier fenómeno superficial en particular, se basa en estimaciones cuantitativas. La rugosidad es la variable primordial en el estudio de la topografía, es por ello que la microscopía de fuerza atómica propone el uso de la metrología de las superficies. En la Figura 2.1 se observan diferentes métodos de medición de la rugosidad y su resolución tanto vertical como lateral. De modo que se puede concluir que no existe un solo método para medir las asperezas que gobiernan el recubrimiento en estudio [17].

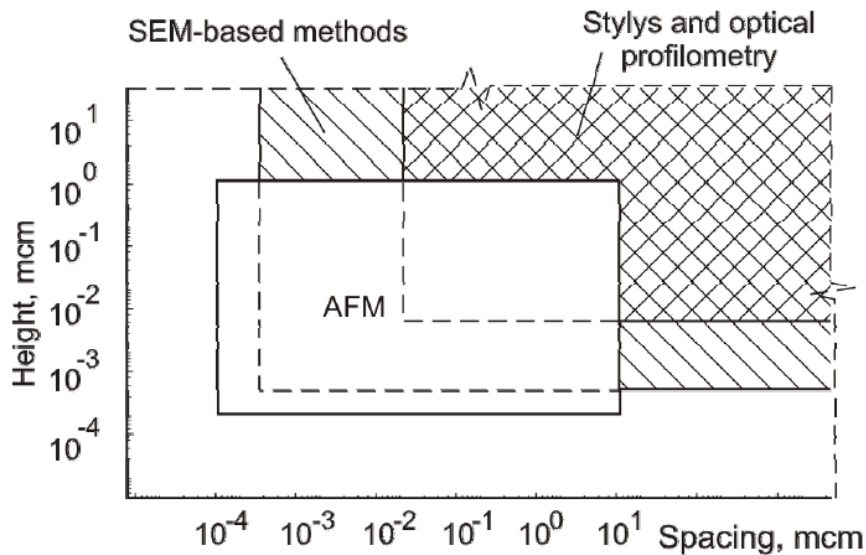


Figura 2.1: Resolución de varios métodos de medición de rugosidad [17].

2.1.2. Parámetros de rugosidad

Para calcular los parámetros de rugosidad se utilizan los de amplitud, ya que son los más importantes para la caracterización de la topografía superficial. Estas se usan para medir las características verticales de las desviaciones de la superficie. A continuación, se dan a conocer dos parámetros importantes.

2.1.2.1. Altura media aritmética (R_a)

Es conocido como el promedio de la línea central (CLA), es el parámetro que más se emplea a nivel mundial para el control de calidad. Se define como la desviación absoluta promedio de las irregularidades de rugosidad de la línea media en una longitud de muestreo (Figura 2.2). Es un parámetro simple de definir, fácil de medir y suministra una buena descripción general de las variaciones de altura, eso sí, no da ninguna información sobre la longitud de onda y no es sensible a pequeños cambios de perfil [18].

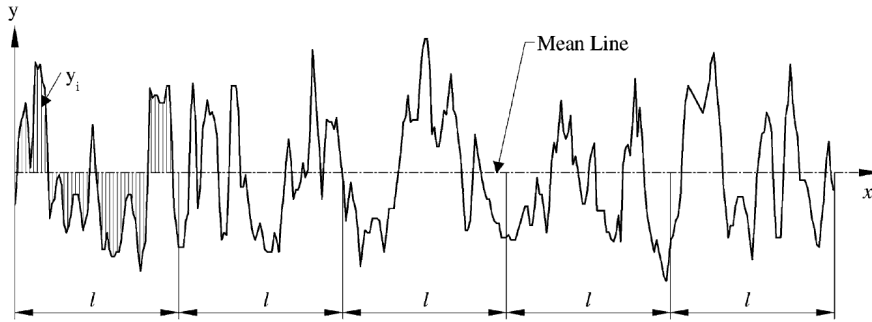


Figura 2.2: Definición de la altura media aritmética (R_a) [18].

2.1.2.2. Desviación cuadrática media (R_q)

Este parámetro se conoce como RMS, ya que representa la desviación estándar de la distribución de las alturas de la superficie, por lo que es muy importante para dar una descripción notoria de la rugosidad de la superficie por métodos estadísticos. Este tipo de parámetro es más sensible que el (R_a) a una gran desviación de la línea media. En síntesis, la línea media RMS es la línea que divide el perfil, de modo que la suma de los cuadrados de las desviaciones de la altura de perfil con respecto a ella sea igual a cero [18].

2.1.3. Fricción

Es conocido que la fuerza de rozamiento no es conservativa, dado que su valor está manejado por las tensiones tangenciales, que afloran del movimiento relativo de los cuerpos. La naturaleza de las tensiones depende de la interacción molecular en la capa límite que presenta un espesor del orden de unos pocos nanómetros, en donde surge el fenómeno de cizallamiento continuo. No obstante, el COF (coeficiente de fricción) se define como una relación numérica que se le atribuye a dos fuerzas ortogonales [19].

Para entender la aplicación del COF y su definición se considera un paralelepípedo sólido en un plano horizontal donde se le aplica una carga normal F_n . Al ir aplicando de forma creciente una fuerza F paralela al plano, este comienza su movimiento y aumenta su velocidad (v) de 0 a V , tal como se muestra en la Figura 2.3. El desplazamiento llevado a cabo genera una fuerza de fricción F_t en el plano, en dirección opuesta al movimiento de deslizamiento [20].

Conociendo F_n y determinando F_t experimentalmente, se calcula el coeficiente de fricción μ que se define por:

$$\mu = \frac{F_n}{F_t} \quad (2.1)$$

El COF estática (μ_s con $F_t = F_{t(s)}$) es distinta a la dinámica (μ_d con $F_t = F_{t(d)}$) como se ilustra en la Figura 2.4.a:

- $F_{t(s)}$: La fuerza máxima a aplicar para poner el sólido en movimiento.

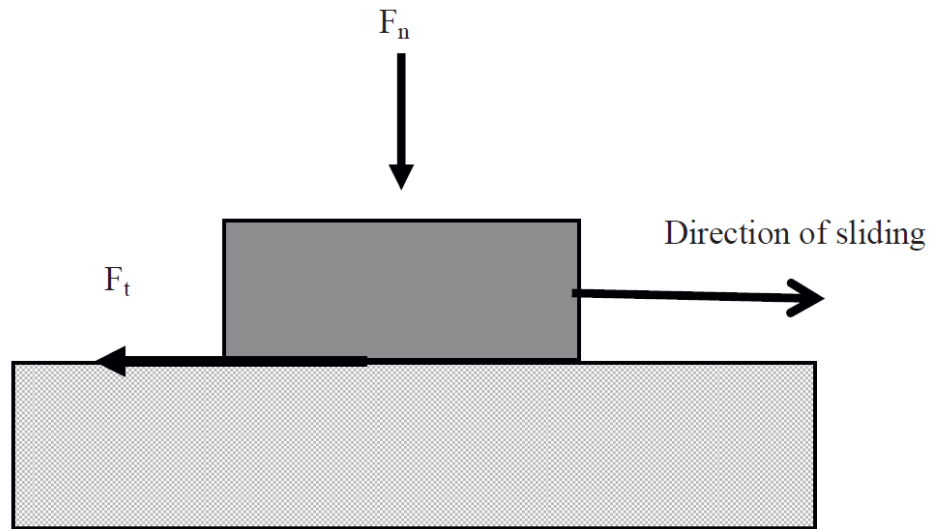


Figura 2.3: Definición de la fuerza tangencial F_t . La fricción interfacial es el origen de la resistencia de un sólido al deslizamiento [20].

- $F_{t(d)}$: La fuerza aplicada para mantener este movimiento.

Mayoritariamente, se observa que la evolución de la fuerza de fricción (Figura 2.4.b). Lo anterior se atribuye al fenómeno denominado stick-slip que se genera por parte de una serie de adherencias y rupturas del contacto en los puntos de contacto entre las superficies opuestas.

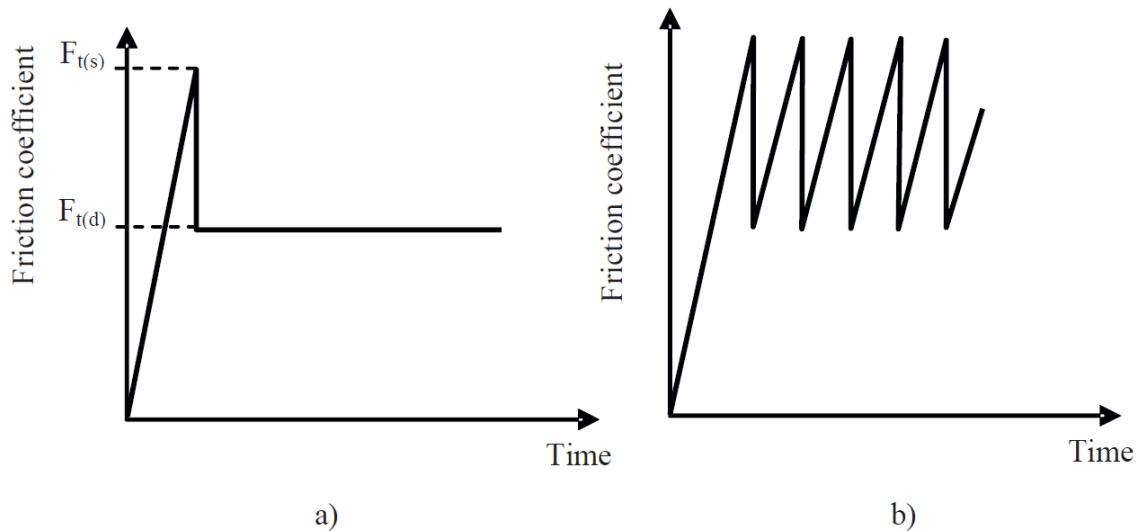


Figura 2.4: Evolución de la fuerza de rozamiento a través del tiempo: a) Deslizamiento sin stick-slip; b) Deslizamiento con stick-slip [20].

Existen tres mecanismos principales que llevan a la reducción de la fricción y el desgaste, como son la rodadura, donde el compuesto (lubricante) actúa como un cojinete de bolas entre las superficies de contacto para reducir la fricción rotacional (Figura 2.5-A); deslizamiento, producto de la baja energía superficial del material usado como recubri-

miento y su robustez, el compuesto actúa como un separador que aporta baja fricción y facilita el cizalle entre las superficies de contacto (Figura 2.5-B); exfoliación y transferencia de películas, las películas exfoliadas del material se depositan sobre las asperezas de las superficies de contacto, lo que facilita el cizalle (Figura 2.5-C). Principalmente, la exfoliación y la transferencia de nano-láminas es el mecanismo predominante, se sabe que los materiales 2D como el que se estudia en esta tesis bajo a grandes cargas mecánicas y fuerzas de cizalle, se deforman y comprimen, lo que lleva a cabo la dislocación y desalojo de nano-láminas de la superficie de este mismo material, donde la nano-láminas superficiales, de unas pocas monocapas, se transfieren gradualmente al sustrato, lo que reduce la fricción entre las dos superficies de contacto. Agregando que este proceso, reduce el calentamiento local, con lo cual disminuye la deformación plástica de la superficie metálica subyacente y, por tanto, su oxidación, lo cual lentifica el desgaste [21].

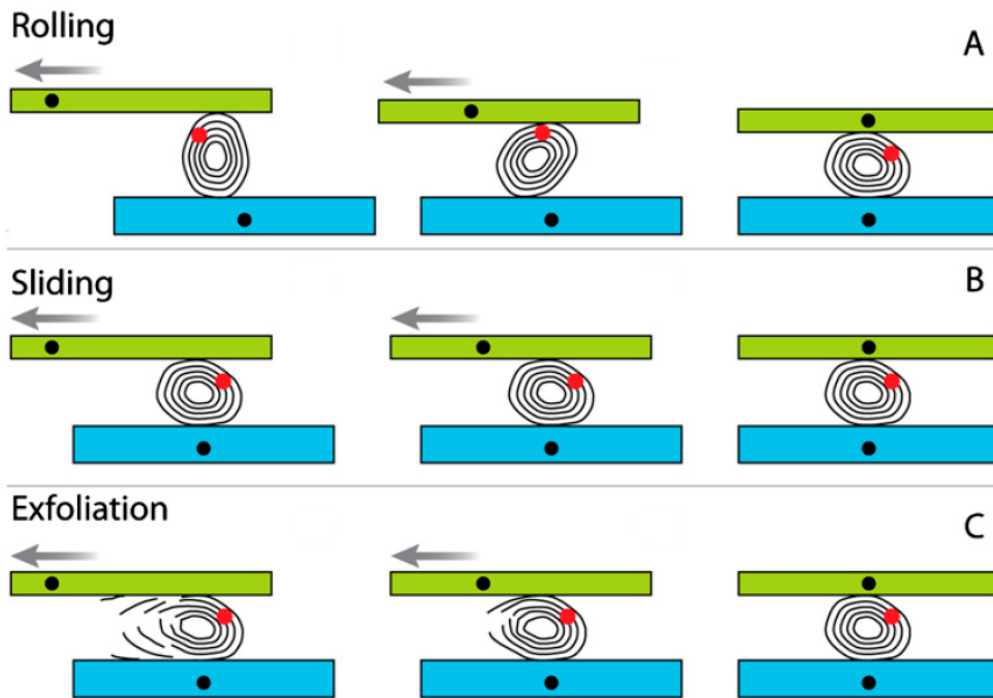


Figura 2.5: Los tres mecanismos principales de fricción para materiales 2D multicapas son: Rodadura (A), Deslizamiento (B) y Exfoliación (C). La superficie inferior se encuentra estacionaria, mientras que la superficie superior se mueve hacia la izquierda. La marca roja funciona como punto de referencia [21].

2.1.4. Lubricación sólida

El recubrimiento tiene una influencia importante en la resistencia al desgaste de las superficies, con lo cual se hace indispensable identificar una metodología de selección por dos grandes razones, primero se debe hacer uso de recubrimientos de la forma más vasta y efectiva, dado que la superficie puede tener un efecto dominante en el rendimiento y en la confiabilidad de los productos ingenieriles. También es preponderante una metodología en virtud de la complejidad de la tribología y a una gran variedad de procesos y materiales de recubrimiento de superficies disponibles para emplear [22].

La preselección de recubrimientos está dada por el realce de la funcionalidad tribológica, como primera etapa del proceso de selección influyen factores relacionados con la aplicación así como económicos. Con lo anterior se produce un primer filtrado, donde dependiendo de los requisitos de cada aplicación que se necesite en particular, se concretan diferentes filtrados a tener en consideración, esto es, si el acabado superficial requerido es alto, se deba obtener un costoso pulido posterior al recubrimiento [22]. Por ende, todo va de la mano en cuanto a las características específicas del proceso y del producto que se busque estudiar y fabricar, donde se podría limitar el espesor y la uniformidad del recubrimiento a evaluar. Por consiguiente, para determinadas aplicaciones tribológicas hay funcionalidades específicas como son la biocompatibilidad, propiedades ópticas, térmicas o magnéticas (Figura 2.6).

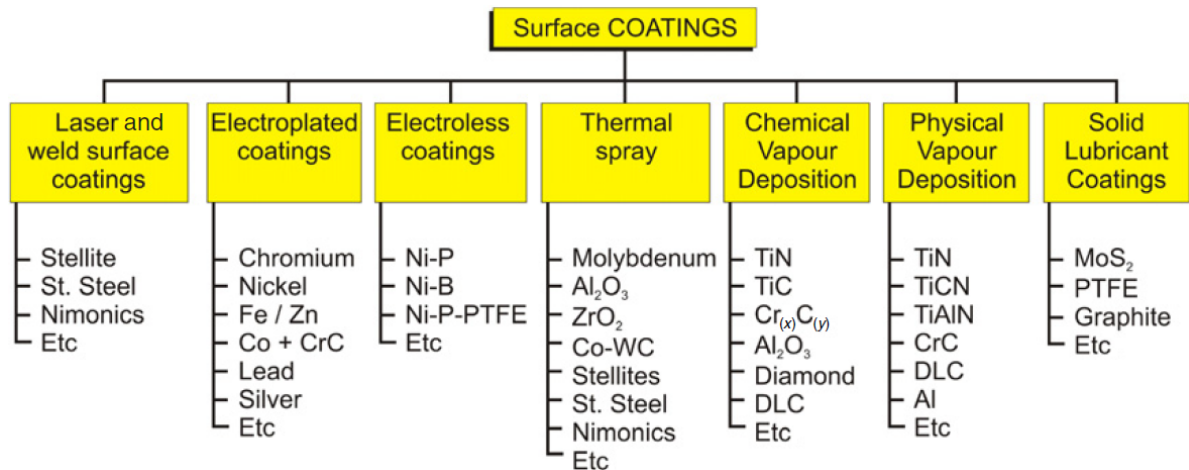


Figura 2.6: Grupos de recubrimientos superficiales [22].

El espesor de la película lubricante (h) depende de la composición química y de las condiciones de operación (fricción), más bien de la carga aplicada y la velocidad de deslizamiento, la cual debe compararse con la rugosidad de la superficie (R). A alta velocidad, elevada viscosidad o baja carga, se logra generar suficiente presión hidrodinámica para separar las superficies sólida a través de una película delgada de lubricante, con lo cual $h \gg R$, a estas condiciones la fricción es baja y la vida útil alta, mientras que la película lubricante sea lo óptimamente gruesa y resistente con tal de evitar los contactos entre las asperezas, porque el COF tiende a ser muy bajo. Agregando que, al incorporar condiciones de operaciones más rígidas, donde hay presiones de contacto elevadas junto a deslizamientos altos y a viscosidades bajas, las superficies no logran estar lo suficientemente separadas por una película, donde se efectuará contacto entre ambos metales, con lo cual $h \approx R$, y el régimen de fricción es mayor y la vida del sistema será más corta. Como conclusión, la colisión física de asperezas provoca deformación elástica o plástica y/o fractura que genera altos COF, desgaste y calor [23]. El cálculo del espesor dado por las colisiones y las interacciones químicas entre las superficies y las moléculas del lubricante se pueden observar en la Figura 2.7.

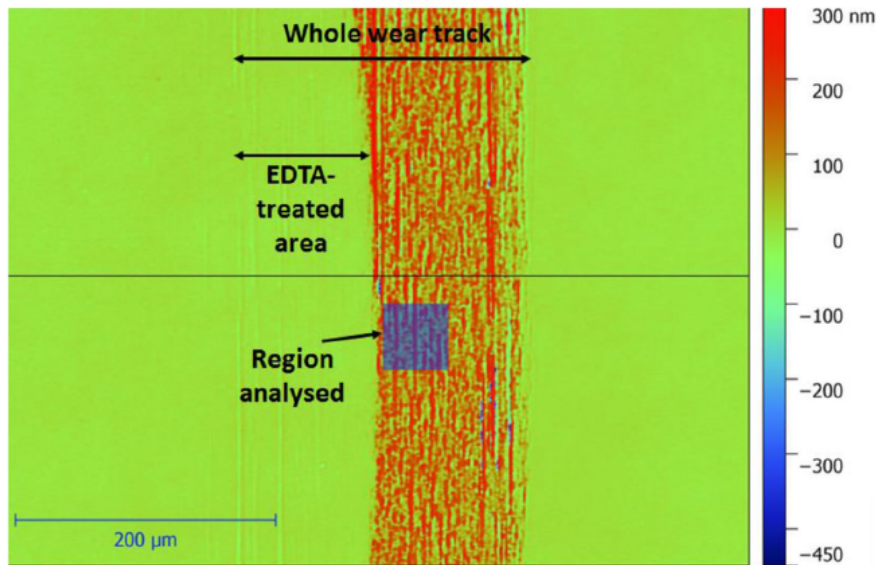


Figura 2.7: Imagen de una película cubierta de oro usando interferometría de barrido de luz blanca. La región del cuadrado azul muestra el área donde se analiza el espesor de la película [24].

El material lubricante se presenta generalmente en forma de polvo o capas (láminas), este tipo de sustancias procede de la misma manera que los lubricantes líquidos, en donde se busca inhibir el contacto directo entre dos superficies que deslizan, para así lograr que el cizallamiento se forme en el lubricante sólido. Sea hace importante comprender el comportamiento del lubricante bajo carga, por lo cual se necesita del conocimiento del módulo de elasticidad, el límite elástico y la resistencia a la tracción que presenta, por ende es muy relevante estudiar la resistencia que existe entre el revestimiento y la estructura dado que es un parámetro crucial para lograr una adecuada caracterización mecánica al observar propiedades de tracción equivalentes, dureza y pruebas de adherencia [25]. Respecto a lo anterior, se conoce que los materiales con conformación laminar son los más idóneos para un mejor tipo de respuesta en cuanto a una menor fricción. Particularmente existen el disulfuro de molibdeno, grafito, nitruro de boro hexagonal y ácido bórico. Es importante mencionar que el coeficiente de fricción en contactos deslizantes en lubricantes sólidos está mayoritariamente en el rango de $\mu = 0,05 - 0,25$ [26].

Este tipo de lubricantes se aplica cuando los de carácter líquido tienen limitaciones como son el vacío, temperaturas muy altas y baja, presiones de contacto bastante altas, radiación, entre otras. En cambio, dentro de las limitaciones de los lubricantes sólidos son la baja capacidad de conducción de la transferencia de calor de contacto, vida útil acotada, dado que la reposición de este tipo de materiales es compleja, teniendo como efecto el comportamiento friccional inestable y los cambios químicos que alteran sus comportamientos tribológicos [26].

La mayoría de los lubricantes sólidos ostentan un comportamiento de fricción no Amon-toniano con coeficientes de fricción que disminuyen al aumentar la tensión de contacto [27]. El mecanismo esencial que es responsable de la baja fricción se gobierna por el deslizamiento interfacial entre el recubrimiento desgastado y la película de transferencia, la cual se observa en la Figura 2.8.

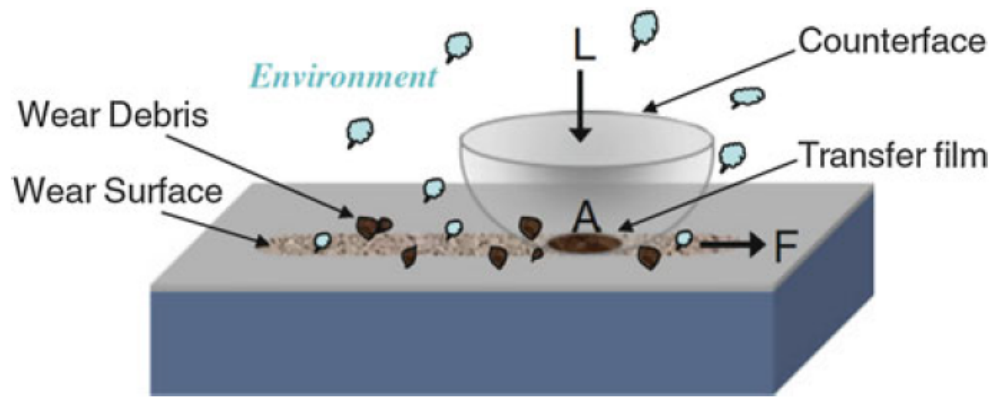


Figura 2.8: Ilustración esquemática donde se observa una bola hemisférica que se desliza sobre un sustrato recubierto de un lubricante sólido con la superficie de desgaste en contacto con la película de transferencia en la cara opuesta de la bola [27].

2.1.5. Reacciones triboquímicas

La triboquímica relaciona las reacciones químicas que interactúan y los procesos de desgastes producidos. La pareja de fricción se somete simultáneamente a la acción mecánica y química. La primera ocurre debido a los movimientos abrasivos de los elementos de acoplamiento bajo la acción de las fuerzas que se aplican, en cambio, la acción química es efecto de las sustancias activas en el medio ambiente y en el fluido del proceso [28].

El desgaste por corrosión es perceptible por la formación de productos de reacción como resultado de interacciones químicas entre los elementos de un tribosistema por acción tribológica. Cuando cesa el trabajo mecánico, la interacción entre los elementos y partes del tribosistema se restringe a la corrosión química solamente. Por ende, el proceso mecánico logra activar micro-áreas de contacto, con lo cual se intensifican los procesos de reacción, para así eliminar de forma creciente la capa de reacción. Con lo anterior se puede declarar que la triboquímica se ocupa de las reacciones químicas que generan fricción, provocando cambios de tipo mecánicos y fisicoquímicos en la capa superficial del tribosistema en estudio [28].

Existen diversos tipos de fenómenos con carácter tribofísicos que se expresan al ocurrir fricción dependiendo de las posiciones de deslizamiento. El ámbito triboquímico se clasifica en tres grupos de reacciones llamadas ICA (in-contact area) que tienen origen dentro del área de contacto; NCA (near-contact area) que se llevan a cabo cercanas al área de contacto, principalmente en el espacio del contacto y OCA (outside-contact area) que se expresan fuera de la zona de contacto que incluye superficies desgastadas lejos de la vecindad del contacto. Dentro de la demarcación de contacto, las moléculas de lubricante quimisorbidas se presurizan y se roturan bajo altas velocidades de cizallamiento, agregando que se calientan debido al efecto de las fuerzas normales y tangenciales que son causantes de las reacciones químicas combinadas junto a reacciones ácido-base. La tribocarga se presenta junto al proceso de desgaste en la superficie de contacto que

produce reacciones NCA. Fuera de la zona de contacto no se manifiesta ningún proceso físico dinámico que incentive reacciones triboquímicas sustanciales, excepto de las de tipo OCA estáticas que tienden a decrecer con el tiempo a medida que se realiza la fricción [29].

La Figura 2.9 representa un esquema de los tres tipos de posiciones para los fenómenos triboquímicos.

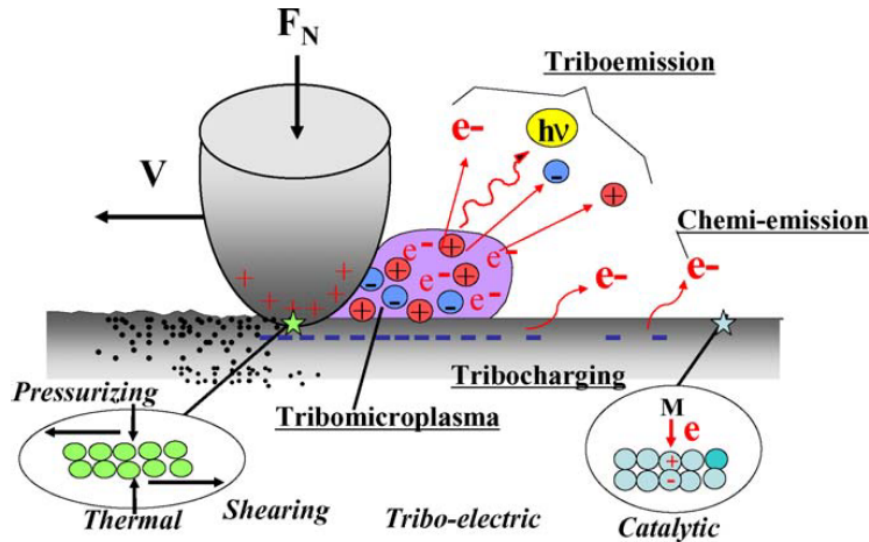


Figura 2.9: Vista conceptual de las reacciones triboquímicas en diferentes posiciones de la zona de contacto [29].

2.2. Contexto

El tema de este trabajo trata del estudio de un nuevo material 2D llamado disulfuro de titanio, el cual está constituido por estructuras en forma de láminas que puede presentar una o varias capas atómicas de espesor, las cuales pueden exhibir múltiples propiedades como son estructurales, químicas, térmicas, eléctricas y mecánicas que le confieren un determinado desempeño tribológico [30].

El material concerniente para desarrollar en la investigación es parte de los dicalcogenuros de metales de transición (TMDC), donde este grupo presenta un gran interés al utilizar otros disulfuros como es el caso del MoS_2 , los que reducen la fricción a nanoescala tanto en forma de monocapas como en multicapas [31].

Al estudiar el comportamiento del desgaste de disulfuro de molibdeno al ser desgastada (Figura 2.10), muestra que el revestimiento de este material a los 15 minutos está intacto (Figura 2.10.a), pero las zonas desgastadas recién aparecen a los 60 minutos de iniciado el desgaste (Figura 2.10.b). Respecto a las imágenes se observa que las partículas abrasivas son pocas al comienzo, pero estas aumentan al llegar a 1 hora de prueba, dado que se forman áreas más extensas de desgaste. Los granos abrasivos mejoran el efecto abrasivo entre el recubrimiento sólido y la bola de molienda, lo cual provoca la

exfoliación del disulfuro de molibdeno de la superficie en poco tiempo, con lo cual el COF aumenta rápidamente a 500 °C [32].

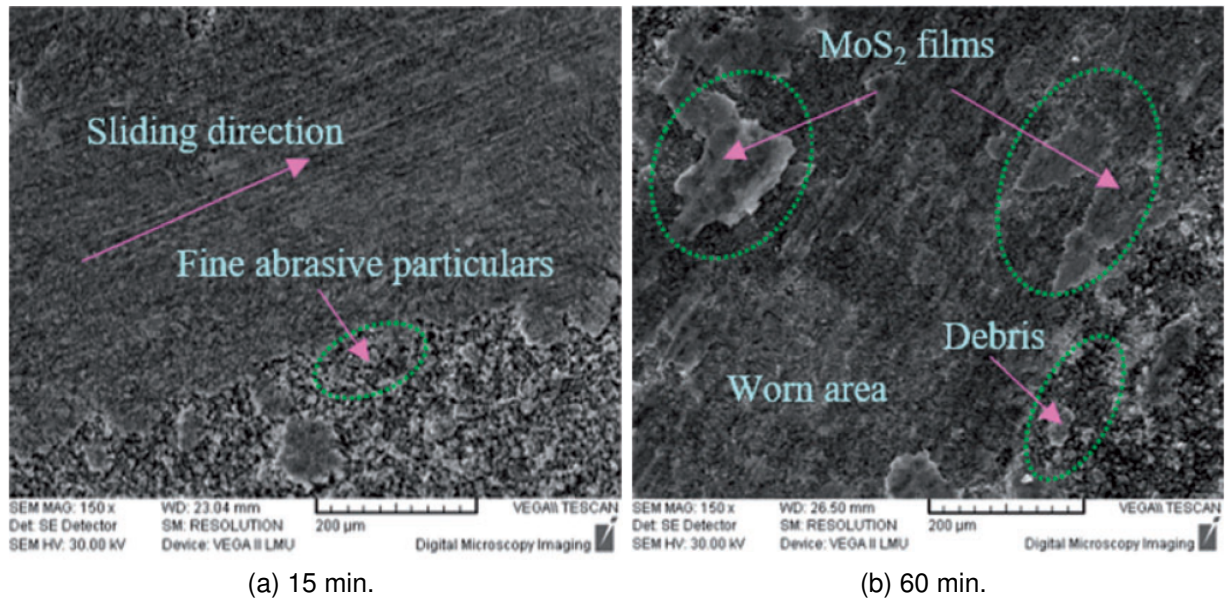


Figura 2.10: Imágenes SEM de nano-láminas superficiales desgastadas de MoS₂ a 500 °C [32].

Con todo lo anterior claro, se busca determinar y comprender las propiedades tribológicas que se desprenden del material al variar la distancia intralaminar, ya que es conocido que entre estas nano-láminas existen interacciones covalentes débiles de tipo Van der Waals que determinan las propiedades químicas y físicas del TiS₂ [33].

2.3. Estado del Arte

De acuerdo con el escaso conocimiento que se tiene actualmente en investigaciones respecto a propiedades tribológicas de nano-láminas de disulfuro de titanio, es que se hace fundamental tener como referencia poder lograr una comparación respecto a antecedentes y experimentos bibliográficos de otros compuestos sólidos que tendiesen a preservar comportamientos similares como lo son el disulfuro de molibdeno y grafeno, que ya se encuentran bastante estudiado.

El desarrollo creciente de los estudios propone una especial atención en la construcción de nanoestructuras que exhiben grandes áreas superficiales que buscan aprovechar las ventajas nanoquímicas, como lo son las capas ultrafinas que tienen estos nuevos materiales en estudio. En primera instancia, con la revelación del grafeno como material 2D en forma de monocapa y pocas capas, lleva a inmiscuirse en la búsqueda de nuevos lubricantes que tengan semejanza estructural. Estos compuestos ofrecen características beneficiosas respecto a propiedades físicas y químicas aplicadas en baterías recargables, catalizadores, membranas, recubrimientos conductores o inertes, entre otros. Singularmente, la síntesis de disulfuro de titanio es a través de microplacas mediante un método

de estado sólido a alta temperatura con tal de obtener nano-láminas de TiS_2 ultrafinas (Figura 2.11) a partir de la exfoliación por cizallamiento de las microplacas [34].

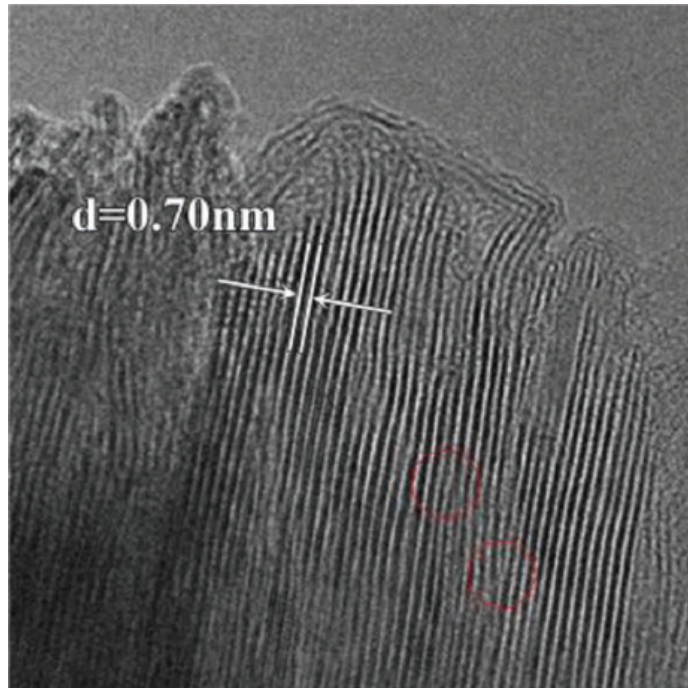


Figura 2.11: Nano-láminas de TiS_2 con distancias intralaminares de 0,7 nm [34].

Es conocido que los lubricantes orgánicos convencionales fallan velozmente a un alto vacío del espacio, en vista de la volatilización de los componentes orgánicos, por consiguiente para solucionar esa problemática es que se hace necesario el uso de lubricantes de película sólida inorgánica delgada, para así formar un aglutinante óptimo, el cual crea una matriz y es capaz de retener muchas partículas de lubricante en depósitos diminutos [35]. El efecto es que los lubricantes sólidos inorgánicos como disulfuro de molibdeno, grafito o películas de carbono evidencian mostrar un buen rendimiento tribológico, pero solo en entornos adecuados dadas las propiedades inherentes a sus materiales. Por eso es importante poder buscar nuevos compuestos que se adapten a entorno que cambian dinámicamente [36].

Entre varias características a denotar que poseen los materiales 2D en estudio para aplicaciones industriales, se observa que reducen fricción (Tabla 2.1), en forma de menores costos energéticos, ahorro de combustible y bajas temperaturas de funcionamiento. También mejoran la capacidad de carga, absorben impactos y previenen desgastes a causa de vibraciones, mayor vida útil y logran funcionar en condiciones secas [37].

Tabla 2.1: Coeficientes de fricción para 4 lubricantes sólidos a temperaturas ambientales.

Productos	Coeficientes de fricción	Rangos de temperatura (°C)	REF.
Grafito	0,25	25	[38]
MoS ₂	0,03 - 0,085	11 - 28	[39]
WS ₂	0,051	25	[40, 41]
PTFE	0,09	20	[42]

Con tal de darle sustento y una robusta aplicabilidad al material en estudio referente a los resultados esperados, se pretende demostrar que presenta bajo coeficiente de fricción, reducción del espesor del sustrato, como reducción del volumen de desgaste a determinadas concentraciones y cargas normales aplicadas, para así compararlos con otros compuestos usados en la actualidad, más bien ser similar o mejor al disulfuro de molibdeno como enfoque prioritario en este trabajo [43].

Capítulo 3

Metodología

En esta sección se busca dar a conocer el origen y producción del disulfuro de titanio para los compuestos de tipo prístino (P) y el de variación de la distancia intralaminar (OA), para así mostrar la manera en que se caracterizan ambos al utilizar el tribómetro, la interferometría de luz blanca y el microscopio óptico, al utilizar la estrategia de variar las concentraciones y cargar normales que se aplica en los sustratos de acero inoxidable donde se depositan los dos tipos de compuestos ya mencionados, explicitando el tipo de equipos e instrumentos de laboratorio que son utilizados para la elaboración de las soluciones que se adhieren al sustrato empleado.

3.1. Síntesis de TiS_2

Para la fabricación del recubrimiento TiS_2 OA (distancia intralaminar) investigado, se procede de la siguiente manera, primero el polvo comercial de TiS_2 (200 mg, Sigma-Aldrich) se dispersa en 20 mL de agua desionizada por medio del mecanismo de sonicación con sonda asistida por un baño de hielo (30 % de amplitud, 2 s encendido, 2 s apagado) con agitación simultánea durante 60 minutos en una campana extractora de gases. Luego, se agrega a la dispersión octilamina (Sigma-Aldrich) con una relación molar de Ti:N de 1:1 y se procede con la sonicación con agitación por 60 minutos. Después del tratamiento con ultrasonidos, la dispersión se continúa agitando durante 24 horas [44].

El producto se logra recuperar a través de una filtración al vacío por medio de una membrana de polímero (PTFE, Whatman, tamaño de poro $1 \mu\text{m}$) y se lava con aproximadamente 500 mL de etanol, antes de secarse en un horno de vacío a $80 \text{ }^\circ\text{C}$ durante la noche (Figura 3.1).

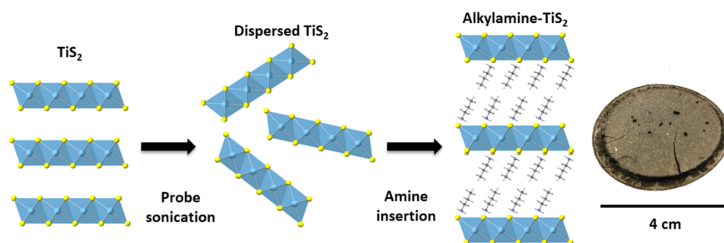
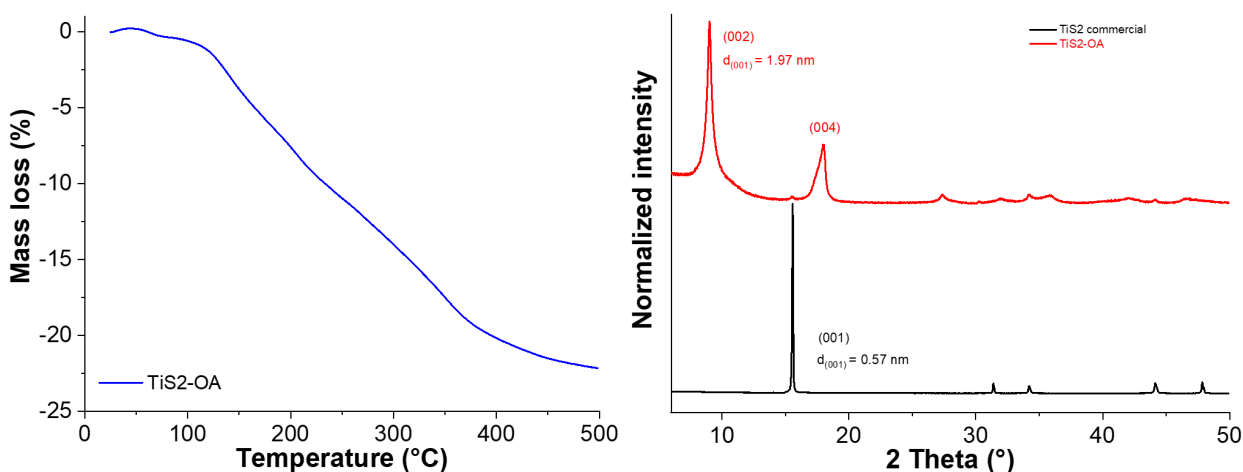


Figura 3.1: Etapas principales para la fabricación del TiS_2 OA [44].

3.2. Caracterización del TiS₂

Previamente a la realización de la experimentación, se efectuó un análisis termogravimétrico para el TiS₂A en argón a una tasa de calentamiento de $5 \frac{K}{min}$ (Figura 3.2.a). Se observa que a temperatura ambiente el compuesto presenta una estabilidad térmica frente a la descomposición a temperaturas más altas, producto de una determinada reacción, con lo cual el porcentaje de masa perdida es prácticamente nula en las condiciones referentes a la realización de los ensayos tribológicos [45].

Se denota el comportamiento para ambos compuestos trabajados al usar difracción de rayos X, donde entre los patrones más destacados para el Prístino (commercial) se exhibe una fuerte orientación preferencial en el plano (001) a un peak de 2θ igual a $15,5^\circ$. Basado en estos resultados, se puede estimar una distancia intralaminar en el TiS₂ prístino de 0,57 nm. En cambio, para el OA se presenta una orientación clara en el plano (002) a un peak de 2θ igual a 7° . Para esta muestra, la distancia intralaminar se puede calcular como 1,97 nm, como se analiza en la Figura 3.2.b). Esto refleja que existe un cambio de la distancia intralaminar en un factor de 4 del recubrimiento de P al de OA [46].

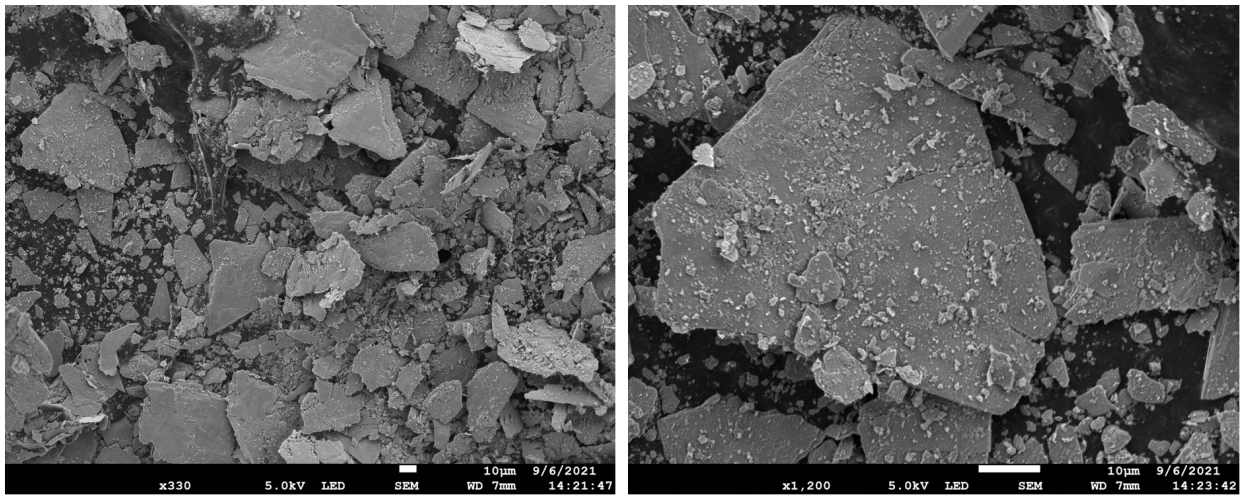


(a) Porcentaje de masa perdida para el TiS₂ OA.

(b) Intensidad normalizada para el TiS₂ P y OA.

Figura 3.2: Gráficos respecto a la masa perdida y la intensidad normalizada para el TiS₂ P y OA. [46].

Se hace uso de microscopía electrónica de barrido para examinar la geometría del recubrimiento P a una escala microscópica de $10 \mu m$, donde existe la presencia de varias nano-láminas (capas) con planos estructurales cristalográficos que relatan de una preferente exfoliación, del mismo modo las conformaciones son escamosas y con una tendencia a fracturarse en planos nano-laminares como se puede observar en la Figura 3.3, donde para una misma imagen se captan magnificaciones de x330 y x1.200 [46].



(a) TiS_2 P a un aumento de x330.

(b) TiS_2 P a un aumento de x1200.

Figura 3.3: Imágenes del TiS_2 P para magnificaciones a x330 y x1.200 [46].

3.2.1. Tratamiento y Diseño

Para realizar una correcta identificación de los parámetros a medir se utilizan tres equipos para así generar datos y gráficos fidedignos en cuanto a los fenómenos que suceden al aplicar fricción a los dos tipos de recubrimientos estudiados.

3.2.1.1. Tribometría

Se emplea un tribómetro multifuncional donde cada sustrato de acero inoxidable está cubierto por cada uno de los disulfuros de titanio a distintas concentraciones a tratar, para luego ser colocados en la base de este equipo, para que la plataforma donde se coloca una bola de acero genere pruebas de fricción lineal sobre el sustrato con revestimiento, de esa manera se inicia el software que viene con el equipo ajustando el tipo de carga normal que se aplica, durante un tiempo de 15 minutos a una frecuencia fija y velocidad constante de $2,5 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$ para todos los ensayos, con lo cual se genera un set de datos respecto al tiempo de los valores de COF que se obtienen a medida que se realiza el trabajo descrito.

3.2.1.2. Interferometría de luz blanca

Se hace uso del WLI para adquirir en los recubrimientos la rugosidad superficial, así como el espesor respecto a lo medido en el microscopio previo al desgaste, para cumplir con lo explicado se ocupa el programa de este equipo junto al software MountainsLab 9 para elaborar las mediciones y los parámetros que se desean para elaborar gráficos y valores explicativos de los fenómenos tribológicos.

3.2.1.3. Microscopía óptica

Se utiliza para observar en detalle la homogeneidad de ambos lubricantes sobre el sustrato de acero inoxidable luego de su fabricación con el lente objetivo de 20x para producir una imagen que denote una correcta dispersión del material 2D sobre el acero

inoxidable con tal de que sea representativa la zona que se inspecciona respecto a toda la superficie. Asimismo, este equipo resulta de crucial para examinar las pistas de desgaste presentes en el recubrimiento luego de haber sometido al desgaste en el tribómetro, para ello se hace uso del lente objetivo de 20x, con tal de producir imágenes detalladas a escala de micrómetros para reconocer las tribocapas y zonas de desgaste producto de la fricción ya realizada. Cabe destacar que para la manipulación de las imágenes y detalles de cada muestra se emplea el software que viene junto a este equipo, así como el programa ImageJ.

3.3. Condiciones claves

Para el trabajo es de vital importancia considerar dos elementos a explicar en detalle con tal de generar un recubrimiento acorde a lo experimental, así como el cuerpo que aplica la carga sobre el material analizado para la formación de desgaste por medio de la fricción.

3.3.1. Spray Coating

Se usa un aerógrafo Master Airbrush de modelo G25 que presenta entre sus características doble acción como gatillo de aire y control de fluido; una alimentación de flujo por gravedad de 1/16 onzas; una aguja de 0,2 mm, presión de trabajo de 15-50 psi y un patrón de rociado por medio de una raya de 1" de ancho (Figura 3.4), este se ubica de forma fija en un soporte universal de forma vertical a unos 14,5 cm desde la boquilla de este hasta el agitador magnético, para así poder aplicar la solución (recubrimiento) sobre el sustrato tanto de acero inoxidable como de vidrio, para generar un ensayo homogéneo en cuanto a la dispersión del material en toda la superficie, con tal de tener resultados reproducibles al momento de realizar las pruebas. Es importante destacar que el flujo de spray a utilizar sea continuo en todo momento y evitar cortes durante el almacenamiento del material 2D en el sustrato, así como cuidar de que esté bien limpio el implemento antes de utilizar para evitar que impurezas deterioren la calidad de la solución aplicada.



Figura 3.4: Aerógrafo utilizado en la fabricación de los recubrimientos de ambos compuestos a distintas concentraciones.

3.3.2. Bolas de acero

Para aplicar fricción a determinadas concentraciones producto de la carga normal por medio de bolas de acero (Figura 3.5) que son ubicadas en un holder en el sensor de fuerza 2D, las cuales se denominan E52100 que son una aleación de acero templado de 4 mm de diámetro, que tienen la función de originar pistas de desgaste sobre el recubrimiento de forma lineal con un determinado número de ciclos, ya que la idea es estudiar el COF, o sea el desgaste observado y las implicancias que conlleva el uso del disulfuro de titanio en cuanto a sus dos composiciones químicas analizadas para los parámetros.



Figura 3.5: Bolas de acero usadas como cuerpo encargado de aplicar la carga normal sobre el recubrimiento para dar origen a pistas de desgaste.

3.4. Estrategia de ensayos tribológicos

Para lograr un adecuado análisis de los resultados, es fundamental poder variar variables externas que juegan un papel crucial al momento de comprender por qué algunos parámetros cambian al aplicar distintas cargas normales como concentraciones a los sustratos de acero inoxidable con ambos recubrimientos por separado, la noción es explicitar con que valores se trabajan en este estudio de un material 2D.

3.4.1. Concentración

Se fabrican recubrimientos tanto para el TiS_2 P y TiS_2 OA por separado en cada sustrato tanto de acero inoxidable como de vidrio, donde las concentraciones son de $0,1 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$; $0,25 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$; $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$; $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$; $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ y $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$.

3.4.2. Carga Normal

A los recubrimientos ya fabricados tanto para el TiS_2 P y TiS_2 OA por separado en cada sustrato, se le aplican las siguientes cargas normales por medio de un sensor de fuerza 2D (Figura 3.6).



Figura 3.6: Sensor de fuerza 2D con un rango de carga máxima de hasta 5 N, localizado en el tribómetro multifuncional [47].

Además, se dan a conocer las ecuaciones utilizadas para el cálculo de la presión de contacto de Hertz (Ver Anexo A) y en la Tabla 3.1 se muestran los principales resultados finales para cada carga normal junto a los valores de las variables usadas, relacionados solo para el caso del sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento tomado como referencia: 50 mN (0,31 GPa), 100 mN (0,39 GPa), 200 mN (0,49 GPa), 400 mN (0,62 GPa), 800 mN (0,78 GPa) y 1500 mN (0,96 GPa) con una bola de acero que desliza de forma lineal por 15 minutos para cada uno de los recubrimientos, además de generar 5 pistas de desgaste por cada carga aplicada a cada concentración.

Tabla 3.1: Magnitudes de los parámetros necesarios para determinar los valores de cada presión de contacto de Hertz para cada carga normal aplicada en el estudio.

Parámetros de entrada			
Parámetro	Bola de acero	Sustrato	Presión (GPa)
Forma del cuerpo	Esfera	Placa plana	-
Relación de Poisson	$\nu_1 = 0,30$	$\nu_2 = 0,27$	-
Módulo de Young (GPa)	$E_1 = 210$	$E_2 = 196,5$	-
Diámetro del cuerpo (mm)	$D_1 = 4$	$D_2 = \infty$	-
Fuerza aplicada (mN)	50		0,3091
	100		0,3894
	200		0,4906
	400		0,6181
	800		0,7788
	1500		0,9604

3.5. Materiales y equipos

La idea es describir y hacer notar las características de cada uno de los componentes y herramientas que se enuncian y son destinadas a la presente tesis.

1. Materiales (solutos y solventes) (Figura 3.7):

- a) Disulfuro de titanio prístino: Lubricante sólido 2D que se desea estudiar como referencia.
- b) Disulfuro de titanio con distancia intralaminar: Lubricante sólido 2D que se estudia al variar la distancia entre sus nano-láminas.
- c) Sustrato recubrimientos: Capa cuadrada de acero inoxidable AISI 304 de 20 mm de lado, donde se aloja el recubrimiento.
- d) Sustrato espesores: Capa cuadrada de vidrio de 22 mm de lado, donde en una zona se deposita el recubrimiento y la otra permanece invariable con ayuda de Kapton.
- e) Etanol: Alcohol 95° con un peso molar de 46,07. Se utiliza para limpiar los instrumentos de laboratorio, así como solvente para la solución de los recubrimientos.
- f) Alcohol isopropílico: Solvente utilizado para limpiar los sustratos al dejarlos en el sonicador.
- g) Agua desmineralizada: Solvente de calidad bidestilada con una dureza de 0 PPM, se hace uso para la limpieza del aerógrafo y al cambiar de tipo de disulfuro de titanio.

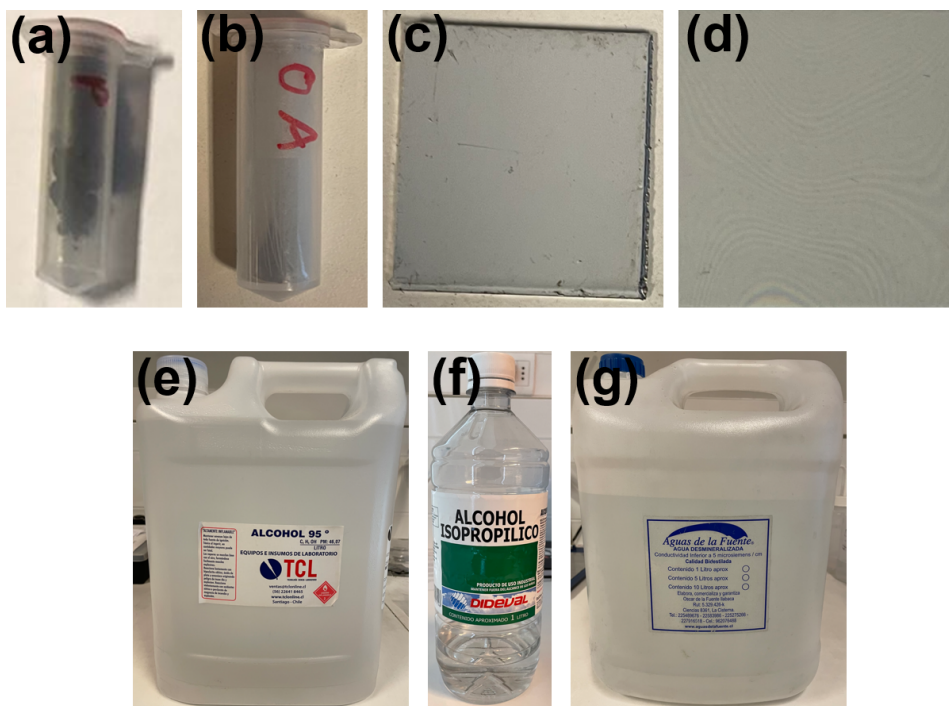


Figura 3.7: Materiales de laboratorio: TiS_2 P (a); TiS_2 OA (b); Sustrato recubrimientos (c); Sustrato espesores (d); Etanol (e); Alcohol isopropílico (f); Agua desmineralizada (g).

2. Equipos (Figura 3.8):

- a) Tribómetro multifuncional: Equipo MFT-5000 de última generación que contiene un tribómetro versátil capaz de soportar distintas cargas normales, además trae un perfilómetro 3D que tiene integrado un interferómetro de luz blanca. Con este aparato es posible medir COF en los recubrimientos, así como las rugosidades y espesores [47].
- b) Microscopio óptico: Equipo Axioscope 5/7/Vario (microscopio vertical) que cuenta con magnificaciones de 5x y 20x para observar la homogeneidad de los recubrimientos y sustratos de acero inoxidable, incluyendo la examinación de las pistas de desgaste por cada ensayo tribológico.
- c) Termómetro digital: Equipo RS PRO, RS 52 que sirve para buscar la temperatura adecuada en la placa calefactora para realizar el spray-coating de forma óptima.
- d) Agitador magnético con placa calefactora: Equipo MSH-A cubierto de aluminio donde se posiciona el sustrato para almacenar el recubrimiento que viene del aerógrafo.
- e) Balanza digital: Balanza analítica AS 60/220.R2 PLUS, se puede pesar la cantidad de soluto que se necesita para fabricar las soluciones.
- f) Computador (PC): Sistema operativo Windows 10, es clave para poder trabajar con el multímetro multifuncional y con el microscopio óptico, dado que cuenta con software y recibe los datos de acuerdo con las mediciones que se requieran realizar.
- g) Compresor de aire: Master Airbrush Modelo TC-320, se configura con una presión de $20 \frac{lb}{in^2}$ para que el fluido proveniente de la solución de los viales tenga un flujo adecuado para recubrir el sustrato.
- h) Baño de ultrasonido (sonicador): Equipo que se utiliza para generar una solución homogénea de los recubrimientos a través de la agitación de las partículas del medio.
- i) Secador eléctrico: Se emplea para secar los viales y sustratos luego de la sonicación y para realizar una limpieza adecuada de los implementos.

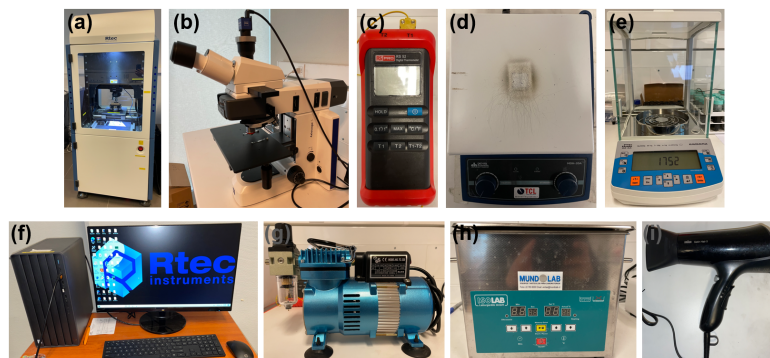


Figura 3.8: Equipos de laboratorio: Tribómetro multifuncional (a); Microscopio óptico (b); Termómetro digital (c); Agitador magnético con placa calefactora (d); Balanza digital (e); Computador (f); Compresor de aire (g); Baño de ultrasonido (h); Secador eléctrico (i).

3.6. Preparación de los recubrimientos de TiS_2

Para la elaboración del revestimiento de disulfuro de titanio tanto para el P como OA, es necesario disponer de guantes para lavar viales de vidrio con agua desmineralizada y hacer uso del secador eléctrico. Seguidamente, se cogen tubos de micro-centrífuga que contienen ambos tipos de recubrimiento. Luego se debe masar en la balanza digital con la micro-espátula la cantidad necesaria de soluto para poder mezclarlo con etanol en un determinado vial (Figura 3.9 (a, b, c, d, e, f)).

A continuación, se conecta el baño de ultrasonido, donde se deben colocar viales con la solución realizada dentro de vasos de precipitados por 1 hora para generar una dispersión homogénea (Figura 3.9 (g, h, i, j, k, l)). Mientras tanto se le quitan los adhesivos a los sustratos de acero inoxidable para dejarlos en vasos de precipitado junto a alcohol isopropílico por 30 minutos, también en el sonicador para obtener una superficie bien limpia y sin rayaduras, dado que los resultados son influenciados por estos detalles.

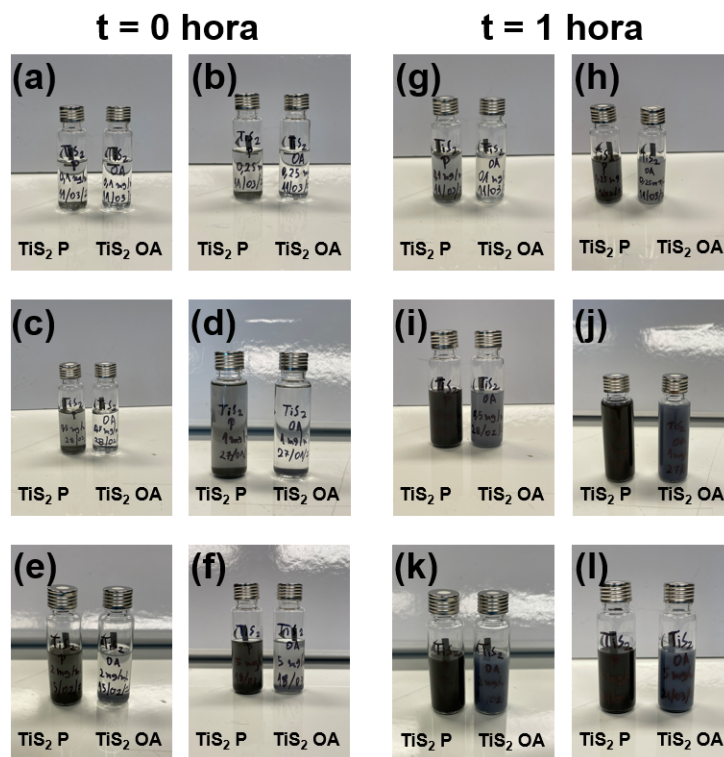


Figura 3.9: Fabricación de varias concentraciones para los dos recubrimientos estudiados, al inicio ($t=0$ horas) se mezcla el soluto de TiS_2 con etanol y al final ($t=1$ hora) las soluciones se encuentran sonicadas y listas para ser usadas en la etapa de spray-coating, donde al ser inyectadas en el aerógrafo, éstas se depositan sobre el sustrato de acero inoxidable para generar los recubrimientos a analizar.

Soluciones de TiS_2 P y OA con etanol antes de sonicar para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (b); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (c); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (d); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (e); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (f). Soluciones de TiS_2 P y OA con etanol después de sonicar para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (g); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (h); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (i); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (j); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (k); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (l).

Mientras la sonicación se lleva a cabo, es óptimo en virtud del tiempo instalar el compresor de aire junto a su manguera, y de paso acomodar el aerógrafo a esta última, para asentarlo en el soporte universal, que está lateral al agitador magnético con placa calefactora, donde lo ideal es que la temperatura esté en el rango de 100-120 °C, para medir esta variable se hace uso de multímetro digital. Cabe destacar que el aerógrafo debe colocarse de forma vertical, con la salida hacia abajo, y esta debe estar a 14,5 cm de la base del agitador magnético, midiendo esta distancia con la regla metálica. Ya con todo instalado, es beneficioso limpiar la entrada del aerógrafo con agua desmineralizada y etanol para generar buenos resultados.

Con el tiempo cumplido en el sonicador se extraen los viales y los sustratos, los primeros se secan con papel absorbente la superficie de los viales y los segundos deben colocarse sobre papel absorbente con la ayuda de la pinza de silicona para proceder a hacer uso del secador eléctrico, y cada una de estos sustratos limpios y secos, posicionarlos al centro del agitador magnético. Se abre el vial con la dispersión homogénea y se introduce una pipeta Pasteur sobre este, para capturar 2,0 mL de volumen y de forma intermitente dejar caer gota a gota el compuesto sobre la taza de depósito, y a la vez presionar el aerógrafo aplicando la técnica de spray-coating cerciorándose de que todo el contenido ingresado se deposite bien al centro del sustrato para producir recubrimientos de calidad (Figura 3.10). Se repite este proceso para cada uno de los sustratos de acero inoxidable, y la idea es retirar y guardar cada recubrimiento sobre papel aluminio con ayuda de cinta adhesiva y almacenarlos en placas de Petri donde se debe colocar el tipo de concentración creada con el marcador, y cortar una cinta de sellado para evitar que al lubricante no le ingrese polvo e impurezas al momento de estudiarlas en los equipos.

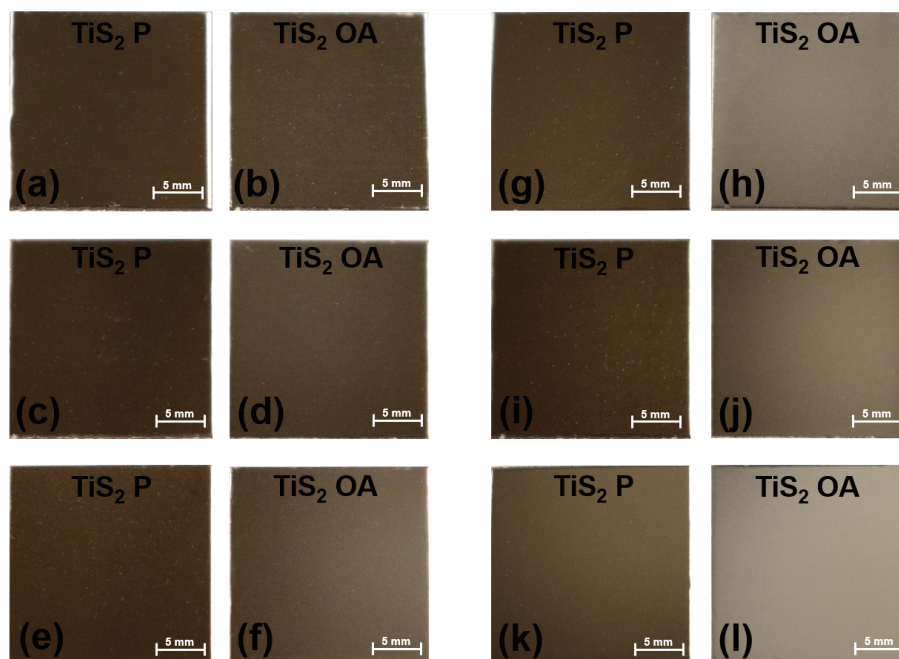


Figura 3.10: Recubrimientos de TiS₂ P y OA con etanol sobre el sustrato de acero inoxidable después de sonicar para las siguientes concentraciones: 0,1 $\frac{mg}{mL}$ (a, b); 0,25 $\frac{mg}{mL}$ (c, d); 0,5 $\frac{mg}{mL}$ (e, f); 1,0 $\frac{mg}{mL}$ (g, h); 2,0 $\frac{mg}{mL}$ (i, j); 5,0 $\frac{mg}{mL}$ (k, l).

Es importante aclarar que al momento de realizar los ensayos tribológicos en el tribómetro con el uso de bolas de acero, por cada ensayo de 15 minutos que se realiza, se debe limpiar la superficie de esta con etanol para evitar que quede lubricante que pueda arrojar valores sesgados.

3.7. Uso de softwares

3.7.1. ImageJ

Se realiza un procedimiento para un tratamiento digital de poros y grietas con tal de dar cuenta de la homogeneidad de los recubrimientos en cuanto a su concentración sobre el sustrato de acero inoxidable. Al abrir la aplicación se deben importar las imágenes respecto a la carpeta donde están contenidas con la opción secuencia de imágenes. Enseguida se deben escalar las figuras con el comando 'straight' para trazar una línea sobre el tamaño de la escala con la cual se tomaron las fotos que para el trabajo son de $50 \mu m$, para así ir a analizar y establecer la escala, donde se debe indicar la distancia conocida que es de 0,76 para las imágenes usadas, y en la unidad de largo debe colocarse μm . Después se busca verificar que la escala calculada con las figuras a examinar sea la misma para lograr resultados fidedignos. Se continúa convirtiendo las imágenes a escala de grises, para lo cual se usa el comando imagen, se le da a tipo y se elige 8-bit, para proceder a normalizar las imágenes donde la idea es dirigirse a proceso y dar clic a mejorar el contraste donde se selecciona normalizar. Es importante notar que al pasar el puntero sobre la imagen el color negro muestra en el visor el valor 0 y el blanco 255. Avanzando se debe ir a imagen, ajustar y colocar umbral local automático y seleccionar el método de Sauvola. Finalmente, en proceso se elige binario y así llenar agujeros para tener un mejor aspecto a medir, y en seguida se vuelve ir a binario, pero seleccionar opciones y en la ventana que se despliega en 'Do' colocar 'Close', con ello la imagen queda lista para ser guardada y trabajada con el analizador tanto para las mediciones como para analizar las partículas, con tal de estudiar la homogeneidad de manera cuantitativa [48].

3.7.2. MFT18R4c Tribometer

Al entrar a este software y elegir la opción del tribómetro llamada students training reciprocating motion.Rx, se despliega una ventana donde se debe configurar la duración, el tipo de movimiento, la carga normal, la distancia, velocidad y aceleración que debe realizar el cuerpo (bola de acero) que genera la fricción en el recubrimiento en el sustrato de acero inoxidable para determinar los ciclos. A medida que transcurre la prueba se genera un gráfico dinámico que muestra el COF, la fuerza normal y la fuerza tangencial que recibe el recubrimiento al estar en contacto con las dos superficies. Al momento de finalizar el ensayo, el programa genera archivos .CVS donde se almacenan los parámetros y variables relevantes del mecanismo asociado a la fricción.

3.7.3. MFT18R4c Profiler

Este programa, que viene junto al equipo multifuncional, comprende de una ventana dinámica donde se debe configurar el interferómetro de luz blanca, ajustando el tipo de lente objetivo que se usará, además de ir cambiando la luminosidad que por lo general debe estar entre 11 y 13 cd para una mejor evaluación de la superficie y adecuando un

focus que por lo general es de 25 μm sobre y debajo del sustrato de acero inoxidable con el recubrimiento. Además, es posible configurar el tamaño de imagen que se necesite y las pistas o singularidades importantes de estudiar por medio del multiscan. Cabe destacar que se puede medir la rugosidad superficial en la interfaz de este programa para varios parámetros como son el Ra y Rq. Las imágenes que se generan se utilizan con MountainsLab 9 para medir los parámetros como rugosidad y espesor en detalle.

3.7.4. OriginPro

Los archivos .CSV obtenidos mediante el software MFT18R4c se agrupan para generar un promedio por cada 5 pistas de desgaste a la misma concentración y carga normal aplicada, es por ello que para establecer una línea de tendencia adecuada para el COF del material en estudio, se utiliza la herramienta de análisis procesamiento de señal para aplicar un smooth usando el método de adjacent-averaging con peso promedio para 150 puntos de ventana manteniendo esto constante para cada muestra que se desee estudiar.

3.7.5. ZEN

El microscopio óptico lleva consigo un software que permite visualizar continuamente la muestra bajo los lentes objetivos que para este trabajo son de una magnificación de 5x y 20x para observar la cantidad de recubrimiento que se deposita sobre el sustrato de acero inoxidable con tal de examinar la homogeneidad de la muestra. Además, luego de realizar el desgaste del recubrimiento producto del tribómetro, quedan pistas de desgaste que muestran los fenómenos físicos-químicos que se producen respecto a la fricción generada, para visualizar a detalle los cambios que sufre el recubrimiento es que se debe mirar en detalle las huellas y lograr una interpretación fidedigna de los mecanismos.

3.7.6. MountainsLab 9

Se hace uso del presente software para la medición de superficies al analizar datos tanto de profilometría y topografía para los recubrimientos adheridos a los sustratos de acero inoxidable y vidrio. Antes de ejecutar el programa se hace necesario contar con las imágenes obtenidas por el WLI y su software MFT18R4c Profiler para cada una de las muestras relevantes a examinar. Seguidamente en el software se selecciona la plantilla Topografía (3D) y en textura superficial se escoge topografía básica de la superficie, en donde se debe abrir la imagen del recubrimiento a estudiar que debe estar en formato .bcrf, para que así con las herramientas de la pestaña operadores, lograr nivelar la foto y generar un perfil correcto a estudiar. Luego se debe presionar en extraer perfil para elegir las zonas donde se examinará en detalle el recubrimiento elegido, es por ello que se hace necesario generar varias extracciones en múltiples zonas, con tal de poder llegar a tener un valor promedio significativo. A medida que van apareciendo las gráficas en la plantilla en estudio, se irán estudiando diferentes criterios. Para obtener la rugosidad, se debe ir a la pestaña estudios sobre cada gráfica y así colocar tabla de parámetros, con eso se despliegan el Ra y Rq, que próximamente se promedian para tener un valor aterrizado. Además, para el cálculo del espesor se extraen nuevamente perfiles, pero en la pestaña de estudios se escoge medida de distancia, donde uno debe manualmente escoger con sensatez los puntos críticos y óptimos a seleccionar para generar una magnitud considerable, queda de manifiesto que es necesario promediar varias capturas. Finalmente, para

el volumen de desgaste se debe ir a la pestaña de estudios y seleccionar volumen de un hueco o un pico, donde en el gráfico interactivo se debe ejecutar manualmente las zonas donde claramente existe un desgaste producto de la fricción entre la bola de acero y el recubrimiento sobre el sustrato de acero inoxidable. Con todo lo anterior se dan a conocer tres parámetros importantes en la investigación.

Capítulo 4

Resultados y Discusiones

4.1. Homogeneidad

4.1.1. Sin recubrimiento

Al observar detenidamente la figura 4.1 se advierte que la superficie presenta un carácter estocástico con motivo de que el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento presenta una distribución equitativa en cuanto a la fabricación de su material por parte del acero inoxidable y asimismo no revela un amontonamiento de partículas que permitan generar una dispersión desequilibrada de datos al analizar la muestra. En la imagen visualizada por ImageJ (Figura 4.1.b) se condice lo expresado anteriormente y se presenta la aleatoriedad del material en toda el área estudiada, lo que es primordial a la hora de realizar los ensayos con los recubrimientos estudiados para tener resultados lo más imparcial al momento de examinar los efectos tribológicos al aplicar las cargas normales.

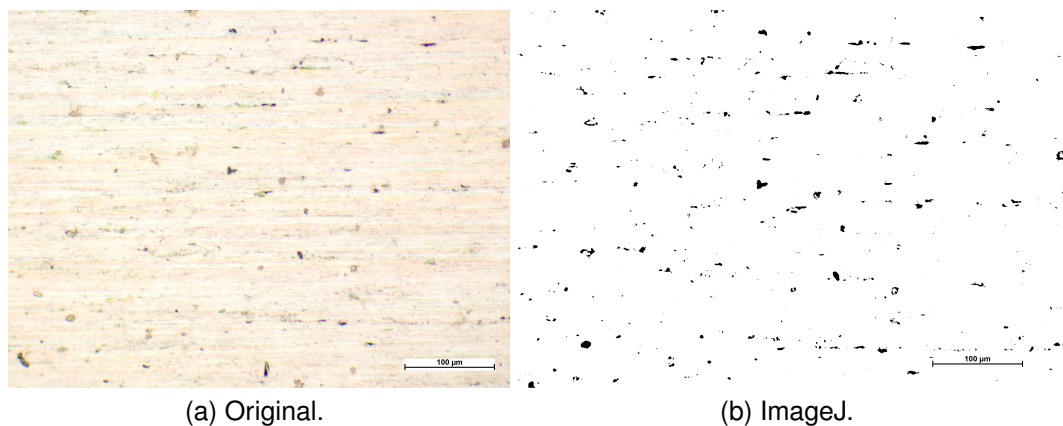


Figura 4.1: Homogeneidad del sustrato de acero inoxidable sobre el que se deposita el recubrimiento.

- a) Superficie del sustrato de acero inoxidable visto por un microscopio óptico a una magnificación de x20.
- b) Superficie del sustrato de acero inoxidable tratado por el software ImageJ a una magnificación de x20.

4.1.2. TiS_2 P y TiS_2 OA a distintas concentraciones

Al examinar el disulfuro de titanio P se reconoce que al aumentar la cantidad de concentración rociada por el aerógrafo sobre el sustrato de acero inoxidable, el acopio es mayor y resulta efectivo para lograr una superficie homogénea al dispersarse las partículas de la solución a lo largo de todo el acero como se percibe en la Figura 4.2.

Al ir incrementando la concentración del recubrimiento P desde $0,5 \frac{mg}{mL}$ a $5,0 \frac{mg}{mL}$, se consigue un acabado mejor en cuanto a la solución que se deposita sobre el sustrato de acero inoxidable, lo cual queda de manifiesto al contemplar las imágenes estudiadas en ImageJ.

Además, se consigue captar que hay mayor presencia de aglomeraciones de los recubrimientos, en cuanto mayor es la concentración depositada sobre los sustratos, lo cual queda de manifiesto especialmente en concentraciones de $1,0$; $2,0$ y $5,0 \frac{mg}{mL}$ tanto en P (Figura 4.2.(g, h, i, j, k, l)) como en OA (Figura 4.3.(g, h, i, j, k, l)), respectivamente.

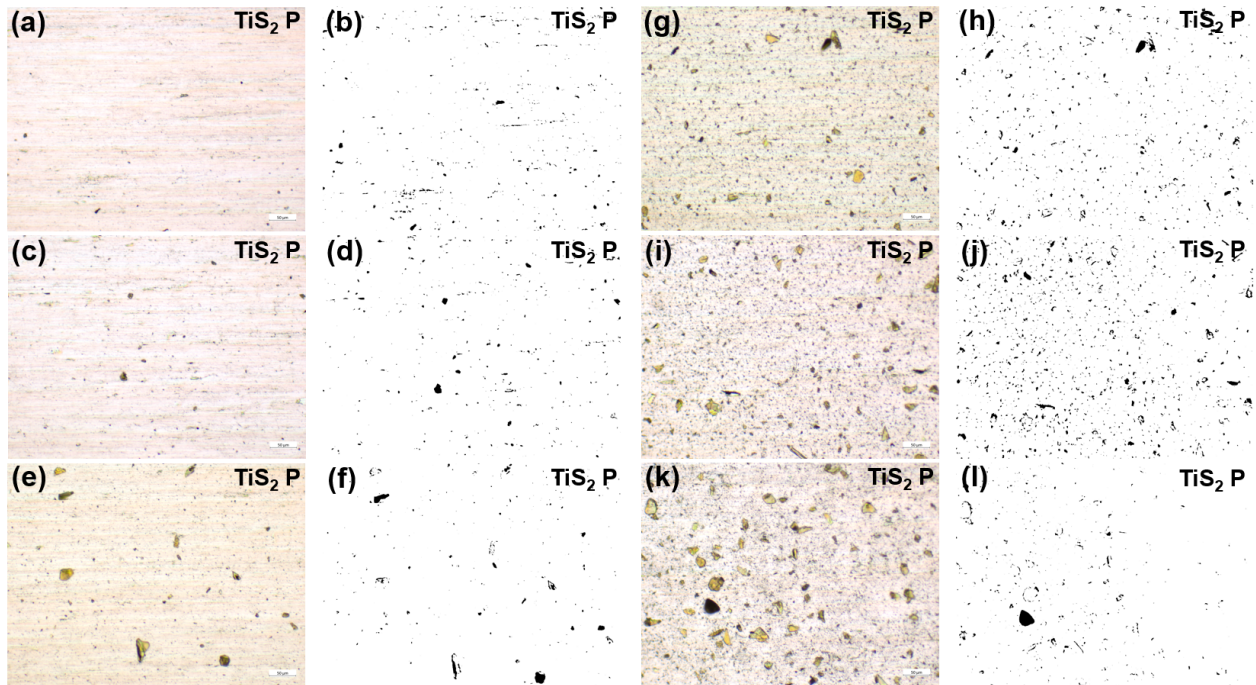


Figura 4.2: Homogeneidad de TiS_2 P por microscopía óptica e ImageJ para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a, b); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (c, d); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (e, f); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (g, h); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (i, j); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (k, l).

Para el caso del recubrimiento de OA, el fenómeno de dispersión del recubrimiento homogéneamente concentrado en la superficie se cumple, aunque el material es más visible y se distingue por poseer una opacidad característica, como se divide en la Figura 4.3.

Lo anterior permite aclarar que existe una acumulación mayor del recubrimiento en la superficie de estudio, preferentemente a concentraciones mayores a $0,5 \frac{mg}{mL}$, lo que resulta positivo dado que gran parte de la metodología fue realizada en el rango de estas

últimas concentraciones.

Al comparar ambos recubrimientos detenidamente, el P tiene sus partículas más dispersas respecto al OA, así como estructuras más irregulares en cuanto a la forma y al contorno que evidencian. Por ende, lo anterior da énfasis a que, al analizar las imágenes en blanco y negro, las partículas del OA sean más grandes y mejor distribuidas en la escala de $50 \mu m$ para lo cual fueron estudiados todos los ensayos, por lo que a concentraciones altas queda de manifiesto lo expuesto.

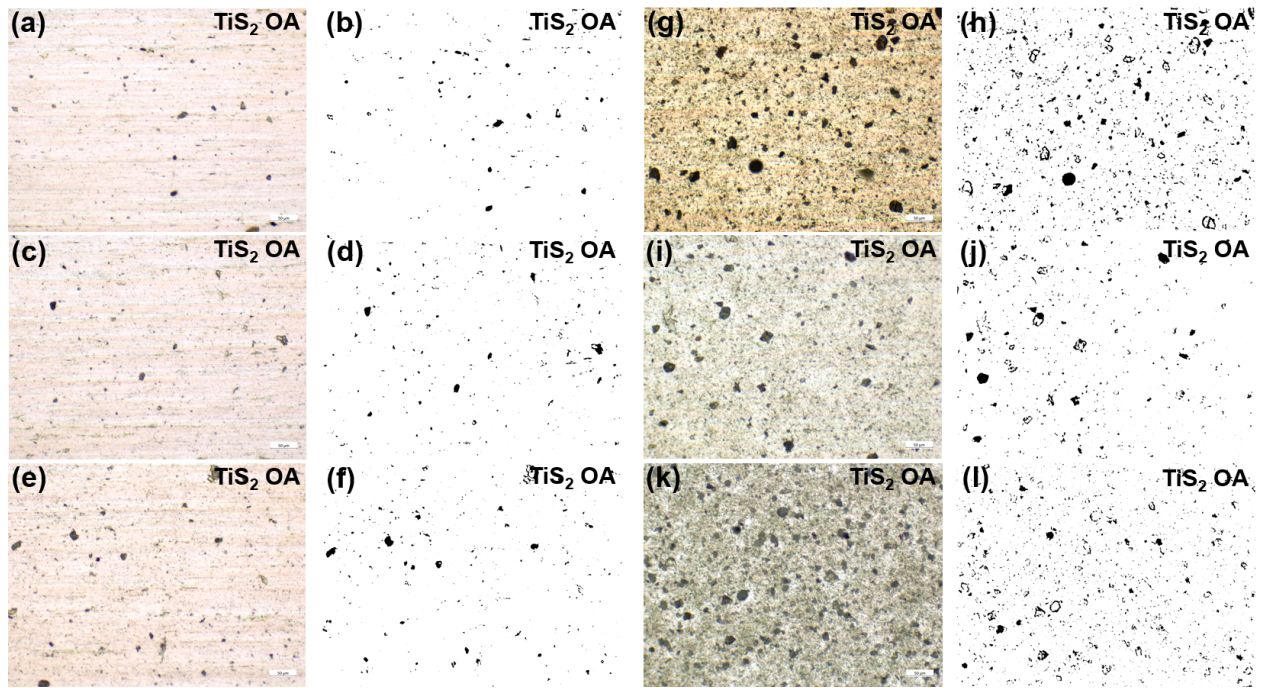


Figura 4.3: Homogeneidad de TiS_2/OA por microscopía óptica e ImageJ para las siguientes concentraciones: $0,1 \frac{mg}{mL}$ (a, b); $0,25 \frac{mg}{mL}$ (c, d); $0,5 \frac{mg}{mL}$ (e, f); $1,0 \frac{mg}{mL}$ (g, h); $2,0 \frac{mg}{mL}$ (i, j); $5,0 \frac{mg}{mL}$ (k, l).

4.2. Rugosidad superficial

4.2.1. Sin recubrimiento (acero inoxidable)

Al indagar los parámetros de la rugosidad obtenidos por medio del WLI para el estudio de la referencia, donde con el software MountainsLab 9 se examina el área del sustrato para tener un antecedente de la rugosidad que presente el acero inoxidable. Se observa que el R_a es de 0,0272 y el R_q es de 0,0331 (Tabla 4.1).

Se determina que el R_q no varía en demasía, por lo que se puede derivar que tanto la variación de crestas como valles al determinar el promedio de la rugosidad media no son relevantes, por ende no existe una sensibilidad clara debido a estas particularidades en los ensayos estudiados.

Tabla 4.1: Rugosidades (Ra y Rq) para el sustrato sin desgaste (sin recubrimiento).

Rugosidad: Sin recubrimiento				
Concentración ($\frac{mg}{mL}$)	Ra (μm)		Rq (μm)	
	Promedio	Desv. típica	Promedio	Desv. típica
Sin concentración	0.0272	0.30 %	0.0331	0.34 %

4.2.2. TiS_2 P

Se observa que con el prístino a $0,1 \frac{mg}{mL}$, la rugosidad presenta valores similares a la de la referencia sin variar prácticamente. Al trabajar a $0,25 \frac{mg}{mL}$ el Ra aumenta disminuye.

Al verificar los datos a $0,5 \frac{mg}{mL}$ hay una tendencia clara que al ir aumentando la concentración, la altura promedio de las asperezas es menor, pasando de un Ra de 0,0236 a 0,0222 (Tabla 4.2). Al aumentar la concentración a $1,0 \frac{mg}{mL}$ se logra observar un comportamiento algo distinto a lo anterior, aumentando las alturas de las rugosidades.

En el caso de concentraciones de 2,0 y $5,0 \frac{mg}{mL}$, el Ra disminuye su magnitud de manera gradual, lo cual deja en evidencia que existe una tendencia clara a que esta superficie sea más homogénea en cuanto a las singularidades de altura que presenta el recubrimiento.

Tabla 4.2: Rugosidades (Ra y Rq) para las pistas de TiS_2 P a diferentes concentraciones.

Rugosidad: TiS_2 P				
Concentración ($\frac{mg}{mL}$)	Ra (μm)		Rq (μm)	
	Promedio	Desv. típica	Promedio	Desv. típica
0,1	0,0282	0,76 %	0,0355	1,11 %
0,25	0,0236	0,09 %	0,0287	0,16 %
0,5	0,0222	0,42 %	0,0270	0,54 %
1,0	0,0277	0,50 %	0,0338	0,59 %
2,0	0,0266	0,48 %	0,0337	0,67 %
5,0	0,0261	0,62 %	0,0323	0,60 %

4.2.3. TiS₂ OA

Al examinar el recubrimiento OA a una concentración de $0,1 \frac{mg}{mL}$, el Ra es de 0,0193. Para una concentración de $0,25 \frac{mg}{mL}$ el Ra aumenta de forma clara.

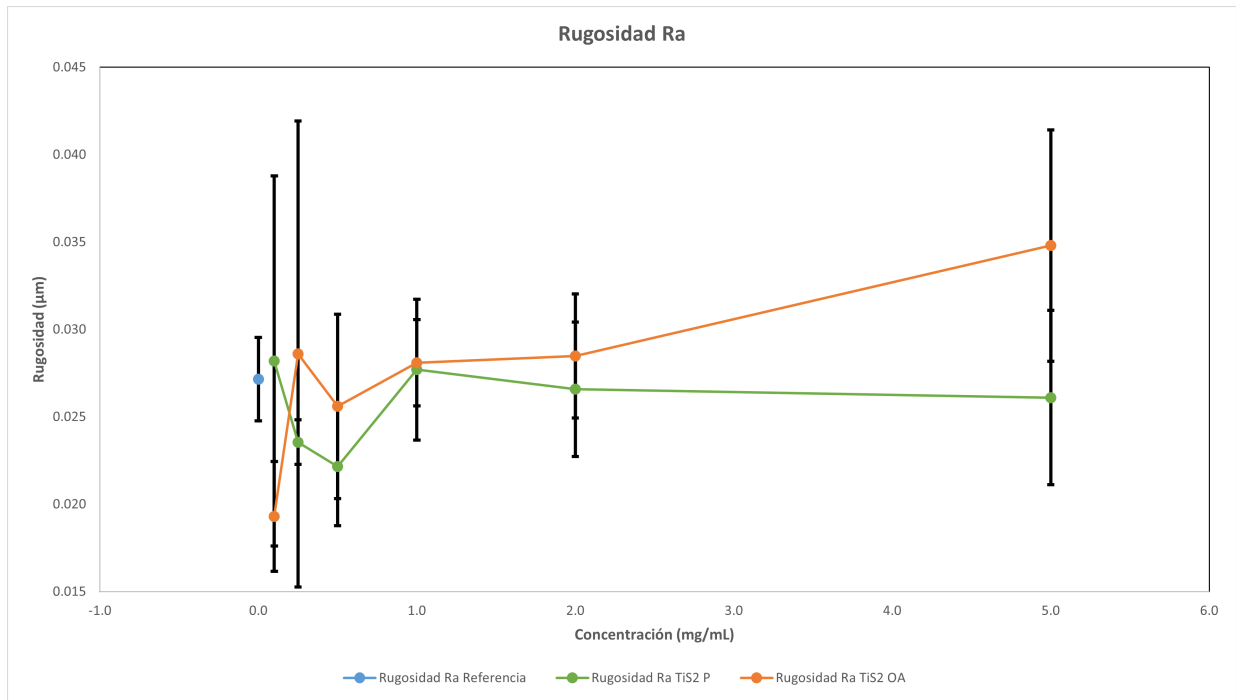
A $0,5$ y $1,0 \frac{mg}{mL}$ se logra observar una clara tendencia a aumentar en el valor del Ra, lo cual indica que la altura promedio de las asperezas aumenta.

Además, al reconocer que a $2,0$ y $5,0 \frac{mg}{mL}$ el Ra presenta valores mayores a más carga normal aplicada sobre el revestimiento, esto relata que la altura promedio de todas las singularidades es cada vez mayor respecto a todos los casos anteriores, alcanzando un Ra máximo de 0,0348 (Tabla 4.3) a la mayor concentración usada en este trabajo.

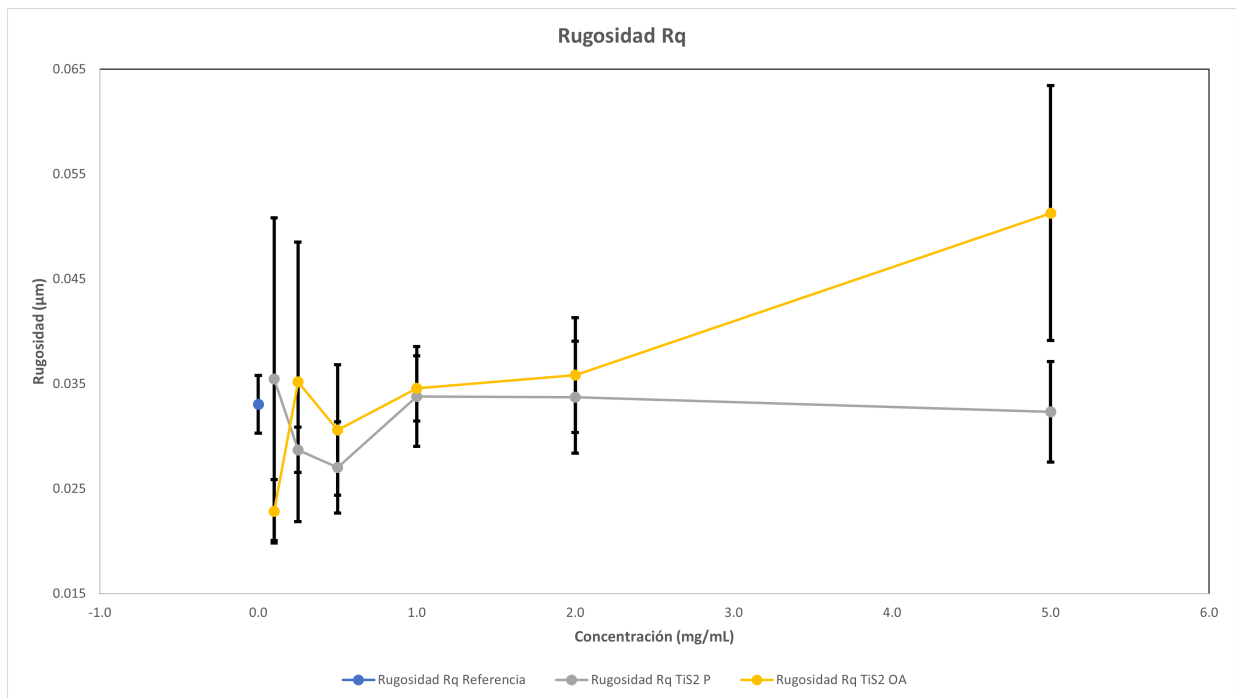
Tabla 4.3: Rugosidades (Ra y Rq) para las pistas de TiS₂ OA a diferentes concentraciones.

Rugosidad: TiS ₂ OA				
Concentración ($\frac{mg}{mL}$)	Ra (μm)		Rq (μm)	
	Promedio	Desv. típica	Promedio	Desv. típica
0,1	0,0193	0,23 %	0,0229	0,22 %
0,25	0,0286	0,96 %	0,0352	0,96 %
0,5	0,0256	0,66 %	0,0306	0,78 %
1,0	0,0281	0,31 %	0,0346	0,39 %
2,0	0,0285	0,44 %	0,0358	0,68 %
5,0	0,0348	0,83 %	0,0513	1,52 %

Respecto a la Figura 4.4.a queda de manera clara que el Ra presenta siempre valores menores que el Rq que aparece en la Figura 4.4.b para todos los ensayos realizados, respecto a la referencia y a los recubrimientos respectivos. A concentraciones bajas no hay una tendencia clara en cuanto a la rugosidad de las superficies analizadas, pero para el caso del P hay una tendencia a disminuir la rugosidad al elevarse la concentración, en cambio, para el OA si la concentración se hace cada vez mayor la rugosidad crece de manera considerable. El OA presenta mayores variaciones en cuanto a las alturas de sus mismas asperezas.



(a) Rugosidades Ra.



(b) Rugosidades Rq.

Figura 4.4: Gráficos de rugosidades Ra y Rq a diferentes concentraciones.
 (a): Curvas de rugosidad Ra para la referencia, TiS₂ P y TiS₂ OA.
 (b): Curvas de rugosidad Rq para la referencia, TiS₂ P y TiS₂ OA.

4.3. Espesor

4.3.1. TiS₂ P

En cuanto al reconocer los espesores para el recubrimiento P se usó como sustrato vidrio donde una zona de este se cubrió con Kapton y otra se dejó libre para que el recubrimiento se deposite, para luego retirar el adhesivo para hacer uso del WLI y de MountainsLab 9 para examinar la diferencia de altura promedio que existe entre la zona con recubrimiento y la que quedó limpia, producto del Kapton.

Se puede notar que a concentraciones de 0,1 y 0,25 $\frac{mg}{mL}$, el espesor aumenta. Ahora, con una concentración de 0,5 $\frac{mg}{mL}$ el espesor continúa aumentando de manera gradual y clara al existir mayor cantidad de recubrimiento (Tabla 4.4).

A 1,0 y 2,0 $\frac{mg}{mL}$ el espesor presenta la misma predisposición vista para las anteriores concentraciones analizadas. Pasando de 0,1909 a 0,2108 para esta última concentración.

Al aplicar 5,0 $\frac{mg}{mL}$ de solución de P queda de manifiesto un comportamiento más notorio y convincente respecto a lo observado con las otras concentraciones, ya que a medida a medida que se deposita más recubrimiento aumenta el espesor hasta los 0,2766 μm .

Tabla 4.4: Espesor para las pistas de TiS₂ P sometidas a diferentes cargas normales.

Concentración ($\frac{mg}{mL}$)	TiS ₂ P	
	Espesor (μm)	
	Promedio	Desviación estándar
0,1	0,1704	6,58 %
0,25	0,1819	5,31 %
0,5	0,1868	14,26 %
1,0	0,1909	3,53 %
2,0	0,2108	11,07 %
5,0	0,2766	10,74 %

4.3.2. TiS₂ OA

Al indagar los recubrimientos OA a una concentración de 0,1 $\frac{mg}{mL}$ el espesor es de 0,1084. También, a una concentración de 0,25 $\frac{mg}{mL}$ el espesor aumenta al aplicar más revestimiento sobre el sustrato. En cuanto a la concentración de 0,5 $\frac{mg}{mL}$ el espesor sigue con la tendencia a crecer hasta 0,1252.

Lo interesante es que a concentraciones de 1,0; 2,0 y 5,0 $\frac{mg}{mL}$ el espesor se mantiene cercano a 0,12 μm , pero con las 2 últimas concentraciones crece de sobremanera el espesor, llegando a alcanzar un valor de 0,1918 a una concentración de 5,0 $\frac{mg}{mL}$ (Tabla 4.5).

Tabla 4.5: Espesor para las pistas de TiS₂ OA sometidas a diferentes cargas normales.

TiS ₂ OA		
Concentración ($\frac{mg}{mL}$)	Espesor (μm)	
	Promedio	Desviación estándar
0,1	0,1084	4,61 %
0,25	0,1112	1,60 %
0,5	0,1252	4,41 %
1,0	0,1169	8,39 %
2,0	0,1890	5,65 %
5,0	0,1918	1,64 %

Al examinar la Figura 4.5 se logra ver una clara tendencia a aumentar el espesor en ambos recubrimientos, eso sí, el P tiene un espesor mayor que el OA, lo cual es claro a todas las concentraciones analizadas. El OA al final del gráfico se tiende a nota que se estabilizaría a concentraciones mayores a 5,0 $\frac{mg}{mL}$, en cambio, para el P la curva tiende a seguir creciendo de manera lineal.

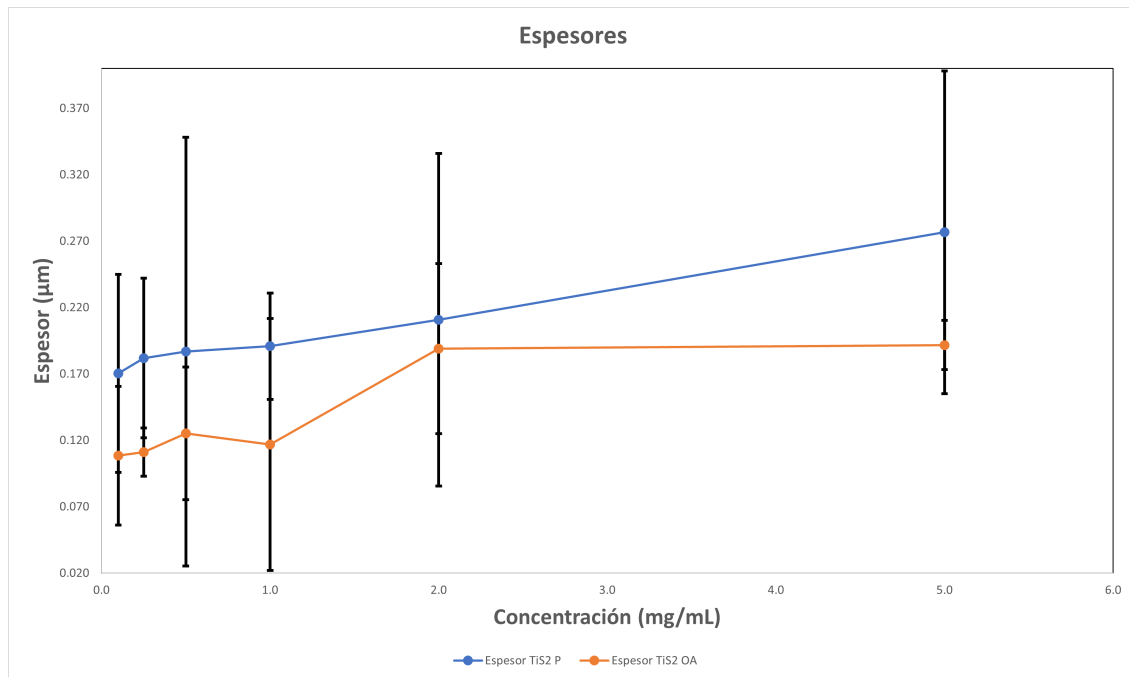


Figura 4.5: Gráfico de espesores para el TiS₂ P y TiS₂ OA a diferentes concentraciones.

4.4. COF

4.4.1. Efecto de la carga normal a distintas concentraciones

Al analizar en cómo afectan las diferentes cargas normales aplicadas sobre el sustrato de acero inoxidable (sin recubrimiento) por 900 s como se muestra en la Figura 4.6, se observa que a 50 mN durante los primeros 360 s el COF aumenta de 0,25 a 0,35 con pocas variaciones en estos parámetros, para que después el COF aumente gradualmente hasta un COF algo menor 0,6 con una mayor desviación de los valores respecto al promedio. A 100 mN durante los primeros 360 s el COF aumenta de 0,25 a 0,55 con muy pocas variaciones en estos valores, pero al pasar estos segundos aumenta hasta un COF de alrededor 0,75 y mayores desviaciones de estos valores. En 200 mN se percibe que el COF aumenta hasta 0,55 en los primeros 300 s, para así luego tomar valores promedios cercanos a 0,7. Para el caso de 400 mN, el COF aumenta de manera prácticamente lineal desde 0,25 hasta un poco más de 0,6 de COF al transcurrir los 900 s, eso sí que a medida que transcurre el tiempo la variación de estos parámetros es mayor. Se tiene que para 800 mN la curva es de forma logarítmica, dado que empieza con un COF de 0,25 para luego mantenerse constante y con pocas variaciones de los valores alrededor de 0,5. Para una carga normal de 1500 mN se presenta la curva de tipo logarítmica logrando alcanzar transcurrido los 900 s un COF promedio de 0,4 con una prácticamente nula desviación estándar. Agregando que las todas las curvas de la Figura 4.6 exhiben la misma tendencia en la evolución temporal de los COF, quedando claro que a medida que la carga normal aumenta el COF tiende a variar menos en cuanto a su valor inicial, lo que indica que al existir una presión de contacto de Hertz elevada entre la bola de acero y el sustrato la superficie se desgasta de manera más rápida, no existiendo una fricción alta como ocurre con los casos de presiones de contacto bajas, donde el COF es elevado, dado que ambos cuerpos necesitan estar en contacto en mucho más tiempo para lograr desgastar el área de estudio.

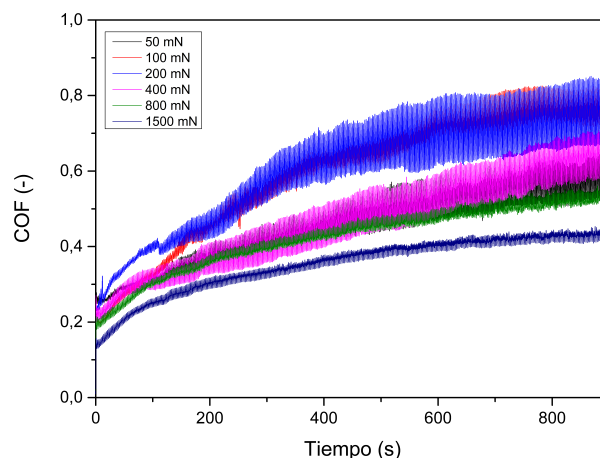


Figura 4.6: Evolución del COF para el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento (referencia) a distintas cargas normales.

Para el recubrimiento P a 50 mN se observa que a los 180 s las concentraciones de 0,5 y 1,0 $\frac{mg}{mL}$ tienen un COF de 0,3 aproximadamente y a 2,0 $\frac{mg}{mL}$ el COF es de 0,45, en cambio, a 5,0 $\frac{mg}{mL}$ este valor es de 0,25, pero al transcurrir el tiempo la concentración de 2,0 $\frac{mg}{mL}$ termina con un COF de 0,25 siendo la mejor concentración a esta carga. Al analizar el P a 100 mN se indaga que pasado 180 s las 4 concentraciones estudiadas tiene un COF de 0,3, pero luego de ello, la concentración de 2,0 $\frac{mg}{mL}$ mantiene constante un COF de 0,22 que es la mejor. Se averigua que a 200 mN el COF se mantiene alrededor de 0,3 para las 4 concentraciones, pero la concentración que se estabiliza con un mejor COF cercano a 0,22 es la de 5,0 $\frac{mg}{mL}$. Asimismo, a 400 mN, el COF presenta un promedio con una baja desviación para cada una de las concentraciones, eso sí, a 5,0 $\frac{mg}{mL}$ se tiene el mejor COF de 0,25. También a 800 mN se tiene que tanto a una concentración de 2,0 como de 5,0 $\frac{mg}{mL}$ se tiene un COF cercano a 0,21, presentando una estabilidad temporal de este valor. Finalmente, a 1500 mN la concentración a 5,0 $\frac{mg}{mL}$ presenta el mejor COF, siendo este el óptimo, alcanzando valores de COF de 0,2 (Figura 4.7).

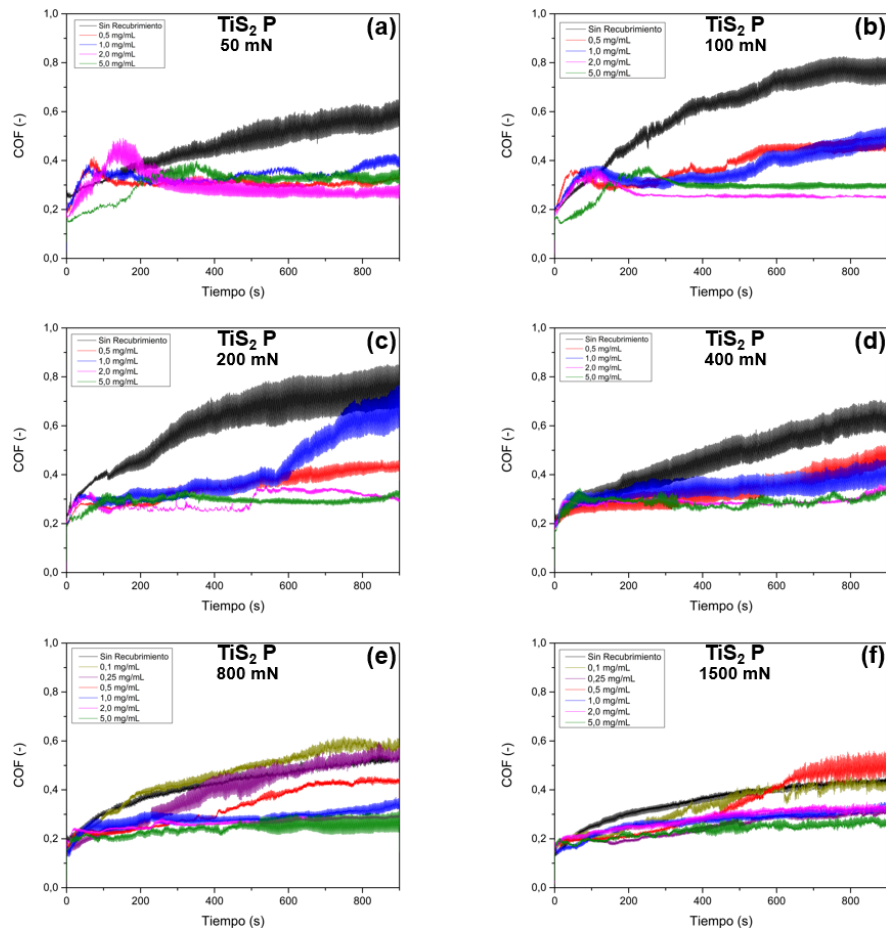


Figura 4.7: Evolución del COF para el TiS₂ P a distintas concentraciones para las siguientes cargas normales constantes: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d); 800 mN (e); 1500 mN (f).

Para el recubrimiento OA a 50 mN se observa que durante los 900 s de realizado el desgaste, la concentración de 0,5 $\frac{mg}{mL}$ se mantiene prácticamente estable, teniendo un valor promedio de 0,23 de COF, siendo el resto de las concentraciones presenta valores por

encima de este. Al analizar el OA a 100 mN se indaga que las 4 concentraciones tienen COF similares entre 0,22 y 0,33 a lo largo de la evolución temporal, eso sí, la concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ tiene el mejor COF cercano a 0,22. Se averigua que a 200 mN el COF de todas las concentraciones presenta un comportamiento similar con valores entre 0,21 y 0,31, aunque la mejor concentración con el COF de 0,22 es de $0,5 \frac{mg}{mL}$. Asimismo, a 400 mN, el comportamiento de las curvas cambia de manera clara, ya que a $0,5$ y $1,0 \frac{mg}{mL}$ los COF transcurrido los 900 s de desgaste tienen valores sobre los 0,33, en cambio, tanto a concentraciones de $2,0$ y $5,0 \frac{mg}{mL}$ el COF se permanece constante alrededor de 0,23. También a 800 mN se tiene que las concentraciones más bajas ($0,1$; $0,25$; $0,1 \frac{mg}{mL}$) tienen COF muy por encima de 0,3, por lo que de las 3 concentraciones mayores restantes, la de $5,0 \frac{mg}{mL}$ presenta un COF de 0,21 prácticamente. Finalmente, a 1500 mN la concentración de $5,0 \frac{mg}{mL}$ presenta el mejor COF cercano a 0,19, lo cual habla de lo estable que es este recubrimiento a altas cargas normales (Figura 4.8).

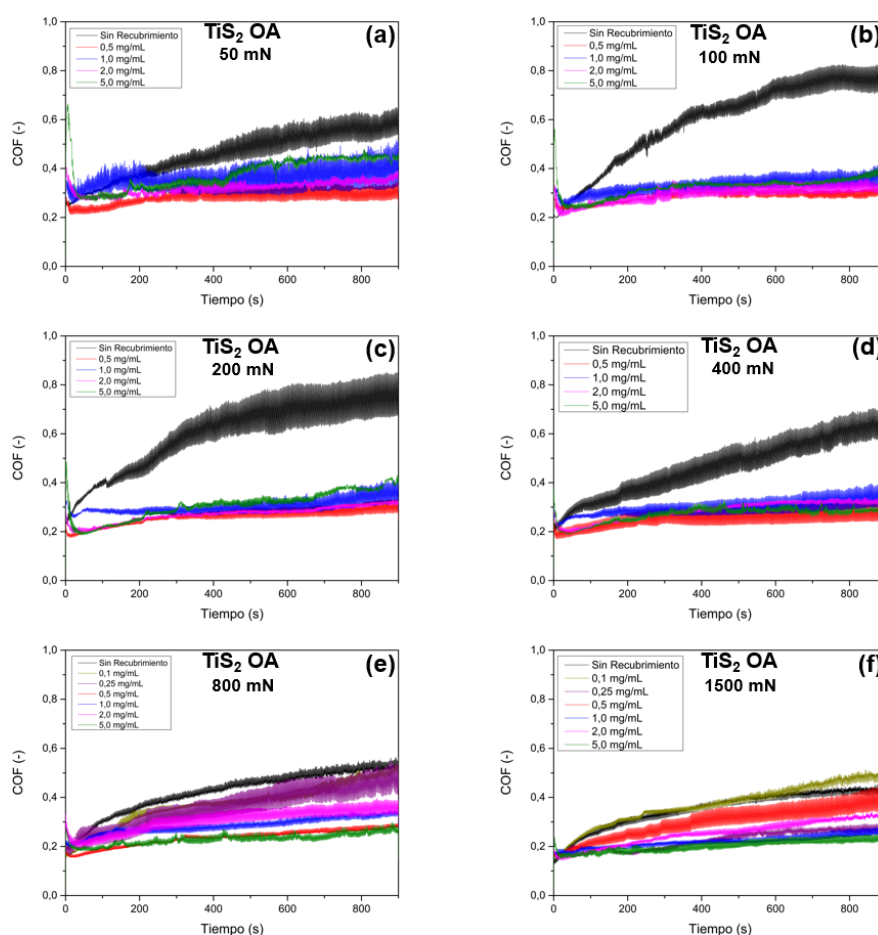


Figura 4.8: Evolución del COF para el TiS₂ OA a distintas concentraciones para las siguientes cargas normales constantes: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d); 800 mN (e); 1500 mN (f).

Se destaca que entre ambos recubrimientos el OA presenta una estabilidad mejor, especialmente en las concentraciones de $2,0$ y $5,0 \frac{mg}{mL}$, en cuanto a mantener el COF constante al momento de tener diferentes cargas normales aplicadas al recubrimiento, en cambio, para el P hay mayor cantidad de fluctuaciones especialmente de las concen-

traciones de 0,1; 0,25; 0,5 y 1,0 $\frac{mg}{mL}$ durante los 900 s de actividad. También en OA hay menos dispersión de datos y a pesar de que se incrementa la carga normal, los COFs varían en menor medida respecto al P que hay más dispersión de los COFs a cualquier carga normal aplicada de acuerdo con los valores de COF, con lo cual el revestimiento de OA presenta un comportamiento y una tendencia más equilibrada en torno al COF promedio.

Como particularidades respecto a la conducta del disulfuro de titanio P a cargas normales de 50 y 100 mN, se hace visible que entre los 0 y 200 s de transcurrido el ensayo de desgaste, los COFs incrementen de forma notoria sobre valores de 0,3 en casi todas las concentraciones, exceptuando la de 5,0 $\frac{mg}{mL}$, en cambio, en el recubrimiento de OA este fenómeno no se presenta para ninguna concentración estudiada.

4.4.2. Efecto de la concentración a distintas cargas normales

Para el recubrimiento P a 0,1 $\frac{mg}{mL}$ se observa que pasado los 50 s ambas curvas de 800 y 1500 mN se separan, donde ambas presentan pocas fluctuaciones en su valor promedio de COF, eso sí a 800 mN se tiene un valor final de 0,57, pero en el caso de 1500 mN se alcanza un COF de 0,39 al transcurrir 900 s de estar realizando el desgaste. Al analizar el P a 0,25 $\frac{mg}{mL}$ se indaga que a 800 mN el COF crece hasta un valor de 0,45, en cambio, a 1500 mN se tiene una estabilidad temporal llegando a los 0,26. Se averigua que a 0,5 $\frac{mg}{mL}$ el COF a 1500 mN al comienzo es de 0,19 hasta que alcanza un valor de 0,45, en cambio, a 50 mN al comienzo se tiene un COF de 0,35, pero al ir transcurriendo el tiempo se estabiliza hasta que logra llegar a un valor promedio de 0,24. Asimismo, a 1,0 $\frac{mg}{mL}$, el COF más bajo se presenta a 1500 mN y manteniendo una postura estable en el tiempo para llegar a un valor de 0,23 de COF. También a 2,0 $\frac{mg}{mL}$ se tiene que las cargas normales de 50, 100 y 800 mN presentan los COF más bajos de 0,21, dado que tiene un comportamiento similar de sus curvas pasado los 420 s del desgaste. Finalmente, a 5,0 $\frac{mg}{mL}$ tanto a 800 como a 1500 mN se tienen los COFs más cercanos a 2,0 y con un comportamiento bien estable y óptimo a través del tiempo (Figura 4.9).

De acuerdo a las figuras 4.9 (e; f) se observa que en la de concentración 2,0 $\frac{mg}{mL}$ las curvas presentan un peak de COF entre los 100 y 200 s, para luego disminuir este parámetro hasta estabilizarse a diferentes cargas alrededor de 0,35. En cambio, a una concentración de 5,0 $\frac{mg}{mL}$ las curvas presentan un peak de COF a diferentes tiempos, los de menor carga normal lo hacen sobre los 100 s, pero a altas cargas se presentan a menores tiempos que el anterior, para así estabilizarse las curvas alrededor de los 0,35.

Para el recubrimiento OA a 0,1 $\frac{mg}{mL}$ se observa que ambas curvas de 800 y 1500 mN se mantiene juntas, donde ambas presentan pocas fluctuaciones en su valor promedio de COF, esto indica que presentan un valor final de 0,43 al transcurrir 900 s de estar realizando el desgaste. Al analizar el OA a 0,25 $\frac{mg}{mL}$ se indaga que a 800 mN el COF crece hasta un valor de 0,4, en cambio, a 1500 mN se tiene una estabilidad temporal llegando a los 0,21. Se averigua que a 0,5 $\frac{mg}{mL}$ a cargas normales de 200, 400 y 800 mN el COF permanece estable a lo largo de la evolución temporal del desgaste a un valor de 0,21. Asimismo, a 1,0 $\frac{mg}{mL}$, el COF más bajo se presenta a 1500 mN y mantiene una curva prácticamente constante en torno al valor 0,2. También a 2,0 $\frac{mg}{mL}$ se tiene que las cargas

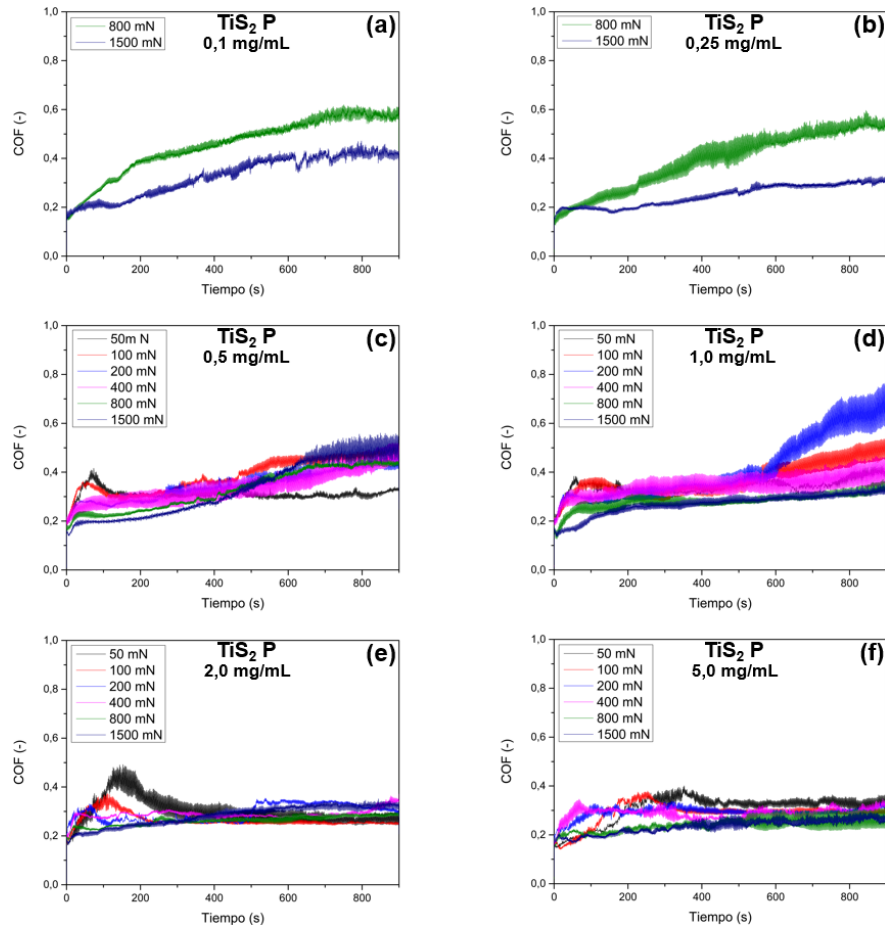


Figura 4.9: Evolución del COF para el $\text{TiS}_2 \text{ P}$ a distintas cargas normales para las siguientes concentraciones constantes: $0,1 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (a); $0,25 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (b); $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (c); $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (d); $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (e); $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (f).

normales de 200 y 1500 mN presentan un comportamiento similar luego de los 400 s alcanzando un COF promedio de 0,22. Finalmente, a $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ es donde hay más variación de las cargas normales, con lo cual hay mucha desviación de los datos al transcurrir el desgaste, excepto a 800 y 1500 mN, donde en este último se tiene el mejor COF y más estable que es de 0,18 (Figura 4.10).

De acuerdo a las figuras 4.10 (e; f) se observa que en la de concentración $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ las curvas presentan un peak de COF al comienzo, para luego disminuir considerablemente pasado los 15 s, y así al transcurrir el tiempo las curvas se estabilizan con una leve pendiente positiva para alcanzar finalmente valores de COF cercanos a 0,35. En cambio, a una concentración de $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ las curvas presentan un peak de COF al comienzo, para luego disminuir considerablemente a los 7 s, y al transcurrir el tiempo las curvas se estabilizan con una leve pendiente positiva, excepto para la carga normal de 50 mN que aumenta de manera notable su COF alrededor de 0,4. Pero en general, para las curvas de menores cargas normales exhiben COF cercanos a 0,38 y a altas cargas normales este parámetro es cercano a 0,22.

Al mirar el disulfuro de titanio P a concentraciones entre $0,5$ y $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ a diferentes car-

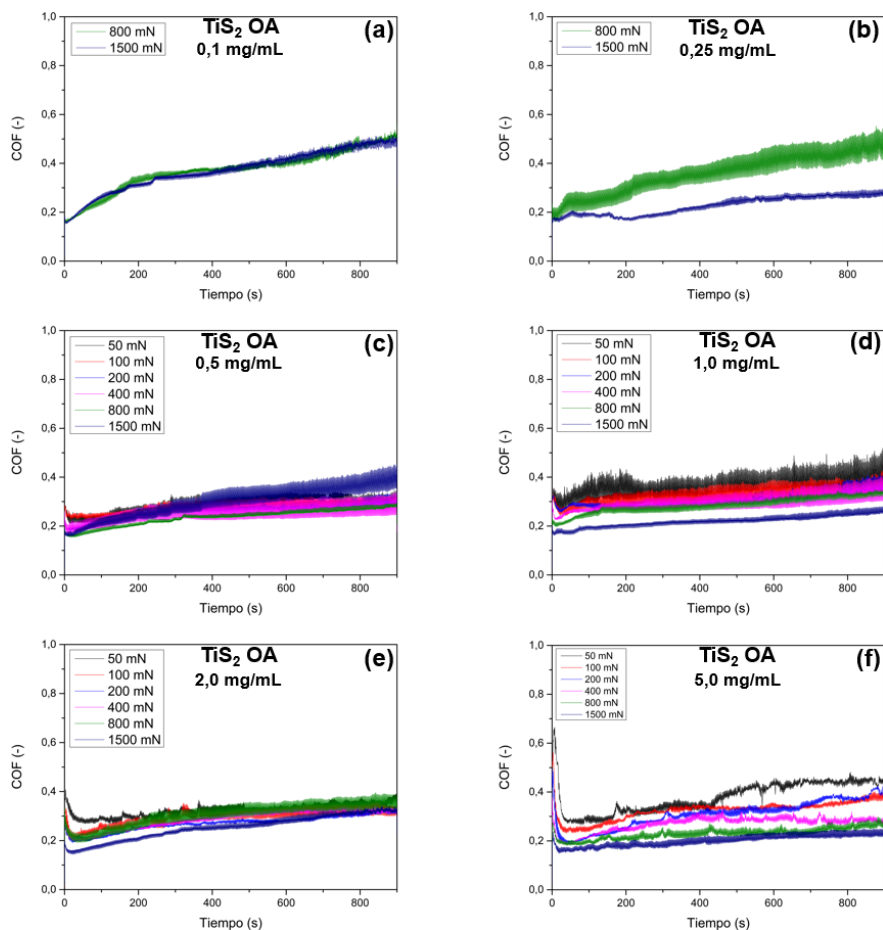


Figura 4.10: Evolución del COF para el TiS_2 OA a distintas cargas normales para las siguientes concentraciones constantes: $0,1 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (a); $0,25 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (b); $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (c); $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (d); $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (e); $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ (f).

gas normales, se refleja que entre aproximadamente los 0 y 200 s de los ensayos por desgaste, los COFs presentan un incremento abrupto en poco tiempo en sus valores, llegando a magnitudes cercanas a 0,4, para que luego las curvas se estabilicen con una pendiente constante y se mantengan en el rango cercano a 0,25, este fenómeno se distingue del OA, en donde no hay presencia de estos peaks y variaciones.

4.5. Análisis de desgaste

Para caracterizar el desgaste asociado en cada uno de los ensayos de recubrimientos, se busca entender la evolución temporal durante 900 s del coeficiente de fricción, por medio de la acción de una bola de acero que genera determinadas presiones de contacto de Hertz y cargas normales constantes sobre los sustratos de acero inoxidable y recubrimientos.

4.5.1. Referencia (acero inoxidable)

Al analizar el desgaste entre la bola de acero al sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento se puede observar que, a altas cargas normales (400, 800 y 1500 mN) existe una abrasión clara de la superficie. Además, es evidente que la acumulación de óxidos es más homogénea a lo largo de la pista, donde el desgaste superficial es mayor, formando una zona circunferencial con una gran excentricidad, cabe destacar que a 800 mN (Figura 4.11.b) se observa una coloración verdosa, rojiza y azulada que es característica de la formación de óxidos del recubrimiento, producto de que la bola de acero genera calor al estar en contacto con el material, así como reduciendo el COF a medida que transcurre el tiempo de desgaste. Al ver la pista a 1500 mN (Figura 4.11.c) es tan alta la presión que ejerce la bola de contacto sobre el sustrato de acero inoxidable que las tribocapas de color amarillento se forman claramente en el contorno de la pista en vez del centro, lo cual ayuda a que el COF sea mucho menor y se pueda amortiguar el efecto de la carga aplicada.

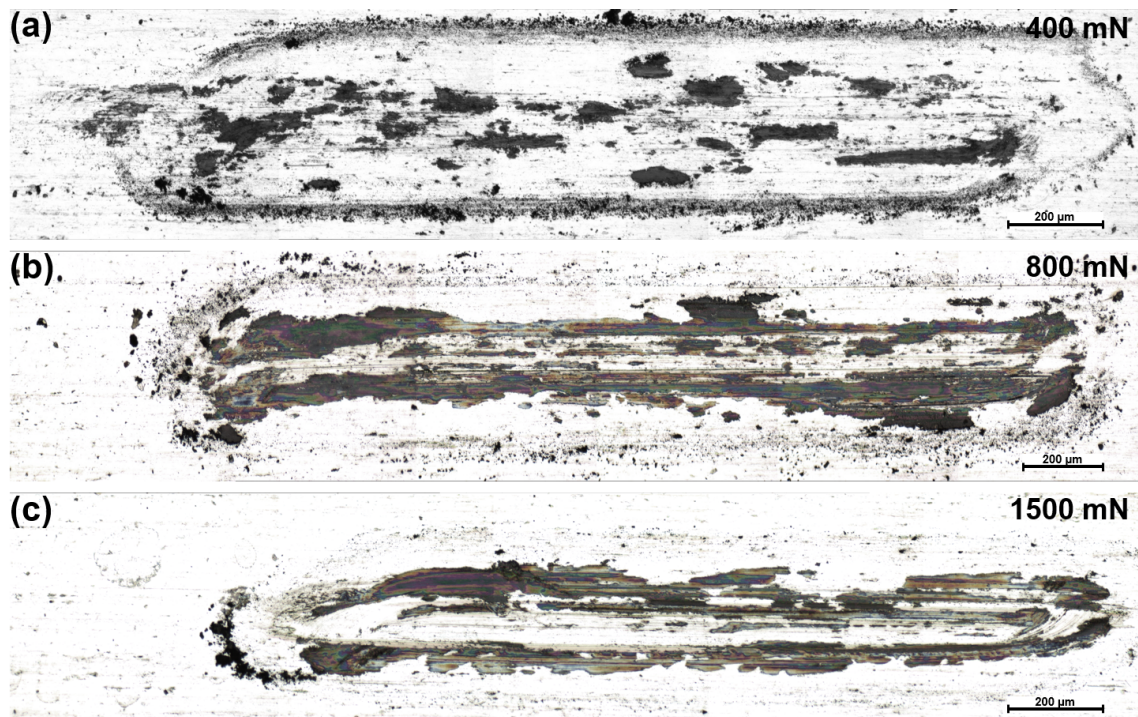


Figura 4.11: Pistas de desgaste para el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento para las siguientes cargas normales: 400 mN (a); 800 mN (b); 1500 mN (c).

4.5.2. TiS_2 P

Al estudiar el desgaste del recubrimiento P como se observa en la Figura 4.12, al examinar concentraciones muy bajas como a $0,1 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ a cargas normales altas de 800 y 1500 mN existe una gran acumulación y formación de óxidos, ya que no se evidencia la presencia de colores azulados y rojizos en la parte central de la pista de desgaste, por esto mismo al observar la Figura 4.9.a se presenta una clara tendencia de aumento del COF

sobre los 0,35 a ambas cargas aplicadas.

Al mirar las pistas de desgaste a $0,25 \frac{mg}{mL}$ se genera una acumulación de óxidos de forma más homogénea sobre toda la superficie, donde la bola de acero ejerce su presión a 800 y 1500 mN, así como la evidencia de una coloración amarillenta que indica la presencia de una leve tribocapa.

A una concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ para cargas de 800 y 1500 mN, las pistas de desgaste son más cortas y hay presencia de un desgaste del recubrimiento al existir zonas donde el material se estaciona como es en el centro de las pistas y no hay coloración en una mayor superficie como en los casos que le anteceden.

Queda claro de sobremanera que al ir aumentando la carga normal para cada concentración de P la formación y acumulación de óxidos tiende a ser menor, con lo cual se relata que el desgaste también es menor en cuanto a la superficie, por ende el comportamiento del recubrimiento es mejor a mayor carga normal.



Figura 4.12: Pistas de desgaste del $TiS_2 P$ a una concentración de $0,1 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del $TiS_2 P$ a una concentración de $0,25 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del $TiS_2 P$ a una concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f).

Al estudiar las líneas de desgaste a una concentración a $1,0 \frac{mg}{mL}$ se observa acumulación de óxidos a 800 mN y al aumentar la carga a 1500 mN se denotan zonas de colores

azulados y verdosos que aplica a la formación de tribocapas por la acumulación de recubrimiento.

A $2,0 \frac{mg}{mL}$ a 800 mN se examina que a los costados hay gran acumulación de óxidos, pero al pasar a una carga normal de 1500 mN la distribución de estos óxidos es más homogénea en toda la superficie de estudio, aparte de la acumulación de recubrimiento al consolidar líneas de desplazamiento claras a lo largo de la pista.

Es posible observar que a $5,0 \frac{mg}{mL}$ y a cargas de 800 y 1500 mN la pista de desgaste hace uso de un área mayor al presentar un ancho mayor en comparación al resto de los casos, lo cual es producto de que la bola de acero después de unos minutos realizando el desgaste sobre el recubrimiento resbala lo cual forma una pista con un comportamiento distinto a las otras concentraciones (Figura 4.13).



Figura 4.13: Pistas de desgaste del $TiS_2 P$ a una concentración de $1,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del $TiS_2 P$ a una concentración de $2,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del $TiS_2 P$ a una concentración de $5,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f).

4.5.3. TiS_2 OA

Al estudiar el desgaste del recubrimiento OA como se observa en la Figura 4.14, al examinar concentraciones muy bajas como a $0,1 \frac{mg}{mL}$ a cargas normales altas de 800 y 1500 mN existe una gran acumulación y formación de óxidos a lo largo de la pista de

desgaste, esto es por la nula presencia de colores azulados y rojizos en la zona central de la superficie de desgaste, es por ello que al observar la Figura 4.10.a se presenta una clara tendencia de aumento del COF sobre los 0,45 a ambas cargas aplicadas.

Al mirar las pistas de desgaste a $0,25 \frac{mg}{mL}$ se genera una acumulación de óxidos de forma más homogénea sobre toda la superficie, donde la bola de acero ejerce su presión a 800 mN, formando zonas de color amarillentas y azuladas donde hay leve formación de tribocapas y a 1500 mN el óxido se distribuye formando un patrón de rayas a lo largo de la pista.

A una concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ para cargas de 800 y 1500 mN, las pistas de desgaste son más cortas y con menos grosor, existe gran presencia de acumulación de recubrimiento en la carga normal más alta, al estacionarse equilibradamente en toda la pista y no hay coloración significativa como en los casos que le anteceden.



Figura 4.14: Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,1 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,25 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,5 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f).

Al estudiar las líneas de desgaste a una concentración a $1,0 \frac{mg}{mL}$ se observa poca acumulación de óxidos a los costados a 800 mN y al aumentar la carga a 1500 mN se denotan zonas con mucha cantidad de óxidos y material del recubrimiento desplazado a lo largo de toda la pista de desgaste.

A $2,0 \frac{mg}{mL}$ a 800 mN se examina que a los costados hay acumulación de óxidos, pero al pasar a una carga normal de 1500 mN la distribución de estos óxidos es más homogénea en toda la superficie de estudio, aparte de la acumulación de recubrimiento, se nota presencia de zona de tonos rojizos que indican zonas dispersas con formación de tribocapas.

Es posible observar que a $5,0 \frac{mg}{mL}$ y a cargas de 800 y 1500 mN la pista de desgaste presenta un ancho mayor de abrasión, así como acumulación de OA al realizarse la fricción entre el revestimiento y la bola de acero, también hay que considerar que se genera el fenómeno de resbalamiento, lo cual forma una pista con un comportamiento distinto a las otras concentraciones (Figura 4.15).

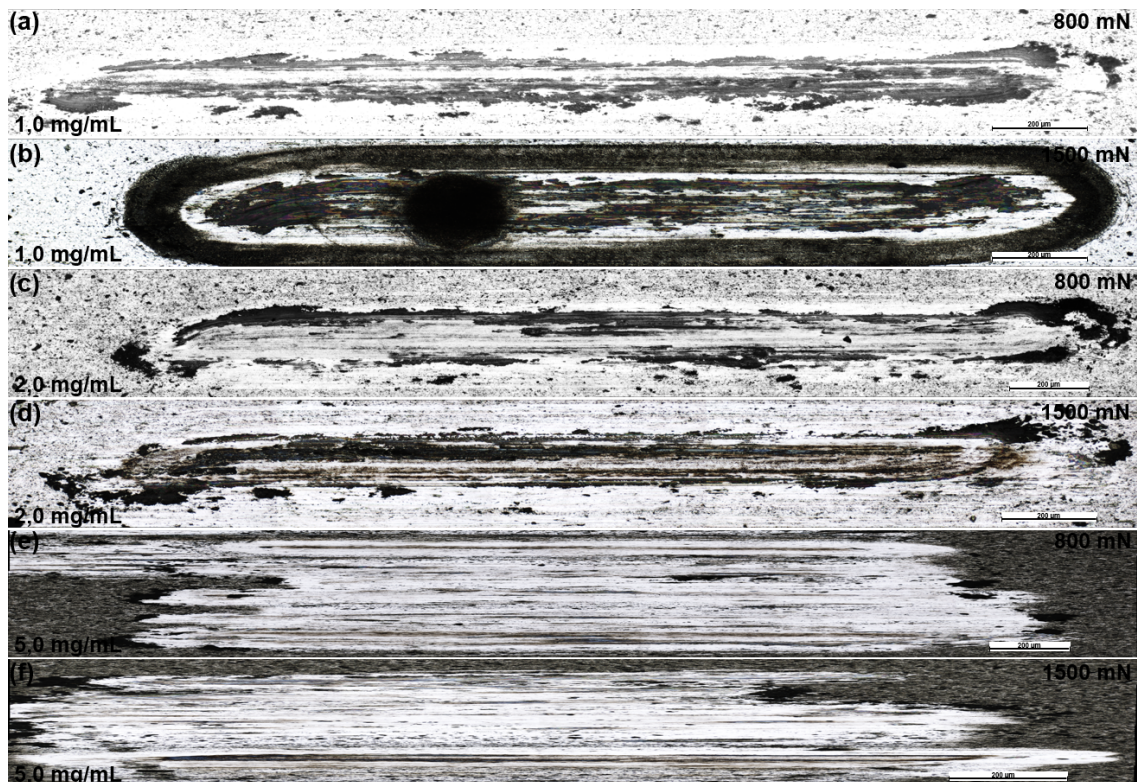


Figura 4.15: Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $1,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (a); 1500 mN (b). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $2,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (c); 1500 mN (d). Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $5,0 \frac{mg}{mL}$ para las siguientes cargas normales: 800 mN (e); 1500 mN (f).

4.6. Volumen de desgaste

Para lograr determinar el volumen de desgaste se hace uso de las pistas de desgastes obtenidas por el WLI con tal de analizarlas por medio del software MountainsLab 9 para hacer uso de la herramienta de medición de volumen del sector a analizar, eso sí esto debe realizarse de manera manual, teniendo cuidado de seleccionar las zonas que

correspondan a un desgaste evidente como se observa en la Figura 4.16.

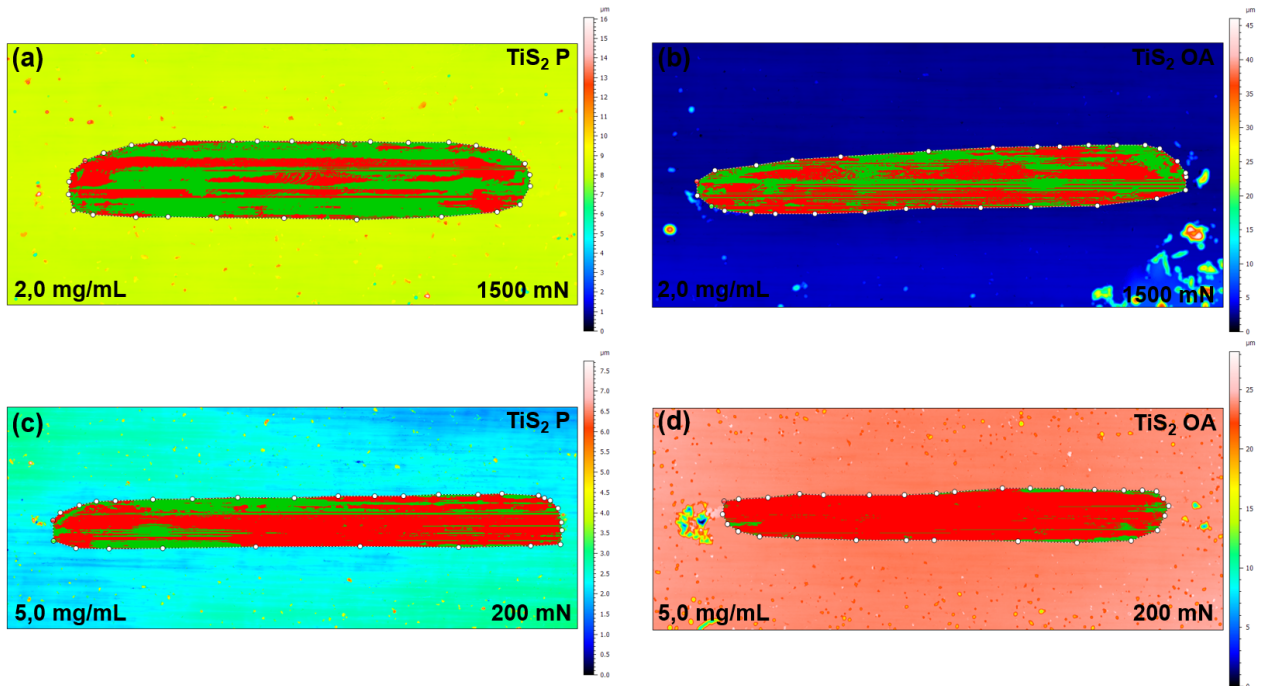
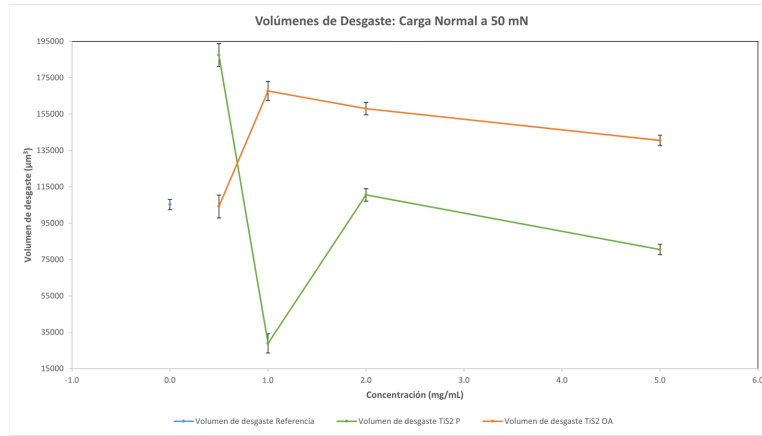


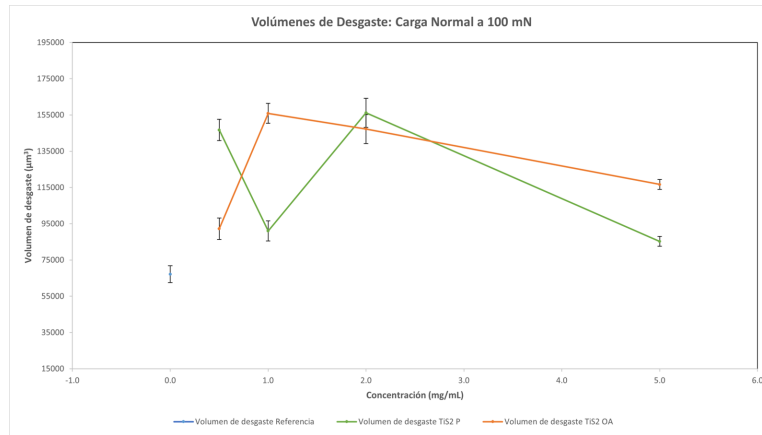
Figura 4.16: Imágenes obtenidas por el WLI tratadas con MountainsLab 9 donde se observan volúmenes de desgaste para distintas pistas.
a) TiS_2 P a $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ a 1500 mN; b) TiS_2 OA a $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ a 1500 mN; c) TiS_2 P a $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ a 200 mN; d) TiS_2 OA a $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ a 200 mN.

Se puede determinar que el volumen abrasionado al aplicar distintas cargas normales por medio de una bola de acero sobre un sustrato genera una pérdida de material directo dado el roce efectuado entre ambos cuerpos. Al aplicar una carga de 50 mN sobre la referencia usada (Figura 4.17.a), se presenta un volumen de abrasión de, $105274 \mu\text{m}^3$. Al examinar el P, el volumen es bien alto a $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, pero al aumentar la concentración a $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ alcanza su mínimo valor a esta carga normal estudiada, hasta equilibrarse el volumen de desgaste en torno a los $80000 \mu\text{m}^3$ al llegar a $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$. Para el caso del OA se distingue que a $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ el volumen es el más bajo, pero al aumentar la concentración a $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ se alcanza el mayor volumen, mientras al ir gradualmente creciendo la concentración hasta $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, el volumen de desgaste tiende a estabilizarse alrededor de los $145000 \mu\text{m}^3$.

Al aplicar una carga de 100 mN sobre la referencia usada (Figura 4.17.b), se presenta un volumen de abrasión de, $67180 \mu\text{m}^3$. Al examinar el P, el volumen es alto a $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, pero al aumentar la concentración a $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ alcanza su mínimo valor a esta carga normal estudiada, hasta volver a subir a $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, para nuevamente bajar el volumen de desgaste en torno a los $85000 \mu\text{m}^3$ al llegar a $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$. Para el caso del OA se distingue que a $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ el volumen es el más bajo, pero al aumentar la concentración a $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ se alcanza el mayor volumen, mientras al ir gradualmente creciendo la concentración hasta $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, el volumen de desgaste tiende a estabilizarse alrededor de los $120000 \mu\text{m}^3$.



(a) Volúmenes de desgaste a 50 mN.



(b) Volúmenes de desgaste a 100 mN.

Figura 4.17: Gráficos de volúmenes de desgaste aplicando diferentes cargas normales sobre la referencia, TiS₂ P y TiS₂ OA a determinadas concentraciones.

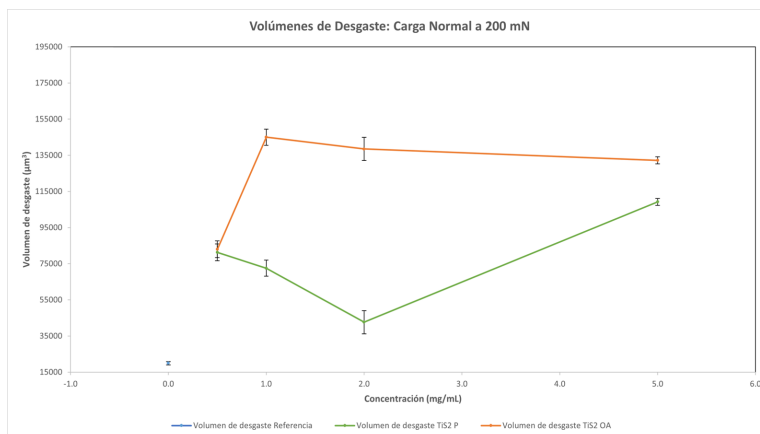
(a): Curvas de volúmenes de desgaste a 50 mN.

(b): Curvas de volúmenes de desgaste a 100 mN.

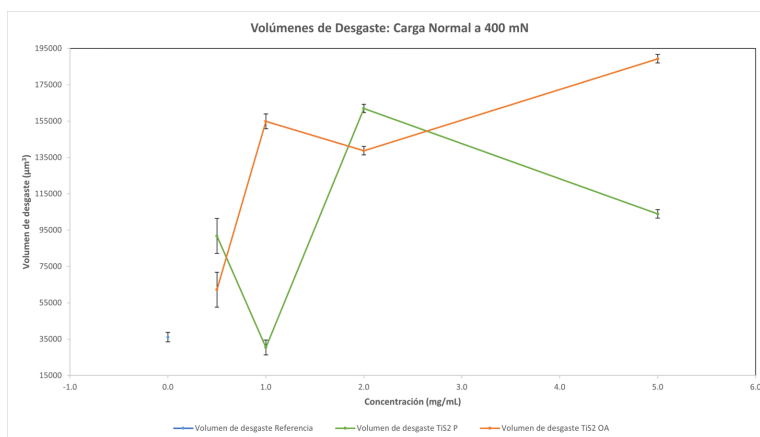
Al aumentar la carga normal aplicada sobre los sustratos, se genera nuevamente abrasión producto de la presión de contacto a través de la bola de acero. Al aplicar una carga de 200 mN sobre la referencia usada (Figura 4.18.a), se presenta un volumen de desgaste de, 19938 μm^3 . Al examinar el P, el volumen es de, aproximadamente, 80000 μm^3 a 0,5 $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, pero al aumentar la concentración a 2,0 $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ la variable analizada disminuye notablemente, hasta que a 5,0 $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ se obtiene un valor en torno a los 105000 μm^3 . Para el caso del OA se distingue que a 0,5 $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ el volumen es similar al P a la misma concentración, aunque al aumentar a 1,0 $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ alcanza el mayor valor de desgaste, sin embargo, al ir aumentando la concentración hasta 5,0 $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$, el volumen disminuye levemente alrededor de los 135000 μm^3 .

Al aplicar una carga de 400 mN sobre la referencia usada (Figura 4.18.b), se presenta

un volumen de abrasión de, $36089 \mu m^3$. Al examinar el P, el volumen de desgaste disminuye gradualmente desde $0,5$ a $1,0 \frac{mg}{mL}$, luego alcanza el mayor valor de desgaste a $2,0 \frac{mg}{mL}$ hasta que vuelve a disminuir esta variable alcanzando un valor promedio de $100000 \mu m^3$ a los $5,0 \frac{mg}{mL}$. Para el caso del OA se observa una tendencia clara que al ir aumentando la concentración de este recubrimiento, el volumen de desgaste tiende a aumentar, donde el mínimo valor se encuentra a $0,5 \frac{mg}{mL}$ hasta llegar a un máximo valor de aproximadamente $190000 \mu m^3$ a $5,0 \frac{mg}{mL}$.



(a) Volúmenes de desgaste a 200 mN.



(b) Volúmenes de desgaste a 400 mN.

Figura 4.18: Gráficos de volúmenes de desgaste aplicando diferentes cargas normales sobre la referencia, TiS₂ P y TiS₂ OA a determinadas concentraciones.

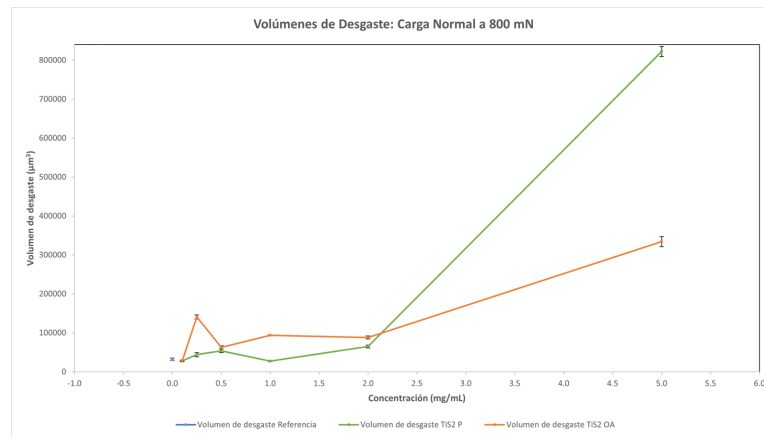
(a): Curvas de volúmenes de desgaste a 200 mN.

(b): Curvas de volúmenes de desgaste a 400 mN.

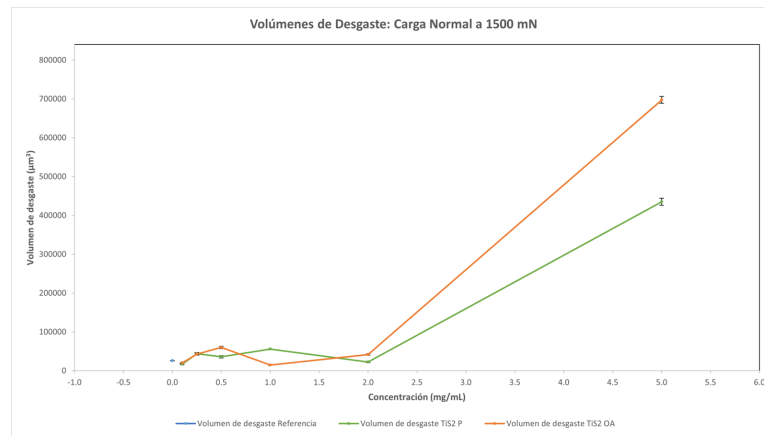
Al aumentar la carga normal aplicada sobre los ensayos fabricados, se presenta el fenómeno abrasivo producto de la presión de contacto a través de la bola de acero. Al aplicar una carga de 800 mN sobre la referencia usada (Figura 4.19.a), se presenta un volumen de desgaste de, $32008 \mu m^3$, el cual es similar al P y OA a $0,1 \frac{mg}{mL}$. Al examinar

el P, el volumen de desgaste presenta una tendencia clara al aumento al acrecentar la concentración, eso si cabe constatar que a $5,0 \frac{mg}{mL}$ se obtiene un valor muy alto en torno a los, $810000 \mu m^3$. Para el caso del OA se denota que la tendencia a aumentar el desgaste es mayor a concentraciones más altas, eso sí, alcanzando un leve peak a los $0,25 \frac{mg}{mL}$, pero el valor máximo aproximado de $300000 \mu m^3$ se logra a $5,0 \frac{mg}{mL}$.

Al aplicar una carga de 1500 mN sobre la referencia usada (Figura 4.19.b), se presenta un volumen de abrasión de, $26146 \mu m^3$, el cual es similar al P y OA a $0,1 \frac{mg}{mL}$. Al examinar el P, el volumen de desgaste presenta una tendencia clara al aumento, a medida que crece la concentración del recubrimiento estudiado, lo mismo ocurre con el OA, sin embargo, hay que explicitar que a $5,0 \frac{mg}{mL}$, el OA tiene un desgaste mayor en torno a los $700000 \mu m^3$, en contraste al P que es de aproximadamente $400000 \mu m^3$.



(a) Volúmenes de desgaste a 800 mN.



(b) Volúmenes de desgaste a 1500 mN.

Figura 4.19: Gráficos de volúmenes de desgaste aplicando diferentes cargas normales sobre la referencia, TiS₂ P y TiS₂ OA a determinadas concentraciones.

(a): Curvas de volúmenes de desgaste a 800 mN.

(b): Curvas de volúmenes de desgaste a 1500 mN.

Para el revestimiento P se tiene que para una concentración de 0,1 y 0,25 $\frac{mg}{mL}$ al aumentar la carga normal desde 800 hasta 1500 mN se presenta una disminución de la abrasión. Al analizar 0,5 $\frac{mg}{mL}$ e ir aumentando la carga normal desde 50 hasta 1500 mN se denota una clara disminución del volumen eliminado producto de que reduce la fricción. A 1,0 y 2,0 $\frac{mg}{mL}$ la tendencia se hace evidente de que al aumentar la carga normal sobre el sustrato con P el desgaste es menor. Además, en el caso de haber 5,0 $\frac{mg}{mL}$ de P y generar una carga normal, esta se mantiene constante a excepción de los 800 y 1500 mN donde prevalece un claro desgaste, y se puede decir que el recubrimiento no es capaz de amortiguar el impacto recibido por parte de la bola de acero.

Para el revestimiento OA se tiene que para una concentración de 0,1 y 0,25 $\frac{mg}{mL}$ al aumentar la carga normal desde 800 hasta 1500 mN presenta una disminución de la abrasión. Al analizar 0,5 $\frac{mg}{mL}$ e ir aumentando la carga normal desde 50 hasta 1500 mN se denota una clara disminución del volumen eliminado producto de que reduce la fricción. A 1,0 y 2,0 $\frac{mg}{mL}$ la tendencia se hace evidente de que al aumentar la carga normal sobre el sustrato con OA el desgaste es menor. Además, en el caso de haber 5,0 $\frac{mg}{mL}$ de P y generar una carga normal, esta se mantiene constante, a excepción de los 400, 800 y 1500 mN donde prevalece un claro desgaste, y se puede decir que el recubrimiento no es capaz de amortiguar el impacto recibido por parte de la bola de acero.

Sería de gran utilidad poder caracterizar las pistas de desgaste con otras técnicas como son la espectroscopia Raman o microscopía electrónica de transmisión de alta resolución para poder situarse a una mejor escala de medición y notar detalles que son preponderantes en los atributos que le competen a los recubrimientos estudiados en la presente tesis.

Capítulo 5

Conclusiones

Al estudiar el TiS₂ P y OA se logra asimilar que la fabricación de ambos recubrimientos presentan una homogeneidad estocástica a sus distintas concentraciones. Respecto a la rugosidad superficial, para el P a medida que aumenta la concentración el valor es más bajo, en cambio, para el OA a modo de que aumenta la concentración, el valor medio de la rugosidad aumenta. En cuanto al espesor, el P presenta un espesor promedio analizando todas sus concentraciones de 0,2029 μm , donde para el OA es de 0,1404 μm .

En cuanto al efecto de la concentración y de la carga normal aplicada a cada recubrimiento, se puede determinar que tanto el OA como el P a una concentración de 5,0 $\frac{mg}{mL}$ y a una carga normal de 1500 mN presentan COFs cercanos a 0,2, eso si el OA es más estable y menos sensible respecto a este valor, en cambio, el P presenta más variación en cuanto al valor. Al observar las pistas de desgaste el comportamiento es similar para ambos, a bajas concentraciones (0,1; 0,25 y 0,5 $\frac{mg}{mL}$) con cargas normales de 800 y 1500 mN presentan acumulación de óxidos a lo largo de la superficie de desgaste, pero a concentraciones altas se genera la formación de tribocapas junto a la acumulación de recubrimiento, a 5,0 $\frac{mg}{mL}$ se expresa el fenómeno de resbalamiento de la bola de acero sobre el revestimiento. El volumen de desgaste es mayor para el OA respecto al P al aplicar distintas cargas normales a concentraciones que van desde 0,25 hasta 2,0 $\frac{mg}{mL}$.

Se deja en claro que el OA de acuerdo a su COF es más estable que el P y si logra ser aplicado en futuros dispositivos este presentaría una optimización en el ahorro de material como de duración del mismo, cabe destacar que los fenómenos son estudiados de acuerdo a la temperatura ambiente, se propone poder captar la variación de los parámetros al modificar la temperatura a la cual se someten los ensayos con disulfuro de titanio.

Capítulo 6

Glosario

- CLA: Promedio de la línea central.
- COF: Coeficiente de fricción.
- Exfoliation: Exfoliación.
- F_n : Fuerza normal.
- F_t : Fuerza tangencial (de fricción).
- h: Espesor de la película lubricante.
- ICA: Triborreacciones dentro del área de contacto.
- μ : Coeficiente de fricción.
- Material 2D: Material de dos dimensiones o de monocapa.
- MoS₂: Disulfuro de molibdeno.
- NCA: Triborreacciones cercanas al área de contacto.
- OCA: Triborreacciones fuera del área de contacto.
- PTFE: Politetrafluoroetileno (Teflón).
- R: Rugosidad de la superficie del recubrimiento.
- R_a : Parámetro de rugosidad definido como altura media aritmética.
- Rolling: Rodadura.
- R_q : Parámetro de rugosidad definido como desviación cuadrática media.
- SEM: Microscopio electrónico de barrido.
- Sigma-Aldrich: Compañía de química, ciencias biológicas y biotecnología.
- Sliding: Deslizamiento.
- Spray-coating: Recubrimiento por pulverización.

- TiS_2 : Disulfuro de titanio.
- TMDC: Dicalcogenuros de metales de transición.
- WLI: Interferómetro de luz blanca.
- WS_2 : Disulfuro de tungsteno.

Bibliografía

- [1] Stachowiak, G. y Batchelor, A., *Engineering Tribology*. Elsevier Science, 2013, https://books.google.cl/books?id=_wVoTz1pDlwC.
- [2] Ghosh, M., Majumdar, B., y Sarangi, M., *Fundamentals of Fluid Film Lubrication*. McGraw-Hill Education, 2014, <https://books.google.cl/books?id=k3NAAwAAQBAJ>.
- [3] Sheikh, M., “Study of tribology application and its impact on indian industries,” *International Journal of Scientific and Engineering Research*, vol. 3, pp. 1310–1312, 2014.
- [4] Zhou, Z. y Jin, Z., “Biotribology: Recent progresses and future perspectives,” *Biosurface and Biotribology*, vol. 1, no. 1, pp. 3–24, 2015, [doi:https://doi.org/10.1016/j.bsbt.2015.03.001](https://doi.org/10.1016/j.bsbt.2015.03.001).
- [5] Mylvaganam, K. y Zhang, L., “4 - micro/nano tribology,” en *Tribology for Engineers* (Davim, J. P., ed.), pp. 121–160, Woodhead Publishing, 2011, [doi:https://doi.org/10.1533/9780857091444.121](https://doi.org/10.1533/9780857091444.121).
- [6] Zhao, J., Huang, Y., He, Y., y Shi, Y., “Nanolubricant additives: A review,” *Friction*, vol. 9, 2020, [doi:10.1007/s40544-020-0450-8](https://doi.org/10.1007/s40544-020-0450-8).
- [7] Katiyar, J. K., Ramkumar, P., Rao, T. V. V. L. N., y Davim, J., *Tribology in Materials and Applications*. Springer, 2020, [doi:10.1007/978-3-030-47451-5](https://doi.org/10.1007/978-3-030-47451-5).
- [8] Pradeep, T., *Nano: The Essentials*. McGraw Hill professional, McGraw-Hill Education, 2008, <https://books.google.cl/books?id=gPRPYfZJvkC>.
- [9] Nijjawan, N. y Nijjaawan, R., *Modern Approach to Maintenance in Spinning*. Woodhead Publishing India Series, Elsevier Science and Technology, 2010, <https://books.google.cl/books?id=QvP4kQAACAAJ>.
- [10] Kumar, R., Hussainova, I., Rahmani, R., y Antonov, M., “Solid lubrication at high-temperatures and mdash;a review,” *Materials*, vol. 15, no. 5, 2022, [doi:10.3390/ma15051695](https://doi.org/10.3390/ma15051695).
- [11] Chhowalla, M., Shin, H. S., Eda, G., Li, L., Loh, K. P., y Zhang, H., “The chemistry of two-dimensional layered transition metal dichalcogenide nanosheets,” *Nature chemistry*, vol. 5 4, pp. 263–75, 2013.
- [12] Wang, Q. H., Kalantar-zadeh, K., Kis, A., Coleman, J. N., y Strano, M. S., “Electronics and optoelectronics of two-dimensional transition metal dichalcogenides,” *Nature nanotechnology*, vol. 7 11, pp. 699–712, 2012.
- [13] Xu, M., Liang, T., Shi, M., y Chen, H., “Graphene-like two-dimensional materials,” *Chemical reviews*, vol. 113, 2013, [doi:10.1021/cr300263a](https://doi.org/10.1021/cr300263a).

- [14] Freyman, C., Zhao, B., y Chung, Y., Suppression of moisture sensitivity of friction in carbon-based coatings, pp. 295–310. Elsevier, 2007, [doi:10.1016/B978-044452772-1/50049-4](https://doi.org/10.1016/B978-044452772-1/50049-4).
- [15] Grützmacher, P. G., Profito, F. J., y Rosenkranz, A., “Multi-scale surface texturing in tribology—current knowledge and future perspectives,” *Lubricants*, vol. 7, no. 11, 2019, [doi:10.3390/lubricants7110095](https://doi.org/10.3390/lubricants7110095).
- [16] Milanese, E., Brink, T., Aghababaei, R., y Molinari, J.-F., “Emergence of self-affine surfaces during adhesive wear,” *Nature Communications*, vol. 10, pp. 1–9, 2019, [doi:10.1038/s41467-019-09127-8](https://doi.org/10.1038/s41467-019-09127-8).
- [17] Myshkin, N. y Grigoriev, A., “Roughness and texture concepts in tribology,” *Tribology in Industry*, vol. 32, pp. 97–103, 2013.
- [18] Gadelmawla, E., Koura, M., Maksoud, T., Elewa, I., y Soliman, H., “Roughness parameters,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 123, no. 1, pp. 133–145, 2002, [doi:https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)00060-2](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)00060-2).
- [19] Shpenkov, G., *Friction Surface Phenomena*. Tribology series, Elsevier Science, 1995, <https://books.google.cl/books?id=uUXH\4PYf\IC>.
- [20] Takadom, J., *Materials and Surface Engineering in Tribology*. ISTE, Wiley, 2013, <https://books.google.cl/books?id=fRtHUBc\RsUC>.
- [21] Tevet, O., Von-Huth, P., Popovitz-Biro, R., Rosentsveig, R., Wagner, H. D., y Tenne, R., “Friction mechanism of individual multilayered nanoparticles,” *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 108, no. 50, pp. 19901–19906, 2011, [doi:10.1073/pnas.1106553108](https://doi.org/10.1073/pnas.1106553108).
- [22] Matthews, A., Franklin, S., y Holmberg, K., “Tribological coatings: Contact mechanisms and selection,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 40, p. 5463, 2007, [doi:10.1088/0022-3727/40/18/S07](https://doi.org/10.1088/0022-3727/40/18/S07).
- [23] Bart, J. C., Gucciardi, E., y Cavallaro, S., “2 - principles of lubrication,” en *Biolubricants* (Bart, J. C., Gucciardi, E., y Cavallaro, S., eds.), Woodhead Publishing Series in Energy, pp. 10–23, Woodhead Publishing, 2013, [doi:https://doi.org/10.1533/9780857096326.10](https://doi.org/10.1533/9780857096326.10).
- [24] Dawczyk, J., Morgan, N., Russo, J., y Spikes, H., “Film thickness and friction of zddp tribofilms,” *Tribology Letters*, vol. 67, 2019, [doi:10.1007/s11249-019-1148-9](https://doi.org/10.1007/s11249-019-1148-9).
- [25] Totten, G. y Liang, H., *Mechanical Tribology: Materials, Characterization, and Applications*. CRC Press, 2004, https://books.google.cl/books?id=Vk_cULgsCucC.
- [26] Holmberg, K. y Matthews, A., *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*. ISSN, Elsevier Science, 2009, <https://books.google.cl/books?id=SuTrD-AHpyUC>.
- [27] Prajapati, A. K., Omrani, E., Menezes, P. L., y Rohatgi, P. K., *RETRACTED CHAPTER: Fundamentals of Solid Lubricants*, pp. 1–32. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2018, [doi:10.1007/978-3-662-56528-5_1](https://doi.org/10.1007/978-3-662-56528-5_1).
- [28] Marinescu, I. D., Rowe, W. B., Dimitrov, B., y Ohmori, H., “16 - tribochemistry of abrasive machining,” en *Tribology of Abrasive Machining Processes (Second Edition)* (Marinescu, I. D., Rowe, W. B., Dimitrov, B., y Ohmori, H., eds.), pp. 483–517, Oxford:

William Andrew Publishing, second edition ed., 2013, [doi:https://doi.org/10.1016/B978-1-4377-3467-6.00016-1](https://doi.org/10.1016/B978-1-4377-3467-6.00016-1).

- [29] Nakayama, K. y Martin, J.-M., “Tribochemical reactions at and in the vicinity of a sliding contact,” *Wear*, vol. 261, no. 3, pp. 235–240, 2006, [doi:https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.10.012](https://doi.org/10.1016/j.wear.2005.10.012).
- [30] Zhang, S., Ma, T., Erdemir, A., y Li, Q., “Tribology of two-dimensional materials: From mechanisms to modulating strategies,” *Materials Today*, vol. 26, pp. 67–86, 2019, [doi:https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.12.002](https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.12.002).
- [31] Rapuc, A., Wang, H., y Polcar, T., “Nanotribology of transition metal dichalcogenide flakes deposited by chemical vapour deposition: The influence of chemical composition and sliding speed on nanoscale friction of monolayers,” *Applied Surface Science*, vol. 556, p. 149762, 2021, [doi:https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.149762](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.149762).
- [32] Meng, F., Yang, C., y Han, H., “Study on tribological performances of mos2 coating at high temperature,” *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, vol. 232, no. 8, pp. 964–973, 2018, [doi:10.1177/1350650117735272](https://doi.org/10.1177/1350650117735272).
- [33] Kasai, H., Tolborg, K., Sist, M., Zhang, J., Hathwar, V., Filsø, M., Cenedese, S., Sugimoto, K., Overgaard, J., Nishibori, E., y Iversen, B., “X-ray electron density investigation of chemical bonding in van der waals materials,” *Nature Materials*, vol. 17, pp. 249–252, 2018, [doi:10.1038/s41563-017-0012-2](https://doi.org/10.1038/s41563-017-0012-2).
- [34] Hu, Z., Tai, Z., Liu, Q., Wang, S.-W., Jin, H., Wang, S., Lai, W., Chen, M., Li, L., Chen, L., Tao, Z., y Chou, S.-L., “Ultrathin 2d tis2 nanosheets for high capacity and long-life sodium ion batteries,” *Advanced Energy Materials*, vol. 9, no. 8, p. 1803210, 2019, [doi:https://doi.org/10.1002/aenm.201803210](https://doi.org/10.1002/aenm.201803210).
- [35] Rao, S., Sandeep, M., Kumaraswami, R., y Shravan, A., “A critical review on solid lubricants,” *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*, vol. 7, pp. 193–199, 2016.
- [36] Ayyagari, A., Mutyala, K., y Sumant, A., “Towards developing robust solid lubricant operable in multifarious environments,” *Scientific reports*, vol. 10, p. 15390, 2020, [doi:10.1038/s41598-020-72666-4](https://doi.org/10.1038/s41598-020-72666-4).
- [37] Tossyn, P., “Lubricantes sólidos,” 2022, <https://xenum.com/es/inicio/empresa/tecnologia/lubricantes-solidos/>.
- [38] Driesner, A. R. y Wagner, P., “Friction Coefficients of Graphite over the Temperature Interval 25°C to 2450°C,” *Journal of Applied Physics*, vol. 29, pp. 901–903, 1958, [doi:10.1063/1.1723326](https://doi.org/10.1063/1.1723326).
- [39] Uemura, M., shi Saito, K. K., y Nakao, K., “A mechanism of vapor effect on friction coefficient of molybdenum disulfide,” *Tribology Transactions*, vol. 33, pp. 551–556, 1990.
- [40] “Tungsten disulfide (ws2) powder,” <https://lowerfriction.com/dry-solid-lubricant-powders/tungsten-disulfide-ws2-powder/>.
- [41] An, V., Irtegov, Y., y De izarra, C., “Study of tribological properties of nanolamellar ws2 and mos2 as additives to lubricants,” *Journal of Nanomaterials*, vol. 2014, 2014, [doi:10.1155/2014/865839](https://doi.org/10.1155/2014/865839).

- [42] Babuska, T. F., Pitenis, A. A., Jones, M. R., Nation, B. L., Sawyer, W. G., y Argibay, N., “Temperature-dependent friction and wear behavior of ptfе and mos₂,” Tribology Letters, vol. 63, 2016, doi:10.1007/s11249-016-0702-y.
- [43] Grützmacher, P. G., Suarez, S., Tolosa, A., Gachot, C., Song, G., Wang, B., Presser, V., Mücklich, F., Anasori, B., y Rosenkranz, A., “Superior wear-resistance of ti₃c₂x multilayer coatings,” ACS Nano, vol. 15, no. 5, pp. 8216–8224, 2021, doi:10.1021/acsnano.1c01555. PMID: 33822595.
- [44] Dr. Fleischmann, S., “Experimental description tis₂ - amine,” 2022.
- [45] Barawi, M., Flores, E., Ponthieu, M., Ares, J., Cuevas, F., Leardini, F., Ferrer, I., y Sanchez, C., “Hydrogen storage by titanium based sulfides: Nanoribbons (tis₃) and nanoplates (tis₂),” Journal of Electrical Engineering, vol. 3, p. 5, 2015, doi:10.17265/2328-2223/2015.01.004.
- [46] Dr. Fleischmann, S., “Tis₂ supplementary data,” 2022.
- [47] “Mft-5000 multi function tribometer,” 2022, <https://rtec-instruments.com/tribometer/universal-tribometer/>.
- [48] Dr. Zambrano, D., “Procedimiento para tratamiento digital de poros y grietas,” 2022.
- [49] Jäger, C., “Hertzian theory of contact,” 2019, <https://wiki.tum.de/display/zfp/Hertzian+Theory+of+Contact>.
- [50] Nisbett, K. y Budynas, R., Shigley’s Mechanical Engineering Design. McGraw-Hill Education, 2014, <https://books.google.cl/books?id=Bs7PngEACAAJ>.
- [51] “Astm 52100 bearing steel: 100cr6: Suj2: En31,” 2020, <https://www.astmsteel.com/product/52100-bearing-steel-aisi/>.
- [52] “Properties: Stainless steel - grade 304 (uns s30400),” 2022, <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=965>.
- [53] “Hertzian contact stress calculator,” 2022, <https://amesweb.info/HertzianContact/HertzianContact.aspx>.

Anexos

Anexo A. Cálculo de la presión de contacto de Hertz

En el año 1881 Heinrich Hertz publica una teoría con tal de calcular las tensiones y fuerzas presentes, que actúan por medio del contacto de dos cuerpos elásticos. Para lograr calcular la mecánica de contacto Hertz dicta varias suposiciones como son que ambos cuerpos que se relacionan son de un material elástico, isótropo y homogéneo; la superficie es perfectamente lisa, donde no hay tensiones de cizallamiento en las superficies que están en contacto; y también que solo una parte relativamente pequeña de las áreas en total está en contacto [49].

Como bien se ha expuesto, cuando se presionan dos cuerpos que tienen superficies curvas, el contacto generado de forma puntual o lineal cambia a superficial y los esfuerzo que se exhiben en ambos cuerpos pasan a ser tridimensionales. Respecto a lo que fue la experiencia de esta tesis, solo se considera el caso especial de contacto entre una esfera y un plano, las ecuaciones y resultados producidos son gracias a Hertz y se les conocen tensiones hertzianas (presiones de contacto de Hertz) [50].

Para realizar los cálculos se hace necesario tener claro que los dos cuerpos analizar son la bola de acero (esfera) y el sustrato de acero inoxidable (placa plana) como se observa en la Figura A.1, donde para la bola de acero la relación de Poisson (ν_1) es de 0,30 y el módulo de Young (E_1) es de 210 GPa [51]; y para el sustrato de acero inoxidable la relación de Poisson (ν_2) es de 0,27 y el módulo de Young (E_2) es de 196,5 GPa [52].

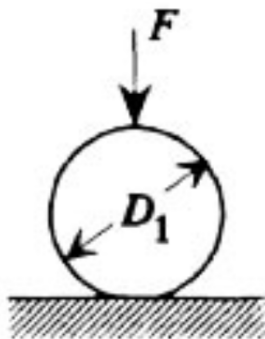


Figura A.1: Configuración de dos cuerpos en contacto: Bola de acero sobre un sustrato de acero inoxidable (Esfera sobre una placa plana) [53].

Cabe destacar que para determinar la magnitud de la presión de contacto para cada carga normal aplicada, se hace uso de las siguientes ecuaciones, para así obtener los valores finales que se explicitan en la Tabla 3.1:

El radio a del área de contacto circular viene dado por, donde el diámetro de la bola de acero se denomina D_1 y el diámetro del sustrato de acero inoxidable se referencia como D_2 , para este caso de estudio, se reemplaza esta variable por ∞ .

$$a = \sqrt[3]{\frac{3F}{8} \frac{\frac{(1-\nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1-\nu_2^2)}{E_2}}{\frac{1}{D_1} + \frac{1}{D_2}}}$$

El valor del radio a se debe reemplazar en la siguiente ecuación para calcular la presión máxima que ocurre en el centro del área de contacto entre ambos cuerpos.

$$p_{max} = \frac{3F}{2\pi a^2}$$

Se observa la simbología respectiva a cada parámetro usado en las ecuaciones para generar las presiones de contacto de Hertz.

Símbolos	Parámetros
a	Radio del área de contacto
F	Fuerza aplicada
ν	Relación de Poisson
E	Módulo de Young
D	Diámetro del cuerpo
p_{max}	Presión de contacto máxima

Anexo B. Pistas de desgaste

B.1. Referencia (acero inoxidable)



Figura B.1: Pistas de desgaste para el sustrato de acero inoxidable sin recubrimiento para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c).

B.2. TiS_2 P



Figura B.2: Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).



Figura B.3: Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).



Figura B.4: Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).



Figura B.5: Pistas de desgaste del TiS_2 P a una concentración de $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).

B.3. TiS_2 OA



Figura B.6: Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $0,5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).

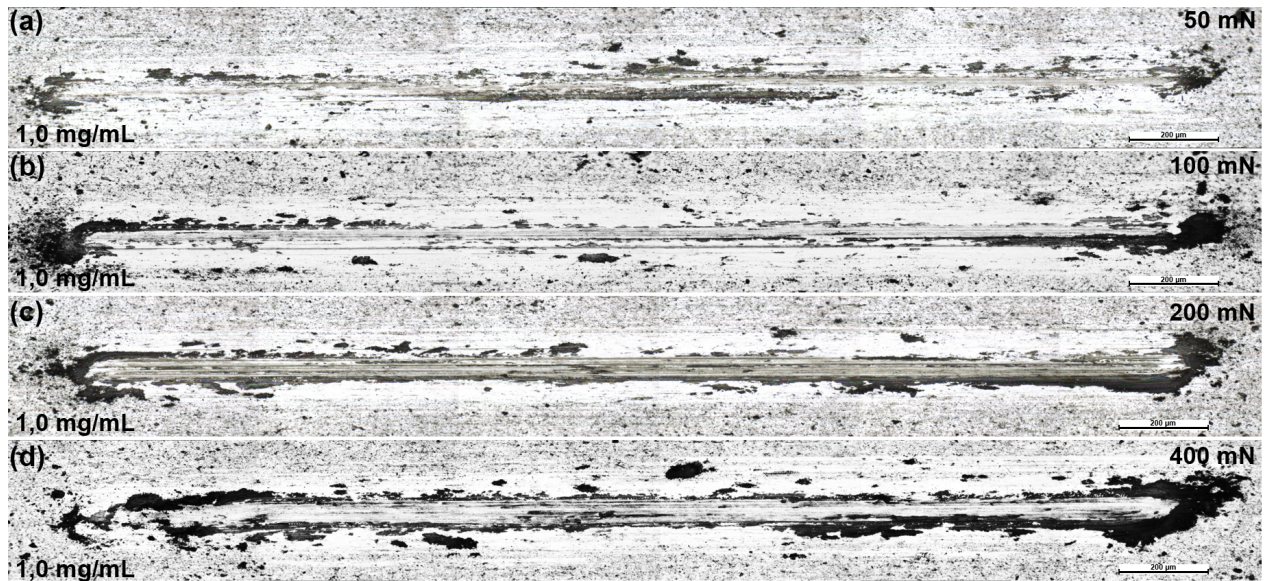


Figura B.7: Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $1,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).



Figura B.8: Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $2,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).



Figura B.9: Pistas de desgaste del TiS_2 OA a una concentración de $5,0 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ para las siguientes cargas normales: 50 mN (a); 100 mN (b); 200 mN (c); 400 mN (d).