

ANÁLISIS TRIBOLÓGICO DE MATERIALES FENOLICOS CON MATERIALES
CARBONOSOS, EN CONTACTO DESLIZANTE CON DISCOS DE FRENO

DAVID VARGAS ROBLEDO

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

MEDELLÍN

2013

ANÁLISIS TRIBOLÓGICO DE MATERIALES FENOLICOS CON MATERIALES
CARBONOSOS, EN CONTACTO DESLIZANTE CON DISCOS DE FRENO

DAVID VARGAS ROBLEDO

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Mecánico

Director

SANTIAGO BETANCOURT PARRA

Ph.D. I.M.

UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA

ESCUELA DE INGENIERÍAS

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

MEDELLÍN

2013

NOTA DE ACEPTACION

Firma
Presidente del jurado

Firma
Presidente del jurado

Firma
Presidente del jurado

Medellín, Mayo de 2013



A la memoria de mi Hermanita, para que nunca se desvanezca

A mi familia, sin los que no pudiera ni pensar estar aquí en este momento. Por su amor, paciencia, formación, apoyo y múltiples enseñanzas, MIL Y MIL GRACIAS!!!

A mi novia, Andrea, por su apoyo incondicional durante este proyecto y todos los otros proyectos que hemos emprendido y emprenderemos!

“Si en el oro están comprendidos todos los valores,
en la sencillez están comprendidas todas las virtudes”

Tomás Carrasquilla

AGRADECIMIENTOS

Doy mis más sinceros agradecimientos a:

Santiago Betancourt Parra, Ph.D. Ingeniero Mecánico y director de este proyecto por su acompañamiento, enseñanzas, apoyo y confianza durante la ejecución de este trabajo de grado.

A la Universidad Pontificia Bolivariana, y en particular al grupo de investigación en Nuevos Materiales (GINUMA) por permitirme desarrollar este proyecto. También agradezco al personal de los laboratorios por la asistencia para las etapas de procesamiento y obtención de las probetas.

A la Universidad Nacional de Colombia la cual en manos del señor Juan Meza y en especial, al Ph.D. Alejandro Toro y a los amigos del Grupo de Tribología y Superficies, por permitirme acceder sin restricciones de tiempo ni horario a sus equipos, tiempo y enseñanzas.

Al asesor Carlos Builes por estar siempre ahí dispuesto a brindar una mano y una sonrisa en los momentos más críticos.

A mi compañero y amigo Sergio Andrés Suarez Vélez por sus pequeños grandes aportes que tanto me facilitaron la vida.

A Miguel Alejandro de industrias HRV por su seriedad y cumplimiento en los trabajos especiales realizados para el correcto desarrollo de este proyecto. A COBRAL, por sus discos de freno, parte esencial de este proyecto.

Al CIDI y a COLCIENCIAS por la financiación de este proyecto.

A todas las personas que no logro nombrar aquí: MIL GRACIAS!

RESUMEN

Este trabajo de grado compara las propiedades tribológicas de pines de dos materiales compuestos (elaborados con resina fenólica como matriz) en contacto deslizante con discos de freno para posibles aplicaciones en autopartes de fricción. Uno de los materiales fue reforzado con carbón vegetal obtenido mediante pirólisis a partir de fibra de plátano y el otro reforzado con grafito. Para ambos compuestos se estudia la influencia del contenido porcentual del refuerzo. Para el material compuesto reforzado con carbón vegetal, se estudia además la influencia que tiene el tamaño de partícula del reforzante en las propiedades.

Inicialmente y durante todo el desarrollo del trabajo se realizó una revisión bibliográfica sobre materiales compuestos, pirólisis, modificadores de fricción, pastillas de freno y tribología. Así mismo, se estudiaron las características y la teoría sobre los materiales utilizados como matriz y reforzantes.

La fibra, específicamente la proveniente de la vena central de la hoja de plátano fue procesada utilizando un molino eléctrico y posteriormente clasificada en diferentes tamaños de partícula mediante un tamizador. Se seleccionaron tres tamaños de partícula correspondientes a los tamices número 20, 40 y 100. Luego se procedió a la obtención del carbón vegetal mediante pirólisis lenta a partir de la fibra molida utilizando un horno tubular que soporta temperaturas de hasta 1600 °C, haciendo pasar por éste un flujo de nitrógeno para eliminar la posibilidad de combustión y favorecer la carbonización. En este proceso se alcanzaron temperaturas de 1000 °C sostenidas durante 90 minutos.

La técnica de compresión en caliente fue utilizada para la obtención de los diferentes materiales compuestos. Dicho procesamiento se realizó bajo una presión de 200 PSI a una temperatura de 160 °C durante 15 minutos (más 15 minutos de enfriamiento a la misma presión). Se logró fabricar 24 tipos de materiales compuestos. A saber: Seis reforzados con grafito en diferentes proporciones de refuerzo (5, 10, 15, 20, 25 y 30 % en volumen), y seis más para cada uno de los tres tamaños de partícula del carbón vegetal

utilizado como reforzante. Dichos materiales fueron después cortados y procesados hasta transformarse en pines aptos para ser evaluados en una máquina pin disco.

El ensayo pin disco fue el elegido para la caracterización tribológica de todos los materiales (coeficiente de fricción, desgaste y la determinación de los mecanismos de desgaste del par tribológico pin compuesto – disco de freno). Las condiciones de carga y velocidad se conservaron iguales para todos los ensayos realizados. Se encontró que todos los pines reforzados con grafito tenían menor coeficiente de fricción que los que fueron reforzados con carbón vegetal. Adicionalmente, se determinó que existe influencia en el valor del coeficiente de fricción dictada por el tamaño de partícula del reforzante. La fricción aumenta a medida que el tamaño de partícula aumenta. Por otro lado, se anota que el coeficiente de fricción de todos los materiales reforzados es inferior al reportado para la resina fenólica sin refuerzo, dando lugar al conocimiento de un efecto lubricante por parte de todos los reforzantes utilizados. En cuanto al desgaste, no se obtuvieron tendencias marcadas o concluyentes. Sin embargo, los menores valores de desgaste (con las menores desviaciones estándar) de todos los experimentos correspondían a los tres tipos de compuesto con mayor contenido porcentual de refuerzo (20, 25 y 30%) y al mayor tamaño de partícula estudiado (tamiz 20). Se determinó también un mecanismo de falla común para todos los pines evaluados utilizando un microscopio electrónico de barrido.

Tales resultados, implican la continuación del estudio alrededor de los lubricantes sólidos dadas las necesidades existentes en industrias como la automotriz, la ferroviaria y la aeronáutica en cuanto a sistemas de frenado autolubricantes. Por ahora, se recomienda continuar con la utilización del grafito como reforzante en aplicaciones de frenado comerciales debido a su bajo coeficiente de fricción y a su notable estabilidad. Finalmente y a partir de los resultados obtenidos, se puede decir que existe un largo camino para recorrer en el estudio de los lubricantes sólidos como el carbón vegetal estudiado en este trabajo, pero no limitado a este.

Palabras Clave: Tribología, coeficiente de fricción, material compuesto, desgaste, carbón vegetal.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO	4
1.1 GENERALIDADES SOBRE LOS MATERIALES COMPUESTOS	4
1.2 PARTES DE LOS MATERIALES COMPUESTOS	4
1.3 INTERFASE	10
1.4 PASTILLAS DE FRENO	11
1.5 PIRÓLISIS	12
1.6 TRIBOLOGÍA.....	13
1.7 CLASIFICACIÓN DEL TRIBOSISTEMA.....	15
CAPÍTULO 2. MATERIALES	17
2.1 RESINA FENÓLICA.....	17
2.2 GRAFITO.....	17
2.3 CARBÓN SINTETIZADO MEDIANTE PIRÓLISIS.....	18
CAPÍTULO 3. MÉTODOS Y PROCESOS EXPERIMENTALES.....	19
3.1 CARBONIZACIÓN Y PIRÓLISIS	20
3.2 PREPARACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.....	23

3.2.1	MEZCLADO	23
3.2.2	COMPRESIÓN EN CALIENTE	25
3.3	NOMENCLATURA	27
3.4	FABRICACIÓN DE LOS PINES	29
3.5	CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA	30
3.6	MICROSCOPIA.....	35
CAPÍTULO 4. RESULTADOS		37
4.1	CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA	37
4.2	DESGASTE.....	45
4.3	IMÁGENES TOMADAS CON MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	47
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES		52
RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS.....		54
REFERENCIAS.....		55

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1. Características del disco de fundición gris (Betancourt Parra, 2010).	16
Tabla 3.1. Tamices utilizados para la clasificación del tamaño de partícula.	20
Tabla 3.2. Rutina de calentamiento, sostenimiento y enfriamiento del controlador del horno.	22
Tabla 3.3. Resultados en volumen y masa necesarios para la elaboración del material compuesto.	24
Tabla 3.4. Guía de composición según la nomenclatura asignada al material compuesto ..	28

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Esquema de funcionamiento de un sistema de freno de disco.....	12
Figura 1.2. Componentes del tribo-sistema (Zum Gahr, 1987)	15
Figura 3.1. Molino Retsh. Máquina utilizada para moler las fibras de plátano.	19
Figura 3.2. a) Estación de regulación de gases y Horno tubular MTI b) Estación de condensación de gases y residuos. Tomadas de la tesis de Doctorado de Betancourt.....	21
Figura 3.3. Recipiente de mezclado.	25
Figura 3.4. Molde utilizado para el proceso de compresión en caliente	26
Figura 3.5. Prensa con placas de calentamiento para el proceso de compresión en caliente	26
Figura 3.6. Diagrama de partes del pin.	29
Figura 3.7. Diagrama de proceso para la elaboración del material compuesto y de los pines.	30
Figura 3.8. Tribómetro pin – disco utilizado.....	31
Figura 3.9. Pin montado en porta pin.....	32
Figura 3.10. Brazo del tribómetro perfectamente balanceado.	33
Figura 3.11. Montaje adecuado del porta pin en el tribómetro tipo pin disco.	34
Figura 3.12. Equipo utilizado para la deposición de oro en la superficie de los pines.	36
Figura 4.1. Comparación de las gráficas de coeficiente de fricción vs. tiempo correspondientes a las probetas con menor (izquierda) y mayor (derecha) contenido porcentual de reforzante.....	37

Figura 4.2. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el grafito	39
Figura 4.3. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el carbón clasificado con tamiz 100.....	40
Figura 4.4. Simulación del área aparente y el área real de contacto entre dos superficies (Zum Gahr, 1987).....	41
Figura 4.5. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el carbón clasificado con tamiz 40.....	42
Figura 4.6. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el carbón clasificado con tamiz 20.....	43
Figura 4.7. Coeficiente de fricción vs. Contenido de refuerzo	44
Figura 4.8. Desgaste de los diferentes materiales compuestos de acuerdo con el tipo, tamaño de partícula y/o composición porcentual del reforzante. A. Grafito B. PCT100 C. PCT40 D. PCT20	46
Figura 4.9. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin PCT20 con 5% de refuerzo. A: A 85 aumentos. B: A 200 aumentos.	48
Figura 4.10. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin de fenólica y grafito con 5% de refuerzo a 170 aumentos.	49
Figura 4.11. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin de fenólica y carbón con 15% de refuerzo a 200 aumentos.....	49
Figura 4.12. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin de fenólica y carbón tamiz 20 con 25% de refuerzo a 300 aumentos.	50
Figura 5.1. Descripción gráfica del desprendimiento de partícula. A la izquierda pin de carbón y a la derecha pin de grafito.	53

INTRODUCCIÓN

La industria automotriz en general, así como la de materiales cambia y evoluciona constantemente. Esto se debe entre otros aspectos al descubrimiento e invención de nuevos métodos de procesamiento y de nuevos materiales.

Se ha determinado que las fibras de origen vegetal, y particularmente las de origen lignocelulósico pueden ser utilizadas como reforzantes de fricción y por ende podrían ser utilizadas en la industria de autopartes de fricción (Shawakataly, Khalil, Siti, Kadir, & Omar, 2006) debido a que, al ser carbonizadas mediante pirólisis lenta preservan las propiedades de su precursor.

Este trabajo da continuidad a una temática de investigación abordada previamente por el GINUMA (Grupo de investigación en Nuevos Materiales de la Universidad Pontificia Bolivariana) y en la cual se encontraron, entre otros resultados, las características lubricantes del carbón sintetizado a partir de la fibra extraída de la vena central de la hoja de plátano. Teniendo en cuenta también la gran abundancia de plantaciones de plátano y banano que hay en nuestro país, así como el bajo aprovechamiento de los subproductos de esta industria (Jaramillo & Toro, 2003) se toma la decisión de continuar con los estudios para potenciar el conocimiento de posibles aplicaciones.

Se pretende estudiar el comportamiento tribológico del carbón vegetal obtenido mediante pirólisis a partir de fuentes vegetales al mezclarlas con una matriz polimérica, específicamente resina fenólica tipo novolaca y evaluar la influencia que tiene en dicho comportamiento el tamaño de partícula del reforzante y la cantidad proporcional del mismo.

Los objetivos trazados para este proyecto de grado son:

Objetivo general: Analizar las características tribológicas de materiales fenólicos con fibras carbonosas de origen vegetal en contacto deslizante con discos de freno en

diferentes proporciones matriz – refuerzo, en condiciones de carga y velocidad constantes, para posibles aplicaciones en la industria de autopartes.

Objetivos específicos:

1. Determinar las características tribológicas de un material compuesto con grafito y resina fenólica, en diferentes proporciones matriz – refuerzo, en condiciones de carga y velocidad constantes, en contacto deslizante con discos de fundición para freno de automóviles.
2. Evaluar la influencia del tamaño de partícula y del contenido porcentual de fibra carbonosa en el desgaste y el coeficiente de fricción del par tribológico disco – pin bajo condiciones de carga y velocidad de deslizamiento constantes.
3. Comparar las características tribológicas entre sistemas fabricados con grafito y los diferentes sistemas fabricados con carbón vegetal.

Este trabajo de grado ha sido organizado en cinco capítulos. A continuación se da una breve descripción del contenido de cada uno de los capítulos.

1. **Marco teórico:** Se presenta una visión general de los conceptos necesarios para abordar el problema planteado. Se realizó mediante una exhaustiva revisión bibliográfica de referencias pertinentes.
2. **Materiales:** En este capítulo se describen ampliamente los materiales involucrados en este trabajo de grado; la resina fenólica, como la matriz en ambos compuestos, el grafito como el agente reforzante utilizado comercialmente y finalmente el carbón sintetizado mediante pirólisis.
3. **Métodos:** Una descripción detallada, precisa y concreta, paso a paso de los diferentes procedimientos que se realizaron para la preparación de los materiales compuestos. Se describen los procesos de pirólisis, compresión en caliente, ensayos tribológicos en un tribómetro tipo pin – disco y de microscopía electrónica de barrido para determinar mecanismos de falla.

4. **Resultados y Análisis:** En este capítulo se exponen los resultados del coeficiente de fricción obtenidos para cada una de las probetas evaluadas, así como los valores de desgaste y un análisis de los diferentes mecanismos de desgaste encontrados.
5. **Conclusiones:** Se exponen los resultados y conclusiones más importantes así como las recomendaciones para investigaciones futuras.

Recomendaciones y trabajos futuros: Se muestran, con base en los resultados obtenidos, las recomendaciones realizadas en cuanto a la continuación de la investigación alrededor de los materiales y temas aquí estudiados.

CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO

En este capítulo, el lector podrá encontrar los conceptos más importantes para el desarrollo de este trabajo de grado. Inicialmente, se describe la teoría fundamental alrededor de los materiales compuestos. Pasando por una descripción de los conceptos de matrices y refuerzos así como una aproximación a los materiales carbonosos y al proceso de carbonización y pirólisis. También se encuentra un breve aparte sobre los materiales lignocelulósicos. Finalmente, se entrega un breve resumen sobre tribología, donde se habla de los principales mecanismos de desgaste, la clasificación de los tribosistemas y el ensayo pin – disco.

1.1 GENERALIDADES SOBRE LOS MATERIALES COMPUESTOS

Según la asociación española de materiales compuestos, un material compuesto es la “combinación de dos o más materiales diferentes en forma o composición a escala macroscópica. Los constituyentes retienen sus identidades, es decir, no se disuelven ni se funden completamente en uno de ellos, aunque actúan en conjunto. Normalmente, los componentes pueden ser físicamente identificados y exhiben una interfase de separación entre ellos (AEMAC, 2012)”.

Mediante la mezcla de diversos componentes, se pueden obtener materiales compuestos que satisfagan múltiples necesidades y aplicaciones, pues pueden lograrse distintos tipos de comportamientos en el material de acuerdo a modificaciones en su formulación. Algunas de las propiedades que se pueden obtener, son una alta resistencia mecánica, a la fatiga, a la corrosión, entre otras.

1.2 PARTES DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

Los materiales compuestos, se forman esencialmente por una matriz, un reforzante y la interfase creada entre estos. Sin embargo, los rellenos y las fibras pueden definirse por separado. Algunos componentes se listan a continuación: (Gurunath & Bijwe, 2007):

Relleno: Este puede ser funcional, mejorando características particulares de los compuestos, tales como la resistencia al desvanecimiento de la eficiencia de frenado y del coeficiente de fricción, mientras que hay otro que puede ser inerte o de espacio y se utiliza para disminuir costos.

Al unirse la matriz con alguno de los reforzantes que se definen en esta sección del trabajo de grado, se obtiene un material compuesto. Entre estos componentes se forma una región llamada la interfase, que existe más específicamente entre el refuerzo y la matriz del material (AEMAC, 2012). En esta región, se genera la unión entre dichos componentes.

Aglutinante o matriz: Es el corazón del sistema, ya que permite la unión firme de todos los componentes para que estos puedan cumplir con la función deseada (Hee & Filip, 2005). Pueden ser: Resina fenólica, caucho butadieno estireno (SBR), benzoxazina, entre otros polímeros. Además, su origen puede ser metálico ó cerámico. La función principal de la matriz es la de soportar la carga y transmitirla al refuerzo a través de la interfase.

- **Matrices metálicas:** Cuando se utilizan matrices metálicas, estas son seleccionadas por que conservan propiedades de los metales utilizados como son la elevada resistencia mecánica y un elevado módulo de elasticidad, además resisten temperaturas superiores a los valores correspondientes a matrices poliméricas y tienen una conductividad térmica relativa a su material (Open course ware). Generalmente, se utilizan metales de baja densidad como el aluminio, el magnesio y el titanio.
- **Matrices poliméricas:** Son generalmente utilizadas en la industria naval, aeroespacial, aeronáutica, electrónica, deportiva, entre otras. Las matrices de esta clasificación se dividen en termoestables o termoplásticas.
- **Matrices Termoestables:** Presentan uniones covalentes entre sus cadenas moleculares formadas mediante una reacción, ya sea de curado o de reticulación. Esto, da como resultado un producto rígido e insoluble. La resina fenólica hace parte de este grupo.

- **Resina Fenólica:** Las resinas fenólicas son polímeros termorrígidos, que se obtienen por una reacción de policondensación entre fenol y formaldehído. Fueron las primeras resinas termorrígidos comercialmente sintetizadas a partir de sustancias de bajo peso molecular (Settle, 1997). Existen dos tipos de resinas fenólicas, las novolacas y los resoles. Las condiciones de reacción son la diferencia entre estas dos resinas. Los resoles se sintetizan en medios básicos y usan catalizadores básicos en la polimerización mientras que las novolacas se obtienen a partir de una policondensación entre formaldehído y fenol en medio ácido. Las novolacas modificadas con un agente de curado llamado Hexamina (HMTA) permiten policondensación y la formación de un termorrígido durante la etapa de curado (Pérez, 2005). Al aumentar el porcentaje de resina fenólica, se obtiene un aumento en la dureza debido a que ésta presenta una alta resistencia después del curado (Hyung Cho, Jin Kim, Kim, & Jang, 2005).

Las resinas fenólicas son utilizadas como aglutinante en los materiales de fricción gracias a su bajo costo y buena combinación de propiedades mecánicas como alta dureza, buena resistencia a la compresión, resistencia térmica media, resistencia a la fluencia y una gran capacidad de fluir a través de todos los componentes para lograr una unión aglutinante firme (Gurunath & Bijwe, 2007). Sin embargo, tiene debilidades como la alta sensibilidad al calor y a la humedad, sufre de limitaciones serias por la producción de gases nocivos durante el periodo de curado y tiene una vida corta cuando se almacena sin curar, lo que causa problemas de almacenaje, transporte y favorece la generación de grietas en los productos finales. Adicional a esto, requiere de un catalizador que se mezcla con la resina en polvo antes de ser procesada, lo cual aumenta los costos.

- **Matrices Termoplásticas:** Su nombre indica que tienen un comportamiento plástico a partir de cierta temperatura, por encima de la cual empieza a fluir, y una vez la temperatura baja vuelve a solidificarse. Este tipo de matrices, pueden ser procesadas mediante un sencillo proceso de calentamiento y enfriamiento.

- **Matrices Cerámicas:** Incluyen sólidos inorgánicos no metálicos y pueden ser vidrios de sílice, basados en óxidos y carburos como la alúmina y el carburo de silicio.

1.3. REFUERZOS:

Son el segundo componente de un material compuesto. Su función principal es la de transmitir las cargas a la matriz y generalmente es el componente que define una gran mayoría de las propiedades del material. Los refuerzos más utilizados y los que se definirán en este capítulo llevan el nombre de fibras, sin embargo, debe saberse que existen también materiales híbridos de refuerzo, los cuales están formados por dos o más tipos de fibras. Una fibra es una partícula alargada cuya longitud sobrepasa al menos 3 veces su diámetro (Gonzalo Terente).

Fibras: Se agregan principalmente para aportar resistencia, por sus propiedades de fricción, resistencia al calor y conductividad térmica. Pueden ser fibras de metal, carbón, de vidrio y/o de kevlar y diferentes fibras cerámicas y minerales (Eriksson & Jacobson, 2000).

- **Fibra de Vidrio:** La industria de los materiales compuestos ha crecido rápidamente en los últimos 30 años pasando por materiales como la fibra de vidrio, que es en realidad un polímero reforzado con fibras de vidrio (Ashby & Jones, 1999). Este refuerzo es fácil de obtener, tiene una buena resistencia térmica y mecánica (superior a la del acero) a la tracción en la dirección de las fibras y es estable dimensionalmente.
- **Fibras Metálicas:** Las fibras metálicas son utilizadas, entre otros, con el fin de aumentar la resistencia al choque térmico en matrices cerámicas. Uno de los ejemplos clásicos de un material compuesto reforzado con fibras metálicas es el hormigón. En este caso, el concreto es reforzado con varillas de acero.
- **Fibras de carbono:** Utilizar este costoso material como refuerzo permite mejorar la rigidez, la resistencia mecánica (módulo de elasticidad) y la energía de fractura del

material. Tiene además baja densidad y es resistente a altas temperaturas (Open course ware)

- **Materiales Carbonosos:** Un material carbonoso es una sustancia sólida con alto contenido de carbono y con una estructura no grafitizable. Puede ser natural o sintético y tiene forma alotrópica mixta (Fitzer, Köcling., Boehm, & Marsh).

Es un material frágil que poroso y contiene aproximadamente un 80% de carbono y es obtenido por medio de calentamiento de madera u otros residuos vegetales en ausencia de aire a temperaturas de hasta 1000°C mediante un proceso llamado carbonización o pirólisis. Los carbones de origen vegetal se forman por efecto del calentamiento de una fuente lignocelulósica a temperaturas superiores a las de degradación de sus componentes. Se reportan propiedades para el carbono como una densidad real que está entre 1,3 y 1,99 g cc⁻¹. El módulo de elasticidad de una pared celular carbonizada a 600 °C es de 17 GP, mientras que una a 1000°C, se encuentra en los 40 GPa (Betancourt Parra, 2010).

- **Modificadores de fricción:** son utilizados para manipular el rango de fricción deseado en los materiales compuestos diseñados para fines de rozamiento como las pastillas freno ó los discos de embrague, entre otros. También modifican el desgaste y las temperaturas máxima y de trabajo de las pastillas y de los discos. Se utilizan materiales carbonosos como el grafito, el carbón vegetal y otros como el carburo de silicio o el carburo de titanio.
- **Grafito:** El grafito es una forma alotrópica del carbono, es decir, cuando se combinan átomos de carbono con hibridación sp² (la mezcla tiene lugar entre el orbital s y dos p únicamente), cada átomo se une a otros tres en una estructura plana que da lugar a la forma alotrópica del grafito. Lo constituyen láminas planas ordenadas de forma hexagonal y paralelas entre sí de átomos de carbono formando un sistema de anillos condensados. Es altamente anisotrópico es decir que sus propiedades varían de forma considerable con la dirección. Esta anisotropía le confiere una propiedad que es la lubricación, y se da debido a que las láminas pueden deslizarse unas sobre otras. Una desventaja marcada en la utilización del grafito como reforzante en materiales compuestos para aplicaciones de fricción es

que su reactividad aumenta con la temperatura y lo hace reaccionar con el oxígeno a temperaturas por encima de los 300 °C. Es un buen lubricante sólido que muestra un bajo coeficiente de fricción inclusive en ambientes húmedos, lo cual se cree, es debido a la adsorción de gran cantidad de moléculas de agua en el plano prismático del grafito (Ohmae, 2006).

- **Fibras Lignocelulósicas:** Se refiere a una sustancia que está constituida por uno o más de los siguientes componentes: Hemicelulosa, celulosa ó lignina. (Shawakataly, Khalil, Siti, Kadir, & Omar, 2006). Betancourt (2010), habla de las fibras lignocelulósicas como biopolímeros naturales sintetizados a partir de las células vegetales para formar paredes celulares en la periferia de la célula para cumplir con las funciones de proteger la célula y proporcionarle rigidez a la misma, mantener el balance osmótico y mantener la forma de la célula. Esta pared celular está conformada por una pared primaria, una secundaria y una lamela. A su vez, Betancourt cita a otro autor y establece que “la pared celular es un sistema compuesto en el cual las fibras de celulosa son los elementos reforzantes y la fase amorfa es la matriz, similar a un plástico reforzado con fibra de vidrio (Rowell, 2005).” Las fibras de plátano o de banano hacen parte de las fuentes lignocelulósicas.
- **Fibras Vegetales** (Clemons, 2010): Cubierta en el término fibras naturales, las fibras vegetales se refieren a fibras obtenidas a partir de madera o de las hojas, tallos o raíces de algunas plantas, que en su hábitat natural contribuyen al desarrollo y rendimiento estructural de las plantas, y que pueden ser utilizadas como un valioso refuerzo en ciertos materiales compuestos.

El consumo de fibras naturales en la industria automotriz europea se estima de unas 26000 toneladas en el 2003 y un aproximado de 46000 para el año 2011 (Müssig & Frank). Fibras tales como la fibra de plátano puede encontrar aplicaciones en la industria de los frenos de automóviles. Existen diversos métodos para obtener las fibras naturales pues éstas son usadas en diversas industrias distintas a la de los materiales compuestos como en la fabricación de sogas, papel

etc. (Müssig & Frank). Dicho proceso de extracción dependerá del tipo de planta de la que se deriven las fibras.

1.3 INTERFASE

En cuanto a la relación existente entre los componentes de un material compuesto, hay un importante concepto conocido como interfase. La carga que actúa sobre la matriz es transmitida al reforzante a través de la interfase, y es por esta razón que deben estar muy bien unidos (Jaramillo & Toro, 2003), aunque este es solo uno de los tipos de interacción conocidos puesto que pueden existir diversos tipos de interacciones entre matriz y refuerzo. Unir dos materiales, implica la existencia de una o varias regiones del material compuesto que está ocupada por ambos componentes. En estas regiones existen interacciones. En términos generales, la palabra interfase se define como la región del compuesto donde se producen interacciones entre el refuerzo y la matriz. Esta región tiene un tamaño que es desconocido y variable. (Gómez Turrión, 2008).

Sin embargo, las interacciones entre matriz y refuerzo, cuando el refuerzo utilizado es de tipo fibroso se pueden estudiar a cuatro escalas distintas dependiendo del rango de distancias en el que se produzcan según cita Gómez (2008) (Zhandarov & Mäder, 2005). Una de estas interacciones es de tipo molecular y reza que las propiedades de las fases son determinadas por la interacción química de cada una de éstas. Por otro lado, existe la teoría de que las interacciones interfaciales pueden ser descritas (a escala microscópica) en función de parámetros que caracterizan la transmisión de tensiones a través de la interfase si el material compuesto se somete a algún esfuerzo.

Por otro lado, la unión interfacial puede variar de un sistema a otro según sean las condiciones. Pequeños cambios superficiales como la presencia de contaminantes o la adición de un agente de acople podrían variar las cualidades de la interfase.

La mojabilidad entre matriz y refuerzo es un factor determinante en la creación de un material compuesto. Betancourt (2010) ha establecido que, aunque la mojabilidad entre las fibras de material carbonoso y la resina fenólica no es favorable, no obstante, la unión

interfacial requerida es lograda gracias a la presión ejercida durante el proceso de curado y así mismo durante el proceso de enfriamiento.

1.4 PASTILLAS DE FRENO

Las pastillas de freno son materiales compuestos multicomponentes en los cuales, se preservan los tres tipos de componentes de un material compuesto (matriz, refuerzo e interfase). La interfase sigue existiendo, pero es modificada por los múltiples agregados, creando uniones entre el agente aglutinante y los reforzantes y rellenos agregados. Generalmente se involucran de 10 a 20 componentes diferentes (Eriksson & Jacobson, 2000).

El desarrollo de los materiales que componen las pastillas de freno, ha sido históricamente logrado mediante la técnica de ensayo y error, lo que significa que muchos de sus componentes han sido añadidos en el tiempo basándose más en suposiciones que en hechos científicos (Gudmand-Hoyer, Bach, Nielsen, & Morgen, 1999). Diferentes tipos de materiales añadidos a una formulación final de una pastilla de freno convencional, puede modificar el comportamiento de ésta, favoreciendo o no el coeficiente de fricción, el ruido o chillido generado y el desgaste.

El funcionamiento de las pastillas de freno se basa en la teoría elemental de fricción. Una fuerza normal es transmitida desde la pastilla al disco por medio de dispositivos que incrementan la fuerza aplicada por el conductor de un vehículo. Esta fuerza causa un incremento en la fuerza de fricción existente entre la pastilla y el disco de freno. En esta zona de contacto, se transfiere cierta energía y se disipa en forma de calor, lo cual finalmente causa que se frene el vehículo. En la Figura 1.1 se muestra el esquema de funcionamiento de un sistema de freno de disco.

La aplicación principal de las pastillas de freno como componentes de fricción es en la industria automotriz, ferroviaria y aeronáutica. Sin embargo, cada uno de estos mundos

exige composiciones diferentes, de acuerdo con las cargas, velocidades y otros factores que pueden obtenerse al variar los materiales. Estos materiales tienen requerimientos como una buena resistencia a la corrosión, peso liviano, poco ruido debido al roce deslizante de la pastilla con el disco, un coeficiente de fricción estable, una baja rata de desgaste y un buen balance costo-beneficio.

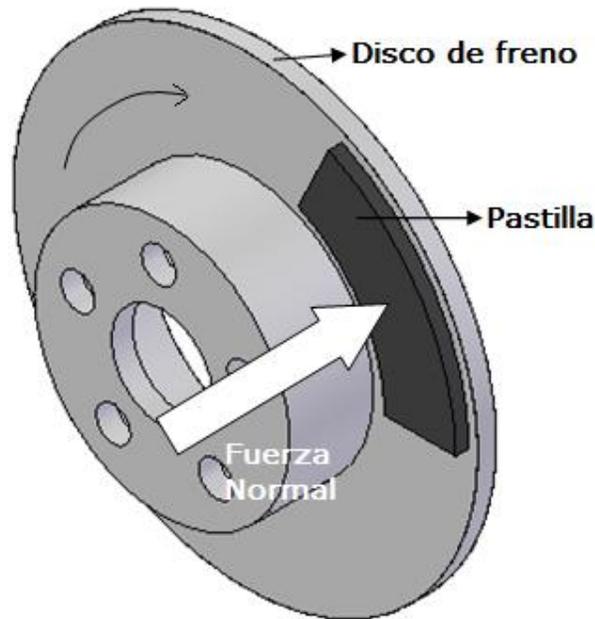


Figura 1.1. Esquema de funcionamiento de un sistema de freno de disco.

Históricamente se han utilizado diversos materiales para la fabricación de frenos, incluidos polímeros y fibras naturales, sin embargo, para alcanzar las propiedades requeridas por los frenos, éstos no están hechos de un solo material o un solo componente, sino que se fabrican de múltiples componentes. La lista de los componentes utilizados por los diferentes fabricantes supera los 700 ingredientes (Blau, 2001).

1.5 PIRÓLISIS

La pirólisis analítica es la degradación térmica de la biomasa que se realiza en atmósferas inertes y es utilizada mayormente para trabajos de investigación (Klose, Gómez, & Rincón, 2008). El proceso de pirólisis define en gran medida las características de los

productos. La pirólisis sucede como una reacción química dentro del proceso de carbonizado mediante el cual se obtienen sustancias con alto contenido de carbono a partir de ciertos materiales (Betancourt Parra, 2010).

Mediante la pirólisis se obtienen productos como carbón, alquitranes líquidos y gases volátiles a partir de lignocelulosa. La cantidad porcentual en cuanto al rendimiento de cada uno de estos productos después de un proceso de pirólisis depende estrechamente de la velocidad de calentamiento.

1.6 TRIBOLOGÍA

La palabra tribología fue reportada en 1966 por el comité del departamento británico de ciencia y educación. Para referirse a: “La ciencia y tecnología de superficies en interacción en movimiento relativo y de todas sus temas y prácticas asociadas” (Mate, 2008). Previa a esta definición, el primer grupo existente que estudiaba los fenómenos que ocurren entre dos objetos en contacto se llamó grupo de tribofísica. Éste fue creado con el fin de ganarse un nombre en el mundo científico. La palabra tribofísica fue derivada del griego tribos, que significa frotar.

Los fenómenos que se pueden generar durante la interacción de los materiales son calor, trabajo, interacciones físico-químicas, cambios de fase o que los materiales se mezclen.

Durante los estudios tribológicos, se estudian fenómenos principales como el desgaste y el comportamiento del coeficiente de fricción.

La fricción es aquella resistencia al movimiento que se da cuando una superficie se mueve de forma tangencial respecto a otra cuando se intenta producir dicho movimiento. La fricción entre dos elementos depende de las características propias de la superficie del material que pueden ser químicas, físicas y morfológicas. Las características tribológicas entonces, son exclusivas para cada material (Betancourt Parra, 2010). Es misión de la tribología disminuir los efectos de la fricción y del desgaste de las superficies en contacto.

Esto se logra mediante el uso de lubricantes, los cuales pueden ser sólidos, líquidos, gaseosos.

El desgaste, se define elementalmente como la pérdida de material de una o de ambas superficies en contacto cuando se encuentran sujetas a movimiento relativo, pero en una definición más amplia, debe tenerse en cuenta los daños o modificaciones sufridos por las superficies en cuestión. El desgaste puede darse bajo varios mecanismos, como la deformación plástica, el desgaste adhesivo, el desgaste a nivel atómico y el desgaste oxidante, entre otros.

Desgaste por deformación plástica: Es el mecanismo dominante. Se da cuando el estrés mecánico generado por las fuerzas de carga, fricción, o adhesivas exceden el esfuerzo de fluencia de cualquiera de los materiales. La deformación plástica puede darse por diferentes mecanismos: delaminación, grietas superficiales, fatiga, mezclado, detención y adhesión.

Desgaste Adhesivo: La adhesión ocurre entre asperezas que entran en contacto, lo que causa un corte plástico que arranca las puntas de las asperezas más suaves, haciendo que éstas adhieran luego a la otra superficie antes de que estas partículas empiecen a caerse.

Desgaste Abrasivo: El roce entre partículas o asperezas duras contra una superficie remueve o desplaza el material de esa superficie. Para que el desgaste abrasivo ocurra, esas partículas necesitan ser al menos 1.3 veces más duras que la superficie que está sufriendo la abrasión.

Desgaste Oxidante en metales: Éstos reaccionan con el oxígeno presente en el aire formando capas de óxido en sus superficies. Las películas de óxido reducen la rata de desgaste del metal pues se disminuye la fluencia de la interfase deslizante, lo cual minimiza las estrías necesarias para la deformación plástica y el desgaste causado por éste.

Desgaste Oxidante en carbón: El carbón puede agregarse como película protectora para disminuir el desgaste y la corrosión. En deslizamiento no lubricado, estas láminas sufren de desgaste oxidante cuando se genera alta temperatura debido a la fricción, puesto que el carbón se degrada como dióxido de carbono.

Desgaste oxidante en cerámicos: Cerámicos sin óxido en su estructura molecular forman capas de óxido cuando se exponen al aire o al vapor de agua y estas capas tienen gran influencia en el desgaste de las superficies.

1.7 CLASIFICACIÓN DEL TRIBOSISTEMA

Un tribosistema puede resultar útil para describir el proceso tribológico a llevar a cabo (Zum Gahr, 1987), consta específicamente de 4 elementos que se listan a continuación y se muestran en la Figura 1.2.

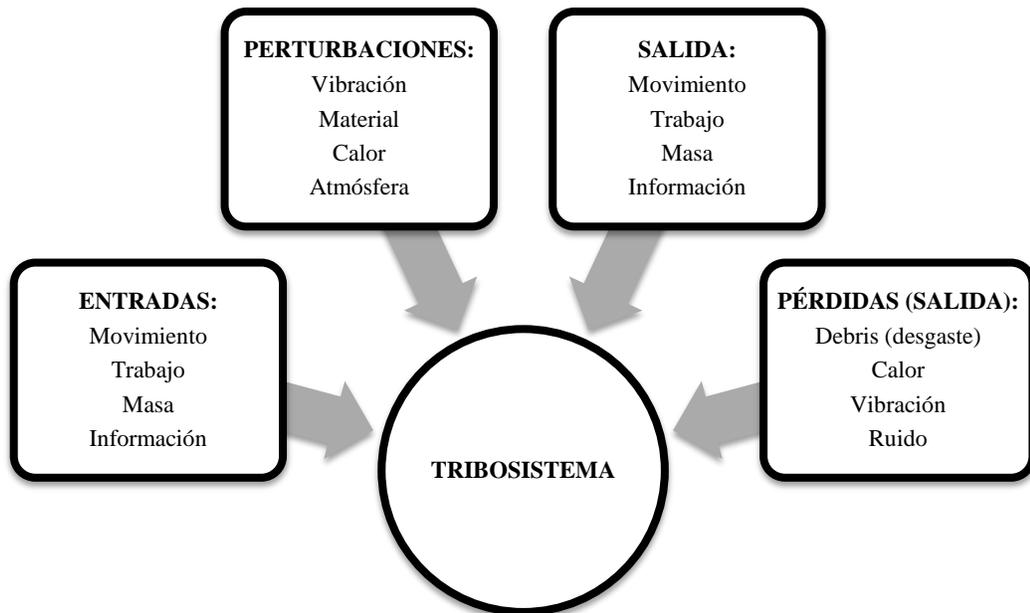


Figura 1.2. Componentes del tribo-sistema (Zum Gahr, 1987)

Las entradas y las salidas son iguales, pero debe considerarse que en cada uno de los ítems listados existen pérdidas o cambios. Cambios en el movimiento, una relación entre el trabajo de entrada y de salida, unas condiciones de masa tanto a la entrada como a la salida,

y la información recibida se va modificando con el paso del tiempo. La información de salida depende de la información de entrada. Por ejemplo, al modificar la velocidad de entrada, se modificarán a la salida la masa perdida, la información, etc.

Por otro lado, como se ilustra en la figura 1.2 existen dos elementos que son las perturbaciones del sistema y las pérdidas a la salida. Éstas son dependientes unas de las otras. Los tribosistemas sin embargo, tienen salidas indeseables debidas a la fricción y el desgaste como son el desgaste particulado, presencia de calor, vibraciones y ruidos.

Gudmand et. al. (Gudmand-Hoyer, Bach, Nielsen, & Morgen, 1999) afirma que una pastilla de freno en contacto deslizante con un disco se crea una película de material particulado entre ambas superficies. Esta película dependerá netamente en su composición de la formulación de la pastilla de freno

En un tribosistema se consideran también el cuerpo y el contracuerpo involucrados. En el ensayo pin en disco, el cuerpo es el pin y el disco es el contracuerpo. Una vez entendido esto, los conceptos pueden ampliarse e identificar el mecanismo de desgaste, como por ejemplo el desgaste deslizante, que es el referente al ensayo pin en disco. Generalmente, los discos utilizados son discos de fundición gris cuyas características se resumen en la tabla 1.1.

Tabla 1.1. Características del disco de fundición gris (Betancourt Parra, 2010).

PARÁMETRO	VALORES			
DUREZA	170 - 217 HB			
COMPOSICIÓN QUÍMICA (%)	C	3,65 - 3,85	Sn	Max. 0,10
	Si	2,15 - 2,79	Cu	Max. 0,60
	S	Max. 0,15	Mo	Max. 0,10
	P	Max. 0,10	Ni	Max. 0,20
	Mn	0,5 - 0,9	Fe	Balance
	Cr	Max. 0,25		
	CARACTERÍSTICAS METALOGRAFÍCAS	Tipo 1A (Laminillas)	Perlita	90 % Mín.
Tamaño 3 - 4		Ferrita	5% Max.	
		Cementita	5% Max.	

CAPÍTULO 2. MATERIALES

En este capítulo, se describen los materiales utilizados en el desarrollo de los materiales compuestos evaluados, así como sus propiedades y características. Se estudiarán la resina fenólica tipo novolaca, el grafito, el carbón vegetal obtenido a partir de fibra de plátano y se describirán las propiedades del disco de freno.

La profundización en cuanto a la transformación y evaluación de estos materiales se puede encontrar en el capítulo 3.

2.1 RESINA FENÓLICA

El material seleccionado para ser la matriz de los materiales compuestos a elaborar fue una resina fenólica tipo novolaca. Ésta fue donada por la industria INTERQUIM S.A. bajo el nombre ó referencia 6600MC. Este material en particular, trae incorporada un agente de curado que favorece la polimerización llamado hexametiltetramina o HMTA. Su temperatura mínima de curado es de 150 °C y tiene un PH aproximadamente neutro.

Las resinas fenólicas tipo novolaca son actualmente utilizadas como ligante en aplicaciones como pastillas de freno, compuestos abrasivos y compuestos de fundición donde cumple con funciones tales como disipar calor, lubricar, entre otras cosas (Lu, 2002).

2.2 GRAFITO

El grafito utilizado para este proyecto de grado es un material particulado en forma de hojuelas microscópicas en tamaños inferiores al tamiz 200 o inferior a 0,074 mm. Éste fue proveído por la empresa interquim y es utilizado para la fabricación de pastillas de freno para vehículos comerciales.

2.3 CARBÓN SINTETIZADO MEDIANTE PIRÓLISIS

Un material carbonoso es una sustancia sólida con alto contenido de carbono y con una estructura no grafitizable (Fitzer, Köcling., Boehm, & Marsh) pero que contiene la estructura del grafito (Rodriguez-Reinoso, 1989). Puede ser natural o sintético y tiene forma alotrópica mixta amorfa (Fitzer, Köcling., Boehm, & Marsh). Posee cuatro electrones de valencia lo que le permite formar hasta cuatro enlaces.

Al obtener un material carbonoso mediante pirólisis lenta (con velocidades inferiores a $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$) el material obtenido preserva las características del precursor (Moldoveanu, 1998). Dicho esto, puede afirmarse que el carbón obtenido es un material carbonoso biomórfico.

En cuanto a su estructura, los materiales carbonosos, están conformados por dos componentes; uno amorfo no grafitico y otro cristalino debido a la naturaleza fibrosa del precursor.

El carbón vegetal, obtenido desde una fuente lignocelulósica se forma por efecto de la degradación térmica de la sustancia reordenando los átomos de carbono y formando sustancias poliaromáticas.

CAPÍTULO 3. MÉTODOS Y PROCESOS EXPERIMENTALES

En este capítulo, se presenta una descripción completa de los diferentes procedimientos realizados para la obtención de datos y resultados. Cada uno de los procesos es descrito, junto con los pasos que lo componen y las maquinas utilizadas.

3.1. MOLIDO Y TAMIZADO

Con el fin de ser utilizada como reforzante del material compuesto, la fibra de plátano fue procesada utilizando un molino industrial para su posterior almacenamiento. El molino utilizado se muestra en la figura 3.1.



Figura 3.1. Molino Retsh. Máquina utilizada para moler las fibras de plátano.

El material molido fue clasificado en diferentes tamaños de partícula utilizando un tamizador industrial. Esto con el fin de obtener los diferentes tamaños de partícula planteados en los objetivos del trabajo de grado.

Los tamices utilizados se listan en la tabla (3.1) junto con su diámetro y el tamaño de partícula o luz en mm.

Tabla 3.1. Tamices utilizados para la clasificación del tamaño de partícula.

# de tamiz	Luz (mm)
8	2,36
10	2
20	0,85
30	0,6
40	0,425
50	0,3
60	0,25
100	0,15
140	0,106

Los tamaños de partícula seleccionados para la elaboración de las diferentes probetas del material compuesto corresponden a los tamices número 20, 40 y 100. El material clasificado fue almacenado en bolsas herméticas. La selección de los tamaños de partícula se basó en el rendimiento volumétrico del material molido.

3.1 CARBONIZACIÓN Y PIRÓLISIS

Una vez la fibra vegetal fue clasificada en diferentes tamaños de partícula, se llevó a cabo un proceso de pirólisis para obtener el carbón vegetal que finalmente sería utilizado como reforzante en la fabricación del material compuesto.

El horno utilizado es de tipo tubular, fabricado por la *MTI Corporation* y con referencia GSL 1600X. Para el calentamiento, utiliza resistencias de disilicio de molibdeno (MoSi₂). Cuenta con un tubo de alúmina (98% de pureza) de diámetro interior 82 mm, con bridas fabricadas en acero inoxidable en los extremos del tubo y selladas herméticamente con empaques de *grafoil*® para lograr un paso exitoso bajo condiciones de caudal y presión de nitrógeno deseados. Adicionalmente, el horno cuenta con un sistema de control que permite programar el proceso de calentamiento y de sostenimiento necesarios para el proceso de obtención de carbón a partir de fibras vegetales.



a).



b).

Figura 3.2. a) Estación de regulación de gases y Horno tubular MTI b) Estación de condensación de gases y residuos. Tomadas de la tesis de Doctorado de Betancourt.

Una estación de regulación de gases fue utilizada para garantizar la presión y el caudal de nitrógeno que pasaría por el tubo durante el proceso de pirólisis. Al otro lado del tubo (salida de gases) hay una estación de condensación de líquidos piroleñosos que permite que exista una purificación y un enfriamiento de los gases y otros residuos del proceso. Consiste en tres etapas de condensación y un filtro de carbón.

El horno, la estación de gases y la estación de condensación se encuentran en el laboratorio de gases de la Universidad Pontificia Bolivariana y se muestran en la figura 3.2.

El proceso se describe en los siguientes pasos:

Encender y programar el horno: Para garantizar la durabilidad del tubo de alúmina, evitar fracturas y/o grietas en éste y además asegurar el cumplimiento de la rutina de calentamiento deseada, el horno debe programarse según la rutina establecida en la tabla 3.2.

Tabla 3.2. Rutina de calentamiento, sostenimiento y enfriamiento del controlador del horno.

Tiempo (min.)	Temperatura (°C)	Descripción
0	50	Temperatura de inicio: 50 °C (Preestablecido)
40	250	Ascenso a 250 °C durante 40 minutos
10	270	Ascenso a 270 °C durante 10 minutos
190	1000	Ascenso a 1000 °C durante 190 minutos
90	1000	Sostenimiento en 1000 °C durante 90 minutos
240	50	Descenso a 50 °C durante 240 minutos
-121	-	(-121 es el código de finalización de rutina del controlador)

En una bandeja de alúmina de peso conocido, se posiciona la cantidad máxima de fibra que ésta pueda contener y se pesa el conjunto.

Con una vara que indica el centro del tubo, insertar la bandeja con la fibra hasta el punto deseado. Se deben posicionar barreras cerámicas en ambos extremos del tubo.

En ambos extremos del tubo, se sellan las bridas con los empaques de *grafoil*® en el medio para garantizar la hermeticidad del sistema.

Abrir el flujo de gas de modo que se garantice un flujo de 200 ml min⁻¹ y una presión de 1.2 Bar.

Esperar que el ciclo de calentamiento, sostenimiento y enfriamiento termine. Es importante dejar enfriar el sistema garantizando el paso del nitrógeno.

Una vez el sistema se encuentre a una temperatura inferior a los 50 °C se debe cerrar el flujo de gas y abrir las bridas.

Se retira con precaución la bandeja conteniendo las fibras carbonizadas y se pesa el conjunto.

Las fibras carbonizadas se almacenan en bolsas plásticas, se sellan y se etiquetan con su contenido, fecha y peso.

En promedio, se obtuvo un rendimiento del 27%. Es decir, por cada 100% de fibra ingresada al horno tubular y que cumplió con el total de la rutina de calentamiento, sostenimiento y enfriamiento, un 27% de carbono fue obtenido.

3.2 PREPARACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

3.2.1 MEZCLADO

Basado en el volumen constante del molde donde se llevó a cabo la termocompresión de los materiales compuestos. La ecuación utilizada describe la ley de mezclas para obtener volúmenes parciales correspondientes de los materiales compuestos.

$$V_{COMPUESTO} = x * V_{REFUERZO} + (1 - x) * V_{MATRIZ}$$

Donde el $V_{COMPUESTO}$ corresponde al volumen total del molde donde se procesaría el material compuesto. x es la fracción porcentual según las diferentes composiciones porcentuales del material compuesto (5, 10, 15, 20, 25 y 30%). $V_{REFUERZO}$ y V_{MATRIZ} corresponden al volumen del refuerzo y de la matriz respectivamente. Estos últimos fueron calculados utilizando la herramienta Excel teniendo conocimiento de las otras variables descritas en la ecuación. Los resultados en volumen luego fueron extrapolados a masa, gracias a que se conoce la densidad de los materiales en cuestión. En la tabla 3.3 se

muestran los resultados en volumen y en masa de los materiales compuestos basados en las diferentes proporciones reforzante – matriz.

Tabla 3.3. Resultados en volumen y masa necesarios para la elaboración del material compuesto.

RESINA FENÓLICA SOLA						
% Resina	% Carbono	V. Carbono [mm ³]	V. Resina [mm ³]	V. Deseado [mm ³]	Peso Resina [gr]	Peso Carbono [g]
100%	0%	-	5.889,00	5.889,00	7,51	-
RESINA FENÓLICA + CARBONO						
% Resina	% Carbono	V. Carbono [mm ³]	V. Resina [mm ³]	V. Deseado [mm ³]	Peso Resina [gr]	Peso Carbono [g]
95%	5%	294,45	5.594,55	5.889,00	7,13	0,53
90%	10%	588,90	5.300,10	5.889,00	6,76	1,06
85%	15%	883,35	5.005,65	5.889,00	6,38	1,59
80%	20%	1.177,80	4.711,20	5.889,00	6,01	2,12
75%	25%	1.472,25	4.416,75	5.889,00	5,63	2,65
70%	30%	1.766,70	4.122,30	5.889,00	5,26	3,18
RESINA FENÓLICA + CARBONO						
% Resina	% Grafito	V. Grafito [mm ³]	V. Resina [mm ³]	V. Deseado [mm ³]	Peso Resina [gr]	Peso Grafito [g]
95%	5%	294,45	5.594,55	5.889,00	7,13	0,67
90%	10%	588,90	5.300,10	5.889,00	6,76	1,34
85%	15%	883,35	5.005,65	5.889,00	6,38	2,00
80%	20%	1.177,80	4.711,20	5.889,00	6,01	2,67
75%	25%	1.472,25	4.416,75	5.889,00	5,63	3,34
70%	30%	1.766,70	4.122,30	5.889,00	5,26	4,01

Una vez conocidos los datos mencionados, se realizó el siguiente procedimiento:

En una balanza electrónica calibrada *SHIMADZU AX200* [0 – 200 gr] [0,1 mg de precisión] se pesa la resina fenólica hasta obtener la cantidad necesitada según la tabla 3.3 y se agrega al recipiente de mezclado (figura 3.3).

Se repite el paso anterior para pesar la cantidad necesaria de carbono o de grafito según sea el compuesto que se va a fabricar. Se cierra el recipiente con fuerza.

Con el frasco sellado, se deben realizar fuertes movimientos circulares con los brazos durante 25 minutos para favorecer el mezclado de los componentes, revisando periódicamente el progreso del mezclado.



Figura 3.3. Recipiente de mezclado.

Revisar visualmente la uniformidad de la mezcla.

3.2.2 COMPRESIÓN EN CALIENTE

La técnica seleccionada para la conformación del material compuesto fue la de compresión en caliente. El molde utilizado, fabricado en acero se muestra en la figura 3.4.

El molde tiene un espesor constante de 3 mm, un radio de 25 mm y un volumen total de 5890 mm³. El procedimiento a seguir para la fabricación del material compuesto se describe a continuación:

Utilizar una prensa como la que se muestra en la figura 3.5. Se precalienta la prensa hasta alcanzar una temperatura de 160 °C. En este caso, se contó con un controlador de temperatura.

Impregnar las dos partes del molde con desmoldante, dejando una capa uniforme en éste. Deben limpiarse cuidadosamente los excesos.



Figura 3.4. Molde utilizado para el proceso de compresión en caliente

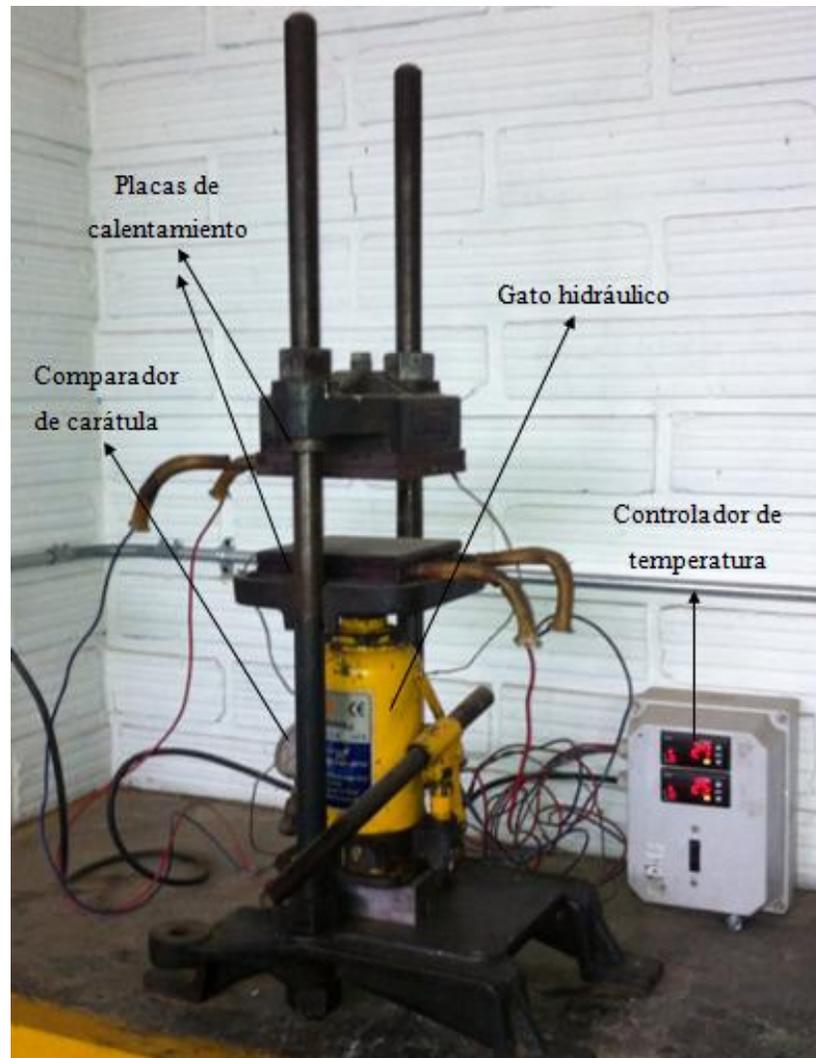


Figura 3.5. Prensa con placas de calentamiento para el proceso de compresión en caliente

Verter el material compuesto previamente mezclado, obtenido en el procedimiento anterior y distribuir uniformemente en la superficie del molde. Con precaución, proceder a cerrar el molde.

Verificar que la temperatura de la prensa se encuentre estable a 160 °C y colocar el molde cerrado dentro de la prensa. Aplicar una presión de 200 PSI. Dejar el molde en la prensa durante 15 minutos vigilando que la presión y la temperatura se mantengan en los valores deseados.

Una vez pasados los 15 minutos, apagar el sistema de calentamiento, manteniendo la presión de 200 PSI.

Cuando la prensa alcance una temperatura inferior a los 110 °C (esto puede monitorearse utilizando una termocupla) despresurizar el sistema y esperar 20 minutos más para que el molde se enfríe. El enfriamiento puede favorecerse poniendo el molde en contacto con superficies metálicas.

Desmoldar con cuidado. Para este paso, se utilizó una lámina metálica muy delgada para la apertura del molde.

Los diferentes discos (o placas) obtenidos, se marcan siempre por la cara superior y son almacenados.

3.3 NOMENCLATURA

En vista de la gran cantidad de discos de material compuesto que se fabricaron, se decidió utilizar nombres o siglas que dieran una idea clara de los componentes y composiciones del material.

En la tabla 3.4 se muestra la composición detallada de cada una de las nomenclaturas utilizadas.

Tabla 3.4. Guía de composición, según la nomenclatura asignada al material compuesto

	RESINA FENÓLICA	CARBÓN VEGETAL	GRAFITO	CONTENIDO DE REFORZANTE	TAMIZ
PG5	X		X	5%	-
PG10	X		X	10%	
PG15	X		X	15%	
PG20	X		X	20%	
PG25	X		X	25%	
PG30	X		X	30%	
PCT1005	X	X		5%	100
PCT10010	X	X		10%	
PCT10015	X	X		15%	
PCT10020	X	X		20%	
PCT10025	X	X		25%	
PCT10030	X	X		30%	
PCT205	X	X		5%	20
PCT2010	X	X		10%	
PCT2015	X	X		15%	
PCT2020	X	X		20%	
PCT2025	X	X		25%	
PCT2030	X	X		30%	
PCT405	X	X		5%	40
PCT4010	X	X		10%	
PCT4015	X	X		15%	
PCT4020	X	X		20%	
PCT4025	X	X		25%	
PCT4030	X	X		30%	

La nomenclatura utilizada se basa en el siguiente esquema:

PCT20-5

Donde,

P, corresponde a la matriz. En este caso, al nombre en inglés de la resina (*Phenolic*).

C, corresponde al reforzante. En el caso del Carbón se utiliza la C, mientras que para el grafito se debe utilizar la G.

T20, es la abreviación utilizada para especificar el tamiz al cual corresponden las partículas utilizadas dentro de este compuesto. En este caso, T20 corresponde al tamiz 20.

En los compuestos fabricados con grafito no aparecerá este elemento puesto que sólo se está trabajando con un tamaño de partícula de este material.

Finalmente, el último número (5, 10, 15, 20, 15 o 30) corresponde al contenido porcentual de reforzante (carbón o grafito).

3.4 FABRICACIÓN DE LOS PINES

A partir de los discos sintetizados mediante la técnica de compresión en caliente, se fabrican pines redondos para ser utilizados en las pruebas de caracterización tribológica. En la figura 3.6 se muestra un diagrama del pin con sus partes, así como una foto del mismo.

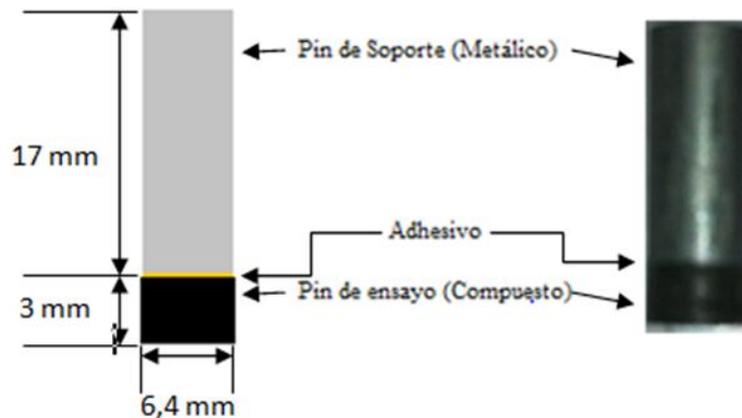


Figura 3.6. Diagrama de partes del pin.

El procedimiento de fabricación de los pines se lista a continuación:

El pin de soporte es obtenido a partir de una vara de acero de diámetro 6,4 mm. Se utiliza una herramienta de corte (un torno) para obtener pines con una longitud de 17 mm. Una de las caras debe ser completamente lisa; esto se logra utilizando una lija gruesa.

A continuación, se toman los discos del material compuesto que fueron fabricados mediante la técnica de compresión en caliente y se cortan cuadrados de lado 1 cm. Puede utilizarse una caladora de banco.

Se aplica adhesivo en la cara superior del cuadrado de material compuesto y sobre este se pone la cara lisa de uno de los pines metálicos siguiendo el esquema previamente presentado en la figura 3.6. Se repite el procedimiento con todos los pines necesarios. Para este trabajo de grado se desarrollaron 100 pines.

Dejar secar durante 24 horas y luego clasificar según sus materiales y contenidos porcentuales de reforzante.

Para obtener la forma circular del pin, se utilizó un torno horizontal y un buril metálico. Para evitar el desprendimiento del pin de ensayo se utilizaron velocidades de corte y avances lentos.

Nota: debe tenerse extrema precaución en clasificación y marcación de los pines.

El proceso de elaboración de los pines se resume en la figura 3.7.

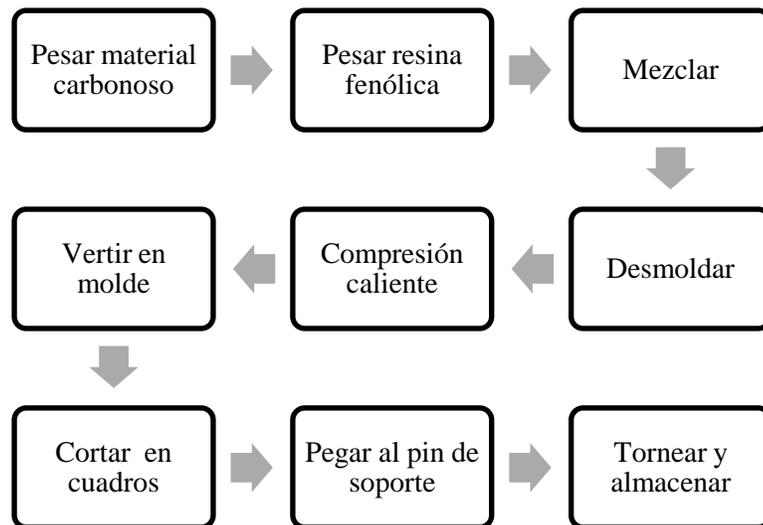


Figura 3.7. Diagrama de proceso para la elaboración del material compuesto y de los pines.

3.5 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA

La caracterización tribológica se llevó a cabo con el fin de determinar el coeficiente de fricción y el desgaste de los diferentes materiales compuestos sintetizados. Se utilizaron pines fabricados bajo el procedimiento listado en la sección 3.4 de este capítulo.

Se utilizó un tribómetro tipo pin – disco. Éste fue facilitado para los ensayos por la Universidad Nacional de Colombia por medio de su Grupo de Tribología y Superficies. El tribómetro se muestra en la figura 3.8.

El tribómetro tipo pin en disco consiste en un dispositivo que consta de dos partes, un pin y un disco. El disco girará a una velocidad y durante un tiempo predeterminado, mientras que el pin estará sujetado sobre el disco a una distancia también predeterminada. El ensayo reporta a través de una celda de carga los valores de la fuerza de fricción generados cuando el pin desliza sobre el disco gracias a un movimiento relativo bajo carga constante y captura los datos en un programa de computador.

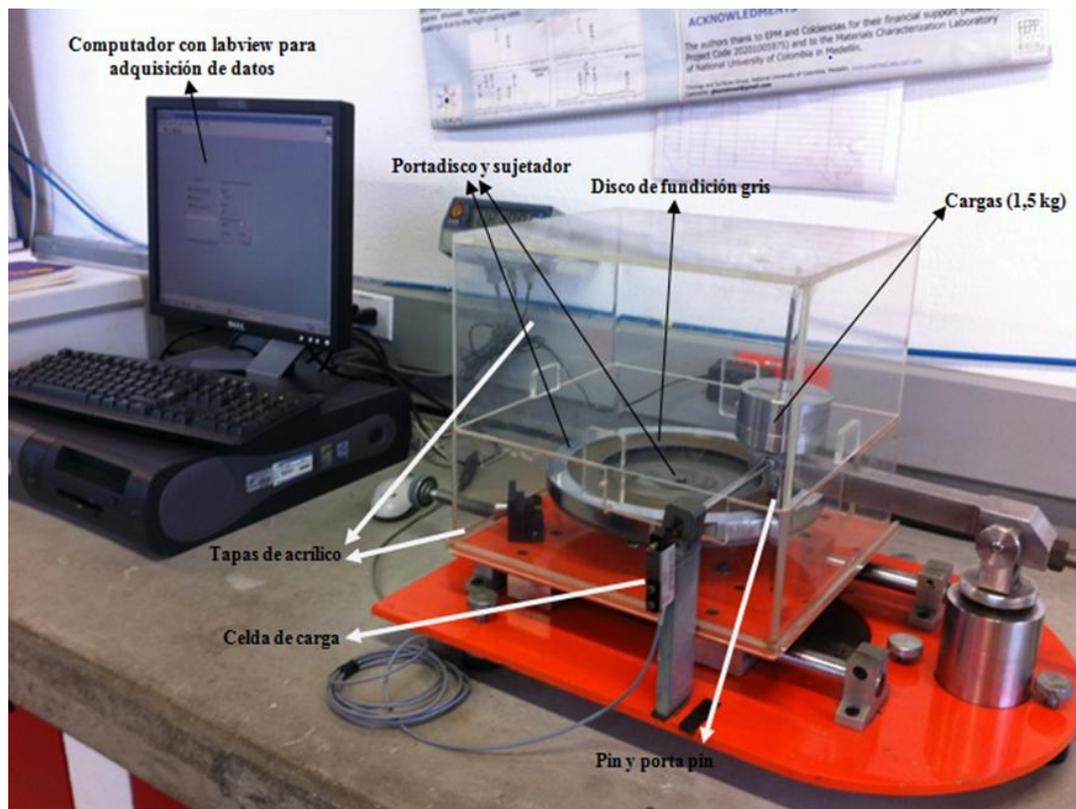


Figura 3.8. Tribómetro pin – disco utilizado.

El tribómetro transfiere los resultados medidos por una celda de carga y a través de una tarjeta de adquisición de datos a un computador donde son almacenados. Los valores registran la fuerza de fricción que se genera por el deslizamiento del pin sobre el disco. Una

descripción detallada de este equipo puede ser encontrada en el trabajo de grado del Ingeniero mecánico Sebastián Velásquez, diseñador del tribómetro.

El par tribológico está comprendido por los pines descritos anteriormente en este trabajo y un disco de frenos plano de automóvil de fundición gris. El disco de freno se fabrica bajo formulaciones comerciales para vehículos como el Renault Logan.

La caracterización tribológica se realizó bajo condiciones de carga (1.5040 kg) y distancia recorrida (1000 m) iguales en todos los ensayos a temperatura ambiente y sin lubricación. La velocidad de giro del disco fue variada según la posición radial de la pista de deslizamiento para garantizar siempre la misma distancia recorrida.

Se realizaron tres pruebas para cada uno de los pines para obtener valores de fricción y de desgaste. A continuación, se listan los pasos de preparación, montaje y de pruebas realizados para la caracterización tribológica de los diferentes materiales.

Seleccionar el pin a evaluar y montarlo en el porta pin tal y como se muestra en la figura 3.9 asegurando el pin con el tornillo de apriete. La posición del pin no debe cambiar hasta finalizar todas las pruebas propuestas a cada pin.

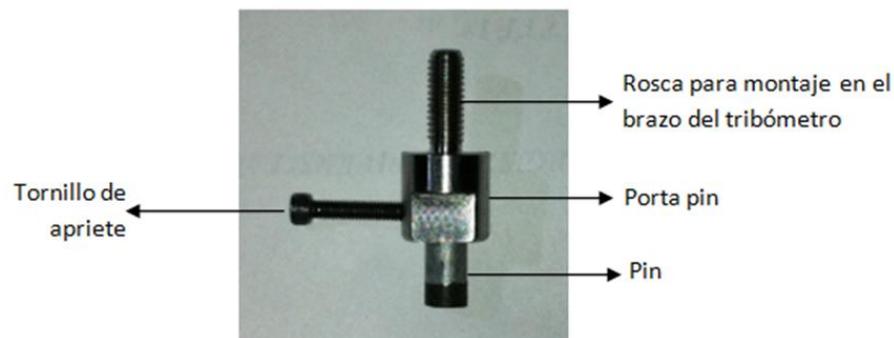


Figura 3.9. Pin montado en porta pin.

Sumergir el conjunto pin y porta pin en una solución de alcohol y llevarlo a un equipo de ultrasonido por un tiempo mínimo de tres minutos. Una vez concluido el ciclo sacar con pinzas.

Secar el conjunto con una pistola de calor durante 10 minutos o un secador de aire a la temperatura mínima para no favorecer la falla del adhesivo.

Llevar el conjunto a un equipo des-magnetizador. Esto se realiza para evitar interferencias con la balanza electrónica.

Una vez limpiado, secado y desmagnetizado, se debe llevar el conjunto a una balanza analítica y dejar allí hasta obtener un valor estable. En este caso, fue utilizada una balanza *Sartorius CPA225D*. Tomar nota del peso.

Luego, llevar el conjunto pin y porta pin al brazo del equipo pin disco utilizando la rosca mostrada en la figura 3.9.

Montar el porta peso sobre la rosca del porta pin que sobresale y balancear el brazo sin carga. Esto puede lograrse moviendo el contrapeso del brazo hacia atrás o hacia adelante. El brazo balanceado se muestra en la figura 3.10.

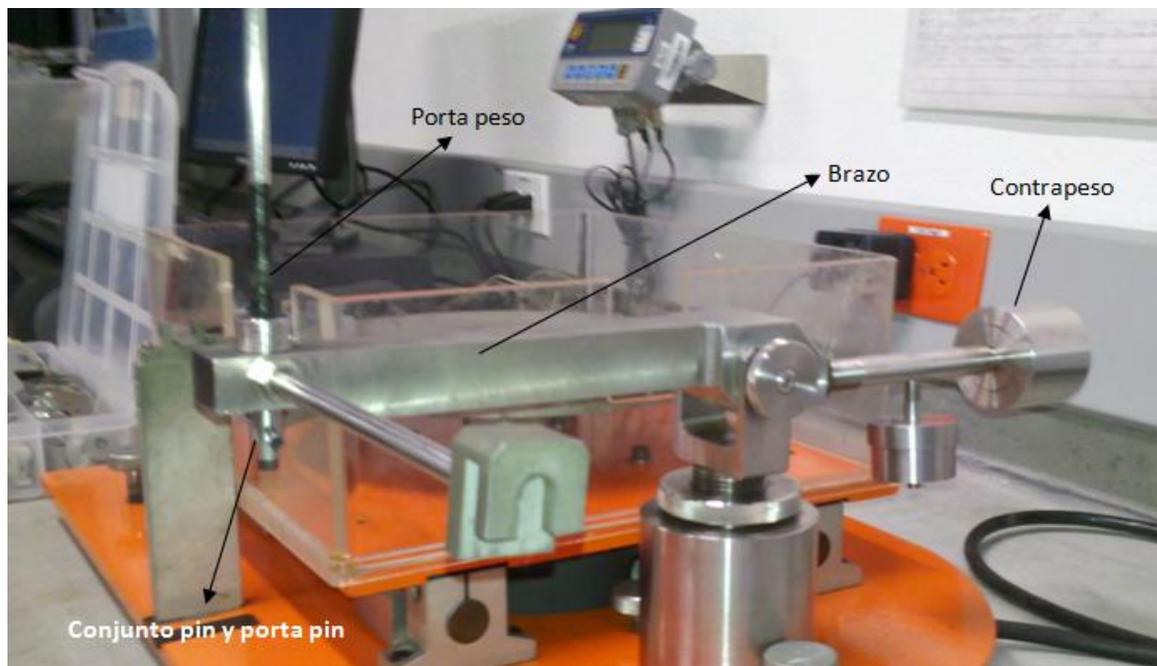


Figura 3.10. Brazo del tribómetro perfectamente balanceado.

Montar el disco lo más centrado posible en el portadisco y a su vez sujetar el disco al portadisco utilizando el dispositivo de sujeción o sujetador ilustrado en la figura 3.8. Posicionar el conjunto al soporte del motor.

Montar la carga de 1,504 kg sobre el porta peso.

Instalar la celda de carga con base en la figura 3.8 y conectarla al dispositivo de adquisición de datos.

Montar la parte inferior del protector de acrílico según el montaje ilustrado en la figura 3.10 y posicionar el brazo de modo que el pin quede sobre el disco así como se muestra en la figura 3.11. Debe verificarse el correcto contacto entre el brazo y la celda de carga.

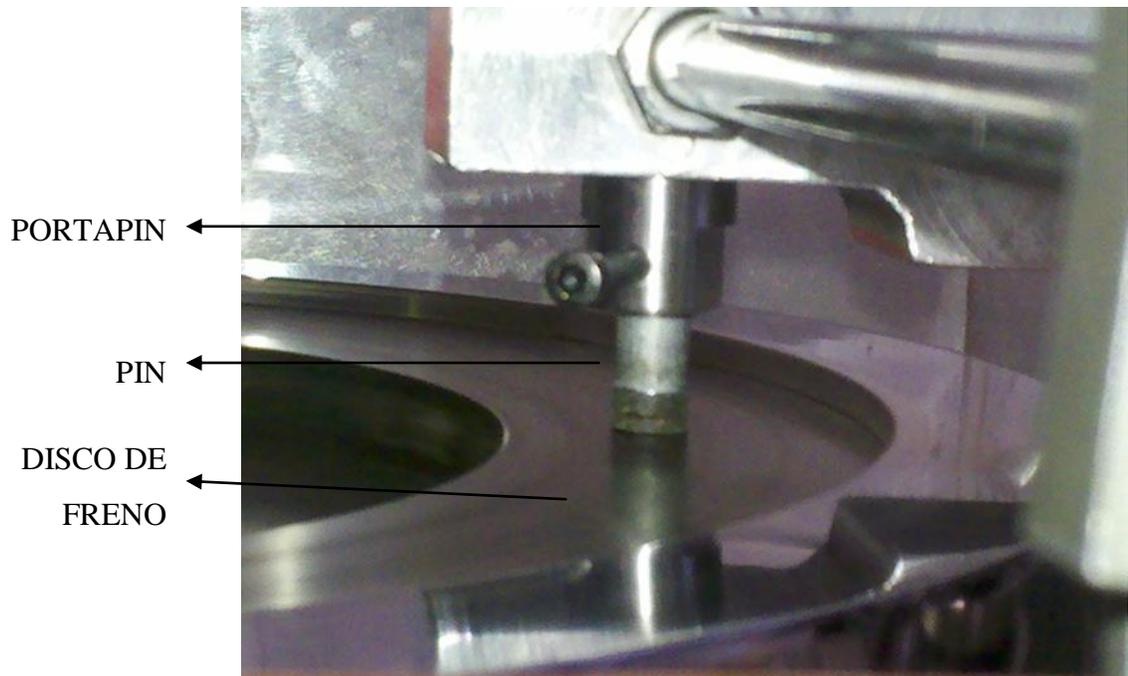


Figura 3.11. Montaje adecuado del porta pin en el tribómetro tipo pin disco.

Encender el motor y ajustar el voltaje necesario para lograr la velocidad de giro deseada según el radio donde esté la pista de deslizamiento.

Empezar a tomar datos utilizando el programa de adquisición de datos hasta completar los 1000 metros de recorrido.

Una vez concluido el ciclo se deben almacenar los datos arrojados por el programa en una hoja de Excel. Luego, desmontar el pin, recoger el *debri* residual y almacenarlo. Repetir todos los pasos hasta concluir con las tres pruebas por pin.

El desgaste del pin fue determinado por medio de una resta entre el peso tomado antes de la prueba y el peso tomado después de la prueba. Los pines fueron almacenados de nuevo bajo su nombre abreviado con el cual se conoce sus materiales y composiciones porcentuales.

3.6 MICROSCOPIA

Con el fin de conocer los mecanismos de desgaste en la superficie de los pines, se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido. Mediante este acercamiento, fue posible determinar el mecanismo de desgaste en la superficie de los pines, entre otros resultados. Se empleó un microscopio electrónico de barrido *JEOL JSM 5910LV* de la Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín.

El procedimiento realizado para la obtención de las imágenes microscópicas se describe a continuación:

Se realizó una preselección de los pines a observar en el microscopio basado en los extremos de evaluación. Se observaron los pines con mayores y menores contenidos porcentuales de partícula, así como, los pines con mayores y menores tamaños de partículas. Los pines seleccionados fueron recubiertos con partículas de oro utilizando un equipo de deposición de vacío, ubicado en la Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín DENTON VACUUM DESK II. El equipo utilizado, así como el montaje se muestra en la figura 3.12.



Figura 3.12. Equipo utilizado para la deposición de oro en la superficie de los pines.

Una vez los pines hayan sido recubiertos con oro, deben ser manipulados con mucho cuidado para evitar el desprendimiento de dicha capa.

Tomar los pines recubiertos y posicionarlos dentro del microscopio según instrucciones del operador. De la posición de los pines, dependen los posibles ángulos de observación de la superficie.

Ubicar mediante el software del microscopio las superficies a observar. Una vez ubicada, se pueden tomar diferentes fotografías a diferentes aumentos, ángulos y utilizando electrones primarios o secundarios. En este caso, las imágenes fueron tomadas en aumentos equivalentes. Una vez seleccionada el área de la fotografía se tomaron dos fotografías mínimo; una utilizando electrones primarios (SEI) y otra utilizando electrones secundarios (SEC).

CAPÍTULO 4. RESULTADOS

A lo largo de éste capítulo se muestran los resultados obtenidos mediante la caracterización tribológica de los diferentes materiales compuestos, obtenidos mediante el procedimiento de compresión en caliente. Las características tribológicas se obtienen a partir de ensayos tipo pin disco donde se obtuvieron las características tribológicas del sistema disco - materiales compuestos. Inicialmente se muestran los valores promedio del coeficiente de fricción (COF) y el desgaste obtenidos en todas y cada una de las probetas (pines) analizadas. Posteriormente y basados en imágenes obtenidas utilizando un microscopio electrónico de barrido se proponen mecanismos de desgaste involucrados.

4.1 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA

En la figura 4.1 se muestran los resultados obtenidos en el ensayo pin disco para muestras que contenían un 5% (izquierda) y un 30% (derecha) de cada uno de los diferentes refuerzos.

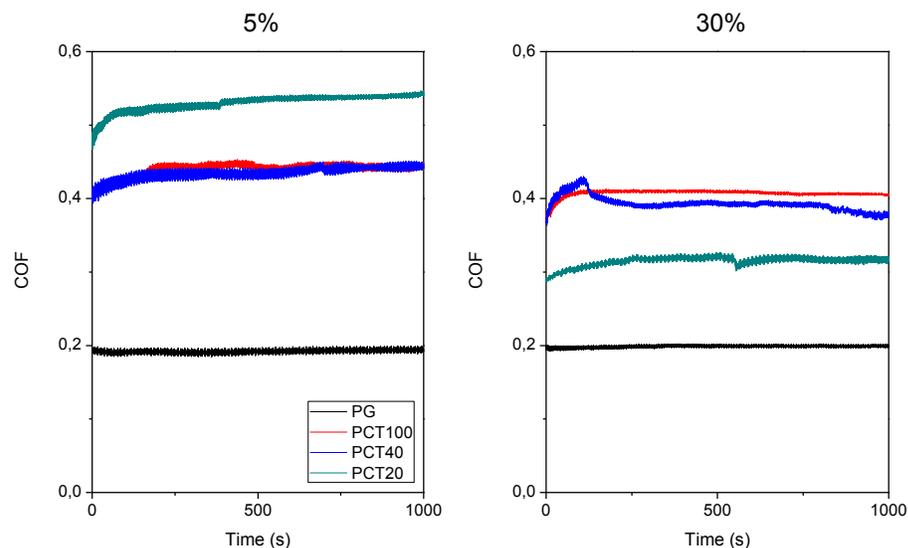


Figura 4.1. Comparación de las gráficas de coeficiente de fricción vs. tiempo correspondientes a las probetas con menor (izquierda) y mayor (derecha) contenido porcentual de reforzante.

Puede observarse por ejemplo, la estabilidad de ambas líneas negras, correspondientes al grafito. Este comportamiento es ideal pues asegura un coeficiente de fricción estable en el tiempo. Un comportamiento similar al mostrado en la figura 4.1 es el que se observa en las curvas obtenidas para los otros contenidos porcentuales evaluados (10, 15, 20 y 25%).

Comparativamente, puede observarse que para el grafito no existe una variación significativa en el coeficiente de fricción al modificar el contenido porcentual de refuerzo, mientras que se puede observar una disminución en el COF de aproximadamente un 40% entre los pines del compuesto PCT20 a medida que se aumenta el contenido porcentual de reforzante.

Las figuras 4.2, 4.3, 4.5 y 4.6 muestran la totalidad de las gráficas obtenidas mediante los ensayos en el tribómetro para todos y cada uno de los pines evaluados. Cada grupo de gráficas recoge el comportamiento del COF vs. el tiempo, para las seis composiciones evaluadas.

La figura 4.2 muestra las gráficas correspondientes al grafito, la 4.3 las correspondientes al PCT100, la 4.5 las del PCT40 y finalmente la 4.6 las del PCT20.

La figura 4.2, como se dijo antes, confirma que el comportamiento del COF es estable para todas las formulaciones y variaciones porcentuales que se estudiaron cuando el material de refuerzo es grafito.

El bajo coeficiente de fricción mostrado reafirma al grafito como un material autolubricante, característica que lo ha convertido en uno de los materiales más utilizados en la industria de autopartes de fricción. (Eriksson M. , 2000).

En la figura 4.3 una gran cantidad de curvas (5%, 10%, 15%, 20% y 30%) muestran una zona de arranque durante aproximadamente 200 segundos y luego un comportamiento estable. Durante este tiempo de arranque las áreas de contacto real se van incrementando a

medida que, gracias a un fenómeno de adhesión se “liman” las montañas y valles que entran en contacto. (Zum Gahr, 1987).

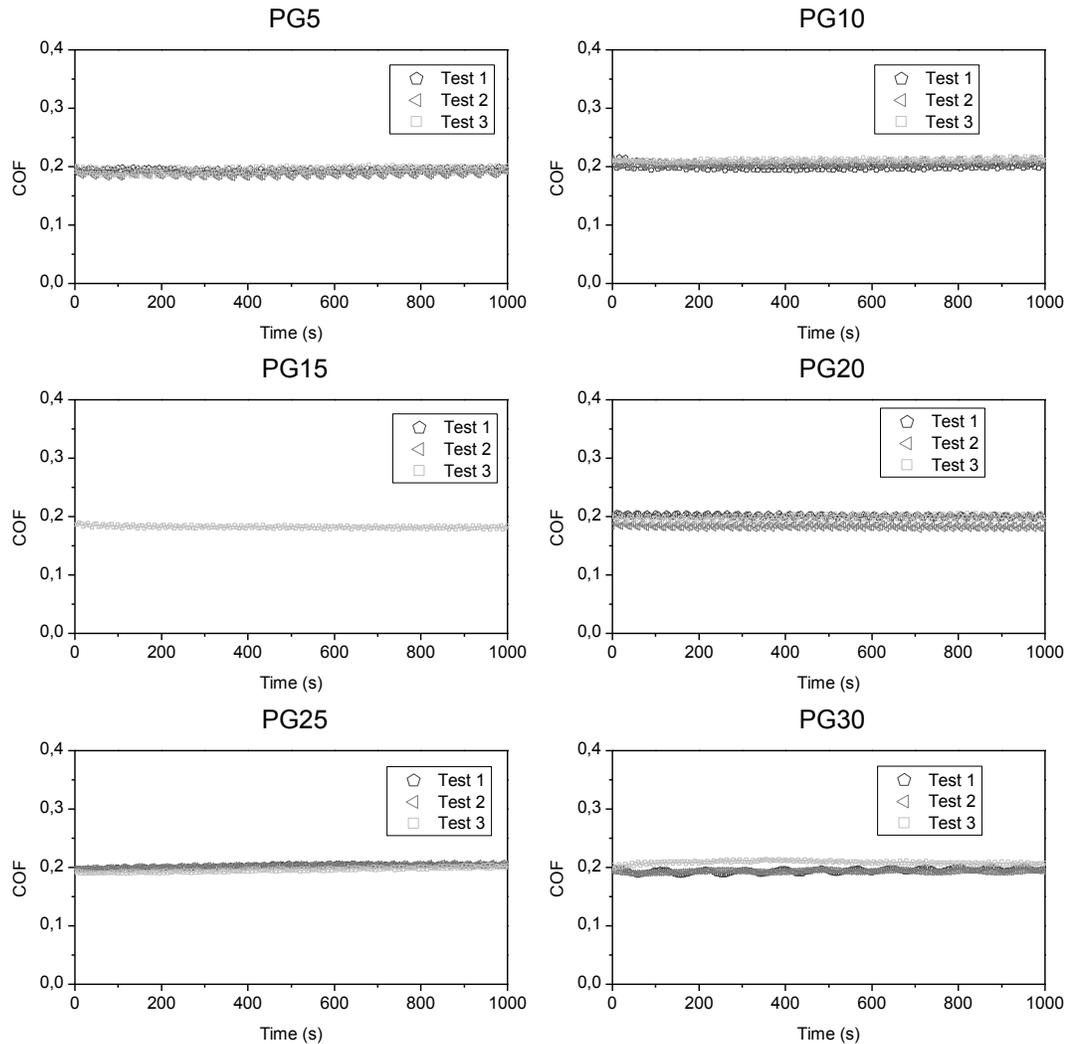


Figura 4.2. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el grafito

Éste fenómeno se describe claramente en la figura 4.4 donde se evidencia que aunque a simple vista parece que toda la superficie está en contacto, solo hay algunas zonas que se están tocando. A medida que se produce un rozamiento el área de contacto tiende a aumentar hasta llegar a un punto de estabilidad.

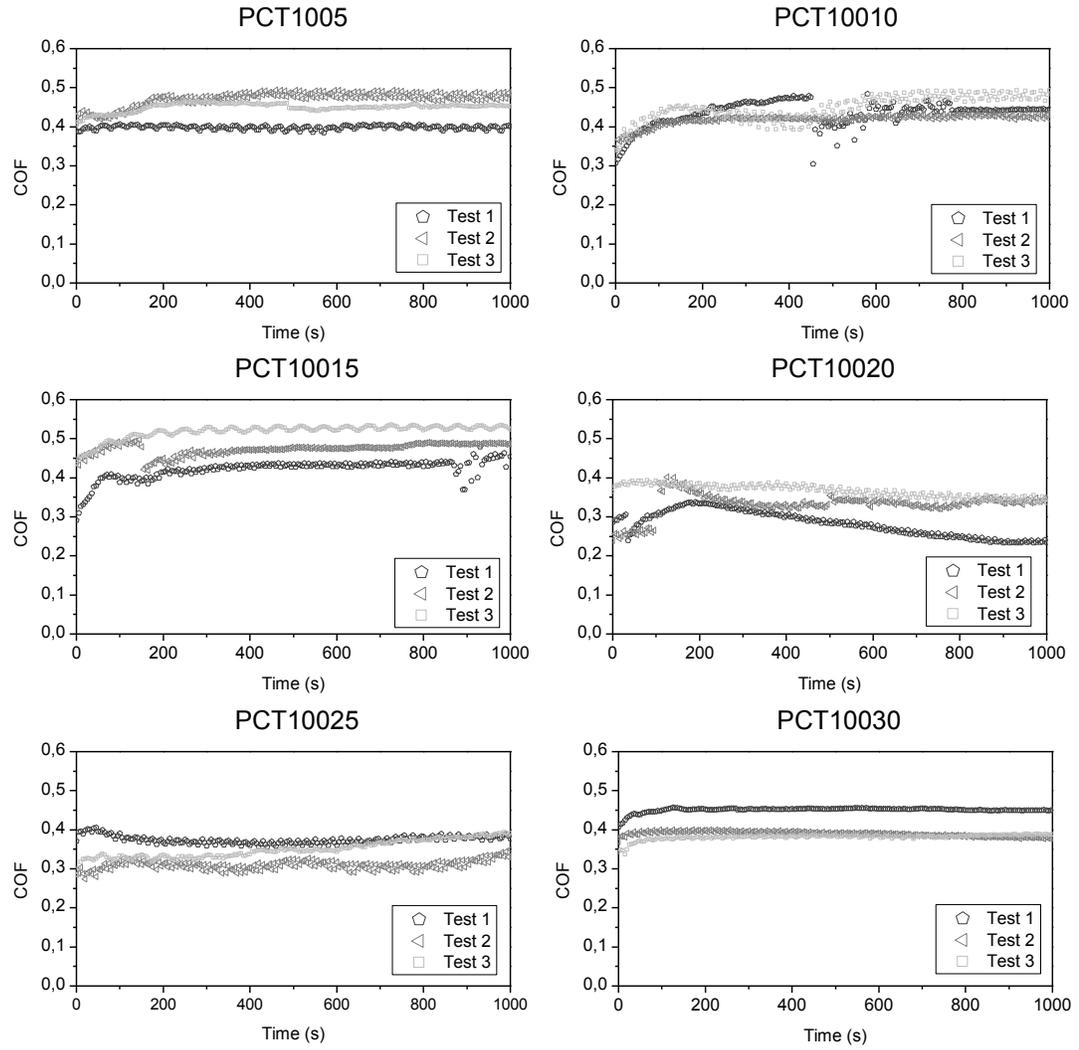


Figura 4.3. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el carbón clasificado con tamiz 100

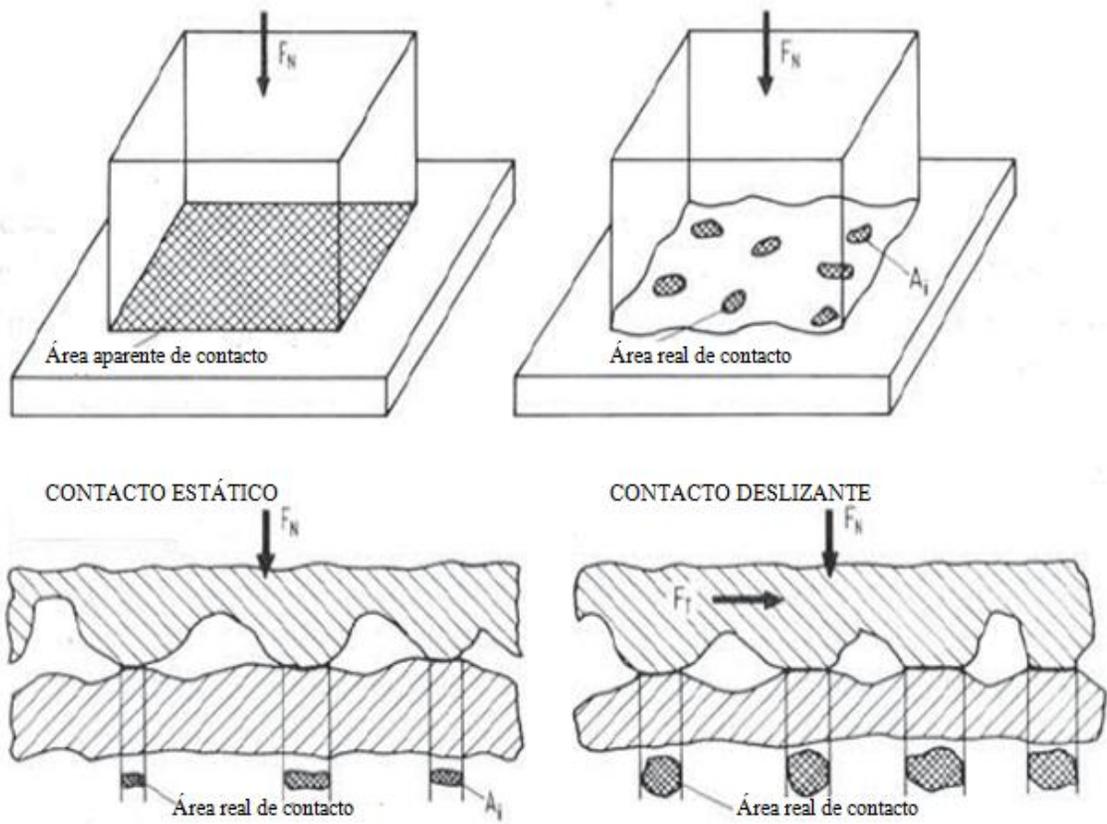


Figura 4.4. Simulación del área aparente y el área real de contacto entre dos superficies (Zum Gahr, 1987)

Es posible, que dada la naturaleza lubricante del grafito y su muy pequeño tamaño de partícula en comparación con los tamaños de partícula estudiados para el carbón, los espacios existentes sean llenados más rápidamente. Es por esta razón que en la figura 4.2 no se evidencia un tiempo de arranque.

Adicionalmente, en las gráficas de PCT10010, 15 y 20 de la figura 4.3 se observan discontinuidades ó caídas repentinas del COF. Este comportamiento se debe a un fenómeno llamado *stick-slip* o “pegar-deslizar”. Durante la experimentación se logró observar que existía una acumulación de *debri* a un lado del pin y que de repente el *debri* era presionado entre los dos materiales en contacto, causando un contacto temporal donde el *debri* ingresado provoca una separación temporal de las superficies causando de esta forma una caída súbita en el COF.

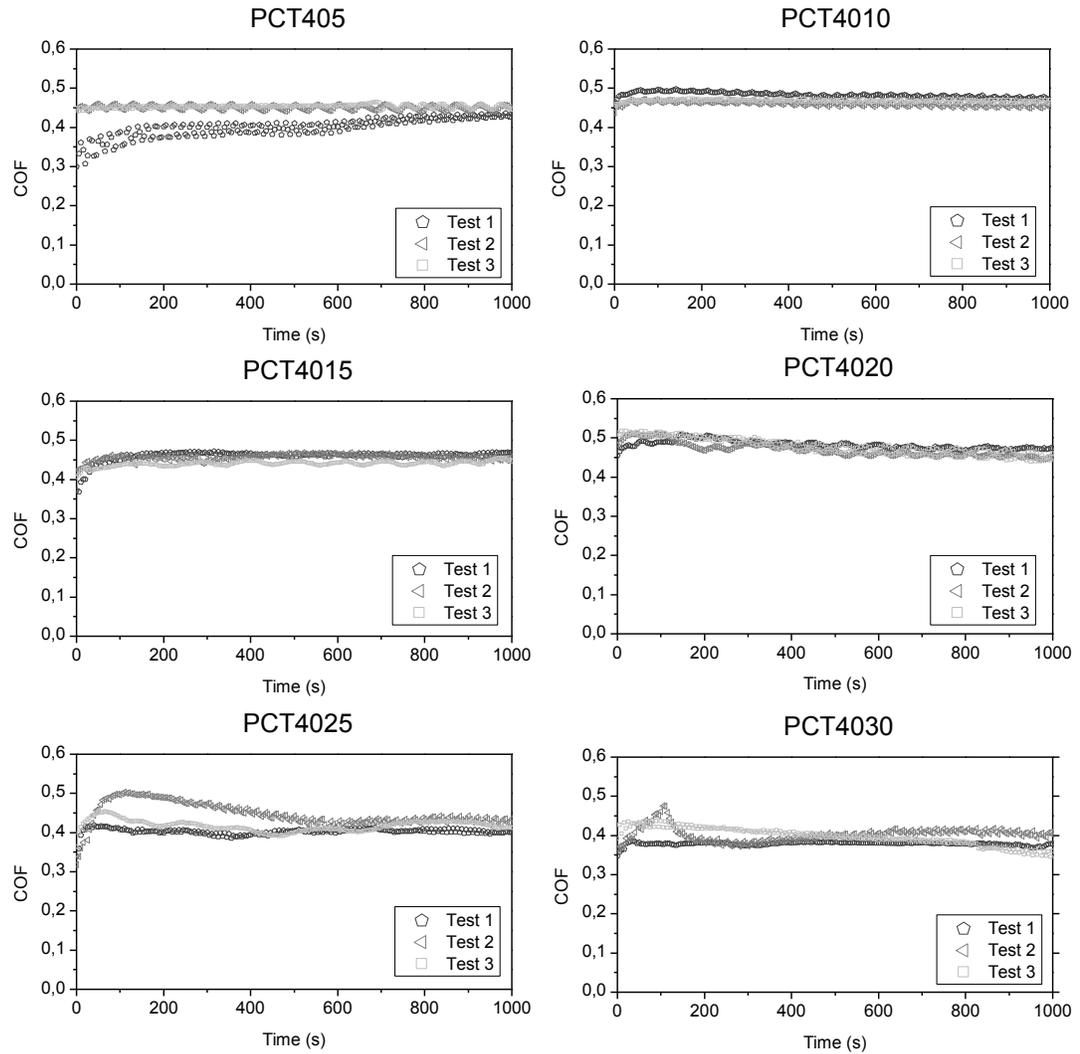


Figura 4.5. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el carbón clasificado con tamiz 40

Una vez más, se evidencian comportamientos del coeficiente de fricción relativamente estables. En tres de las gráficas (5, 10 y 20%) se observa una notoria ondulación de la línea que dibuja el COF en el tiempo. Esta variación se debe a condiciones

del tribosistema que son desconocidas dado que no se varían los parámetros de distancia recorrida ni de carga.

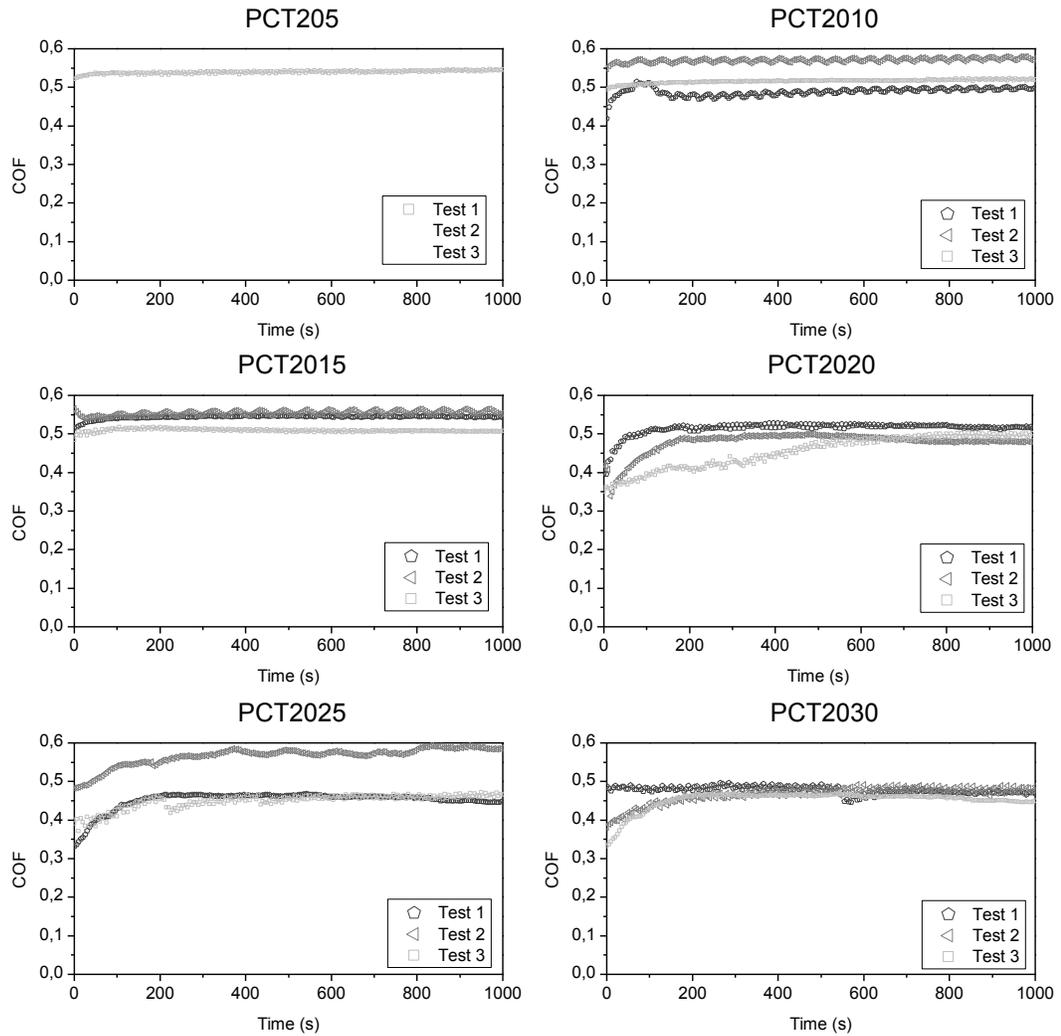


Figura 4.6. COF vs TIEMPO para los compuestos evaluados cuyo reforzante es el carbón clasificado con tamiz 20

En un tribosistema, las condiciones que pueden causar tales fenómenos son conocidas como perturbaciones. Éstas, comprenden una serie de eventos aislados que afectan los resultados tales como vibraciones, interferencias magnéticas, cambios en la superficie del disco ó desbalance del sistema de giro de la máquina de ensayos.

Por otro lado, en las gráficas correspondientes a los compuestos PCT4025 y PCT4030 de la figura 4.5 se observan dos líneas atípicas a las otras. Estas líneas tienen un marcado aumento en el COF durante los primeros segundos de arranque y luego tienen caídas notablemente rápidas hasta llegar al punto de estabilidad. Es posible que este comportamiento se deba a perturbaciones en el sistema.

En la figura 4.6 se muestran las gráficas que corresponden a los materiales compuestos cuyo reforzante es el carbón vegetal de tamiz 20 en sus diferentes composiciones.

En la gráfica del PCT205 se observa un comportamiento estable similar al del grafito pero con un valor del coeficiente de fricción mucho mayor mientras que en el PCT2010 y PCT2015 se observan comportamientos ondulatorios similares a los observados en la figura 4.5 que como dijimos se debe a perturbaciones en el sistema.

En la figura 4.7 se muestran los resultados de COF promedio obtenidos para cada uno de los materiales evaluados.

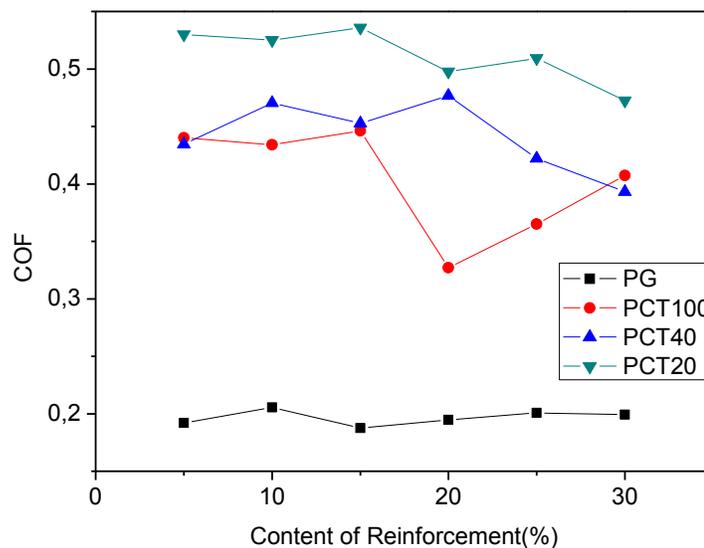


Figura 4.7. Coeficiente de fricción vs. Contenido de refuerzo

Cada uno de los puntos representa un material compuesto cuyo reforzante, tamaño de partícula y/o composición es diferente. La línea negra, cuyo marcador es un cuadrado corresponde a los pines elaborados con grafito como reforzante. Las otras tres líneas corresponden a pines elaborados con carbón como reforzante en los diferentes tamaños de partícula. Dichos valores son un promedio de 30.000 datos obtenidos para cada uno de los pines.

El coeficiente de fricción COF se obtiene de dividir la carga de fricción medida mediante una celda de carga y el peso utilizado durante la prueba que se lleva a cabo utilizando un tribómetro tipo pin – disco y que fue descrita en el capítulo anterior.

Los valores obtenidos revelan que existe una tendencia a aumentar el valor del COF a medida que se aumenta el tamaño de partícula del reforzante. Esta afirmación puede corroborarse en la figura 4.7. Nótese sin embargo, la interacción existente entre la línea azul (PCT49) y la línea roja (PCT100) donde tres de sus puntos (5%, 15% y 30%) tienen valores de COF similares, convirtiéndolos en una excepción a la tendencia mencionada.

Esto concuerda con otra publicación, donde se afirmó que el coeficiente de fricción de Materiales compuestos de matriz metálica (magnesio) aumentaban a medida que aumentaba el tamaño de partícula del reforzante (SiC) (Semenov, Dai, Huang, & Jeng, 2011). Los resultados obtenidos son coherentes con dichos planteamientos.

4.2 DESGASTE

Los valores de desgaste obtenidos para todos los pines se muestran en la figura 4.8. Estos valores fueron obtenidos mediante la resta de los pesos de la probeta tomados antes y después de cada una de las pruebas.

Las desviaciones estándar registradas corresponden a cada uno de los valores consignados, pues para cada pin se obtuvieron tres valores de desgaste diferentes.

Cabe anotar que el espacio para el error es grande debido a que existe una considerable cantidad de factores que pueden afectar las mediciones, como por ejemplo que los datos de desgaste obtenidos corresponden a los últimos dos dígitos de una balanza electrónica de 5 decimales. En otras palabras, se toman datos de una balanza fuera de su zona de precisión garantizada.

Otro causal de error es el procedimiento de limpieza y desmagnetización que se realiza al pin después de cada prueba en el tribómetro. Pueden quedar residuos de alcohol o de *debrí*.

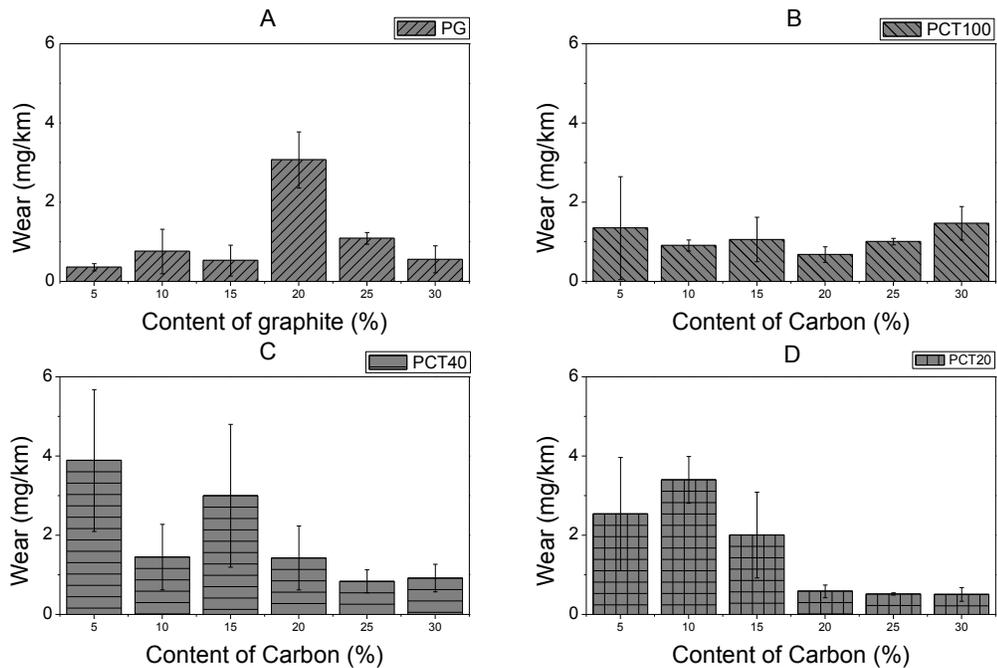


Figura 4.8. Desgaste de los diferentes materiales compuestos de acuerdo con el tipo, tamaño de partícula y/o composición porcentual del reforzante. A. Grafito B. PCT100 C. PCT40 D. PCT20

En la figura 4.8, se puede entonces observar que no existe una tendencia determinante o un patrón concluyente, sin embargo, altas desviaciones estándar como las que aquí se encuentran han sido reportadas (Unal, Sen, & Mimaroglu, 2004).

También puede decirse, que para tres de los cuatro tipos de refuerzo evaluados existe una tendencia a la disminución del desgaste a medida que aumenta la cantidad de reforzante. Esto puede verificarse en las gráficas A, C y D de la figura 4.8. Resultados similares fueron publicados donde se afirma que el desgaste disminuía a medida que se aumentaba el contenido de fibras de titanato de potasio como refuerzo (Xie, Zhuang, Sui, & Yang, 2009).

Aunque no se puede afirmar de manera concluyente que la modificación del tamaño de partícula y/o el contenido porcentual de refuerzo tiene efecto sobre el desgaste de los materiales evaluados cuando éstos están en deslizamiento con un disco de frenos, se reafirma el hecho reportado por Betancourt, quien determinó la rata de desgaste de la resina fenólica que se ve reducido considerablemente al incorporar fibras carbonosas. La rata de desgaste de la fenólica fue determinada en 6 mg km⁻¹ y es mayor en todos los casos a la rata de desgaste de los materiales evaluados.

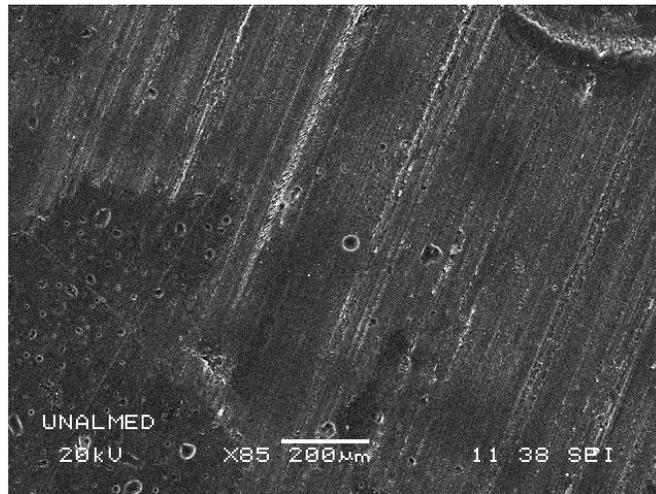
4.3 IMÁGENES TOMADAS CON MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Se tomaron imágenes a las diferentes superficies de los pines utilizando un microscopio electrónico de barrido. Estas observaciones cercanas permiten la obtención de detalles que finalmente ayudan a esclarecer cuál es o cuáles son los mecanismos de desgaste involucrados en la interacción del pin con el disco.

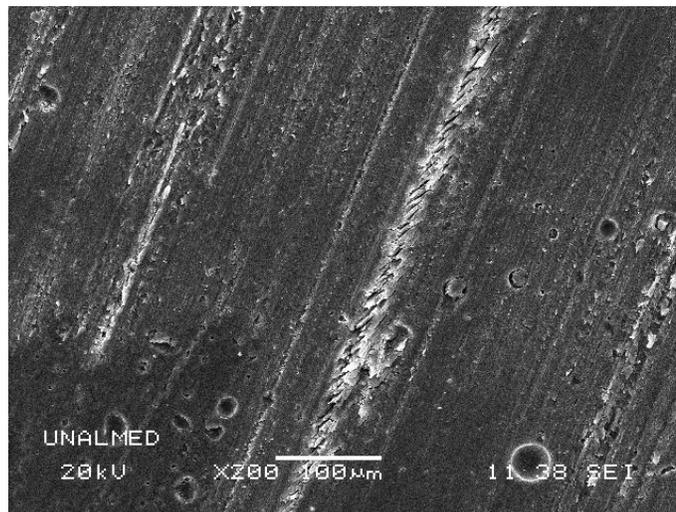
En la figura 4.9 A se muestra una imagen tomada a 85 aumentos. La superficie pertenece a un pin PCT20 con 5% de refuerzo previamente sometido a contacto deslizante con un disco de freno. Las líneas más claras y paralelas entre sí, corresponden a la zona donde la superficie presenta mayor desgaste debido a la fricción ejercida por el roce con el otro cuerpo.

En la figura 4.9 B se observa la misma zona pero ya con 200 aumentos. El mecanismo de desgaste por fatiga puede observarse gracias a la forma agrietada del área desgastada.

Estas imágenes muestran pues la huella de desgaste como evidencia de fatiga debido a la propagación de grietas superficiales o subsuperficiales, provocadas por la carga cíclica a la que fue sometido el pin durante los ensayos.



A



B

Figura 4.9. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin PCT20 con 5% de refuerzo. A: A 85 aumentos. B: A 200 aumentos.

La figura 4.10 muestra una imagen tomada a 170 aumentos a un pin cuyo reforzante es el grafito. El contenido porcentual de refuerzo es del 5% y es equivalente con el porcentaje de refuerzo del material mostrado en la figura 4.9.

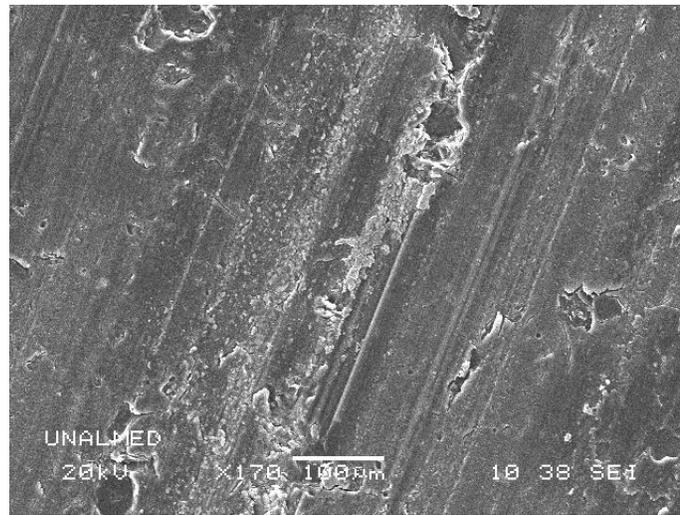


Figura 4.10. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin de fenólica y grafito con 5% de refuerzo a 170 aumentos.

Se pueden observar también huellas paralelas que permiten determinar la zona afectada por el rozamiento. Sin embargo, aparecen también zonas donde se puede observar el desprendimiento de capas de material más grandes.

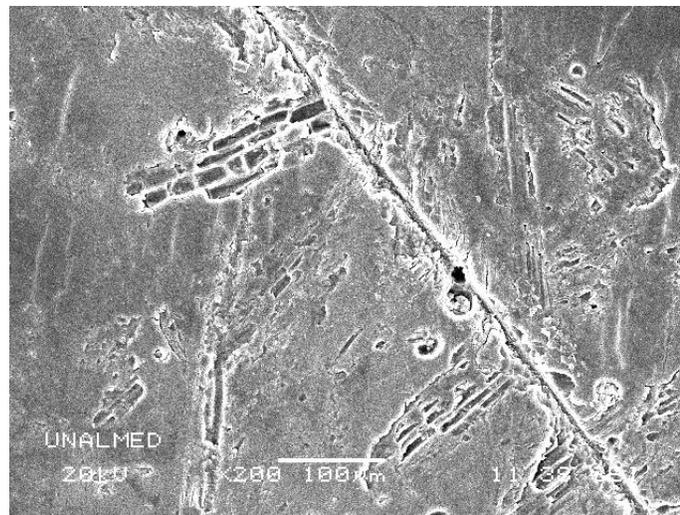


Figura 4.11. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin de fenólica y carbón con 15% de refuerzo a 200 aumentos.

Ahora, en la figura 4.11 se muestra la superficie de un pin con mayor cantidad de refuerzo a 200 aumentos. En este punto, las huellas que eran tan evidentes en las imágenes anteriores desaparecen, pero aparecen grietas mucho más profundas y aún mayores

desprendimientos. Empiezan además a notarse los haces tubulares característicos del precursor. Se observa una grieta que cruza la imagen que podría ser resultado de un colapso de un grupo de haces tubulares o inclusive de la interacción con la superficie del disco, causando la disipación de una grieta de gran tamaño.

En todas las imágenes vistas hasta ahora, existe un común denominador que es el desgaste por fatiga. En la figura 4.12 se muestra otra imagen microscópica pero a 300 aumentos. Ésta pertenece a la superficie de un pin cuya composición está dada por un 75% de matriz fenólica y un 25% carbón vegetal de tamiz 20

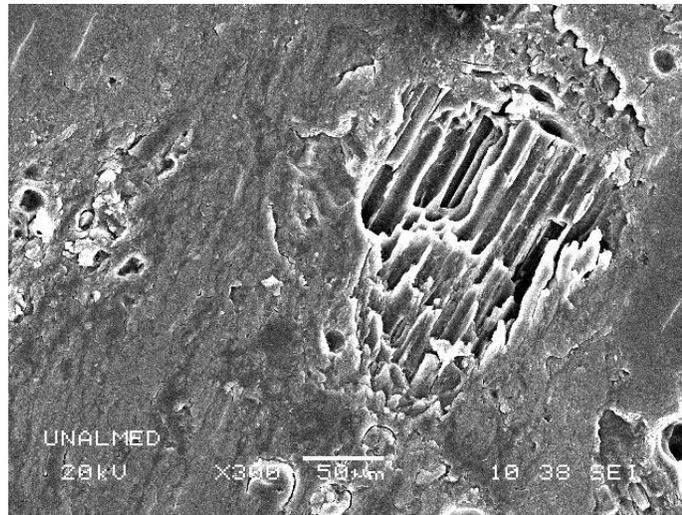


Figura 4.12. Imagen de microscopio electrónico de barrido tomada a la superficie de un pin de fenólica y carbón tamiz 20 con 25% de refuerzo a 300 aumentos.

Entre los detalles que predominan en esta imagen está el grupo de haces típico de las fibras carbonosas. En esta zona se puede también identificar que falta una gran cantidad de material.

Se puede determinar entonces que el desgaste de los materiales compuestos evaluados se da principalmente bajo el mecanismo de fatiga, tanto para los pines reforzados con grafito como para aquellos reforzados con carbono. Sin embargo, en este punto prima una diferencia importante entre los dos reforzantes en cuestión. El carbón vegetal utilizado, por su naturaleza fibrosa favorece el desprendimiento de trozos grandes (en comparación

con los desprendidos por el grafito) que permanecen en posición hasta que se degradan y logran llenar los espacios vacíos, mientras que con el grafito, el desprendimiento se da a una escala mucho menor, y por el tamaño de sus partículas puede llenar los intersticios más rápidamente, favoreciendo la lubricación y por tanto corroborando los resultados obtenidos en cuanto a COF se refiere.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

A continuación se presentan los aspectos más significativos y concluyentes de esta investigación.

- Se determinó que la tasa de desgaste de la resina fenólica se ve reducida considerablemente al incorporar fibras carbonosas. La tasa de desgaste de la fenólica fue determinada en 6 mg km^{-1} y es mayor en todos los casos a la tasa de desgaste de los materiales evaluados en este trabajo.

- Para todos los casos investigados (diferentes tamaños de partícula y diferentes contenidos porcentuales de reforzante), se observó que el grafito posee un mejor comportamiento como lubricante sólido, mantiene su coeficiente de fricción bajo y estable.

- Según sea la aplicación, pueden seleccionarse diferentes materiales estudiados en esta investigación:
 - Para aplicaciones comerciales como elaboración de pastillas de freno y conjuntos de embrague, se recomienda seguir utilizando el grafito dado su bajo coeficiente de fricción y capacidad autolubrificante.
 - En aplicaciones de frenado de alto rendimiento, por ejemplo automovilismo, donde la durabilidad de las partes de fricción no sea importante se recomienda utilizar carbón como reforzante en tamaños de partícula grandes debido a su alto coeficiente de fricción y su baja tasa de desgaste.

- Se determinó que el tamaño de partícula incide directamente en el comportamiento del coeficiente de fricción de los materiales de matriz fenólica reforzados en contacto deslizante con discos de fundición gris. A medida que aumenta el tamaño de partícula aumenta el coeficiente de fricción obtenido. Esto, es debido a que gracias a la generación de grietas mediante el mecanismo de desgaste por fatiga se desprenden trozos de material que quedan atrapados y se degradan hasta el punto en que ocupan los espacios vacíos y funcionan como lubricantes sólidos. Estas partículas desprendidas son mucho más pequeñas en el caso del grafito en comparación con el carbón utilizado en sus tres diferentes tamaños de partícula. Entre más pequeños sean los desprendimientos, mayor posibilidad tendrán de ocupar un espacio vacío. En la figura 5.1 se muestra una descripción gráfica.

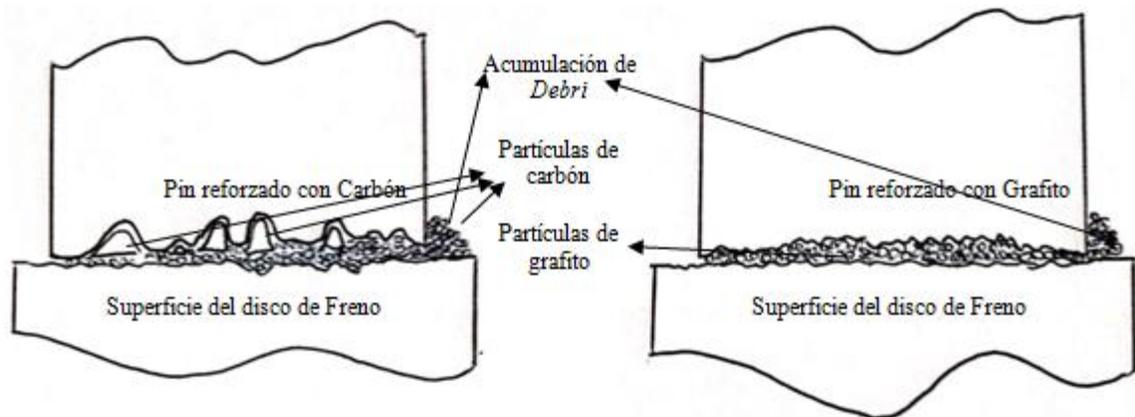


Figura 5.1. Descripción gráfica del desprendimiento de partícula. A la izquierda pin de carbón y a la derecha pin de grafito.

RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

- Aumentar la capacidad investigativa en cuanto a la infraestructura de la Universidad Pontificia Bolivariana en el tema de tribología mediante la adquisición de equipos para la medición de variables y factores importantes en este campo como la rugosidad, la temperatura (dinámica), el rayado, la cavitación, entre otros.
- Realizar mediciones de desgaste en pruebas autónomas a las del coeficiente de fricción con mayores cargas y tiempos para favorecer el aumento de éste y disminuir la probabilidad de error.
- Comparar el grafito y el carbono como reforzantes en iguales condiciones de tamaño de partícula y variando únicamente la carga porcentual, puesto que ya se determinó que el tamaño de partícula es altamente influyente. Bajo estos parámetros se puede determinar cuál de los dos materiales tiene mejores condiciones.
- Analizar la influencia de la carga porcentual del carbono como refuerzo teniendo tamaños de partícula mixtos que favorezcan la lubricación.
- Realizar una investigación comercial enfocada a la fabricación de pastillas de freno de alto rendimiento para la apertura a un mercado existente en Colombia y no ofertado.
- Medir la temperatura de forma dinámica cuando se realicen ensayos tribológicos con el fin de determinar las variaciones de ésta en el tiempo. Pueden utilizarse termómetros infrarrojos.

REFERENCIAS

1. AEMAC. (s.f.). Recuperado el 12 de Junio de 2012, de Asociación española de materiales compuestos: <http://www.aemac.org/html/glosario.htm>
2. Ashby, M. F., & Jones, D. R. (1999). *Engineering Materials 2: An introduction to Microstructures, Processing and Design*. Oxford OX2 8DP: Butterworth Heinemann.
3. Betancourt Parra, S. (2010). Desarrollo de materiales compuestos de matriz fenólica con materiales sintetizados a partir de las fibras vegetales obtenidas de la vena central de la hoja del plátano. *Tesis doctoral*. Medellín, Colombia.
4. Blau, P. J. (2001). Compositions, functions and testing of friction brake materials and their additives. *Metals and ceramics division*.
5. Clemons, C. M. (2010). Natural Fibers. En *Functional fillers for plastics: Second updated and enlarged edition* (págs. 213-220). Weinheim: Marino Xanthos.
6. Eriksson, M. (2000). Friction and contact phenomena of Disk brakes related to Squeal. *Comprehensive summaries of Uppsala Dissertations from the faculty of science and technology*, 537.
7. Eriksson, M., & Jacobson, S. (2000). Tribological surfaces of organic brake pads. *Tribology International*, 817-827.
8. Fitzer, E., Köcling, K., Boehm, H., & Marsh, H. Recommended terminology for the description of carbon as a solid. *Pure applied chemical*, 67 (3), 473-506.
9. Gómez Turrión, S. (2008). *Tesis Doctoral. Materiales compuestos con propiedades a la carta. Diseño de Interfaces*. Leganés: Universidad Carlos III de Madrid.
10. Gonzalo Terente, M. (s.f.). *Manual Para la Gestión del Amianto Instalado: El Amianto y la Salud Unidad I [En línea]*. Recuperado el 11 de Junio de 2012, de http://www2.flcnet.es /descargas /amianto_unidad1.pdf

11. Gudmand-Hoyer, L., Bach, A., Nielsen, G. T., & Morgen, P. (1999). Tribological properties of automotive disc brakes with solid lubricants. *Wear* , 168-175.
12. Gurunath, P. V., & Bijwe, J. (2007). Friction and wear studies on brake-pad materials based on newly developed resin. *Wear* , 1212-1219.
13. Hee, K., & Filip, P. (2005). Performance of ceramic enhanced phenolic matrix brake lining materials for automotive brake linings. *Wear* , 1088-1096.
14. Hyung Cho, M., Jin Kim, S., Kim, D., & Jang, H. (2005). Effects of ingredients on tribological characteristics of a brake lining: an experimental case study. *Wear* , 1682-1687.
15. J., B. (1997). Composites as friction materials: recent developments in non-asbestos fiber reinforced friction materials - a review. *Polym Compos* , 378-96.
16. Jaramillo, M. E., & Toro, L. M. (2003). *Influencia de la modificación de la resina epoxi con elastómeros en el desarrollo de materiales compuestos naturales*. Medellín: Tesis de grado UPB.
17. Klose, W., Gómez, A., & Rincón, S. (2008). Pirólisis de Biomasa. *Colaboración entre la universidad de Kassel en Alemania y la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá* , 11.
18. Lu, Y. (2002). Friction performance of phenolic binders. *Proceedings of the international SAMPE symposium and exhibition*, (págs. 236 - 244). Long Beach, CA.
19. Mate, C. M. (2008). *Tribology on the small scale. A bottom up approach to friction, lubrication and wear*. Oxford, Reino Unido: Oxford University press.
20. Müssig, K., & Frank, R. Bast and leaf fibre composite materials, . En R. Franck (Ed.). Cambridge, U.K. : Woodhead Publishing Limited.

21. Ohmae, N. (2006). Humidity effects on tribology of advanced carbon materials. . *Tribology International* , 1497-1502.
22. *Open course ware*. (s.f.). Recuperado el 11 de Junio de 2012, de Universidad del País Vasco: <http://ocw.ehu.es/enseñanzas-tecnicas/materiales-compuestos/material-de-estudio/>
23. Pérez, J. (2005). Estudio del curado de resinas lignonovolacas: Propiedades termodinámicas de los productos curados. *Tesis de doctorado* , *Facultad de ciencias químicas*. Madrid, España: Universidad Complutense de Madrid.
24. Rodríguez-Reinoso, F. (1989). Comité internacional para la caracterización y la terminología del carbón. *Carbón* , 2, 305-312.
25. Rowell, R. M. (2005). *Handbook of wood chemistry and wood composites*. Boca Ratón: CRC Press.
26. Semenov, V. I., Dai, Y.-Z., Huang, S.-J., & Jeng, Y.-R. (2011). Particle Size Effects of Silicon Carbide on Wear Behavior of SiC-Reinforced Magnesium Matrix Composites . *Tribo Lett* , 1.
27. Settle, F. (1997). *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry*. New Jersey: Prentice Hall.
28. Shawakataly, H. P., Khalil, A., Siti, M., Kadir, A., & Omar, M. (2006). Chemical composition, anatomy, lignin distribution, and cell wall structure of malaysian plant waste fibers. *BioResources* , Vol. 1, 220-232.
29. Signorelli, J. W., Bertinetti, M., & Turner, P. A. (2000). Caracterización de las propiedades locales y promedio en un compuesto bifásico. *Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura* . Rosario, Argentina: Universidad Nacional Rosario.

30. Unal, H., Sen, U., & Mimaroglu, A. (2004). Dry sliding wear characteristics of some industrial polymers against steel counterface. *Tribology International* , 730.
31. Xie, G. Y., Zhuang, G. S., Sui, G., & Yang, R. (2009). Tribological behaviour of PEEK/PTFE composites reinforced with potassium titanate whiskers. *Wear* , 429.
32. Zhandarov, S., & Mäder, E. (2005). *Composite Science Technologies*.
33. Zum Gahr, K.-H. (1987). *Microstructure and wear of materials*. Siegen, Alemania: Elsevier.