



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA

CAMPUS D'ALCOI

# *ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO A DESGASTE DE LA POLICETONA (PK)*

---

**MEMORIA PRESENTADA POR:**

*Juan Enrique Martínez Iborra*

**TUTOR:**

*Samuel Sánchez Caballero*

**MÁSTER UNIVERSITARIO EN INGENIERÍA, PROCESADO Y  
CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES**

**Convocatoria de defensa: Marzo 2022**



## **AGRADECIMIENTOS**

Gracias a mi familia, por haberme apoyado durante este año tan duro. Este trabajo es tanto mío como suyo, ya que sin ellos dudo que hubiera podido acabarlo.

Gracias a mis amigos, a Toni, a Nico, a Guille, y a muchos otros. Gracias por animarme cuando lo necesitaba, por ayudarme a desconectar. Y por apoyarme durante todo este proyecto.

Gracias a todos los profesores del MUIPCM. No solo por darme los conocimientos necesarios para realizar este trabajo, sino también por haber hecho que el atender a sus clases no solo fuera un deber, sino un placer.

Muchas gracias a Miguel Ángel Peydró, por su ayuda en la fabricación de la máquina de ensayos y de las probetas utilizadas en este proyecto. También muchas gracias a Francisco José Parres García, por su ayuda en la realización de los ensayos.

Y, por último, doy gracias a mi tutor, Samuel. Sin su ayuda, sus conocimientos, o su gran esfuerzo, nunca habría podido realizar este trabajo. No podría haber pedido un tutor mejor.



## RESUMEN

La Policetona (PK) es un plástico de altas prestaciones, relativamente fácil de sintetizar y barato de producir. Sus propiedades hacen de este un material con mucho potencial para aplicaciones muy diversas. Destaca su baja huella de carbono, una propiedad que podría ayudar a cumplir con algunos de los objetivos marcados de desarrollo sostenible.

Si bien cada año aumentan en número las publicaciones sobre la PK, sigue habiendo pocos estudios publicados (hasta la fecha de este trabajo) sobre las propiedades de este material. Por lo que el objetivo de este trabajo es obtener el comportamiento tribológico de la PK.

El motivo de estudiar sus propiedades tribológicas es la inexistencia de publicaciones al respecto, a pesar de que este material posee propiedades tribológicas excelentes. Por lo que se considera oportuno el realizar este proyecto para profundizar en el estudio de este material.

Para realizar el estudio de las propiedades tribológicas de la PK, se realizarán una serie de ensayos sobre el material de tipo pin-on-disk. Estos ensayos se realizarán siguiendo la norma ASTM G99-17. Las probetas de ensayo son de fabricación propia, y la máquina de ensayos utilizada será un rediseño construido sobre una máquina de ensayos ya existente en el laboratorio de la EPSA.

Finalmente, tras realizar los ensayos propuestos sobre las probetas, se valorarán los diferentes resultados obtenidos para determinar el comportamiento tribológico del material.

Palabras clave: Polímeros de Altas Prestaciones; Policetona; Propiedades Tribológicas; Caracterización de materiales; ASTM G99-17.

## **SUMMARY**

Polyketone (PK) is a high-performance plastic, relatively easy to synthesize and inexpensive to produce. Its properties make it a material with great potential for a wide range of applications. Of particular note is its low carbon footprint, a property that could help to meet some of the goals set for sustainable development.

Although the number of publications on PK is increasing every year, there are still few studies published (up to the date of this project) on the properties of this material. Therefore, the objective of this work is to obtain the tribological behavior of PK.

The reason for studying its tribological properties is the lack of publications on the subject, despite the fact that this material has excellent tribological properties. Therefore, it is considered appropriate to conduct this project in order to study this material in depth.

In order to study the tribological properties of the PK, a series of pin-on-disk tests will be performed on the material. These tests will be carried out according to ASTM G99-17 standard. The test specimens will be manufactured in-house, and the testing machine used will be a redesign built on an existing testing machine in the EPSA laboratory.

Finally, after performing the proposed tests on the specimens, the different results obtained will be evaluated to determine the tribological behavior of the material.

Key words: High-performance Plastics; Polyketone; Characterization of Materials; Tribologic Properties; ASTM G99-17.

## RESUM

La Policetona (PK) és un plàstic d'altres prestacions, relativament fàcil de sintetitzar i amb un cost de producció reduït. Les seues propietats fan que siga un material amb molt de potencial per a aplicacions molt diverses. Destaca la seua baixa petjada de carboni, una propietat que podria ajudar a complir alguns dels objectius fixats de desenvolupament sostenible.

Malgrat que cada any augmenta el volum de publicacions sobre la PK, tot i això encara hi ha pocs estudis publicats (fins a la data d'aquest treball) sobre les propietats d'aquest material. D'aquesta manera, l'objectiu d'aquest treball consisteix en obtindre el comportament tribològic de la PK.

El motiu d'estudiar les seues propietats tribològiques rau en la inexistència de publicacions al respecte, tot i que aquest material posseeix propietats tribològiques excel·lents. Per tant, es considera oportú dur a terme aquest projecte per profunditzar en l'estudi d'aquest material.

Per a dur a terme l'estudi de les propietats tribològiques de la PK, es faran servir una sèrie d'assajos sobre el material de tipus pin-on-disk. Aquests assajos s'efectuaran d'acord amb la norma ASTM G99-17. Les provetes d'assaig són de fabricació pròpia, i la màquina d'assaig emprada serà un redisseny construït sobre una màquina d'assajos ja existent al laboratori de l'EPSA.

## ÍNDICE

<b>AGRADECIMIENTOS .....</b>	<b>3</b>
<b>RESUMEN.....</b>	<b>5</b>
<b>SUMMARY .....</b>	<b>6</b>
<b>RESUM.....</b>	<b>7</b>
<b>ÍNDICE .....</b>	<b>8</b>
<b>1 INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>10</b>
<b>1.1 MOTIVACIÓN DEL TRABAJO. ....</b>	<b>10</b>
<b>1.2 LA POLICETONA (PK).....</b>	<b>11</b>
<b>1.2.1 ESTRUCTURA BASE DE LA PK. ....</b>	<b>11</b>
<b>1.2.2 OTROS POLÍMEROS BASADOS EN CETONAS (PAEK).....</b>	<b>12</b>
<b>1.2.3 PROPIEDADES DE LA PK. ....</b>	<b>14</b>
<b>1.2.4 NICHOS DE APLICACIÓN DE LA PK.....</b>	<b>17</b>
<b>1.2.5 APLICACIONES DE LA PK. ....</b>	<b>21</b>
<b>1.3 ESTADO DEL ARTE Y REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>23</b>
<b>1.3.1 ANTECEDENTES.....</b>	<b>23</b>
<b>1.3.2 PRIMERA BÚSQUEDA.....</b>	<b>23</b>
<b>1.3.3 SEGUNDA BÚSQUEDA.....</b>	<b>25</b>
<b>1.3.4 TERCERA BÚSQUEDA.....</b>	<b>26</b>
<b>1.3.5 CONCLUSIONES DEL ESTADO DEL ARTE.....</b>	<b>26</b>
<b>2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>27</b>
<b>2.1 MATERIAL.....</b>	<b>27</b>
<b>2.2 MÉTODOS.....</b>	<b>28</b>
<b>2.2.1 FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS. ....</b>	<b>28</b>
<b>2.2.2 ENSAYOS.....</b>	<b>30</b>
<b>2.2.2.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA.....</b>	<b>30</b>
<b>2.2.2.1.1 ABSORCIÓN DE LA HUMEDAD. ....</b>	<b>30</b>
<b>2.2.2.1.2 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....</b>	<b>30</b>
<b>2.2.2.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....</b>	<b>32</b>
<b>2.2.2.2.1 DUREZA (SHORE).....</b>	<b>32</b>
<b>2.2.2.2.2 RESISTENCIA AL IMPACTO (PÉNDULO CHARPY). ....</b>	<b>33</b>
<b>2.2.2.2.3 RESISTENCIA A LA TRACCIÓN.....</b>	<b>34</b>
<b>2.2.2.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA.....</b>	<b>35</b>
<b>2.2.2.3.1 FABRICACIÓN DE LA MÁQUINA DE ENSAYOS. ....</b>	<b>35</b>
<b>2.2.2.3.2 CALIBRACIÓN DE LA MÁQUINA DE ENSAYOS.....</b>	<b>37</b>
<b>2.2.2.3.3 PIN-ON-DISK.....</b>	<b>40</b>
<b>2.2.2.3.3.1 DISEÑO ÓPTIMO DEL EXPERIMENTO.....</b>	<b>41</b>
<b>2.2.2.4 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.....</b>	<b>44</b>

2.2.2.4.1 MICROSCOPIO ESTEREOSCÓPICO.....	44
2.2.2.4.2 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM).....	46
<b>3 RESULTADOS Y CONCLUSIONES.....</b>	<b>47</b>
<b>3.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA.....</b>	<b>47</b>
3.1.1 ABSORCIÓN DE LA HUMEDAD.....	47
3.1.2 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	49
<b>3.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....</b>	<b>50</b>
3.2.1 DUREZA (SHORE).....	50
3.2.2 RESISTENCIA AL IMPACTO (PÉNDULO CHARPY).....	51
3.2.3 RESISTENCIA A LA TRACCIÓN.....	52
<b>3.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA.....</b>	<b>54</b>
3.3.1 RESULTADOS DEL ENSAYOS PIN-ON-DISK.....	54
3.3.1.1 ESTUDIO DE LOS COEFICIENTES DE ROZAMIENTO.....	54
3.3.1.2 ESTUDIO DEL DESGASTE ESPECÍFICO (K) DE LAS PROBETAS MEDIANTE PESAJE Y RUGOSÍMETRO.....	62
3.3.1.3 MEDICIÓN DEL DESGASTE DE LA HUELLA GENERADA EN LAS PROBETAS.....	69
3.3.2 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.....	75
3.3.2.1 MICROSCOPIO ESTEREOSCÓPICO.....	75
3.3.2.2 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM).....	77
<b>3.4 CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS TRAS EL   EXPERIMENTAL.....</b>	<b>83</b>
<b>4 LÍNEAS FUTURAS.....</b>	<b>85</b>
4.1 MEJORAS DE LA MÁQUINA DE ENSAYOS PIN-ON-DISK.....	85
4.2 NUEVAS LÍNEAS DE ENSAYO.....	85
<b>5 BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>87</b>
<b>APÉNDICE.....</b>	<b>90</b>
<b>ABREVIATURAS.....</b>	<b>90</b>
<b>LISTADO DE FIGURAS.....</b>	<b>91</b>
<b>LISTADO DE TABLAS.....</b>	<b>94</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>95</b>

## **1 INTRODUCCIÓN.**

### **1.1 MOTIVACIÓN DEL TRABAJO.**

Los motivos principales de la elección de la Policetona (PK) como material a ensayar, son tres. Primeramente, la PK es un material con buenas prestaciones y mucho potencial de aplicación en ámbitos diversos. En segundo lugar, es un material relativamente novedoso, relanzado comercialmente al mercado por Hyosung a mediados de la década de 2010, tras haberse detenido su producción en el 2001.

Por último, la razón principal que ha motivado este proyecto es el escaso material publicado acerca de este material a fecha de este trabajo. Ya que, a pesar de las razones anteriores, es un material sobre el que existe poca publicación científica. Y, aunque la cantidad de publicaciones sobre la PK ha aumentado los últimos años, el volumen de publicaciones sobre este material sigue siendo escaso.

La PK es un plástico de altas prestaciones que conserva sus propiedades hasta altas temperaturas, y posee buenas propiedades mecánicas y químicas. Al mismo tiempo, es un plástico relativamente fácil y barato de sintetizar, que se presenta como una alternativa más ecológica que otros plásticos, al ser uno de sus componentes principales el monóxido de carbono (CO).

Como se ha afirmado en el primer párrafo de este apartado, la PK es un material con mucho potencial. Especialmente para la transición verde de los plásticos. Este material ofrece la posibilidad de mejorar las propiedades en su ámbito de aplicación, al mismo tiempo que potencialmente puede rebajar la huella de carbono de todos los productos de los que formara parte.

Por todo ello, este trabajo tiene por objetivo dar visibilidad a este material y analizar algunas de sus propiedades menos estudiadas. Siendo elegidas sus propiedades tribológicas como motivo de estudio al ser al mismo tiempo una de sus propiedades más destacadas y con menor cantidad de publicaciones.

Por último y con el fin para complementar el trabajo, también se estudiarán las propiedades mecánicas y térmicas del material suministrado. Aunque el principal foco de este trabajo continuará siendo el estudio de sus propiedades tribológicas.

## 1.2 LA POLICETONA (PK).

La primera copolimerización de CO con etileno para producir PK fue registrada en 1940 por *Ballauf et al* en uno de sus pioneros trabajos sobre la PK. Con todo, este copolímero inicial sufría de una serie de inconvenientes que hacían que fuera difícil de procesar. [1]

Las primeras patentes de PK se registran a principios de la década de 1970, donde aparecen patentes básicas de composiciones y catalizadores. Sin embargo, los productos obtenidos en estas patentes no eran procesables debido a los residuos que dejaban los catalizadores. [2]

En 1982, J. Dent de la Royal Dutch Shell descubre un nuevo sistema de catalizador, el cual es capaz de copolimerizar el CO y el etileno en la PK con éxito. Tras años de desarrollo, en 1996 Shell comercializa la PK bajo la marca comercial Carilon®. En la misma década, BP Amoco lanza su propia línea de PK bajo la marca comercial Ketonex®. El material obtiene un limitado éxito, y desafortunadamente debido a cambios en las estrategias de mercado y la baja demanda por este material, ambas empresas anuncian en el 2000 y en el 2001 respectivamente el cese en la producción de sus productos de PK. [1] [2]

No habiendo conseguido comprador para la patente del producto, Shell dona la patente al instituto de investigación SRI International, donde se proseguirá con la investigación sobre el material. [3]

Tras la decisión tomada por Shell y BP de no seguir desarrollando la PK, en 2003 la compañía surcoreana Hyosung tomó el relevo en el desarrollo comercial de este material, obteniendo una licencia de SRI International sobre el material. [4] Tras años de desarrollo, a mediados de la década de 2010 Hyosung comercializa de nuevo la PK bajo la marca comercial Poketone®. [5] Tras su comercialización por Hyosung, la producción de PK no se ha detenido y ha aumentado cada año. [5]

### 1.2.1 ESTRUCTURA BASE DE LA PK.

La PK es un polímero termoplástico lineal formado por múltiples cadenas de grupos de cetonas enlazadas entre sí. Su estructura se compone de una  $\alpha$ -olefina (normalmente etileno) polimerizada con CO, con una estructura principal de 1,4-dicetona. [6] [7]

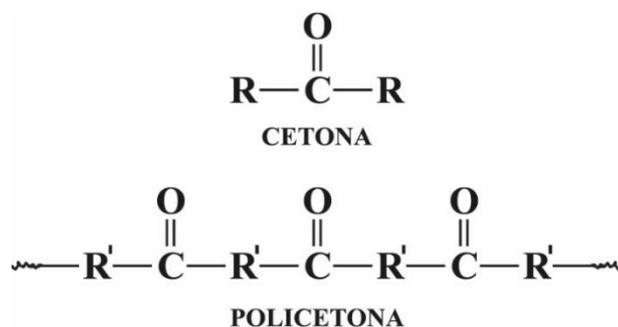


Ilustración 1. Estructura de la PK.

Para adaptar las propiedades del material y mejorar sus propiedades mecánicas, térmicas y de solubilidad, se le añade un tercer monómero al polímero durante la reacción de polimerización. Este tercer monómero puede ser propileno, estireno o cadenas más largas de alcanos, y se incorpora a la PK substituyendo al azar al etileno en la cadena del polímero. [1]

### **1.2.2 OTROS POLÍMEROS BASADOS EN CETONAS (PAEK).**

Una familia de polímeros relacionada con la PK, pero sin los inconvenientes que presentaba esta durante sus inicios para su producción y procesabilidad, es la familia de polímeros de las poliariletercetonas (PAEK). La base de todos los polímeros PAEK consiste en anillos aromáticos conectados por enlaces de éter o de cetonas, donde el orden de estos enlaces es el que le da el nombre a cada polímero específico. Los polímeros resultantes presentan una alta linealidad y pocas ramificaciones en su estructura de estos polímeros, lo cual hace que sean termoplásticos resistentes aptos para aplicaciones de alto rendimiento. [8]

En líneas generales, las PAEK son termoplásticos semicristalinos con una alta estabilidad térmica y una alta resistencia mecánica y química. [9] Siendo la principal diferencia entre cada polímero de esta familia el de ratio éter/cetona de su estructura. Proporcionando los enlaces de cetona una rigidez mayor a la cadena que los de éter. [8]

La PEK fue la primera PAEK producida comercialmente en la década de 1970 a través de la corporación de Raychem. Sin embargo, la síntesis de este material no solo era costosa, sino que además producía numerosos residuos peligrosos, lo cual resultó en limitaciones para la producción y venta de este material. Con el tiempo el proceso de producción de la PEK ha sido optimizado. El coste de su sintetizado es ahora más razonable y se han reducido sus riesgos medioambientales. [10]

Posteriormente, en la década de 1980 la empresa Victrex de Lancashire (Inglaterra). Este material fue el primer material significativamente comercial de las PAEK. [9] La principal propiedad que hizo esto posible fue que, en comparación con la PEK, la sintetización de la PEEK requiere de condiciones más sencillas. Lo cual hizo más atractivo y buscado a este material. [10]

La PEEK continúa siendo hoy en día una de las PAEK más consumidas en las industrias de la automoción, electrónica, aviación, aeroespacial y en aplicaciones médicas, gracias a sus buenas prestaciones mecánicas, su resistencia química, su elevada estabilidad dimensional, su buena biocompatibilidad o su capacidad para trabajar a temperaturas superiores a 200 °C. [11]

Otros polímeros de esta familia incluyen la Polietercetona (PEK), la Polietercetonaacetona (PEKK), Polieteretercetonaacetona (PEEKK) o la Polietercetonaetercetonaacetona (PEKEKK).

En cuanto a su peso el mercado de los plásticos, estos materiales forman parte del nicho de los plásticos de altas prestaciones. Dentro de este nicho de mercado, la compra de PAEKs supone alrededor del 10% del volumen de mercado, siendo la PEEK el principal polímero consumido, tanto por sus prestaciones como por ser un material establecido en el sector. [12]

El problema principal que impide un mayor crecimiento en el consumo de estos polímeros es su precio. Incluso dentro del mercado de los polímeros de altas prestaciones, la PEEK, una de las PAEK más utilizada, se sitúa entre los polímeros más caros, teniendo un precio aproximado de 100\$/kg. [12] Por esta razón, en muchos mercados emergentes (como la India), muchos productores utilizan otras PAEK con un precio menor. En estos casos, la PEK suele ser una buena alternativa, al tener un precio aproximadamente la mitad que la PEEK, pero conservando unas propiedades muy similares a esta. Sin embargo, estos siguen siendo precios considerablemente altos. [13]

Además del alto precio de estos materiales, se añade que para procesarlos se necesitan maquinaria específica. Debido a las altas temperaturas, superiores a los 300 °C, que se necesitan para trabajar con los PAEK. [10] Esta característica hace que, al elevado precio del material como materia prima haya que añadir el alto precio asociado que conlleva trabajar con él.

Frente a estos materiales, la PK se presenta como una alternativa aún más económica. Siendo las propiedades de la PK y las PAEK en general similares, el principal impedimento para el crecimiento de la PK ha sido sus problemas para producirlo y procesarlo. Estos problemas no se dan en las PAEK, ya que gracias a la incorporación de anillos aromáticos estas resultan más fáciles de producir y procesar. Si bien la mayor complejidad de su composición es una de las causas de que su precio sea mayor.

Por ello, tras haber solucionado en los últimos años los problemas que tenía para su producción y procesado, la PK se presenta como un material con el potencial de reemplazar o complementar a las PAEK en muchas de sus aplicaciones, al haberse mantenido las diferencias de precio. Llegando a costar hasta 20 veces más una PAEK que una PK. Además, el menor coste de la PK hace que su campo potencial de aplicación se amplie a mercados con mayores exigencias en el coste de las materias primas.

### 1.2.3 PROPIEDADES DE LA PK.

Tabla 1. Propiedades generales de la PK basada en CO, etileno y 6% de polipropileno (23 °C y 50% Humedad Relativa). [2]

Propiedad	Método de ensayo	Valor	Unidad
<b>Propiedades Generales</b>			
Temperatura de Fusión		220	°C
Densidad relativa	ISO 1183	1.24	
Contracción de moldeo, dirección de flujo	ISO 294-4	≈2	%
Contracción de moldeo, perpendicular	ISO 294-4	≈2	%
Absorción de agua en equilibrio al 50%	ASTM D 570	0.5	% m/m
Índice de fluidez en volumen	ISO 1133 (240°C& 2.16 kg)	5-6	ml/10 min
<b>Propiedades Térmicas</b>			
Temperatura de deflexión térmica	ISO 75/A (1.8 MPa)	100	°C
Dureza de Vicat	ISO 306/B50 (50 N)	205	°C
Índice de temperatura relativa	UL746B (Mecánica sin impacto)	90	°C
<b>Propiedades Mecánicas</b>			
Límite elástico	ISO 527-1 (50 mm/min)	60	MPa
Elongación elástica	ISO 527-1 (50 mm/min)	25	%
Tensión de rotura	ISO 527-1 (100 mm/min)	55	MPa
Elongación a la rotura	ISO 527-1 (100 mm/min)	300	%
Módulo de Young	ISO 527-1 (1 mm/min)	1.4	GPa
Módulo a Flexión	ISO 178	1.4	GPa
Fuerza de Impacto Charpy con muesca	ISO 179/1	18	kJm <sup>-2</sup>
<b>UL94 Inflamabilidad</b>			
Resistencia a la llama	UL 94	HB	
Índice de oxígeno límite	ISO 4589	21	%
Índice de inflamabilidad de alambre incandescente (2mm)	IEC 695-2-1	750	°C
<b>Propiedades Eléctricas</b>			
Constante dieléctrica a 50 Hz	IEC 250	6.6	—
a 1 kHz		6.3	
a 1MHz		5.7	
Constante dieléctrica a 50 Hz	IEC 250	0.026	
a 1 kHz		0.02	
a 1MHz		0.07	
Resistividad Volumétrica	IEC 93	10 <sup>13</sup>	Ω.cm
Resistividad Superficial	IEC 93	10 <sup>14</sup>	Ω
Resistencia Eléctrica	IEC 243-1 (1.6 mm; aceite de silicona)	18	kV mm <sup>-1</sup>
Índice de resistencia al encaminamiento eléctrico	IEC 112	600	V

En líneas generales, la PK es un polímero que presenta una gran resistencia química junto con un buen balance de propiedades mecánicas y procesable mediante técnicas de fabricación convencionales, lo cual permite que sea un material muy versátil y con mucho potencial para su uso en el futuro. [1] [2] [14]

Entre sus propiedades mecánicas, se incluyen una buena resistencia al desgaste, una excelente resistencia a los impactos y a la abrasión. Posee una tensión de rotura de entre 50 y 60 MPa, con una elongación final de más de un 250% y una resistencia al impacto de alrededor de 8 kJm<sup>-2</sup>. También tienen una rigidez moderada y una buena retención de esta, junto con un módulo de Young y un módulo de flexión de 1.5-1.7 GPa. Además, el material puede soportar numerosos ciclos de deformación elástica antes de que aparezcan deformaciones permanentes. [1] [14] [15]

Destaca de este material que también presenta una buena resistencia al desgaste cuando ambas superficies de contacto son del mismo material. Esta es una característica rara en los termoplásticos, ya que de normal estos materiales exhiben unos niveles de desgaste muy superiores cuando desgastan consigo mismos, y la cual le confiere al material una ventaja relativa frente a materiales como el POM o la PA. [16]

Comparándolo con el POM y la PA, el material presenta una deformación por fluencia mayor que estos dada la misma carga. Además, también aguanta cargas superiores que las del POM y la PA antes de llegar al punto de rotura por fluencia. [16]

Entre sus propiedades químicas, la PK exhibe una excelente resistencia a una amplia gama de productos químicos, como, hidrocarburos aromáticos y alifáticos, cetonas, ésteres y éteres, soluciones de sales inorgánicas, ácidos y bases débiles, incluidos los compuestos de amonio cuaternario que se usan comúnmente como desinfectantes. Habiéndose comprobado que mantiene sus propiedades incluso durante exposiciones largas a estos químicos. De hecho, hay pocos solventes conocidos para las resinas PK, solo siendo disueltos en solventes muy polares como el Hexafluoroisopropanol. Tienen también una excelente resistencia a la hidrólisis, una baja absorción de agua, buenas propiedades como retardante a la llama y buenas propiedades de efecto barrera frente a combustibles y el oxígeno, ofreciendo una gran resistencia a la permeación a los hidrocarburos alifáticos y aromáticos. [1] [3] [15]

Otra propiedad de la PK es su alto punto de fusión comparada con otros plásticos. La PK funde a temperaturas de en torno a los 250°C, teniendo una temperatura típica de servicio en el rango de los 120°C, mientras que, por ejemplo, el polietileno tiene un punto de fusión en el rango de los 120°C. [1]

Por otro lado, la presencia de grupos carbonilos reactivos en el material confieren a este una mayor fotodegradabilidad y biodegradabilidad cuando se le compara con otras poliolefinas polimerizadas. Lo cual lo convierte en una opción más verde y respetuosa con el medioambiente en aplicaciones que requieran del uso de termoplásticos. [1] Además de esto, el proceso de producción de la PK necesita de CO. Por cada tonelada producida de este material se consume media tonelada de CO. Por lo que la huella de carbono producida por este material es muy baja. [17]

En cuanto a su trabajabilidad, la PK ha mostrado poder ser procesada mediante una gran variedad de procesos convencionales de producción como el moldeo por inyección, la extrusión, la inyección-soplado o el hilado de fibras. [2] También puede ser soldado

por infrarrojos y por soldadura laser, ofreciendo buenos resultados de resistencia en su línea de soldadura. [18] Además, ofrece la posibilidad de combinarse con fibras de vidrio para producir piezas con una excelente reproducibilidad de dimensiones y tolerancias. [6] Permite tiempos de ciclo cortos, se seca fácil al no absorber humedad y requiere una fuerza de cierre del molde baja. [5]

Es fácilmente esterilizable y desinfectable, debido a que el material es resistente a los efectos de todas las técnicas de esterilización más comunes: Autoclave, exposiciones repetidas, irradiación, haz E, cobalto (C60), productos químicos gaseosos, óxido de etileno (EtO)... [6]

Otra característica del material es la posibilidad de usar este material para aplicaciones que requieran del contacto de este con el agua potable o la comida. El material cumple con los requisitos necesarios para aplicaciones en contacto con agua potable según la normativa de la KTW (Kunststoff-Trinkwasser), la DVGW (Deutscher Verein des Gas- und Wasserfaches) W270, la ACS (Attestation De Conformite Sanitaire) y la WRAS (Water Regulations Advisory Scheme), así como también la NSF61. Además, el material cumple con los requisitos alimentarios europeos de la norma EU 10/2011 y de la Administración americana de Alimentos y Medicamento (FDA) 21 CFR. [5] [19]

Por último, recientemente se está investigando sus propiedades como electrólito para su uso en baterías de electrólito sólido. Habiéndose realizado diversos estudios con resultados prometedores en este aspecto. [20] [21]

### 1.2.4 NICHO DE APLICACIÓN DE LA PK.

A continuación, se muestra el análisis realizado mediante el software Granta Edupack para analizar si el nicho de propiedades que cubre la PK está ya cubierto por otros materiales, o si por el contrario este material cubre un nicho aún cubierto por otros materiales. Con este fin, se comparará la PK con otros 3 materiales con los que suele compartir aplicaciones. Las PEEK, las PA66 y los POM. Para ello, se realizará una comparativa mediante la base de datos Prospectors Plastics que posee Granta Edupack en su Nivel 3 de polímeros.

En primer lugar, se comienza comparando las densidades y los puntos de fusión de los distintos materiales. Dicha comparación se puede comprobar en la Ilustración 2, la cual muestra como la PK cubriría el nicho que existe entre la PA66 y los POM en cuanto a puntos de fusión, si bien la densidad de estos materiales es muy similar. La temperatura de fusión del material se suele relacionar en los polímeros con su temperatura de procesado. Esta gráfica muestra que el nicho que en este caso cubriría la PK sería el de un material que pueda ser procesado a temperaturas más bajas que las PEEK o las PA66, aunque ligeramente superior a los POM.

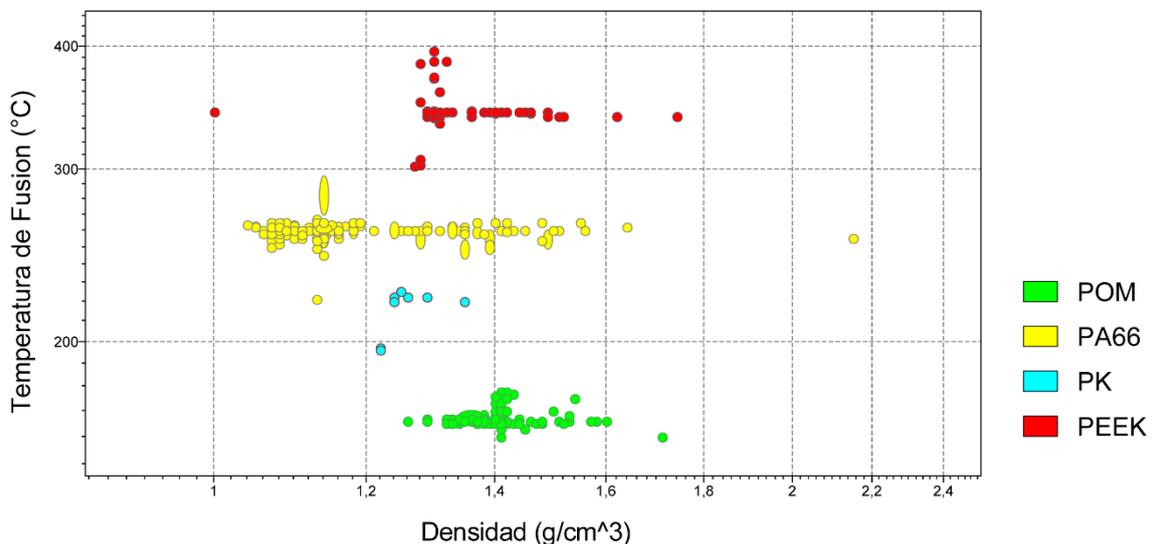
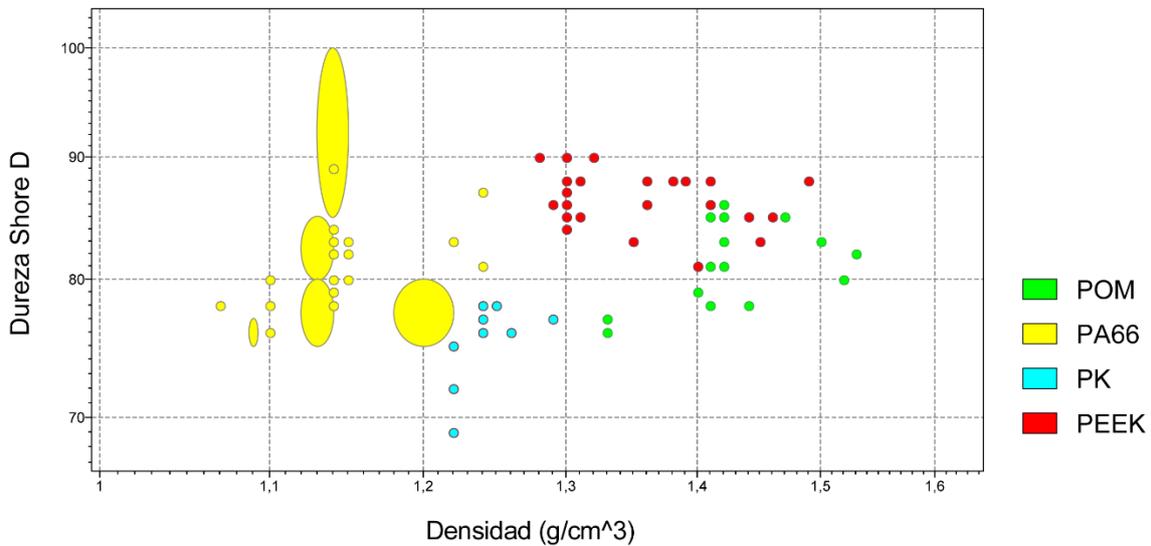


Ilustración 2. Temperatura de Fusión (°C) vs Densidad (g/cm³).

En segundo lugar, se compara la dureza de la PK con la del resto de materiales a comparar, observándose cómo la PK sería comparativamente algo más blando que el resto, sobre todo que las PEEK. Aunque, como se puede ver en la Ilustración 3, el nicho de aplicación de solapa con el de la PA66 y los POM.

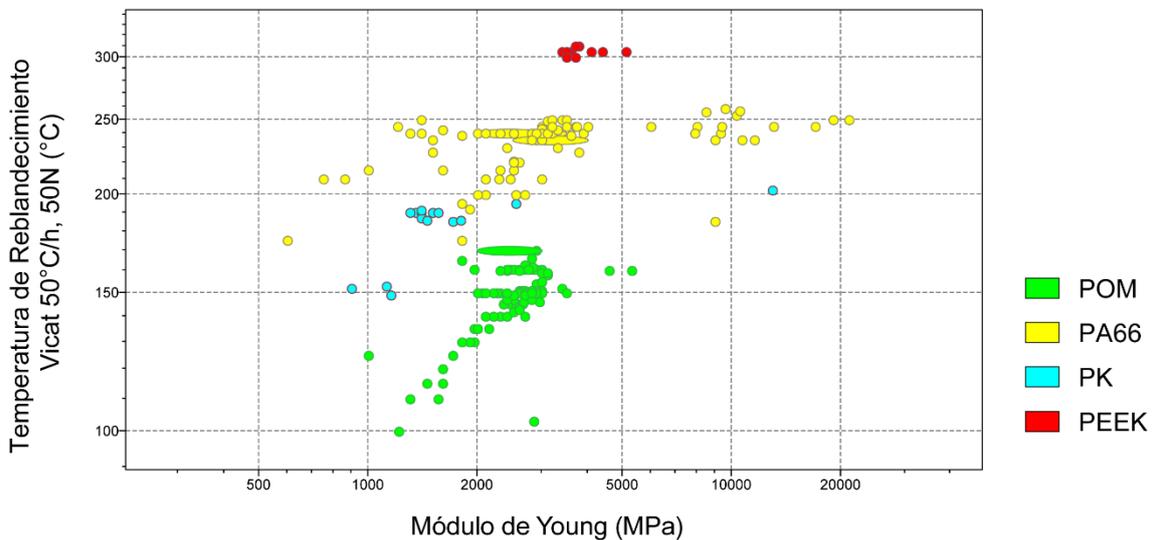
En tercer lugar, se realiza una comparativa de la temperatura de reblandecimiento Vicat frente al Módulo de Young de los materiales que se están comparando. La temperatura de reblandecimiento de los plásticos es una propiedad que se relaciona con las temperaturas de utilización de este tipo de materiales, mientras que el módulo de Young es una propiedad muy utilizada en la ingeniería de materiales.



**Ilustración 3. Dureza Shore D vs Densidad (g/cm³).**

Como se puede observar en la Ilustración 4, la PK ocuparía de nuevo un nicho de aplicación que estaría relativamente vacío, el cual existiría entre la PA66 y los POM. Siendo este nicho el de un material que pudiera operar a temperaturas superiores a las de los POM, aunque sin llegar a poder llegar a trabajar a las temperaturas que alcanzan las PA66 o las PEEK.

Por otro lado, se observa que los valores del módulo de Young de la PK son algo dispersos, aunque sus valores se concentran en torno a un punto algo menor al que las PA o los POM.



**Ilustración 4. Temperatura de Reblandecimiento Vicat 50°/h, 50N (°C) vs Módulo de Young (MPa).**

Prosiguiendo con la comparación de los materiales, se contrastan los valores de elongación elástica y a rotura de los materiales a comparar, cuyos resultados se pueden observar en la Ilustración 5 y la Ilustración 6. Según los resultados de la comparativa, se puede ver como los valores de elongación de la PK, tanto elástica como de rotura, se encuentran en un rango intermedio entre los de las PA66 y los POM. El nicho que cubre la PK no estaría vacío en este caso, ya que no existe un salto entre el rango de valores de los POM y las PA66, si bien es cierto que sería un material de transición entre las aplicaciones que requieran de la elasticidad de una PA66 a las que necesiten un POM.

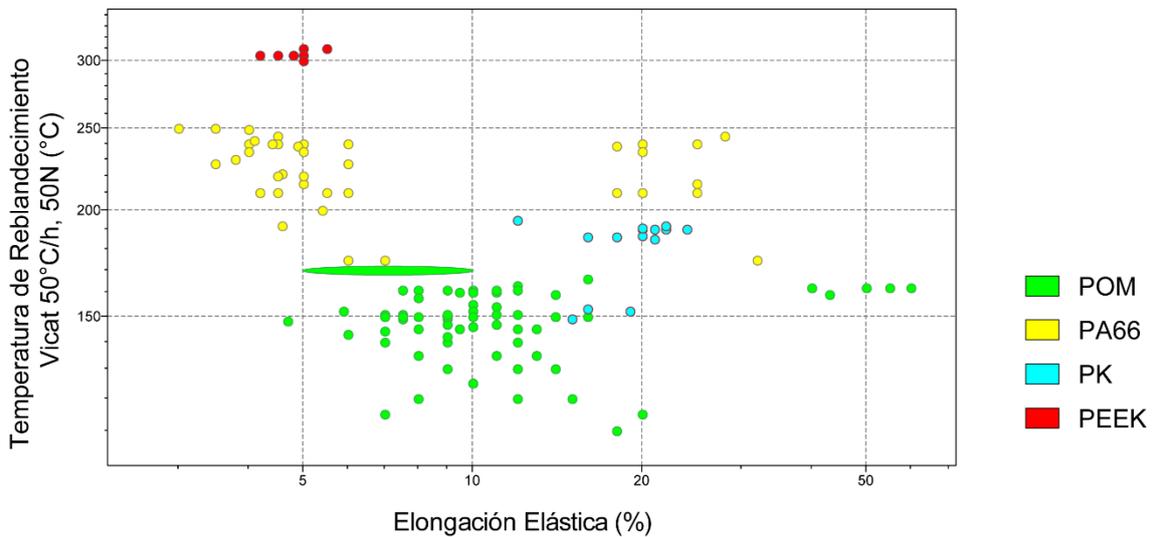


Ilustración 5. Temperatura de Reblandecimiento Vicat 50<sup>o</sup>/h, 50N (°C) vs Elongación Elástica (%).

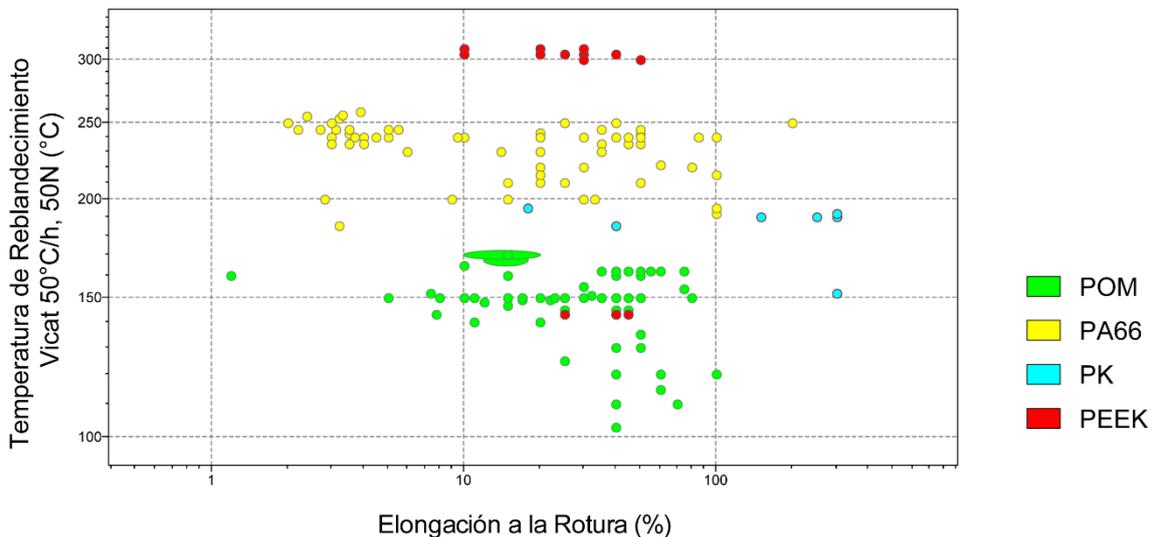
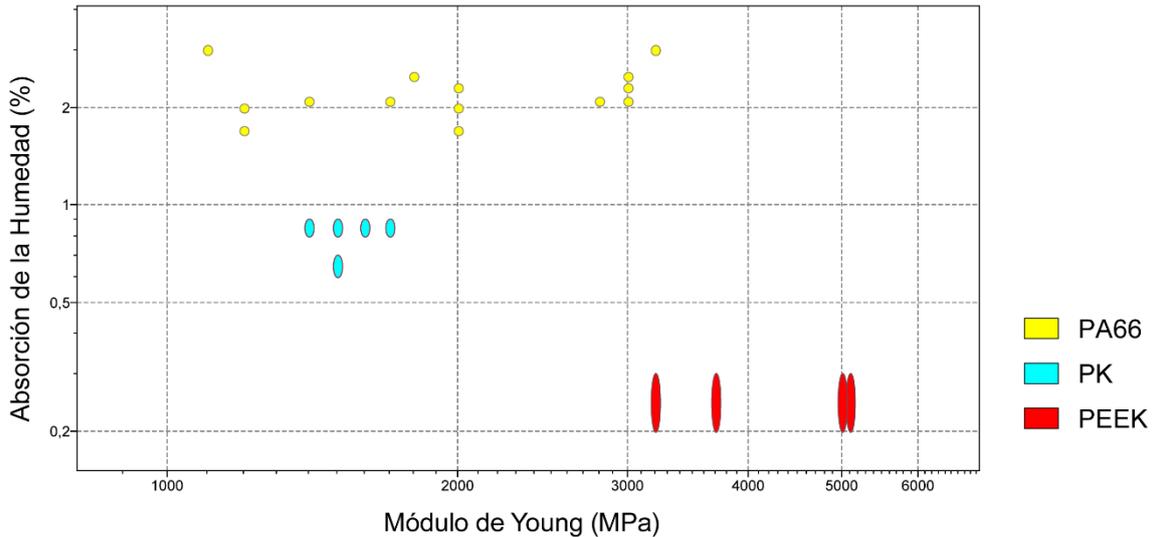


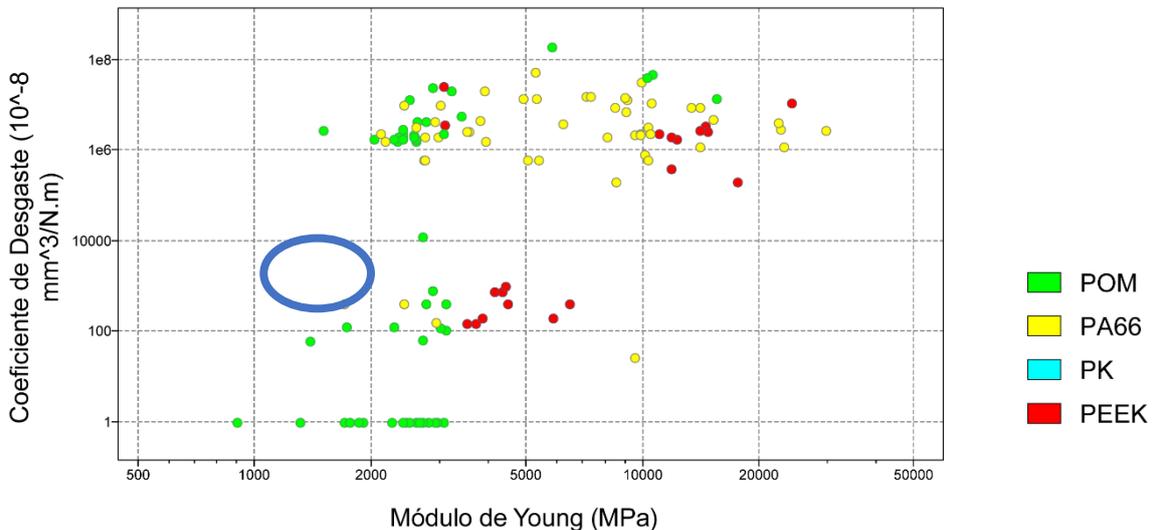
Ilustración 6. Temperatura de Reblandecimiento Vicat 50<sup>o</sup>/h, 50N (°C) vs Elongación a la Rotura (%).

A continuación, se realiza una comparativa significativa para la PA66, ya que este material es conocido por los problemas que sufre de absorción de la humedad. Si bien el software no proporciona datos para los POM, sí que los proporciona para el resto de los materiales. Pudiéndose observar en la Ilustración 7 como la PK tiene valores de absorción de la humedad intermedios entre las PEEK y las PA66



**Ilustración 7. Absorción de la Humedad (%) vs Módulo de Young (MPa).**

Por último, se realiza una comparativa del Coeficiente de Desgaste de los materiales a comparar. Si bien la base de datos del programa no posee valores para la PK, según el *PK Technical Guidebook* [22] el coeficiente de desgaste estimado para la PK es de entre 400 y 700  $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ . En la Ilustración 8 se puede observar comparativamente el valor de la PK de este dato comparado con el de otros materiales. Comprobando con esta comparación que el nicho que ocuparía la PK en este caso está vacío.



**Ilustración 8. Coeficiente de Desgaste ( $10^{-8} \text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ ) vs Módulo de Young (MPa).**

Algo que es una constante en este apartado, es el hecho que las PEEK ocupen nichos específicos con propiedades más elevadas que el resto de los materiales que se van a utilizar en estas comparaciones. La razón principal de este hecho es que las PEEK son materiales considerados de muy altas prestaciones, los cuales también, como se ha comentado anteriormente, llevan asociado un coste mayor de compra y procesado. Este hecho no resta valor a la comparativa, ya que como se observa en las gráficas, la PK representaría una solución intermedia a los elevados precios de las PEEK, sacrificando a cambio en cierta medida algo de sus propiedades térmicas y mecánicas a cambio de obtener un material más accesible a la industria.

En conclusión, tras realizar el estudio y la comparativa de la PK con otros materiales ampliamente utilizados comercialmente, se puede afirmar que las propiedades de la PK hacen que este material sea un candidato para sustituir a la PA66 y al POM en muchas de sus aplicaciones, ya que la PK posee propiedades similares a estos materiales, pero en combinaciones distintas a las de los materiales comercialmente existentes. Es la suma de las propiedades que posee la PK la que la hace tener la capacidad de cubrir nichos de aplicación no cubiertos por estos materiales, o de también poder sustituir y reemplazar a estos materiales en muchas de sus aplicaciones actuales.

### **1.2.5 APLICACIONES DE LA PK.**

La PK es un plástico de altas prestaciones con propiedades muy versátiles. Debido a su versatilidad, este material está presente en una amplia variedad de aplicaciones. La PK está reemplazando el uso de PA en aplicaciones en las que se necesite un material con mejor resistencia al impacto, o en partes que puedan ser condicionadas por la humedad. [5]

Es usado para hacer ruedas dentadas, rodamientos, bujes y otras piezas mecánicas que tienen que soportar grandes esfuerzos. Ya que, gracias a sus excelentes propiedades mecánicas y tribológicas, es una excelente para este tipo de aplicaciones. También se utiliza cuando se requieren altos niveles de resistencia al desgaste, o perfiles de precisión para la ingeniería mecánica y las industrias aeroespacial, automotriz y naval. [6] Además, en combinación con el POM y la PA puede crear engranajes que no sufran apenas desgaste. De manera similar, la PK se utiliza también en la fabricación de transmisores de potencia. [3]

Otra aplicación en la que se usa la PK es como material para mangueras de combustibles. Esto se debe a sus excelentes propiedades de barrera, las cuales no permiten pasar incluso gases de bajo peso molecular como el oxígeno. De esta forma, se pueden reemplazar mangueras multicapa de otros materiales por una manguera de una única capa gracias a la PK. [3] Por estas mismas razones, y su buena resistencia química, es también muy utilizado para fabricar tubos y rollos de film. [23]

Se usa también en aplicaciones de electricidad y electrónica, debido a su fácil procesabilidad, sus propiedades como retardante a la llama y su buena resistencia al impacto. Pudiendo utilizarse en conectores o conmutadores. [23]

En la industria de la automoción se utiliza en los componentes que vayan a contener combustible, y también para las sujeciones en pinza o para las cubiertas de las ruedas. [5]

Se utiliza para otras aplicaciones industriales como para la fabricación de cintas transportadoras, como componente para cascos, en ruedas industriales, como envase para cosméticos, en sistema de sujeción de carriles o como sellador de combustibles. [5]

En el hogar se usa en productos que vayan a estar en contacto con el agua potable. Como puede ser en filtros, tuberías y medidores de agua. Ya que la PK es un material autorizado para usarse con agua potable. [5]

A continuación, se presentan algunos ejemplos de aplicaciones concretas en las que la PK ha empezado a utilizarse en sustitución de otros materiales:

- La empresa Hyundai está reemplazando la mayoría de las conexiones eléctricas hechas de PBT por conexiones de PK. Debido principalmente por su mayor resistencia a la hidrólisis de la PK, su baja absorción de agua y su mayor resistencia (de hasta 3 veces) que el PBT sin necesidad de añadir modificadores. [5]
- La empresa Samsung está cambiando el material del mecanismo de cierre de las neveras de POM a PK at Samsung para reducir el ruido y mejorar su resistencia. [5]
- El material de los rotores de los aires acondicionados está siendo sustituido por PK en vez de PA para mejorar su durabilidad y resistencia química. [5]
- El material de los engranajes de las impresoras láser están siendo cambiados por PK en vez de POM y PA para reducir ruido y solventar los problemas de fallo prematuro causados por cambios dimensionales producidos por la humedad. [5]
- Se están desarrollando nuevos diseños de cadenas transportadoras fabricadas con PK, las cuales consiguen velocidades más elevadas y soportar presiones de contacto más altas que las fabricadas con POM, gracias al mayor punto de fusión de la PK. [5]

## 1.3 ESTADO DEL ARTE Y REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

### 1.3.1 ANTECEDENTES.

Para enmarcar la investigación del presente trabajo dentro de un contexto actual, se decide realizar una búsqueda bibliográfica para analizar el interés académico existente en la PK. Esta labor cobra mayor importancia en nuestro trabajo, ya que la PK es un material que ha sido reintroducido comercialización recientemente (a mediados de la década de 2010), tras haberse detenido su producción comercial en el año 2001.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos del análisis estado del arte de la PK. Este análisis se ha realizado mediante la búsqueda de artículos relacionados con la PK tanto en la base de datos de Web of Science (WOS) como en Scopus.

Todas las búsquedas realizadas se llevaron a cabo aplicando los siguientes filtros:

- Según tipo de documento, se aplican los filtros “articles” y “reviews”.
- Según su fecha de publicación, la búsqueda se limita al intervalo entre los años 2010 y 2020.

Además de estos filtros, se decide realizar las búsquedas con las palabras claves en inglés, debido a que la mayoría de las publicaciones científicas se realizan en la lengua anglosajona, y por lo tanto de esta forma se pueden recolectar un mayor número de datos.

### 1.3.2 PRIMERA BÚSQUEDA.

En primer lugar, se realiza una búsqueda tanto en WOS, como en Scopus, introduciendo como única palabra clave “Polyketone”, con el fin de observar la cantidad de publicaciones que incluyen este material como objeto de investigación. Los resultados se pueden apreciar en las siguientes gráficas:

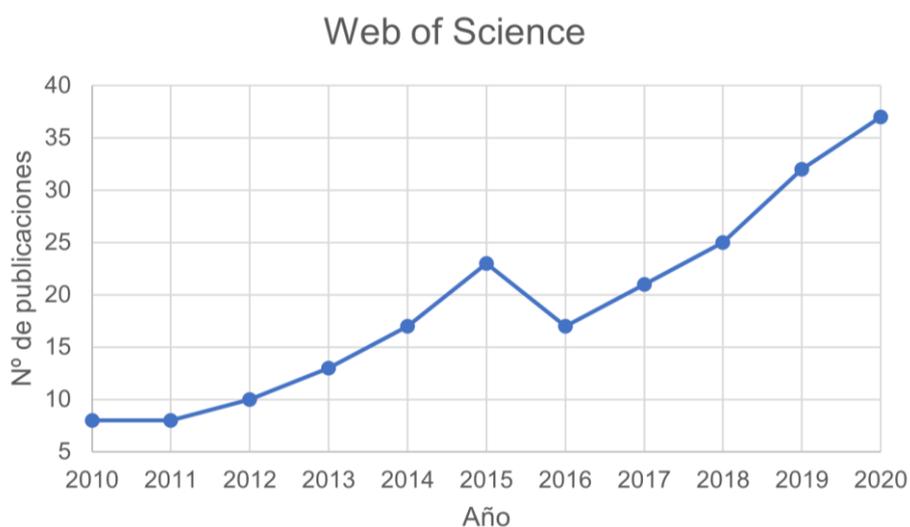
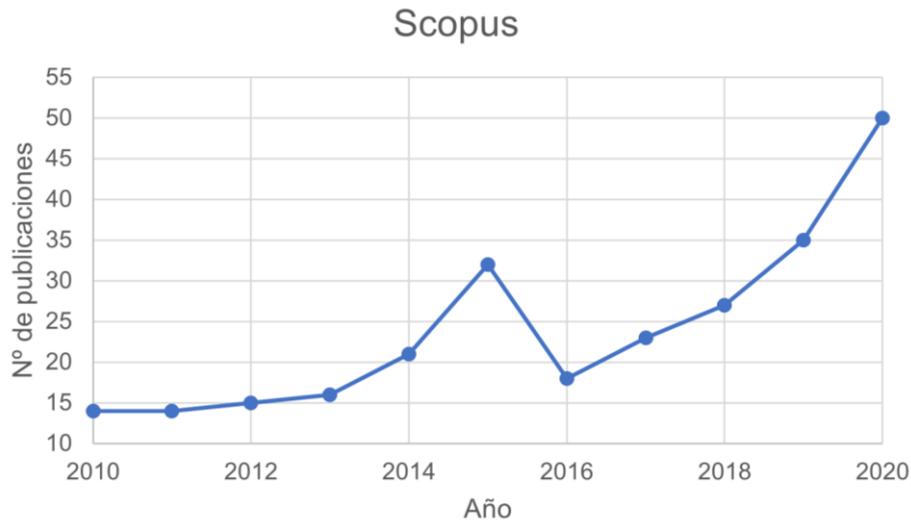


Ilustración 9. Publicaciones por año en WOS de “Polyketone”.



**Ilustración 10. Publicaciones por año en Scopus de “Polyketone”.**

En estas gráficas se puede observar un pico de publicaciones en 2015, el cual coincide con la recomercialización de la PK por Hyosung Chemical bajo la marca Akrotek PK. Este evento es relevante para la investigación del material, ya que desde el año 2000 Shell había interrumpido su producción de PK, y no había más productores que ofrecieran comercialmente este material. [4]

A partir del pico en 2015, se observa una bajada de publicaciones en el año posterior, la cual viene acompañada por un crecimiento continuado en el número de publicaciones en los años posteriores. Superándose el pico de 2015 en pocos años (2018 en WOS y 2019 en Scopus).

Para complementar los datos obtenidos con las búsquedas anteriores, utilizamos la herramienta de “informe de citas” ofrecida por WOS, para estudiar si el aumento en el número de publicaciones viene acompañado por un aumento en el número de citaciones.

Para realizar la búsqueda, fijamos como palabra clave “Polyketone” y delimitamos la búsqueda a “articles” y “reviews” en cuyo título aparezca nuestra palabra clave. La búsqueda ofrece como resultado la siguiente gráfica, donde se puede observar una tendencia al alza en el número de citaciones:

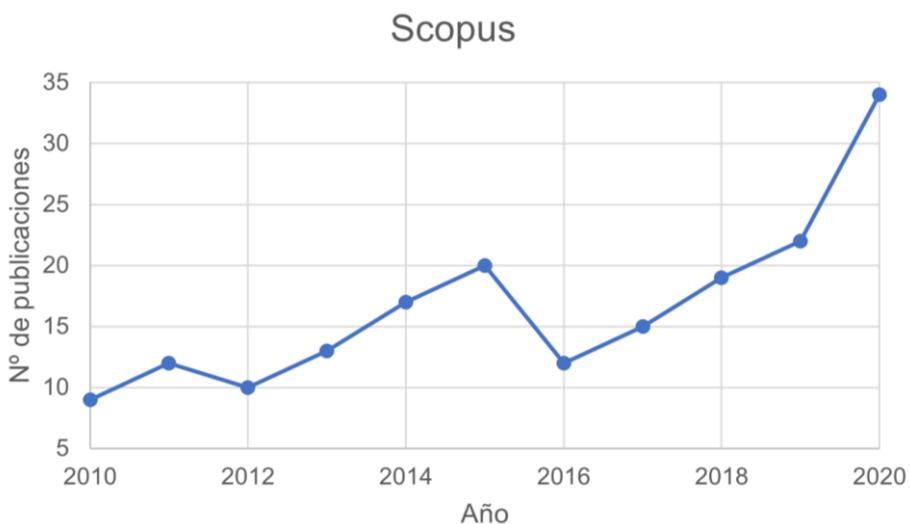


**Ilustración 11. Informe de citas creado por WOS para la palabra clave "Polyketone".**

Según los resultados observados, se puede concluir que existe un interés cada vez mayor en el desarrollo de publicaciones sobre la PK, de lo cual se desprende que este es un material con un papel cada vez más importante en el mundo de los plásticos de altas prestaciones.

### 1.3.3 SEGUNDA BÚSQUEDA.

En segundo lugar, se realiza una búsqueda en los mismos servidores mencionados previamente, con las palabras clave "Polyketone" y "Characterization". Con esta búsqueda se pretende cuantificar la cantidad de publicaciones que se centran específicamente en caracterizar las propiedades de la PK. La búsqueda en WOS no ofrece apenas resultados, obteniendo 17 publicaciones en el intervalo de tiempo analizado. Por otro lado, la búsqueda en Scopus sí que ofrece más resultados, obteniendo 183 publicaciones. Los resultados de la búsqueda en Scopus se presentan a continuación:



**Ilustración 12. Publicaciones por año en Scopus de "Polyketone" y "Characterization".**

En la gráfica con los datos de Scopus se puede observar como la evolución del número de publicaciones presenta las mismas características que las gráficas anteriores, apareciendo de nuevo un pico en 2015 y un crecimiento tras la caída en número de publicaciones de 2016.

Además de esto, la cantidad de resultados obtenidos en Scopus en esta segunda búsqueda es muy similar a los obtenidos en la primera búsqueda (265), lo cual muestra que la mayoría de las publicaciones buscan la caracterización de las propiedades y aplicaciones de este material.

#### **1.3.4 TERCERA BÚSQUEDA.**

Por último, al ser el objetivo principal de este proyecto la caracterización tribológica del material, se realiza una búsqueda de artículos que traten acerca del estudio tribológico del material. Las palabras con las que se refinarán los resultados de las búsquedas anteriores serán “Tribology”, “Wear” y “Friction”. La búsqueda se realizará únicamente en Scopus, al haber sido la base de datos en la que se han encontrado resultados más significativos.

Se realizan tres búsquedas con el objetivo de conseguir resultados significativos. Una primera búsqueda con las palabras clave “Polyketone”, “Characterization” y “Tribology”. Una segunda búsqueda con las palabras clave “Polyketone”, “Characterization” y “Wear”. Y una tercera búsqueda con las palabras clave “Polyketone”, “Characterization” y “Friction”.

Los resultados obtenidos son los siguientes:

- La primera búsqueda no ofrece resultados.
- La segunda búsqueda ofrece 5 resultados.
- La tercera búsqueda ofrece 4 resultados.

Debido a la baja cantidad de resultados observados, se concluye que la investigación realizada durante los últimos 10 años sobre las propiedades tribológicas de la PK ha sido escasa.

#### **1.3.5 CONCLUSIONES DEL ESTADO DEL ARTE.**

En conclusión, dados los resultados obtenidos con las búsquedas bibliográficas, se puede observar que, aunque el número de publicaciones sobre este material aumenta cada año, existen muy pocos estudios realizados que tengan en cuenta la caracterización tribológica de la PK. Con lo que se puede determinar que es un campo de investigación aún muy inexplorado.

## 2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

### 2.1 MATERIAL.

La realización de este proyecto se realizará sobre el polímero PK, suministrado por la empresa AKRO-PLASTIC en forma de pellets bajo la marca comercial AKROTEK® PK-VM 8 natural (6146).

Según la información proporcionada por el fabricante, las propiedades del material son las siguientes:

Tabla 2. Propiedades proporcionadas por el fabricante.

Propiedad	Especificaciones del ensayo	Método	Unidad	Valor			
<b>Propiedades Mecánicas</b>							
Módulo de Young	1 mm/min	ISO 527-2	MPa	1500			
Límite de Fluencia	50 mm/min	ISO 527-2	MPa	60			
Deformación a la rotura	50 mm/min	ISO 527-2	%	>200			
Fuerza de Impacto Charpy	23°C	ISO 179-1/1eU	kJ/m <sup>2</sup>	n.r.			
Fuerza de Impacto Charpy con muesca	23°C	ISO 179-1/1eA	kJ/m <sup>2</sup>	10			
<b>Propiedades Térmicas</b>							
Temperatura de fusión	DSC, 10K/min	DIN EN 11357-1	°C	220			
Temperatura de flexión bajo carga HDT/A	1.8 MPa	ISO 75	°C	100			
<b>Inflamabilidad</b>							
Espesor			mm	0.4	0.8	1.6	3.2
Inflamabilidad		UL 94	Clase			HB	
Velocidad de combustión (<100mm/min)	>1 mm espesor	FMVSS 302		+			
<b>Propiedades Generales</b>							
Densidad	23°C	ISO 1183	g/cm <sup>3</sup>	1.24			
Absorción de la humedad	70°C, 62% h.r.	ISO 1110	%	0.8-0.9			
Absorción de agua	23°C, saturado	ISO 62	%	2.2			
<b>Propiedades Reológicas</b>							
MVR	240/2.16	ISO 1133	cm <sup>3</sup> /10min	60			
<b>Procesabilidad</b>							
Fluidez	7x3.5 mm & **	AKRO	mm	1550			
Contracción de moldeo	Flujo	ISO 294-4	%	1.8			
Contracción de moldeo	Perpendicular	ISO 294-4	%	1.8			

## 2.2 MÉTODOS.

### 2.2.1 FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS.

El material obtenido en forma de granza es inyectado para obtener las probetas necesarias para realizar los ensayos.

Para fabricar las probetas se siguen las recomendaciones del proveedor del material (Akro-Plastic). Siendo las recomendaciones del fabricante el procesar el material a una temperatura de entre 220-250 °C, y secar el material previamente durante 4 horas a 80°C.

En la Tabla 3 se muestran los parámetros utilizados para la inyección de las probetas, y para lo cual se utilizó la máquina de inyección Meteor 270/75 mostrada en la Ilustración 13. En la Tabla 3 se pueden observar los parámetros utilizados para la inyección de las probetas.

**Tabla 3. Parámetros del proceso de inyección.**

Tª Zona 1	240 °C
Tª Zona 2	230 °C
Tª Zona 3	220 °C
Tª Zona 4	210 °C
Tª de secado	80 °C
Tiempo de secado	4 horas
Tº de molde	90 °C
Tiempo de llenado	1 s
Tiempo de compactación	10 s
Tiempo de molde cerrado	20 s
Velocidad del pistón	20%
Presión de inyección medida en máquina	65 bar
Porcentaje de compactación	70%



**Ilustración 13. Máquina de inyección Meteor 275/270 utilizada para la fabricación de las probetas de este proyecto.**

Debido a los diferentes requisitos de los distintos ensayos a realizar en este proyecto, se realizan un total de 3 probetas distintas. Las probetas destinadas al ensayo de tracción se realizan siguiendo la norma UNE-EN ISO 527-2, y las probetas destinadas al ensayo Charpy se realizan siguiendo la norma UNE-EN ISO 179-2. Finalmente, para las probetas destinadas al ensayo de pin-on-disk se utilizan discos realizados mediante inyección diseñados siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM G99-17.

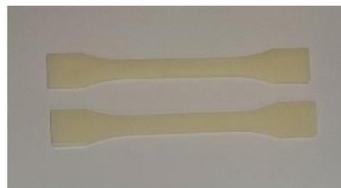
En la Ilustración 14 se pueden observar las distintas probetas realizadas para este proyecto. En la imagen 7b se observan las probetas en el ensayo de fatiga. Las probetas de la imagen 7c se usarán para el ensayo de tracción, y las probetas de la imagen 7d se usarán para el ensayo de impacto. Para el ensayo DSC se utilizará granza tal y como ha sido suministrada por el proveedor del material. Por último, en la Ilustración 14 se puede observar también una preforma de las probetas realizadas para el ensayo de fatiga.



7a. Preforma de las probetas para fatiga



7b. Probetas para los ensayos de fatiga



7c. Probetas para los ensayos de tracción



7d. Probetas para los ensayos de impacto

**Ilustración 14. Ejemplos de las distintas probetas utilizados en este proyecto.**

## 2.2.2 ENSAYOS.

### 2.2.2.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA.

#### 2.2.2.1.1 ABSORCIÓN DE LA HUMEDAD.

Para la realización de este ensayo se utiliza la estufa propiedad de la universidad modelo HEK-GMBH de MCP. Los datos del ensayo se obtendrán mediante la comparación del peso de una cantidad de probetas antes y después de haber sido secadas en la estufa siguiendo las recomendaciones del fabricante. Estas se pueden observar en la Tabla 3.



Ilustración 15. Estufa HEK-GMBH de MCP.

Las probetas sobre las que se realiza este ensayo se dejan al aire libre o sin aislamiento ambiental durante dos meses tras haber sido inyectadas. La granza utilizada para inyectar las probetas es secada siguiendo la recomendación del fabricante.

#### 2.2.2.1.2 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).

Para la realización de este ensayo se emplea un equipo DSC de Mettler-Toledo S.A., modelo DSC821e (Barcelona, España), cuyas especificaciones generales se resumen en la Tabla 4. El DSC realizado es de compensación de potencia, donde se emplean calefactores individuales para las posiciones de la muestra y de la referencia. El ensayo se realiza siguiendo las directrices de la norma UNE-EN ISO 11357. Se considera relevante hacer este ensayo, ya que mediante este se pueden obtener las transiciones térmicas de los materiales poliméricos.



Ilustración 16. Equipo utilizado para la realización del DSC.

**Tabla 4. Especificaciones técnicas del equipo empleado.**

<b>Rango de temperaturas</b>	-170 °C a 600 °C
<b>Precisión de la temperatura</b>	± 0.2 °C
<b>Reproducibilidad de la temperatura</b>	± 0.1 °C
<b>Velocidad de calentamiento</b>	20 °C min <sup>-1</sup> a 0°C y 10 °C min <sup>-1</sup> a -150 °C
<b>Velocidad de enfriamiento</b>	0 °C min <sup>-1</sup> (condiciones isotérmicas) a 100°C min <sup>-1</sup>
<b>Precisión en medida de entalpía</b>	± 2%
<b>Tipo de sensor</b>	Cerámico
<b>Constante de tiempo de señal</b>	2.3 s
<b>Año de adquisición</b>	2000

El DSC de compensación de potencia permite determinar la diferencia del flujo de calor entre una muestra con relación a un material inerte de referencia. La muestra y el material de referencia son mantenidos a la misma temperatura mediante un programa térmico controlado, donde cualquier diferencia de energía en el suministro independiente de la muestra y la referencia es registrada frente a la temperatura.

Durante el ensayo, se muestran curvas por encima o por debajo de una línea base. Dependiendo de si ha sido necesario el aportar más o menos energía a la muestra con relación al material de referencia para poder mantenerlo a la misma temperatura, las curvas correspondientes se corresponderán con un proceso exotérmico o endotérmico.

## **2.2.2.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.**

### **2.2.2.2.1 DUREZA (SHORE).**

Para la realización de este ensayo, se usa un durómetro Shore, modelo 673-D de J. Bot Instruments (Barcelona, España). El ensayo se realiza siguiendo la norma UNE-EN ISO 868:2003, que define las condiciones para su realización y medición, mediante un penetrador normalizado. El penetrador varía según el material a ensayar, y con él se obtiene una profundidad de penetración. En base a esta medida, y dependiendo del penetrador utilizado, la norma ofrece un valor de dureza en la escala Shore.

La norma utilizada establece que la dureza es inversamente proporcional a la penetración, dependiendo del módulo de elasticidad y de las propiedades viscoelásticas del material, la forma del penetrador, la fuerza aplicada sobre él y la duración de su aplicación influyen sobre los resultados obtenidos.

El ensayo se realiza mediante un penetrador Shore D. El equipo utilizado consta de un bastidor principal formado por una base de fundición de acero, una columna y un soporte donde descansa la masa de ensayo. El terminal superior unido a la masa tiene fijado la dureza Shore D. Siguiendo la norma, se realizan 5 mediciones con un tiempo de penetración de 15 segundos en diferentes posiciones de la probeta.



**Ilustración 17. Equipo utilizado para el ensayo de dureza.**

#### **2.2.2.2 RESISTENCIA AL IMPACTO (PÉNDULO CHARPY).**

Para la realización de este ensayo se usa un péndulo Charpy de Metrotec S.A. (San Sebastián, España). El péndulo utilizado es el de 1 Julio, y el ensayo se realiza de acuerdo con las indicaciones de la norma UNE-EN ISO 179.



**Ilustración 18. Equipo utilizado para el ensayo Charpy.**

Con la realización del ensayo de impacto, se obtiene como resultado el valor de la energía que es capaz de absorber un material en condiciones agresivas de impacto (aplicación muy rápida de la carga). La resistencia al impacto (medida en kJ/m<sup>2</sup>) representa el valor de la tenacidad del material, y por tanto de su capacidad de absorción de energía antes de llegar a la fractura.

El ensayo consiste en romper una probeta normalizada apoyada en dos puntos al golpearla con un péndulo oscilante, de manera que el péndulo golpee la parte central de la probeta. La energía absorbida por la probeta para producir su fractura es la medida de la tenacidad del material en las condiciones del ensayo.

Tras observar experimentalmente que las probetas no rompen sin entalla, se realizan dos tandas de experimentos con distintas entallas. La norma UNE-EN ISO 179 especifica que se debe realizar el ensayo sobre un juego de 10 probetas. Si bien también permite que sea un juego de 5 probetas si los resultados obtenidos del ensayo presentan un coeficiente de variación inferior al 5%.

Por lo tanto, se decide realizar primeramente una tanda de 5 ensayos sobre un juego de 10 probetas con entallas tipo A. Si los resultados presentan un coeficiente de variación superior al 5% se realizará otra tanda de 5 ensayos para cumplir con los 10 ensayos necesarios según la norma.

### 2.2.2.2.3 RESISTENCIA A LA TRACCIÓN.

El ensayo de tracción es uno de los ensayos más elementales dentro de las pruebas mecánicas realizadas en un material. La información aportada por dicho ensayo representa un alto nivel de interés práctico, ya que en el ensayo se mide la deformación y el alargamiento de una probeta entre dos puntos fijos de la misma a medida que se incrementa la carga aplicada.

Para la realización de este ensayo se utiliza la máquina universal de ensayos ELIB 30 de SAE Ibertest (Madrid, España). Para el ensayo se utilizan las células de carga intercambiables de 10 kN. La máquina tiene conexión a software para poder registrar y analizar los datos. El ensayo se realiza según la norma UNE-EN ISO 527-1.



Ilustración 19. Máquina utilizada para el ensayo de tracción.

Las mordazas de la máquina de tracción encargadas de sujetar las probetas para realizar el ensayo se fijan de manera que el eje de la probeta coincida con la dirección de la línea central de tracción del sistema de sujeción.

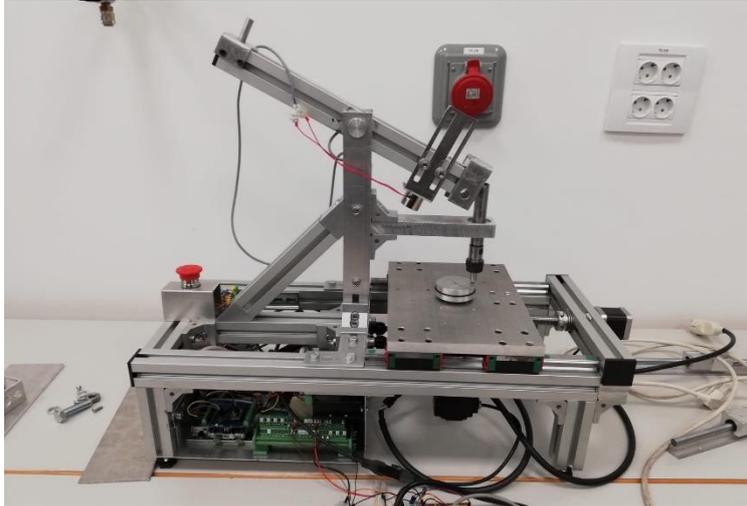
Se ensayan 5 probetas, como recomienda la norma. Los ensayos se realizan a temperatura ambiente, a una velocidad de separación de las mordazas de 50mm/min. Los datos obtenidos permiten analizar el comportamiento mecánico del material cuando se somete a un esfuerzo axial hasta alcanzar la rotura. Para esto se establece una velocidad constante de separación de las mordazas de la máquina y una longitud inicial de las probetas.

Con el ensayo de tracción se obtiene un diagrama de tensiones-deformaciones unitarias, mediante el cual se puede obtener el módulo elástico ( $E_t$ ), la tensión de rotura a tracción ( $\sigma_t$ ) y el porcentaje de alargamiento a la rotura del material ( $\% \epsilon_b$ ).

### **2.2.2.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA.**

#### **2.2.2.3.1 FABRICACIÓN DE LA MÁQUINA DE ENSAYOS.**

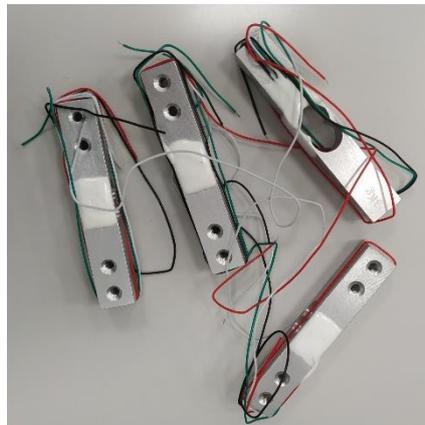
Para realizar los ensayos tribológicos, se decide que es necesario rediseñar la máquina de ensayos existente en la UPV (EPSA). Se decide tomar esta decisión ya que la máquina actual presenta defectos de diseño que imposibilitan el realizar correctamente los ensayos propuestos en este proyecto.



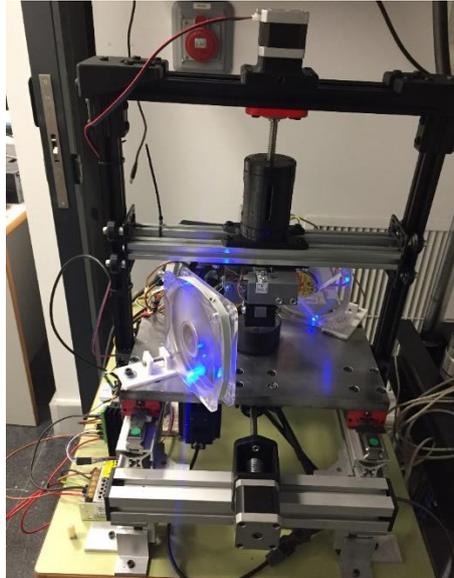
**Ilustración 20. Diseño de partida de la máquina de ensayos.**

El rediseño se centrará en mejorar la usabilidad de la máquina, incorporando un sistema de raíles que de soporte al portapesos de la máquina. Se busca también una mejora en la precisión de los datos obtenidos, al conseguir un mayor control sobre el peso que se aplicará a la muestra.

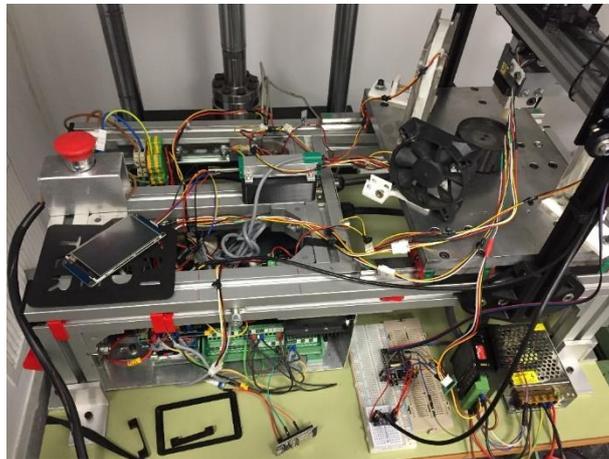
Conjuntamente, se introduce un sistema de toma de datos en XYZ a través de galgas unidireccionales ensambladas entre sí. Las cuales van unidas al soporte para el pin del ensayo. Se busca con estos cambios mejorar la toma de datos y aumentar la precisión de la máquina. Las galgas utilizadas para los ejes X y Z son de 10N, mientras que la galga para el eje Y es de 100N, ya que en este eje las fuerzas a determinar son mayores.



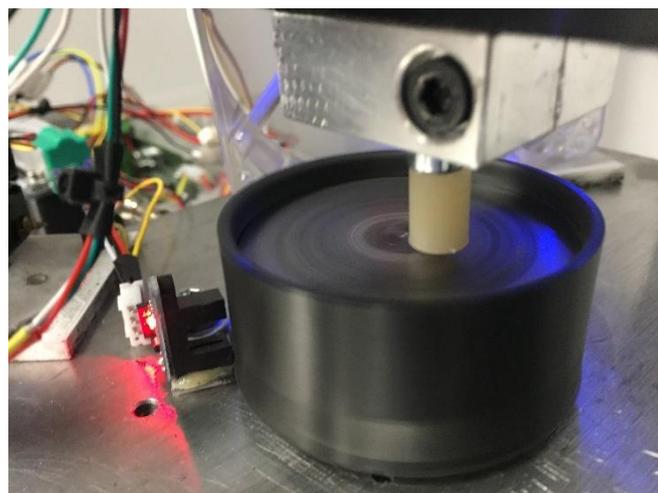
**Ilustración 21. Imagen del modelo de galga utilizada en la máquina.**



**Ilustración 22. Imagen frontal de la máquina de ensayos.**



**Ilustración 23. Imagen lateral de la máquina de ensayos.**



**Ilustración 24. Imagen de la máquina en funcionamiento.**

A la máquina se le añade un sistema de refrigeración mediante 3 ventiladores con el fin de disipar el calor generado por los ensayos que se van a realizar en este proyecto.

### 2.2.2.3.2 CALIBRACIÓN DE LA MÁQUINA DE ENSAYOS.

Tras realizar diversas pruebas con la máquina de ensayos y analizar los resultados, se observan divergencias entre los valores de entrada teóricos, y las lecturas salientes que se obtienen de la máquina. Estas divergencias se observan especialmente para los valores de la fuerza normal del ensayo y de la velocidad de giro de este.

Estas divergencias se observan tanto antes como después de tratar los datos de la máquina mediante un script de Matlab, el cual elimina el ruido de la lectura de los datos y permite obtener datos más limpios.

A continuación, se detallan los principales problemas observados para la calibración de los valores de fuerza y velocidad de giro de la máquina.

#### 2.2.2.3.2.1 CALIBRACIÓN DE LA FUERZA.

La fuerza del ensayo viene determinada por el peso colocado sobre el soporte del pin más el peso del propio soporte.

Durante la calibración realizada para controlar la fuerza ejecutada en cada ensayo, se observa que los valores de entrada de la máquina divergen con respecto a los valores obtenidos de los ensayos. Además, durante el ensayo, la fuerza cambia en función del tiempo.

El primer efecto es debido al rozamiento que tiene la máquina en sus carriles laterales. Este rozamiento genera que la fuerza soportada por las probetas en los ensayos sea menor al valor teórico esperado. Además, este efecto es variable. Ya que cada vez que se sube y se baja el soporte para realizar un nuevo ensayo este valor de rozamiento cambia. Lo cual genera que la fuerza real aplicada también sea ligeramente diferente en cada ensayo.

El segundo efecto es debido a que, conforme transcurre el tiempo, la máquina se calienta y esto afecta a las galgas al generar ligeras interferencias. Este cambio de temperatura las galgas lo identifican como una ligera reducción en la fuerza normal del ensayo, la cual se va incrementando con el tiempo. Y esto genera que las medidas obtenidas por la máquina varíen con el tiempo.

En la gráfica a continuación se puede observar cómo cambia la fuerza normal del ensayo conforme transcurre el tiempo. También se puede ver como la fuerza aumenta hasta que la máquina alcanza la velocidad de giro especificada, para a continuación descender lentamente con el tiempo.

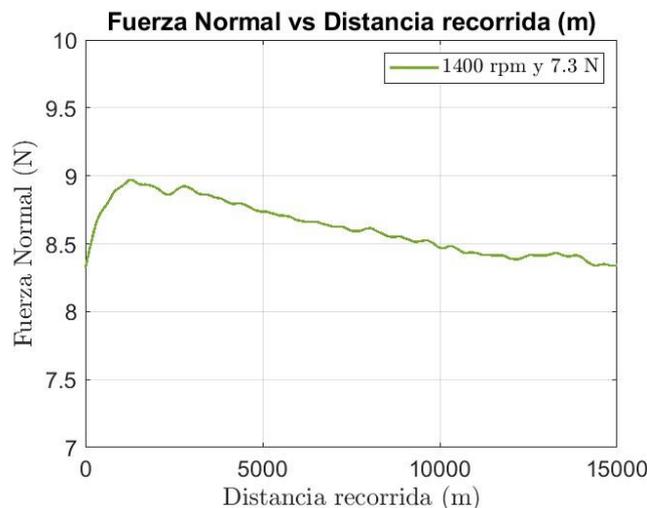


Ilustración 25. Variación de la fuerza normal con respecto de la distancia recorrida.

### 2.2.2.3.2.2 CALIBRACIÓN DE LA VELOCIDAD DE GIRO.

La velocidad de giro viene dada por un motor eléctrico que transmite el giro al soporte de la probeta mediante una correa.

Los problemas principales que se observan para controlar la velocidad de giro son dos.

El primer problema es que, debido a las limitaciones de la máquina, el valor de velocidad que se introduce en la máquina y el resultante del ensayo no son los mismos. Por un lado, la velocidad de giro generada es siempre menor a la introducida. Esto se debe a cómo se ha diseñado la transmisión de la máquina, y por el momento es algo que no se puede cambiar. Este efecto se ve agravado cuando las velocidades de giro de los ensayos son menores.

Además de esto, la propia imprecisión de la máquina para producir la velocidad de giro genera que la máquina tienda a producir ciertas velocidades de giro. De forma que, por ejemplo, para valores de entrada de entre 2200 RPM y 2600 RPM el valor de salida sea siempre de unos 2200 RPM. Este hecho dificulta el conseguir velocidades de giro con precisión y limita el rango de velocidades de los ensayos.

El segundo problema es que la velocidad de giro varía dependiendo de la fuerza del ensayo. Siendo la velocidad menor cuanto mayor la carga del ensayo.

En la Ilustración 26 se puede observar cómo la velocidad de giro del ensayo disminuye conforme aumenta la carga. Siendo los ensayos con carga baja los representados con líneas más gruesas, los ensayos con cargas medias los representados con líneas finas y los ensayos con cargas altas los representados con líneas discontinuas.

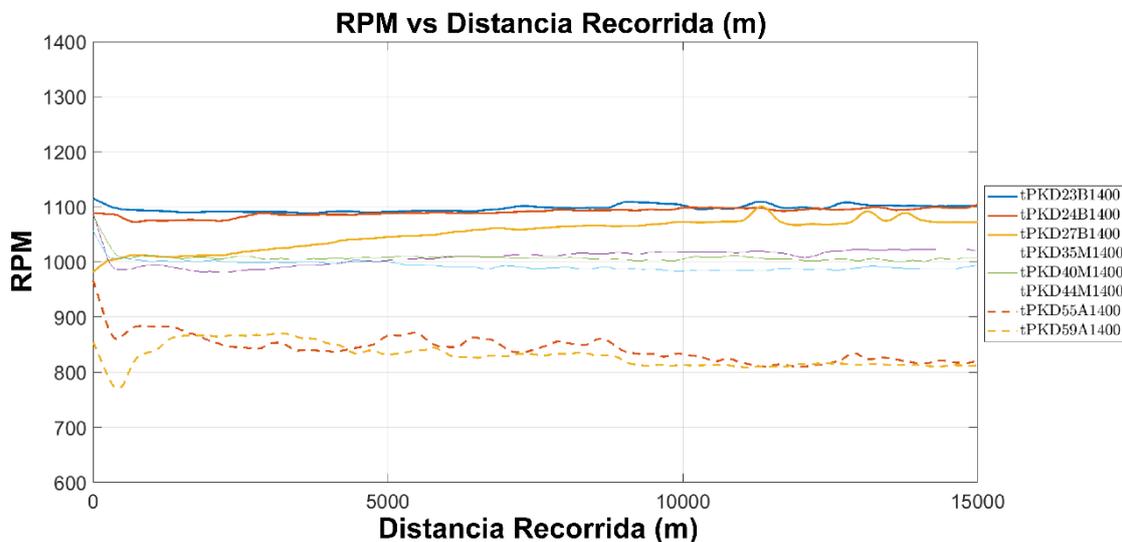


Ilustración 26. Variación de la velocidad generada respecto a la fuerza del ensayo.

A continuación, se puede observar los valores reales de las variables de cada ensayo comparados con los valores teóricos de entrada:

**Tabla 5. Valores reales de los niveles de cada variable del experimento.**

<b>Velocidad de Giro teórica (rpm)</b>	<b>Intensidad de la Carga</b>	<b>Velocidad de Giro real (rpm)</b>	<b>Desviación</b>
3000	Alta	2910	3%
3000	Media	2970	1%
3000	Baja	3000	0%
2200	Alta	2020	8%
2200	Media	2080	5%
2200	Baja	2150	2%
1800	Alta	1470	18%
1800	Media	1600	11%
1800	Baja	1700	6%
1400	Alta	830	41%
1400	Media	1000	29%
1400	Baja	1080	23%

En conclusión, se puede observar que pese a las imprecisiones que posee, la máquina utilizada es funcional. Ya que, incluso teniendo en cuenta los defectos que su estado actual de diseño presenta, la máquina permite realizar ensayos repetibles bajo condiciones específicas. Si bien el control de las condiciones de ensayo es algo a mejorar, los resultados obtenidos con la máquina son fiables.

### 2.2.2.3.3 PIN-ON-DISK.

Para realizar este ensayo, se utiliza la máquina diseñada en este trabajo. El ensayo se realiza siguiendo la norma ASTM G99-17, que define las condiciones para su realización.

En el caso de este ensayo, el disco es la parte móvil en el ensayo. Siendo el disco el que gira en posición horizontal. Mientras que el pin permanece quieto, reposando sobre el disco. La carga se aplica sobre el disco mediante un portapesos unido al pin.

Se decide realizar este ensayo en vez de otras alternativas posibles debido a que el ensayo de pin-on-disk es uno de los más simples, y de los más utilizados para estudiar las características tribológicas de un material. [24]

El material del que está hecho el pin es acero convencional C-45. Debido a este hecho, se considera que el pin no sufre desgaste. Por lo que la toma de datos se realizará únicamente sobre las probetas. El radio de ensayo de todas las probetas es de 19 mm.

Antes de ser ensayadas, se mide el espesor y el radio de las probetas mediante un pie de rey. A continuación, las probetas se secan en una estufa según las indicaciones del fabricante, se pesan en una balanza y se mide su rugosidad en la cara a ensayar. La balanza utilizada es un modelo Denver TB-224A con una precisión de  $\pm 0.1$ mg. Para medir la rugosidad se utiliza un equipo Mitutoyo SJ-301.



Ilustración 27. Rugosímetro utilizado para las mediciones de las probetas.

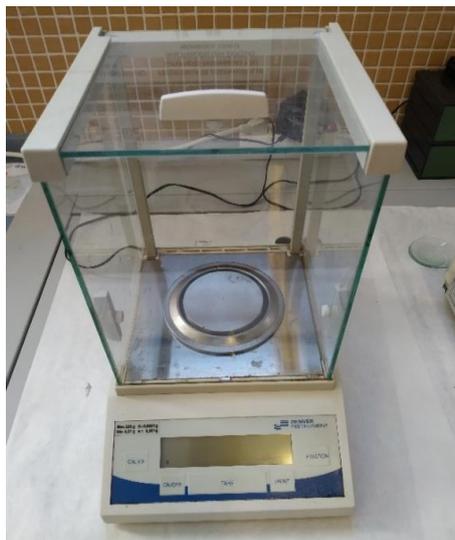


Ilustración 28. Balanza utilizada para el pesaje de las probetas.

Los datos que se obtienen como resultado del ensayo son el valor del coeficiente de rozamiento de las probetas y el valor de desgaste de estas. Los valores de desgaste se presentarán en función al volumen perdido del disco en  $\text{mm}^3$ , según indica la norma. La velocidad de giro se expresará en m/s, y la fuerza en N.

El valor del desgaste de las probetas se obtiene de dos formas distintas. La primera forma es comparando el peso inicial de la probeta con su peso tras el ensayo. La segunda forma es a través de la huella provocada por el ensayo, la cual se mide mediante el rugosímetro.

#### 2.2.2.3.3.1 DISEÑO ÓPTIMO DEL EXPERIMENTO.

Con el objetivo de optimizar los ensayos a realizar, y dadas las limitaciones materiales de este proyecto, se propone un diseño óptimo de experimento con 50 ensayos y 3 variables con distintos niveles cada una. Para realizar la optimización del diseño, se utiliza el software Design Expert. Se estudiarán únicamente los efectos directos de las variables, y no los efectos que pudieran tener las variables entre sí. En la Tabla 6. Variables y niveles del DOE se muestran las variables a estudiar y los niveles de estas.

Tabla 6. Variables y niveles del DOE.

Variable	Nº de niveles
Velocidad de Giro	5
Fuerza	3
Distancia Recorrida	2

Se considera a la velocidad de giro como la variable más significativa a estudiar, por lo que será la variable con más niveles en este ensayo. En segundo lugar, se colocará la fuerza y por último la distancia recorrida.

Las razones por las que se eligen estos niveles y no otros, se deben a las limitaciones que posee la máquina que se va a utilizar y a las limitaciones de tiempo de este proyecto.

La máquina permite alcanzar velocidades de hasta 10000 rpm, y permite ensayos con cargas a partir de 7.4 N. Sin embargo, el sistema de refrigeración aún no está preparado para alcanzar estas velocidades, y el soporte del pin falla debido a las altas temperaturas que alcanza la máquina.

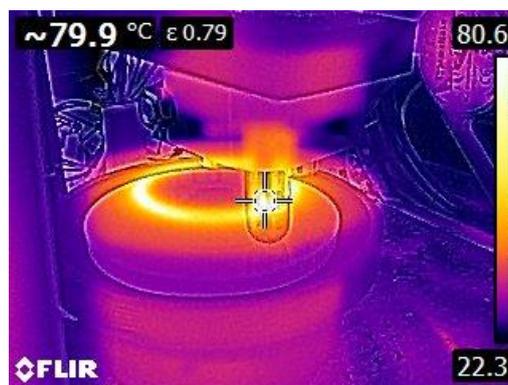


Ilustración 29. Imagen térmica de la máquina a altos rpm.

Por lo que, tras diversas pruebas y el añadido de varios ventiladores para refrigerar la zona de ensayo, se consiguen disminuir las temperaturas alcanzadas en los ensayos. El rango de velocidades elegido en este proyecto es el que se considera más adecuado dados los límites actuales de la máquina.



**Ilustración 30. Imagen térmica de las temperaturas alcanzadas en la zona de ensayo tras añadir ventiladores a la máquina.**

En cuanto al peso máximo, este viene determinado tanto por la galga utilizada para medir la carga, como por las limitaciones físicas del portapesos de la máquina. La galga utilizada permite pesos de hasta 100N, pero el diseño del portapesos finalmente nos restringe al rango de valores utilizado en este proyecto. A este hecho, se le suman las imprecisiones mencionadas en el apartado 2.2.2.3.2.1 CALIBRACIÓN DE LA FUERZA, por lo que se hablará de tres niveles de fuerzas (alta, media y baja) con un intervalo de fuerzas asociado a cada nivel de fuerza. Estos intervalos en ningún momento se solaparán.

Para la variable de distancia recorrida se eligen los valores utilizados debido a limitaciones de tiempo en el proyecto. Si bien también los valores elegidos son comparables y en algunos casos superiores a los valores utilizados en otras publicaciones científicas con ensayos similares a los de este proyecto. [25] [26] [27]

Tras realizar diversas pruebas con la máquina, se determina que el rango óptimo de trabajo para la máquina está entre las 1000 RPM y las 3000 RPM. Descubriendo en las pruebas realizadas que en los ensayos realizados fuera de este rango los valores reales de RPM no concuerdan con los valores introducidos en el ensayo.

Los niveles intermedios de velocidades de giro elegidos son los mínimos para los cuales la máquina produce incrementos de velocidad de giro reales, ya que debido a limitaciones del sistema electrónico la señal de entrada de velocidad de giro no genera velocidades distintas para incrementos pequeños del valor de velocidad de giro. Debido a esta limitación, tras realizar diversas pruebas se decide reducir los niveles a estudiar en el DOE a finalmente 4.

A este hecho se añade que, como se puede observar en la Tabla 5, la velocidad de giro cambia en función de la fuerza del ensayo. Por lo que, como se ha hecho con la variable de fuerza, se hablará de cuatro niveles de velocidad de giro (alta, media-alta, media-baja y baja) con un intervalo de velocidades asociado a cada nivel. Estos intervalos en ningún momento se solaparán.

Por último, se decide dividir el estudio en dos tandas de ensayos. Esto se debe a varios motivos, entre los cuales destacan las limitaciones en cuanto a material de ensayo y a los daños que sufre la máquina cuando esta es sometida a los parámetros de ensayo más extremos.

En la primera tanda se realizan 27 ensayos, con 4 niveles de velocidades, 2 de fuerzas y 2 de distancia.

Tabla 7. Valores de los niveles de las variables de la primera tanda de experimentos.

Niveles del DOE	Velocidad de Giro (rpm)	Velocidad de Giro (m/s)	Fuerza (N)	Distancia Recorrida (ciclos)	Distancia Recorrida (m)
1	2950 - 3000	5.87 - 5.99	8 - 11	320000	38200
2	2100 - 2150	4.18 - 4.38	16 - 20	160000	19100
3	1600 - 1700	3.18 - 3.38	-	-	-
4	1000 - 1100	1.99 - 2.19	-	-	-

En la segunda tanda, se realizarán 4 ensayos con 4 niveles de velocidad, 1 nivel de fuerza y 1 nivel de distancia.

Tabla 8. Valores de los niveles de las variables de la segunda tanda de experimentos.

Niveles del DOE	Velocidad de Giro (rpm)	Velocidad de Giro (m/s)	Fuerza (N)	Distancia Recorrida (ciclos)	Distancia Recorrida (m)
1	2900	5.77	26 - 29	320000	38200
2	2000	3.99	-	-	-
3	1450	2.89	-	-	-
4	800	1.59	-	-	-

Con la información presentada, se rehace el DOE con los valores finales. De forma que finalmente se realizará un DOE de 31 ensayos.

Por último, se comprueba con un software análisis de diseños de experimentos que la cantidad de ensayos a realizar es suficiente para obtener resultados significativos.

Tabla 9. Resultado del análisis del DOE para las variables a estudiar mediante el software Design Expert.

Nombre de la variable	Error Estándar	FIV	R <sub>i</sub> <sup>2</sup>	Poder
Variable de Velocidad de giro	0.2949	1.02098	0.0205	99.6%
Variable de Fuerza	0.3194	1.1685	0.1442	91.3%
Variable de Distancia Recorrida	0.1934	1.14906	0.1297	99.9%

El software evalúa el modelo del DOE como balanceado, ya que los valores de error estándar, FIV y R<sub>i</sub><sup>2</sup> son similares para todas las variables de entrada. Por otro lado, se observa que los resultados del ensayo proporcionarán unos resultados más significativos para la variable de velocidad de giro, y menos para la variable de fuerza. Este resultado era esperable debido a la configuración de nuestro DOE, y se avanza en el proyecto con el conocimiento de esta información.

## **2.2.2.4 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.**

### **2.2.2.4.1 MICROSCOPIO ESTEREOSCÓPICO.**

El microscopio estereoscópico es un instrumento óptico binocular que permite la captura de imágenes a través de dos lentes distintas, lo cual permite que la imagen que llega a cada ojo sea ligeramente distinta. La combinación de estas dos imágenes produce un efecto tridimensionalidad en las imágenes obtenidas.

Este tipo de microscopios son de luz reflejada. Es decir, un foco ilumina la muestra y la luz reflejada por la muestra es observada a través de las lentes del microscopio. Por esta razón, este tipo de microscopio es adecuado para observar de forma aumentada todo tipo de objetos sin necesidad de llevar a cabo un proceso específico de preparado de la muestra. Ya que, al contrario que en los microscopios de luz transmitida, la luz no tiene que atravesar la muestra para poder obtenerse una imagen.

El equipo con el que se cuenta para la observación de las muestras es un microscopio estereoscópico modelo Olympus SZX 7, el cual se muestra en la Ilustración 31. El microscopio viene acompañado por un par de luces externas con las que dotar de contraste a las imágenes de las probetas.

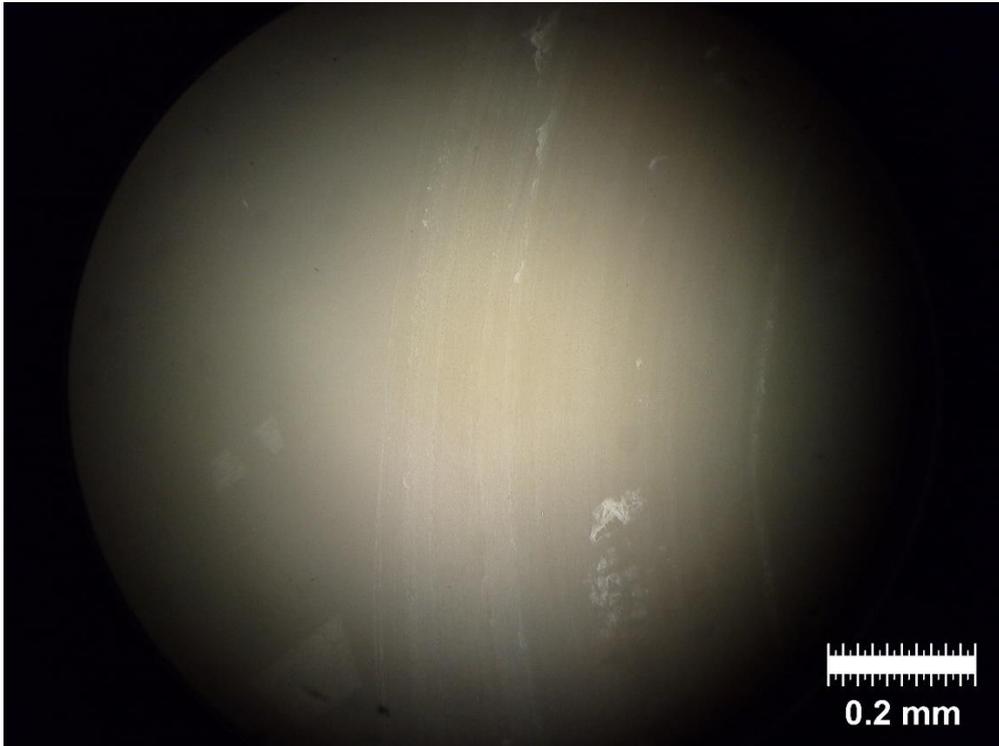


**Ilustración 31. Microscopio Estereoscópico Olympus SZX 7.**

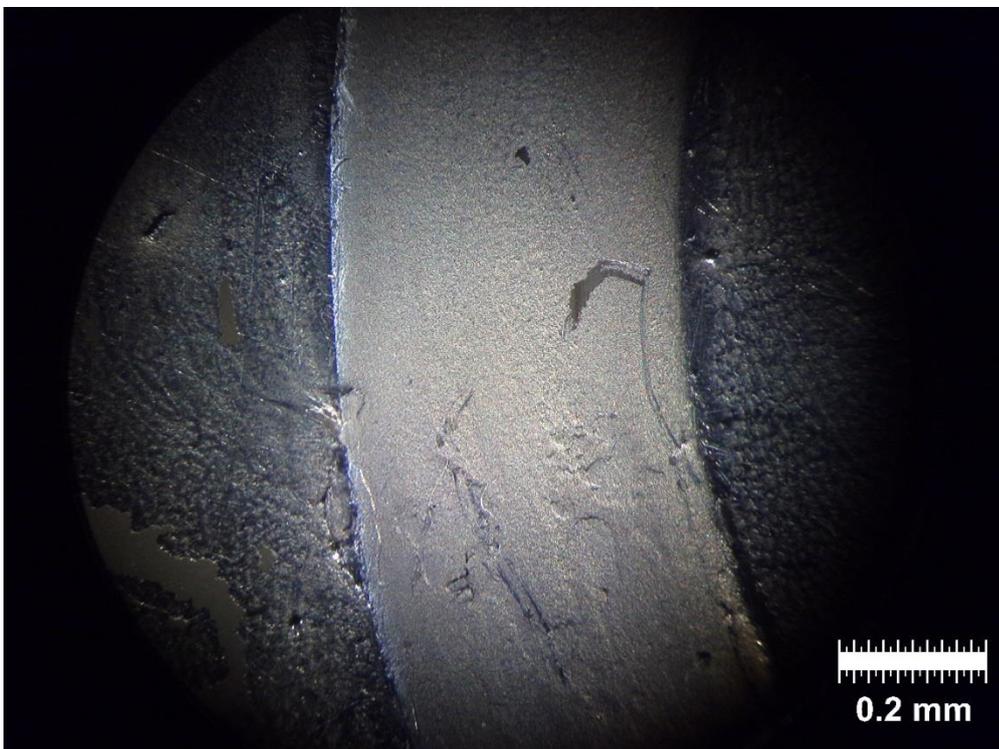
Con la utilización de este equipo se pretenden obtener imágenes en las que se puedan observar en detalle los esfuerzos a los que se han sometido las probetas ensayadas en el ensayo pin-on-disk. De forma que se puedan contrastar y reforzar los datos obtenidos de los ensayos con imágenes de las probetas a varios aumentos.

Debido a las características morfológicas de las probetas, las cuales son de color blanquecino y muy brillante, se decide rociar la superficie de las probetas con espray de grafito para mejorar el contraste y la definición de las imágenes obtenidas mediante el microscopio. Ya que, como se puede ver en las imágenes a continuación, mientras que

las imágenes obtenidas de las probetas antes de cubrirlas con grafito son poco definidas, tras cubrirlas con el espray las imágenes mejoran cualitativamente de manera considerable.



**Ilustración 32. Imagen de una probeta sin aplicarle una capa de grafito.**



**Ilustración 33. Imagen de una probeta tras aplicarle una capa de grafito.**

#### **2.2.2.4.2 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM).**

La microscopía SEM es una técnica muy versátil para la visualización y el análisis de las características microestructurales de muestras sólidas. Esto se debe principalmente a su elevado poder de resolución y a su gran profundidad de campo, lo que permite una visualización tridimensional de la zona observada.

Con el objetivo de estudiar en mayor detalle, y poder contrastar las imágenes obtenidas en el microscopio estereoscópico con imágenes a mayores aumentos, se decide obtener imágenes mediante microscopía SEM de algunas de las probetas ensayadas mediante el método pin-on-disk.

La caracterización morfológica del material estudiado se realiza con el equipo de microscopía Jeol modelo JSM6300, el cual se puede observar en la Ilustración 34. Con este ensayo se busca observar con más detalle la zona desgastada en los ensayos de pin-on-disk.



**Ilustración 34. Microscopio SEM JSM6300.**

Con el fin de comparar las muestras y observar si aparecen diferencias significativas en la microestructura de las superficies desgastadas, se visualizarán muestras de las probetas ensayadas a diferentes velocidades y cargas.

### 3 RESULTADOS Y CONCLUSIONES.

Debido a que la PK es un material que en muchas de sus aplicaciones busca sustituir a materiales como el POM y la PA66, los resultados obtenidos en los apartados a continuación se compararán con datos comerciales de estos dos materiales junto con los de otros materiales con base de cetona (PEK y PEEK).

#### 3.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA.

##### 3.1.2 ABSORCIÓN DE LA HUMEDAD.

El objetivo de este ensayo es observar si tras varios meses las probetas inyectadas con material secado recuperan o no la humedad eliminada en el proceso de secado previo a la inyección del material.

Para estudiar si ocurre este efecto las probetas se pesan antes y después de secarse. Obteniendo de la comparativa de estos valores la humedad absorbida por el material. Esta información presenta relevancia en el estudio actual ya que para los ensayos tribológicos a realizar posteriormente las variaciones en peso pueden ser muy pequeñas.

El ensayo se realiza sobre 18 probetas. Los resultados se pueden observar en la Tabla 10.

Tabla 10. Resultados del pesaje de las muestras.

Referencia de la probeta	Peso sin Secar (g)	Peso tras Secar (g)	%Humedad
PKD33M3000	17.8468	17.8086	2.1450%
PKD34M2200	18.1051	18.0693	1.9813%
PKD35M1400	18.1617	18.1246	2.0469%
PKD36M3000	18.0362	18.0003	1.9952%
PKD37M1800	17.9362	17.9014	1.9440%
PKD38M3000	17.9321	17.8946	2.0956%
PKD39M2200	18.1734	18.1392	1.8854%
PKD41M2200	18.1560	18.1203	1.9701%
PKD42M1800	18.1456	18.107	2.1318%
PKD43M1800	18.1401	18.1013	2.1435%
PKD44M1400	18.1641	18.1275	2.0190%
PKD45M2200	18.1494	18.1128	2.0210%
PKD46A3000	17.9125	17.8768	1.9952%
PKD47A1400	18.1380	18.1025	1.9611%
PKD48A2200	18.1079	18.0729	1.9366%
PKD49A1400	18.1181	18.0846	1.8524%
PKD50A1800	18.1405	18.1065	1.8778%
PKD51A2200	18.0711	18.0366	1.9127%

Los resultados arrojan una absorción de la humedad del 1.99%, dato que no dista mucho en comparación con el que aparece en la ficha técnica del material, el cual es del 2.2%.

Dados los resultados extraídos en este ensayo, se determina como necesario el secado de las probetas de pin-on-disk antes de pesarlas. Ya que la absorción de la humedad que presenta el material es en algunos casos inferior al desgaste producido en los ensayos que se van a realizar.

Comparando los resultados obtenidos con los de otros polímeros, encontramos que los valores de absorción de la humedad de la PK se sitúan por entre los del POM [28] y la PA66. [29] Y por encima de los valores de la PEEK [30]

**Tabla 11. Comparativa de los valores de absorción de la humedad obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros.**

	<b>PK (Ensayos)</b>	<b>PK (Fabricante)</b>	<b>PEEK</b>	<b>POM</b>	<b>PA66</b>
<b>Absorción de la humedad</b>	1.9%	2.2%	0.1 - 0.5%	0.2 - 0.8%	3 – 9.5%

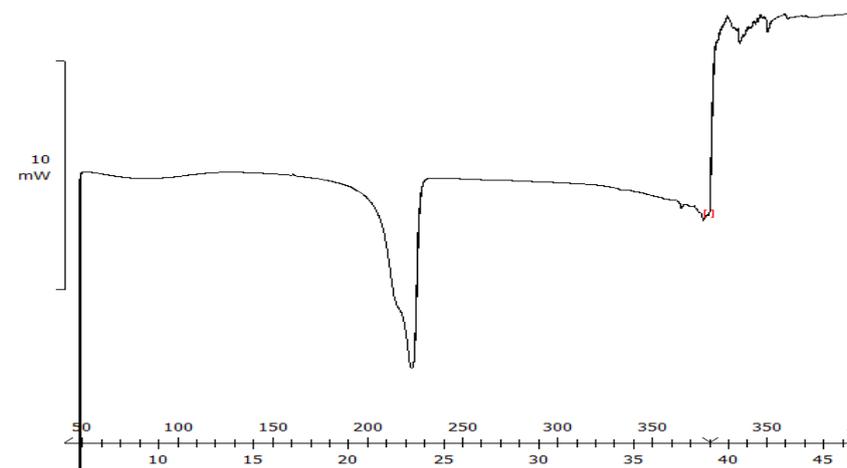
### 3.1.2 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).

La finalidad de este ensayo es observar el comportamiento del material y localizar sus puntos de fusión y degradación. El programa térmico definido para la realización del estudio de la muestra virgen estuvo formado por un ciclo único de calentamiento.

El ensayo consistió en un ciclo de calentamiento desde una temperatura de inicio de 50 °C hasta llegar a los 380 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Las etapas posteriores del ciclo no salen bien debido a que en el primer ciclo se sobrepasa la temperatura de degradación.

Según la bibliografía este material presenta temperaturas de fusión y de degradación en el intervalo que se del ciclo que se va a realizar. Por lo que se comprueba en este ensayo que estos datos concuerdan con el material suministrado. [2]

En la curva del DSC se puede observar cómo en torno a los 220 °C se produce un cambio de línea en la gráfica, debiéndose este a haber alcanzado la temperatura de fusión del material. De la misma manera a partir de los 340 °C se puede ver como se alcanza la temperatura de degradación.



Los resultados son los esperables, concordando con la bibliografía y con la ficha técnica del material ofrecida por el fabricante. [19]

## 3.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.

### 3.2.1 DUREZA (SHORE).

Como se ha mencionado anteriormente, se realizan 5 mediciones sobre el material, cuyos valores obtenidos se pueden observar en la Tabla 12. Los valores se muestran estables, ofreciendo el ensayo un valor medio de dureza Shore D de 76.

**Tabla 12. Resultados del ensayo de dureza Shore D.**

Medición	Valor obtenido
1ª Medición	76
2ª Medición	75
3ª Medición	76
4ª Medición	76
5ª Medición	76

Al no tener los resultados de dureza del fabricante, los resultados obtenidos en el ensayo se comparan con los de una base de datos de materiales sobre la PK. [31] Donde se observa que los resultados obtenidos son similares a los de esta fuente de datos.

Comparándolo con otros polímeros, se observa que este material tiene una dureza similar a la del POM o a la de la PA66. [28] [29] La comparación con la PEEK [30] no es directa, ya que los resultados que ofrece la fuente que hemos elegido ofrece durezas Rockwell M para este material. Pero, dado el valor que nos dan de 99, se observa una diferencia no muy grande pero significativa entre la dureza de estos materiales.

**Tabla 13. Comparativa de los valores de dureza obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros.**

	PK (Ensayo)	PK (Comercial)	PEEK	POM	PA66
Rockwell M	-	-	99	-	-
Dureza Shore D	76	75	-	81	68-82

### 3.2.2 RESISTENCIA AL IMPACTO (PÉNDULO CHARPY).

Como se ha detallado anteriormente, en primer lugar se realiza una tanda de 5 ensayos sobre un juego de 10 probetas con entalla tipo A. Aunque los resultados obtenidos tienen un valor de coeficiente de variación de 2.5% (inferior al 5% que especifica la norma para realizar solo 5 ensayos), se realiza una segunda tanda de 5 ensayos con las probetas restantes.



**Ilustración 35. Probetas ensayadas a impacto.**

La resistencia del material al impacto por Charpy se calcula con el área de la probeta ensayada, su espesor, y la energía absorbida en el ensayo. La cual es la indicada por el equipo y expresada en Julios. Con todos estos datos se obtiene el valor de resistencia al impacto Charpy en  $\text{kJ/m}^2$ . En la Tabla 14 se pueden observar los resultados obtenidos.

**Tabla 14. Resultados del ensayo de impacto (Charpy).**

Nº Probeta	Valor obtenido (J)	Resiliencia ( $\text{kJ/m}^2$ )
Probeta 1	0.34	11.49
Probeta 2	0.34	11.49
Probeta 3	0.32	10.81
Probeta 4	0.33	11.15
Probeta 5	0.33	11.15
Probeta 6	0.37	12.50
Probeta 7	0.36	12.16
Probeta 8	0.35	11.82
Probeta 9	0.37	12.50
Probeta 10	0.39	13.18

Los resultados obtenidos son muy similares a los proporcionados por el fabricante, como se puede observar en la Tabla 2. Si se comparan los resultados del material con los de la PA66, el POM y la PEEK se observa que la resiliencia de la PK es inferior a la PA66 y algo superior al POM y a la PEEK. Hay que tener en cuenta que en el caso de la PA66 su resiliencia depende en gran medida de su contenido en agua, variando su valor entre  $7 \text{ kJ/m}^2$  y  $80 \text{ kJ/m}^2$ . [28] [29] [30]

**Tabla 15. Comparativa de los valores de resiliencia obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros.**

	PK (Ensayo)	PK (Fabricante)	PEEK	POM	PA66
Resiliencia ( $\text{kJ/m}^2$ )	11.8	10	8.2	6	7-80

### 3.2.3 RESISTENCIA A LA TRACCIÓN.

Mediante el ensayo de tracción obtenemos las curvas de tensión - deformación unitaria que permiten interpretar el comportamiento del material estudiado sometido a tracción. Finalmente, el ensayo se realiza sobre 6 probetas, ya que el primer ensayo no es válido, al haberse tenido que interrumpir antes de que finalizara.



Ilustración 36. Probetas ensayadas a tracción.

En la Ilustración 36 se pueden observar las curvas obtenidas para las probetas ensayadas. En la gráfica se puede apreciar el gran alargamiento que soportan las probetas antes de romperse, llegando a alargamientos superiores al 100% y cercanos al 200%. También se puede observar el alto módulo de elasticidad del material.

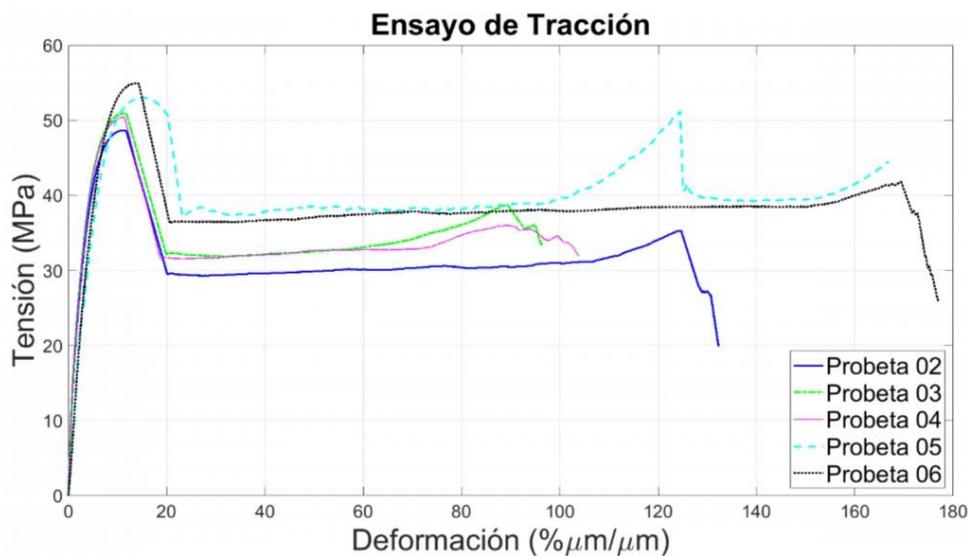


Ilustración 37. Gráfica de curvas de tensión - deformación.

En la Tabla 16 se resumen los valores obtenidos como resultado del ensayo, mostrando los diferentes valores alargamiento, módulo de elasticidad y resistencia máxima obtenidos por cada probeta ensayada.

**Tabla 16. Resultados del ensayo a tracción.**

Nº Probeta	Tensión de Rotura (MPa)	Módulo de Elasticidad (MPa)	Deformación (%)
Probeta 1	-	-	-
Probeta 2	67.22	563.16	132.35
Probeta 3	66.82	569.15	96.5
Probeta 4	66.79	565.43	103.91
Probeta 5	60.16	245.66	166.89
Probeta 6	62.09	231.27	177.07

Como se puede observar, los resultados de alargamiento obtenidos son cercanos al rango de valores proporcionados por el fabricante en la Tabla 2. Si bien el valor del módulo de elasticidad difiere, los resultados no son comparables ya que las condiciones de ensayo no han sido las mismas.

Comparando los resultados obtenidos con los de otros polímeros, se observa que los valores de la PK son, tanto para su tensión de rotura como para su deformación, similares a los de la PA66. [29] Mientras que, si se compara la PK con el POM, se observa que tienen tensiones de rotura similares, pero que la PK muestra deformaciones relativas muy superiores a las del POM. [28] [32] Por último, la comparación de la PK con la PEEK muestra cómo, si bien la PK presenta una mayor deformación, la PEEK tiene una significativamente mayor tensión de rotura. [30]

**Tabla 17. Comparativa de los valores de Deformación y Tensión de Rotura obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros.**

	PK (Ensayo)	PK (Fabricante)	PEEK	POM	PA66
Deformación (%)	131	>200	>60 %	27	70-200
Tensión de Rotura (MPa)	65	60	97	60	50-80

### 3.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA.

#### 3.3.1 RESULTADOS DEL ENSAYOS PIN-ON-DISK.

En los subapartados a continuación, se presentan los resultados obtenidos de la caracterización tribológica del material ensayado. Finalmente se añade a los resultados la medición mediante pie de rey de la huella generada por el ensayo sobre el disco.

El cambio morfológico que ocurre en las probetas tras ser ensayadas será estudiado en el apartado 3.4 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.

##### 3.3.1.1 ESTUDIO DE LOS COEFICIENTES DE ROZAMIENTO.

Por último, se analizan los coeficientes de rozamientos obtenidos en los diferentes ensayos realizados.

Tabla 18. Coeficiente de rozamiento observado en las probetas ensayadas.

Referencia de Ensayo	$\mu$	Referencia de Ensayo	$\mu$
PKD20B2200	0.2328	PKD36M3000	0.2010
PKD21B2200	0.2362	PKD37M1800	0.2277
PKD22B3000	0.2426	PKD38M3000	0.2122
PKD23B1400	0.3238	PKD39M2200	0.1966
PKD24B1400	0.3044	PKD40M1400	0.2943
PKD25B3000	0.2500	PKD41M2200	0.2226
PKD26B1800	0.2378	PKD43M1800	0.2549
PKD27B1400	0.3107	PKD44M1400	0.3161
PKD28B1800	0.2214	PKD45M2200	0.1976
PKD29B2200	0.1907	PKD52M1800	0.2235
PKD30B3000	0.2310	PKD54M2200	0.1766
PKD32B1800	0.2577	PKD56A1800	0.2074
PKD33M3000	0.2410	PKD57A2200	0.2174
PKD34M2200	0.2221	PKD58A3000	0.1476
PKD35M1400	0.2720	PKD59A1400	0.3083

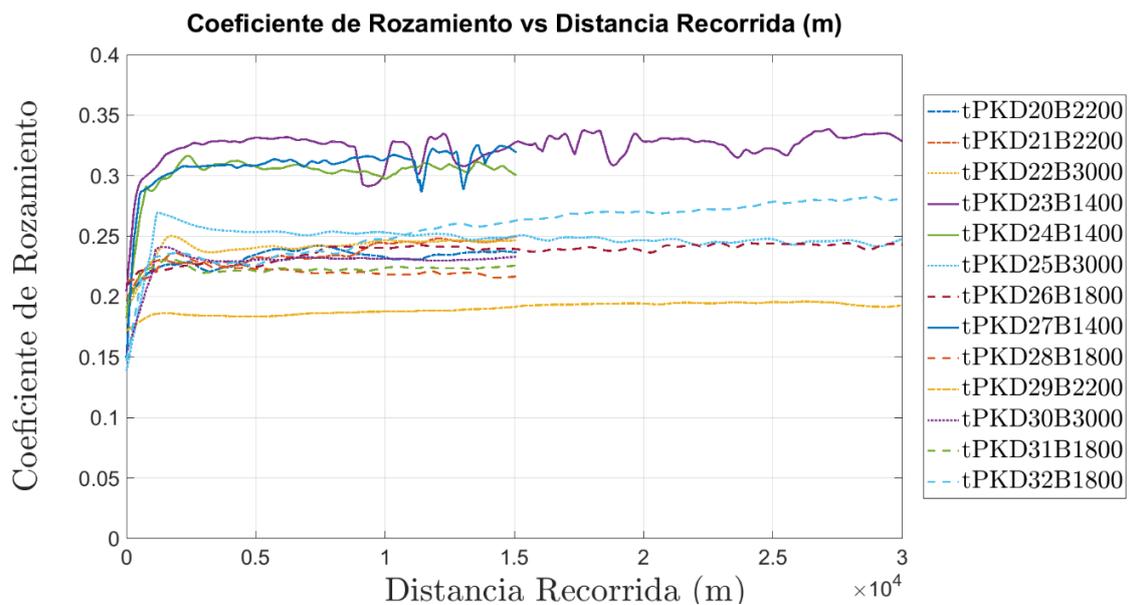


Ilustración 38. Gráfica de los valores de  $\mu$  para los ensayos a fuerza baja.

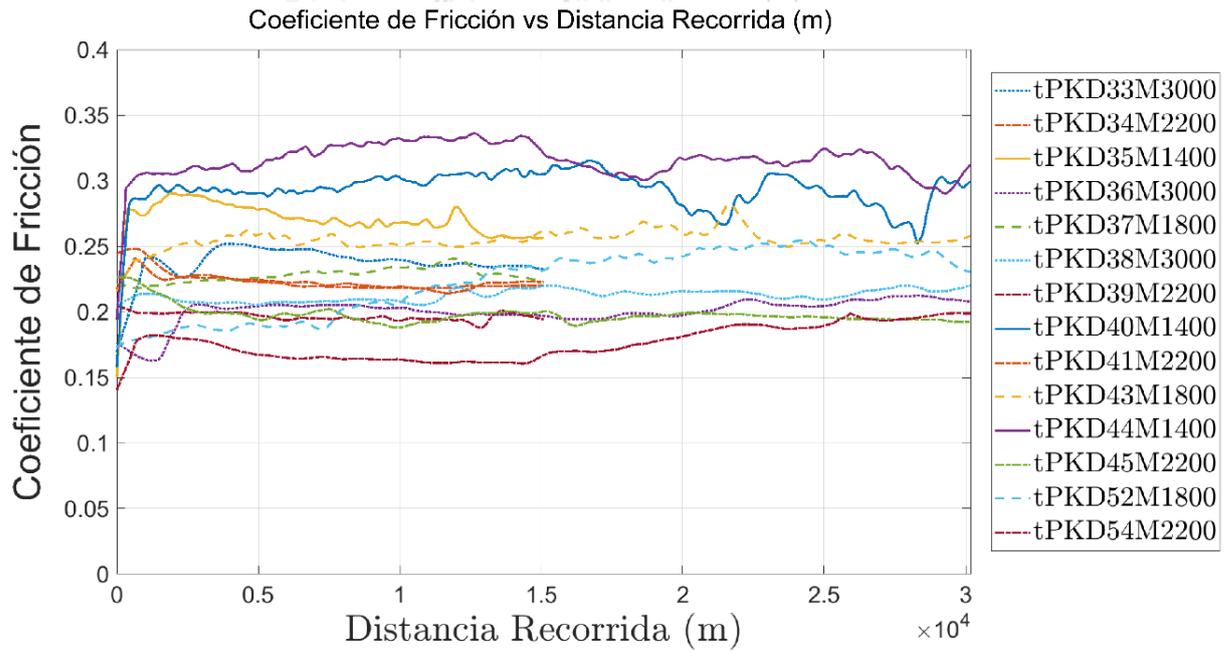


Ilustración 39. Gráfica de los valores de  $\mu$  para los ensayos a fuerza media.

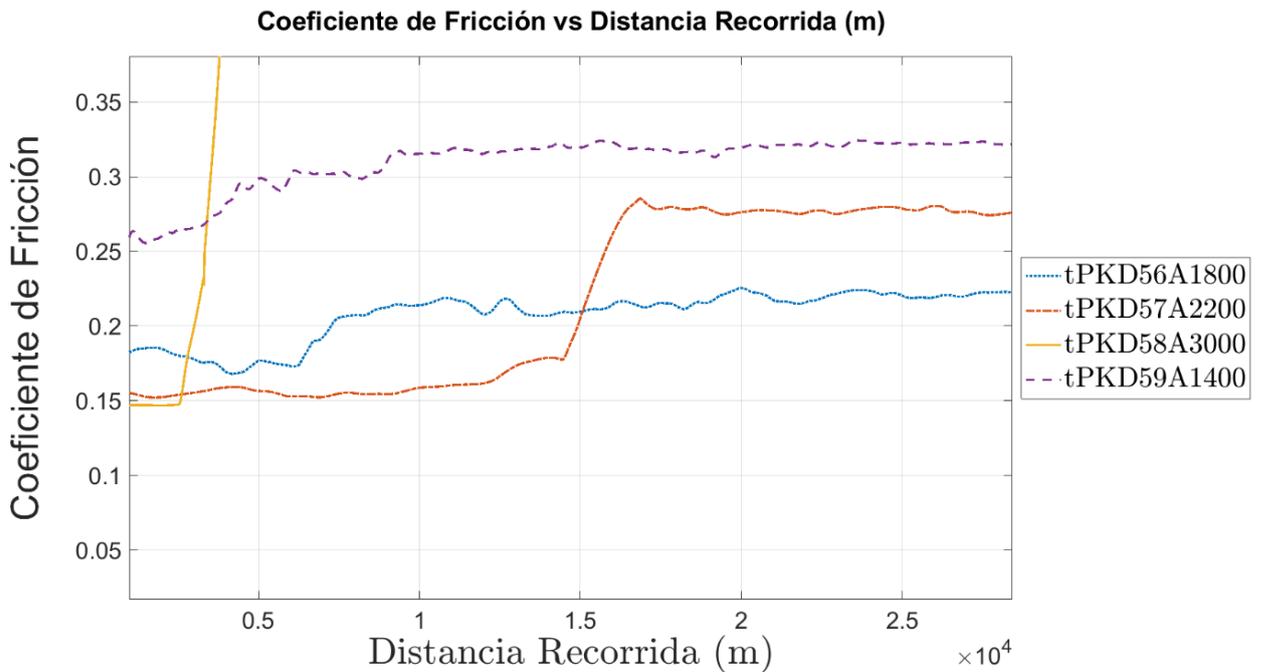


Ilustración 40. Gráfica de los valores de  $\mu$  para los ensayos a fuerza alta.

Se realiza un análisis ANOVA sobre el modelo cuadrático reducido del DOE con los valores generados, aplicando una transformada potencial con una lambda de 1.64. Obteniendo los siguientes resultados:

**Tabla 19. ANOVA de los valores de Coeficiente de Rozamiento.**

Origen	Suma de Cuadrados	gl	Media de Cuadrados	Valor F	Valor p	
<b>Modelo</b>	0.0217	5	0.0043	34.16	< 0.0001	significativo
<b>A-VELOCIDAD</b>	0.0145	1	0.0145	113.71	< 0.0001	
<b>B-FUERZA</b>	0.0025	1	0.0025	19.58	0.0002	
<b>C-DISTANCIA</b>	3.967E-06	1	3.967E-06	0.0312	0.8612	
<b>AC</b>	0.0006	1	0.0006	4.42	0.0458	
<b>A<sup>2</sup></b>	0.0075	1	0.0075	59.17	< 0.0001	
<b>Residuos</b>	0.0032	25	0.0001			
<b>Cor Total</b>	0.0249	30				

Los resultados del ANOVA ofrecen un valor F para el Modelo de 34.16, lo cual implica que el modelo es significativo. Habiendo solo un 0.01% de posibilidades de que los resultados obtenidos mediante el modelo hayan ocurrido debido al ruido.

Todos los valores P menores que 0.05 indican que el término del modelo es significativo. En este caso, A, B, AC, A<sup>2</sup> son términos significativos del modelo. Además, analizando los valores de P se puede observar cómo A, B y A<sup>2</sup> son especialmente significativos para el modelo.

Por el contrario, valores mayores que 0.1 indican que el término del modelo no es significativo, lo cual es lo que ocurre con el término C (distancia).

**Tabla 20. Bondad del ajuste del modelo para el Coeficiente de Rozamiento.**

<b>Desviación Estándar</b>	0.0113	<b>R<sup>2</sup></b>	0.8723
<b>Media</b>	0.0970	<b>R<sup>2</sup> Ajustada</b>	0.8468
<b>C.V. %</b>	11.62	<b>R<sup>2</sup> Predicha</b>	0.8009
		<b>Precisión Adecuada</b>	18.6946

El valor de los R<sup>2</sup> es considerablemente alto. Siendo esto muestra de que las variables elegidas para el diseño del experimento son altamente significativas para el coeficiente de rozamiento.

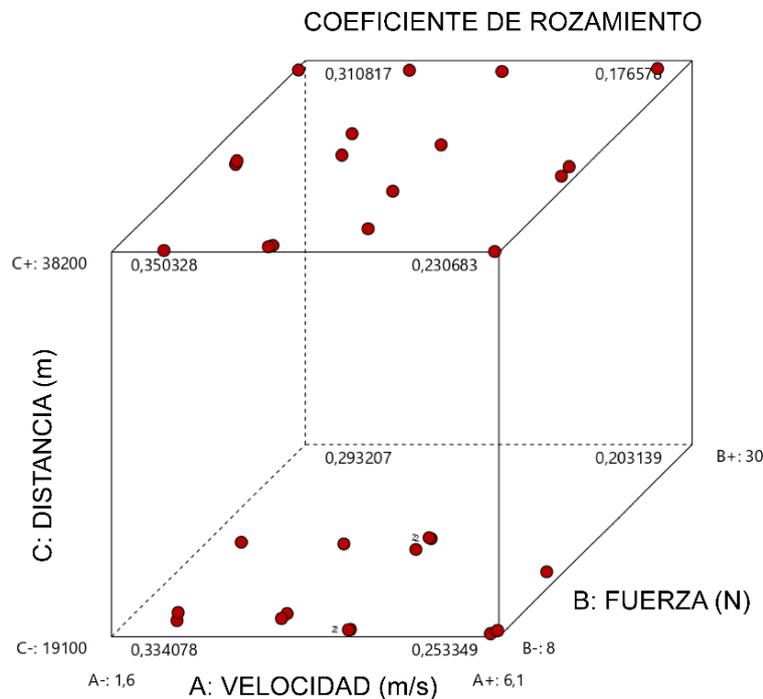
La precisión adecuada mide la ratio entre la señal y el ruido. Una ratio mayor que 4 es lo deseable, por lo que el valor de esta ratio para el modelo implica que se obtiene una señal adecuada. Por lo que el modelo puede ser utilizado para navegar en el espacio diseñado del experimento.

**Tabla 21. Ecuación Final para  $\mu$  en relación con los Factores del ANOVA.**

<b><math>\mu^{1.64} =</math></b>	
<b>DISTANCIA</b>	<b>19100 m</b>
$\mu = +0.282601 - 0.079513 \cdot V - 0.001449 \cdot F + 0.0085686 \cdot V^2$	
<b>DISTANCIA</b>	<b>38200 m</b>
$\mu = +0.306088 - 0.085815 \cdot V - 0.001449 \cdot F + 0.008586 \cdot V^2$	

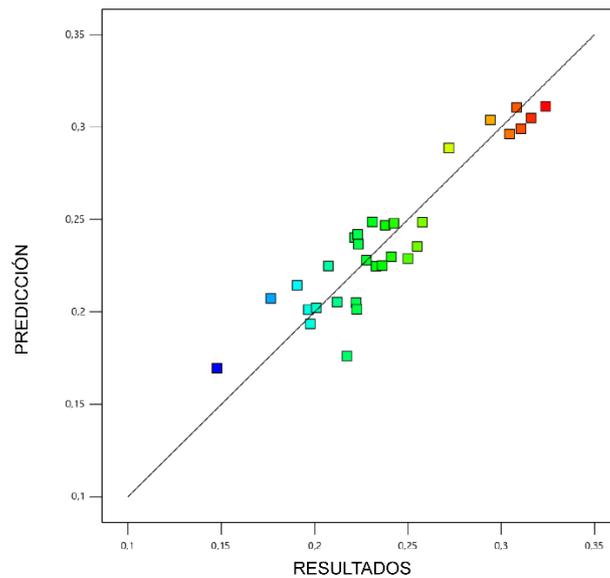
Mediante el programa también se genera una ecuación con la que se pueden realizar predicciones de los valores de ensayo. La ecuación se puede observar en la Tabla 21.

Por último, se obtienen las gráficas de los factores, una imagen de la superficie 3D generada a través de nuestros resultados, el cubo de nuestro espacio experimental con los puntos ensayados de este cubo, y una gráfica comparativa de resultados predichos con los resultados obtenidos en el experimento.



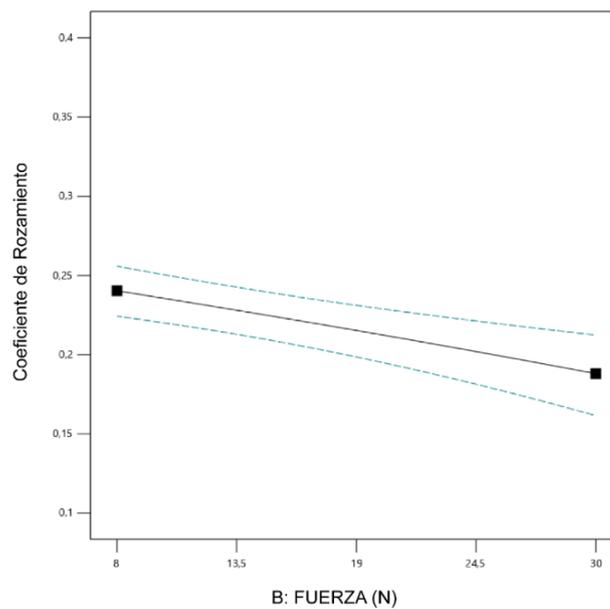
**Ilustración 41. Cubo del espacio experimental junto con los valores obtenidos de  $\mu$ .**

El cubo de la Ilustración 41 nos permite comprobar que nuestro diseño de experimentos ha analizado de manera correcta el espacio experimental a ensayar. Si bien quedan algunas zonas en las que la dispersión de los ensayos no es la más eficiente, y otras en las que se podrían haber realizado más ensayos para conseguir obtener unos resultados más significativos, esto no resta valor a los resultados obtenidos. Ya que, como se ha podido comprobar en el ANOVA, el diseño de experimentos es significativo por sí mismo. Sin embargo, la Ilustración 41 nos sirve para que, si en un futuro se necesitara realizar un estudio más profundo sobre este proyecto, pudiéramos saber con rapidez en que puntos nuestro diseño de experimentos puede ser reforzado fácilmente.

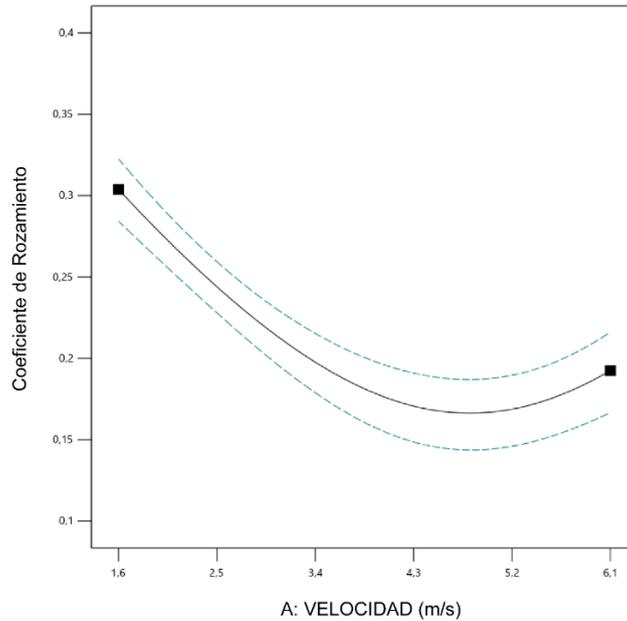


**Ilustración 42. Gráfica de Resultados Predichos vs Resultado Obtenidos de  $\mu$ .**

La gráfica de la Ilustración 42 confirma visualmente que los resultados del ANOVA, y la ecuación generada para predecir los valores de  $\mu$  en nuestro espacio experimental funciona correctamente. Pudiendo observarse como los valores predichos se acercan significativamente a los valores de ensayo.

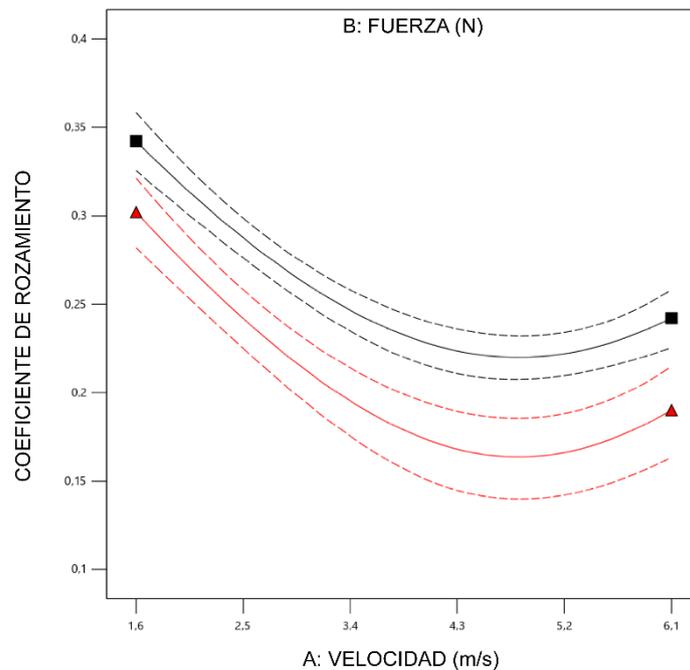


**Ilustración 43. Impacto de la Fuerza sobre  $\mu$ .**

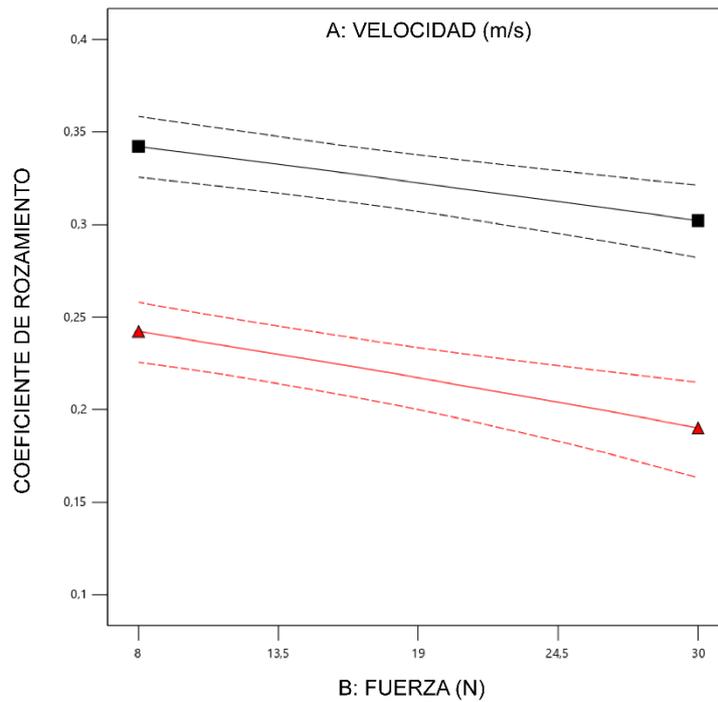


**Ilustración 44. Impacto de la Velocidad sobre  $\mu$ .**

En la Ilustración 43 y la Ilustración 44 se muestra el impacto de los factores de Fuerza y Velocidad en el valor del coeficiente de rozamiento. Se puede observar en estas ilustraciones como la Fuerza y la Velocidad no afectan del mismo modo en el coeficiente de rozamiento. Mientras que los valores resultantes presentan una dependencia lineal decreciente respecto a la Fuerza del ensayo, respecto a la Velocidad se observa que presentan una dependencia lineal decreciente y cuadrática creciente. Por lo que, como se puede observar en la Ilustración 44, dependiendo de en qué rango de valores nos hallemos un aumento de velocidad puede generar tanto un incremento como una disminución de  $\mu$ .

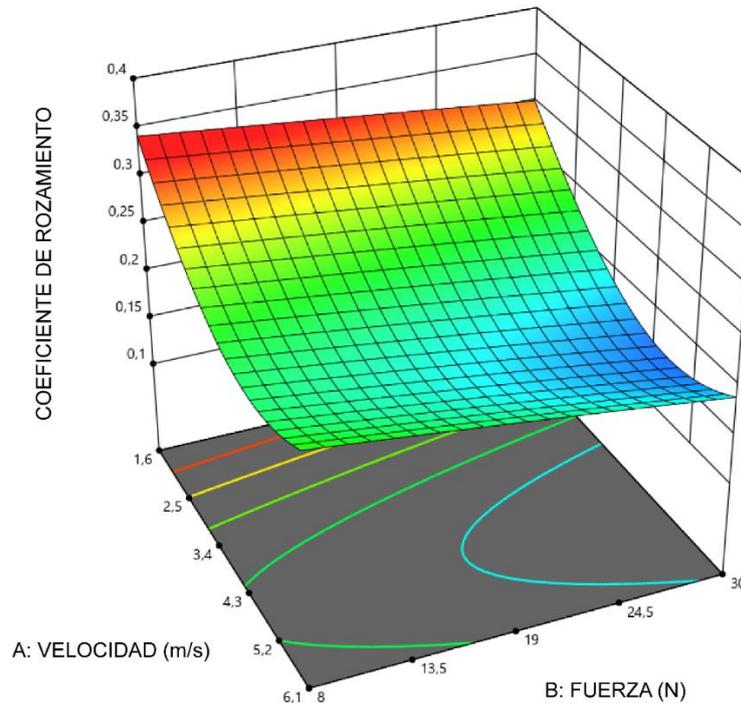


**Ilustración 45. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para  $\mu$ . Impacto de la Fuerza sobre la Velocidad.**



**Ilustración 46. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para  $\mu$ . Impacto de la Velocidad sobre la Fuerza.**

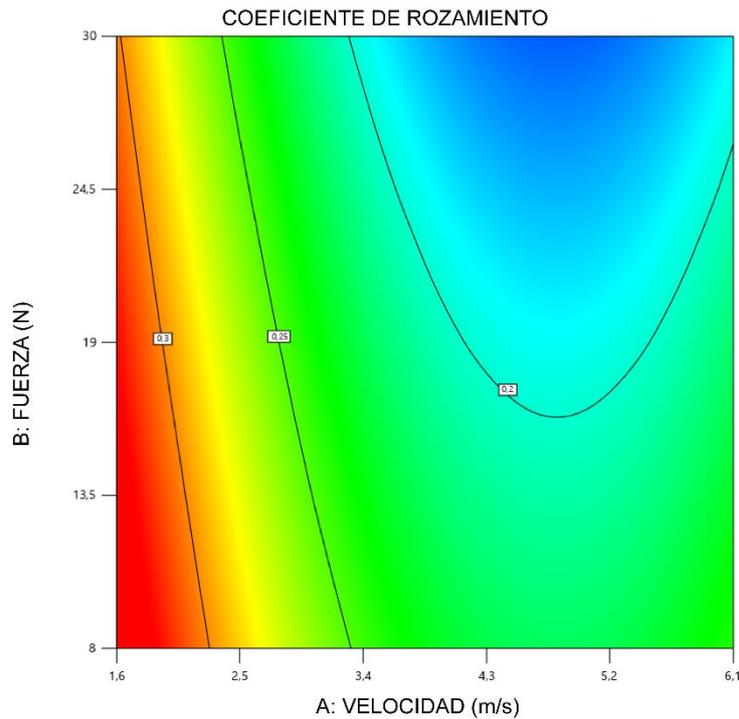
El análisis ANOVA muestra como las interacciones Fuerza-Velocidad no son significativas. Este hecho se puede comprobar visualmente en la Ilustración 45 y la Ilustración 46.



**Ilustración 47. Superficie 3D generada para los valores de  $\mu$  mediante el experimental.**

El impacto de la velocidad sobre el coeficiente de rozamiento se puede observar nuevamente en la Ilustración 47, donde se muestra la superficie 3D generada por el programa a partir de los datos de nuestro experimental. Esta superficie 3D nos permite

observar con mayor detalle el efecto de los factores sobre  $\mu$ , pudiendo verse de nuevo como los valores más bajos de  $\mu$  no se alcanzan en los vértices de la superficie generada, sino en su interior. Este hecho se puede observar con más detalle en la Ilustración 48.



**Ilustración 48. Contorno generado de los valores de  $\mu$  en función de Fuerza y Velocidad**

Comparando los resultados obtenidos con los datos ofrecidos sobre la PK en *POKETONE, High Performance Thermoplastic Polymer*. [22], se puede observar cómo nuestros resultados, si bien nuestro experimental no se centra en unas condiciones de ensayo concretas sino en un rango de fuerzas, velocidades y tiempo de ensayo, concuerdan con los publicados por otras fuentes. También concuerdan con otros artículos publicados sobre la PK, donde se puede observar cómo los resultados que hemos obtenido para cargas y velocidades bajas son similares a los que se han obtenido en otras publicaciones. [25] [33] Si se compara la PK con el POM o la PA66, se puede ver como el valor de  $\mu$  es similar al de la PA66. Como se puede ver en la Tabla 22.

**Tabla 22. Comparativa de los valores de  $\mu$  obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. [22]**

	PK (Ensayo)	PK (Poketone M33AR3B)	POM	PA66
$\mu$	0.14 - 0.33	0.32	0.17	0.39

### 3.3.1.2 ESTUDIO DEL DESGASTE ESPECÍFICO (K) DE LAS PROBETAS MEDIANTE PESAJE Y RUGOSÍMETRO.

En este apartado se muestran los resultados del estudio del desgaste de las probetas mediante la medición del desgaste específico K.

La K se obtienen del valor de pérdida de volumen de las probetas junto con la distancia recorrida en el ensayo y su fuerza. La distancia recorrida y la fuerza son medidas propias de cada ensayo. Sabiendo la densidad del material, la pérdida de volumen se calcula de dos formas. La primera de ellas es mediante la medida obtenida de comparar la medida de peso inicial de cada probeta con la que se obtiene de pesar las probetas ensayadas tras secarlas en una estufa en las condiciones recomendadas por el fabricante. La segunda forma es mediante un rugosímetro, con el cual se mide el perfil de la huella generada por el ensayo. Con el valor del perfil de la huella se puede obtener el valor del volumen desgastado en el ensayo. Se observa que los datos obtenidos con el rugosímetro son de mayor calidad que los obtenidos mediante la balanza, por lo que para las probetas en las que haya un valor de K calculado mediante los dos métodos, se utilizará el obtenido mediante el rugosímetro.

Tras obtener el volumen desgastado, la K finalmente se calcula con la siguiente fórmula:

$$K = \frac{\text{Volumen Desgastado}(\text{mm}^3)}{F(\text{N}) \cdot \text{Distancia del Ensayo}(\text{m})}$$

Finalmente, ha de tenerse en cuenta que el volumen desgastado medido mediante pesaje y el medido mediante el rugosímetro no son exactamente los mismos. Ya que las medidas mediante pesaje muestran el volumen perdido por los discos, no pudiendo medir con este método el desgaste producido sobre el disco que no genera pérdidas de material, como pudiera ser el material desplazado, pero aún parte del ensayo. Por el contrario, mediante el rugosímetro se puede calcular tanto el volumen desgastado perdido, como el volumen desgastado total. Para que los datos sean comparables, las medidas obtenidas del rugosímetro serán de volumen desgastado perdido.

**Tabla 23. Valores de K para las probetas ensayadas.**

Referencia de Ensayo	K (mm <sup>3</sup> /N*m)	Referencia de Ensayo	K (mm <sup>3</sup> /N*m)
PKD20B2200	5.05E-06	PKD37M1800	1.55E-05
PKD21B2200	1.50E-05	PKD38M3000	2.26E-04
PKD22B3000	7.42E-05	PKD39M2200	2.18E-05
PKD23B1400	8.00E-06	PKD40M1400	9.61E-06
PKD24B1400	8.31E-06	PKD41M2200	7.40E-05
PKD25B3000	1.04E-04	PKD43M1800	3.30E-05
PKD27B1400	1.57E-06	PKD44M1400	1.68E-05
PKD28B1800	5.86E-06	PKD45M2200	1.33E-05
PKD29B2200	2.66E-06	PKD52M1800	1.79E-05
PKD30B3000	6.39E-05	PKD54M2200	3.39E-06
PKD32B1800	3.37E-06	PKD56A1800	4.13E-05
PKD34M2200	1.76E-04	PKD57A2200	2.12E-04
PKD35M1400	1.01E-05	PKD58A3000	4.05E-04
PKD36M3000	1.56E-04	PKD59A1400	4.49E-05

A continuación, se muestran los resultados del tratamiento de los datos obtenidos mediante ANOVA y el software Design Expert. El análisis ANOVA se realiza sobre el modelo cuadrático del DOE con los valores generados, aplicando una transformada de raíz cuadrada, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 24. ANOVA de los valores de K.

Origen	Suma de Cuadrados	gl	Media de Cuadrados	Valor F	Valor p	
<b>Modelo</b>	0.0005	5	0.0001	38.51	< 0.0001	significativo
<b>A-VELOCIDAD</b>	0.0003	1	0.0003	99.82	< 0.0001	
<b>B-FUERZA</b>	0.0002	1	0.0002	78.71	< 0.0001	
<b>AB</b>	0.0000	1	0.0000	13.20	0.0016	
<b>A<sup>2</sup></b>	0.0001	1	0.0001	25.05	< 0.0001	
<b>B<sup>2</sup></b>	0.0000	1	0.0000	4.23	0.0524	
<b>Residuos</b>	0.0001	21	2.784E-06			
<b>Cor Total</b>	0.0006	26				

Los resultados del ANOVA ofrecen un valor F para el Modelo de 38.51, lo cual implica que el modelo es significativo. Habiendo solo un 0.01% de posibilidades de que los resultados obtenidos mediante el modelo hayan ocurrido debido al ruido.

Todos los valores P menores que 0.05 indican que el término del modelo es significativo. En este caso, A, B, AB y A<sup>2</sup> son significativos. La variable C es descartada del ANOVA ya que no es significativa. La B<sup>2</sup> estaría al límite de ser descartada, lo cual implica que no es muy significativa.

Tabla 25. Bondad del ajuste del modelo para la K.

<b>Desviación Estándar</b>	0.0017	<b>R<sup>2</sup></b>	0.9017
<b>Media</b>	0.0061	<b>R<sup>2</sup> Ajustada</b>	0.8782
<b>C.V. %</b>	27.44	<b>R<sup>2</sup> Predicha</b>	0.8152
		<b>Precisión Adecuada</b>	25.2088

El valor de los R<sup>2</sup> es considerablemente alto. Siendo esto muestra de que las variables elegidas para el diseño del experimento son altamente significativas para el coeficiente de rozamiento.

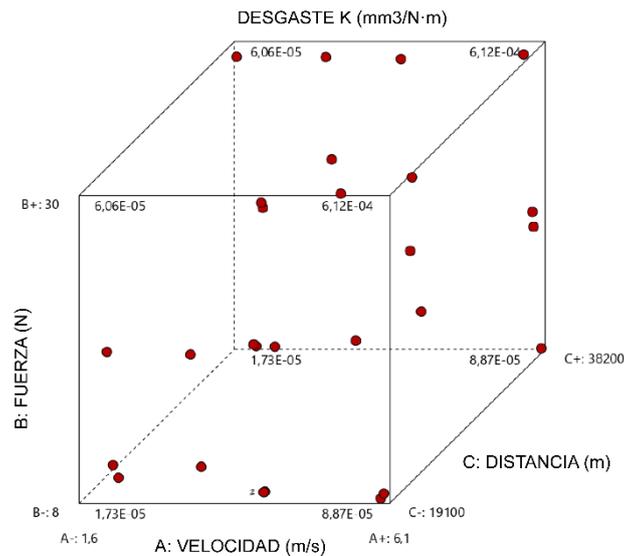
La precisión adecuada mide la ratio entre la señal y el ruido. Una ratio mayor que 4 es lo deseable, por lo que el valor de esta ratio para el modelo implica que se obtiene una señal adecuada. Por lo que se concluye que el modelo aun siendo menos ajustado que el modelo del apartado anterior puede ser utilizado para navegar en el espacio diseñado del experimento. Esto se debe a la menor cantidad de valores que se han obtenido de K.

Mediante el programa también se genera una ecuación con la que se pueden realizar predicciones de los valores de ensayo. La ecuación se puede observar en la Tabla 26.

Tabla 26. Ecuación Final para K en relación con los Factores del ANOVA.

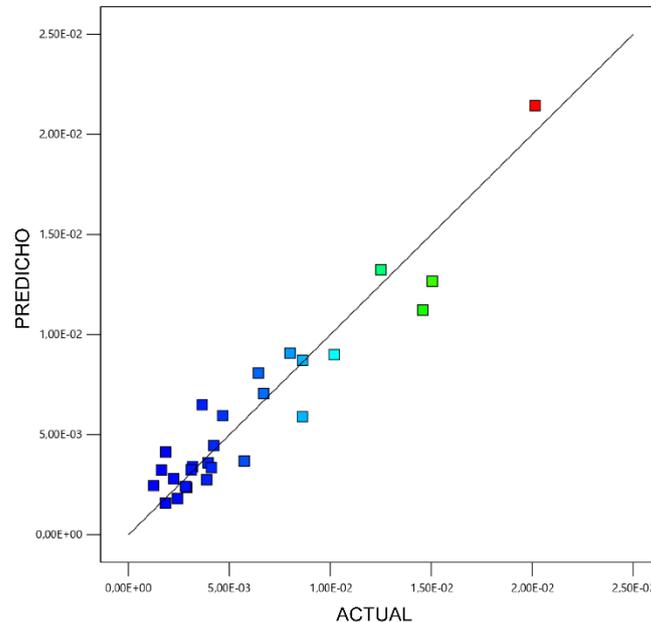
$$\sqrt{(\text{Desgaste } K)} = +0.014388 - 0.006737 \cdot V - 0.000571 \cdot F + 0.000117 \cdot F \cdot V + 0.000911 \cdot V^2 + 0.000015 \cdot F^2$$

Por último, se obtienen las gráficas de los factores, una imagen de la superficie 3D generada a través de nuestros resultados, el cubo de nuestro espacio experimental con los puntos ensayados de este cubo, y una gráfica comparativa de resultados predichos con los resultados obtenidos en el experimento.



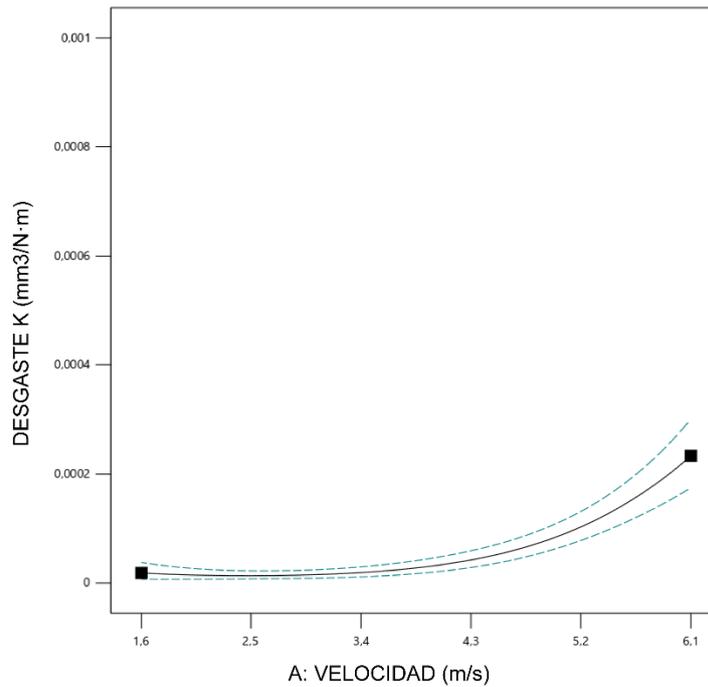
**Ilustración 49. Cubo del espacio experimental junto con los valores obtenidos de K.**

El cubo de la Ilustración 49 muestra como están repartidos los valores que se han obtenido para la K en nuestro espacio experimental. Se puede comprobar que nuestro diseño de experimentos ha analizado de manera correcta el espacio experimental a ensayar. Si bien quedan algunas zonas en las que la dispersión de los ensayos no es la más eficiente, y otras en las que se podrían haber realizado más ensayos para conseguir obtener unos resultados más significativos, esto no resta valor a los resultados obtenidos. Ya que, como se ha podido comprobar en el ANOVA, el diseño de experimentos es significativo por sí mismo.

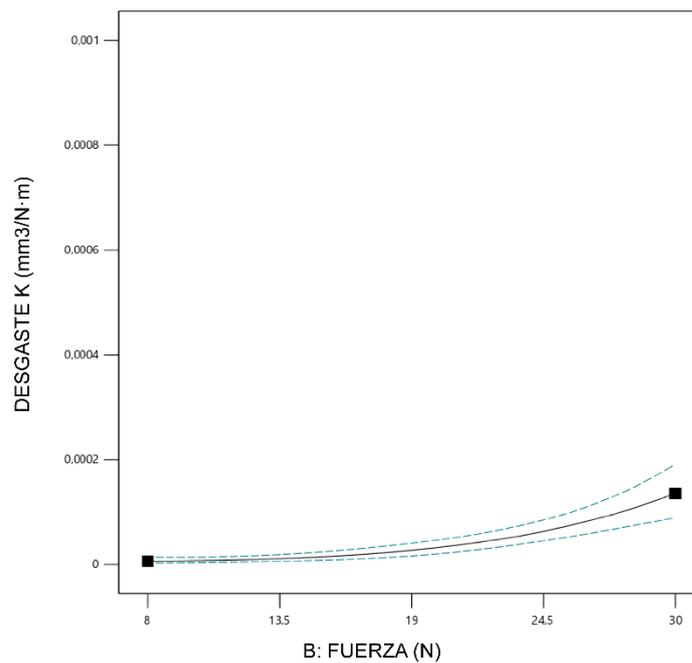


**Ilustración 50. Gráfica de Resultados Predichos vs Resultado Obtenidos de K.**

Acorde a la afirmación anterior, y a una  $R^2$  se puede observar en la Ilustración 50 como la ecuación de predicción de resultados generada se ajusta notablemente a los resultados obtenidos en los ensayos.

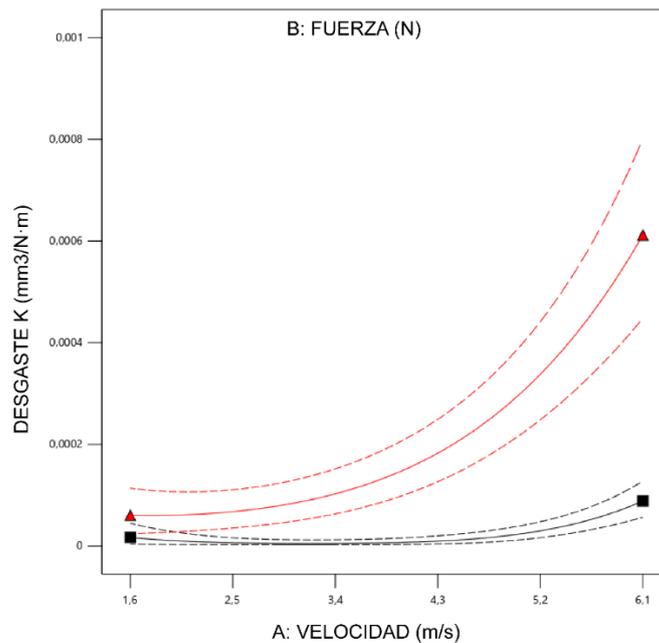


**Ilustración 51. Impacto de la Velocidad sobre K.**

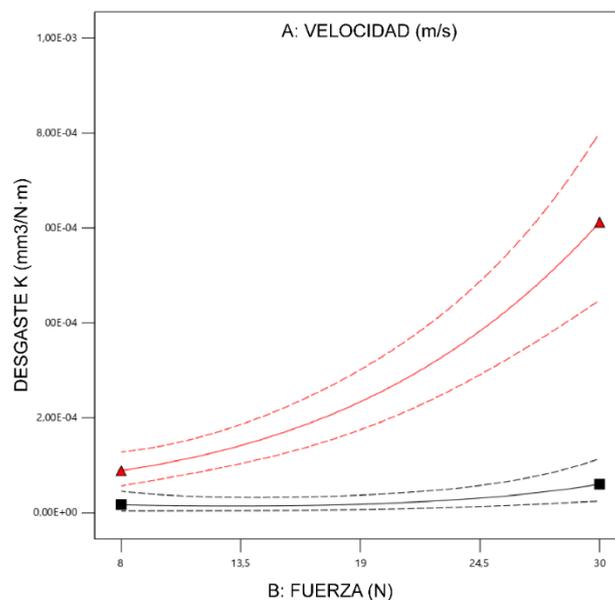


**Ilustración 52. Impacto de la Fuerza sobre K.**

En la Ilustración 51 y la Ilustración 52 se muestra el impacto de los factores de Velocidad y Fuerza en el valor de K. Se puede observar en estas ilustraciones como a mayor valor de fuerza el valor de K aumenta. En cambio, el impacto de la Velocidad sobre K no siempre es creciente.

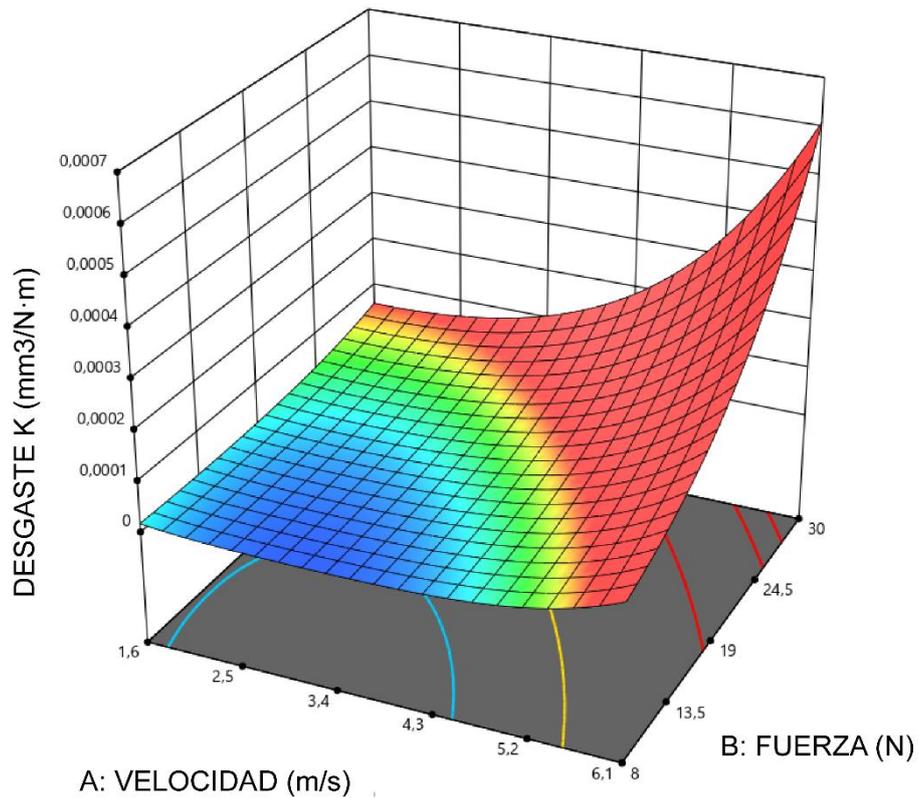


**Ilustración 53. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para K. Impacto de la Fuerza sobre la Velocidad.**



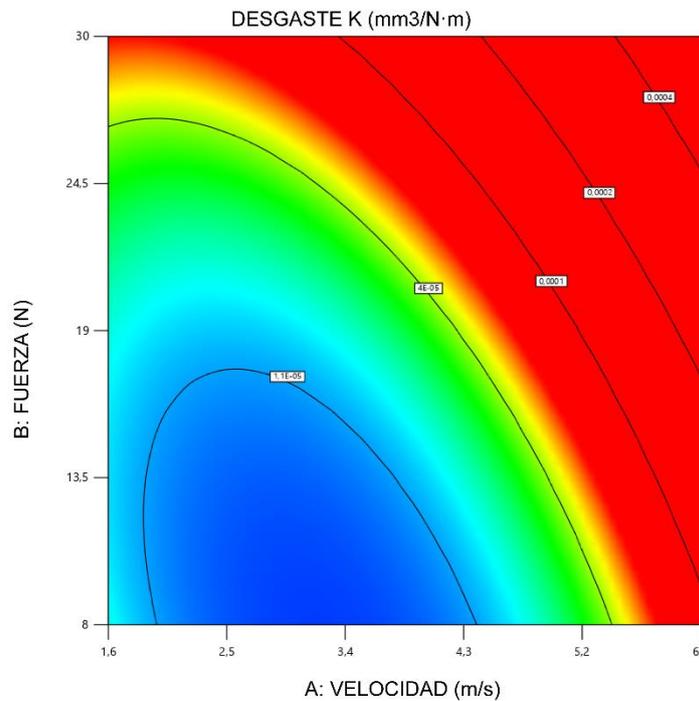
**Ilustración 54. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para K. Impacto de la Velocidad sobre la Fuerza.**

El impacto de las variables Fuerza y Velocidad sobre el valor de K parece estar influenciado también por la interacción entre estas variables. Este hecho se comprobó tanto en el ANOVA generado en la Tabla 24 como en la Ilustración 53 y la Ilustración 54. Por un lado, el ANOVA muestra que la interacción AB es significativa para el modelo, mientras que la Ilustración 53 y la Ilustración 54 confirman visualmente este hecho. Pudiendo observarse en estas ilustraciones cómo el impacto de las variables sobre la K cambia debido a las interacciones que existen entre ellas.



**Ilustración 55. Superficie 3D generada para los valores de K mediante el experimental.**

El impacto de la velocidad y la fuerza sobre K se puede observar nuevamente en la Ilustración 55, donde además se puede observar cómo los valores más bajos de K no ocurren en los valores más bajos de velocidad. Este hecho se puede confirmar también en la Ilustración 56.



**Ilustración 56. Contorno generado de los valores de K en función de Fuerza y Velocidad.**

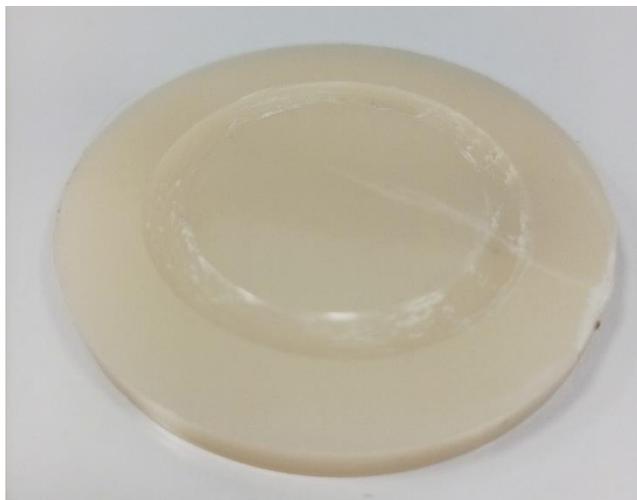
Comparando los resultados obtenidos con los datos ofrecidos sobre la PK en *POKETONE, High Performance Thermoplastic Polymer*. [22], se puede observar cómo nuestros resultados, si bien nuestro experimental no se centra en unas condiciones de ensayo concretas sino en un rango de fuerzas, velocidades y tiempo de ensayo, concuerdan a los publicados por otras fuentes. También concuerdan con otros artículos publicados sobre la PK, donde se puede observar cómo los resultados que hemos obtenido para cargas y velocidades bajas son similares a los que se han obtenido en otras publicaciones. [25] [33] Si se compara la PK con el POM o la PA66, se puede ver como el valor de K es similar, sobre todo a bajas cargas y velocidades, al de la PA66 y el POM Como se puede ver en la Tabla 27.

**Tabla 27. Comparativa de los valores de  $\mu$  obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. [22]**

	PK (Ensayo)	PK (Poketone M33AR3B)	POM	PA66
<b>K (mm<sup>3</sup>/N·m)</b>	1.57E-06 - 4.05E-04	6.84E-5	3E-6	2.3E-6

### 3.3.1.3 MEDICIÓN DEL DESGASTE DE LA HUELLA GENERADA EN LAS PROBETAS.

En este apartado se muestran los resultados del estudio del desgaste de las probetas mediante la medición la huella generada en las probetas por los ensayos. El tamaño de la huella se obtiene de medir directamente mediante pie de rey su tamaño.



**Ilustración 57. Probeta tras ser ensayada donde se puede apreciar la huella generada.**

A continuación, se muestra en la Tabla 28 los valores obtenidos de las probetas:

**Tabla 28. Valores de la huella generada para las probetas ensayadas.**

Referencia de Ensayo	Huella (mm)	Referencia de Ensayo	Huella (mm)
PKD20B2200	1.6	PKD36M3000	4.45
PKD21B2200	1.4	PKD37M1800	1.8
PKD22B3000	2.8	PKD38M3000	4.85
PKD23B1400	1.05	PKD39M2200	2.45
PKD24B1400	1.05	PKD40M1400	1.85
PKD25B3000	2.85	PKD41M2200	3.2
PKD26B1800	0.7	PKD43M1800	3.3
PKD27B1400	1.4	PKD44M1400	2.95
PKD28B1800	0.95	PKD45M2200	3.2
PKD29B2200	1	PKD52M1800	3.05
PKD30B3000	2.25	PKD54M2200	1.7
PKD31B1800	0.85	PKD56A1800	5.1
PKD32B1800	1.1	PKD57A2200	6.7
PKD33M3000	4.25	PKD58A3000	8.5
PKD34M2200	4	PKD59A1400	5.05
PKD35M1400	2		

Tras obtener los resultados, se realiza un tratamiento de los datos obtenidos mediante ANOVA y el software Design Expert. Para los valores de huella generada, se realiza un análisis ANOVA sobre el modelo cuadrático reducido del DOE con los valores generados. Los resultados obtenidos se pueden observar en la Tabla 29.

**Tabla 29. ANOVA de los resultados de la huella generada.**

Origen	Suma de Cuadrados	gl	Media de Cuadrados	Valor F	Valor p	
<b>Modelo</b>	7.19	3	2.40	98.87	< 0.0001	significativo
<b>A-VELOCIDAD</b>	1.47	1	1.47	60.60	< 0.0001	
<b>B-FUERZA</b>	5.53	1	5.53	228.36	< 0.0001	
<b>A<sup>2</sup></b>	0.4114	1	0.4114	16.98	0.0003	
<b>Residuos</b>	0.6543	27	0.0242			
<b>Cor Total</b>	7.84	30				

Los resultados del ANOVA ofrecen un valor F para el Modelo de 98.87, lo cual implica que el modelo es significativo. Habiendo solo un 0.01% de posibilidades de que los resultados obtenidos mediante el modelo hayan ocurrido debido al ruido.

Todos los valores P menores que 0.05 indican que el término del modelo es significativo. En este caso, A, B y A<sup>2</sup> aparecen como resultados significativos. siendo A ligeramente más significativo que B. La variable C es descartada del ANOVA ya que no es significativa.

**Tabla 30. Bondad del ajuste del modelo para la huella generada.**

<b>Desviación Estándar</b>	0.1557	<b>R<sup>2</sup></b>	0.9166
<b>Media</b>	1.59	<b>R<sup>2</sup> Ajustada</b>	0.9073
<b>C.V. %</b>	9.79	<b>R<sup>2</sup> Predicha</b>	0.8941
		<b>Precisión Adecuada</b>	35.5364

El valor de los R<sup>2</sup> es considerablemente alto. Siendo esto muestra de que las variables elegidas para el diseño del experimento son altamente significativas para el coeficiente de rozamiento.

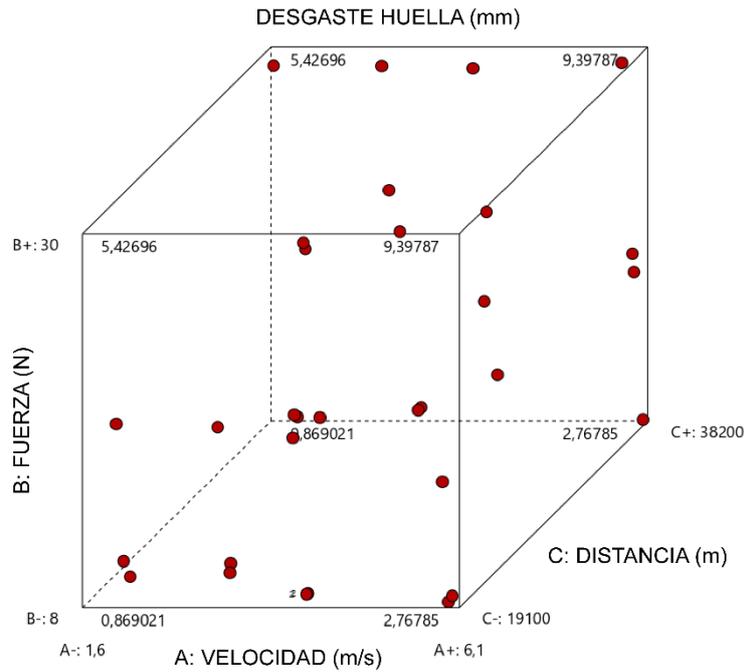
Se obtiene también una ratio de precisión adecuada mayor que 4, lo cual es lo deseable e implica que la señal que se obtiene es adecuada. Por lo que el modelo puede ser utilizado para navegar en el espacio diseñado del experimento.

**Tabla 31. Ecuación Final para la huella generada en relación con los Factores del ANOVA.**

$$\sqrt{(\text{Desgaste Huella})} = +0.762020 - 0,322176 \cdot V + 0.063875 \cdot F + 0.063118 \cdot V^2$$

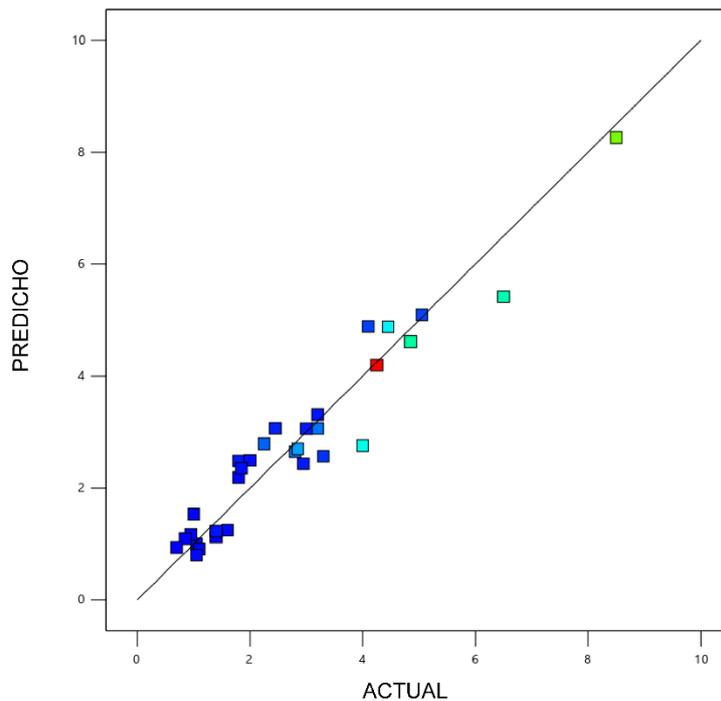
Mediante el programa también se genera una ecuación con la que se pueden realizar predicciones de los valores de ensayo. La ecuación se puede observar en la Tabla 31.

Por último, se obtienen las gráficas de los factores, una imagen de la superficie 3D generada a través de nuestros resultados, el cubo de nuestro espacio experimental con los puntos ensayados de este cubo, y una gráfica comparativa de resultados predichos con los resultados obtenidos en el experimento.



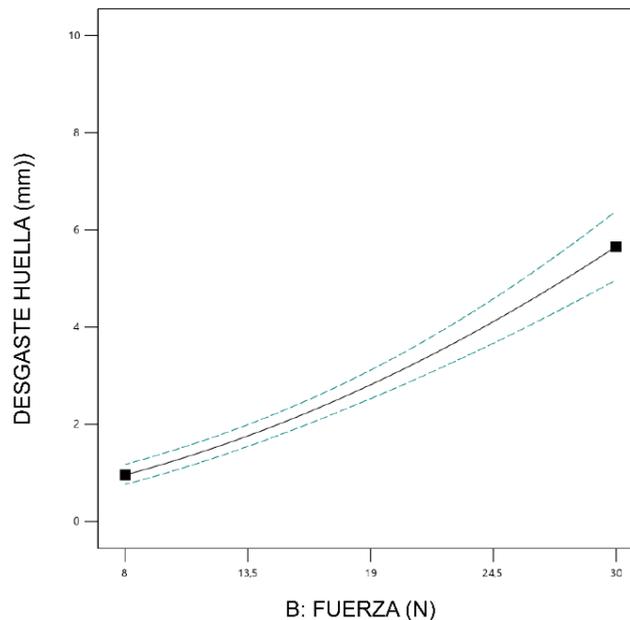
**Ilustración 58. Cubo del espacio experimental junto con los valores obtenidos de la huella generada.**

El cubo de la Ilustración 58 nos permite comprobar que nuestro diseño de experimentos ha analizado de manera correcta el espacio experimental a ensayar. Si bien quedan algunas zonas en las que la dispersión de los ensayos no es la más eficiente, y otras en las que se podrían haber realizado más ensayos para conseguir obtener unos resultados más significativos, esto no resta valor a los resultados obtenidos. Ya que, como se ha podido comprobar en el ANOVA, el diseño de experimentos es significativo por sí mismo.

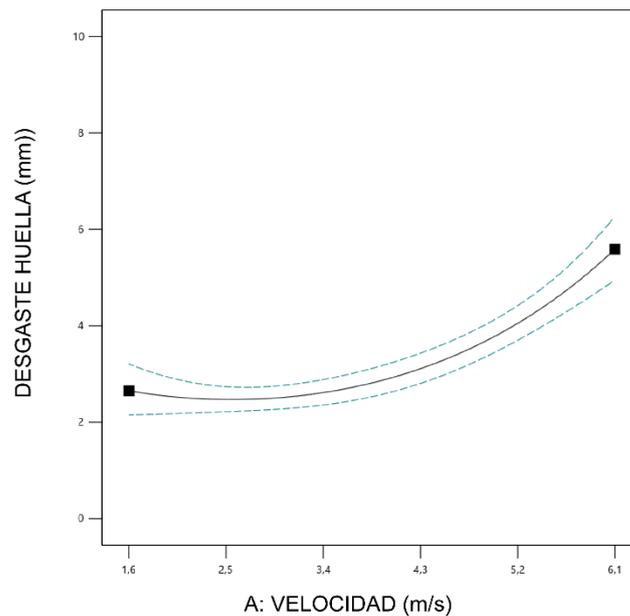


**Ilustración 59. Gráfica de Resultados Predichos vs Resultado Obtenidos de la huella generada.**

La gráfica de la Ilustración 59 confirma visualmente que los resultados del ANOVA, y la ecuación generada para predecir los valores de la huella generada en nuestro espacio experimental funciona correctamente. Pudiendo observarse como los valores predichos se acercan significativamente a los valores de ensayo.

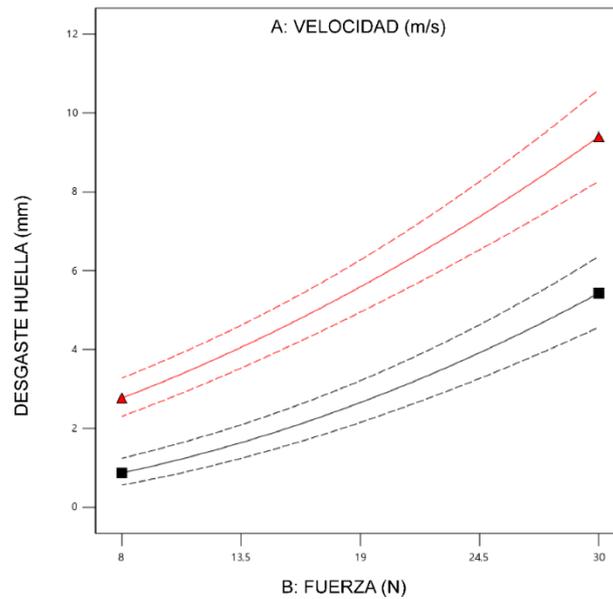


**Ilustración 60. Impacto de la Fuerza sobre la huella generada.**

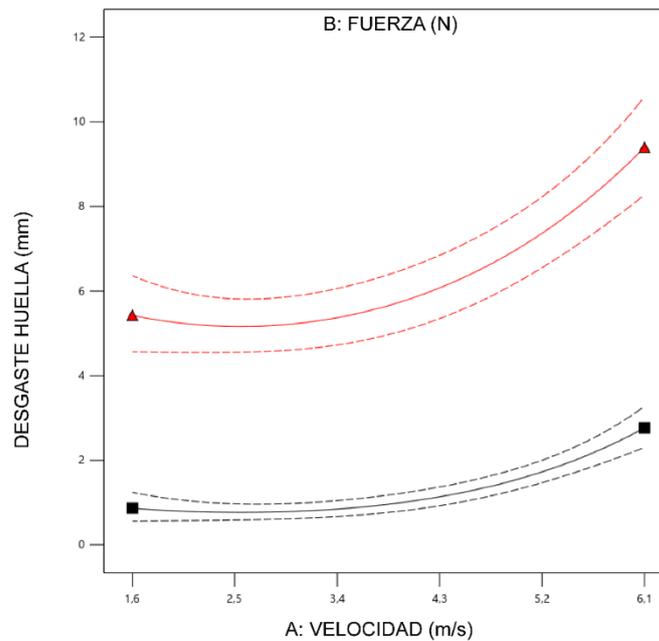


**Ilustración 61. Impacto de la Velocidad sobre la huella generada.**

En la Ilustración 60 y la Ilustración 61 se muestra el impacto de los factores de Fuerza y Velocidad en el valor de la huella generada. Se puede observar en estas ilustraciones como la Fuerza y la Velocidad no afectan del mismo modo en la huella generada. Mientras que los valores resultantes presentan una dependencia lineal creciente respecto a la Fuerza del ensayo, respecto a la Velocidad se observa que presentan una dependencia lineal decreciente y cuadrática creciente. Por lo que, como se puede observar en la Ilustración 61, dependiendo de en qué rango de valores nos hallemos un aumento de velocidad puede generar tanto una huella más grande como una huella menor.



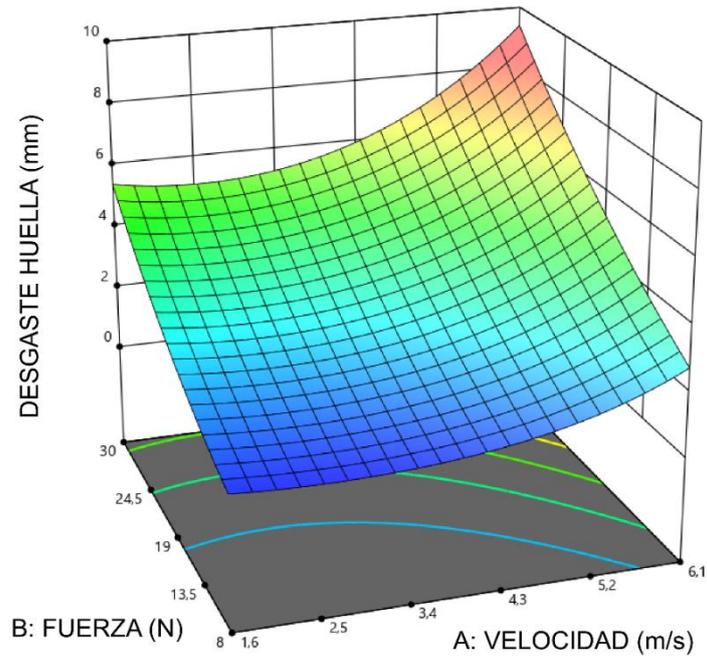
**Ilustración 62. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para la huella generada. Impacto de la Velocidad sobre la Fuerza.**



**Ilustración 63. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para la huella generada. Impacto de la Fuerza sobre la Velocidad.**

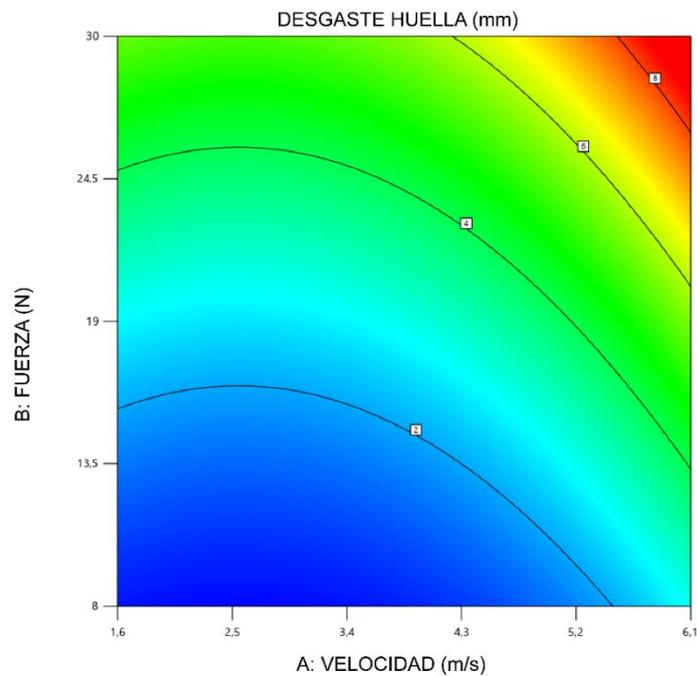
El impacto de la variable de la Velocidad sobre el valor de la huella generada parece estar influenciado también por la interacción que genera la Fuerza sobre esta en la Ilustración 63, donde se puede comprobar como la no linealidad del impacto de la velocidad parece estar influenciada por la variable de fuerza. Por el contrario, la variable de fuerza parece tener una interacción mucho más leve o casi nula con la velocidad.

El análisis ANOVA muestra como las interacciones Fuerza-Velocidad no son significativas. Este hecho se puede comprobar visualmente en la Ilustración 62 y la Ilustración 63.



**Ilustración 64. Superficie 3D generada para los valores de la huella generada mediante el experimental.**

El impacto de la velocidad sobre la huella generada se puede observar nuevamente en la Ilustración 64, donde se muestra la superficie 3D generada por el programa a partir de los datos de nuestro experimental. Esta superficie 3D nos permite observar con mayor detalle el efecto de los factores sobre la huella generada, pudiendo verse de nuevo como las huellas de menor tamaño no se alcanzan en los vértices de la superficie generada, sino en su interior. Este efecto se puede observar nuevamente en la Ilustración 65.



**Ilustración 65. Contorno generado de los valores de huella generada en función de Fuerza y Velocidad.**

### 3.4 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.

#### 3.4.1 MICROSCOPIO ESTEREOSCÓPICO.

A continuación, se muestran las fotografías obtenidas de las probetas observadas mediante el microscopio, todas ellas observadas en el mismo rango de aumentos. En ellas se puede observar claramente los efectos generados sobre las probetas por el ensayo tribológico de estas.

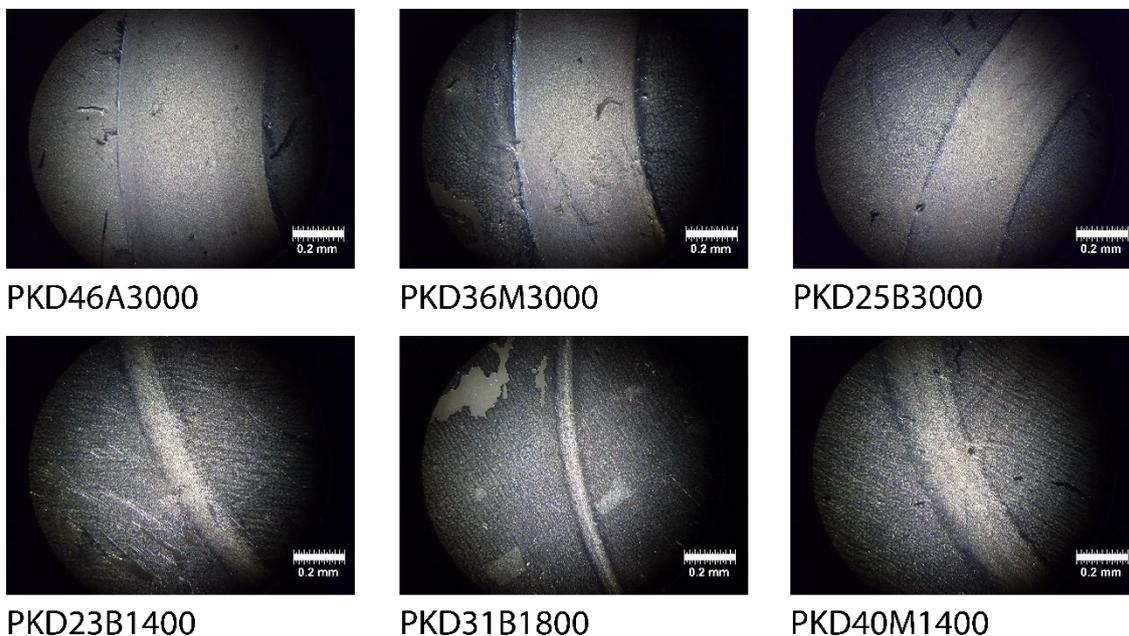


Ilustración 66. Imágenes obtenidas mediante el microscopio estereoscópico.

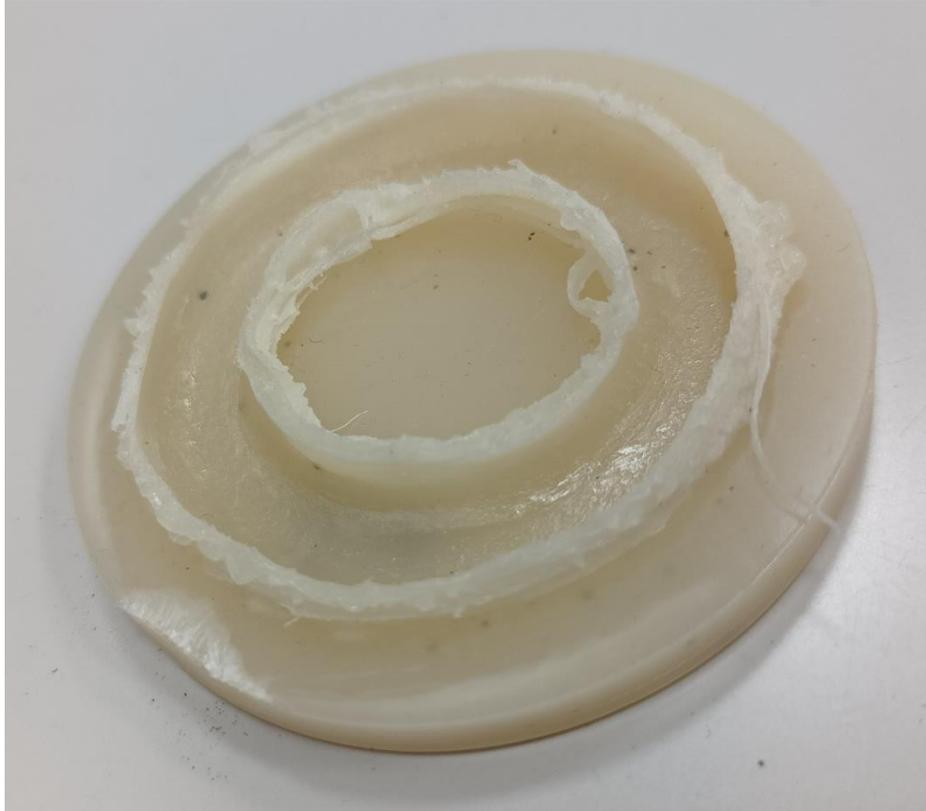
En la Tabla 32 se muestran las condiciones a las que fueron sometidas las diferentes probetas fotografiadas.

Tabla 32. Condiciones de ensayo de las probetas fotografiadas.

Referencia de Ensayo	Fuerza (N)	Velocidad (m/s)
PKD23B1400	8.19	2.18
PKD25B3000	8.07	6.04
PKD31B1800	10.05	3.36
PKD36B3000	17.83	5.91
PKD40M1400	18.11	2.01
PKD46A3000	24.24	5.94

En las imágenes se puede observar de nuevo como el tamaño de la huella aumenta conforme aumenta la fuerza del ensayo. Mientras que, como se puede ver si se comparan las fotografías “PKD23B1400”, “PKD31B1800” y “PKD25B3000”, un incremento en la velocidad no siempre conlleva una huella más grande. Estos resultados concuerdan con los resultados obtenidos en el apartado 3.3 CARACTERIZACIÓN TRIBOLÓGICA.

Se puede observar también como el desgaste generado en las probetas no solo genera una pérdida de material en la probeta, sino también un desplazamiento de este material hacia las orillas de la pista de ensayo. Donde este material se acumula. A continuación, se muestra un ejemplo extremo de este fenómeno.



**Ilustración 67. Probeta ensayada tribológicamente en condiciones extremas.**

### 3.4.2 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM).

A continuación, se muestran las imágenes obtenidas de las probetas observadas mediante microscopía SEM. En ellas se pueden observar los diferentes tipos de desgaste causados sobre las probetas dependiendo de las condiciones de ensayo. En la Tabla 32 se pueden observar las condiciones de ensayo de las probetas fotografiadas.

En la Ilustración 68, la Ilustración 69 y la Ilustración 70 se muestran las imágenes obtenidas de la probeta 23. Esta probeta fue ensayada a fuerza y velocidad bajas.

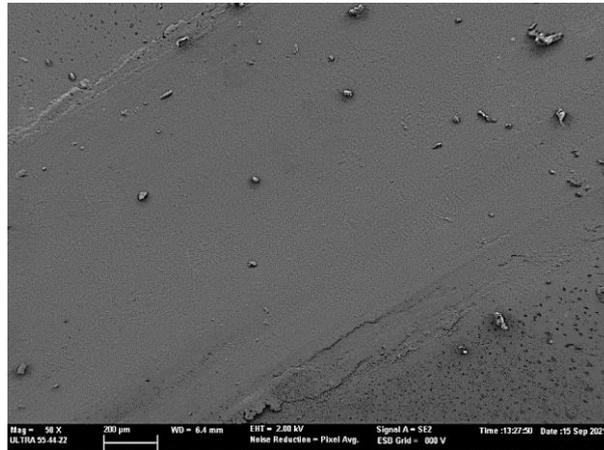


Ilustración 68. Imagen de probeta ensayada a fuerza y velocidad bajas "pista 2301".

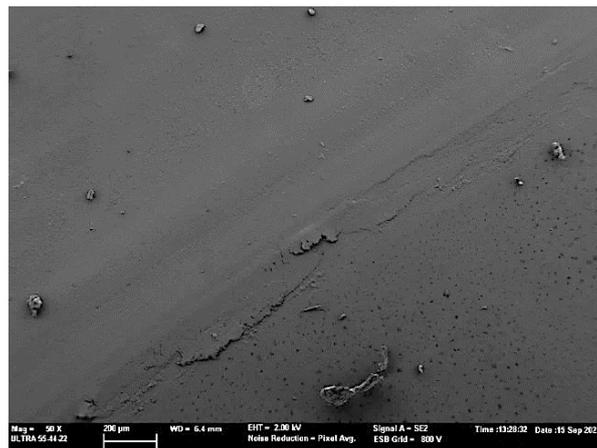


Ilustración 69. Imagen de probeta ensayada a fuerza y velocidad bajas "pista 2302".

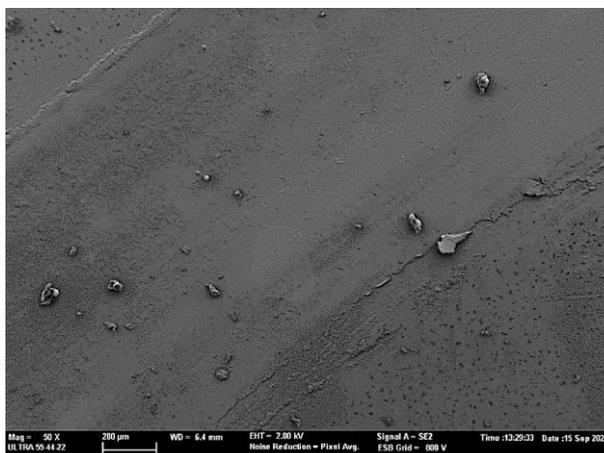
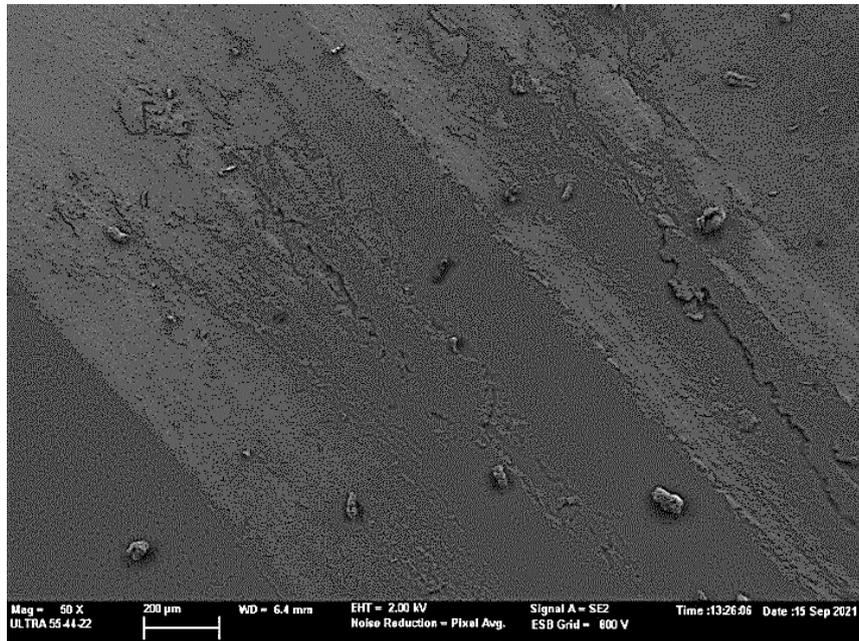
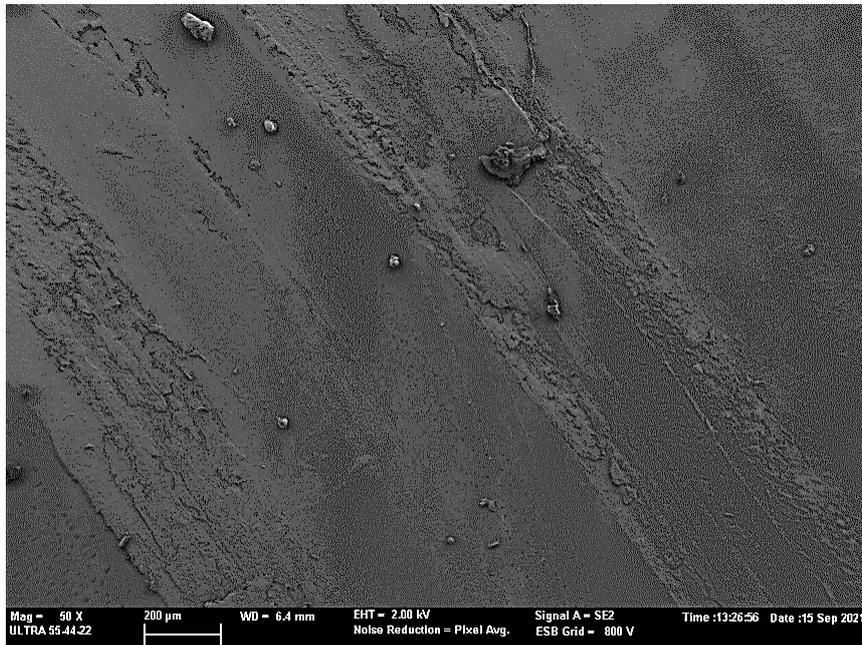


Ilustración 70. Imagen de probeta ensayada a fuerza y velocidad bajas "pista 2303".

En la Ilustración 71 y la Ilustración 72 se muestran las imágenes obtenidas de la probeta 25. Esta probeta fue ensayada a fuerza baja y velocidad alta.

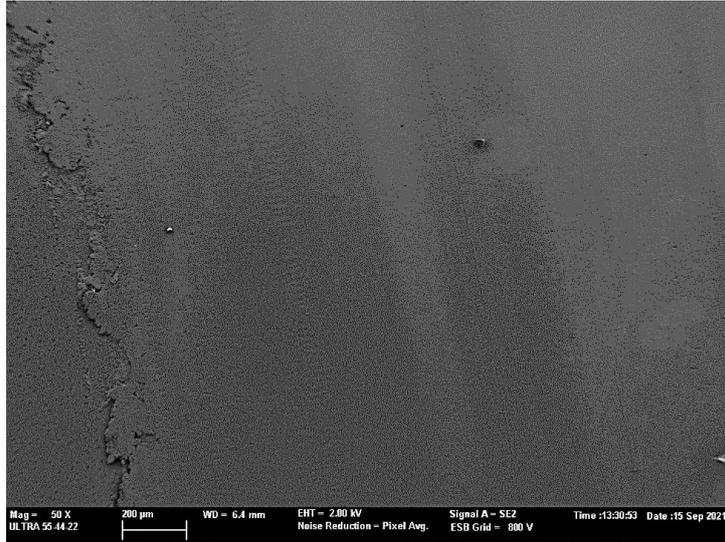


**Ilustración 71. Imagen de probeta ensayada a fuerza baja y velocidad alta "pista 2503".**

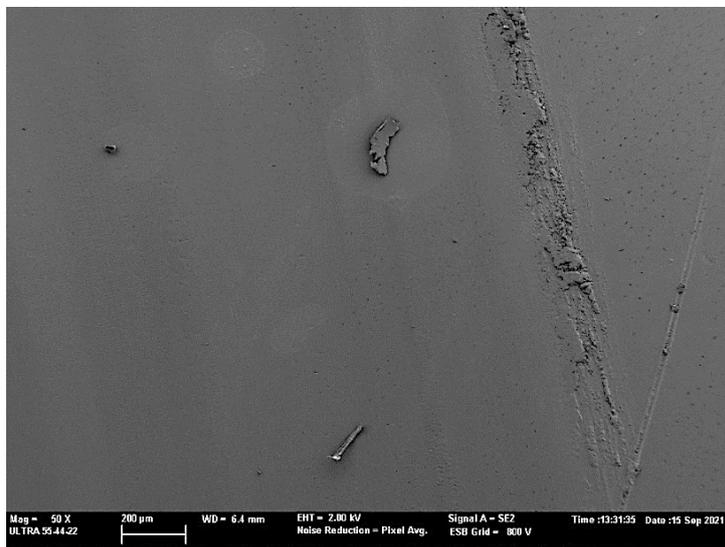


**Ilustración 72. Imagen de probeta ensayada a fuerza baja y velocidad alta "pista 2504".**

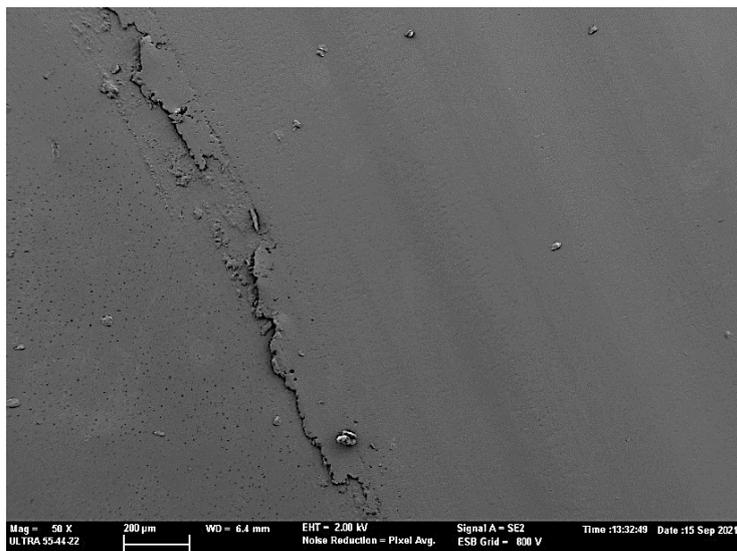
En la Ilustración 73, la Ilustración 74, la Ilustración 75 y la Ilustración 76 se muestran las imágenes obtenidas de la probeta 40. Esta probeta fue ensayada a fuerza media y velocidad baja.



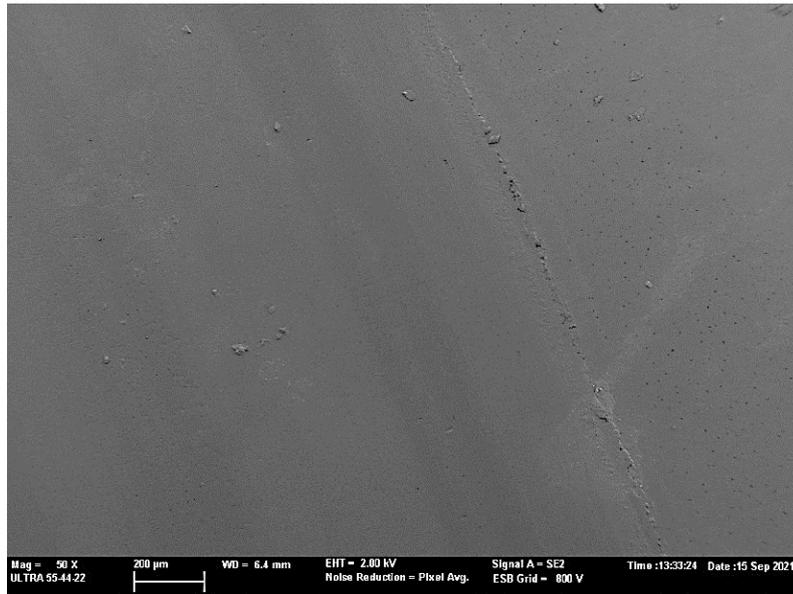
**Ilustración 73. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4001".**



**Ilustración 74. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4002".**

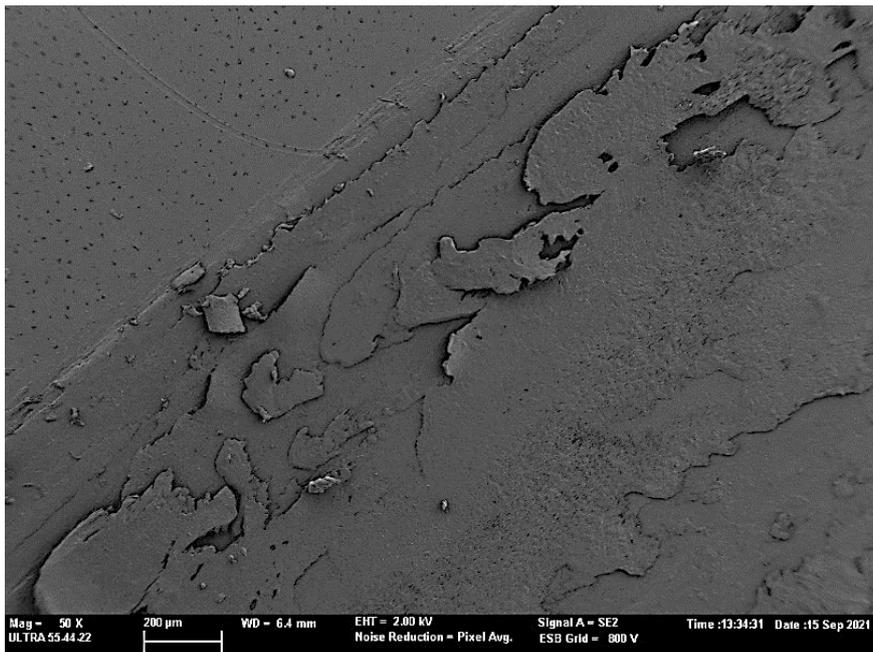


**Ilustración 75. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4003".**

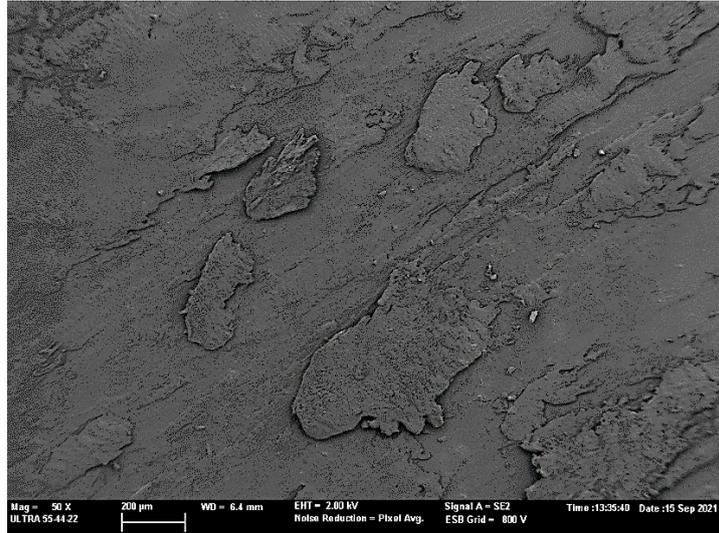


**Ilustración 76. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4004".**

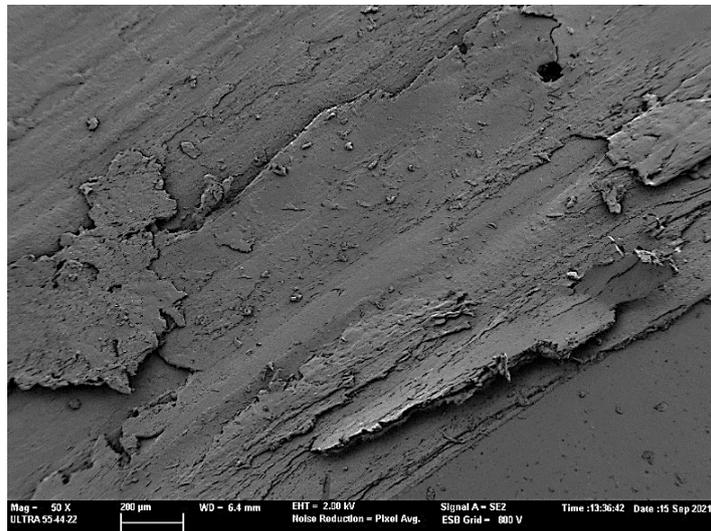
En la Ilustración 77, Ilustración 78, la Ilustración 79, Ilustración 80 y la Ilustración 81 se muestran las imágenes obtenidas de la probeta 36. Esta probeta fue ensayada a fuerza media y velocidad alta.



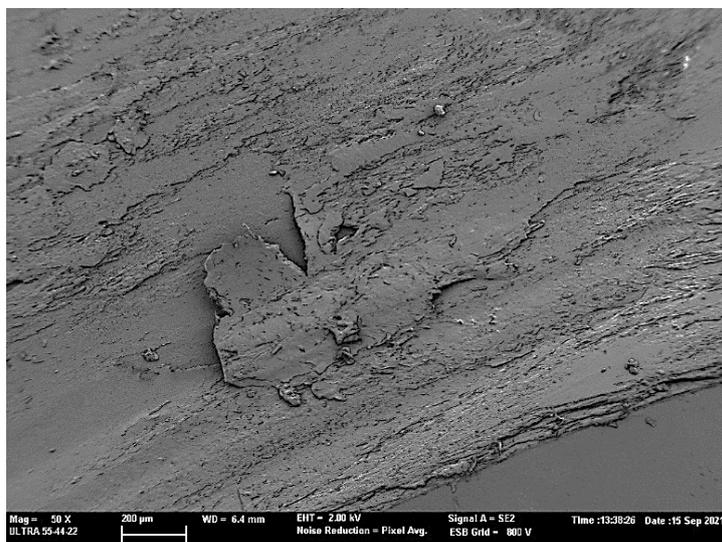
**Ilustración 77. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3601".**



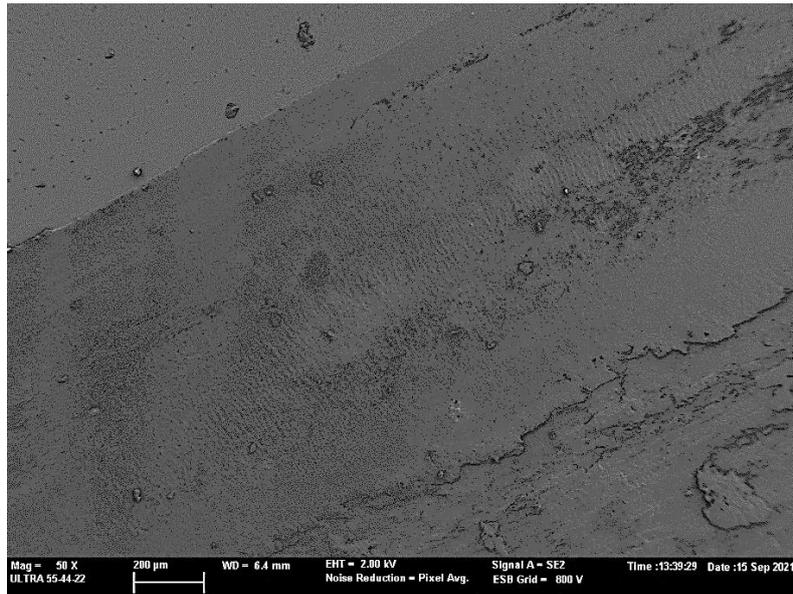
**Ilustración 78.** Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3602".



**Ilustración 79.** Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3603".



**Ilustración 80.** Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3604".



**Ilustración 81. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3605".**

Las imágenes muestran como el incremento de la velocidad genera la aparición de grietas y rugosidades en la probeta, y zonas donde parece que el material ha sido arrancado, pero se ha vuelto a fundir con la probeta. Como se puede observar comparando las Ilustraciones 58-60 con las Ilustraciones 61-62.

Por otro lado, la fuerza por sí misma no se aprecia que genere grandes cambios en la apariencia superficial del material. Sin embargo, cuando se combina junto con mayores velocidades de ensayo el aumento de fuerza genera que aparezcan en la superficie zonas en las que se aprecia el arranque de material.

### **3.5 CONCLUSIONES DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS TRAS EL EXPERIMENTAL.**

Los resultados obtenidos en la caracterización térmica y mecánica confirman las propiedades del material utilizado, al conseguirse en todos los experimentos realizados resultados similares a los ofrecidos por el fabricante del material o a los obtenidos en otros estudios. Además de esto, se comprueba experimentalmente que la PK tiene propiedades mecánicas similares a la PA66 o al POM, lo cual refuerza la hipótesis inicial de que este material es un potencial sustituto de estos dos materiales.

En la caracterización tribológica del material, se ha comprobado experimentalmente la validez de la máquina de ensayos diseñada para la realización de ensayos de pin-on-disk, pudiendo obtener con ella resultados experimentales precisos. Este hecho es reforzado al comprobarse que, si bien nuestro experimental no se centra en unas condiciones de ensayo concretas sino en un rango de fuerzas, velocidades y tiempo de ensayo, los resultados obtenidos de  $\mu$  y K para el material ensayado concuerdan con los obtenidos mediante pin-on-disk por otras fuentes.

Junto con la validez de la máquina de ensayos, se comprueba también la validez del diseño de experimentos realizado. Con el cual se han podido obtener resultados significativos para las propiedades estudiadas en los rangos establecidos para las variables de entrada. Habiendo confirmado mediante ANOVA la significancia estadística de los datos obtenidos.

Centrándonos en los resultados obtenidos en el ensayo de pin-on-disk, se determina que todas las propiedades estudiadas dependen principalmente de las variables Fuerza y Velocidad. Mientras que la variable de Distancia es descartada de los ANOVA debido a que no es significativa.

Tras analizar los resultados se encuentra que el coeficiente de rozamiento y el tamaño de la huella generada en el ensayo dependen de manera lineal de la Fuerza. En el caso de  $\mu$ , se comprueba una relación lineal decreciente de la Fuerza con respecto a  $\mu$ . Por el contrario, se comprueba una relación lineal creciente entre la Fuerza y los valores resultantes de la huella generada. Por otro lado, se encuentra que tanto para  $\mu$  como para la huella generada existe una dependencia tanto lineal decreciente como cuadrática creciente del valor resultante con la Velocidad.

Para los resultados de K, se comprueba con el ANOVA que existe una relación decreciente lineal y cuadrática creciente de la variable Velocidad con los resultados de la K, mientras que se observa una ligeramente significativa una relación cuadrática creciente y una relación significativa lineal decreciente de la Fuerza con la K. A este hecho se le suma la confirmación mediante el ANOVA de la importancia de la interacción creciente Fuerza-Velocidad (Potencia Disipada) para la K.

El estudio realizado sobre las fotografías hechas mediante el microscopio estereoscópico concuerda con el estudio realizado con los valores de la huella generada en las probetas, pudiendo observarse en las fotografías cómo la Fuerza siempre genera un aumento de la huella generada, mientras que los aumentos en la velocidad del ensayo no siempre generan un mayor desgaste en la probeta.

Por último, las imágenes SEM nos permiten observar en detalle como los incrementos en las variables de velocidad y fuerza generan impactos distintos en las probetas. Mientras que un incremento de fuerza por sí solo genera zonas más grandes de material arrancado, el incremento de la variable de velocidad manteniendo constante a fuerza genera superficies más rugosas y un aumento de las grietas generadas por el ensayo. La combinación de ambos efectos, como se puede observar en la Ilustración 79, podría

ser la causante de la interacción observada entre Fuerza-Velocidad observada en el análisis de los resultados del tribómetro.

## **4 LÍNEAS FUTURAS.**

Tras haber realizado este proyecto, se proponen las siguientes líneas de mejora a realizar en futuros proyectos.

### **4.1 MEJORAS DE LA MÁQUINA DE ENSAYOS PIN-ON-DISK.**

- Mejorar el sistema de aplicación de fuerzas de la máquina para controlar con mayor precisión la fuerza que se aplica sobre la muestra, y poder compensar la fuerza que genera el disco o el pin al girar.
- Mejorar el sistema de aplicación de la velocidad de giro de la máquina para controlar con mayor precisión la velocidad de giro de la muestra, y poder compensar la disminución de la velocidad de giro de la máquina cuando aumenta la fuerza del ensayo.
- Añadir a la máquina la opción de que sea el pin el que gire, ya que la norma recomienda hacer los ensayos para ambos casos.
- Rediseñar la máquina de forma que los ensayos se puedan realizar también en el plano vertical, o que se puedan realizar otro tipo tribológicos, como el ASTM D3702.
- Rediseñar el portaprobetas de la máquina para simplificar su uso y facilitar el uso de probetas de diferentes tamaños.
- Añadir una cámara térmica a la máquina, y configurar la máquina para que tome fotografías de manera automática según el ensayo.
- Mejorar la refrigeración de la zona de ensayo de la máquina para evitar el sobrecalentamiento a altas velocidades de la probeta y el pin.
- Mejorar la insonorización la máquina.
- Estudiar la manera de añadir a la máquina la posibilidad de pesar en tiempo real las probetas, para poder obtener datos en tiempo real de los valores de desgaste.

### **4.2 NUEVAS LÍNEAS DE ENSAYO.**

Dado que el objetivo principal de este trabajo ha sido profundizar en el conocimiento sobre las propiedades tribológicas de la PK, las líneas de ensayo que se proponen a continuación se centran en nuevos experimentos que se podrían realizar para continuar con la investigación desarrollada en este proyecto:

- Aumentar el número de ensayos para obtener un mayor grado de precisión en los resultados.
- Realizar los ensayos con discos de menor espesor, para que los desgastes sean más fácilmente apreciables.
- Estudiar la diferencia entre el volumen perdido de los discos tras los ensayos y el volumen total desgastado (volumen perdido más volumen desplazado, pero aún en el disco).
- Aumentar la cantidad de niveles de las variables, o realizar nuevos ensayos con valores diferentes para los niveles de las variables. De forma que se pueda estudiar el material en mayor profundidad y se puedan estudiar también con mayor detalle las interacciones entre las variables de ensayo.
- Cambiar las variables a estudiar, añadiendo variables nuevas como temperatura de ensayo o el empleo de distintos lubricantes. Con respecto a la temperatura de ensayo, se podría cambiar esta para poder analizar las diferencias en el comportamiento del material entre sus fases alfa, beta y gamma.
- Realizar nuevos ensayos en los que sea el pin el que gire durante el ensayo, o en los que el ensayo se realice en el plano vertical. Estos se podrían combinar con ensayos en los que el material del pin sea de PK y el disco sea de metal, o

con ensayos con distintas combinaciones de materiales. También se podrían realizar nuevos ensayos sobre materiales con diferentes acabados superficiales.

- Realizar ensayos ASTM G133, ASTM D3702, ASTM G77 u otros y comparar los resultados con los de este proyecto.
- Estudiar las interacciones entre las variables de peso y velocidad de giro en mayor profundidad, y comparar los resultados con otros materiales. Estudiar también la posible interacción entre estas variables y la variable de temperatura.
- Estudiar el material mezclado con otros materiales o con cargas para estudiar cómo cambian sus propiedades.
- Estudiar las probetas ensayadas mediante un perfilómetro con el objetivo de analizar con mayor detalle y apreciar mejor el desgaste que sufren las probetas durante los ensayos tribológicos.

## 5 BIBLIOGRAFÍA.

- [1] Y. Yan, L. Si-Yuan, B. Rui-Ying, L. Zheng-Ying, Y. Ming-Bo, T. Chang-Bin y Y. Wei, «Progress in polyketone materials: blends and composites,» *Society of Chemical Industry*, 2018.
- [2] ScienceDirect, «Polyketone,» [En línea]. Disponible: <https://www.sciencedirect.com/topics/chemistry/polyketone>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [3] Chemical Retrieval on the Web (CROW), «ALIPHATIC POLYKETONES,» Polymer Properties Database, [En línea]. Disponible: <https://polymerdatabase.com/polymer%20classes/Polyketone%20type.html>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [4] D. Vink, «Finding openings for polyketone compounds,» PLASTIC NEWS EUROPE, 17/09/2014. [En línea]. Disponible: <https://web.archive.org/web/20150518080048/http://www.europeanplasticsnews.com/subscriber/headlines2.html?id=4945>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [5] PolySource, «Polyketone Is Back,» [En línea]. Disponible: [https://polysource.net/wp-content/uploads/2016/06/Polysource\\_Polyketone\\_is\\_Back.pdf](https://polysource.net/wp-content/uploads/2016/06/Polysource_Polyketone_is_Back.pdf). [Último acceso: 18/05/2021].
- [6] Mexpolimeros, «Policetonas alifáticas,» [En línea]. Disponible: <https://www.mexpolimeros.com/policetonas%20alif%C3%A1ticas.html>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [7] Polymer Science Learning Center, «Policetonas Alifáticas,» [En línea]. Disponible: <https://www.pslc.ws/spanish/ketone.htm>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [8] H. Pérez-Martín, P. Mackenzie, A. Baidak, C. M. Ó Brádaigh y D. Ray, «Crystallinity studies of PEKK and carbon fibre/PEKK composites: A review,» *Composites Part B: Engineering*, vol. 223, 2021.
- [9] A. Pye, «Polyaryletherketones (PAEKs): an overview, innovations and trends,» Prospector, 10/02/2017. [En línea]. Disponible: <https://knowledge.ulprospector.com/5912/pe-paek-polyaryletherketones-overview/>. [Último acceso: 19/01/2022].
- [10] M. Picard, A. K. Mohanty y M. Misra, «Recent advances in additive manufacturing of engineering thermoplastics: challenges and opportunities,» *RSC Advances*, vol. 10, p. 36058 —36089, 2020.
- [11] Reading Plastic & Metal Advanced Machining, «Understanding PEEK Plastic Price Per Pound,» [En línea]. Disponible: <https://readingplastic.com/peek-plastic-price-per-pound/>. [Último acceso: 19/01/2022].
- [12] A. Behera, «Advanced Plastic Materials,» de *Advanced Materials: An Introduction to Modern Materials Science*, Spring Nature, 2022, p. 470.

- [13] Poly Fluoro Ltd, «PEEK in India - A Growing Market with Many Challenges,» 20/03/2013. [En línea]. Disponible: <https://polyfluoroltd.com/blog/peek-in-india-a-growing-market-with-many-challenges/#:~:text=Small%20as%20these%20numbers%20are,market%20%E2%80%93%20even%20among%20speciality%20polymers.> [Último acceso: 19/01/2022].
- [14] TECHNOFORM, «Policetona (PK),» [En línea]. Disponible: <https://www.technoform.com/es/materiales/policetona-pk.> [Último acceso: 18/05/2021].
- [15] Hyosung, «Hyosung Poketone,» [En línea]. Disponible: <http://www.poketone.com/en/index.do>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [16] T. Morefield, «How Polyketone Polymers Improve Gear Performance,» Gear Solutions, 15/12/2018. [En línea]. Disponible: <https://gearsolutions.com/features/how-polyketone-polymers-improve-gear-performance/>. [Último acceso: 07/07/2021].
- [17] Hyosung, «Hyosung : introduces the polyketone brand 'POKETONE™' to the global market,» 22/04/2016. [En línea]. Disponible: <http://www.hyosung.com/en/pr/news/view.do?seq=4751>. [Último acceso: 19/01/2022].
- [18] AKRO-PLASTIC, «Polyketone High-Performance Thermoplastic Polymer,» [En línea]. Disponible: <https://akro-plastic.com/compound-overview/polyketone/>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [19] The Prospector, «AKROTEK® PK-VM 8 natural (6146) Datasheet,» [En línea]. Disponible: <https://plastics.ulprospector.com/datasheet/e304268/akrotek-pk-vm-8-natural-6146>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [20] N. Migliore, L. Massimo Polgar, R. Araya-Hermosilla, F. Picchioni, P. Raffa y A. Pucci, «Effect of the Polyketone Aromatic Pendent Groups on the Electrical Conductivity of the Derived MWCNTs-Based Nanocomposites,» *Polymers* 10, n° 6, p. 618, 2018.
- [21] T. Eriksson, A. Mace, Y. Manabe, M. Yoshizawa-Fujita, Y. Inokuma, D. Brandell y J. Mindemark, «Polyketones as Host Materials for Solid Polymer Electrolytes,» *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 167, n° 7, 2020.
- [22] HYOSUNG, «PK Technical Guidebook,» 20/04/2020. [En línea]. Disponible: <http://www.poketone.com/download/guidebookEn/PK%20Technical%20Guidebook.pdf>. [Último acceso: 18/02/2022].
- [23] HYOSUNG USA, «POK,» [En línea]. Disponible: <https://www.hyosungusa.com/business/pok>. [Último acceso: 18/05/2021].
- [24] B. Podgornik, S. Hogmark y J. Pezdernik, «Comparison between different test methods for evaluation of galling properties of surface engineered tool surfaces,» *WEAR* 257, p. 843–851, 2004.

- [25] H. Unal, U. Sen y A. Mimaroglu, «Dry sliding wear characteristics of some industrial polymers against steel counterface,» *Tribology International*, vol. 37, nº 9, pp. 727-732, 2004.
- [26] V. Ramesh, J. van Kuilenburg y W. W. Wits, «Experimental Analysis and Wear Prediction Model for Unfilled Polymer–Polymer Sliding Contacts,» *Tribology Transactions*, vol. 62, nº 2, 2019.
- [27] S. Bernat, A. Brink, M. Lucas y N. Espallargas, «Tribological Behavior of Polymer Seal Materials in Water-Based Hydraulic Fluids,» *Journal of Tribology*, vol. 140, nº 6, 2018.
- [28] PolyPLASTI, «Polyoxymethylene,» [En línea]. Disponible: <https://www.polyplasty.cz/polyoximetylen.html?lang=2>. [Último acceso: 14/07/2021].
- [29] PolyPLASTI, «Polyamide,» [En línea]. Disponible: <https://www.polyplasty.cz/material-polyamid.html?lang=2>. [Último acceso: 14/07/2021].
- [30] PolyPLAST, «Polyetheretherketone,» [En línea]. Disponible: <https://www.polyplasty.cz/polyetereterketon.html?lang=2>. [Último acceso: 01/18/2022].
- [31] efunda, «eFunda Polymers: Properties of Polyketone,» [En línea]. Disponible: [https://www.efunda.com/materials/polymers/properties/polymer\\_datasheet.cfm?MajorID=PK&MinorID=3](https://www.efunda.com/materials/polymers/properties/polymer_datasheet.cfm?MajorID=PK&MinorID=3). [Último acceso: 14/07/2021].
- [32] DMH, «POM - Materials - DMH,» [En línea]. Disponible: [https://www.dmh.at/materials/product/42\\_pom400/](https://www.dmh.at/materials/product/42_pom400/). [Último acceso: 14/07/2021].
- [33] F. Amenta, G. Bolelli, S. De Lorenzis, A. Bertarini y L. Lusvarghi, «Tribological Behavior of Reinforced PTFE Composites and Un-Reinforced Polyketone-Based Materials against Coated Steel,» *Lubricants*, vol. 1, nº 10, p. 5, 2022.
- [34] J. Lancaster, «Estimation of the limiting PV relationships for thermoplastic bearing materials,» *TRYBOLOGY*, pp. 82-86, 1971.

## **APÉNDICE.**

### **ABREVIATURAS.**

Calorimetría diferencial de barrido = DSC

Coefficiente de Rozamiento =  $\mu$

Desgaste Específico = K

Diseño de experimento = DOE

Factor de inflación de la varianza = FIV

Fuerza multiplicada por la Velocidad = FV

Microscopio electrónico de barrido = SEM

Monóxido de Carbono = CO

Poliamida = PA

Poliariletercetona = PAEK

Policetona = PK

Polietercetona =PEK

Polietercetonaacetona = PEKK

Polietercetonaetercetonaacetona = PEKEKK

Polieteretercetona = PEEK

Polieteretercetonaacetona = PEEKK

Polioximetileno = POM

Presión multiplicada por Velocidad = PV

Suma Total Corregida de Cuadrados = Cor Total

Tereftalato de polibutileno =PBT

Web of Science =WOS

## LISTADO DE FIGURAS.

Ilustración 1. Estructura de la PK.....	11
Ilustración 2. Temperatura de Fusión (°C) vs Densidad (g/cm <sup>3</sup> ).....	17
Ilustración 3. Dureza Shore D vs Densidad (g/cm <sup>3</sup> ).....	18
Ilustración 4. Temperatura de Reblandecimiento Vicat 50 <sup>o</sup> /h, 50N (°C) vs Módulo de Young (MPa).....	18
Ilustración 5. Temperatura de Reblandecimiento Vicat 50 <sup>o</sup> /h, 50N (°C) vs Elongación Elástica (%). .....	19
Ilustración 6. Temperatura de Reblandecimiento Vicat 50 <sup>o</sup> /h, 50N (°C) vs Elongación a la Rotura (%). .....	19
Ilustración 7. Absorción de la Humedad (%) vs Módulo de Young (MPa).....	20
Ilustración 8. Coeficiente de Desgaste (10 <sup>-8</sup> mm <sup>3</sup> /N·m) vs Módulo de Young (MPa). .....	20
Ilustración 9. Publicaciones por año en WOS de "Polyketone".....	23
Ilustración 10. Publicaciones por año en Scopus de "Polyketone". .....	24
Ilustración 11. Informe de citas creado por WOS para la palabra clave "Polyketone".	25
Ilustración 12. Publicaciones por año en Scopus de "Polyketone" y "Characterization". .....	25
Ilustración 13. Máquina de inyección Meteor 275/270 utilizada para la fabricación de las probetas de este proyecto.....	28
Ilustración 14. Ejemplos de las distintas probetas utilizados en este proyecto. ....	29
Ilustración 15. Estufa HEK-GMBH de MCP.....	30
Ilustración 16. Equipo utilizado para la realización del DSC.....	30
Ilustración 17. Equipo utilizado para el ensayo de dureza.....	32
Ilustración 18. Equipo utilizado para el ensayo Charpy. ....	33
Ilustración 19. Máquina utilizada para el ensayo de tracción.....	34
Ilustración 20. Diseño de partida de la máquina de ensayos.....	35
Ilustración 21. Imagen del modelo de galga utilizada en la máquina.....	35
Ilustración 22. Imagen frontal de la máquina de ensayos.....	36
Ilustración 23. Imagen lateral de la máquina de ensayos.....	36
Ilustración 24. Imagen de la máquina en funcionamiento.....	36
Ilustración 25. Variación de la fuerza normal con respecto de la distancia recorrida. ..	37
Ilustración 26. Variación de la velocidad generada respecto a la fuerza del ensayo. ..	38
Ilustración 27. Rugosímetro utilizado para las mediciones de las probetas.....	40
Ilustración 28. Balanza utilizada para el pesaje de las probetas. ....	40
Ilustración 29. Imagen térmica de la máquina a altos rpm. ....	41
Ilustración 30. Imagen térmica de las temperaturas alcanzadas en la zona de ensayo tras añadir ventiladores a la máquina. ....	42
Ilustración 31. Microscopio Estereoscópico Olympus SZX 7.....	44
Ilustración 32. Imagen de una probeta sin aplicarle una capa de grafito. ....	45
Ilustración 33. Imagen de una probeta tras aplicarle una capa de grafito.....	45
Ilustración 34. Microscopio SEM JSM6300. ....	46
Ilustración 35. Probetas ensayadas a impacto.....	51
Ilustración 36. Probetas ensayadas a tracción.....	52
Ilustración 37. Gráfica de curvas de tensión – deformación. ....	52
Ilustración 38. Gráfica de los valores de $\mu$ para los ensayos a fuerza baja. ....	54
Ilustración 39. Gráfica de los valores de $\mu$ para los ensayos a fuerza media. ....	55
Ilustración 40. Gráfica de los valores de $\mu$ para los ensayos a fuerza alta. ....	55
Ilustración 41. Cubo del espacio experimental junto con los valores obtenidos de $\mu$ ... 57	57
Ilustración 42. Gráfica de Resultados Predichos vs Resultado Obtenidos de $\mu$ . ....	58
Ilustración 43. Impacto de la Fuerza sobre $\mu$ . ....	58
Ilustración 44. Impacto de la Velocidad sobre $\mu$ . ....	59

Ilustración 45. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para $\mu$ . Impacto de la Fuerza sobre la Velocidad. ....	59
Ilustración 46. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para $\mu$ . Impacto de la Velocidad sobre la Fuerza. ....	60
Ilustración 47. Superficie 3D generada para los valores de $\mu$ mediante el experimental. ....	60
Ilustración 48. Contorno generado de los valores de $\mu$ en función de Fuerza y Velocidad ....	61
Ilustración 49. Cubo del espacio experimental junto con los valores obtenidos de K. .	64
Ilustración 50. Gráfica de Resultados Predichos vs Resultado Obtenidos de K. ....	64
Ilustración 51. Impacto de la Velocidad sobre K. ....	65
Ilustración 52. Impacto de la Fuerza sobre K. ....	65
Ilustración 53. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para K. Impacto de la Fuerza sobre la Velocidad. ....	66
Ilustración 54. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para K. Impacto de la Velocidad sobre la Fuerza. ....	66
Ilustración 55. Superficie 3D generada para los valores de K mediante el experimental. ....	67
Ilustración 56. Contorno generado de los valores de K en función de Fuerza y Velocidad. ....	67
Ilustración 57. Probeta tras ser ensayada donde se puede apreciar la huella generada. ....	69
Ilustración 58. Cubo del espacio experimental junto con los valores obtenidos de la huella generada. ....	71
Ilustración 59. Gráfica de Resultados Predichos vs Resultado Obtenidos de la huella generada. ....	71
Ilustración 60. Impacto de la Fuerza sobre la huella generada. ....	72
Ilustración 61. Impacto de la Velocidad sobre la huella generada. ....	72
Ilustración 62. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para la huella generada. Impacto de la Velocidad sobre la Fuerza. ....	73
Ilustración 63. Interacciones entre Fuerza y Velocidad para la huella generada. Impacto de la Fuerza sobre la Velocidad. ....	73
Ilustración 64. Superficie 3D generada para los valores de la huella generada mediante el experimental. ....	74
Ilustración 65. Contorno generado de los valores de huella generada en función de Fuerza y Velocidad. ....	74
Ilustración 66. Imágenes obtenidas mediante el microscopio estereoscópico. ....	75
Ilustración 67. Probeta ensayada tribológicamente en condiciones extremas. ....	76
Ilustración 68. Imagen de probeta ensayada a fuerza y velocidad bajas "pista 2301".	77
Ilustración 69. Imagen de probeta ensayada a fuerza y velocidad bajas "pista 2302".	77
Ilustración 70. Imagen de probeta ensayada a fuerza y velocidad bajas "pista 2303".	77
Ilustración 71. Imagen de probeta ensayada a fuerza baja y velocidad alta "pista 2503". ....	78
Ilustración 72. Imagen de probeta ensayada a fuerza baja y velocidad alta "pista 2504". ....	78
Ilustración 73. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4001". ....	79
Ilustración 74. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4002". ....	79
Ilustración 75. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4003". ....	79

Ilustración 76. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad baja "pista 4004". ..... 80

Ilustración 77. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3601". ..... 80

Ilustración 78. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3602". ..... 81

Ilustración 79. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3603". ..... 81

Ilustración 80. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3604". ..... 81

Ilustración 81. Imagen de probeta ensayada a fuerza media y velocidad alta "pista 3605". ..... 82

## LISTADO DE TABLAS.

Tabla 1. Propiedades generales de la PK basada en CO, etileno y 6% de polipropileno (23 °C y 50% Humedad Relativa). [2] .....	14
Tabla 2. Propiedades proporcionadas por el fabricante. ....	27
Tabla 3. Parámetros del proceso de inyección.....	28
Tabla 4. Especificaciones técnicas del equipo empleado.....	31
Tabla 5. Valores reales de los niveles de cada variable del experimento.....	39
Tabla 6. Variables y niveles del DOE.....	41
Tabla 7. Valores de los niveles de las variables de la primera tanda de experimentos. .....	43
Tabla 8. Valores de los niveles de las variables de la segunda tanda de experimentos. .....	43
Tabla 9. Resultado del análisis del DOE para las variables a estudiar mediante el software Design Expert.....	43
Tabla 10. Resultados del pesaje de las muestras. ....	47
Tabla 11. Comparativa de los valores de absorción de la humedad obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros.....	48
Tabla 12. Resultados del ensayo de dureza Shore D. ....	50
Tabla 13. Comparativa de los valores de dureza obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. ....	50
Tabla 14. Resultados del ensayo de impacto (Charpy). ....	51
Tabla 15. Comparativa de los valores de resiliencia obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. ....	51
Tabla 16. Resultados del ensayo a tracción.....	53
Tabla 17. Comparativa de los valores de Deformación y Tensión de Rotura obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. ....	53
Tabla 18. Coeficiente de rozamiento observado en las probetas ensayadas. ....	54
Tabla 19. ANOVA de los valores de Coeficiente de Rozamiento. ....	56
Tabla 20. Bondad del ajuste del modelo para el Coeficiente de Rozamiento. ....	56
Tabla 21. Ecuación Final para $\mu$ en relación con los Factores del ANOVA. ....	56
Tabla 22. Comparativa de los valores de $\mu$ obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. [22] .....	61
Tabla 23. Valores de K para las probetas ensayadas. ....	62
Tabla 24. ANOVA de los valores de K. ....	63
Tabla 25. Bondad del ajuste del modelo para la K. ....	63
Tabla 26. Ecuación Final para K en relación con los Factores del ANOVA. ....	63
Tabla 27. Comparativa de los valores de $\mu$ obtenidos para la PK con los valores de otros polímeros. [22] .....	68
Tabla 28. Valores de la huella generada para las probetas ensayadas. ....	69
Tabla 29. ANOVA de los resultados de la huella generada.....	70
Tabla 30. Bondad del ajuste del modelo para la huella generada. ....	70
Tabla 31. Ecuación Final para la huella generada en relación con los Factores del ANOVA.....	70
Tabla 32. Condiciones de ensayo de las probetas fotografiadas. ....	75

## **ANEXOS.**

Gráficas de resultados obtenidos del tribómetro

Gráficas de los perfiles obtenidos del rugosímetro

Tabla de Coeficientes del DOE