

1. **Introducción**
2. **Ambiente Extremo, El espacio.**
3. **Lubricantes sólidos**
4. **Simulación espacial, Cámaras de simulación.**
5. **Técnicas de caracterización de superficies**
 - a. **XPS**
 - b. **AFM**
6. **Estudio en tiempo real, RGA en fricción.**
7. **Bibliografía**

Tribología en ambiente extremo

Lubricantes sólidos

Jesús Manuel Sobrado
Vallecillo
(sobradovj@inta.es)

1 - Introducción

Desde el comienzo de la era espacial con el lanzamiento del primer satélite espacial “Sputnik”, nos hemos dado cuenta de que nuestra tecnología ha tenido que adaptarse a los requisitos ambientales del nuevo entorno. En este entorno espacial las condiciones ambientales no son solo distintas a las de la Tierra, sino que son extremas, el caso más claro lo encontramos en la temperatura y en la ausencia presión y de gravedad, (excepto en la superficie de planetas). Esto nos ha obligado a desarrollar nuevos lubricantes que nos permitan la utilización de dispositivos mecánicos en el nuevo entorno [2], [3], [4], [12].

En vacío, al no existir un medio lubricante entre la superficie de dos cuerpos limpios que entran en rozamiento, cuando actúan el uno sobre el otro mediante una fuerza normal, son los átomos de ambos cuerpos los que entran en contacto en algunos puntos, debido a esto las fuerzas interatómicas son las que entran a formar parte de la fricción. En estos puntos se producen fenómenos de adhesión, que aumentan la fricción general de los cuerpos. Esta adhesión es un factor muy importante en vacío ya que genera daños irreversibles en la superficie y causa una alta fricción que impide el movimiento relativo de una superficie sobre otra.

Un ejemplo claro de esta adhesión o de soldadura seca se produce en los manipuladores de las cámaras de vacío cuando se realizan transferencias a presiones de 10^{-10} mbar. El portamuestras de Tántalo, ha de deslizarse sobre un soporte de acero inoxidable, que hace las veces de horno y de intercambiador de calor con la muestra que se encuentra adherida al portamuestras de Tántalo.

El objetivo de este trabajo es mostrar el estado del arte en los nuevos lubricantes destinados al ambiente espacial, focalizando en los lubricantes sólidos, mostrando sus características, propiedades y ventajas. Hablaremos un poco de cómo se prueban los lubricantes sólidos mediante cámaras de simulación y describiremos nuevas y poderosas herramientas de análisis in situ en vacío, que nos muestren la composición química de las superficies mediante XPS, imágenes a escala atómica mediante AFM y estudios de desorción mediante espectrometría de gases RGA.

2 - Ambiente extremo, el espacio

Fuera de la atmosfera de nuestro planeta La Tierra, contamos con condiciones meteorológicas distintas a las de nuestra superficie. En un ambiente espacial destacamos como variables meteorológicas más importantes las siguientes: La Temperatura ambiental y superficial (importante en objetos planetarios, como Marte, Tritón o Europa), la presión, la composición de gases y por último la radiación.

El elemento diferenciador de un ambiente espacial es la presión ambiental, más bien la ausencia de presión. En la superficie de la Tierra nos encontramos a una presión del orden de 1000mbar con una composición gaseosa compuesta principalmente de Nitrógeno y Oxígeno, que además esta a una temperatura promediada de 300K. En un ambiente como el que se puede encontrar la estación espacial internacional, tenemos una presión de 10^{-4} mbar, con una composición principalmente de Hidrógeno, y una variación de temperatura entre el día y la noche que fluctúa entre 100K y 350K, y a esto le tenemos que añadir la radiación Ultravioleta y de partículas ionizantes provenientes del espacio. En el caso de la superficie del planeta Marte, la presión es del orden de 10mbar, con una composición gaseosa en un 95% de CO₂, y una variación de temperatura entre 135K y 280K, en la que al haber una atmosfera muy tenue, es muy importante la incidencia de radiación UV [7].

Con estas variables, nos damos cuenta que el principal elemento diferenciador es la *presión de vapor* definida como la presión en la que un cuerpo comienza a desgasificar o sublimar en condiciones de equilibrio, es decir en la que la fase solida o líquida se encuentra en equilibrio dinámico con el vapor a una determinada temperatura. Al encontrarse un cuerpo en condiciones de vacío este comienza a desgasificar para entrar su superficie en equilibrio, por lo que los materiales adecuados en vacío son aquellos con una baja presión de vapor, como son el acero inoxidable 316L, cobre OFHC (Oxygen Free High Conductivity), Tántalo, Tungsteno, y aislantes como Alúmina.

Un cuerpo en vacío debe presentar ciertas propiedades que lo conviertan en un buen candidato a ser usado en misiones espaciales y en cámaras de vacío, estas propiedades aplicadas para lubricar son las siguientes:

- Baja presión de vapor en condiciones de UHV (ultra alto vacío)

- No se vea afectado por cambios bruscos de temperatura, desde temperaturas criogénicas a altas temperaturas.
- Pueda recibir altas dosis de radiación que no modifiquen sus propiedades mecánicas

Los mejores lubricantes que cubren estas propiedades son los lubricantes sólidos, como el PTFE, MoS₂ y el WS₂.

3 - Lubricantes sólidos

Definimos un lubricante sólido como cualquier material usado como monocapa en una superficie de un material, para darle protección durante el movimiento relativo con otro cuerpo y reducir la fricción y el desgaste. La lubricación sólida es conocida también como autolubricación y permite que dos materiales sólidos entren en contacto con unos bajos índices de fricción [1], [4].

En el campo de la tribología en vacío, los lubricantes sólidos son usados cuando los requisitos tecnológicos no permiten la utilización de lubricantes líquidos, además son menos caros que muchos de los sistemas de lubricación basados en aceites y grasas.

Lubricantes sólidos	Lubricantes líquidos
Muy baja presión de vapor	Alta presión de vapor
Operación en cualquier rango de temperatura	Viscosidad y presión de vapor dependiente de la temperatura
No existe migración del lubricante	Requiere sellado
Vida corta en atmosfera de aire	Vida larga en aire y también en vacío
Fricción es independiente de la velocidad	Fricción es dependiente de la velocidad
La vida del lubricante está marcada por el desgaste	La vida del lubricante está marcada por su degradación
Baja conductividad térmica	Alta conductividad térmica
Eléctricamente conductor	Aislante eléctrico

Tabla 1: En la tabla de arriba se muestra una comparación entre lubricantes sólidos y líquidos, algunas de sus principales propiedades en tribología.

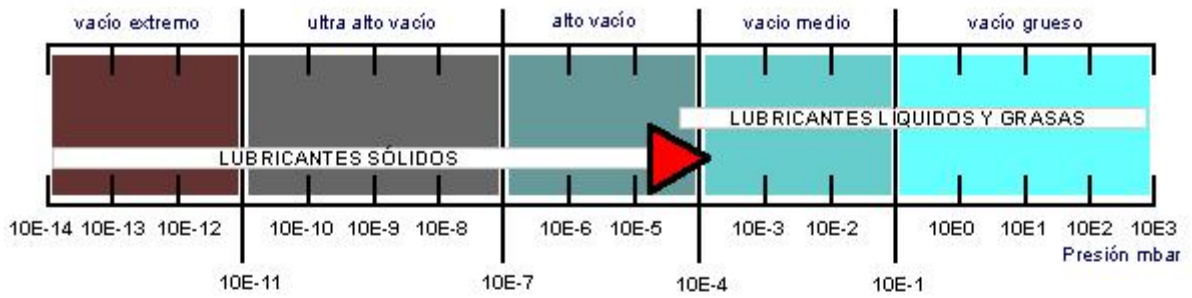


figura 1:rangos de funcionamiento para distintos lubricantes en **VACÍO**

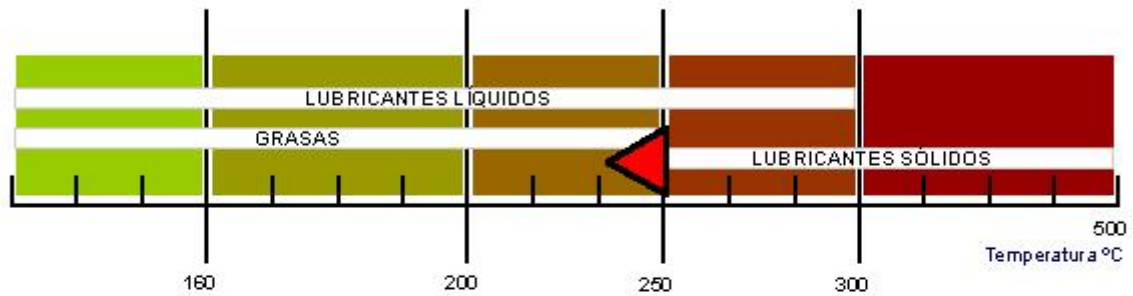


figura 2:rangos de funcionamiento para distintos lubricantes en **ALTA TEMPERATURA**

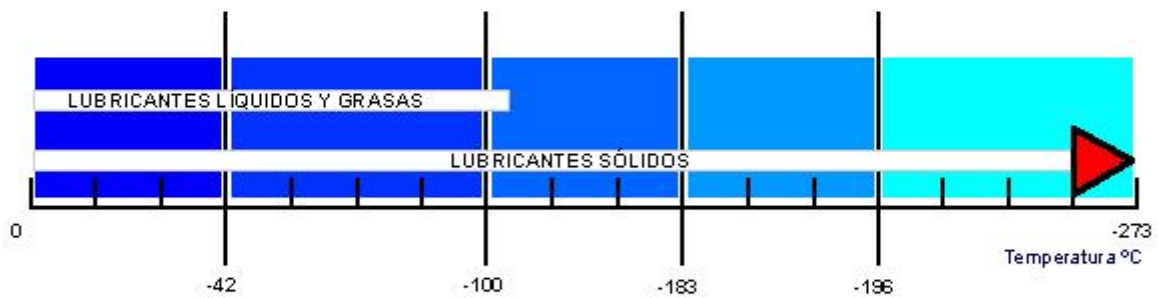


figura 3:rangos de funcionamiento para distintos lubricantes en **BAJA TEMPERATURA**



figura 4:rangos de funcionamiento para distintos lubricantes en **AMBIENTE RADIATIVO**

Los lubricantes sólidos permiten reducir peso, simplifican la lubricación y mejoran materiales y procesos de lubricación, ya que hay muchos procesos en los que los lubricantes líquidos son ineficaces y por tanto no deseables. Estos procesos están debidos a cambios en el entorno, a la presión, la temperatura y la radiación que afectan a la eficiencia del lubricante y no solo en la industria espacial, también en la industria alimentaria donde no es deseable la contaminación con vapores procedentes del lubricante, o en la industria automovilista donde la lubricación solida permite hacer automóviles más eficientes.

Aceites lubricantes y grasas no pueden usarse en muchas aplicaciones debido en algunos casos a la dificultad de aplicación o de sustitución cuando el lubricante se ha deteriorado, y también debido a factores de peso o de condiciones ambientales. En el entorno de vacío o espacial se prefieren los lubricantes sólidos ya que se evita el riesgo de contaminación debido sobre todo a la desgasificación. Además a altas temperaturas los lubricantes líquidos tienden a descomponerse y oxidarse y a temperaturas criogénicas, se vuelven muy viscosos y dejan de ser efectivos, mientras que los lubricantes sólidos operan en ambos rangos manteniendo bajos coeficientes de fricción, y por ultimo en ambientes radiactivos los lubricantes líquidos tienden a descomponerse y finalmente a contaminar.

La tendencia actual en la industria aeroespacial es la de ir reemplazando en la medida de lo posible los lubricantes líquidos por otros sólidos, ya que bajo condiciones de alto vacío, temperaturas criogénicas, radiación, entorno espacial o corrosivo, son los únicos lubricantes que permiten que un sistema mecánico funcione con éxito.

El lubricante solido, que más éxitos ha cosechado, con un bajo coeficiente de fricción es el MoS₂ (di sulfuro de molibdeno). Este se encuentra en forma de monocapas sobre el material que finalmente queremos lubricar, además también hay otros lubricantes sólidos como el WS₂ (di sulfuro de Tungsteno), o el PTFE (politetrafluoretileno) y algunos otros como la Plata y el Oro. El avance en técnicas de CVD (Chemical Vapour Deposition), ha permitido que materiales cerámicos, polímeros y muchos metales puedan ser usados al incorporarles capas de materiales lubricantes.

El mayor riesgo de los lubricantes sólidos es la posibilidad de que se produzcan soldaduras secas en vacío. Como hemos dicho los lubricantes sólidos han sido diseñados para aplicaciones tribológicas en vacío, en los que no solo poseen bajos

coeficientes de fricción (0.01 a 0.1), sino que además mantienen una buena durabilidad y estabilidad ambiental. La habilidad de un lubricante para permitir a las superficies entrar en contacto sin dejar marcas, residuos, agarrotarse y soldarse entre sí o cualquier otra manifestación de destrucción en un entorno hostil, lo convierten en un buen lubricante. Para los lubricantes sólidos el coeficiente de fricción es función del desgaste por lo que bajo condiciones que favorezcan este desgaste puede favorecer una alta adhesión interfacial entre los substratos que forman el material de fricción, fenómenos de marcas o arañazos en los lubricantes son muy importantes ya que indican el comienzo de altos coeficientes de fricción, y adhesión con resultados catastróficos.

Para probar los lubricantes sólidos existen varias posibilidades, desde el uso de tribómetros, que realizan las medidas fundamentales de los lubricantes bajo varias condiciones, dando resultados rápidos que son comparables fácilmente y permitiendo realizar multitud de medidas desde el coeficiente de fricción, el desgaste, los efectos del rozamiento, los efectos atmosféricos y medir el ratio de consumo o de gasto del lubricante, siendo la principal pega de este tipo de pruebas el que no realiza una simulación real de cómo actúa el mecanismo. El siguiente tipo de prueba es el análisis mediante componentes, que es un compromiso entre el tribómetro y el análisis de un sistema mecánico, mediante “slip rings, ball bearings y ball screws”. Este tipo de análisis es más complejo, requiere más tiempo, y se suele emplear en estudios de cómo se comportan los lubricantes en un largo periodo de tiempo. Por último está el análisis de todo el sistema o mecanismo, que simula las mismas condiciones ambientales, en modelos similares a los de vuelo [11]. Este tipo de test es el que muestra los resultados más precisos y reales, aunque son los más caros, los que más tiempo consumen, y requieren de una larga y costosa planificación y puesta en marcha. Es en estos casos donde entran las cámaras de simulación, ya que permiten la introducción de un modelo de vuelo y de ser probado en las mismas condiciones en las que se va a encontrar en su periodo de actividad en el espacio, además permite mediante tecnología de UHV que se puedan realizar estudios in situ de análisis químico, como XPS o RGA, dando una importante información tanto del lubricante, como del sustrato y del gas que se produce por efecto del rozamiento. Citaremos a continuación algunos ejemplos:

Primer ejemplo: Cómo se están desarrollando nuevas técnicas y procedimientos para estudiar el efecto de la fricción de manera dinámica. En el caso de UHV (ultra alto vacío), es muy importante la contribución del hidrogeno a presiones del orden de 10^{-7}

10^{-13} mbar, ya que es junto con el monóxido de carbono el único elemento que forma parte de la atmósfera en el interior de la cámara de vacío. Se están realizando estudios que permiten comprobar que parte de este hidrógeno se desprende del acero inoxidable cuando entra en contacto con rodamientos cerámicos de Alúmina. Este fenómeno aparece por ejemplo en el interior de las bombas Turbo moleculares, cuyo cuerpo es de acero y los rodamientos son de alúmina. Este fenómeno es muy importante ya que el hidrogeno es un elemento químico que solo puede ser absorbido mediante una bomba NEG (Non Evaporable Getter).

Para estudiar este fenómeno hay que construir un tribómetro especial que permita experimentos de tribodesorción de hidrogeno estimulado por la fricción de alúmina en acero inoxidable [9], [10]. En este tribómetro de vacío, tenemos que adaptar un capilar que mediante bombeo diferencial sea capaz de absorber el residuo de desorción de la fricción y llevarlo hasta un cuadrupolo, que nos permita ver qué elementos y con qué frecuencia aparecen como resultado de la fricción.

Se observa que la presión de hidrógeno durante la fricción aumenta exponencialmente hasta un valor constante, una vez que la fricción desaparece el valor del hidrogeno disminuye hasta su valor inicial, que es el residual de la cámara de vacío. Lo más relevante del experimento es que la desorción del hidrogeno es dependiente de la fuerza normal con que se aplica la alúmina sobre el acero, lo que significa que la fuente de tribodesorción del hidrogeno se encuentra en el interior del acero. De experimentos de este tipo podemos llegar a resultados tan concluyentes como que en una cámara de acero inoxidable 316L, el máximo vacío que podemos llegar esta sobre 10^{-13} mbar, ya que el hidrogeno que es el principal elemento que se encuentra a estas presiones se encuentra en el interior de la paredes de la cámara de vacío y se esta desorpiendo constantemente.

Segundo ejemplo: Estudios de cómo depende la presión en las propiedades tribológicas de monocapas de elementos que parten del Titanio, Ti, TiO₂, TiN. El experimento parte de la creación de monocapas de Ti, o algún derivado de los citados sobre un sustrato de acero inoxidable 304SS [5]. Esta caracterización se comprueba químicamente mediante un XPS y mediante imágenes de resolución atómica a través de un AFM. El Ti es un elemento duro, con una gran resistencia a la abrasión y un peso muy ligero, que lo convierten en un buen candidato en aplicaciones espaciales. A altas presiones 10^{-4} mbar,

el TiN muestra un ratio de desgaste menor con un bajo coeficiente de fricción (0.1). Sin embargo a bajas presiones del orden de 10^{-7} mbar, el ratio de desgaste es similar en los tres derivados de Ti y el que muestra un menor coeficiente de fricción es el TiO_2 (0.3). Quizá bajo ciertas condiciones el TiO_2 se convierta en un buen candidato como material a emplear en vacío.

4 - Simulación espacial, cámaras de simulación.

Como se ha descrito en apartados anteriores, el principal inconveniente de los nuevos lubricantes sólidos destinados a aplicaciones espaciales, es el alto coste de llevar hasta el espacio dispositivos electromecánicos para ser probados en condiciones adecuadas que garanticen su fiabilidad y durabilidad con un rendimiento óptimo. Si a esto se le añade la adaptación que necesitan estos sistemas de testeo debido a la naturaleza de las misiones espaciales, su minimización de peso y volumen así como la capacidad para ser operados remotamente, es casi imprescindible el desarrollo de estrategias en la Tierra, que permitan el funcionamiento tanto de los lubricantes como de los sistemas de pruebas.

Debido a todo esto se han desarrollado cámaras o sistemas de simulación de ambientes interestelares y planetarios, para las principales variables atmosféricas, como es la presión total y parcial de gas, la temperatura en la muestra y la ambiental, y en la medida de lo posible la radiación y tormentas de polvo (simulación de superficies planetarias, como es el caso de Marte). Quedando como única variable no controlable en laboratorio la gravedad. Controlando las variables P, T, composición de gases y radiación dentro de unos rangos, se puede llegar a simular condiciones bastante parecidas a las que se puede encontrar un sistema en un entorno planetario. Otra ventaja de estos sistemas de simulación es que se les puede incorporar instrumentación para comprobar el efecto de la fricción en tiempo real por estudios de desorción de gas mediante un cuadrupolo (ver capítulo 6), así como estudiar los componentes en

cualquier fase del experimento y ver su desgaste mediante técnicas de análisis de superficies como XPS y AFM (ver capítulo 5) [7], [8].

Presentamos en este capítulo un esquema de una cámara de simulación de ambiente Marciano, en el que un factor muy importante para estudios de tribología es la supresión de vibraciones, que afectan a las medidas mecánicas de precisión, por lo que hay que emplear estrategias que permitan una minimización de las vibraciones que provienen normalmente de las bombas de vacío.

MARTE es el nombre de la máquina de vacío, preparada para la simulación de las condiciones atmosféricas de MARTE, englobando, la presión y composición de gases parcial, la temperatura ambiental, la generación de polvo, la irradiación solar, y la creación de tormentas de viento.

La cámara se compone de una tapa superior y otra inferior y de un cuerpo principal. La unión de todos los elementos se realiza mediante juntas de vacío LF (E-8mbar). Se optó por este tipo de diseño debido a su versatilidad, facilidad y rapidez de cierre. De este modo se puede ampliar o disminuir su volumen en pocos minutos, además de cambiar el ángulo relativo de todos los elementos mediante el giro de las tapas.

Para la generación de la **composición de gases**, primero es necesario realizar vacío con una bomba primaria, como una rotativa, dejando nuestra presión en niveles de E-3mbar. El objetivo de esta bomba es limpiar de contaminantes el interior de nuestra cámara de vacío. Una vez realizado esto, introduciremos en la cámara nuestra composición de gases de MARTE, dejando la presión total en un valor entre 1 y 10mbar, esto se realiza mediante una válvula de paso automática conectada a un manómetro Pirani, siendo este proceso dinámico, es decir nuestra bomba de vacío funciona continuamente. El siguiente paso es el de **enfriar** el interior de nuestra **cámara de vacío**, para ello se introduce Nitrógeno líquido, en la parte inferior de la cámara de vacío, donde se encuentra el portamuestras, se trata de una plataforma metálica hueca en cuyo interior se forma una cama de Nitrógeno líquido, estando en la parte inferior una resistencia eléctrica que permita calentar el mismo, pudiendo de este modo controlar la temperatura en la superficie. Además de contar con este portamuestras, el interior de la cámara se encuentra rodeado de un serpentín, que hace de intercambiador de calor en todo el volumen interior. Es muy importante a partir de aquí controlar el valor de la presión

mediante la entrada de gas, ya que la enfriar la cámara de vacío bajamos la presión considerablemente, por lo que el consumo de gas es mayor de este modo.

El siguiente paso es la **introducción de polvo** en la cámara de vacío, para ello en la parte superior de la cámara se encuentra el sistema de introducción de polvo, que consta de una pequeña cámara de vacío con ventana rápida. La comunicación con la cámara de vacío se realiza mediante una electroválvula neumática de accionamiento rápido. Para la introducción de polvo debemos dejar nuestra cámara a una presión ligeramente superior a la de la cámara principal, en ese momento, con nuestro sistema de tamices piezoeléctricos realizamos una dispersión de las partículas de polvo por toda la cámara, a la vez que abrimos nuestra válvula neumática controlando el tiempo de exposición.

De manera independiente conectamos nuestra **lámpara ultravioleta** de deuterio, para simular las condiciones de irradiación solar.

Por último en la base de nuestro portamuestras contamos con varios **ventiladores de vacío**, que generan un cambio en la velocidad de flujo de las partículas de polvo, produciendo el efecto de las tormentas de viento.

Las principales **aplicaciones** de esta cámara es el testeado de dispositivos electro-mecánicos en condiciones ambientales extremas como es el caso de MARTE, con objeto de probar la fiabilidad y la respuesta en las medidas mediante la combinación de parámetros como son la presión, temperatura, polvo, e irradiación ultravioleta, de nuevos instrumentos con objeto de ser enviados al espacio en futuras misiones espaciales.

Simulación de **MARTE**:

- Composición gaseosa: Ar 1.6 %; CO₂ 95%; H₂O 0.6%; N₂ 2.6%
- Temperatura: 150°K < T < 280°K
- Presión: 7 mbar
- Tormentas de viento: 70 Km/h
- Polvo: Partículas de hierro

En la imagen de la página siguiente se muestra el esquema de control de presión y de gases de la cámara de simulación de MARTE, así como toda la instrumentación necesaria para ello.

5 - Técnicas de caracterización de superficies. XPS y AFM

Presentamos aquí dos importantes técnicas de caracterización de superficies. La primera XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy), nos muestra la composición química y el estado electrónico de los elementos que forman la superficie. La segunda técnica AFM (Atomic Force Microscopy), nos dibuja a escala atómica la superficie. Con estas dos técnicas es posible caracterizar una superficie y estudiar los efectos de la acción de lubricantes sólidos en entornos de vacío, como es el caso del espacio [7].

XPS (X-RAY Photoelectron Spectroscopy)

Se trata de una técnica de análisis, para obtener información química de superficies de materiales sólidos.

Objetivo: Determinar la composición y el estado químico de los elementos presentes en la superficie de materiales sólidos. Materiales aislantes y conductores, pueden ser analizados en áreas de unas pocas micras.

Requisitos: La muestra a estudiar se debe encontrar en condiciones de ultra alto vacío (mejor que E-9), y ser expuesta en estas condiciones frente a una fuente monocromática de rayos X de baja energía.

Funcionamiento: La superficie de la muestra es irradiada por los fotones que provienen de una fuente de rayos X, en condiciones de ultra alto vacío. La fotoionización que tiene lugar y los electrones (fotoelectrones) con una energía cinética e_k , serán recolectados. E_k y $h\nu$ están relacionadas mediante la expresión de Einstein $e_k = h\nu - E_b$, donde E_b es la energía de ligadura del nivel de Fermi (E_f). La energía de estos electrones es función directa de la energía de ligadura característica de los átomos presentes en dicha superficie. De esta manera los fotoelectrones de interés, poseen relativamente poca energía cinética. Puesto que los niveles están cuantizados la distribución en energía cinética que proporciona $n(e)$ consiste en una serie de bandas discretas que, esencialmente refleja la estructura electrónica de los átomos en la muestra. Esta energía determina el espectro XPS de un compuesto químico. XPS es una técnica de superficies, ya que solamente los electrones que se encuentran en los átomos en la superficie, pueden escapar y ser detectados. Los que se deben a las colisiones inelásticas dentro de la superficie (20 a 50 Ångstrom), no pueden escapar con la suficiente energía para ser detectados.

Información analítica:

- **Análisis elemental:** Se determina un espectro que identifica los elementos atómicos presentes en la superficie, en una profundidad de hasta 20 Ångstrom. Todos los elementos, excepto el hidrogeno y el helio son detectados.
- **Análisis químico:** Se determina además el estado químico de cada elemento a través de su energía de ligadura. Se pueden detectar concentraciones elementales muy bajas (0.1%), de este modo se puede determinar el estado de oxidación del átomo, los enlaces químicos y la estructura cristalina. Existen tablas con las energías de ligadura de todos los elementos químicos presentes en la naturaleza.
- **Composición en sistemas multicomponente:** Se puede identificar la concentración de los elementos en los espectros, y determinar el área que ocupan cada uno de los máximos de esos espectros. Por medio de estos patrones de estudio, se determina la concentración química de los constituyentes presentes en la superficie.
- **Espesores en el crecimiento y de capas delgadas y moleculares.**

Aplicaciones:

- Análisis de contaminantes en películas delgadas
- Medida de la composición química
- Cuantificación de los perfiles de concentración de compuestos en superficies
- Identificación del estado químico de la superficie en películas delgadas

Ventajas:

- Información química a partir de corrimientos en energía de fotoelectrones.
- Daño al haz mínimo. Mínimos efectos de carga.
- Rápida recogida de espectros (< 5 minutos).
- Cuantificación con precisión, mejor que el 10%.
- Gran reproducibilidad. Estrecho rango de sensibilidad.
- Accesible base de datos.

Desventajas:

- Posibilidades limitadas, para análisis de áreas muy pequeñas.
- No se puede utilizar en muestras muy aislantes.

- Información solo superficial

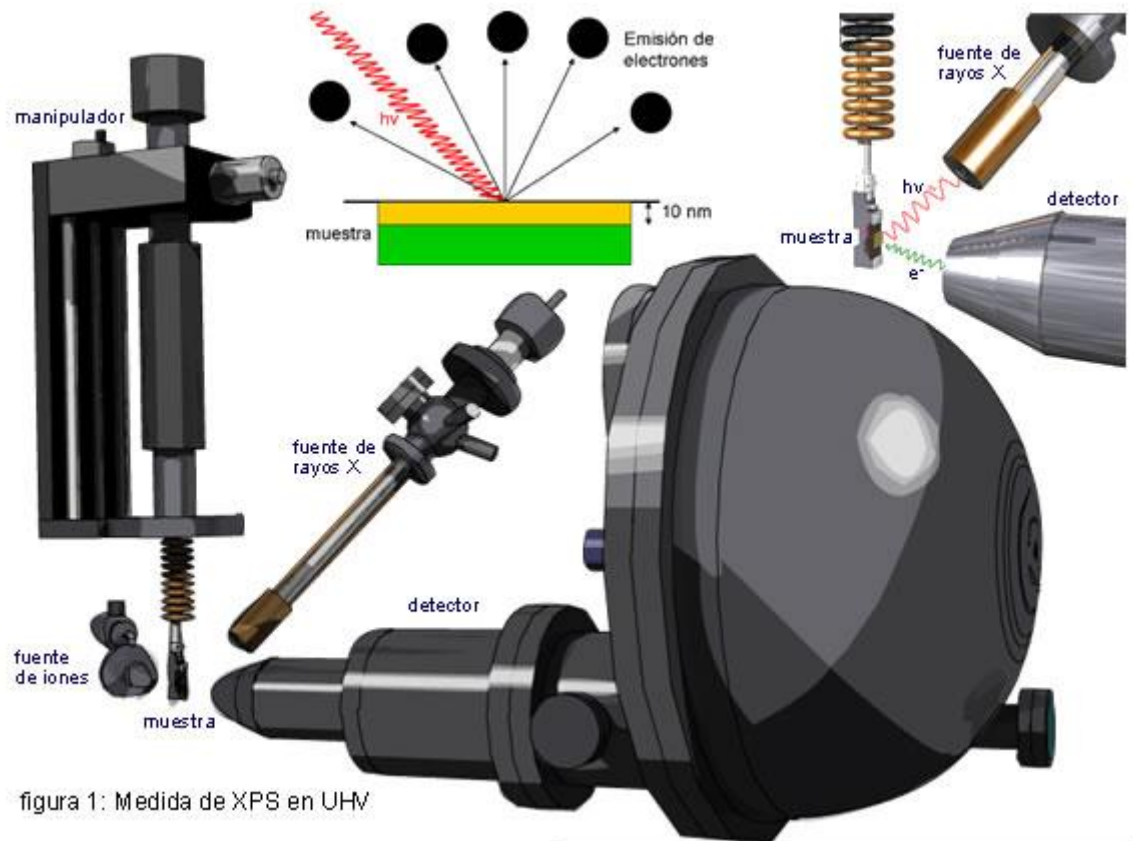


figura 1: Medida de XPS en UHV

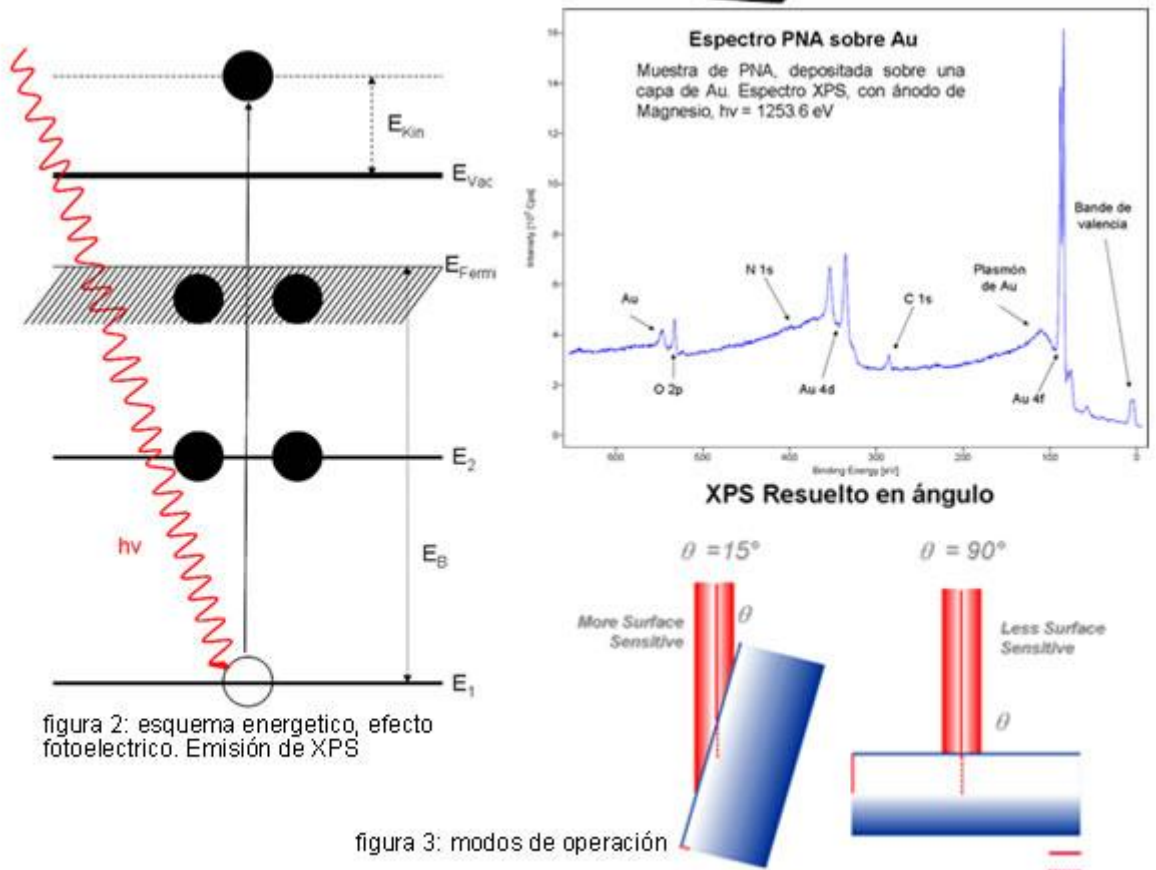


figura 2: esquema energetico, efecto fotoelectrico. Emisión de XPS

figura 3: modos de operación

AFM (Atomic Force Microscopy)

El microscopio AFM permite la resolución de átomos individuales tanto de superficies conductoras como aislantes, siendo esta propiedad una gran ventaja con respecto al microscopio de efecto túnel.

En este tipo de microscopio, un conjunto de fuerza sensible formado por un fleje punta “cantiléver stylus”, es barrido en un rastreo programado sobre la superficie de la muestra. El campo de fuerzas actúa entre la superficie de la muestra y el fleje (cantilever) provocando ligeras desviaciones del fleje que se detectan mediante un sistema óptico. Al igual que en el STM el movimiento del cantiléver se efectúa mediante un sistema de piezoeléctricos, en los más modernos mediante un tubo piezoeléctrico. Durante un barrido, se mantienen constante el campo de fuerzas sobre la punta en movimiento hacia arriba y hacia debajo de la punta, que entonces proporciona información topográfica. La gran ventaja del microscopio de fuerzas atómicas es que es aplicable a muestras no conductoras, pudiéndose realizar medidas incluso en el interior de medios acuosos o líquidos.

En el AFM un haz procedente de una fuente de radiación LASER es reflejado por el fleje a un fotodiodo segmentado que detecta el movimiento de la sonda. La lectura de salida del fotodiodo controla entonces, el campo de fuerzas aplicado en la punta de tal manera que este permanezca constante, produciendo se un efecto análogo al que se produce en el STM con el control de la corriente. Es decir, se realimenta la posición de la muestra para mantener constante la fuerza entre la punta y la muestra.

Partes del microscopio:

- Laser: Proporciona la señal óptica de referencia de las medidas
- Cantilever (fleje más punta), es el parámetro más importante en el AFM, ya que de él dependen sus características. En la actualidad este elemento se fabrica en bloque a partir de obleas de silicio, óxido de silicio, o nitrúro de silicio. Los flejes y las puntas son muy pequeños y delicados. Los flejes típicos son de unas pocas decenas de micras de longitud, menores de una micra de espesor. Las puntas con forma de pirámide o de cono tienen unas pocas micras de anchura y en la base.
- Fotodiodo. Capta la señal reflejada del Laser, cuando rebota en el cantilever

- Cámara atmosférica: Accesorio, cuando se quieren realizar medidas in situ de muestras biológicas en ambientes especiales, como atmosferas de baja presión o elevada humedad relativa.
- Mesa antivibratoria: Mantiene todo el microscopio alejado de posibles ruidos del exterior.
- Sistema de adquisición de datos

Modalidades de trabajo:

- Trabajo por contacto; En este caso la punta está en contacto constantemente con la superficie de la muestra y ejerciendo una fuerza que en algunos casos puede dañar la superficie, lo que ocasiona una distorsión en la imagen. Este problema es importante en materiales blandos, como las muestras biológicas, polímeros y algunos materiales semiconductores como las obleas de silicio. Este modo es el usado normalmente en la caracterización de superficies de desgaste por fricción.
- Trabajo por contacto intermitente “Tapping”; En este caso y para evitar problemas de daño por la punta, se trabaja en la modalidad de contacto intermitente, el que se obliga a oscilar el cantiléver a una frecuencia de unos pocos Kilohertzios. Esta oscilación se genera de manera externa y se controla de manera independiente, haciendo de tal modo que la punta entre en contacto con la superficie solamente en el mínimo de las oscilaciones.

Aplicaciones:

- Imágenes de ADN, cromatina e interacciones de proteína/enzima, membranas de virus, etc,...
- Imágenes en medio acuoso
- Imágenes producidas en el interior de cámaras atmosféricas especiales para control en tiempo real.

6 - Estudio en tiempo real, RGA en fricción

Conocer que es lo que ocurre en tiempo real cuando dos cuerpos entran en fricción, aporta una valiosa información, sobre la caracterización superficial de ambos cuerpos. En el espacio, al contar con una presión parcial de gas muy baja, por debajo de 5×10^{-5} mbar, aporta una gran ventaja en el estudio de la desorción cuando dos elementos entran en contacto y se produce un fenómeno de fricción. El estudio del efecto de esta desorción gaseosa se realiza mediante un espectrómetro de masas controlado en radiofrecuencia, este aparato de medida se conoce como cuadrupolo en RF [7].

Cuadrupolo en RF, radio frecuencia

Un analizador cuadrupolar consiste básicamente de una fuente de electrones que produce iones por colisiones con las moléculas del gas, un cuadrupolo que produce variaciones en las trayectorias de los iones dependiendo de su relación carga-masa y un detector que mide el número de iones (intensidad) que no han sido deflectados.

El principio operativo de los espectrómetros de masas consiste en someter a los iones existentes en un volumen a un campo electromagnético de manera que sigan diferentes trayectorias de acuerdo a sus diferentes relaciones masa-carga (m/e). El analizador de gases cuadrupolar emplea un cuadrupolo que genera un campo eléctrico variable.

Variando la elección de U y V podremos elegir diferentes iones y medir el número de iones en cada caso, obteniendo una medida de la presión parcial de los diferentes gases en un entorno determinado.

Lo más significativo del cuadrupolo es el sistema separador de iones, a través de un cuadrupolo, los iones describen espirales en relación a su masa/carga, como consecuencia del campo hiperbólico al que se ven sometidos. Esto es como consecuencia de la combinación entre un campo producido por DC y AC.

$$U + V \cos \omega t$$

La longitud del sensor y el sistema separador, es del orden de 15cm, en sistemas de UHV, para sistemas de XHV, puede ser de mayor longitud, de este modo el camino libre medio de los iones, debe ser mayor de 15cm, por ejemplo: para aire y nitrógeno a 5×10^{-5} mbar corresponde a 60cm, siendo esta la presión mínima a la que puede funcionar el

espectrómetro de masas. Otro ejemplo: Si deseamos medir con presiones del orden de E-12mbar, la longitud el cuadrupolo puede ser reducida de 12cm a 2cm.

Evaluación de los espectros:

- En el caso de isótopos, hay que tener en cuenta distintos isótopos con distinto número atómico (diferente masa e igual número atómico)
- Dependiendo de la energía de impacto de los electrones, los iones pueden estar ionizados múltiplemente. Para cada tipo de Ion, hay una energía umbral asociada
- Ionización específica de los gases, el número de iones formado por centímetro y mbar. Por la colisión de los electrones. Para la mayoría de los gases, la energía de los electrones se encuentra entre 80 y 110 eV.
- Los fragmentos de patrones, tienen una distribución característica en el espectro (se caracterizan en las tablas mediante %). La naturaleza de los fragmentos creados, y la posibilidad de múltiple ionización, depende de la geometría (diferente número de iones, depende de la longitud y del campo de ionización)

Sensibilidad del espectrómetro

La sensibilidad (S) del espectrómetro de masas, para un determinado gas, es la relación entre la corriente de iones (I+) recogida en el detector con respecto a la presión parcial (Pp) del mismo en la fuente de ionización.

$$S_{Ar} = \frac{I_{Ar}}{P_{Ar}}$$

Para determinar la sensibilidad es necesario especificar la corriente de emisión del filamento, la energía electrónica y el valor de resolución

Para conseguir resultados óptimos de caracterización con el cuadrupolo, es necesario seguir algunas normas:

- En caso de realizar experimentos con una presión mayor de E-5mbar, es necesario realizar las medidas mediante un sistema de bombeo diferencial que permita mantener encendido el Channeltron del cuadrupolo (multiplicador de iones), para obtener de esta manera la mayor resolución posible. Normalmente esta es el caso de aplicación en la simulación Planetaria como es el caso de Marte a 7 mbar.

- Colocar el cuadrupolo, lo más cercano que se pueda al experimento de fricción, siguiendo la misma dirección de bombeo, de este modo se facilita la ionización de los gases que queremos estudiar como resultado de la fricción.

7 - Bibliografía

- [1] Considerations in vacuum **tribology** (adhesion, friction, wear, and solid lubrication in vacuum). Kazuhisa Miyoshi, **Tribology International** 32 (1999) 605-616
- [2] A Space **Tribology Handbook**, E.Wyn Roberts and M. Eiden
- [3] Space **Tribology**, William R. Jones, Jr. and Mark J. Jansen, NASA/TM-2000-209924
- [4] **Tribology** for space applications, W R Jones Jr and M J Jansen, J. Engineering Tribology
- [5] Vacuum Pressure Dependence of the **Tribological** Properties of Ti, TiO₂ and TiN Thin Films, Michiko Sasaki et al, Electrical Engineering in Japan, Vol. 149, No. 3, 2004
- [6] X-Ray Photoelectron Spectroscopy and **Tribology** studies of Annealed Fullerene-like WS₂ Nanoparticles, F. Kopnov et al
- [7] <http://www.electronvoltio.com>
- [8] A chamber for studying planetary environments and its applications to astrobiology, E. Mateo-Martí, O. Prieto-Ballesteros, J.M. Sobrado, J. Gómez-Elvira and J.A. Martín-Gago, Meas. Sci. Technol. 17 (2006) 2274-2280
- [9] Surface-induced reactions of adsorbed hydrogen under **mutual mechanical forces**, R.A. Nevshupa, J.L. de Segovia, E. Roman. Vacuum 80 (2005) 241-246
- [10] Origin of hydrogen desorption during **friction** of stainless steel by alumina in ultrahigh vacuum, R. A. Nevshupa, E.Roman, J.L. de Segovia, J. Vac. Sci. Technol. A 26(5), Sep/Oct 2008
- [11] The vacuum **tribology** model (VTM) of Tribolab, I. Garmendia, A. Landaberea, E. Anglada, R. Fernández-Sanz, R. Santiago, F. Herrada, J.M. Encinas
- [12] **Tribology** for Spacecraft. European Space Tribology Laboratory. Course May 1996.