

4 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.1 MATERIALES UTILIZADOS PARA LA CONFORMACIÓN EN ESTADO SEMISÓLIDO

4.1.1 Lingote de Rheocasting A357

Lingote de Rheocasting suministrado por Pechiney (Aleación 67YS1 ALTHIX), obtenido por colada continua y agitación electromagnética, con la composición y

Procedimiento experimental

características que se indican en las Tablas 4.1 y 4.2. La designación de esta aleación según la norma ASTM B26 es A357.0 y EN AC-AISI7Mg0,6 según la norma EN 1706. La designación xxx.0 define en todos los casos aleaciones con una composición limitada aplicable al moldeo. La letra del prefijo (A, B,..) indica en orden decreciente la presencia de impurezas [Eng01].

Tabla 4.1. Composición (% en masa) del lingote A357 de Rheocasting.

Lingote Rheocasting "Pechiney"								
Si	Mg	Fe	Sr	Zn	Mn	Ti	Cu	Ni
6,02	0,55	0,12	0,0229	0,02	<0,01	0,02	<0,01	<0,01

Tabla 4.2. Características del lingote de Rheocasting.

Denominación	Características		
	Ø	L	δ
ALTHIX67YS1	76,2 mm	2600 mm	2,52

Esta aleación está compuesta básicamente por silicio (6-7,5%) y magnesio (0,6%). Es una aleación común de fundición, con buenas características de colada y buenas propiedades mecánicas, aceptable maquinabilidad y con posibilidad de ser tratada térmicamente.

El silicio se adiciona a las aleaciones de fundición para mejorar las condiciones de colada. El límite elástico y la resistencia a tracción se ven poco afectados con el aumento de silicio, pero la ductilidad del material decrece al aumentar el porcentaje de fase eutéctica [Bas01].

El magnesio se adiciona para producir la formación de precipitados coherentes de magnesio y silicio. El grado de endurecimiento depende de la cantidad, tamaño y forma de estos precipitados.

El hierro reacciona con el aluminio, silicio y magnesio para formar intermetálicos insolubles que actúan en detrimento de la resistencia y la ductilidad del material. La cantidad de magnesio disponible para el endurecimiento por envejecimiento decrece con la precipitación de intermetálicos de hierro [Cac99].

El estroncio se adiciona para modificar el silicio, que precipita en pequeños cristales de estructura fibrosa. Este cambio en la morfología incrementa la ductilidad. [Boi97].

4.1.2 Semicomponentes obtenidos por Thixocasting

Se han obtenido dos tipos de semicomponentes con aleaciones A356 y A357 (EN AC-AISi7Mg0,3 y EN AC-AISi7Mg0,6, respectivamente, según la norma EN 1076) cuya composición química se indica en la Tabla 4.3. Ambos han sido obtenidos con un molde cuyo plano se muestra en la Fig. 4.1. Han sido conformados en la planta de Thixocasting que la empresa Stampal tiene en Italia.

En la Fig. 4.2 se muestra la fotografía de uno de los semicomponentes.

Tabla 4.3. Composición (% en peso) de los semicomponentes.

A357							
Al	Si	Mg	Fe	Sr	Zn	Mn	Ti
Base	7,45	0,597	0,103	0,0244	0,0172	0,0053	0,001
Cu	Ni	Sn	Ca	Pb	Cr	Na	
0,0022	0,0018	0,0018	0,001	<0,0005	0,0015	0,0003	
A356							
Al	Si	Mg	Fe	Sr	Zn	Mn	Ti
Base	7,12	0,335	0,08	0,0218	0,013	<0,0003	0,002
Cu	Ni	Sn	Ca	Pb	Cr	Na	
0,01	0,001	0,002	0,003	<0,0005	<0,0001	<0,0001	

Las condiciones de conformación para todos los semicomponentes se describen en la Tabla 4.4. Se han inyectado 18 series de semicomponentes combinando tres temperaturas de molde, tres presiones, tres energías y tres tipos de curva de

Procedimiento experimental

inyección (Fig. 4.3), con el objetivo de determinar las condiciones óptimas de conformación.

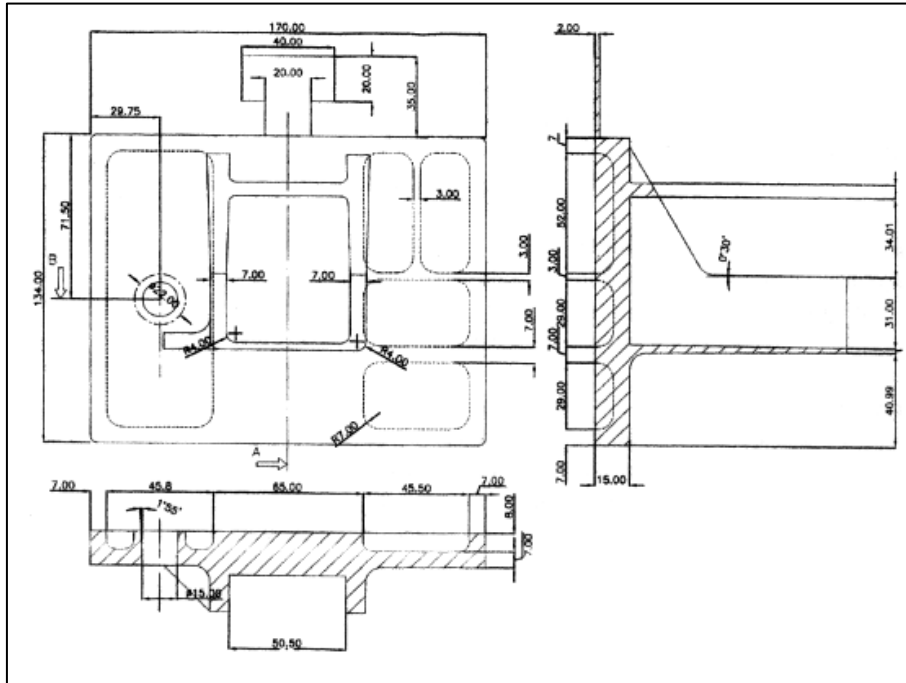


Figura 4.1. Muestra semicomponente para Thixocasting.

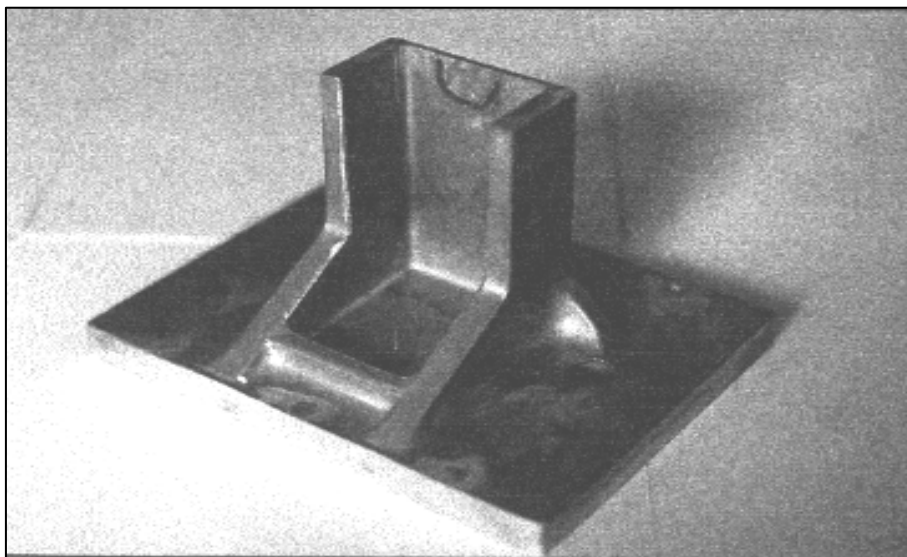


Figura 4.2. Semicomponente Thixocasting.

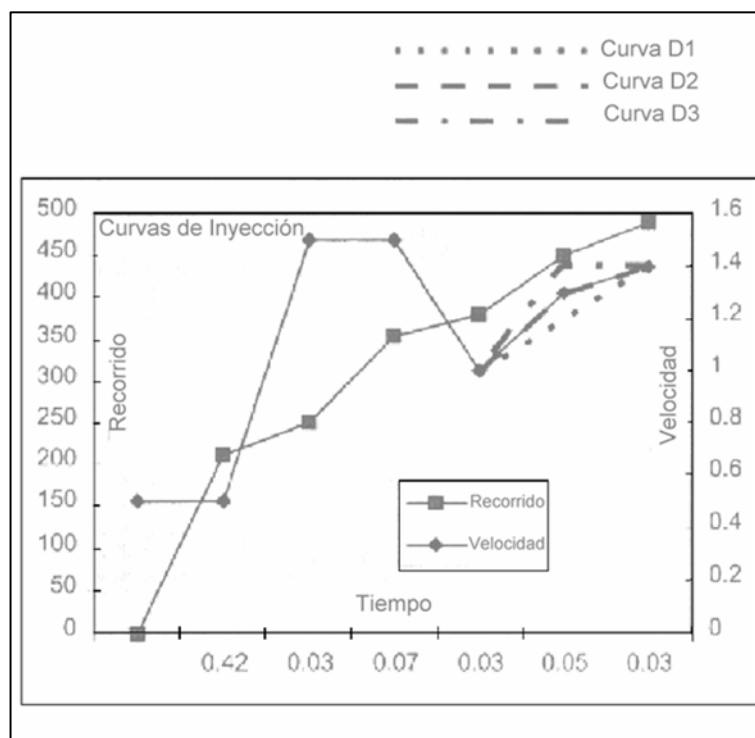


Figura 4.3. Curvas de inyección donde se muestra el recorrido del pistón y las tres curvas de velocidad programadas.

Tabla 4.4. Condiciones de conformación de los semicomponentes.

Prensa	Buhler SC 630 Tm
Horno de calentamiento	Inducción 50 Hz
Lingote	Ø=76 mm y L=165 mm
Peso bruto inyectado	1550 g
Peso neto	960 g
Temperatura molde (°C)	150-180-210
Temperatura lingote (°C)	575
Ciclo recalentamiento	3 fases
Energía recalentamiento	Fase 1 1450 Wh Fase 2 460 Wh Fase 3 450 Wh
Pausa entre cada fase	10 segundos
Presión final	400-700-1000 bar
Curva de inyección	D1-D2-D3
Energía	420-450-490 Wh
Lubricante molde	ISOLAT 2,5% en agua

4.1.3 Componentes obtenidos por Thixocasting

Se han conformado dos tipos de componentes. Una pletina de dirección (Fig. 4.4) de aleación A357 para Nacional Motors S. A. (Derbi) y una rótula de dirección de aleación A356 (Fig. 4.5) para Fiat. Los parámetros de conformación y los tratamientos térmicos realizados se estudian con detalle en el Capítulo 7.



Figura 4.4. Pletina de dirección motocicleta de 50 cc (Derbi).

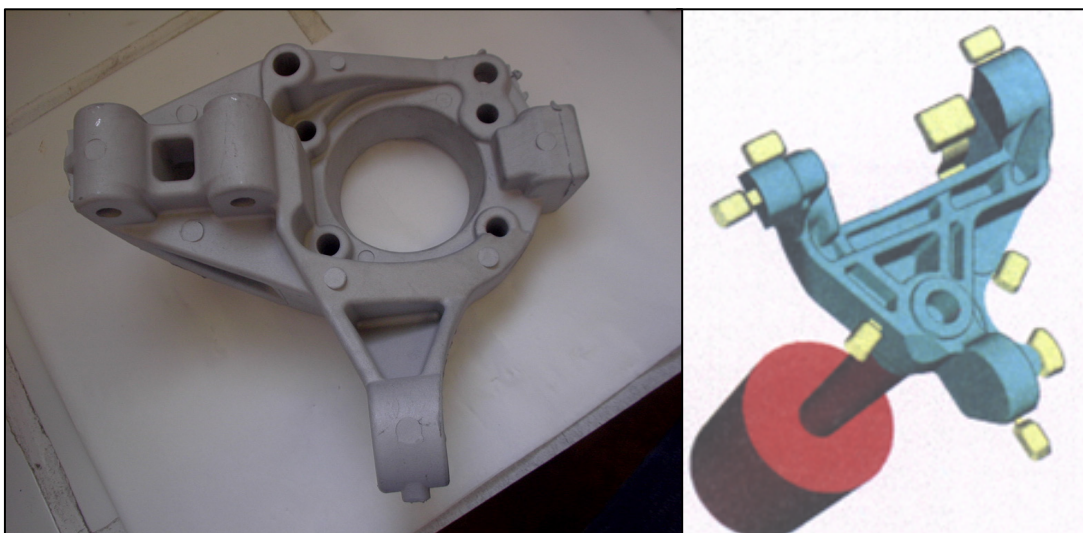


Figura 4.5. Rótula de dirección (Fiat).

4.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS

4.2.1 Tratamientos térmicos de esferoidización

Las muestras se depositan en un crisol horizontal que se introduce en un horno eléctrico "HOBERSAL" (Fig. 4.6). Se trata de un horno eléctrico de tubo horizontal modelo ST-11 PAD-DE, a 220 V, con zona de caldeo de 200 mm, tubo de combustión de 50 mm de diámetro, y 2,2 kW de potencia, que proporciona una temperatura máxima de 1150 °C, con elementos de caldeo de hilo Kanthal. El equipo consta de un termopar que permite calibrar el horno y así dar fiabilidad al tratamiento térmico realizado, y tiene regulación de temperatura P.I.D. a $\pm 1^\circ$ C. Las muestras se extraen del horno y se dejan enfriar al aire.

En cada caso se indican las zonas de las piezas utilizadas para la toma de muestras. Cuando el tratamiento térmico implica un estudio comparativo de varias muestras, éstas se introducen al mismo tiempo para que las condiciones de trabajo sean iguales.

Las temperaturas fijadas para esta investigación han sido: 450 °C, 500 °C y 550 °C y los tiempos de tratamiento han sido de 1 h, 3 h, 6 h, 12 h y 24 h.

Para poder determinar con precisión cual es la temperatura en la parte interior del horno, en los 5 cm centrales, debe realizarse previamente la calibración del mismo. Para ello, se coloca un termopar en el interior y se leen simultáneamente las dos temperaturas, la interior medida por el termopar introducido y la indicada por el propio horno. Las lecturas se efectúan cuando el horno se estabiliza.



Figura 4.6. Horno eléctrico.

4.2.2 Tratamientos térmicos T5 y T6

Los tratamientos a los que han sido sometidas las muestras de Thixocasting A356 y A357 son T5 y T6, tanto a los semicomponentes como a los componentes finales. Las condiciones de los tratamientos efectuados se basan en la experiencia de los fundidores [Chia96], [Chi00], especialmente en Thixocasting y están de acuerdo con la bibliografía consultada [Pra91] [Zin98] [Zhu01] [Roo88].

El tratamiento T6 consiste en una solubilización seguida de envejecimiento. Parámetros tales como el tiempo y la temperatura de calentamiento, especialmente durante la solubilización son críticos, en el sentido que altas temperaturas pueden producir una fusión parcial de la aleación y bajas temperaturas no ofrecen una completa homogeneización. La temperatura de la puesta en solución es baja, dentro de los límites, ya que los semicomponentes mostraban deformaciones de 0,5 a 0,8 mm cuando se elevaba la temperatura.

En la Tabla 4.5 se describen los tratamientos realizados a los semicomponentes y componentes.

Tabla 4.5. Condiciones de los tratamientos térmicos para las aleaciones A356 y A357.

T5	Envejecimiento artificial durante 6 h a 170 °C
T6	Puesta en solución durante 5 h a 540 °C + temple con agua + envejecimiento artificial durante 6 h a 170 °C (160 °C para la A356)

4.3 CARACTERIZACIÓN

4.3.1 Preparación de probetas metalográficas

Todas las muestras se montan en una prensa metalográfica, utilizando una resina termoestable. La probeta se somete a un desbaste inicial con la ayuda de una pulidora

de bandas. Seguidamente, se realiza un desbaste intermedio con un papel abrasivo de diversas granulometrías (400, 800 y 1200), en una pulidora automática de disco. Por último, se realiza un pulido final en tres etapas utilizando: alúmina, óxido de magnesio y sílice coloidal. Las muestras se someten a un ataque con ácido fluorhídrico (al 0,5%) durante 15 segundos (norma ASTM E3-95).

La caracterización microestructural de los materiales se ha llevado a cabo mediante microscopías óptica y electrónica (SEM) (Fig. 4.7), estudiando las diferentes fases que presenta el material así como su forma y distribución. Los análisis químicos se han realizado por EDS (espectrometría de energía dispersiva de rayos X).

En la Tabla 4.6 se indican las características de los equipos utilizados para el estudio microscópico.



Figura 4.7. Microscopio electrónico de barrido (SEM) y EDS.

Tabla 4.6. Equipos utilizados para el estudio microscópico.

Tipo de microscopía	Equipo
Óptica	Nikon epiphot 200 (Prog. Análisis CUE) Leica MEF4M (Prog. Análisis Leica) (Prog. Análisis Pc-Image)
Electrónica de barrido (SEM)	Scanning Microscope JSM-5600 JEOL, dotado de análisis EDS (espectrómetro de energía dispersada de rayos X), modelo Oxford ISIS L300

4.3.2 Análisis metalográfico cuantitativo

Se realiza el análisis de las imágenes captadas mediante un microscopio óptico dotado de una cámara de video conectada a un PC. A las imágenes captadas se les realiza un tratamiento adecuado para binarizarlas, y poder llevar a cabo el análisis de imagen mediante los programas CUE-2, Pc-Image y Leica.

El análisis de imagen es la técnica de estudio metalográfico cuantitativo que permite determinar el porcentaje de una fase, el porcentaje de fracción sólida, el tamaño y forma de grano y la fracción en volumen de segundas fases [Fig98] [Kla99]. Ello puede proporcionar información de cómo afectan la composición, el procesado y la microestructura a las propiedades.

En este trabajo se ha utilizado esta técnica para conocer la evolución de las fases silicio y α en los distintos materiales y con distintos tratamientos térmicos. Los parámetros analizados en cada fase son:

- *Área*: Es el número de píxeles de un objeto, incluida la frontera, multiplicado por el área de un píxel y convertido en unidades calibradas.
- *Factor de forma*: Es un valor que evalúa la forma del objeto.

$$4\pi \cdot \frac{Área}{Perímetro^2} \quad (4.1)$$

- *Ancho/largo* : Otro parámetro que evalúa la forma del objeto, dando:
Largo: La máxima cuerda del objeto.
Ancho: La proyección del objeto en un eje ortogonal a la longitud.
- *Diámetro equivalente*: Es el diámetro de un círculo cuya área es igual al área del objeto:

$$D = 2 \cdot \sqrt{\frac{Área}{\pi}} \quad (4.2)$$

4.3.3 Preparación de probetas de tracción

Del lingote de Rheocasting se han mecanizado probetas cilíndricas en dirección longitudinal, tal como se observa en la Fig. 4.8.

Para el ensayo de los semicomponentes se han mecanizado probetas planas de las zonas indicadas en la Fig. 4.9, y para los componentes las probetas han sido cilíndricas y extraídas de las zonas que se indican en la Figs. 4.10a y 4.10b. El tamaño y forma de la probeta está condicionada por las dimensiones de la pieza.

Para mecanizar probetas cilíndricas se ha seguido la norma ASTM B 557M-94 y para las probetas planas la norma IGC04-21-111. En las Figs. 4.11, 4.12 y 4.13 se presentan las dimensiones de estas probetas.

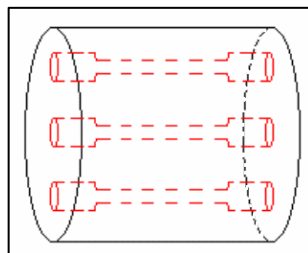


Figura 4.8. Obtención de probetas del lingote.

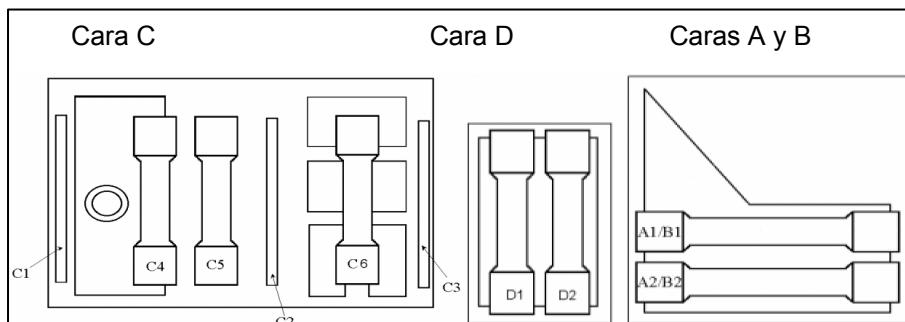


Figura 4.9. Obtención de las probetas de los semicomponentes.

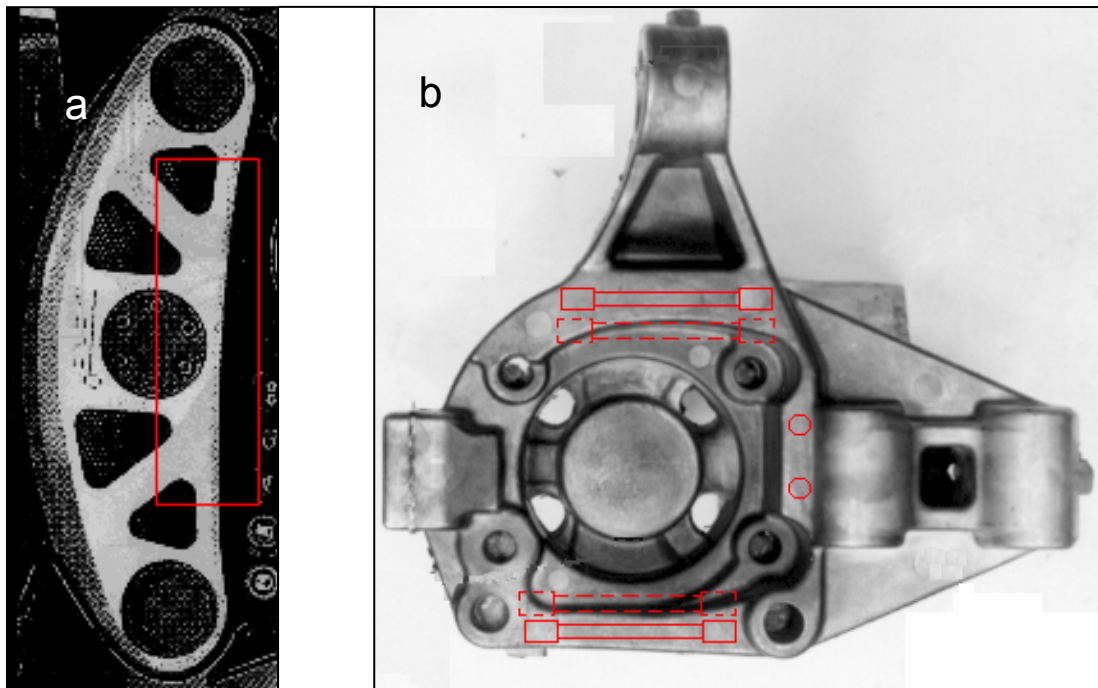


Figura 4.10. Zonas de las que se han obtenido probetas de tracción en los componentes, a) pletina de dirección, y b) rótula de dirección.

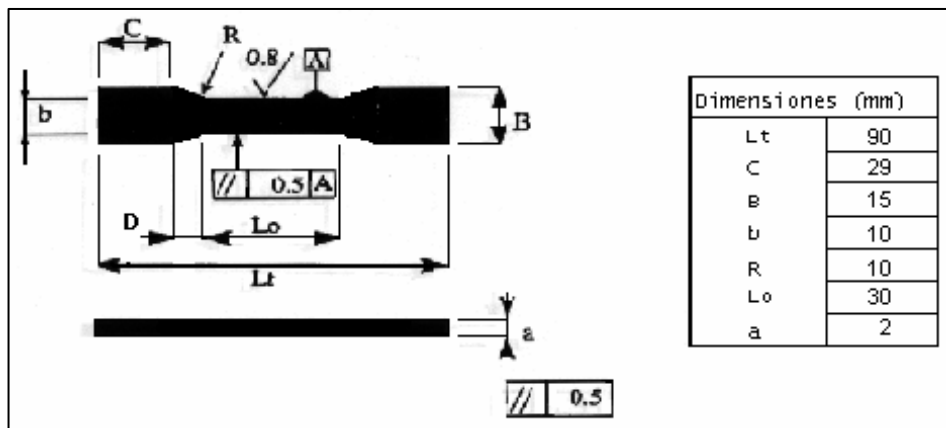


Figura 4.11. Dimensiones de las probetas del semicomponente en las zonas A, B y D de la Fig. 4.9.

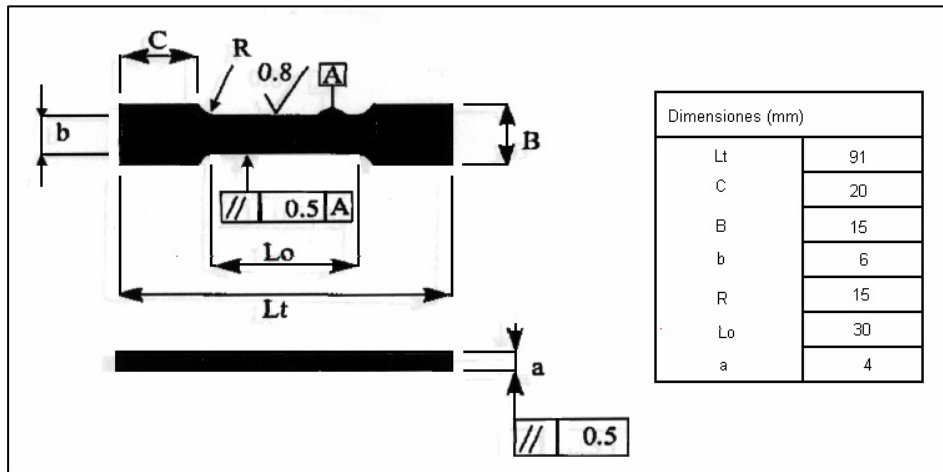


Figura 4.12. Dimensiones de las probetas del semicomponente en la zona C de la Fig.4.9.

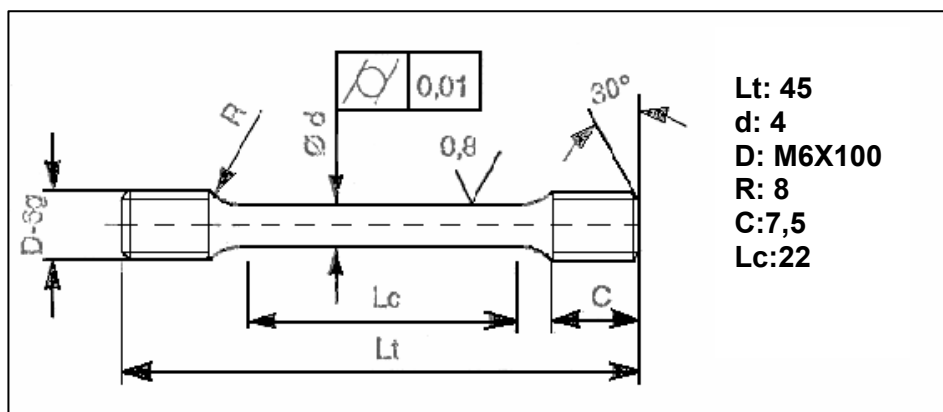


Figura 4.13. Dimensiones de las probetas obtenidas del lingote de Rheocasting y de los componentes.

4.3.4 Ensayo de dureza Brinell (HB)

Los ensayos han sido realizados según norma ASTM E10-96 (equivalente a la norma UNE-EN ISO 6506-1).

El equipo utilizado para realizar estos ensayos es un durómetro universal marca Metrocom, modelo RC-MP. La carga utilizada ha sido en todos los casos de 62,5 kp y el \varnothing del penetrador ha sido de 2,5 mm, con un tiempo de aplicación de 30 segundos.

4.3.5 Ensayo de Microdureza Vickers (HV)

El ensayo de microdureza Vickers (método especificado en la norma ASTM 384-89 (UNE-EN ISO 6507-2)), emplea, como cuerpo penetrador, un diamante con forma de pirámide equilátera con ángulo diedro de 136° , el cual es presionado sobre el material bajo una determinada carga (valores entre 25 y 1000 gramos-fuerza), definiéndose la dureza Vickers (HV) como el cociente de la carga, F (N), y el área superficial, A (mm^2), de la huella permanente dejada por el penetrador, una vez retirada la carga. El área se determina a partir de la medición por microscopia óptica de las diagonales de la huella ($A = d^2/2 \text{ sen } 68$), calculándose la dureza mediante la expresión:

$$HV = \frac{F}{A} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (4.3)$$

La dureza Vickers HV ha de considerarse como una dureza plástica ya que se ha determinado a partir de la huella permanente o residual, es decir sobre la deformación plástica, obtenida en la superficie del material después de la penetración [Pic00]. La Ecuación 4.3 supone que la huella permanente mantiene exactamente la misma geometría que la punta de penetrador Vickers que la ha creado. Esta hipótesis no supone un excesivo error cuando la carga aplicada es relativamente grande (por encima de 10 N) y cuando los materiales medidos sean poco elásticos. En otros casos, debido a fenómenos de fluencia plástica y elástica de los materiales, la huella residual sufre pequeñas deformaciones en comparación con la geometría del penetrador.

Los ensayos de dureza Vickers se han realizado sobre las muestras tratadas térmicamente, las cuales se han pulido hasta un acabado especular con pasta de diamante de $1\mu\text{m}$.

La realización de los ensayos se ha llevado a cabo mediante un microdurómetro marca Shimadzu, provisto de un penetrador Vickers, utilizando una carga de 200 gramos-fuerza con un tiempo de aplicación de 15 segundos, pues el espesor se encuentra entre 1 y 3 mm.

4.3.6 Ensayo de ultramicrodureza

Para la determinación de la Dureza Universal, así como para realizar el estudio de las propiedades elasto-plásticas del material, se ha utilizado un ultramicrodurómetro Fischerscope H100, el cual consta de un cabezal de medida que dispone de un indentador Vickers y de un sistema de medición de distancia para la determinación de la profundidad de penetración (con un error de 2 nm). El equipo está controlado por un ordenador con el software correspondiente, pudiendo trabajar con valores de carga aplicada desde 0,4 mN hasta 1000 mN (Fig. 4.14), siendo la velocidad de aproximación del cabezal sobre la muestra de 1 $\mu\text{m/s}$. Estos ensayos se rigen de acuerdo con la norma ISO VDI/VDE 2616.

El sistema de medida consta de las siguientes etapas: inicialmente se aproxima el extremo del penetrador Vickers hasta la superficie de la muestra, a una velocidad controlada hasta que detecta el instante inicial de contacto; a partir de este punto se aplican fuerzas de intensidad creciente haciendo entrar el penetrador dentro de la superficie de la muestra. Simultáneamente, se mide la profundidad de penetración del extremo del penetrador, tomando como referencia su posición en el instante inicial de contacto. Finalmente, se retira de forma gradual la carga aplicada, controlando la recuperación de la deformación producida en el material.



Figura 4.14. Ultramicrodurómetro Fischerscope H100.

Procedimiento experimental

En la Fig. 4.14 se muestra el equipo empleado, en el que el penetrador está sujeto con fijaciones elásticas a un eje móvil, el cual se desplaza verticalmente accionado por un elemento piezoeléctrico. Dos transductores de desplazamiento, de tipo inductivo, miden la posición del penetrador respecto a la muestra y respecto al eje móvil. En el momento de contacto, la señal obtenida por el primer transductor sirve para medir la penetración del penetrador en la superficie de la muestra, mientras que la señal obtenida por el segundo transductor sirve para medir la fuerza que hace el penetrador sobre la muestra. En el momento inicial de contacto la fuerza inicial medida es de 0,02 mN. Este equipo requiere trabajar sobre un sistema antivibratorio, de lo contrario las vibraciones harían inviable la medida de las fuerzas y de las posiciones con la resolución necesaria.

Se realizaron ensayos sobre las muestras tratadas y sin tratar con las mismas cargas (20 mN), aplicada de manera progresiva con incrementos de 1 mN. Se realizaron 20 indentaciones para obtener un valor estadístico medio.

Además de la ventaja de poder obtener valores de las características elasto-plásticas del material, la utilización del ultramicrodurómetro permite la aplicación de valores de carga mucho menores (desde 0,4 mN hasta 1000 mN) en comparación con los microdurómetros convencionales, lo cual posibilita la realización de indentaciones de muy poca profundidad y tamaño y permite estudiar las propiedades de una determinada fase presente en un material multifásico.

- **Dureza Universal (HU)**

La denominada Dureza Universal (HU) o dureza bajo carga HVL ("Hardness Vickers Under Load") es un método relativamente nuevo, basado en la determinación de la dureza a partir de la relación entre la carga aplicada y el área superficial de la huella obtenida bajo una fuerza activa, es decir, mientras se está aplicando la carga, con lo cual la huella incluye, conjuntamente con la deformación plástica, la deformación elástica. La dureza se determina en una situación en la que la carga aplicada y la resistencia opuesta por el material alcanzan el estado de equilibrio, cumpliéndose así correctamente con la definición de dureza mecánica [Pic00].

En este ensayo se emplea como cuerpo penetrador una pirámide Vickers, determinándose el área de la huella a partir de la profundidad de penetración h ,

alcanzada bajo la carga activa F . Teniendo en cuenta la geometría de la pirámide se puede obtener una relación entre el área y la profundidad y así calcular la dureza según la expresión:

$$HU = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,43 \cdot h^2} = N \cdot mm^{-2} \quad (4.4)$$

La Dureza Universal se expresa en MPa o N mm⁻² para distinguirla de la Dureza Vickers, ya que los valores numéricos de ambos métodos pueden diferir notablemente. La designación Dureza Universal se ha elegido debido a que este método puede ser aplicado sobre cualquier tipo de material (metales, plásticos o cerámicos).

En general, la diferencia entre la Dureza Vickers convencional (HV) y la Dureza Universal (HU) es función de la magnitud de la componente elástica de la deformación total, la cual depende del módulo de elasticidad y del límite elástico del material ensayado. Por otra parte, este segundo método trabaja con cargas aplicadas mucho más pequeñas (mN), con lo cual la dureza corresponde a un volumen de material más reducido, por lo que toman importancia los fenómenos de superficie: tensiones superficiales, rugosidad, homogeneidad de las fases presentes, etc.

Por tanto, es imposible establecer una fórmula general de conversión entre ambos métodos, y la única posibilidad es la comparación entre los resultados empíricos obtenidos, para un material determinado y para unas condiciones de ensayo específicas.

A partir de la medición constante del recorrido de penetración y de la carga efectiva aplicada durante el ensayo, desde cero hasta la carga nominal máxima seguido del proceso de descarga. Así se puede obtener una gráfica profundidad-carga aplicada, la cual proporciona información adicional sobre el comportamiento elástico-plástico del material (Fig. 4.15). Los parámetros de esta gráfica son: h_{total} , profundidad total de penetración; h_r profundidad de huella; h_r' profundidad de penetración media; W_e energía elástica o recuperación elástica; W_r energía plástica o deformación permanente; y W_{total} energía total de la carga.

Procedimiento experimental

El área existente entre las curvas correspondientes al proceso de carga (A-B) y de descarga (B-C-A) representa el trabajo mecánico consumido para la deformación plástica, y representa la energía remanente en el material después del ensayo (W_r); W_e es la energía liberada en el proceso de recuperación elástica que experimenta el material durante la de reducción de carga (curva de descarga). En general, la relación entre W_r/W_t es una constante característica de cada material.

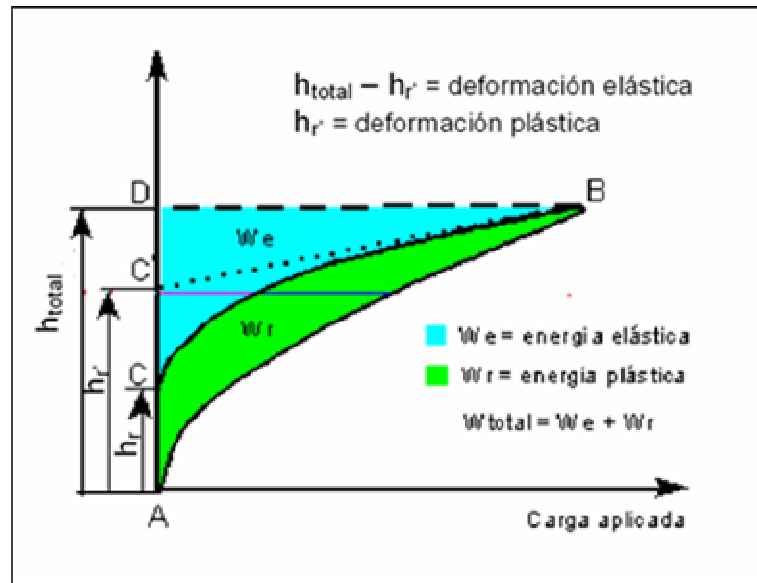


Figura 4.15. Curva profundidad de penetración-carga aplicada para un ensayo dinámico de indentación [Pic00].

La forma de la curva "profundidad de penetración-incremento de carga" viene determinada por las propiedades plásticas y elásticas del material. Sin embargo, la forma de la curva "profundidad de penetración-disminución de carga" está determinada principalmente por las propiedades elásticas del material, por lo que de estos datos se pueden obtener conclusiones sobre dichas propiedades, lo que permite realizar un cálculo aproximado del Módulo Elástico o Módulo de Young para el estado de tensión plana.

En el proceso de reducción de carga (descarga), la relación carga/profundidad no es lineal, es decir, el área de contacto del penetrador con la muestra no es constante durante la reducción de carga. La profundidad de la punta del penetrador en el proceso de retirada de la carga varía en mayor proporción que el tamaño del área proyectada por el penetrador (longitud de la diagonal).

Para la mayoría de materiales, la curva "profundidad-carga" en el proceso de descarga es esencialmente lineal para el valor máximo de carga del ensayo. En este caso el área de contacto penetrador/muestra es constante. En los estados iniciales de reducción de carga, la gráfica de "profundidad de penetración" puede ser explicada por la "teoría elástica del punzón plano" planteada por Sneddon [Sne65]. Según esta teoría, para el proceso de penetración de una forma axisimétrica y rígida en un cuerpo elástico y semi-infinito, Sneddon propone la siguiente expresión:

$$P = \frac{2E}{(1-\nu^2)} \cdot r \cdot f \quad (4.5)$$

donde P es la carga aplicada; r el radio del punzón; E el Módulo Elástico (Módulo de Young); ν el coeficiente de Poisson; y f una variable que depende de la forma de la huella.

Para un punzón cilíndrico plano, la Ecuación 4.5 puede aproximarse a la ecuación,

$$P = \frac{2E}{(1-\nu^2)} \cdot r \cdot h_e \quad (4.6)$$

donde h_e es la profundidad de penetración del punzón en el cuerpo semi-infinito. Asumiendo que esta relación es también aplicable para materiales elastoplásticos y para penetradores de forma piramidal, como plantea el modelo de Loubet [Loub86], el área circular del punzón cilíndrico se puede igualar con el área proyectada por el penetrador piramidal, siendo el área de contacto en la carga máxima del ensayo la correspondiente a la deformación plástica.

El modelo de Loubet descompone la deformación elastoplástica en dos componentes separadas: la deformación plástica y la elástica. En la Fig. 4.16, el dibujo (c) representa la deformación real del material penetrado por un indentador Vickers, mientras que los dibujos (a) y (b) representan el desdoblamiento de la deformación puramente plástica y puramente elástica. En el dibujo (c) el círculo que rodea la parte

Procedimiento experimental

inferior de la punta del penetrador corresponde a la zona del material afectada por la deformación plástica, y el modelo de Loubet supone que esta zona no presenta ninguna alteración durante el proceso de descarga y por esto, en el dibujo (a), la zona plástica está representada con las mismas dimensiones. Entonces, la deformación plástica permanente está caracterizada por la profundidad h_p (profundidad de penetración plástica). Por otra parte, la penetración elástica se ha representado en (c) considerando que toda la deformación elástica, caracterizada por h_e (profundidad de recuperación elástica), se produce en la zona de recuperación existente en la periferia del área de contacto del penetrador. Si se substituye el penetrador piramidal por un hipotético penetrador plano (b), con una área de la base de igual magnitud al área de contacto plástica proyectada sobre el plano horizontal, entonces el modelo considera que durante la descarga del penetrador piramidal tiene lugar exclusivamente la recuperación elástica ocasionada por la descarga del penetrador plano equivalente.

Por tanto, el área circular del punzón cilíndrico del modelo de Sneddon se puede igualar con el área de la huella de un penetrador piramidal, con lo cual, el área de contacto producida por la penetración elástica deberá ser,

$$\pi \cdot r^2 = \frac{D^2}{2} \rightarrow r = \frac{D}{(2 \cdot \pi)^{1/2}} \quad (4.7)$$

siendo D la diagonal de la huella Vickers. Por otra parte, aplicando la teoría del punzón plano, h_e puede calcularse como:

$$h_e = h_t - h_r' \quad (4.8)$$

donde h_r' se obtiene trazando una tangente a la curva profundidad/disminución de carga para el valor máximo de carga (ver Fig. 4.15).

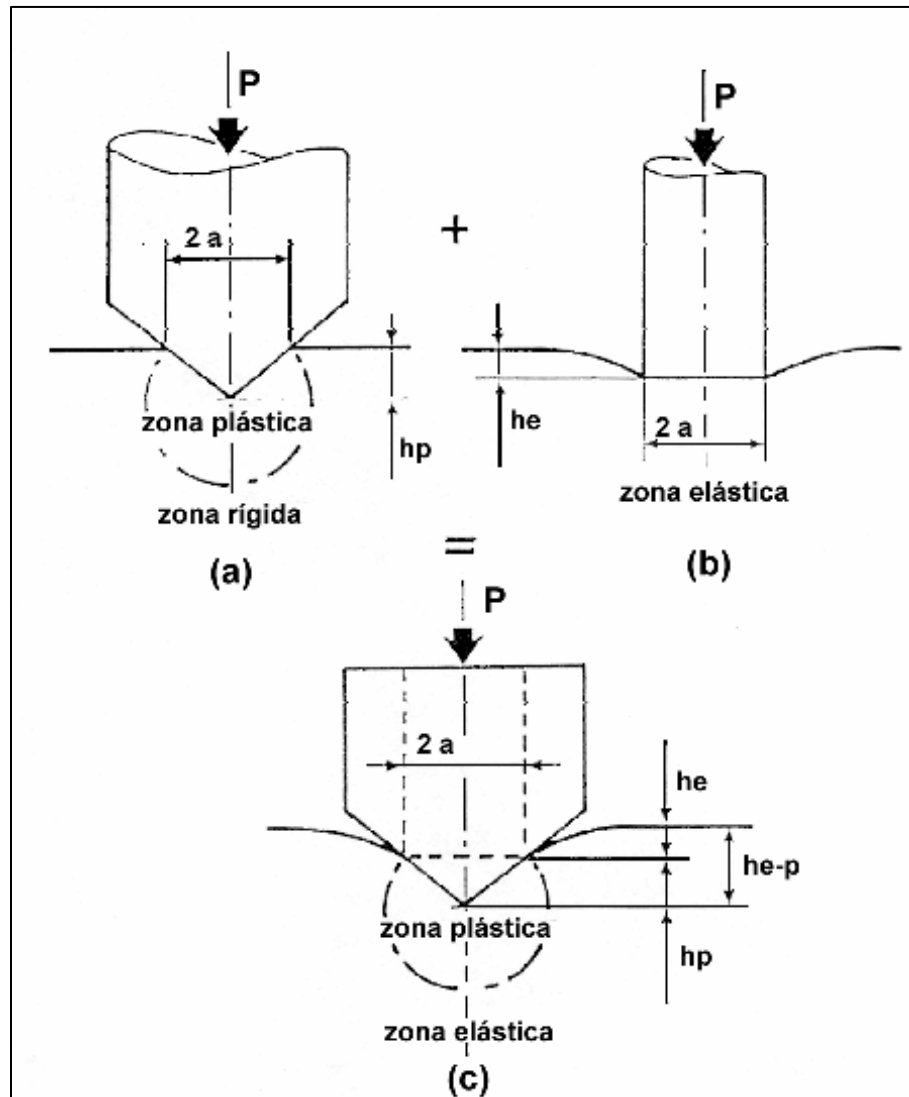


Figura 4.16. Correspondencia entre el área de un punzón cilíndrico y un penetrador piramidal [Loub86].

Por tanto, el Módulo de Young podrá determinarse a partir de la expresión:

$$\frac{E}{1-\nu^2} = \frac{P_{\max} \cdot (2\pi)^{1/2}}{2D(h_t - h_r)} \quad (4.9)$$

Finalmente, asumiendo la validez de las teorías anteriormente utilizadas para el cálculo del Módulo de Elasticidad, el análisis de la curva “profundidad/carga aplicada”

Procedimiento experimental

permite también determinar la denominada Dureza Plástica, la determinación de la cual se realiza considerando la profundidad h_p' conjuntamente con la máxima carga aplicada.

Los valores de Dureza Plástica (H_{plas}) se aproximarán mucho más a los de Dureza Vickers tradicional (HV), en comparación con los valores de Dureza Universal (HU), especialmente en aquellos materiales que presenten una gran componente elástica W_e .

4.3.7 Ensayo de tracción uniaxial

Para la realización de los ensayos de tracción uniaxial se ha utilizado una máquina marca Zwick, modelo Z100 de 10 kN de capacidad y provista de extensometría marca Zwick 066550.02 (Fig. 4.17). El ensayo se ha realizado según la norma UNE-EN-474-92 (ASTM B557-94).

La velocidad de desplazamiento de las mordazas fue de (5 MPa s) y el módulo elástico se ha determinado mediante el método de la secante entre valores de 1/6 y 3/6 del límite elástico.



Figura 4.17. Máquina de tracción Zwick Z100.

4.4 ENSAYOS DE CORROSIÓN

4.4.1 Preparación de las muestras

Los materiales ensayados, con el propósito de comparar la resistencia a la corrosión de las aleaciones de Thixocasting con el material convencional, son:

- Lingote de Rheocasting A357
- Semicomponentes A357
- Semicomponentes A356 T6 y A357 T5 y T6
- Pletinas de dirección A357 T5 y T6
- Piezas de aleación L-2560 conformadas en coquilla y con un tratamiento T6.

Para los ensayos en cámara de niebla salino-acética (NSA) las probetas se han embutido en resina y se han pulido para su observación mediante microscopios óptico y electrónico, antes y después del ensayo de corrosión. El estudio de las muestras del ensayo de corrosión se ha realizado en secciones transversales a la superficie de ataque.

Los semicomponentes y componentes se han introducido completos en la niebla salino-acética y se han fotografiado antes y después de ser sometidos a ensayo. Se ha seguido la norma ASTM G1-90.

Para los ensayos electroquímicos las probetas se han desbastado en todas sus superficies hasta grado 600. A continuación se les ha soldado un cable de cobre plastificado y se han embutido en resina epoxi. Finalmente, se han pulido hasta grado 1200, se han desengrasado en etanol, se han secado a temperatura ambiente y se ha procedido rápidamente al ensayo. La disolución de ensayo ha sido NaCl del 3,5%, preparada con agua destilada y NaCl químicamente puro.

4.4.2 Procedimiento para el ensayo de corrosión en cámara de niebla salino-acética (NSA)

Para evaluar el comportamiento frente a la corrosión de los materiales estudiados se ha realizado un ensayo en cámara de niebla salino-acética (NSA) de acuerdo con la norma DIN 50.021 (5 ± 1 % NaCl, 35 ± 2 °C, pH entre 3,1 y 3,3, presión 1 bar). Siguiendo la norma, las muestras se colocan con una inclinación de 15-30° de la vertical.

Para determinar el avance de la corrosión en piezas completas se ha realizado un análisis visual cada 8 horas. El ensayo finaliza cuando las muestras presentan indicios de corrosión. En algunos casos se han mantenido más tiempo en la cámara a fin de facilitar el estudio del ataque.

4.4.3 Procedimiento para los estudios electroquímicos

4.4.3.1 Curvas de polarización

Se ha utilizado el potencióstato EG&G PARC, modelo 273A, utilizando una configuración de tres electrodos: electrodo de trabajo, contraelectrodo y electrodo de referencia. Como contraelectrodo se utilizó una malla de platino con un área de 4 x 9 cm² y el electrodo de referencia fue el de calomelanos saturado (ECS). Se han tomado medidas de polarización después de 30 minutos de inmersión en la solución acuosa con NaCl 3,5%. Los ensayos se han realizado en medios aireados, es decir en presencia de oxígeno.

Para el trazado de las curvas de polarización se procede de la siguiente forma [Ote97]: para la curva anódica se impone al metal en contacto con el medio en el que se pretende conocer las curvas de polarización, potenciales cada vez mayores a partir del potencial de corrosión y se registran las correspondientes respuestas del sistema en intensidad.

De igual manera, para el trazado de la curva catódica se imponen potenciales inferiores a los de corrosión y se registran datos de intensidad catódica neta que tendrán signo contrario a los correspondientes a la curva anódica, tal como se muestra en la Fig. 4.18a. Siguiendo el procedimiento propuesto por Evans [Eva81], para visualizar mejor gráficamente los valores de E_{corr} y i_{corr} se puede abatir la curva catódica sobre el eje positivo de intensidades (Fig. 4.18b).

Las curvas obtenidas no se ajustan exactamente al proceso de corrosión, teniendo en cuenta que se ha sacado el sistema del equilibrio. Los procesos teóricos se ajustarían a un trazado como el mostrado con líneas discontinuas en la Fig. 4.18b.

Las curvas de polarización se obtuvieron después de estabilizar el sistema. Una vez estabilizado, los ensayos se realizaron mediante la aplicación de un barrido en potencial, a una velocidad de rastreo de $0,16 \text{ mV s}^{-1}$, desde $-0,3 V_{\text{SCE}}$ hasta $-0,5 V_{\text{ECS}}$, con respecto al E_{corr} . De esta forma, se obtiene información sobre el potencial de picadura (E_{pic}) y el rellano pasivo.

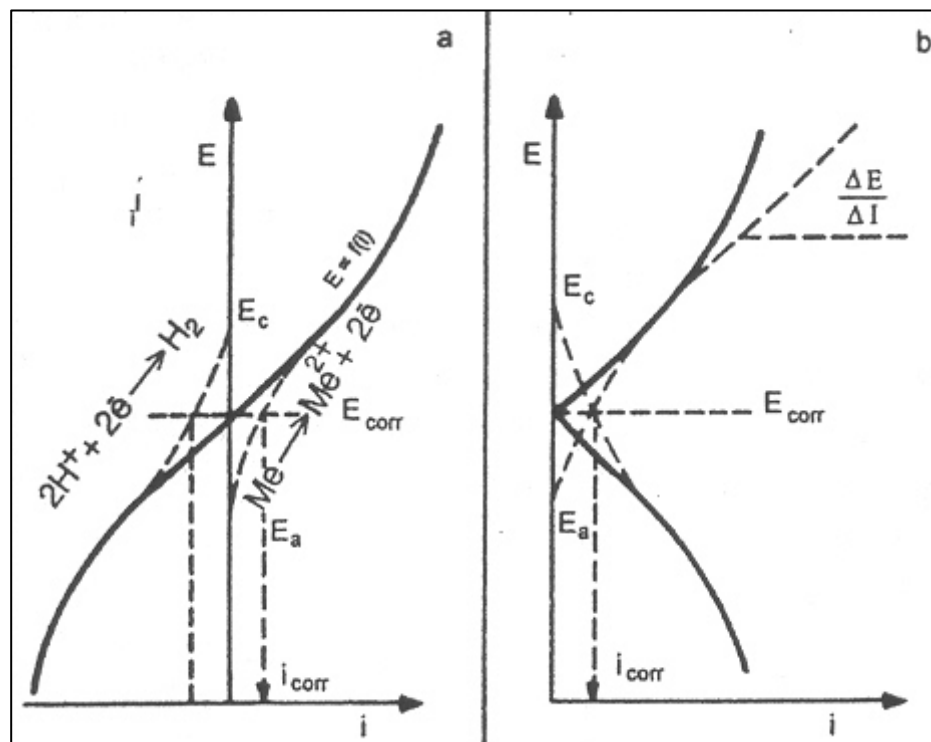


Figura 4.18. Representación de las curvas potencial-corriente para fenómenos de corrosión en los que solo participan factores de polarización por activación a) curva experimental por trazo continuo; en trazo discontinuo, las curvas correspondientes a los procesos anódico y catódico. b) forma de trazar el diagrama de Evans [Ote97].

4.4.3.2. Medidas de impedancia electroquímica (EIS)

La espectroscopia de impedancias, también denominada EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy) es una técnica relativamente moderna, ya que se aplica desde los años setenta [Bas86] [Bast86]. Esta técnica permite separar la contribución de los distintos fenómenos que tienen lugar en la interfase metal/medio agresivo (corrosión, procesos de difusión en la superficie del electrodo y adsorción-desorción), en un amplio intervalo de frecuencias.

Para analizar la variación de la impedancia con la frecuencia en una pila o célula electroquímica es de gran utilidad recurrir al concepto de *circuito equivalente*, circuito constituido por una hipotética combinación de elementos eléctricos pasivos que tienen un comportamiento similar al del electrodo estudiado. Existen una gran variedad de circuitos que modelan diferentes comportamientos electroquímicos [Fel85].

A partir de un esquema eléctrico dado, es posible representar de diversas formas los parámetros obtenidos en los experimentos de espectroscopía de impedancias. Por ejemplo, en la Fig. 4.19 se representa un circuito sencillo, utilizado para modelar una interfaz metal solución conductora, del cual se han representado sus características eléctricas en el diagrama de Nyquist (Fig. 4.20).

Puesto que la impedancia es función de la frecuencia, para cada valor de la frecuencia de la onda aplicada se obtienen nuevos valores de las componentes real e imaginaria del número complejo que definen un nuevo vector de impedancia. El lugar geométrico de la sucesión de puntos recorrida por los extremos de estos vectores, para los diferentes valores de la frecuencia de la onda aplicada, constituye el diagrama de Nyquist.

El gráfico de Nyquist permite identificar diferentes parámetros obtenidos en el ensayo de espectroscopía de impedancias; por ejemplo, se puede obtener R_p (resistencia de transferencia de cargas del material estudiado), C (capacidad de la interfaz estudiada) y R_Ω (resistencia eléctrica del medio de trabajo). A partir de dichos parámetros, se pueden realizar comparaciones y estimaciones del comportamiento frente a la corrosión del material estudiado.

Además de obtener los parámetros ya mencionados, la técnica EIS permite obtener otros parámetros tras un proceso de calibración con patrones conocidos. Entre estos parámetros destaca el área real de la probeta estudiada (es decir, el área efectiva después de la formación de picaduras u otros procesos de degradación), la existencia de capas en la superficie de la probeta, su espesor y características, la respuesta del material cuando se encuentra sometido a potenciales diferente del natural, etc. Diversas aplicaciones industriales usan esta técnica para el control de calidad de metales recubiertos con capas de pintura o dieléctricos, y su comportamiento en medios corrosivos [Wal86] [Man95].

Debido a la elevada cantidad de información que permite obtener, y a la elevada sensibilidad que presenta a variaciones del medio, del equipo o del sistema estudiado, esta técnica requiere la realización de ensayos en condiciones muy controladas.

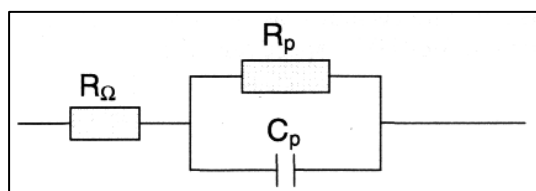


Figura 4.19. Circuito eléctrico equivalente [Rod99].

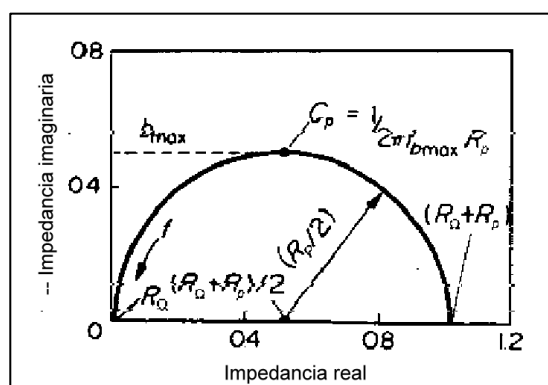


Figura 4.20. Diagrama de Nyquist del esquema de la Fig. 4.19 [Rod99].

La medición de la impedancia (EIS) se ha llevado a cabo en el potencial de corrosión (E_{corr}), utilizando un espectroscopio de impedancia electroquímica (EIS) en un intervalo de frecuencias entre 10 kHz y 1 MHz. Las medidas de EIS se toman después de estar la muestra sumergida 30 minutos en una solución acuosa de NaCl al 3% a temperatura ambiente. El área de trabajo del electrodo es de 1cm^2 .