



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLAS DE HIDALGO



INTITUTO DE INVESTIGACION EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPONJAS DE TiC COMO PREFORMAS
PARA COMPÓSITOS INTERPENETRADOS TiC/Al-Cu MEDIANTE
INFILTRACIÓN**

Tesis que para obtener el Grado de
Maestra en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

ING. SARAHI HATZIVEE MEDRANO PEÑALOZA

Director de tesis
Dr. CARLOS ALBERTO LEÓN PATIÑO

Morelia, Michoacán, México. Febrero de 2026



Morelia Mich., 20 de febrero de 2026

ING. SARAHÍ HATZIVEE MEDRANO PEÑALOZA

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada *"Síntesis y caracterización de esponjas porosas de TiC como preformas para compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu mediante infiltración"*, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

02001616	Dr. Carlos Alberto León Patiño	Director de tesis
02001578	Dra. Ena Athenea Aguilar Reyes	Vocal
CONV0925	Dra. Deisy Ramírez Vinasco	Vocal
04003187	Dr. Ricardo Morales Estrella	Vocal
97003581	Dr. Juan Zárate Medina	Vocal
03003795	Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas	Suplente

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.



Dr. Ariosto Medina Flores
Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

#HumanistaPorSiempre

AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIAS

Agradezco profundamente al Dr. Carlos Alberto León Patiño, mi asesor de tesis, por su acompañamiento durante todo este proceso. Gracias por su paciencia, disposición, exigencia académica y por compartir sus conocimientos y experiencia, los cuales fueron fundamentales para el desarrollo de este proyecto y para mi formación profesional.

Agradezco a la secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por el respaldo brindado a este proyecto, así como por la beca otorgada, la cual fue esencial para poder dedicarme de manera plena al desarrollo de esta investigación.

De igual manera, expreso mi agradecimiento a mi comité tutorial, la Dra. Ena Athenea Aguilar Reyes, Dr. Juan Zárate Medina y el Dr. Ricardo Morales Estrella, por su valioso apoyo, observaciones, comentarios y sugerencias, que enriquecieron significativamente este trabajo. Asimismo, agradezco a la Dra. Deisy Ramírez Vinasco por el apoyo brindado y por sus aportaciones académicas.

A mis compañeros de laboratorio, gracias por el apoyo constante, el compañerismo, las discusiones académicas y los momentos compartidos, que hicieron más llevadero este camino y contribuyeron tanto en lo profesional como en lo personal. Agradezco de manera especial al técnico de laboratorio, Simón Valdez Medina, por su apoyo incondicional, su disposición permanente para brindar asesoría técnica y por ser una fuente constante de motivación a lo largo de todo este proceso.

Finalmente, y de manera muy especial, dedico este trabajo a mis padres, Belem Peñaloza Palacios y Miguel Medrano Ríos, y a mi hermana, Victoria Medrano Peñaloza, por ser mi mayor fuente de motivación y fortaleza. Gracias por su amor incondicional, su paciencia, su confianza y por creer siempre en mí. Y a Dios, por permitirme concluir una etapa muy importante de mi vida.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIAS	i
ÍNDICE GENERAL	ii
ÍNDICE DE FIGURAS	vi
ÍNDICE DE TABLAS	x
RESUMEN	xi
ABSTRACT	xii
CAPÍTULO 1	1
INTRODUCCIÓN	1
1.1 Objetivos	3
1.1.1 Objetivo general	3
1.1.2 Objetivos específicos	3
1.2 Justificación	3
1.3 Hipótesis	4
1.4 Metas científicas	5
CAPÍTULO 2	6
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	6
2.1 Materiales compósitos: conceptos generales y clasificación	6
2.1.1 Compósitos de fases interpenetradas (IPC)	8
2.2 Infiltración líquida de compósitos metal–cerámico	11
2.2.1 Infiltración sin presión externa	11
2.2.2 Infiltración asistida por vacío	13
2.3 Preformados cerámicas porosas para compósitos interpenetrados	15
2.3.1 Preformas obtenidas por compactación y sinterización	15

2.3.2 Esponjas cerámicas obtenidas por tecnología de polvos	16
2.4 Materiales precursores para la síntesis de esponjas de TiC	18
2.4.1 Hidruro de titanio (TiH ₂) como precursor de Ti y agente formador de poros	18
2.4.2 Resina fenólica como fuente de carbono y aglutinante transitorio	19
2.5 Compósitos de matriz de aleaciones Al–Cu	20
2.6 Compósitos metal–cerámico reforzados con TiC	22
2.7 Compósitos interpenetrados basados en esponjas cerámicas	24
2.8 Estado del arte del sistema TiC/Al–Cu y compósitos para manejo térmico.....	26
2.8.1 Compósitos del sistema TiC/Al–Cu.....	26
2.8.2 Compósitos metal–cerámico con aplicaciones termofísicas.....	30
CAPÍTULO 3	35
DESARROLLO EXPERIMENTAL	35
3.1 Polvos precursores para la síntesis de esponjas de TiC	36
3.2 Síntesis de la esponja de TiC	36
3.2.1 Mezclado y compactación de polvos	37
3.2.2 Encapsulamiento del hidruro de titanio en una matriz continua de resina ...	37
3.2.3 Formación in-situ de esponjas de TiC	37
3.3 Caracterización microestructural de las esponjas de TiC	39
3.3.1 Tamaño de poro de las esponjas de TiC	39
3.3.2 Densidad y porosidad de las esponjas de TiC.....	40
3.3.3 Tamaño de cristalito y microdeformación reticular mediante DRX.....	41
3.4. Infiltración del compósito interpenetrado TiC/Al–Cu	42
3.5 Caracterización del compósito interpenetrado TiC/Al–Cu.....	43
3.6 Caracterización termofísica de la aleación Al–2124 y del compósito TiC/Al–Cu.....	44

CAPÍTULO 4	46
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	46
4.1 Caracterización de los materiales precursores de esponjas de TiC	46
4.1.1 Morfología de los polvos de TiH ₂ y resina fenólica	46
4.1.2 Distribución de tamaño de partícula de los polvos y de la mezcla TiH ₂ – resina fenólica	48
4.2 Síntesis in situ y procesamiento de esponjas de TiC	50
4.2.1 Compresibilidad de la mezcla TiH ₂ –resina fenólica.....	50
4.2.2 Compactación en verde y establecimiento de la arquitectura porosa inicial	53
4.2.3 Encapsulación hidruro–resina y evolución de la porosidad residual	55
4.2.4 Formación in situ de TiC y herencia de porosidad	57
4.3 Caracterización microestructural del tamaño de poro en esponjas de TiC.....	63
4.4 Constitución de fases y análisis microestructural de esponjas de TiC sinterizadas.....	68
4.4.1 Análisis termodinámico del sistema Ti–C–H–O	68
4.4.2 Identificación de fases cristalinas por difracción de rayos X	69
4.5 Análisis químico y distribución elemental por espectroscopía de energía dispersiva EDS	71
4.6 Análisis del tamaño de cristalito y microdeformación reticular mediante DRX.....	75
4.7 Infiltración líquida de la aleación Al–2124 en esponjas de TiC.....	78
4.7.1 Microestructura y arquitectura interpenetrada del compuesto TiC/Al–Cu ...	79
4.7.2 Distribución de fases y constitución química del compuesto interpenetrado TiC/Al–Cu	84
4.7.3 Zona interfacial matriz–refuerzo en el compuesto TiC/Al–Cu	86
4.7.4 Análisis de fases por difracción de rayos X.....	90
4.8 Propiedades termofísicas de la aleación Al–2124 y del compuesto TiC/Al–Cu.....	92
4.8.1 Capacidad calorífica.....	92

4.8.2 Difusividad térmica.....	93
4.8.3 Conductividad térmica	95
CAPÍTULO 5	99
CONCLUSIONES.....	99
TRABAJO A FUTURO	101
REFERENCIAS	102

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Clasificación de los compósitos en función del tipo de refuerzo [5].....	7
Figura 2.2	Esquema de un compósito de fases interpenetradas (IPC), donde matriz y refuerzo forman redes tridimensionales continuas [13].....	8
Figura 2.3	Microestructura del compósito interconectado TiC/Fe [3].....	10
Figura 2.4	Microestructura del compósito interconectado Ti ₃ SiC ₂ /Cu [17].....	10
Figura 2.5	Esquema del ángulo de contacto: a) sistema no humectante y b) sistema humectante [24].....	13
Figura 2.6	Representación esquemática del proceso de infiltración al vacío [23].....	14
Figura 2.7	Morfología de la esponja de TiC: a) macroporos y b) microporos [42].....	17
Figura 2.8	Microestructura del compósito TiC/Al ₄ Cu [2].....	28
Figura 2.9	Microestructura del compósito 55 %TiC/Al–2024: a) estado tal como se fabricó y b) después del tratamiento térmico de solución y envejecido [75].....	29
Figura 2.10	Diversos tipos de materiales matriz y refuerzo usados para aplicaciones como disipadores de calor [77].....	31
Figura 3.1	Diagrama general del procedimiento experimental.....	35
Figura 3.2	Proceso de manufactura de esponjas de TiC mediante tecnología de polvos...	36
Figura 3.3	Ciclo térmico para la formación in situ de esponjas cerámicas de TiC.....	38
Figura 3.4	Representación esquemática de los diámetros de Feret máximo (F _{max}) y mínimo (F _{min}) en un poro de geometría irregular.....	40
Figura 3.5	Ciclo térmico para la infiltración de los compósitos interpenetrados TiC/Al–Cu.....	43
Figura 3.6	Esquema general del proceso de infiltración espontánea de los compósitos TiC/Al–Cu.....	43

Figura 4.1	Morfología de polvos precursores: a) TiH_2 y b) resina fenólica ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$).....	47
Figura 4.2	Mezcla de polvos TiH_2 –resina fenólica observada a baja (a) 250x y alta magnificación (b) 1000x.	48
Figura 4.3	Distribución de frecuencia y frecuencia acumulativa del tamaño de partícula de los polvos precursores: a) TiH_2 , b) resina fenólica y c) mezcla TiH_2 –resina.....	50
Figura 4.4	Curva de compresibilidad de la mezcla de polvos de TiH_2 –resina fenólica.....	51
Figura 4.5	Morfología de la superficie compactada (a) y fractografía de la sección transversal (b) de preformas en verde de la mezcla TiH_2 –resina fenólica, compactadas a 1 ton.....	52
Figura 4.6	Mapeos de distribución elemental de la preforma en verde obtenida a partir de la mezcla TiH_2 –resina fenólica, compactada a 1 ton. a) Imagen SEM, b) mapa multi elementos, c) distribución de Ti, d) distribución de C y e) distribución de O.....	53
Figura 4.7	Microestructura transversal de cápsulas TiH_2 –resina tras encapsulación a 150 °C. a) 0.5 ton ($\Delta P_1 = -2.1 \%$), con reducción de porosidad residual; b) 1 ton ($\Delta P_1 = +4.48 \%$), con retención y coalescencia parcial de poros debido a la restricción del flujo de resina.....	56
Figura 4.8	Análisis térmico DSC/TGA de los polvos precursores: a) TiH_2 y b) resina fenólica.....	59
Figura 4.9	Esponjas de TiC sinterizadas obtenidas a partir de compactos procesados con dos niveles de carga: a) 0.5 ton y b) 1 ton.....	60
Figura 4.10	Microestructura de las esponjas de TiC sinterizadas obtenidas a dos cargas de compactación, con cortes transversales en distintas posiciones: a–c) 0.5 ton (zona superior, intermedia e inferior) y d–f) 1.0 ton (zona superior, intermedia e inferior).....	62
Figura 4.11	Histogramas de frecuencia del tamaño de poro de las esponjas de TiC sinterizadas.....	65

Figura 4.12	Curvas de distribución acumulativa del tamaño de poro de las esponjas de TiC sinterizadas: a) compactación a 0.5 ton y b) compactación a 1 ton.....	67
Figura 4.13	Variación de la energía libre de Gibbs (ΔG) en función de la temperatura para las reacciones principales del sistema TiH_2 –resina fenólica.....	69
Figura 4.14	Difractograma de rayos X de las esponjas de TiC sinterizadas.....	70
Figura 4.15	Mapeo de distribución elemental de la esponja de TiC compactada a 0.5 ton: a) Imagen SEM, b) titanio y c) carbono.....	73
Figura 4.16	Espectro EDS de la esponja de TiC, sin señales de fases secundarias detectables.....	74
Figura 4.17	Gráficas de Williamson–Hall ($\beta \cdot \cos\theta$ vs. $4 \cdot \sin\theta$) correspondientes a las esponjas de TiC sinterizadas con diferentes cargas de compactación. Los ajustes lineales se obtuvieron de las reflexiones (111), (200), (220), (311) y (222) de TiC fcc. Los valores de tamaño de cristalito (D) y microdeformación (ϵ) se derivan de la intersección y la pendiente, respectivamente.....	77
Figura 4.18	Microestructura del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu obtenido por infiltración líquida sin presión a 1100 °C, con 1 h de tiempo de permanencia...	80
Figura 4.19	Análisis puntuales por espectroscopía de energía dispersiva (EDS) del compuesto interpenetrados TiC/Al–2124. a) Zona de la matriz, b) zona de intermetálicos, c) zona del refuerzo.....	82
Figura 4.20	Mapeo de distribución elemental en el compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu.....	85
Figura 4.21	Micrografía a 2500x de la región correspondiente al análisis puntual en el compuesto interpenetrado TiC/Al–Cu.....	87
Figura 4.22	Barrido lineal (line scan) a través de la región interfacial en el compuesto TiC/Al–Cu.....	89
Figura 4.23	Difractogramas de rayos X de la aleación Al–2124 sin refuerzo y del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu.....	91

Figura 4.24	Capacidad calorífica (C_p) del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu y de la aleación Al-2124 sin refuerzo en función de la temperatura.....	93
Figura 4.25	Difusividad térmica (α) del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu y de la aleación Al-2124 sin refuerzo en función de la temperatura.....	94
Figura 4.26	Conductividad térmica (λ) del compuesto interpenetrados TiC/Al-Cu y de la aleación Al-2124 sin refuerzo en función de la temperatura.....	96

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1	Propiedades térmicas y físicas del TiC [61, 62].....	22
Tabla 2.2	Conductividad térmica en compósitos con matrices de aluminio diseñados para aplicaciones de disipación de calor [78].....	32
Tabla 3.1	Composición química de la aleación Al-2124 (% en peso).....	42
Tabla 4.1	Porosidad de compactos en verde, cápsulas TiH ₂ -resina y esponjas de TiC obtenidas a partir de mezclas con 70 % en peso de TiH ₂	54
Tabla 4.2	Tamaños de poro de las esponjas de TiC en las distintas zonas y condiciones de compactación.....	64
Tabla 4.3	Densidad de los compactos en verde, encapsulados TiH ₂ -resina y esponjas de TiC.....	65
Tabla 4.4	Posición 2 θ de los picos de reflexión XRD en esponjas de TiC sinterizadas.....	71
Tabla 4.5	Composición química elemental de las esponjas de TiC determinada por EDS.	74
Tabla 4.6	Ancho de altura media del pico (FWHM) en los planos (111), (200), (220), (311) y (222) de esponjas de TiC sinterizado a partir de compactados a 0.5 y 1.0 ton.....	75
Tabla 4.7	Tamaño de cristalito (D) y microdeformación (ϵ) de esponjas de TiC determinados mediante análisis de Williamson–Hall (ver Figura 4.17).....	77
Tabla 4.8	Composición química obtenida mediante análisis puntual EDS del compósito interpenetrado TiC/Al-Cu.....	88

RESUMEN

En esta tesis se desarrolla una ruta integral para la obtención de esponjas cerámicas de carburo de titanio (TiC) mediante un proceso *in situ* por deshidrogenación–pirólisis–sinterización, a partir de mezclas de TiH₂ y resina fenólica. El objetivo central fue controlar la arquitectura porosa tridimensional de la esponja y evaluar su viabilidad como preforma estructural para compósitos metal–cerámico interpenetrados, y su impacto en el desempeño termofísico del material final. La metodología se basó en la optimización del sistema precursor TiH₂–resina (70:30 en peso), donde la resina actúa como ligante, formador de poros y fuente de carbono. La compactación uniaxial (0.5–1.0 ton) permitió ajustar la densidad en verde y establecer una cadena de herencia de porosidad desde el compactado hasta el sinterizado final. La liberación controlada de gases durante la deshidrogenación y la pirólisis, junto con la sinterización restringida, condujo a la formación de esponjas de TiC con porosidad abierta e interconectada. Las esponjas obtenidas presentaron porosidades de 56–57.5 % en volumen, arquitectura de celda abierta y tamaños de poro promedio de 36–41 μm , ajustables mediante la carga de compactación sin pérdida de interconectividad. El análisis por difracción de rayos X confirmó la formación de TiC como única fase cristalina, sin residuos de TiH₂, Ti metálico u óxidos, mientras que el análisis por Williamson–Hall evidenció cristalitos submicrométricos (199–250 nm) con baja microdeformación, reflejando una adecuada calidad cristalina del esqueleto cerámico. Como validación funcional, las esponjas de TiC se emplearon como preformas porosas para fabricar compósitos interpenetrados TiC/Al–Cu mediante infiltración líquida sin presión de una aleación Al–2124. Los compósitos presentaron microestructura continua y tridimensional, densidad cercana a la teórica y porosidad residual limitada (~6 %), con buena integridad interfacial y presencia puntual de intermetálicos TiAl₃ y CuAl₂. Desde el punto de vista termofísico, el compósito mostró capacidad calorífica y difusividad térmica inferiores a la aleación base, y una conductividad térmica de ~52 W/m·K a temperatura ambiente y ~66 W/m·K a 300 °C, coherente con la arquitectura interpenetrada y la resistencia térmica interfacial. En conjunto, este trabajo valida una ruta compacta para la síntesis de esponjas cerámicas de TiC con porosidad controlada, posicionándolas como preformas funcionales para materiales avanzados y aportando conocimiento relevante sobre la relación entre procesamiento, microestructura y desempeño térmico en sistemas metal–cerámico interpenetrados.

Palabras clave: Esponja; Compósitos interpenetrados; Pirólisis; Deshidrogenación; Sinterización.

ABSTRACT

An integrated route for the fabrication of titanium carbide (TiC) ceramic sponges is developed through an in situ dehydrogenation–pyrolysis–sintering process, starting from TiH₂–phenolic resin mixtures. The central objective was to control the three-dimensional porous architecture of the ceramic sponge and to assess its viability as a structural preform for interpenetrating metal–ceramic composites, as well as its impact on the thermophysical performance of the final material. The methodology was based on the optimization of the TiH₂–resin precursor system (70:30 wt.%), in which the resin acts as a binder, pore-forming agent, and carbon source. Uniaxial compaction (0.5–1.0 ton) enabled adjustment of the green density and the establishment of a porosity inheritance sequence from the compacted state to the final sintered structure. The controlled release of gases during dehydrogenation and pyrolysis, combined with constrained sintering, led to the formation of TiC sponges with open and interconnected porosity. The resulting sponges exhibited porosities of 56–57.5 vol. %, an open-cell architecture, and average pore sizes of 36–41 μm , which could be tuned by the compaction load without loss of interconnectivity. X-ray diffraction confirmed the formation of TiC as the sole crystalline phase, with no residual TiH₂, metallic Ti, or oxides detected, while Williamson–Hall analysis revealed submicrometric crystallite sizes (199–250 nm) with low microstrain, indicating good crystalline quality of the ceramic skeleton. As a functional validation, the TiC sponges were used as porous preforms to fabricate TiC/Al–Cu interpenetrating composites via pressureless liquid infiltration of an Al–2124 alloy. The composites exhibited a continuous and three-dimensional microstructure, density close to the theoretical value, and limited residual porosity (~6 %), along with good interfacial integrity and localized formation of TiAl₃ and CuAl₂ intermetallics. From a thermophysical standpoint, the composite showed lower heat capacity and thermal diffusivity than the base alloy, and a thermal conductivity of ~52 W/m·K at room temperature and ~66 W/m·K at 300 °C, consistent with the interpenetrating architecture and interfacial thermal resistance. Overall, this work validates a compact route for the synthesis of TiC ceramic sponges with controlled porosity, positioning them as functional preforms for advanced materials and providing relevant insight into the relationship between processing, microstructure, and thermal performance in interpenetrating metal–ceramic systems.

Keywords: Sponge; Interpenetrating composites; Pyrolysis; Dehydrogenation; Sintering.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

El desarrollo de materiales funcionales que combinen ligereza, alta resistencia mecánica y eficiencia en la conducción del calor constituye una prioridad en la ingeniería moderna, especialmente para aplicaciones sometidas a condiciones térmicas extremas, como dispositivos electrónicos, intercambiadores de calor, empaques de potencia y sistemas de fricción dinámica. En este contexto, los materiales compósitos de matriz metálica (MMCs) representan una alternativa de alto interés científico y tecnológico, al integrar un metal base con una fase cerámica de refuerzo capaz de mejorar el desempeño estructural, tribológico y termofísico del material. Entre ellos, los compósitos de matriz de aluminio reforzados con carburos han demostrado propiedades superiores debido a la alta dureza y estabilidad química que aporta la fase refractaria [1]. En particular, los sistemas TiC/Al-Cu se han identificado como materiales avanzados para gestión térmica, ya que combinan elevada conductividad térmica, estabilidad a altas temperaturas y buena resistencia mecánica, superando el rendimiento de matrices monolíticas de aluminio [2]. Una revisión detallada del estado del arte relacionado con el procesamiento de cuerpos porosos cerámicos, infiltración metálica y compósitos de fases interpenetradas se presenta de manera amplia en el Capítulo 2.

El desempeño termofísico de los compósitos metal–cerámico depende fuertemente de la conectividad, distribución y morfología de la fase reforzante. El aumento de la fracción de TiC en matrices Al-Cu incrementa la dureza, rigidez, pero también la estabilidad térmica, debido a la reducción del coeficiente de expansión térmica y control de la capacidad de conducción del calor. Este efecto se maximiza cuando el refuerzo no se encuentra únicamente como partículas aisladas, sino cuando forma estructuras continuas o redes interconectadas que permiten el desarrollo de compósitos interpenetrados. En este tipo de materiales, tanto el metal como el cerámico forman fases tridimensionales continuas, promoviendo mantener conductividad térmica cercana a la del metal sin reforzar, y alta estabilidad a gradientes térmicos. Una de las técnicas más efectivas para obtener estas estructuras interpenetradas consiste en la infiltración líquida de preformas porosas de TiC, lo cual permite obtener compósitos densos con baja porosidad residual y conectividad plena de fases [3].

En el Laboratorio de Materiales Compuestos del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIMM), se ha implementado una novedosa tecnología de síntesis basada en polvos que emplea TiH_2 como precursor metálico y agente formador de poros. Mezclado con resina fenólica y sometido a un proceso integrado de pirólisis, deshidrogenación y sinterización, es posible obtener esponjas cerámicas de TiC con porosidad interconectada [4]. La incorporación de la resina polimérica actúa como agente espumante y fuente de carbono para la formación in-situ del carburo, permitiendo controlar la morfología, el tamaño y el volumen de los poros, aspectos críticos para asegurar la infiltración eficiente de metal fundido. Los detalles experimentales de esta ruta de síntesis, así como el procesamiento del compuesto por infiltración con Al-Cu y los métodos empleados para su caracterización microestructural y termofísica, se presentan en el Capítulo 3 del Desarrollo Experimental.

Con base en estos fundamentos, la presente investigación muestra la fabricación y análisis de compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu . El objetivo central se enfoca en correlacionar la microestructura tridimensional del refuerzo con el comportamiento termofísico del compuesto, evaluando parámetros como conductividad térmica, difusividad térmica, y capacidad calorífica. Se plantea que la continuidad de la red cerámica contribuye a mejorar la disipación del calor, reducir la expansión térmica global y mejorar la estabilidad dimensional del material en condiciones operativas severas.

Desde una perspectiva científica, esta investigación aporta conocimiento de frontera sobre el comportamiento termofísico de compósitos metal-cerámico interpenetrados, proporcionando evidencia experimental sobre la influencia de la conectividad de fases en el transporte de calor. En términos tecnológicos y sociales, el desarrollo de estos compósitos ofrece alternativas sustentables para sustituir materiales utilizados en sistemas de control térmico, contribuyendo a una mayor eficiencia energética y sostenibilidad industrial. Los resultados experimentales, junto con su interpretación en términos de microestructura, densificación y propiedades funcionales, se presentan y discuten de manera rigurosa en el Capítulo 4: Resultados y Discusión.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo general

Investigar el procesamiento de esponjas cerámicas de TiC mediante una ruta de espumado por pirólisis-deshidrogenación-sinterización, y su infiltración posterior con aleación Al-Cu, evaluando la relación entre la microestructura y las propiedades termofísicas del compuesto interconectado TiC/Al-Cu obtenido.

1.1.2 Objetivos específicos

- Diseñar y optimizar un método de síntesis in-situ de esponjas de TiC con estructura porosa interconectada utilizando resina y TiH_2 como precursor y agente formador de poros, bajo condiciones controladas de pirólisis, deshidrogenación y sinterización.
- Fabricar compósitos interconectados TiC/Al-Cu mediante la infiltración líquida sin presión de una aleación Al-Cu, utilizando las esponjas de TiC como estructura continua del refuerzo.
- Caracterizar microestructuralmente tanto las esponjas cerámicas y como los compósitos TiC/Al-Cu mediante técnicas de microscopía electrónica y difracción de rayos X.
- Evaluar las propiedades termofísicas de los compósitos TiC/Al-Cu, determinando la difusividad térmica, capacidad calorífica y conductividad térmica, estableciendo correlaciones con la microestructura desarrollada.

1.2 Justificación

Un desafío en el desarrollo de materiales funcionales es obtener sistemas ligeros que integren alta resistencia mecánica con excelente conductividad térmica y eléctrica, propiedades esenciales para minimizar pérdidas de eficiencia en componentes sometidos a generación de calor y fricción dinámica. Entre las alternativas, los compósitos metal-cerámico de matriz Al-Cu reforzados con fases duras destacan por su alto valor tecnológico, y el carburo de titanio (TiC) constituye un refuerzo ideal debido a sus propiedades termofísicas, que favorecen la disipación de calor y la estabilidad dimensional en condiciones severas.

Esta investigación propone el uso de estructuras interconectadas de TiC obtenidas mediante un método innovador de espumado in-situ basado en pirólisis, deshidrogenación y sinterización de

mezclas de resina con TiH_2 , formando una red cerámica rígida continua, capaz de conducir el flujo térmico y reforzar mecánicamente el compuesto, permitiendo su infiltración con aleaciones Al-Cu sin presión externa en la obtención de compósitos de fases interpenetradas TiC/Al-Cu. El control de la conectividad y morfología del refuerzo influye directamente en el comportamiento termofísico del material, por lo que su caracterización microestructural, química y térmica resulta fundamental.

El estudio de los compósitos TiC/Al-Cu permitirá correlacionar la microestructura tridimensional del refuerzo, el grado de densificación del sistema y el desempeño térmico, generando conocimiento de frontera en ingeniería de materiales para control térmico. Además, la síntesis de estos compósitos representa un impacto social al impulsar materiales con mayor eficiencia energética y una aportación a la solución de problemas prioritarios al proponer alternativas sustentables de alto desempeño que sustituyan materiales de menor rendimiento empleados en sistemas de disipación y transferencia de calor.

1.3 Hipótesis

La síntesis de estructuras tridimensionalmente interconectadas de TiC mediante espumado in-situ por pirólisis–deshidrogenación–sinterización de mezclas de resina fenólica y TiH_2 generará una red cerámica rígida y continua con porosidad abierta, adecuada para su infiltración líquida con aleaciones Al-Cu, permitiendo la obtención de compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu. Se plantea que esta ruta innovadora de síntesis de preformas porosas contribuirá a un procesamiento más sustentable al compactar etapas y reducir el consumo energético. Asimismo, se espera que la microestructura de fases interpenetradas del compuesto favorezca la conducción y disipación eficiente del calor, optimizando el desempeño termofísico del material.

1.4 Metas científicas

- Sintetizar esponjas de TiC libres de residuos carbonosos mediante la ruta pirólisis–deshidrogenación–sinterización, logrando una estructura porosa abierta e interconectada con un volumen aproximado de poros de 50 %.
- Obtener compósitos de fases interpenetradas TiC/Al-Cu con porosidad inferior al 5 % mediante infiltración líquida de una aleación Al-Cu.
- Alcanzar una conductividad térmica mínima de 50 W/mK en los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu, valor estimado mediante el modelo de Maxwell considerando las fracciones volumétricas y las propiedades térmicas individuales de cada fase.

CAPÍTULO 2

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo presenta una revisión bibliográfica organizada de manera progresiva, con el fin de situar el desarrollo de compósitos metal–cerámico interconectados dentro del estado actual del conocimiento. Se parte de los fundamentos de los materiales compósitos y del análisis de los compósitos de fases interpenetradas, destacando las limitaciones inherentes a los sistemas convencionales con refuerzos discontinuos. Posteriormente, se examinan los procesos de fabricación, en particular la infiltración líquida, poniendo énfasis en el papel determinante de las preformas cerámicas porosas y de las esponjas obtenidas por tecnología de polvos en el control de la arquitectura microestructural. Asimismo, se revisan los antecedentes relacionados con los materiales precursores para la síntesis de TiC y con los compósitos de matriz Al–Cu reforzados con TiC, identificando tendencias y aspectos aún no resueltos. Finalmente, el capítulo aborda el estado del arte del sistema TiC/Al–Cu y de los compósitos metal–cerámico con aplicaciones termofísicas, evidenciando la escasez de estudios sistemáticos que correlacionen la microestructura interconectada con el comportamiento termofísico, lo que fundamenta y justifica el enfoque del presente trabajo.

2.1 Materiales compósitos: conceptos generales y clasificación

Los compósitos son materiales sintéticos de ingeniería, que se componen de dos o más fases distribuidas de manera controlada, cuya combinación permite obtener un sistema con propiedades únicas y distintas –y, en muchos superiores– a las de cada constituyente por separado. En términos generales, un compósito está integrado por una fase matriz y una fase de refuerzo, separadas por una interfase que representa una discontinuidad del sistema y cuya naturaleza influye de forma directa en la transferencia de carga y funciones no estructurales y en el desempeño final del material.

La matriz constituye la fase continua e interconectada, y puede ser de naturaleza polimérica, metálica o cerámica. Su función principal es dar forma al componente, proteger al refuerzo y transferir esfuerzos hacia éste. Por su parte, el refuerzo corresponde a una fase más rígida y resistente, homogéneamente dispersa en la matriz, cuyo propósito es optimizar propiedades

específicas del sistema. La Figura 2.1 muestra la clasificación de los materiales compósitos en función de la geometría del refuerzo, el cual puede presentarse de forma continua (fibras largas o de estructuras laminares) o discontinua (partículas, whiskers o fibras cortas) [5-7]. Con frecuencia, el refuerzo se emplea para mejorar el desempeño mecánico, particularmente para incrementar la relación resistencia/peso del material. El termino relleno se utiliza para referirse a refuerzos discontinuos que se incorporan principalmente con fines funcionales (por ejemplo, propiedades térmicas, eléctricas o tribológicas), más que estructurales [8].

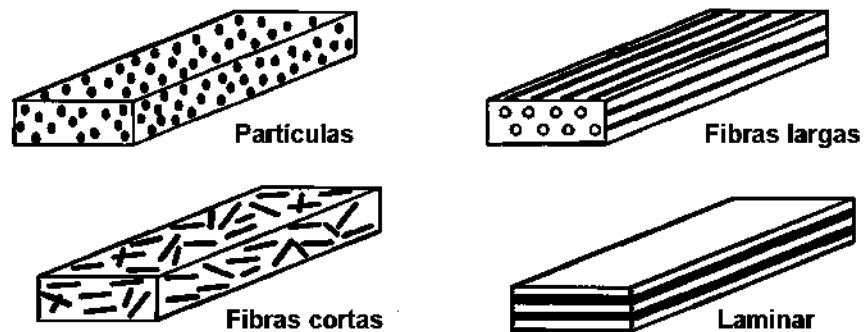


Figura 2.1 Clasificación de los compósitos en función del tipo de refuerzo [5].

Debido a su versatilidad, los compósitos son ampliamente utilizados en sectores como el aeroespacial, aeronáutico, ferroviario y automotriz, donde se demandan combinaciones de bajo peso, alta resistencia y durabilidad. Gay [9] describe un caso típico en la industria aeroespacial, en la cual la reducción de masa estructural es clave para incrementar la eficiencia del combustible. En este contexto, los compósitos ofrecen ventajas adicionales como buena resistencia a la fatiga y resistencia a la corrosión, lo que puede traducirse en mayor vida útil y reducción de costos de mantenimiento.

La manufactura de materiales compósitos —en particular los de matriz metálica— involucra rutas de procesamiento tanto en estado líquido como en estado sólido. Entre los procesos en estado líquido se incluyen técnicas de infiltración, dispersión, formado por aspersion y reacciones *in situ*, en las cuales el refuerzo se introduce o se forma dentro de una matriz fundida. En contraste, en procesos en estado sólido como la metalurgia de polvos y la unión por difusión, la consolidación ocurre mediante mecanismos de difusión mutua entre matriz y refuerzo. La selección de la ruta de

síntesis depende del tipo de matriz y refuerzo, así como de la microestructura y propiedades objetivo del material final [10-12].

2.1.1 *Compósitos de fases interpenetradas (IPC)*

Una clase emergente de materiales compósitos con alto potencial en ingeniería corresponde a los compósitos con fase interpenetradas, comúnmente denominados interpenetrating phase composites (IPC). En los IPC metal–cerámico, ambas fases forman redes tridimensionales continuas e interconectadas, lo que los distingue de los compósitos convencionales reforzados con partículas o fibras discontinuas. Este tipo de arquitectura se obtiene, de manera habitual, a partir de preformas cerámicas porosas que posteriormente son infiltradas con aleaciones metálicas fundidas, dando lugar a un sistema en el que la matriz y refuerzo comparten continuidad estructural. La Figura 2.2 ilustra de manera esquemática el concepto de compuesto IPC, en el que tanto la matriz metálica como el refuerzo cerámico forman redes tridimensionales continuas y co-percolantes.

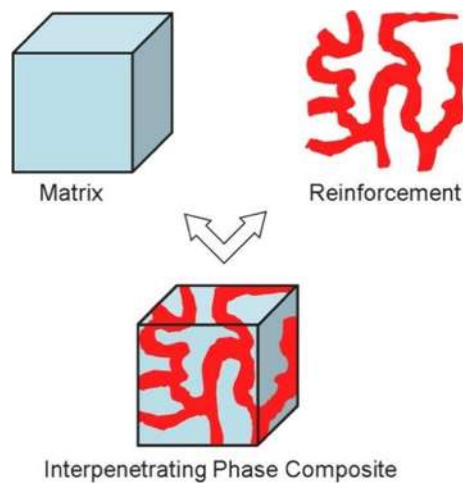


Figura 2.2 Esquema de un compuesto de fases interpenetradas (IPC), donde matriz y refuerzo forman redes tridimensionales continuas [13].

Diversos estudios han demostrado que los compósitos interpenetrados exhiben propiedades mecánicas y térmicas superiores frente a los compósitos reforzados de forma convencional. Entre sus principales ventajas se encuentran una mayor resistencia y rigidez, alta conductividad térmica, coeficientes de expansión térmica reducidos y mejor resistencia a la fatiga, atribuibles a la eficiente transferencia de carga y a la elevada estabilidad de la interfase metal–cerámica [13-15].

Bauer y col. [16] desarrollaron compósitos metal–cerámico con fases continuas interconectadas empleando refuerzos de carbono pirolítico con arquitectura tridimensional, fabricados mediante impresión 3D, e infiltrados posteriormente con una matriz metálica de níquel por electrodeposición. El material resultante presentó una red continua entre ambas fases a escala nanométrica. Los ensayos de compresión uniaxial mostraron resistencias de hasta 3.5 GPa, acompañadas de una deformación dúctil prolongada y una capacidad de absorción de energía significativamente mayor que la de las fases individuales. Estos resultados evidencian que la arquitectura interpenetrada permite mitigar la fragilidad intrínseca de los materiales cerámicos, al combinar la tenacidad del metal con la elevada resistencia del refuerzo, generando materiales densos con comportamiento mecánico sobresaliente y alto potencial para aplicaciones estructurales y multifuncionales.

Por su parte, Zheng y col. [3] fabricaron compósitos interpenetrados TiC–Fe a partir de esponjas de TiC sinterizadas a 1700 °C durante 1 h y un proceso de infiltración sin presión. El estudio incluyó una comparación directa con compósitos del mismo sistema reforzados de forma discontinua con partículas de TiC. Las esponjas cerámicas fueron infiltradas con hierro reducido en forma de bloque a 1550 °C durante 30 min bajo vacío, mientras que los compósitos reforzados con partículas se obtuvieron por sinterización sin presión. Los resultados mostraron que los compósitos interpenetrados, con un contenido volumétrico de refuerzo cerámico del 4 %, alcanzaron mayores densidades (7.71 ± 0.04 y 7.61 ± 0.14 g/cm³) y menores porosidades residuales (0.39 % y 1.68 %), así como valores superiores de resistencia a la tensión (282 ± 30 y 343 ± 9 MPa), en comparación con los compósitos reforzados discontinuamente, que presentaron una densidad de 7.03 ± 0.05 g/cm³, una porosidad residual de 9.17 % y una resistencia a la tensión de 206 ± 36 MPa. Estos resultados ponen de manifiesto que la continuidad e interconexión de fases favorecen una unión más eficiente y un mejor desempeño físico–mecánico del material. La Figura 2.3 muestra la microestructura de la esponja cerámica infiltrada, en la forma final del compósito interconectado obtenido.

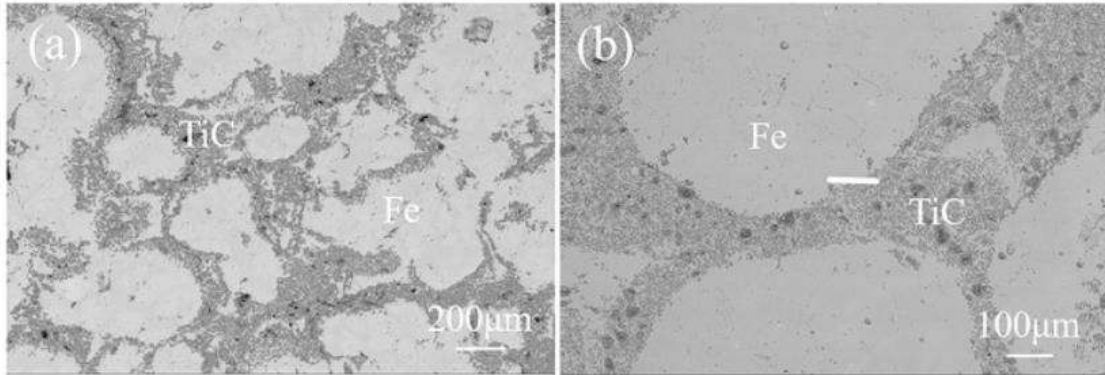


Figura 2.3 Microestructura del compuesto interconectado TiC/Fe [3].

Asimismo, Yang y col. [17] se enfocaron en el desarrollo de compósitos interpenetrados a partir de cerámicos Ti_3SiC_2 infiltrados con una matriz de cobre mediante infiltración al vacío a una temperatura máxima de 1400 °C durante 2 h, logrando una infiltración completa. Como resultado, se observaron mejoras significativas en las propiedades mecánicas y eléctricas respecto al cerámico base. En particular, la conductividad eléctrica del compuesto alcanzó valores de hasta 5.73×10^5 S/m, en contraste con 2.63×10^5 S/m correspondientes al Ti_3SiC_2 monolítico. La Figura 2.4 muestra la microestructura del compuesto interconectado obtenido, donde se aprecia una adecuada adherencia entre ambas fases, factor clave en la mejora de sus propiedades funcionales.

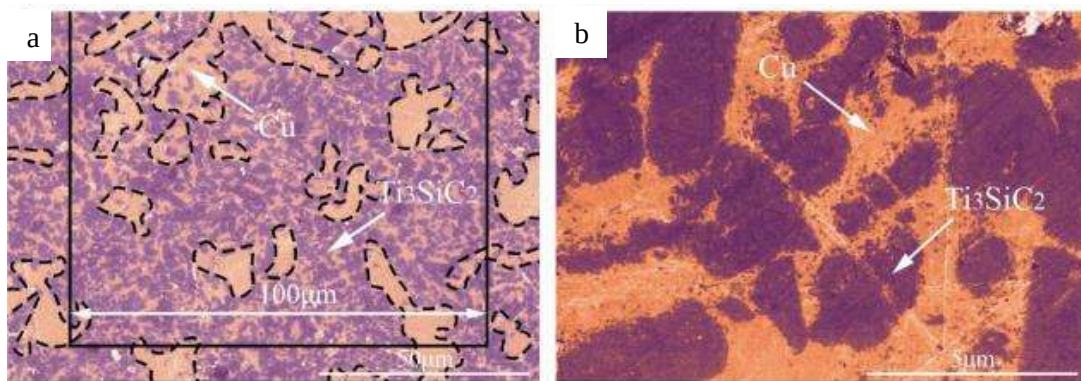


Figura 2.4 Microestructura del compuesto interconectado $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Cu}$ [17].

2.2 Infiltración líquida de compósitos metal–cerámico

Entre los procesos de manufactura de materiales compósitos de matriz metálica, la infiltración líquida es una de las técnicas más utilizadas, debido a su relativa simplicidad, bajo costo de producción y la adaptabilidad a una amplia gama de sistemas metal–cerámico. Adicionalmente, este método permite obtener compósitos con altos volúmenes de refuerzo, característica especialmente relevante en el desarrollo de compósitos interconectados. El proceso consiste, de manera general, en la introducción de un metal fundido dentro de un sólido poroso, típicamente una preforma cerámica, con el fin de llenar su red de poros y consolidar el material compuesto.

El mecanismo de infiltración está gobernado por el grado de humectabilidad entre la matriz metálica líquida y la preforma sólida. Cuando el metal fundido moja adecuadamente al sólido, la infiltración puede llevarse a cabo únicamente por fuerzas capilares, dando lugar a una infiltración espontánea o infiltración sin presión externa. En contraste, en sistemas donde la humectabilidad es limitada, es necesario aplicar una fuerza externa que promueva la penetración del metal líquido en la preforma. Dicha fuerza puede generarse mediante vacío, presión de gas o presión mecánica [12, 18, 19].

En la infiltración por presión de gas, el metal fundido es impulsado hacia el interior de la preforma mediante un gas presurizado, que suministra la presión requerida para lograr la formación del compuesto. El nitrógeno es uno de los gases más empleados; sin embargo, también se utilizan atmósferas inertes para evitar reacciones químicas indeseables [20]. Por otro lado, la infiltración por presión mecánica permite obtener piezas prácticamente libres de poros y con geometría semiterminada. En este caso, un pistón comprime directamente el metal líquido, forzándolo a penetrar la preforma, mientras que la solidificación del compuesto ocurre de manera simultánea [20, 21].

2.2.1 Infiltración sin presión externa

La infiltración espontánea, también denominada infiltración sin presión o infiltración capilar, es una de las técnicas más empleadas en la fabricación de compósitos de matriz metálica, derivado de su relativa simplicidad, bajo costo de producción y adaptabilidad a una amplia gama de sistemas metal–cerámico, particularmente, en sistemas con buena afinidad química entre las fases. El proceso consiste en hacer fluir una matriz metálica en estado líquido a través de los canales de una preforma porosa, sin necesidad de aplicar presión externa. El éxito de la infiltración por acción

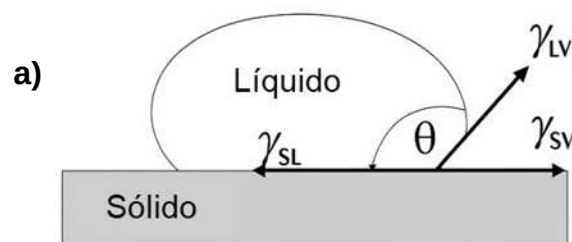
capilar depende del grado de mojabilidad entre el metal líquido y la superficie del preformado cerámico, de forma que el líquido pueda penetrar y llenar eficientemente la red porosa [22].

Un alto grado de mojabilidad asegura que la matriz metálica fluya sin obstáculos a través de los poros de la preforma, favoreciendo una infiltración completa del preformado y reduciendo la porosidad residual del compuesto. El parámetro fundamental para evaluar la mojabilidad es el ángulo de contacto (θ), definido como el ángulo formado entre la superficie sólida de la preforma y el líquido en contacto, como se ilustra en la Figura 2.5. Cuando el ángulo de contacto θ es menor a 90° , existe una acción capilar que impulsa el flujo del metal fundido hacia el interior de la preforma; cuanto menor es el valor de θ , mayor es el grado de mojado [23]. En cambio, si el ángulo de contacto es mayor a 90° , el sistema se considera no humectante, y la infiltración capilar no es espontánea, requiriendo una fuerza externa para lograrla.

De acuerdo con el modelo de Young Dupré [23], el ángulo de contacto se relaciona con las energías interfaciales del sistema mediante la ecuación:

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta \quad (\text{Ec. 2.1})$$

donde γ_{SV} , γ_{SL} y γ_{LV} corresponden a las energías interfaciales de las interfaces sólido–vapor, sólido–líquido y líquido–vapor, respectivamente.



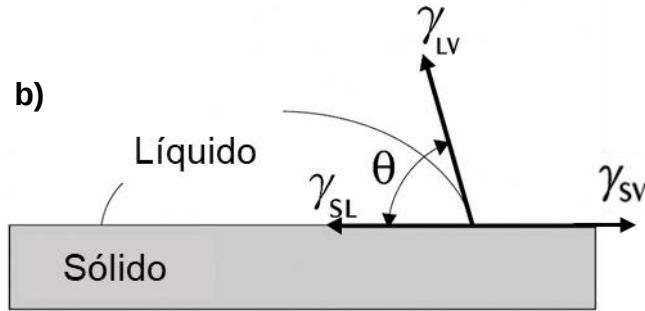


Figura 2.5 Esquema del ángulo de contacto: a) sistema no humectante y b) sistema humectante [24].

Otro aspecto clave en la infiltración espontánea es la ley de Lucas-Washburn, la cual describe la cinética de penetración de un líquido dentro de un capilar y constituye una herramienta fundamental para analizar el comportamiento de los metales fundidos en preformas porosas. Esta ley establece que la longitud de penetración del líquido es proporcional a la raíz cuadrada del tiempo transcurrido, y depende tanto de las propiedades del líquido como de las características geométricas de los poros [22]. La expresión de Washburn se describe mediante la ecuación:

$$l = \sqrt{\frac{\gamma D \cos \theta}{4\mu}} t \quad (\text{Ec. 2.2})$$

donde l es la longitud de penetración del líquido, γ la tensión interfacial, D el diámetro efectivo del poro capilar, θ el ángulo de contacto, μ la viscosidad dinámica del líquido y t el tiempo de infiltración. Esta relación pone de manifiesto la influencia crítica de la mojabilidad, la viscosidad del metal fundido y la arquitectura porosa de la preforma en la eficiencia del proceso de infiltración.

2.2.2 Infiltración asistida por vacío

La infiltración al vacío es un proceso de impregnación de preformas porosas o lechos de polvos con un metal en estado líquido, en el cual la aplicación de vacío facilita la eliminación del aire atrapado en los poros y favorece una infiltración más completa y homogénea. Esta técnica se emplea en la fabricación de compósitos de matriz metálica, donde la fase cerámica puede presentarse en forma continua o dispersa dentro de la matriz metálica.

El proceso se inicia sometiendo la preforma porosa a vacío, generalmente con apoyo de una bomba con objeto de evacuar el aire contenido en la red de poros. Posteriormente, el metal fundido entra en contacto con la preforma y, debido al gradiente de presión generado, es impulsado hacia el interior de los poros. Una vez completada la infiltración, el sistema se enfría, provocando la solidificación del metal dentro de la estructura porosa y asegurando una adecuada adhesión interfacial entre la matriz metálica y el refuerzo cerámico. Este mecanismo contribuye de manera directa a la mejora de las propiedades mecánicas y térmicas del compuesto resultante [23, 25]. La Figura 2.6 [23] ilustra el esquema general del proceso de infiltración al vacío.

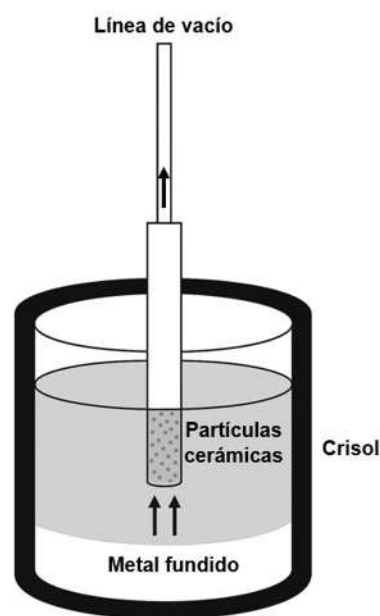


Figura 2.6 Representación esquemática del proceso de infiltración al vacío [23].

Al igual que en otros métodos de infiltración, la humectabilidad entre el metal líquido y la superficie cerámica desempeña un papel determinante en la eficiencia del llenado de poros. Una buena mojabilidad favorece la humectación de las paredes internas de la preforma, disminuye la energía interfacial y reduce la resistencia capilar al flujo del metal fundido. Como resultados se logra una infiltración más rápida, uniforme y reproducible, aspecto especialmente relevante en la obtención de compósitos interconectados, donde la continuidad de ambas fases es un requisito esencial para alcanzar un desempeño estructural y funcional óptimo.

2.3 Preformados cerámicas porosas para compósitos interpenetrados

En la fabricación de compósitos metal-cerámico por técnicas de infiltración, la base suele ser una preforma cerámica con estructura de poros abiertos interconectados por facilitar el flujo de metal fundido a través de ella [26]. Esta preforma cerámica juega un papel crucial en la determinación de la microestructura y propiedades del compósito final. Por lo tanto, para obtener cerámicos porosos con una estructura deseada en base a la forma, tamaño, distribución y conectividad de los poros es importante tener un control preciso de algunas de las variables del proceso más importantes como: tamaño y composición de los polvos iniciales, presión de compactación de los polvos base para la formación del cuerpo en verde y las condiciones de sinterización (temperatura, tiempo y atmósfera) [27, 28]. Las técnicas convencionales para fabricar este tipo de materiales incluyen la sinterización parcial [29], el uso de plantillas de sacrificio [30], plantilla de réplica [31] y espuma directa [32]. Stochero y col. [33] fabricaron cerámicos porosos con redes tridimensionales por el método de espumado directo alcanzando porosidades superiores al 80 % y una amplia distribución de tamaño de poro de aproximadamente $956 \pm 292 \mu\text{m}$. Otro estudio empleó la técnica de plantilla de réplica para obtener cerámicos 3D de SiC con porosidades en el rango de 86.4 % a 87.8 % [31]. A partir de la fundición de gel de espuma en combinación con un proceso de sinterización para preparar preformas porosas de cordierita a partir de polvos de MgO, Al_2O_3 y SiO_2 permitió obtener porosidades mayores al 82 % [34].

2.3.1 Preformas obtenidas por compactación y sinterización

La metalurgia de polvos es una técnica de procesamiento en estado sólido de los materiales compósitos de matriz metálica hechos a base de polvos. Esta técnica consta de tres etapas fundamentales: mezclado de polvos, formado por compactación y un ciclo térmico de sinterización controlado en términos de temperatura, tiempo y atmósfera [35]. Durante el mezclado, los polvos generalmente en forma de partículas finas y uniformes, se integran con aditivos para mejorar el flujo de la mezcla y la cohesión de las partículas. La etapa de compactación implica la aplicación de alta presión por prensado en frío o caliente, de forma axial o biaxial sobre la mezcla homogénea de polvos por medio de un punzón o dado, para obtener el preformado en verde con la geometría del producto final [36]. Esta compactación previa a la sinterización es beneficiosa, ya que reduce el agrupamiento de partículas y aumenta la unión entre ellas [37].

Durante la sinterización de los compactos en verde, las partículas se unen entre sí para la formación de cuellos entre partículas mediante el mecanismo de difusión atómica a alta temperatura, lo que resulta en la consolidación de la estructura porosa. Es esencial mantener una óptima presión de compactación y controlar rigurosamente el tiempo y la temperatura de sinterización para lograr la microestructura deseada, por ende la porosidad total y el tamaño de los poros de la pieza sinterizada, está fuertemente condicionado por la densidad del preformado en verde, es decir, cuanto más empacado esté el material, menos poroso será el producto final, lo que resulta en menores cambios dimensionales durante el sinterizado. Por lo tanto, es importante asegurar una alta densificación de los cuerpos en verde para minimizar la deformación durante este proceso [35, 36]. Por otro parte, se ha reportado que al integrar la sinterización con una reacción química *in situ* donde se liberan gases que actúan como agentes formadores de poros, mejora la porosidad y vuelve a la preforma aún más atractiva para ser utilizada en procesos posteriores como la infiltración. Según el informe de Chen y col. [37], mediante el tratamiento de sinterización es posible obtener preformados cerámicos con una porosidad máxima del 60 % y un tamaño de poro en el rango de 1 nm a 10 μm .

2.3.2 Esponjas cerámicas obtenidas por tecnología de polvos

En el campo de los materiales porosos, el término espuma suele emplearse para describir estructuras dominadas por poros cerrados, que en muchas de las investigaciones son aplicables estructuralmente, como en el caso de las espumas metálicas. En contraste, las esponjas se caracterizan por presentar alta porosidad abierta y una estructura tridimensional interconectada, lo que las hace particularmente adecuadas para aplicaciones funcionales como filtración, catálisis, aislantes térmicos e implantes biomédicos [38, 39]. Aunque ambos conceptos comparten similitudes, las diferencias en su arquitectura interna determinan su idoneidad para aplicaciones específicas.

El espumado se refiere a los procesos mediante los cuales se generan poros dentro del material, ya sea mediante la adición de agentes espumantes o a través de la descomposición controlada de ciertos compuestos durante tratamientos térmicos. En otros casos, estos procesos se combinan con rutas de tecnología de polvos y reacciones *in-situ* durante el sinterizado, con el objetivo de lograr un mejor control de la estructura porosa [37]. La síntesis de espumas o esponjas por tecnología de polvos presenta un alto potencial, ya que permite producir piezas con buen

control dimensional y un uso eficiente de la materia prima. No obstante, aunque existen numerosos estudios sobre el espumado de metales y aleaciones metálicas, los trabajos dedicados a la manufactura de esponjas cerámicas siguen siendo relativamente limitados.

Papantoniou y col. [40] investigaron la síntesis de espumas de aluminio a partir de polvos de aluminio con distintas geometrías (finos, gruesos y tipo escamas), combinados con TiH_2 como agente espumante. Las mezclas fueron compactadas en frío de manera uniaxial a presiones entre 200 y 1200 MPa, y posteriormente calentadas a temperaturas entre 650 °C y 800 °C. Los resultados mostraron una mayor eficiencia de espumado al emplear polvos finos de aluminio, presiones de compactación superiores a 700 MPa y temperaturas de espumado cercanas a 800 °C.

Ma y col. [41] se enfocaron en la fabricación de esponjas de TiC a partir de la combinación de polvos de TiC, níquel, grafito y urea como espaciador, utilizando alcohol poli-vinílico como aglutinante. Los compactos se sinterizaron en vacío a diferentes temperaturas y tiempos, alcanzando una temperatura máxima de 1500 °C durante 60 min. Este estudio evidenció la presencia de macroporos interconectados y microporos en las esponjas obtenidas (Figura 2.7), concluyendo que ambas escalas de porosidad pueden controlarse mediante la optimización de la cantidad de aditivos incorporados.

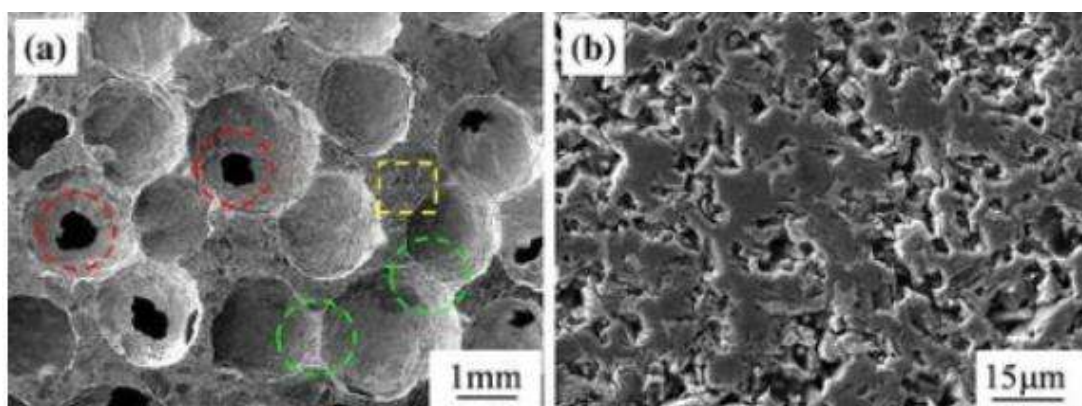


Figura 2.7 Morfología de la esponja de TiC: a) macroporos y b) microporos [42].

De manera similar, otros autores han reportado la síntesis de esponjas de TiC mediante reacciones directas entre polvos de TiO_2 , carbón negro y resina fenólica como fuente de carbono, incorporando partículas originales de TiC para modular la microestructura [43]. En este caso, se obtuvieron esponjas con porosidad tridimensional y tamaños de poro en el rango de 90–230 nm,

influenciados directamente por el contenido de TiC añadido. El proceso. De sinterización se llevó a cabo a 1400 °C durante 1 h.

Finalmente, Cao y col. [44] sintetizaron esponjas de TiCO empleando resina fenólica como fuente de carbono y partículas de TiO₂ como precursor de titanio. Tras un pretratamiento térmico a 150 °C durante 1 h y una sinterización a 1500 °C, las esponjas obtenidas presentaron porosidades de entre 63 % y 82 %, con una distribución jerárquica de poros que abarca desde la micro hasta la nanoescala, con microporos de aproximadamente 52 μm y nanoporos en el intervalo de 52–138 nm.

Para el presente trabajo, los antecedentes descritos ponen de manifiesto que la arquitectura porosa del preformado cerámico es un factor determinante en la obtención de compósitos metal–cerámico interconectados mediante infiltración. En particular, el control de la porosidad abierta, la conectividad tridimensional y la estabilidad estructural de la esponja cerámica resulta esencial para asegurar una infiltración eficiente de la matriz metálica y una adecuada continuidad de fases en el compósito final. En este contexto, la ruta de tecnología de polvos combinada con reacciones *in situ* ofrece una alternativa versátil para diseñar preformas cerámicas con porosidad controlada, adecuadas para procesos de infiltración líquida. Con base en ello, en las secciones siguientes se describen los materiales base empleados en este estudio, específicamente el hidruro de titanio (TiH₂) y la resina fenólica (C₇H₆O₂), así como su función y comportamiento durante la síntesis de las esponjas de TiC utilizadas como preformados porosos.

2.4 Materiales precursores para la síntesis de esponjas de TiC

En el presente trabajo, los precursores empleados para la síntesis de esponjas de TiC fueron polvos de hidruro de titanio (TiH₂) como fuente de titanio y resina fenólica (C₇H₈O₂) como fuente de carbono. La selección de estos materiales responde a su comportamiento termoquímico complementario durante el tratamiento térmico, lo que permite integrar los procesos de deshidrogenación, pirólisis y sinterización en una sola ruta de síntesis. A continuación, se describen sus principales características y el papel que desempeñan durante el tratamiento térmico.

2.4.1 Hidruro de titanio (TiH₂) como precursor de Ti y agente formador de poros

Numerosos trabajos han reportado el uso de polvos de TiH₂ en procesos de espumado de metales y cerámicos, debido a su comportamiento como agente espumante formador de poros. Durante el

calentamiento, el TiH_2 se descompone térmicamente liberando hidrógeno, lo que induce la formación de poros a medida que las partículas del hidruro se deshidrogenan, contribuyendo de manera directa al desarrollo en la estructura porosa del material [45].

Los polvos de TiH_2 , caracterizados por su naturaleza dura y frágil, han despertado un interés creciente en la síntesis de materiales porosos mediante metalurgia de polvos, ya que permiten una liberación controlada de hidrógeno durante la etapa de deshidrogenación [46]. Este proceso ocurre bajo condiciones térmicas controladas, dando lugar a la formación de partículas de titanio metálico, mientras que el hidrógeno liberado actúa como una atmósfera local reductora, disminuyendo la contaminación superficial y protegiendo al titanio de la oxidación. Este entorno favorece, además la ocurrencia de reacciones subsecuentes, como la carburización in situ.

La literatura indica que la deshidrogenación del TiH_2 ocurre típicamente en el intervalo de 400 a 800 °C, generalmente durante el ciclo de sinterización, y es sensible a parámetros como la temperatura máxima alcanzada y la velocidad de calentamiento [47]. Se ha observado que, al incrementar la cantidad de TiH_2 empleada como agente formador de poros en sistemas de espumado, la porosidad aumenta de manera progresiva; sin embargo, un exceso de hidruro puede provocar la fractura del material debido a la expansión excesiva asociada a la liberación de hidrógeno [48].

Adicionalmente, los polvos del TiH_2 se utilizan ampliamente para la obtención de titanio puro o aleaciones base titanio con propiedades mecánicas mejoradas. Esto debido a que durante el sinterizado, la deshidrogenación introduce defectos cristalinos adicionales, lo que favorece los mecanismos de difusión, acelera la densificación y conduce a tamaños de grano más finos en el material final [49].

2.4.2 Resina fenólica como fuente de carbono y aglutinante transitorio

La resina fenólica es uno de los aglutinantes orgánicos más empleados en la fabricación de materiales carbonados, debido a su elevada capacidad para generar residuos carbonosos durante su descomposición térmica. Esta característica se atribuye a su composición química, que puede contener hasta 80 % en peso de carbono original, clasificándola como una resina no grafitizada [50]. En consecuencia, resulta especialmente atractiva en sistemas que requieren una fuente sólida de carbono para reacciones termoquímicas durante tratamientos térmicos.

El proceso de pirólisis de la resina fenólica ocurre en ausencia de oxígeno y a temperaturas superiores a 400 °C [51]. Durante esta transformación, se liberan moléculas de agua, gases y compuestos fenólicos, al mismo tiempo que se forma carbono sólido a partir de la reorganización de los anillos aromáticos y de los grupos hidroxilo y metileno presentes en su estructura molecular. Estudios detallados han descrito que la descomposición involucra la ruptura de enlaces de C–H, O–H y C–O, así como de enlaces C–C en la cadena principal, dando origen a las especies carbonadas responsables de la formación del residuo sólido [52].

De acuerdo con Luz y col. [53], la resina fenólica destaca entre diversas fuentes de carbono su notable rendimiento carbonoso, que oscila entre el 40 % y el 70 % en peso, en contraste con otras fuentes de carbón que presentan rendimientos considerablemente menores. Esta elevada eficiencia, aunada a su función como aglutinante transitorio durante la compactación, convierte a la resina fenólica en un precursor idóneo para la síntesis in situ de TiC y para el desarrollo de una arquitectura porosa interconectada en las esponjas cerámicas.

2.5 Compósitos de matriz de aleaciones Al–Cu

En el ámbito de la ingeniería de materiales, la búsqueda continua de sistemas innovadores con alto desempeño estructural y funcional ha impulsado el desarrollo de compósitos de matriz metálica de aluminio (AMMC). Estos materiales han adquirido especial relevancia en sectores como el aeroespacial y el automotriz, donde se requiere una elevada relación resistencia/peso, buena estabilidad térmica y confiabilidad bajo condiciones de servicio exigentes. En este contexto, los AMMC reforzados con partículas cerámicas como carburo de silicio (SiC) y carburo de titanio (TiC) se han consolidado como alternativas atractivas, ya que dichos refuerzos contribuyen significativamente a la mejora de las propiedades mecánicas y térmicas de los compósitos [1].

El cobre es uno de los elementos aleantes frecuentemente incorporado en las aleaciones base aluminio. Su adición incrementa la dureza y la resistencia a la deformación y al desgaste, además de influir favorablemente en el comportamiento frente a la corrosión. Desde el punto de vista del procesamiento, el cobre también puede facilitar la manufactura de aleaciones y compósitos de aluminio, al modificar las condiciones de fusión y solidificación del sistema [54]. Debido a la creciente demanda de materiales funcionales ligeros, con alta conductividad térmica y estabilidad a temperaturas elevadas, especialmente para aplicaciones como empaquetamientos electrónicos, las aleaciones Al-Cu han sido objeto de numerosos estudios. En estos sistemas, el aluminio aporta

ligereza, mientras que el cobre contribuye de manera significativa a la disipación eficiente de calor [55].

El incremento en el contenido de cobre no solo aumenta la densidad de la aleación y del compuesto resultante, sino que también favorece mejoras significativas en las propiedades mecánicas, como se ha reportado en diversos trabajos. Reddy y col. [56] fabricaron compósitos de aleaciones Al-Cu reforzados con polvo de cobre mediante fundición por agitación, empleando formulaciones con 5 y 10 % en peso de Cu. Los resultados mostraron un aumento notable de la dureza en comparación con las aleaciones no reforzadas: con 5 % de Cu, la aleación alcanzó 370 MPa, mientras que el compuesto con la misma fracción de cobre presentó valores de hasta 532 MPa, evidenciando el efecto de endurecimiento asociado a la presencia del refuerzo.

De manera consistente, Li y col. [57] sintetizaron compósitos híbridos de matriz Al-Cu reforzados con partículas nanométricas de SiC y fases Mg_2Si formadas in situ, empleando una combinación de tratamiento ultrasónico y fundición por compresión. Los compósitos obtenidos exhibieron una resistencia a la tracción de 325 MPa y un límite elástico de 210 MPa, lo que representó incrementos del 25.0 % y 31.3 %, respectivamente, en comparación con la aleación base. Estas mejoras se atribuyeron al refinamiento de grano, a la distribución homogénea de las nanopartículas de SiC, el bajo coeficiente de expansión térmica de los refuerzos y el fortalecimiento de límites de grano, ya que las fases Mg_2Si y SiC restringieron eficazmente el movimiento de dislocaciones.

En otro estudio, se reportó la síntesis de polvos eutécticos Al-33 % Cu reforzados con 5 % de nanoplaquetas de grafito mediante aleación mecánica, seguido de prensado en caliente y sinterización a 510 °C. En este caso, se reportaron valores de nanodureza de 5.5 GPa y un módulo de Young de 180 GPa, superiores a los de la matriz sin refuerzo. Estas mejoras se asociaron a la formación de intermetálicos como $CuAl_2$ y Cu_9Al_4 , generados durante el procesamiento térmico [58].

Onat y col. [59] evaluaron compósitos de aleaciones Al-Cu reforzados con SiC (5–15 % vol.) procesados por squeeze casting. Observaron que, al aumentar la fracción volumétrica de SiC, tanto la dureza como la resistencia a la tracción aumentaron, alcanzando valores de hasta 139 BHN con 15 % de refuerzo; sin embargo, este aumento estuvo acompañado de un incremento en la porosidad. Por otra parte, en un estudio enfocado en el efecto del cobre en compósitos Al/SiC

procesados por sinterización [60], se determinó que la adición de Cu promovió la formación de una fase líquida transitoria, lo que favoreció la densificación y redujo significativamente la porosidad. La densidad aumentó de valores inferiores al 86 % (sin Cu) a valores superiores al 90 %, y microestructuralmente se observó la formación de intermetálicos CuAl_2 durante el enfriamiento. En términos mecánicos, la resistencia a la flexión mostró una mejora notable, incrementándose de 49–60 MPa en los compósitos sin cobre a valores superiores a 200 MPa en los compósitos con Cu.

2.6 Compósitos metal–cerámico reforzados con TiC

El carburo de titanio es un cerámico refractario de alto desempeño, caracterizado por una temperatura de fusión cercana a 3140 °C y una densidad de 4.93 g/cm³, lo que lo posiciona como un refuerzo altamente atractivo para compósitos de matriz metálica. Su combinación de baja densidad, alto módulo elástico, elevada dureza, notable resistencia al desgaste y buena conductividad eléctrica y térmica, en comparación con otros cerámicos estructurales, ha motivado su uso en aplicaciones que demandan desempeño mecánico y estabilidad térmica [61]. La tabla 2.1 resume algunas de las propiedades físicas y térmicas más relevantes del TiC.

Tabla 2.1 Propiedades térmicas y físicas del TiC [61, 62].

Densidad teórica (g/cm ³)	4.93
Punto de fusión (°C)	3140
Resistividad ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)	68
Conductividad térmica (W/m·K)	21
Coeficiente de expansión térmica (10^{-6} K^{-1})	7.74
Dureza Vickers (GPa)	25.1
Modulo elástico (GPa)	451
Tenacidad a la fractura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	5.1
Resistencia a la flexión (MPa)	240–400

La formación in situ de TiC dentro de matrices metálicas presenta ventajas importantes, ya que favorece la obtención de tamaños de grano finos y una unión interfacial más eficiente entre el refuerzo y la matriz. El TiC puede sintetizarse mediante diferentes rutas, entre ellas la reacción

directa entre titanio y carbono, de carácter exotérmico, y la reducción carbotérmica. Sin embargo, en la reacción directa es común la presencia de impurezas residuales, como titanio o carbono no reaccionados, lo que puede limitar la pureza del TiC obtenido [61].

Wei y col. [63] estudiaron la fabricación de compósitos empleando una aleación Ti-6Al-4V como matriz y nanotubos de carbono de pared múltiple como fuente de carbono para la formación in situ de TiC. Los polvos fueron compactados y consolidados mediante sinterización por chispa de plasma (SPS) a 40 MPa y 850 °C durante 5 min. A esta temperatura se logró la formación efectiva de TiC, sustentada por cálculos termodinámicos que arrojaron una energía libre de Gibbs de -176 kJ/mol. Los resultados mostraron un refinamiento significativo del tamaño de grano, acompañado de un incremento en la microdureza y en la resistencia a la compresión del compósito respecto a la aleación sin refuerzo. Sin embargo, se observó que un refinamiento excesivo del refuerzo podía inducir la nucleación y propagación de microfisuras, asociadas a la fractura de partículas duras de TiC, las cuales, además de actuar como portadoras de carga, generan concentraciones locales de esfuerzo.

Anbesh y col. [64] sintetizaron compósitos de matriz de Al-1100, reforzados con partículas de alúmina y TiC en diferentes proporciones, utilizando fundición por agitación. El análisis de dureza Rockwell y resistencia a la tracción mostró que, al incrementar el contenido total de refuerzo cerámico hasta un 20 %, la dureza aumentó a 119 HRB y la resistencia a la tracción alcanzó 149.3 MPa, en comparación con el aluminio puro, que presentó valores de 58.4 HRB y 120.4 MPa, respectivamente. Estas mejoras se atribuyeron a una fuerte unión interfacial que permitió una transferencia de carga eficiente hacia el refuerzo, así como un incremento correspondiente en la resistencia al desgaste.

León y col. [65] emplearon la infiltración sin presión para la fabricación de compósitos del sistema Ni/TiC. Se compactaron preformas verdes de TiC a 14 MPa, las cuales fueron pre-sinterizadas a 1250 °C durante 1 h. Posteriormente, se realizó la infiltración con níquel electrolítico a 1515 °C durante 25 min. Como resultado, se obtuvieron compósitos Ni/TiC altamente densificados, con una densidad de hasta 6.39 g/cm³ y una dureza de 788 HV_{0.5}. La infiltración capilar permitió alcanzar una composición de 60 % TiC y 40 % Ni, con una porosidad residual mínima del 1.4 %, así como un comportamiento prácticamente isotrópico, asociado a la distribución homogénea del refuerzo.

En otro estudio, se evaluaron las propiedades físicas, mecánicas y de desgaste por deslizamiento en seco de compósitos de Al–6061 reforzados con partículas de TiC, fabricados por fundición por agitación. Se observó que el aumento en el contenido de TiC condujo a un incremento en la densidad (superior a 2.90 g/cm^3), así como en la dureza, la resistencia a la tracción y la resistencia al desgaste. El desajuste en los coeficientes de expansión térmica entre la matriz de Al y el TiC generó esfuerzos térmicos internos, reflejados en un aumento de la densidad de dislocaciones. Consecuentemente, el coeficiente de expansión térmica del compósito disminuyó con el incremento del refuerzo, contribuyendo al mejor desempeño mecánico observado [66].

Finalmente, Nyanor y col. [67] investigaron el efecto del refuerzo simultáneo con partículas de TiC micrométricas y nanotubos de carbono (CNT) sobre las propiedades mecánicas y térmicas de compósitos híbridos de matriz de aluminio, sintetizados por metalurgia de polvos. El compósito híbrido exhibió una dureza notablemente superior ($128.8 \pm 6.8 \text{ HV}$) en comparación con el sistema 10TiC/Al ($110 \pm 8.8 \text{ HV}$), además de una reducción significativa del coeficiente de expansión térmica, atribuida a los bajos CTE de los refuerzos cerámicos. De manera análoga, otro estudio [68] desarrolló compósitos híbridos Cu/TiC–Gr e hizo una comparación con compósitos convencionales Cu/TiC con alto contenido de refuerzo cerámico (60 %). El compósito Cu/TiC mostró una porosidad cercana al 1 %, mientras que el compósito híbrido alcanzó aproximadamente el 4 %. En términos mecánicos, el sistema Cu/TiC presentó una dureza de 396 HV y un módulo elástico de 232 GPa, confirmando la eficacia del TiC como fase de refuerzo en matrices metálicas.

2.7 Compósitos interpenetrados basados en esponjas cerámicas

Los compósitos reforzados con esponjas constituyen una clase avanzada de materiales compósitos de interés en la ingeniería de materiales, debido a las ventajas asociadas a la arquitectura tridimensional interconectada del refuerzo. En este tipo de sistemas, la esponja actúa como una fase continua de refuerzo, mientras que la matriz, generalmente metálica aunque también puede ser cerámica, se introduce por infiltración, dando lugar a un material con fases interpenetradas. La estructura porosa abierta de las esponjas proporciona una plataforma única para mejorar tanto las propiedades mecánicas como las funcionales, al favorecer una interacción homogénea y eficiente entre la matriz y el refuerzo.

Durante la fabricación de estos compósitos, la infiltración del material matriz dentro de la esponja permite una distribución homogénea a lo largo de toda la estructura porosa, lo que garantiza

una continuidad estructural y una transferencia de carga más efectiva entre ambas fases. Esta característica distingue a los compósitos reforzados con esponjas de aquellos reforzados con partículas o fibras discontinuas, y explica el desempeño superior que suelen presentar en términos de resistencia mecánica, estabilidad térmica y comportamiento frente a cargas complejas.

Vijayan y col. [69] desarrollaron compósitos interpenetrados empleando esponjas de SiC infiltradas con una aleación de aluminio AA5083, utilizando infiltración por presión de gas. El estudio consideró dos variantes de esponjas: una con una densidad de poros de 10 poros por pulgada (PPI) y un tamaño de poro de 2.7 ± 0.45 mm, y otra con 20 PPI y un tamaño de poro de 1.8 ± 0.4 mm. Los ensayos de compresión realizados tanto en las esponjas como en los compósitos mostraron que el compósito con 10 PPI presentó valores de resistencia a la compresión superiores a los del compósito con 20 PPI, y significativamente mayores que los obtenidos de las esponjas cerámicas sin infiltrar. Resultados análogos se observaron en las pruebas de dureza Brinell, donde el compósito de 10 PPI alcanzó 56 BNH, mientras que el de 20 PPI registró 50 BNH, evidenciando la influencia directa de la arquitectura porosa en el desempeño mecánico.

Por su parte, Olszówka-Myalska y col. [70] utilizaron esponjas de carbón con una porosidad cercana al 97 % y diferentes tamaños de celdas (20, 45 y 100 PPI) para la fabricación de compósito mediante infiltración por presión, empleando magnesio puro y aleaciones de magnesio como matrices. Los análisis de microdureza revelaron que esta propiedad aumentaba conforme disminuía el tamaño de poro de la esponja, en comparación con el magnesio y sus aleaciones sin refuerzo. El compósito fabricado con una esponja de tamaño de celda de 45 PPI y matriz de magnesio mostró la menor porosidad residual, demostrando ser el más efectivo en el proceso de infiltración. Asimismo, los ensayos de compresión mostraron valores crecientes de resistencia al reducir el tamaño de celda, aunque con una influencia adicional de la composición de la matriz.

Roy y col. [71] emplearon polvos de alúmina y polímeros de cera para la fabricación de preformas porosas, las cuales fueron infiltradas con una matriz de Al-12Si mediante infiltración por presión. Los compósitos obtenidos presentaron una porosidad residual cercana al 3 % en volumen, atribuida principalmente a poros cerrados presentes en la preforma en verde que no pudieron ser infiltrados. Se llevaron a cabo mediciones del coeficiente de expansión térmica (CET) hasta 500 °C, revelando que dicho coeficiente disminuía conforme aumentaba el contenido de

refuerzo cerámico. En contraste, para bajos contenidos de refuerzo, el CET estuvo dominado por el comportamiento de la matriz metálica.

2.8 Estado del arte del sistema TiC/Al–Cu y compósitos para manejo térmico

2.8.1 Compósitos del sistema TiC/Al–Cu

La combinación de TiC, un cerámico refractario duro con elevada estabilidad térmica y química, alta resistencia a la corrosión, buena dureza y excelente resistencia al desgaste, con aleaciones base aluminio, caracterizadas por su baja densidad, buena resistencia a la corrosión y alta resistencia específica, permite el desarrollo de materiales particularmente atractivos para aplicaciones que demandan estructuras ligeras y resistentes [1,61]. Adicionalmente, este sistema ofrece la posibilidad de diseñar materiales funcionales con buena capacidad de conducción térmica, aspecto de interés creciente en aplicaciones como disipación de calor y empaquetamientos electrónicos. Aunque los estudios recientes enfocados en este último aspecto son aún limitados, el presente proyecto se centra precisamente en el análisis de las propiedades termofísicas de compósitos del sistema TiC/Al–Cu, con el objetivo de evaluar su potencial como material funcional.

Un aspecto clave en la fabricación de compósitos TiC/Al–Cu es la mojabilidad entre las fases cerámica y la matriz metálica. En estudios dedicados a la evaluación de la mojabilidad de partículas de TiC empleando aluminio puro y aleaciones Al–Cu como matrices, se realizaron mediciones del ángulo de contacto a diferentes temperaturas y composiciones de aleación. Se reportó que, en el caso del aluminio puro, la capacidad de mojado del TiC mejora de manera significativa al incrementar la temperatura por encima de 860 °C, alcanzando ángulos de contacto menores a 60 °C a 900 °C. Esta tendencia se asocia a fenómenos de reacción en la interfase, donde ocurre una ligera disolución de titanio hacia el baño metálico, lo que reduce la posibilidad de formación de fases indeseables como Al_4C_3 .

En cuanto a las aleaciones Al–Cu, se evaluó el efecto del contenido de cobre en proporciones de 1, 4, 8, 8, 20 y 33 % en peso, a temperaturas de 800, 900 y 1000 °C. Los resultados mostraron que, en el intervalo de 800–900 °C, el incremento del contenido de cobre favorece una reducción más rápida del ángulo de contacto, con excepción de la aleación Al–1 % Cu, cuyo comportamiento fue similar al del aluminio sin alear. Sin embargo, a 1000 °C se observó una ligera tendencia al aumento del ángulo de contacto para contenidos elevados de Cu, efecto atribuido a un

incremento en la viscosidad y en la tensión superficial de la aleación fundida. Asimismo, se registró que el tiempo requerido para alcanzar ángulos de contacto menores a 90° disminuye tanto con el aumento de la temperatura como con mayores concentraciones de Cu [24].

Bajo la ruta de fundición asistida por agitación electromagnética, Zhao y col. [72] sintetizaron compósitos del sistema TiC/Al–50Cu empleando partículas de TiC de diferente tamaño. La microestructura de los compósitos reveló la presencia de las fases α -Al y Al₂Cu correspondientes a la matriz metálica. En términos de comportamiento mecánico, los compósitos reforzados con partículas de TiC de mayor tamaño mostraron un mejor equilibrio de propiedades, superando a aquellos reforzados con partículas finas. Esta mejora se atribuyó a una dispersión más adecuada de las partículas grandes, que favorece mecanismos de fortalecimiento como el endurecimiento por dislocaciones, el refinamiento de grano, el fortalecimiento tipo Orowan y la transferencia efectiva de carga hacia el refuerzo cerámico. En contraste, las partículas finas tendieron a aglomerarse, reduciendo la eficiencia del refuerzo y promoviendo la aparición de microgrietas en la interfaz Al/TiC, lo que afectó negativamente la integridad del material. En conjunto, estos resultados confirman que el tamaño y la distribución del refuerzo son parámetros críticos para optimizar la microestructura y las propiedades mecánicas de los compósitos TiC/Al–Cu.

Por su parte, Zhang y col. [2] fabricaron compósitos de matriz de Al–4Cu con refuerzo in situ de TiC, evaluando su microestructura y propiedades mecánicas. Para ello, emplearon polvos de aluminio y cobre como matriz metálica, y polvos de titanio y carbono puro como precursores del refuerzo, en contenidos de 0, 5, 10 y 15 % en volumen. Las mezclas de polvos se homogeneizaron en un molino de bolas planetario durante 4 h y se secaron a 100 °C durante 2 h, para posteriormente ser compactados a 150 MPa, obteniendo cuerpos en verde de 20 mm de diámetro. La sinterización se llevó a cabo tanto en horno de microondas como por calentamiento convencional en un horno de fusión al vacío a 1000 °C, con un tiempo de permanencia de 5 min.

El TiC se formó mediante una reacción secuencial, en la que inicialmente el aluminio reaccionó con el titanio para formar TiAl₃, el cual posteriormente reaccionó con el carbono para generar TiC. El cobre, debido a su bajo contenido, no participó en reacciones de formación de compuestos, permaneciendo como parte de la matriz metálica. Se observó que la sinterización por microondas condujo a una distribución más uniforme del TiC y a partículas de menor tamaño,

particularmente a bajos contenidos de refuerzo, mientras que el calentamiento convencional favoreció la segregación y la formación de partículas de TiC de mayor tamaño. En términos de propiedades, el módulo de Young y la resistencia última a la tracción aumentaron con el incremento del contenido de TiC, aunque acompañados de una disminución en la ductilidad. En la Figura 2.8 se muestra la microestructura del compuesto, donde se identifican claramente las partículas de TiC y los intermetálicos formados, visibles como trazos o líneas transversales dentro de la matriz.

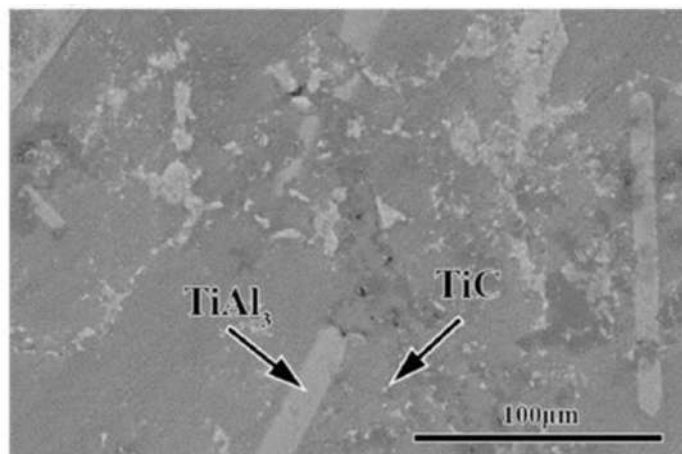


Figura 2.8 Microestructura del compuesto TiC/Al-4Cu [2].

Mohapatra y col. [73] investigaron las propiedades mecánicas y tribológicas de compósitos del sistema 5 % TiC/Al-4.5Cu, fabricados mediante la ruta de procesamiento por fricción rotatoria (friction stir processing). El análisis por difracción de rayos X evidenció la formación de fases intermetálicos como Al_3Ti y $CuAl_2$ dentro del compuesto. La incorporación homogénea de partículas duras de TiC dio lugar a mejoras significativas en el desempeño mecánico, alcanzándose una dureza Brinell máxima de 195 GBR en comparación con 132 GBR de la aleación Al-4.5 % Cu sin refuerzo. Adicionalmente, el compuesto mostró una mayor resistencia al desgaste y a la tracción que el metal sin reforzar.

Por su parte, Porter y col. [74] sintetizaron nanocompositos Al/TiC con 35 % en volumen de carburo de titanio mediante infiltración líquida, obteniendo materiales con porosidad residual de 3.06 %, densidad de 3.07 g/cm^3 y dureza Rockwell de 64. Este estudio resalta la eficacia de la combinación de compactación, sinterización e infiltración líquida para la obtención de nanocompositos con buena cohesión matriz-refuerzo y propiedades mecánicas mejoradas.

Estudios de Albiter y col. [75] y Bedolla y col. [76] evidencian que los compósitos Al–2024/TiC con altos contenidos de refuerzo cerámico (~52–55 % en volumen) pueden fabricarse de manera eficiente mediante infiltración sin presión de preformados porosos del cerámico, preparados por compactación y sinterización de los polvos de carburo cerámicos. La porosidad residual fueron <3 %, con formación de fases intermetálicas, tales como CuAl_2 , TiAl_3 , Ti_3AlC , AlTi_3 , Al_3Ti y Al_3TiSi , las cuales juegan un papel determinante en la respuesta mecánica del material. En particular, los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento (T6) favorecen la redisolución parcial y redistribución más homogénea de estos intermetálicos dentro de la matriz, como se muestra en la Figura 2.9.

Desde el punto de vista mecánico, se reportó un aumento significativo de la dureza, resistencia a la tracción y módulo elástico, con el incremento del contenido de TiC, aunque con una reducción en la ductilidad. Mientras que en [75] reportan durezas de hasta 38.5 HRC y resistencias últimas cercanas a 480 MPa para contenidos elevados de TiC, en [76] se reportan valores de microdureza entre 289 y 343 HV y un incremento de resistencia a la tracción hasta aproximadamente 400 MPa tras el envejecimiento, acompañada de un ligero aumento en el módulo elástico, de 195 a 197 GPa. Estas diferencias ponen de manifiesto que, además del contenido de refuerzo, la microestructura interfacial, la naturaleza de los intermetálicos formados y las condiciones del tratamiento térmico son factores clave para optimizar el desempeño mecánico y tribológico de los compósitos Al–2024/TiC.

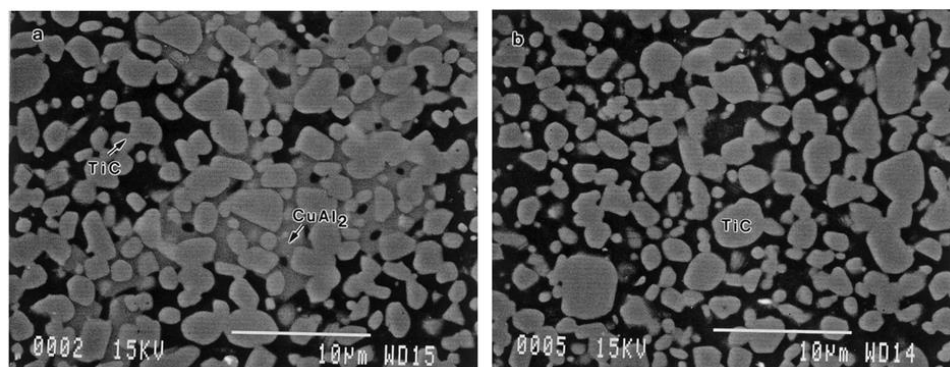


Figura 2.9 Microestructura del compuesto 55 %TiC/Al–2024: a) estado tal como se fabricó y b) después del tratamiento térmico de solución y envejecido [75].

Al igual que en los sistemas con matrices Al–Cu, los compósitos metal–cerámico han sido estudiados predominantemente desde el punto de vista mecánico, mientras que el análisis de sus

propiedades termofísicas ha recibido menor atención, particularmente en sistemas con estructuras interconectadas. Dado su papel crítico bajo condiciones térmicas exigentes, la siguiente sección aborda las propiedades termofísicas de compósitos metal–cerámico y su relación con la microestructura y la matriz.

2.8.2 Compósitos metal–cerámico con aplicaciones termofísicas

En aplicaciones como el empaquetado electrónico, los circuitos integrados y los sistemas de disipación térmica, los materiales compósitos, principalmente de matriz metálica, desempeñan un papel clave para mejorar la gestión del calor, reducir la expansión térmica y preservar la integridad estructural de los dispositivos durante su operación. En estos contextos, el desempeño del material no depende únicamente de su resistencia mecánica, sino del control simultáneo de un conjunto de propiedades termofísicas fundamentales, entre las que destacan la conductividad térmica, la capacidad calorífica, la difusividad térmica y el coeficiente de expansión térmica.

La posibilidad de ajustar las propiedades de los compósitos mediante la selección adecuada de la matriz y el refuerzo permite enfrentar desafíos termofísicos específicos, alcanzando un equilibrio entre el transporte térmico, resistencia mecánica y estabilidad dimensional. No obstante, pese al creciente interés en estas aplicaciones, gran parte de los estudios se ha centrado en sistemas convencionales (refuerzos particulados o fibrosos discontinuos), mientras que los compósitos con arquitecturas interconectadas han sido explorados de forma más limitada desde el punto de vista termofísico. Esta brecha es particularmente relevante, ya que la continuidad de fases y la interfase metal–cerámico pueden modificar de manera sustancial los mecanismos de transferencia de calor y la respuesta frente a gradientes térmicos. En la Figura 2.10 se ilustran diversos tipos de matrices metálicas y refuerzos empleados en la fabricación de compósitos orientados a aplicaciones termofísicas destacando la diversidad de enfoques reportados en la literatura [77].

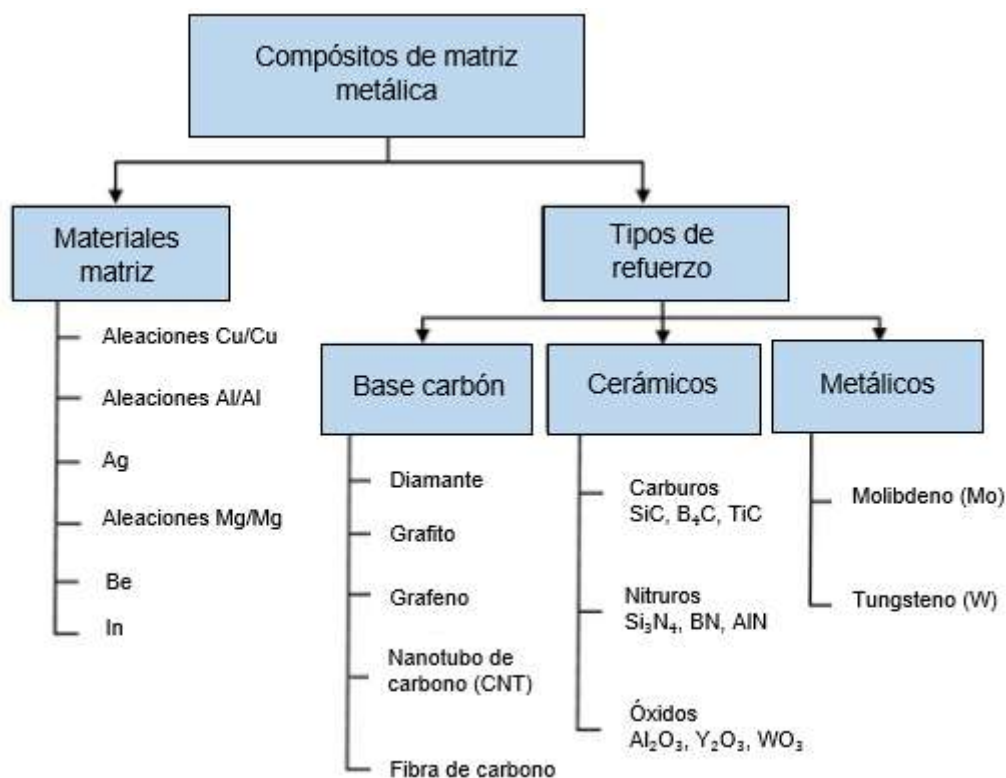


Figura 2.10 Diversos tipos de materiales matriz y refuerzo usados para aplicaciones como disipadores de calor [77].

De manera consistente con lo reportado en la literatura, los compósitos con matriz de aluminio que incorporan altos contenidos de refuerzo (40–60 % en volumen) se emplean principalmente como materiales funcionales en aplicaciones de empaquetado electrónico, donde la conductividad térmica es un parámetro crítico [78]. En este contexto, la Tabla 2.2 resume valores representativos de conductividad térmica para distintos sistemas diseñados con este fin [78].

Tabla 2.2 Conductividad térmica en compósitos con matrices de aluminio diseñados para aplicaciones de disipación de calor [78].

Compósito	Contenido de refuerzo (% en volumen)	Conductividad (W/m·K)
AlN _p /Al	50 %	130
CNTs/Al	0.5–5 % en peso	120–199
	50–60 %	165–224
SiC/Al	60 %	190
	53–60 %	151–216
Diamante/Al	60 %	130
	65 %	210
	50 %	321

Entre los diversos estudios orientados a la fabricación de compósitos de matriz metálica con potencial para aplicaciones de disipación de calor y componentes de ingeniería de manejo térmico, destacan varios trabajos que evidencian la influencia del tipo de matriz, el refuerzo, su fracción volumétrica y la ruta de procesamiento sobre las propiedades termofísicas.

Tayebi y col. [79] reportaron la fabricación de compósitos Al–SiC–Cu mediante metalurgia de polvos y prensado en caliente. Los resultados indican que un mayor contenido de SiC conduce a una reducción progresiva del coeficiente de expansión térmica (CET), mientras que la conductividad térmica del compósito se mantiene relativamente constante. En contraste, la incorporación y el aumento del contenido de Cu en la matriz promovieron un incremento significativo de la conductividad térmica, efecto atribuido a la formación de caminos conductores continuos de Cu, que facilitan el transporte de calor a través del compósito.

Shu y col. [78] desarrollaron compósitos particulados TiC–TiB₂/Al y TiC/Al mediante síntesis por combustión seguida de prensado en caliente, evaluando sus propiedades termofísicas en el intervalo de 30 a 100 °C. Se observó una ligera disminución de la conductividad térmica conforme aumentaba la temperatura. A 30 °C, el compósito TiC–TiB₂/Al con 50 % en volumen de refuerzo alcanzó una conductividad térmica de 160 W/m·K, mientras que el compósito 50 % vol. TiC/Al registró aproximadamente 100 W/m·K; ambos valores inferiores a los de la matriz de aluminio, que presentó una conductividad del orden de 200 W/m·K.

Zhang y col. [80] fabricaron compósitos GNPs/Cu con contenidos de refuerzo entre 0 y 15 % en volumen, empleando una ruta que combinó deposición química de vapor, impregnación–reducción, sinterización por prensado en caliente y laminación en caliente. El análisis térmico reveló un comportamiento anisotrópico en la conductividad térmica, la cual aumentó con el contenido de nanoplaquetas de grafeno. En el compósito con 15 % vol. de GNPs, la conductividad térmica en el plano alcanzó 441 W/m·K, frente a 376 W/m·K de la matriz sin refuerzo, lo que representa un incremento aproximado de 17 %.

León y col. [81] sintetizaron compósitos TiC/Ni con hasta un 60 % en volumen de refuerzo mediante infiltración líquida a 1515 °C, obteniendo materiales con propiedades prácticamente isotrópicas. El análisis termofísico mostró un coeficiente de expansión térmica de $9.52 \times 10^{-6} \pm 0.4 \text{ K}^{-1}$, lo que representa una reducción cercana al 26 % respecto a la matriz metálica, así como una conductividad térmica en el intervalo 44–48.9 W/m·K. En un estudio posterior sobre compósitos del sistema TiC/Ni-20Cr [82], se reportaron valores de capacidad calorífica entre 0.65 y 0.90 J/g·K, y una conductividad térmica máxima de 30.3 W/m·K a 800 °C.

En el caso de compósitos Cu/AlN [83], se observó que la conductividad térmica disminuye conforme aumenta el contenido de refuerzo cerámico. Para fracciones volumétricas de AlN de 10, 20 y 30 %, se obtuvieron conductividades de 359, 334 y 194 W/m·K, respectivamente. Este comportamiento es consistente con los mecanismos de transporte térmico dominantes, ya que en los metales el calor se transfiere principalmente por electrones libres, mientras que en los cerámicos el transporte está gobernado por fonones, de modo que la incorporación de partículas cerámicas reduce la contribución electrónica al flujo de calor, disminuyendo la conductividad térmica.

Finalmente, Cho y col. [84] estudiaron compósitos de acero inoxidable reforzados con TiC, fabricados mediante infiltración por presión de gas, evaluando sus propiedades térmicas y mecánicas. La distribución homogénea del refuerzo y la buena unión interfacial permitieron reducir el coeficiente de expansión térmica del compósito entre 21.9 y 23.6 % respecto a la matriz, en concordancia con predicciones teóricas como el modelo de Kerner. La conductividad térmica del compósito aumentó con la temperatura, alcanzando aproximadamente 27 W/m·K a 900 °C, con una difusividad térmica máxima cercana a 6.0 mm²/s y una capacidad calorífica del orden de 0.8 J/g·K. Además, el compósito mostró mejoras en dureza y resistencia a la tracción, lo que lo posiciona como un candidato prometedor para aplicaciones estructurales a alta temperatura.

La literatura indica que, pese al amplio estudio mecánico de los compósitos metal–cerámico, su comportamiento termofísico ha sido poco explorado, principalmente en sistemas con refuerzos discontinuos, mientras que los compósitos interconectados destacan por el potencial de la co-percolación de fases para optimizar simultáneamente la conductividad térmica y la estabilidad dimensional en función de la microestructura y el procesamiento.

Sin embargo, para sistemas como TiC/Al–Cu, la información disponible sobre su comportamiento termofísico, especialmente en función de la arquitectura porosa de la esponja cerámica y del contenido de la aleación infiltrante, es aún escasa. Por ello, el presente trabajo se justifica en la necesidad de caracterizar y comprender de manera sistemática las propiedades termofísicas de compósitos TiC/Al–Cu interconectados, estableciendo relaciones directas entre microestructura, continuidad de fases y respuesta térmica, con miras a su aplicación como materiales funcionales para manejo térmico en condiciones de servicio exigentes.

CAPÍTULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

El presente capítulo describe el procedimiento experimental para la fabricación de compósitos del sistema TiC/Al-Cu, enfocado en la síntesis de esponjas cerámicas de TiC mediante la ruta propuesta de pirólisis–deshidrogenación–sinterización, las cuales se emplean como preformas para su posterior infiltración con metal líquido. También se detalla la caracterización microestructural del compósito y su relación con las propiedades termofísicas obtenidas. A lo largo de este capítulo se presentan las materias primas utilizadas, así como las técnicas y equipos empleados tanto en la síntesis de las esponjas como en la infiltración para la obtención de los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu. La Figura 3.1 muestra un esquema general del procedimiento experimental, dividido en cuatro etapas principales.

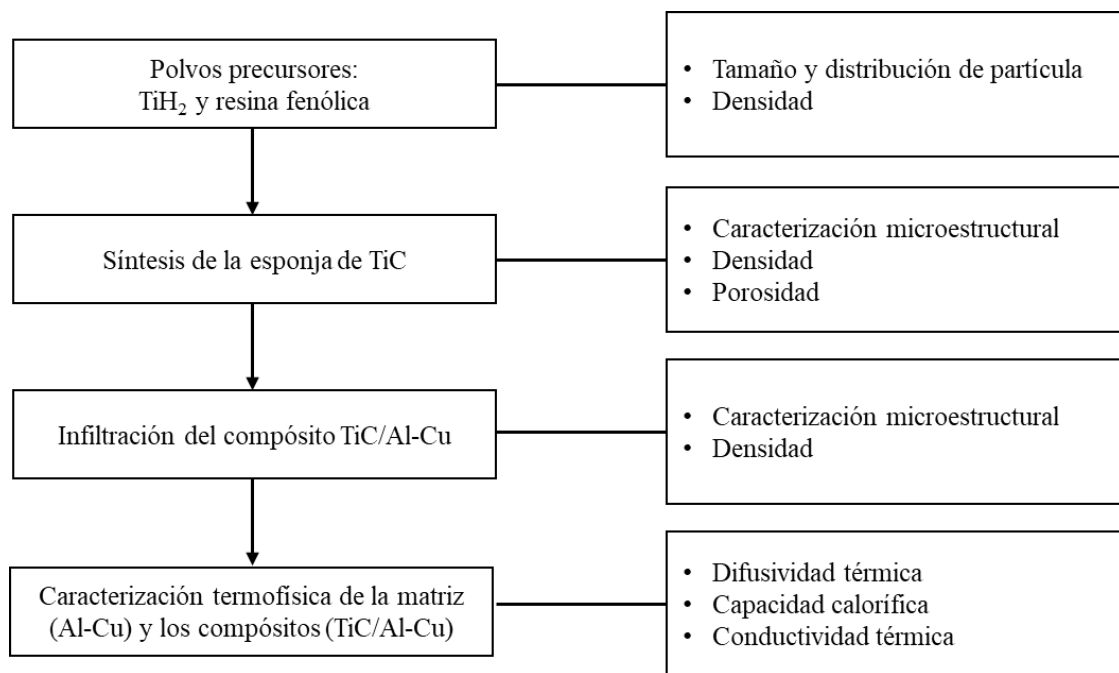


Figura 3.1 Diagrama general del procedimiento experimental.

3.1 Polvos precursores para la síntesis de esponjas de TiC

Como materiales precursores para la obtención de las esponjas cerámicas de TiC se emplearon polvos de hidruro de titanio (TiH_2 , Sigma Aldrich, 98%, malla -325) y resina fenol-formaldehído ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$). La morfología de ambos polvos fue analizada mediante microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FE-SEM) utilizando un equipo *Jeol JSM-7600F*.

La distribución de tamaños de partícula se determinó mediante un analizador centrífugo automático de partículas *LS 1000 (Beckman Coulter)*, obteniéndose las funciones de distribución de frecuencia, frecuencia acumulativa y el tamaño medio de partícula (D_{50}).

Finalmente, la densidad real de los precursores se evaluó mediante el método de desplazamiento de gas empleando un picnómetro de helio *Micrometrics Accupyc 1330*.

3.2 Síntesis de la esponja de TiC

Se implementó una ruta novedosa basada en tecnología de polvos para la obtención de esponjas cerámicas de TiC con porosidad interconectada, mediante un proceso continuo de pirólisis-deshidrogenación-sinterización. La Figura 3.2 muestra de manera esquemática las etapas generales del procedimiento de fabricación.

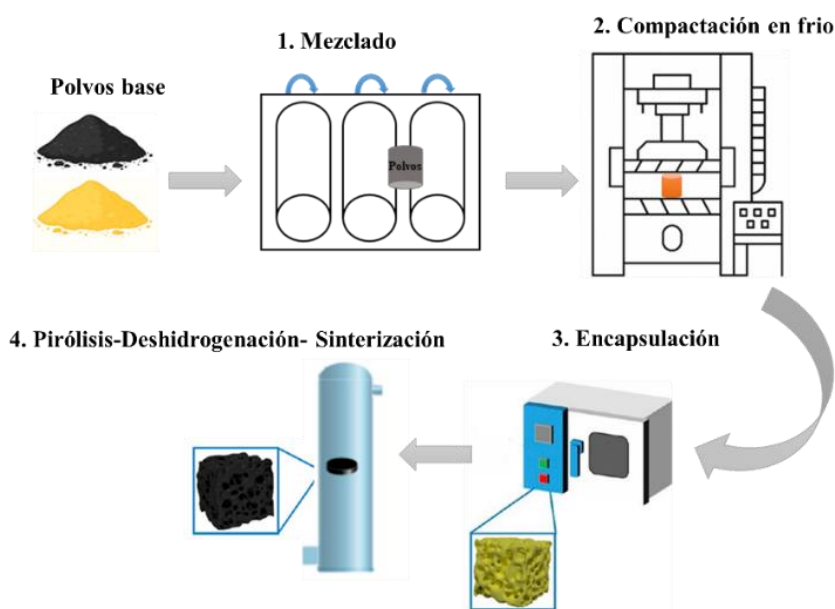


Figura 3.2 Proceso de manufactura de esponjas de TiC mediante tecnología de polvos.

3.2.1 Mezclado y compactación de polvos

Se prepararon mezclas de polvos con una relación en peso de 70 % TiH_2 y 30 % resina fenólica, utilizando un molino de rodillos con contenedores de plástico durante 30 min, obteniendo una dispersión homogénea. La densidad real de los polvos individuales y de la mezcla final se determinó mediante el método de desplazamiento de gas en un picnómetro de helio *Micrometrics Accupyc 1330*.

Las mezclas se compactaron en frío empleando dados cilíndricos de acero, obteniendo pastillas de 2.5 g y 13 mm de diámetro. La compactación fue diseñada para producir preformas con porosidad abierta interconectada en el rango de 40–50 % en volumen. Con base en ensayos de compresibilidad, se aplicaron dos niveles de carga: 0.5 ton y 1.0 ton, equivalentes a presiones de 37 MPa y 74 MPa, respectivamente, aplicadas en una prensa hidráulica *Carver 3851*.

3.2.2 Encapsulamiento del hidruro de titanio en una matriz continua de resina

Los compactos en verde se colocaron en crisoles de cobre de 14 mm de diámetro y fueron sometidos a un tratamiento a 150 °C durante 1 h en atmósfera ambiente, utilizando una mufla *Thermolyne (Thermo Scientific)*. Esta etapa permitió la fusión parcial y la fluidez de la resina fenólica, facilitando el encapsulamiento de las partículas de TiH_2 en una matriz continua. Posteriormente, los compactos se enfriaron por convección natural dentro del horno, obteniéndose cuerpos cilíndricos rígidos de resina endurecida con partículas embebidas de TiH_2 .

3.2.3 Formación in-situ de esponjas de TiC

Los encapsulados de resina– TiH_2 se sometieron a un tratamiento térmico secuencial de pirólisis, deshidrogenación y sinterización con el propósito de producir in-situ esponjas cerámicas de TiC . Este procesamiento se llevó a cabo en un horno vertical de cámara *CARBOLITE* bajo atmósfera controlada de argón, colocando las muestras libremente sobre una base refractaria de grafito para evitar contaminación y mantener la estabilidad dimensional durante el calentamiento.

El ciclo temperatura-tiempo fue diseñado con base en análisis térmico simultáneo (DSC/TGA) en un equipo *SDT Q600 (TA Instruments)*, empleando una velocidad de calentamiento de 5 °C/min para muestras individuales de TiH_2 y resina fenólica. Como se detalla en el Capítulo 4: Resultados y Discusión, los análisis indicaron que la deshidrogenación del TiH_2 ocurre predominantemente entre 440 °C y 580 °C, mientras que la descomposición termoquímica de la

resina comienza alrededor de 120 °C y continúa hasta aproximadamente 800 °C, generando carbono pirolítico suficiente para reaccionar con el titanio metálico liberado tras la deshidrogenación. El hidrógeno liberado contribuye adicionalmente a la formación de la porosidad.

Hasta donde se tiene registro, no existen metodologías reportadas que describan un proceso integral para obtener TiC poroso mediante un ciclo combinado de pirólisis, deshidrogenación y sinterización. Por tanto, la ruta experimental propuesta constituye una contribución original desarrollada por el grupo de trabajo. La Figura 3.3 presenta el ciclo térmico empleado, en el cual se distinguen tres regiones principales: (1) pirólisis de la resina, (2) deshidrogenación del TiH_2 y (3) reacción Ti–C seguida de sinterización.

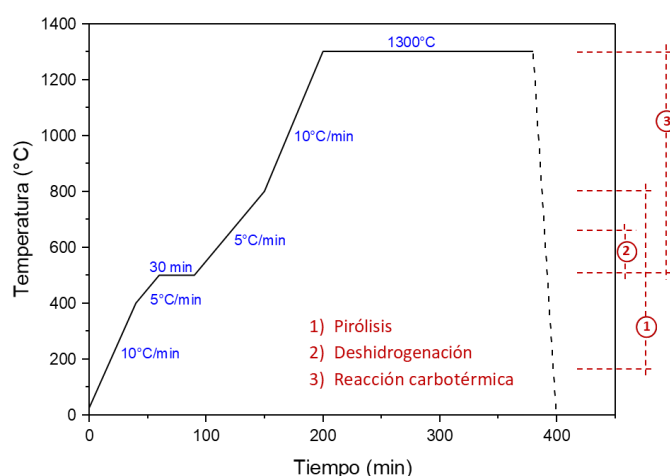


Figura 3.3 Ciclo térmico para la formación in situ de esponjas cerámicas de TiC.

Inicialmente, se aplicó calentamiento de 10 °C/min hasta 400 °C para promover la descomposición inicial de la resina. Posteriormente, se continuó el calentamiento a 5 °C/min en el rango 400–500 °C y se mantuvo la temperatura a 500 °C durante 30 min, favoreciendo la deshidrogenación del hidruro y la descomposición avanzada de la resina bajo atmósfera dinámica de argón. El calentamiento se prolongó hasta 800 °C para completar la pirólisis y asegurar la disponibilidad de carbono pirolítico reactivo.

Finalmente, la temperatura se incrementó a 10 °C/min hasta 1300 °C, manteniendo un tiempo de residencia de 3 h, permitiendo la reacción completa de interdifusión Ti–C y la conversión total del precursor en TiC. Simultáneamente, la elevada temperatura promovió la

sinterización, consolidando los nodos y paredes de la estructura celular y generando la red porosa interconectada que caracteriza a las esponjas cerámicas de TiC obtenidas *in situ*.

3.3 Caracterización microestructural de las esponjas de TiC

La caracterización microestructural de las esponjas de TiC sinterizadas se realizó mediante microscopía electrónica de barrido de emisión de campo en un equipo *JEOL-JSM/7600F*, equipado con un sistema de espectroscopia de energía dispersiva (EDS, *BRUKER XFLASH 6130*) para el análisis elemental. La identificación de fases cristalinas se efectuó mediante difracción de rayos X utilizando un difractómetro *BRUKER X D2 PHASER*. Las mediciones se realizaron empleando radiación monocromática Cu K α ($\lambda=1.54056$ Å), con un voltaje de 40 kV y una corriente de 20 mA, registrando los patrones de difracción en el intervalo de 2θ entre 30° y 90°.

3.3.1 Tamaño de poro de las esponjas de TiC

El análisis del tamaño del poro se llevó a cabo a partir de micrografías obtenidas por microscopía electrónica. Las imágenes fueron procesadas con el software Nano Measurer 1.2 para generar una evaluación estadística robusta. Para cada composición se analizaron entre 45 y 60 micrografías adquiridas a distintas magnificaciones. En cada imagen se midieron 50 poros, lo que resultó en un total de 2250 a 3000 poros evaluados por esponja.

Para describir el tamaño del poro se empleó el diámetro medio de Feret (F_{medio}), un descriptor ampliamente utilizado para cuantificar dimensiones características en partículas o poros con geometrías irregulares, el cual corresponde al promedio entre el Feret máximo que representa la distancia máxima a lo largo de la sección del poro sin requerir una orientación definida, y el Feret mínimo, medido en la dirección perpendicular [85]. La Figura 3.4 muestra la representación esquemática del parámetro F_{medio} utilizado en este estudio.

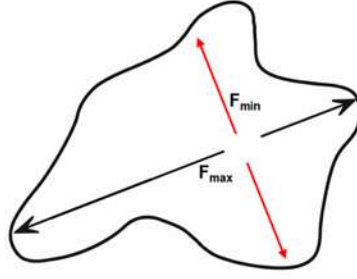


Figura 3.4 Representación esquemática de los diámetros de Feret máximo (F_{max}) y mínimo (F_{min}) en un poro de geometría irregular.

3.3.2 Densidad y porosidad de las esponjas de TiC

Con el objetivo de cuantificar la evolución de la porosidad durante las diferentes etapas de procesamiento, se determinaron la densidad aparente y la porosidad total de las muestras en las condiciones de: compactos en verde, compactos encapsulados TiH_2 –resina, y cuerpos sinterizados.

La densidad aparente se determinó mediante la relación masa–volumen ($\rho = m/v$). La masa se midió utilizando una balanza analítica *OHAUS Discovery* con precisión de ± 0.0001 g. El volumen se calculó a partir del diámetro y la altura de cada muestra cilíndrica, medidos con un calibrador vernier, aplicando la expresión geométrica correspondiente.

La porosidad total se calculó empleando la Ecuación 3.1:

$$P_{total} (\%) = 1 - \frac{\rho_{aparente}}{\rho_{teórica}} \times 100 \quad (\text{Ec. 3.1})$$

para los compactos en verde y los compactos encapsulados, la densidad teórica se obtuvo mediante la regla de las mezclas (Ecuación 3.2), utilizando las densidades de los precursores TiH_2 y resina fenólica determinadas previamente, así como sus fracciones másicas en la mezcla:

$$\rho_{mix} = \frac{1}{\frac{f_m}{\rho_m} + \frac{f_r}{\rho_r}} \quad (\text{Ec. 3.2})$$

Para las muestras sinterizadas se empleó la densidad teórica reportada para TiC, igual a 4.93 g/cm^3 [62].

La determinación de la porosidad total permitió cuantificar el volumen de vacíos generado en cada etapa, lo que a su vez facilitó evaluar la eficiencia del proceso de espumado y la formación in situ de la estructura porosa característica de las esponjas de TiC.

3.3.3 Tamaño de cristalito y microdeformación reticular mediante DRX

Como se muestra en la Sección de Resultados, el ensanchamiento de los picos de difracción de rayos X observado en las esponjas porosas de TiC se atribuye a la contribución combinada del tamaño finito de los cristalitos y de la microdeformación de la red cristalina (*microstrain*). Estos efectos están asociados a los eventos termoquímicos y microestructurales propios de la ruta de procesamiento empleada, tales como la carburización en estado sólido, la liberación de gases durante la deshidrogenación y la pirólisis, así como a una sinterización restringida dentro de una arquitectura porosa interconectada.

Con el objetivo de desacoplar ambas contribuciones, el análisis del ensanchamiento de picos se realizó mediante el método de Williamson–Hall (W–H), ampliamente utilizado para la estimación simultánea del tamaño medio de cristalito y de la microdeformación reticular promedio en materiales policristalinos. Este método permite una evaluación confiable de las características microestructurales asociadas a la presencia de defectos cristalográficos y tensiones residuales en el esqueleto cerámico de TiC [86-88] y se describe mediante la siguiente expresión:

$$\beta \cos\theta = (K\lambda/D) + 4\varepsilon \sin\theta \quad (\text{Ec. 3.3})$$

donde:

β es el ancho total a media altura (FWHM) de los picos de difracción, corregido por el ensanchamiento instrumental y expresado en radianes,

$K \sim 0.9$ es la constante de forma, comúnmente adoptada para cristalitos aproximadamente equiaxiales,

$\lambda = 0.15406$ nm corresponde a la longitud de onda de la radiación Cu $K\alpha$,

D es el tamaño medio de cristalito, y

ε representa la microdeformación promedio de la red cristalina.

Los valores de D y ε se determinaron a partir del intercepto y de la pendiente, respectivamente, de los ajustes lineales obtenidos en la gráfica de Williamson–Hall, construida a partir de la relación $\beta \cdot \cos\theta$ en función de $4 \cdot \sin\theta$ para las reflexiones principales del TiC.

3.4. Infiltración del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu

La obtención de los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu se llevó a cabo mediante un proceso de infiltración capilar espontánea de las esponjas de TiC, sin la aplicación de presión externa, utilizando una aleación de aluminio-cobre en estado líquido. Este método permite que la fase metálica penetre de manera continua en la red porosa cerámica, dando lugar a una microestructura de fases interpenetradas, en la cual tanto la matriz metálica como el refuerzo cerámico forman redes tridimensionales continuas.

La matriz metálica empleada correspondió a una aleación comercial Al-2124. Su composición química se determinó mediante espectroscopía de emisión por chispa y se presenta en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición química de la aleación Al-2124 (% en peso).

Al	Cu	Mg	Mn	Fe	Zn	Si
94.58	3.548	1.104	0.621	0.076	0.058	0.033

Las preformas cerámicas de TiC se colocaron en contacto directo con trozos de la aleación Al-2124 dentro de un crisol de grafito, el cual fue introducido en un horno tubular CARBOLITE operado bajo atmósfera controlada de argón. El ciclo térmico aplicado, mostrado en la Figura 3.5, incluyó una temperatura máxima de infiltración de 1100 °C, seguida de un tiempo de permanencia de 1 h, suficiente para lograr la infiltración del metal líquido en la estructura porosa del TiC.

De acuerdo con estudios de mojabilidad reportados en la literatura [89], es posible alcanzar un mojado efectivo del TiC desde temperaturas de 900 °C. Esta condición asegura la infiltración capilar espontánea sin presión externa de las preformas con porosidad interconectada en la obtención de los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu, ya que es posible el llenado de la red porosa y una alta densificación, fundamentales para optimizar las propiedades termofísicas del material.

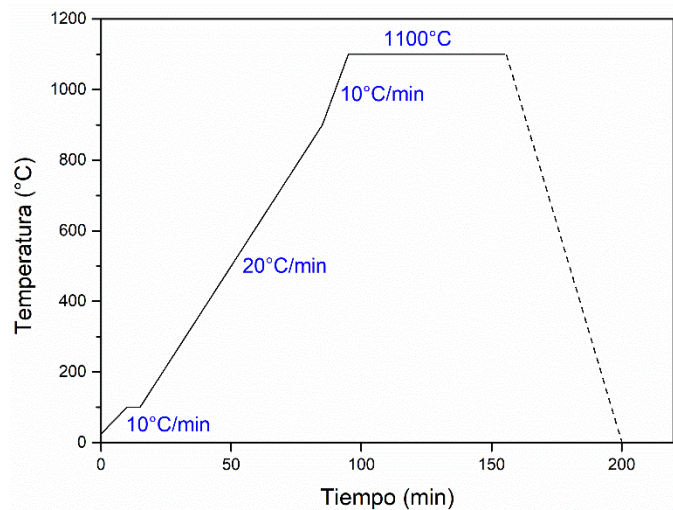


Figura 3.5 Ciclo térmico para la infiltración de los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu.

La Figura 3.6 presenta un esquema representativo del proceso general de infiltración capilar espontánea llevado a cabo en el crisol de grafito. Se ilustra la configuración del sistema durante el calentamiento y la formación de un compósito de fases interpenetradas TiC/Al-Cu, caracterizado por la continuidad tridimensional tanto de la fase metálica como de la fase cerámica.

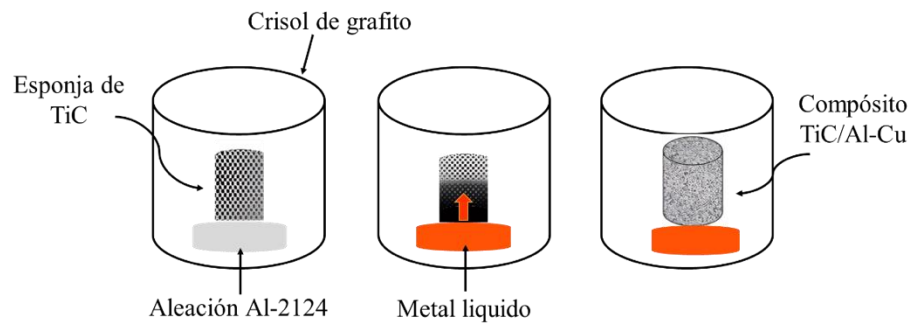


Figura 3.6 Esquema general del proceso de infiltración espontánea de los compósitos TiC/Al-Cu.

3.5 Caracterización del compósito interpenetrado TiC/Al-Cu

La identificación de las fases cristalinas presentes tanto en la matriz metálica Al-2124 sin reforzar como en el compósito interpenetrado TiC/Al-Cu se llevó a cabo mediante difracción de rayos X utilizando un difractómetro *BRUKER X D2 PHASER* con radiación monocromática $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda=1.54056 \text{ \AA}$), operado a un voltaje de aceleración de 40 KeV y una corriente de 20 mA. Los patrones de difracción se registraron en un intervalo angular de 30° a 90° (2θ). Este análisis

permitió confirmar la presencia de las fases cristalinas esperadas, así como identificar la posible formación de fases secundarias o productos de reacción interfacial derivados del proceso de infiltración a alta temperatura, lo cual es relevante para evaluar la estabilidad química del sistema TiC/Al-Cu.

La morfología, distribución y conectividad de las fases constituyentes en el compuesto interpenetrado se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido empleando un microscopio JEOL JSM-7600F. Este estudio permitió evaluar la continuidad tridimensional de la red cerámica de TiC y de la matriz metálica infiltrada, así como la zona interfacial metal-cerámico. Para complementar el análisis microestructural, se utilizó espectroscopia de dispersión de energía (EDS) acoplada al microscopio mediante un detector *BRUKER XFLASH 6130*. Se realizaron análisis químicos puntuales y barridos lineales (line scan) con el objetivo de determinar la distribución elemental a través de la interfaz TiC/Al-Cu y verificar la ausencia o presencia de gradientes químicos asociados a reacciones interfaciales.

El grado de infiltración de la fase metálica dentro de la estructura porosa de TiC se evaluó mediante la determinación de la densidad aparente del compuesto. Para ello, se midieron las dimensiones geométricas y la masa de las muestras infiltradas, calculándose la densidad aparente correspondiente. A partir de este valor y de la densidad teórica del compuesto, estimada mediante la regla de las mezclas considerando las fracciones volumétricas de TiC y Al-Cu, se determinó el porcentaje de porosidad residual. Dicha porosidad corresponde a los espacios no ocupados por el metal infiltrado y constituye un parámetro clave para evaluar la eficiencia del proceso de infiltración y su influencia en las propiedades termofísicas del compuesto interpenetrado.

3.6 Caracterización termofísica de la aleación Al-2124 y del compuesto TiC/Al-Cu

Las propiedades termofísicas de la aleación Al-2124 sin refuerzo y de los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu se evaluaron en función de la temperatura, en el intervalo comprendido entre temperatura ambiente y 300 °C. Para ello se empleó la técnica de pulsos láser (*laser flash*), utilizando un equipo *Netzsch HyperFlash LFA 467 HT*, el cual permite la determinación directa, no destructiva y de alta precisión de la difusividad térmica (α), la capacidad calorífica (C_p) y, de manera indirecta, la conductividad térmica (λ).

Para las mediciones, tanto la matriz metálica como los compósitos interpenetrados se mecanizaron en forma de muestras cilíndricas con superficies planas, paralelas y con acabado tipo espejo, con el fin de minimizar errores asociados a dispersión térmica y pérdidas por radiación. Las muestras presentaron un diámetro aproximado de 10 mm y un espesor comprendido entre 2 y 3 mm, dimensiones óptimas para el análisis mediante la técnica de láser flash. Previo a cada medición, las superficies de las muestras se recubrieron con una fina capa de grafito, con el objetivo de asegurar una absorción uniforme del pulso láser incidente y una emisividad constante durante el registro de la señal infrarroja.

El protocolo experimental consiste en aplicar un pulso láser de alta energía sobre la cara inferior de la muestra, generando un incremento instantáneo de temperatura. El aumento térmico transitorio en la cara opuesta se registra en función del tiempo mediante un detector infrarrojo de alta sensibilidad. A partir de estas curvas temperatura-tiempo, el software del equipo determina la difusividad térmica empleando modelos matemáticos de ajuste apropiados, que consideran la geometría de la muestra y las condiciones de transferencia de calor. La capacidad calorífica específica se determinó en el mismo intervalo de temperatura utilizando el método comparativo, empleando una muestra de referencia de grafito con valor de C_p conocido, medida bajo condiciones experimentales idénticas.

Finalmente, la conductividad térmica de la aleación Al-2124 y de los compósitos interpenetrados TiC/Al-Cu se calculó a partir de la relación fundamental que vincula las propiedades termofísicas medidas, incorporando la densidad aparente (ρ) del material, de acuerdo con la ecuación (3.4):

$$\lambda(T) = \alpha(T) \cdot C_p(T) \cdot \rho(T) \quad (\text{Ec. 3.4})$$

Este enfoque experimental permitió evaluar de forma confiable el efecto de la microestructura interpenetrada del refuerzo cerámico TiC en el comportamiento termofísico del compósito, así como establecer comparaciones directas con la matriz metálica sin refuerzo, aportando información relevante para aplicaciones de control y disipación térmica.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan y discuten los resultados de las distintas etapas del procesamiento de las esponjas de TiC sintetizadas mediante tecnología de polvos, siguiendo la ruta de deshidrogenación–pirólisis–sinterización. Se analizan los efectos de cada etapa del proceso sobre la evolución microestructural, la porosidad y las propiedades físicas de los polvos precursores y de las esponjas resultantes, estableciendo relaciones entre las condiciones de procesamiento y la arquitectura porosa final, como objetivo principal del proyecto.

Asimismo, se presentan los resultados correspondientes a la fabricación de compósitos TiC/Al–Cu por infiltración líquida, evaluando la eficiencia del proceso de infiltración, la continuidad de fases y la estabilidad microestructural del sistema interconectado. En concordancia con lo descrito en la revisión bibliográfica, se pone especial énfasis en el análisis de las propiedades termofísicas: difusividad térmica, conductividad térmica y capacidad calorífica, discutiendo su dependencia con la microestructura interconectada, la fracción de fases y los mecanismos de transferencia de calor, dada su relevancia para aplicaciones funcionales de manejo térmico.

4.1 Caracterización de los materiales precursores de esponjas de TiC

4.1.1 Morfología de los polvos de TiH_2 y resina fenólica

Las micrografías mostradas en la Figura 4.1 corresponden a la morfología de los polvos precursores empleados para la síntesis de las esponjas de TiC, específicamente hidruro de titanio (TiH_2) y resina fenólica. Ambos polvos exhiben tamaños de partícula del mismo orden de magnitud y una amplia distribución granulométrica, condición que resulta favorable para los procesos posteriores de mezclado y compactación.

Las partículas de TiH_2 exhiben una morfología irregular, con bordes angulosos y aristas bien definidas, rasgo característico de polvos obtenidos por molienda mecánica, donde las fuerzas de impacto y cizallamiento promueven la fractura frágil y la formación de geometrías angulares [90]. Su relación de aspecto (ancho/largo) es de aproximadamente 0.68, con un factor de redondez relativamente bajo de aproximadamente 0.65. En contraste, las partículas de resina fenólica muestran morfologías más lisas y ligeramente más redondeadas, con una redondez mayor a 0.7 y

una relación de aspecto ligeramente mayor de ~ 0.73 , en consonancia con su naturaleza polimérica y al método de síntesis del precursor. Esta diferencia morfológica entre ambos constituyentes, aunque mínima, resulta relevante, ya que influye tanto en el comportamiento durante la compactación como en el establecimiento de contactos interparticulares.

La similitud en el tamaño de partícula entre el TiH_2 y la resina fenólica favoreció la obtención de una mezcla homogénea, reduciendo la probabilidad de segregación granulométrica durante el mezclado. Adicionalmente, la distribución amplia de tamaños contribuyó de manera significativa al empaquetamiento de los polvos, ya que las partículas de menor tamaño actuaron como relleno en los espacios intersticiales entre las partículas más grandes. Este efecto promovió una reorganización más eficiente durante la compactación, favoreciendo una mayor densificación de los cuerpos en verde, aspecto clave para el control posterior de la porosidad en las esponjas cerámicas.

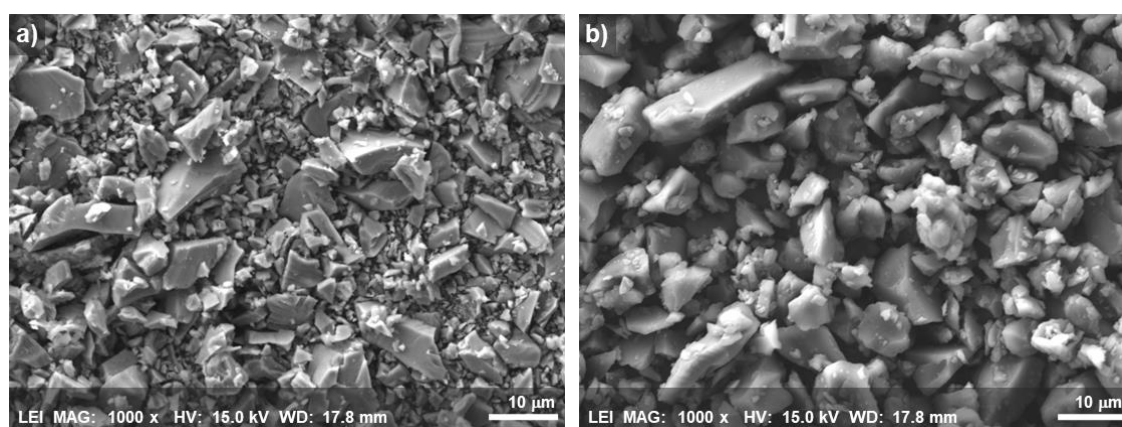


Figura 4.1 Morfología de polvos precursores: a) TiH_2 y b) resina fenólica ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$).

La Figura 4.2 muestra la distribución morfológica de la mezcla de polvos de TiH_2 –resina fenólica (70:30 en peso) observada a diferentes aumentos. En estas micrografías, la fase brillante corresponde a las partículas de TiH_2 , atribuible a su mayor peso atómico, que genera una emisión más intensa de electrones secundarios, mientras que la fase oscura se asocia a la resina fenólica, cuyo bajo contraste es consistente con su naturaleza orgánica [91]. En la Figura 4.2a se aprecia una dispersión uniforme de ambos componentes, sin evidencia de aglomeración o segregación significativa, lo que indica un mezclado adecuado. Por su parte, en la Figura 4.2b se observa con

mayor detalle la adhesión de partículas finas de TiH_2 sobre partículas de mayor tamaño de resina, lo cual incrementa el área de contacto interfacial entre ambos constituyentes. Esta característica resulta particularmente favorable para las etapas posteriores de encapsulamiento durante la fusión parcial de la resina, así como para los procesos de deshidrogenación, pirólisis y reacción *in situ* durante el tratamiento térmico.

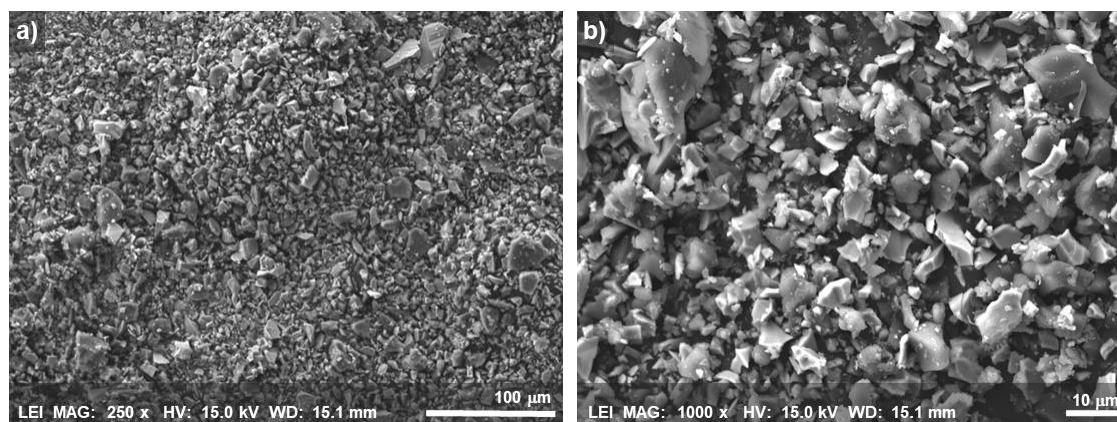


Figura 4.2 Mezcla de polvos TiH_2 –resina fenólica observada a baja (a) 250x y alta magnificación (b) 1000x.

La densidad real de los polvos se determinó mediante el método de desplazamiento de gas por picnometría de helio, obteniéndose valores de 3.96 g/cm^3 para el TiH_2 y 1.33 g/cm^3 para la resina fenólica. Asimismo, se evaluó la densidad real de la mezcla TiH_2 –resina (70:30 en peso), empleada para la fabricación de las esponjas de TiC , obteniéndose un valor experimental de 2.47 g/cm^3 . Este resultando es prácticamente coincidente con el valor teórico calculado mediante la regla de mezclas de (2.48 g/cm^3), lo que confirma tanto la correcta proporción de los componentes como la homogeneidad de la mezcla, condición esencial para asegurar la reproducibilidad del proceso y el control microestructural en las etapas subsecuentes.

4.1.2 Distribución de tamaño de partícula de los polvos y de la mezcla TiH_2 –resina fenólica

La Figura 4.3 muestra el análisis del tamaño de partícula de los polvos de TiH_2 , resina fenólica y de la mezcla TiH_2 –resina (70:30 en peso) empleada para la síntesis de las esponjas de TiC . En cada caso se presentan los histogramas de distribución de frecuencia por clases de tamaños, junto con sus respectivas curvas de frecuencia acumulativa, lo que permite una evaluación comparativa de la dispersión granulométrica y de los valores característicos de tamaño.

La Figura 4.3a corresponde a la distribución de tamaño de partícula del hidruro de titanio, donde se obtuvo un valor D_{50} de 12.26 μm , indicando que el 50 % del volumen de partículas presenta un diámetro inferior a dicho valor. El histograma revela una distribución amplia con una dispersión aproximadamente trimodal, lo que refleja la heterogeneidad típica de polvos obtenidos por molienda mecánica. A partir del análisis de la curva acumulativa, considerando el tamaño de partícula en los puntos máximos de las mesetas del gráfico de frecuencia, se identificó que aproximadamente 5 % del volumen corresponde a partículas finas con tamaños menores a 0.89 μm , mientras que cerca del 18 % se asocia a partículas gruesas con tamaños mayores a 23.86 μm . El 77 % de partículas se concentra en el intervalo intermedio comprendido entre 0.89 y 23.86 μm , rango que resulta favorable para un proceso de compactación eficiente, al mismo tiempo que proporciona un esqueleto particulado rígido, que posteriormente gobierna la distribución espacial de la porosidad generada por la liberación de hidrógeno durante la deshidrogenación de TiH_2 .

En el caso de la resina fenólica (Figura 4.3b), se registró un valor de D_{50} de 18.69 μm , ligeramente superior al del TiH_2 . La distribución es también amplia, aunque presenta un carácter bimodal, con una menor fracción de partículas finas en comparación con el TiH_2 . En particular, solo alrededor del 3 % del volumen corresponde a partículas con tamaños inferiores a 0.81 μm , mientras que se observa una mayor proporción de partículas gruesas, del orden del 26 %, con tamaños superiores a 25.85 μm . El intervalo intermedio, comprendido entre 0.81 y 25.85 μm concentra aproximadamente el 74 % del volumen total, lo que confirma la presencia de una población significativa de partículas de tamaño medio.

Por su parte, el análisis de la mezcla TiH_2 -resina (70:30) mostrado en la Figura 4.3c evidencia una distribución bimodal, con una transición más marcada entre las fracciones de partículas finas y gruesas en comparación con la resina fenólica por separado, comportamiento atribuido a la combinación de las características granulométricas y morfológicas de ambos precursores. El valor D_{50} obtenido fue de 16.95 μm . Se identificó que aproximadamente el 68 % del volumen total de partículas se concentra en el rango de 1.09 a 23.56 μm .

La similitud en los rangos de tamaño de partícula y en la distribución volumétrica entre ambos precursores permitió obtener una mezcla granulométricamente compatible, lo que favoreció una adecuada homogeneidad en el sistema TiH_2 -resina. Esta condición resulta clave para minimizar fenómenos de segregación o aglomeración durante el mezclado y la compactación, y es

coherente con la hipótesis de que un control adecuado del tamaño de partícula contribuye de manera directa a la formación de cápsulas hidruro–resina, al empaquetamiento eficiente de los cuerpos en verde y, en última instancia, al control de la arquitectura porosa de las esponjas de TiC obtenidas en las etapas posteriores del proceso.

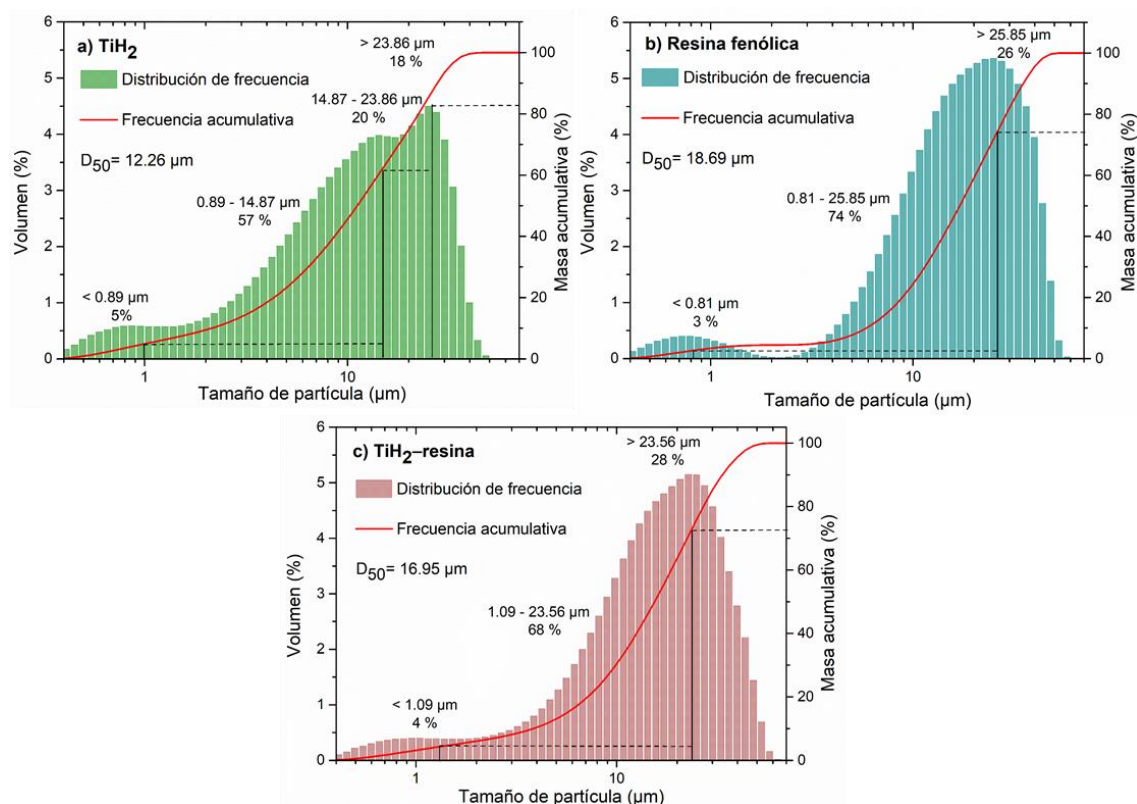


Figura 4.3 Distribución de frecuencia y frecuencia acumulativa del tamaño de partícula de los polvos precursores: a) TiH_2 , b) resina fenólica y c) mezcla TiH_2 –resina.

4.2 Síntesis *in situ* y procesamiento de esponjas de TiC

4.2.1 Compresibilidad de la mezcla TiH_2 –resina fenólica

Con el objetivo de obtener esponjas cerámicas de TiC con porosidad abierta e interconectada en el intervalo de 40–50 % en volumen, se llevó a cabo un estudio de compresibilidad para evaluar el comportamiento mecánico de la mezcla TiH_2 –resina fenólica bajo carga uniaxial. Este análisis permitió establecer el rango de presión de compactación adecuado para alcanzar la arquitectura porosa deseada, en concordancia con la hipótesis del trabajo, según la cual la densidad en verde controla de manera directa la porosidad final de las esponjas.

La curva de compresibilidad mostrada en la Figura 4.4 evidencia que la mezcla presenta una alta capacidad de compactación incluso a presiones relativamente bajas, comportamiento atribuible a la amplia distribución granulométrica y a la presencia de partículas finas capaces de rellenar los espacios intersticiales. A partir de este análisis se determinó que presiones inferiores a 100 MPa son suficientes para mantener la porosidad dentro del rango establecido, mientras que un incremento adicional de la presión conduce a una reducción drástica del volumen de poros, comprometiendo la conectividad requerida para los procesos posteriores de infiltración.

Con base en estos resultados, y considerando las limitaciones operativas del equipo de compactación, se seleccionaron cargas de 0.5 y 1.0 ton, equivalentes a 37 y 74 MPa, respectivamente, como condiciones representativas para la fabricación de las preformas en verde. Bajo estas cargas, las preformas compactadas presentaron dimensiones promedio de aproximadamente 13 mm de diámetro y alturas entre 10 y 11 mm, sin evidenciar defectos macroscópicos asociados a una compactación excesiva o insuficiente.

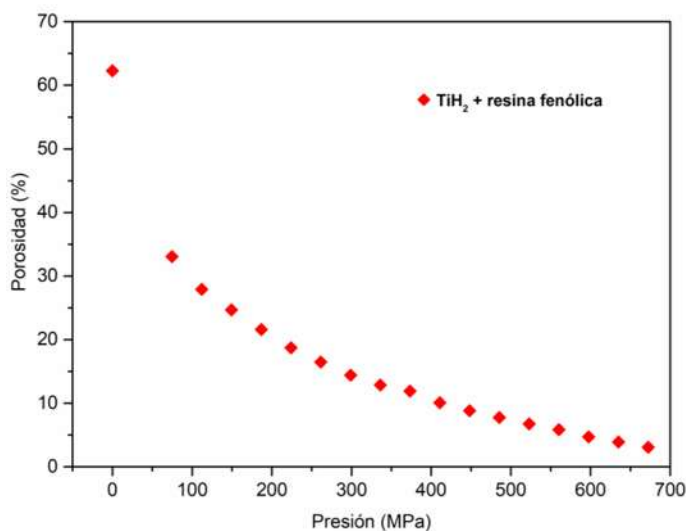


Figura 4.4 Curva de compresibilidad de la mezcla de polvos de TiH_2 -resina fenólica.

Las micrografías de la Figura 4.5 ilustran la distribución y el acomodo de las partículas en los compactos en verde. Se aprecia una dispersión homogénea y un buen contacto interparticular TiH_2 -resina fenólica, lo que indica una compactación relativamente uniforme en todo el volumen de la preforma. La Figura 4.5a corresponde a la superficie plana de la muestra en contacto con el

émbolo de carga, mientras que la Figura 4.5b presenta una fractografía de la sección transversal. Durante el proceso de compactación se observó ocasionalmente la fractura de partículas de TiH_2 , comportamiento consistente con su naturaleza frágil. A diferencia de materiales dúctiles, estas partículas no experimentan deformación plástica bajo carga, sino que se fragmentan, generando partículas de menor tamaño y aumentando el área de contacto interparticular, lo que favorece la densificación del compacto [92]. Los compactos resultan homogéneos y con un elevado número de coordinación entre partículas disimiles.

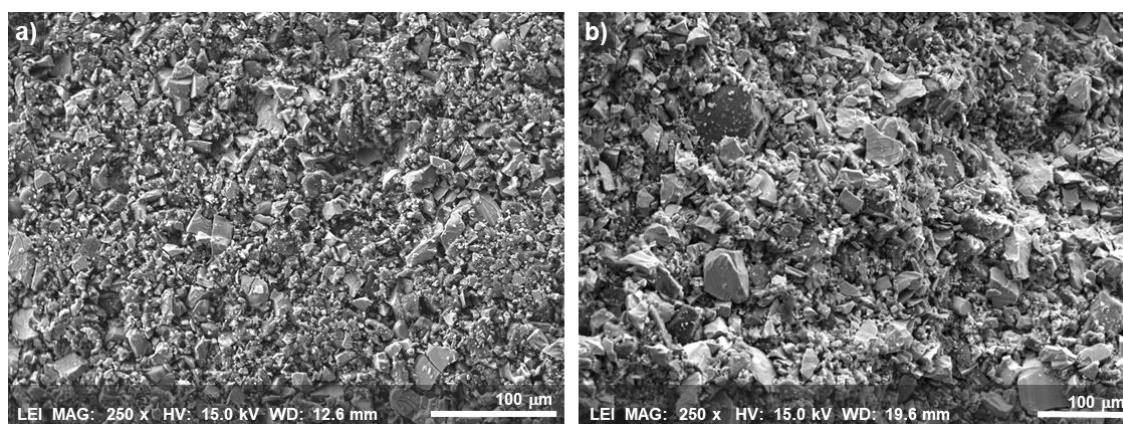


Figura 4.5 Morfología de la superficie compactada (a) y fractografía de la sección transversal (b) de preformas en verde de la mezcla TiH_2 -resina fenólica, compactadas a 1 ton.

Finalmente, la Figura 4.6 presenta el mapeo de distribución elemental realizado sobre la superficie de las preformas compactadas, donde se identifican los elementos químicos constituyentes. En este análisis, el Ti se representa en color rojo, el C en verde y el O en azul. Se observa una distribución homogénea de los elementos, así como una adhesión generalizada entre las partículas de hidruro y de resina. Los puntos de concentración localizada de oxígeno detectados se atribuyen a la naturaleza química de la resina fenólica, la cual incorpora grupos funcionales oxigenados en su estructura molecular ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$), y no a procesos de oxidación no deseada del titanio.

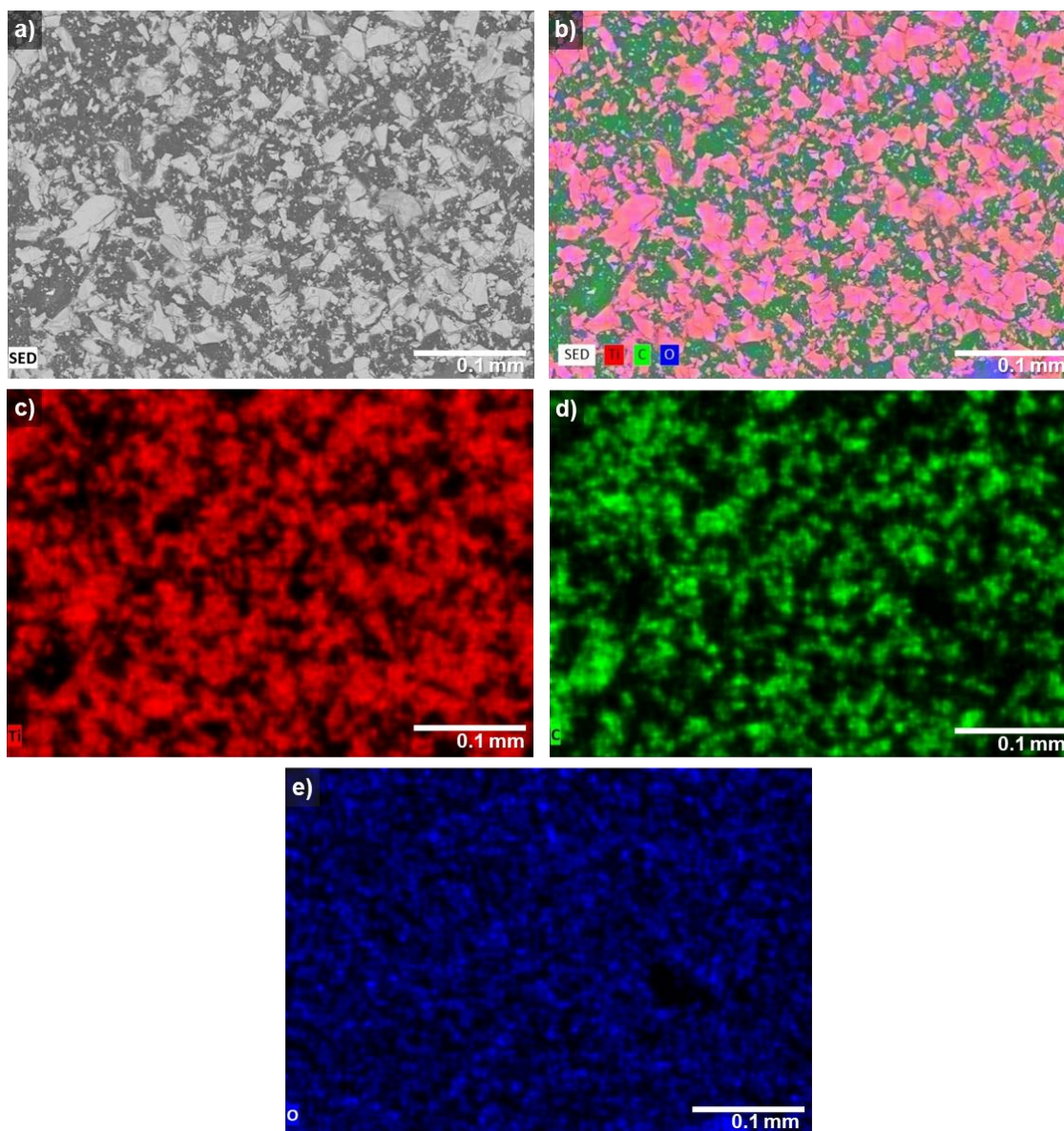


Figura 4.6 Mapeos de distribución elemental de la preforma en verde obtenida a partir de la mezcla TiH_2 -resina fenólica, compactada a 1 ton. a) Imagen SEM, b) mapa multi elementos, c) distribución de Ti, d) distribución de C y e) distribución de O.

4.2.2 Compactación en verde y establecimiento de la arquitectura porosa inicial

Los datos resumidos en la Tabla 4.1 muestran que la compactación en verde controla directamente la porosidad inicial de los cuerpos precursores y, por ende, las condiciones estructurales para todas las etapas posteriores de procesamiento. La amplia distribución de tamaños de partícula de las mezclas TiH_2 -resina permitió la compactación uniaxial sin aglutinante, generando cuerpos en

verde mecánicamente estables en todo el rango de cargas aplicadas. A mayor carga de compactación, la porosidad en verde (P_g) disminuyó, lo cual refleja los mecanismos de densificación característicos de sistemas de polvos polidispersos. A baja carga (0.5 ton, $P_g = 34.7$ %), la densificación se domina principalmente por el reordenamiento y deslizamiento de partículas. En cambio, a mayor carga (1 ton, $P_g = 30.0$ %), predomina el aumento de las áreas de contacto interpartícula, lo que incrementa progresivamente la eficiencia de empaquetamiento. Este comportamiento surge del reacomodo, la deformación plástica y la fragmentación de partículas bajo presión, procesos que favorecen la ocupación de vacíos y, en consecuencia, reducen la porosidad de la preforma.

Estos valores de porosidad en verde (P_g) determinan la fracción volumétrica inicial de vacíos y la topología de la red porosa, influyendo directamente en el volumen de espacio accesible para la infiltración de resina durante la encapsulación, así como en la permeabilidad y tortuosidad de los canales interpartícula durante el calentamiento subsiguiente. La reducción observada en P_g con el incremento de la carga de compactación indica una menor accesibilidad general de los poros, acompañada de una redistribución hacia vacíos interpartícula más finos y constreñidos. En particular, a alta carga, predomina el mecanismo de relleno intersticial por partículas finas e intermedias que se desplazan hacia los espacios entre las gruesas, suprimiendo los grandes vacíos y desplazando la población de poros hacia tamaños menores con una dispersión espacial más uniforme y estrecha.

Tabla 4.1 Porosidad de compactos en verde, cápsulas TiH_2 –resina y esponjas de TiC obtenidas a partir de mezclas con 70 % en peso de TiH_2 .

Carga (ton)	Porosidad compacto verde P_g (%)	Porosidad cápsula P_c (%)	Cambio de porosidad $\Delta P_1 (P_c - P_g)$	Porosidad esponja TiC P_s (%)	Cambio de porosidad $\Delta P_2 (P_s - P_c)$
0.5	34.7 ± 1.57	32.6 ± 2.78	-2.1	56.0 ± 1.04	+23.4
1.0	30.0 ± 0.84	34.5 ± 2.09	+4.5	57.5 ± 0.63	+23.0

Es importante destacar que la compactación no elimina la porosidad, sino que la redistribuye en una red mecánicamente constreñida, la cual se estabiliza posteriormente durante el reblandecimiento de la resina. De este modo, la porosidad en verde (P_g) constituye el primer

parámetro de control en la cadena de herencia de porosidad, ejerciendo una influencia de primer orden sobre la redistribución de resina y porosidad en el encapsulado (P_c) y, en última instancia, sobre la evolución de la porosidad durante la formación de la esponja de TiC (P_s).

4.2.3 Encapsulación hidruro–resina y evolución de la porosidad residual

Los compactos en verde TiH_2 –resina fueron sometidos a un pretratamiento térmico a 150 °C con el objetivo de inducir la encapsulación de las partículas de hidruro de titanio en una matriz continua de resina fenólica. A esta temperatura, la resina experimenta una transición térmica hacia un estado viscoso–fluido, lo que permite su redistribución y el humedecimiento efectivo de las partículas sólidas sin provocar alteración estructural ni descomposición del TiH_2 , el cual permanece térmicamente estable en este intervalo. Como resultado, se obtuvieron monolitos sólidos constituidos por partículas de TiH_2 embebidas en una matriz polimérica continua, denominados cápsulas hidruro–resina.

Durante esta etapa, la porosidad del sistema evoluciona desde la porosidad inicial en verde (P_g) hacia una porosidad residual de la cápsula (P_c), como se cuantifica en la Tabla 4.1. El valor final de P_c resulta del equilibrio entre la eliminación de vacíos promovida por el flujo de la resina fundida y los mecanismos de retención de poros, tales como aire atrapado, humedecimiento incompleto en los contactos interparticulares y contracción volumétrica de la resina durante su solidificación. En este sentido, el pretratamiento térmico constituye una etapa clave de control microestructural, ya que define las condiciones iniciales de encapsulamiento y la distribución de vacíos que posteriormente gobiernan la arquitectura porosa de las esponjas de TiC tras las etapas de deshidrogenación, pirólisis y sinterización.

Las micrografías representativas de secciones transversales de las cápsulas hidruro–resina se muestran en la Figura 4.7. En todos los casos se observa una microestructura particulada, en las que las partículas de TiH_2 aparecen embebidas en la matriz polimérica, con regiones más brillantes asociadas a zonas ricas en resina. Los poros visibles corresponden a la porosidad residual de las cápsulas (P_c), cuya magnitud y morfología dependen fuertemente del estado de compactación inicial.

Para la condición de 0.5 ton (Figura 4.7a), se observa una reducción moderada de la porosidad respecto a P_g , con un valor de $\Delta P_1 = P_c - P_g = -2.1 \%$ (Tabla 4.1). Esta disminución se

atribuye a la alta permeabilidad y baja tortuosidad de la red porosa inicial, que permite a la resina fundida fluir con relativa libertad y ocupar los huecos interparticulares. La microestructura resultante muestra una población de poros heterogénea, dominada por pequeños vacíos de morfología aproximadamente redondeada. La ausencia de un armazón rígido densamente empaquetado impone menores restricciones mecánicas a la resina ablandada, de modo que su contracción volumétrica durante el enfriamiento contribuye adicionalmente a la eliminación de porosidad.

En contraste, cuando la carga de compactación se incrementa a 1 ton, la transición $P_g \rightarrow P_c$ cambia de carácter. En esta condición de mayor empaquetamiento, la menor porosidad en verde y los canales porosos más constreñidos dificultan significativamente la movilidad de la resina fundida para sellar los vacíos iniciales, limitando su redistribución uniforme durante la encapsulación. Como consecuencia, la porosidad no solo se conserva, sino que aumenta ligeramente tras la solidificación, alcanzando un valor de $\Delta P_1 = +4.48 \%$ (Tabla 4.1). Este comportamiento se asocia a humedecimiento incompleto, atrapamiento de aire y a la posible aparición de microfisuras inducidas por la contracción de la resina, lo que favorece la formación de poros parcialmente coalescidos de mayor tamaño, como se observa la Figura 4.7b. Esta mayor porosidad residual, caracterizada por poros más definidos y conectados, puede proporcionar vías preferenciales para la liberación de gases durante las etapas posteriores de deshidrogenación y pirólisis, influyendo de manera directa en la interconectividad porosa del sistema.

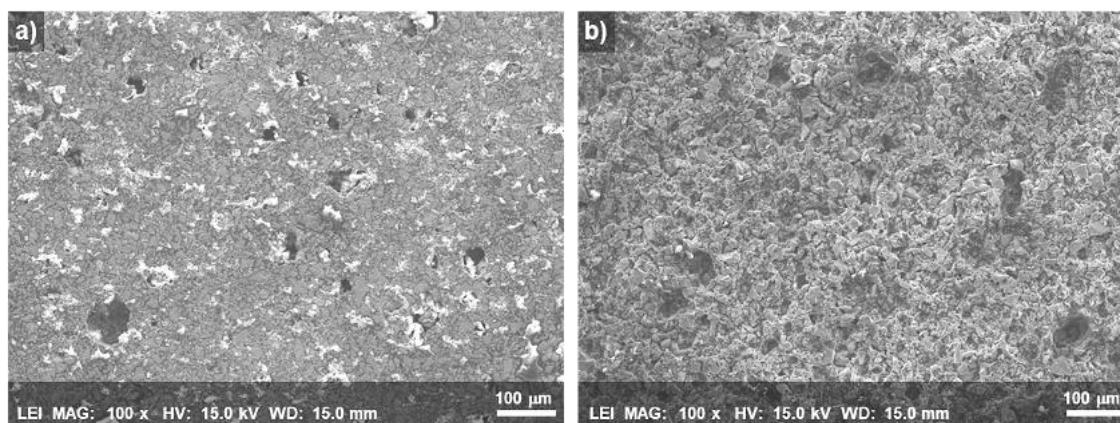


Figura 4.7 Microestructura transversal de cápsulas TiH_2 -resina tras encapsulación a $150\text{ }^\circ\text{C}$. a) 0.5 ton ($\Delta P_1 = -2.1 \%$), con reducción de porosidad residual; b) 1 ton ($\Delta P_1 = +4.48 \%$), con retención y coalescencia parcial de poros debido a la restricción del flujo de resina.

En este contexto, la porosidad residual de la cápsula (P_c) emerge como el segundo parámetro clave en la secuencia de herencia de porosidad, estrechamente ligado a la porosidad en verde (P_g), y fuertemente dependiente del nivel de compactación aplicado. A baja carga (0.5 ton), la P_c permanece acoplada a P_g debido a la redistribución eficiente de la resina y a la reducción neta de vacíos; en contraste, a alta carga (1 ton), la P_c se desacopla de P_g como consecuencia de la restricción del flujo de la resina, favoreciendo la retención y amplificación de poros de mayor tamaño. Este cambio de régimen tiene implicaciones directas en el transporte de gases, la interconectividad porosa y, en última instancia, en el desarrollo de la arquitectura de celdas abiertas característica de las esponjas de TiC, confirmando que el nivel de compactación inicial constituye un parámetro crítico para el control microestructural a lo largo de la ruta integrada de procesamiento.

4.2.4 Formación in situ de TiC y herencia de porosidad

Durante la secuencia integrada de deshidrogenación–pirólisis–sinterización, la porosidad residual de la cápsula hidruro–resina (P_c) se hereda y evoluciona hasta convertirse en la porosidad final de la esponja sinterizada (P_s). A medida que progresa el calentamiento, el titanio metálico liberado durante la deshidrogenación de TiH_2 entra en contacto íntimo con el carbono pirolítico generado por la descomposición de la resina fenólica, promoviendo la reacción de carburación en estado sólido ($\text{Ti} + \text{C} \rightarrow \text{TiC}$). De manera simultánea, la liberación continua de especies gaseosas contribuye a preservar la apertura y la interconectividad de los poros, mientras que la sinterización a 1300 °C estabiliza el armazón cerámico en desarrollo. En consecuencia, la conversión química y la evolución de la arquitectura porosa ocurren de forma concurrente, acoplando la formación de fase con el desarrollo estructural de la red tridimensional de TiC de celdas abiertas.

Para evaluar la viabilidad termodinámica de la reacción y la evolución de fases en el sistema TiH_2 –resina fenólica, se realizaron cálculos de equilibrio ($\text{TiH}_2 + \text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$) mediante FactSage 8.0 [93]. En una composición hipotética con 10 % en peso de resina, las simulaciones a 1300 °C predicen que los productos sólidos están dominados por titanio metálico, con solo un 35.6 % de TiC y la presencia de TiO_2 estequiométrico como fase secundaria. Al aumentar el contenido de resina al 50 % en peso, el equilibrio se desplaza hacia una carburación prácticamente completa, formándose TiC como fase dominante, aunque acompañado de un exceso significativo de carbono libre residual (~17.3 %).

En la composición experimental seleccionada en este trabajo (70:30 % en peso TiH_2 –resina), los cálculos indican una carburación fuertemente favorecida, alcanzándose una fracción de TiC del 94.1 %, con únicamente una fase menor de subóxido de titanio (Ti_3O_5). Estos resultados confirman que la relación 70:30 proporciona un balance óptimo entre la disponibilidad de carbono y la pureza de fase, evitando tanto una carburación incompleta como la presencia excesiva de carbono libre residual.

Los análisis térmicos realizados a los precursores (Figura 4.8) corroboran la secuencia termoquímica propuesta. La deshidrogenación del TiH_2 ocurre entre 471 y 654 °C (Figura 4.8a), en acuerdo con el intervalo 427–647 °C reportado en la literatura [94]. Este proceso genera titanio metálico altamente reactivo y contribuye decisivamente a la formación de porosidad inicial. Por su parte, la resina fenólica inicia su descomposición cerca de 150 °C, presentando una pirólisis intensa en el rango 400–800 °C (Figura 4.8b), con formación de carbono pirolítico y liberación masiva de volátiles.

La superposición temporal de estos eventos –deshidrogenación, pirólisis y reacción *in situ* de carburación– resulta clave para preservar la arquitectura porosa durante la formación de la esponja, previniendo el colapso del armazón, tal como se ha documentado ampliamente en sistemas que emplean resinas fenólicas como fuente de carbono [42].

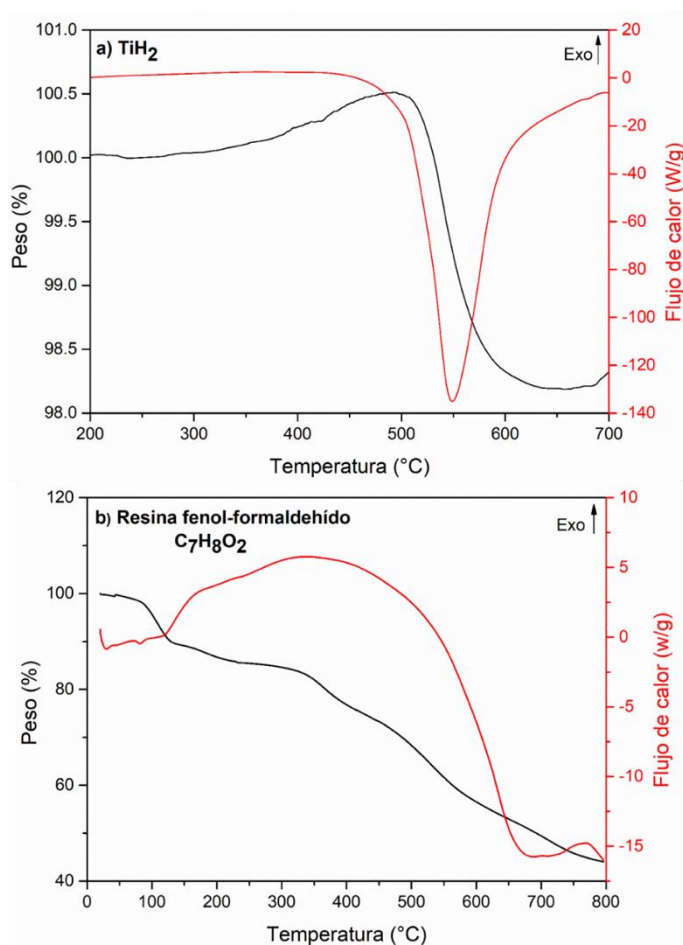


Figura 4.8 Análisis térmico DSC/TGA de los polvos precursores: a) TiH_2 y b) resina fenólica.

Durante el tratamiento térmico, el carbono pirolítico generado reacciona *in situ* con el titanio metálico para formar la fase TiC , lográndose a 1300 °C la consolidación de una red cerámica tridimensional continua. Esta temperatura coincide con la reportada por Hu y col. [95] como óptima para la síntesis *in situ* de partículas de TiC , lo que valida la selección de los parámetros de procesamiento empleados en el presente estudio.

La Figura 4.9 muestra la morfología y la integridad estructural de las esponjas de TiC obtenidas a partir de compactos procesados a 0.5 y 1 ton. Ambas muestras exhibieron, en promedio, una pérdida de masa similar (~14.5 %) desde el estado en verde hasta la condición sinterizada, atribuible a la evolución de gas durante la deshidrogenación del TiH_2 y la pirólisis de la resina.

Asimismo, se observó contracción dimensional por efecto del sinterizado, lo cual incrementó la densidad esquelética sin inducir colapso de la red porosa.

En particular, las esponjas derivadas de compactos a 0.5 ton presentaron una contracción volumétrica total de 36 %, mientras que aquellas procedentes de compactos a 1 ton mostraron una contracción menor, de solo 29 %. En consecuencia, se espera una diferencia notable en el tamaño y la distribución de poros entre ambas series de muestras.

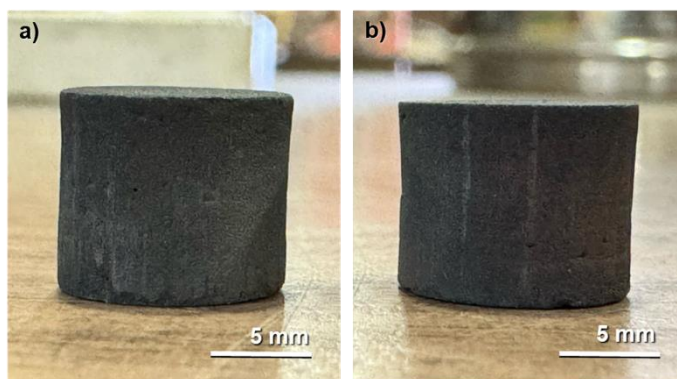


Figura 4.9 Esponjas de TiC sinterizadas obtenidas a partir de compactos procesados con dos niveles de carga: a) 0.5 ton y b) 1 ton.

Los valores de porosidad reportados en la Tabla 4.1 confirman que la arquitectura porosa generada durante la encapsulación se preserva y amplifica a lo largo de la evolución de gases, la carburación y la sinterización. Cuantitativamente, el incremento de porosidad asociado a la transición encapsulado-esponja ($\Delta P_2 = P_s - P_c$) se mantuvo prácticamente constante ($\sim 23\%$) en ambas condiciones de compactación. Este comportamiento revela que los procesos de deshidrogenación y pirólisis aportan un volumen adicional de poros comparable, independientemente del grado inicial de compactación, mientras que el nivel absoluto de porosidad en la esponja final (P_s) está dominado principalmente por la porosidad residual del encapsulado (P_c). En consecuencia, valores más elevados de P_c conducen directamente a valores más altos de P_s , confirmando el papel dominante de la etapa de encapsulación en el control de la porosidad final.

De manera global, la evolución de la porosidad sigue una vía secuencial y causal bien definida:

- la porosidad en verde (P_g) define la red inicial de vacíos,
- la porosidad residual de la cápsula (P_c) captura la reestructuración mediada por la resina durante la consolidación del encapsulado,
- y la porosidad final de la esponja de TiC sinterizada (P_s) refleja la amplificación de esta arquitectura durante el procesamiento termoquímico.

Este marco conceptual posiciona la etapa de encapsulación hidruro–resina como el punto crítico de control microestructural, determinante no solo del nivel final de porosidad, sino también de la distribución de tamaños de poro, la interconectividad y la integridad macroscópica de las esponjas de TiC obtenidas mediante la ruta integrada hidruro–resina.

La Figura 4.10 presenta micrografías representativas de las esponjas de TiC tras el ciclo completo de deshidrogenación–pirólisis–sinterización, obtenidas en secciones superior, intermedia e inferior a lo largo de la pieza. En todas las regiones se observa una estructura porosa homogénea y reproducible, caracterizada por armazones cerámicos continuos y poros abiertos de morfología irregular. A escala microscópica, los ligamentos y las paredes de los poros se encuentran bien desarrollados y libres de microfisuras, lo que indica una formación y consolidación estable del esqueleto de TiC durante la sinterización. La ausencia de defectos intrínsecos en las paredes sugiere que los mecanismos de falla potenciales están controlados principalmente por características de porosidad meso- y macroescala –como el adelgazamiento de ligamentos o la coalescencia de poros– más que por imperfecciones locales en el material cerámico.

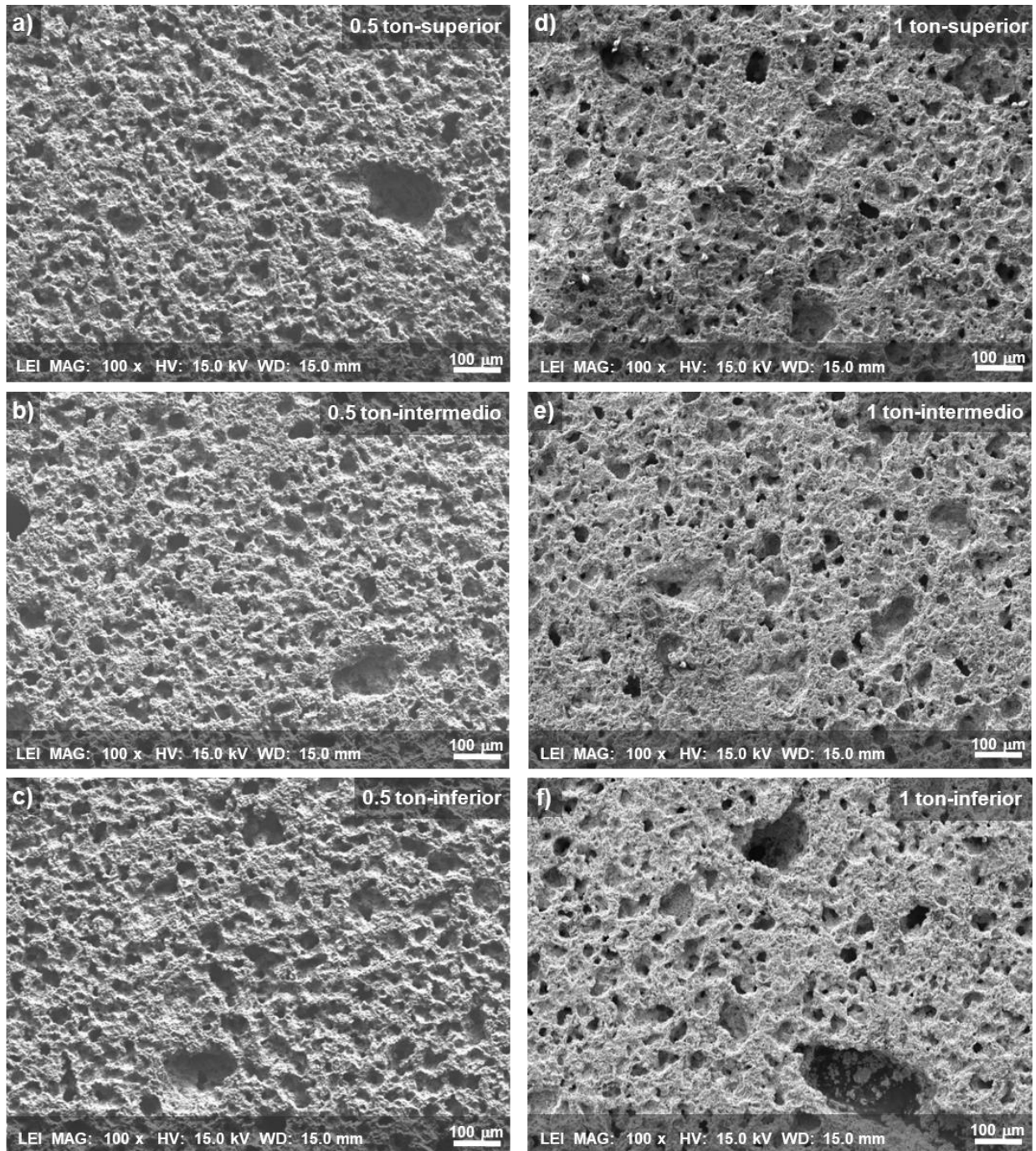


Figura 4.10 Microestructura de las esponjas de TiC sinterizadas obtenidas a dos cargas de compactación, con cortes transversales en distintas posiciones: a–c) 0.5 ton (zona superior, intermedia e inferior) y d–f) 1.0 ton (zona superior, intermedia e inferior).

4.3 Caracterización microestructural del tamaño de poro en esponjas de TiC

El tamaño de los canales porosos en las esponjas de TiC se determinó mediante análisis estadístico de imágenes de microscopía electrónica de barrido. Para cada condición de procesamiento se evaluaron entre 45 y 60 micrografías por muestra, midiendo 50 poros por imagen, lo que generó un conjunto robusto de 2250 a 3000 mediciones representativas por esponja. Como descriptor geométrico se utilizó el diámetro medio de Feret, adecuado para caracterizar la morfología anisotrópica de los poros y canales interconectados típicos de estas estructuras.

Los valores resumidos en la Tabla 4.2 indican que las esponjas procedentes de compactos a 0.5 ton exhiben tamaños de poro relativamente uniformes a lo largo de las tres zonas analizadas (superior, intermedia e inferior), con promedios de $40.89 \pm 7.15 \mu\text{m}$, $42.09 \pm 3.40 \mu\text{m}$ y $38.72 \pm 2.53 \mu\text{m}$, respectivamente. A pesar de la dispersión inherente a sistemas de porosidad abierta, los tamaños se mantienen en un intervalo estrecho, lo que sugiere una arquitectura porosa macroscópicamente homogénea en todo el volumen de la esponja.

En contraste, las esponjas derivadas de compactos a 1.0 ton presentan una mayor heterogeneidad espacial. La zona inferior muestra poros de mayor tamaño y dispersión ($39.63 \pm 7.64 \mu\text{m}$), mientras que las zonas superior e intermedia exhiben valores promedio menores y desviaciones más reducidas ($35.33 \pm 3.35 \mu\text{m}$ y $34.73 \pm 1.54 \mu\text{m}$, respectivamente). Esta variación local se asocia a la restricción del flujo de la resina durante el encapsulado, combinada con la liberación localizada de gases en la deshidrogenación y pirólisis, lo que promueve episodios puntuales de coalescencia de poros.

En términos globales, el tamaño mediano de poro es mayor en las esponjas compactadas a 0.5 ton ($40.55 \pm 3.34 \mu\text{m}$) que en las compactadas a 1.0 ton ($35.65 \pm 2.63 \mu\text{m}$).

A baja carga de compactación (0.5 ton), la estructura en verde presenta una red porosa más abierta y permeable, lo que facilita la movilidad de la resina viscosa durante el encapsulado y permite la coalescencia de poros interparticulares de mayor tamaño. Durante la deshidrogenación y pirólisis, la generación de nuevos poros por evolución de gases ocurre sin eliminar los poros grandes preexistentes. En la sinterización subsiguiente, el crecimiento de cuellos y el engrosamiento de ligamentos eliminan preferentemente los poros pequeños, preservando y manteniendo abiertos los canales de mayor tamaño, lo que resulta en esponjas de TiC sinterizadas con un tamaño mediano de poro superior en la esponja final.

Por el contrario, a alta carga de compactación (1.0 ton), la estructura en verde es más densa, restringiendo la movilidad de la resina y limitando la redistribución de vacíos, lo que genera zonas localizadas de tensión. Aunque la pirólisis induce formación y coalescencia localizada, durante la sinterización predomina la eliminación de poros grandes por la contracción global del armazón cerámico y la densificación de los ligamentos, lo que conduce a la reducción del tamaño efectivo de los poros y, en consecuencia, a un tamaño mediano menor.

Este comportamiento confirma que la carga de compactación controla la arquitectura inicial del encapsulado (P_c), la cual se hereda y remodela durante la deshidrogenación, la pirólisis y la sinterización, amplificándose en la porosidad final (P_s).

Tabla 4.2 Tamaños de poro de las esponjas de TiC en las distintas zonas y condiciones de compactación.

Carga (ton)	Tamaño de poro (μm) según la posición			
	Superior	Intermedio	Inferior	Promedio
0.5	40.9 ± 7.15	42.1 ± 3.49	38.7 ± 2.53	40.6 ± 3.34
1.0	35.3 ± 3.35	34.7 ± 1.54	39.6 ± 7.64	35.7 ± 2.63

Tras la sinterización, las esponjas de TiC presentan densidades mayores que sus cápsulas precursoras, reflejando la densificación de ligamentos y el crecimiento de cuellos impulsados por difusión térmicamente activada dentro del esqueleto de TiC formado *in situ*. No obstante, la densidad final disminuye ligeramente al aumentar la carga de compactación, en concordancia con la herencia $P_c \rightarrow P_s$ (Tabla 4.3). Valores más altos de porosidad (P_c) conducen a porosidad (P_s) más elevada y a ligamentos portadores de carga más delgados, lo que limita la cantidad de material sólido disponible para densificarse por unidad de volumen.

Tabla 4.3 Densidad de los compactos en verde, encapsulados TiH₂-resina y esponjas de TiC.

Carga (ton)	Densidad en verde (g/cm ³)	Densidad encapsulado (g/cm ³)	Densidad esponja TiC (g/cm ³)
0.5	1.61 ± 0.04	1.66 ± 0.06	2.16 ± 0.05
1	1.73 ± 0.02	1.61 ± 0.05	2.08 ± 0.03

El análisis de imágenes complementó la caracterización cuantitativa mediante histogramas de frecuencia (Figura 4.11) y curvas acumulativas (Figura 4.12). Los histogramas revelan clases representativas de poros en el intervalo aproximado de 10 a 120 μm , ofreciendo una visión clara de la remodelación de la población de poros durante el procesamiento térmico. Este estrechamiento sistemático de la distribución se explica por la eliminación preferencial de poros pequeños mediante el crecimiento de cuellos y por la contracción progresiva de los poros mayores debido a la contracción global del esqueleto cerámico.

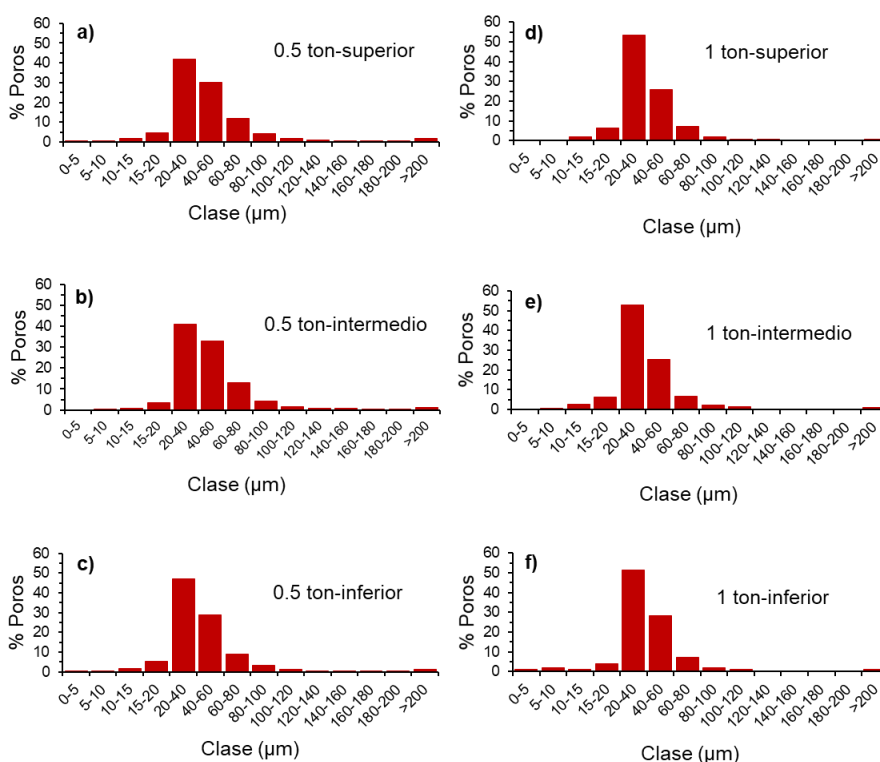


Figura 4.11 Histogramas de frecuencia del tamaño de poro de las esponjas de TiC sinterizadas de los cortes transversales en distintas posiciones: a–c) 0.5 ton (zona superior, intermedia e inferior) y d–f) 1.0 ton (zona superior, intermedia e inferior).

A pesar de las diferencias en la carga de compactación, todas las esponjas presentan una clase dominante de tamaño de poro en el rango 20–60 μm , en concordancia con los valores medianos reportados en la Tabla 4.2 y con los rangos típicos descritos en la literatura para esponjas cerámicas de celdas abiertas. Bajo este marco, los tamaños de poro obtenidos en el presente trabajo se ubican en el extremo fino del espectro de espumas cerámicas de celda abierta, lo cual es consistente con una arquitectura generada por reacciones *in situ* y liberación controlada de gases durante la deshidrogenación–pirólisis, en contraposición a métodos basados en plantillas macroscópicas tipo réplica [96].

Las curvas de distribución acumulativa del tamaño de poro (Figura 4.12) confirman adicionalmente la reproducibilidad del proceso. Las correspondientes a compactos a 0.5 ton muestran pendientes ligeramente menos pronunciadas, indicativas de una mayor dispersión en la distribución, mientras que las asociadas a 1.0 ton exhiben pendientes más uniformes y un desplazamiento sistemático hacia tamaños menores. Estas variaciones locales se atribuyen a heterogeneidades inherentes al proceso –como la distribución no uniforme de la resina, la cinética de liberación de gases y posibles gradientes térmicos– sin alterar las tendencias generales ni comprometer las conclusiones principales respecto al papel dominante de la carga de compactación inicial como parámetro de control de la morfología porosa final, en concordancia con la hipótesis planteada en este trabajo.

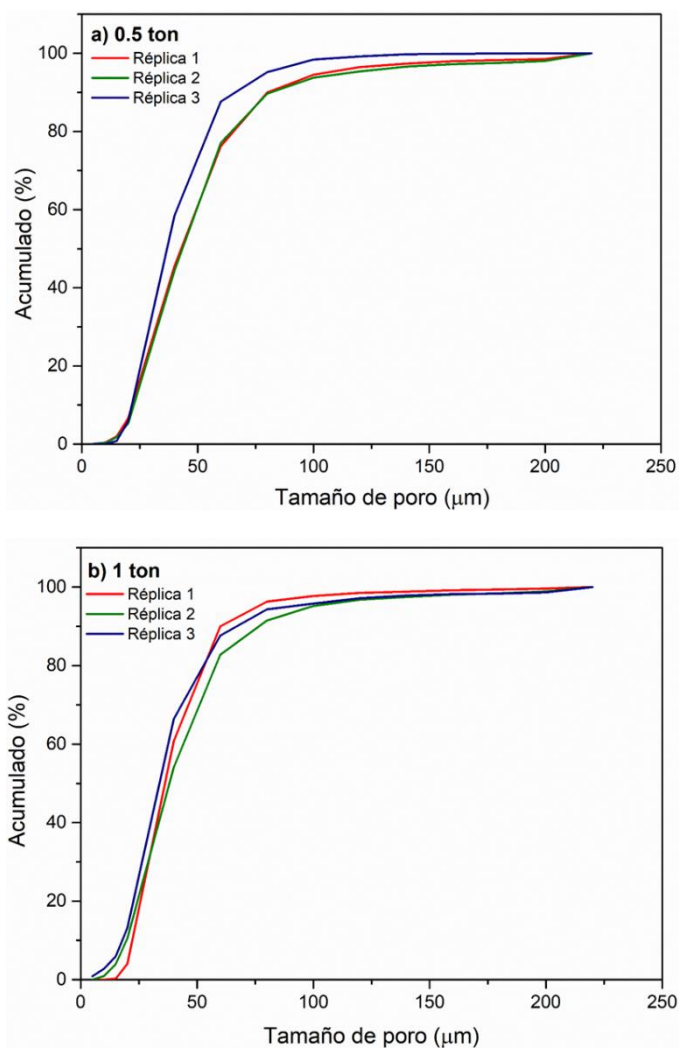


Figura 4.12 Curvas de distribución acumulativa del tamaño de poro de las esponjas de TiC sinterizadas: a) compactación a 0.5 ton y b) compactación a 1 ton.

En síntesis, el análisis integrado de las Figuras 4.10–4.12 y las Tablas 4.1–4.3 valida la secuencia mecánica propuesta en las Secciones 4.2.2–4.2.4, donde la compactación define la porosidad en verde (P_g) y condiciona la redistribución de la resina durante el encapsulado, estableciendo la porosidad residual del encapsulado (P_c) y la distribución inicial de tamaños de poro; esta arquitectura se hereda y amplifica durante la deshidrogenación y la pirólisis; finalmente, la sinterización densifica los ligamentos, estrecha la distribución de tamaños de poro y consolida la red cerámica sin eliminar el nivel de porosidad impuesto por P_c .

4.4 Constitución de fases y análisis microestructural de esponjas de TiC sinterizadas

4.4.1 Análisis termodinámico del sistema Ti–C–H–O

El análisis termodinámico del sistema integral de formación *in situ* de esponjas de TiC permitió evaluar la estabilidad de las fases potenciales en el intervalo de procesamiento comprendido entre 100 y 1300 °C. En particular, se analizaron las reacciones del sistema Ti–C–H–O asociadas a la liberación de titanio ($\text{TiH}_2 \rightarrow \text{Ti} + \text{H}_2$) y a la carburación directa del titanio metálico para la formación de la fase cerámica ($\text{Ti} + \text{C} \rightarrow \text{TiC}$). Adicionalmente, aun cuando el proceso térmico se llevó a cabo bajo una atmósfera dinámica de argón de alta pureza (99.997 % pureza), se consideró la posible ocurrencia de reacciones secundarias debidas a trazas residuales de oxígeno, evaluando la formación de TiO_2 ($\text{Ti} + \text{O}_2 \rightarrow \text{TiO}_2$) y CO_2 ($\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$). La Figura 4.13 presenta la variación de la energía libre de Gibbs (ΔG) de estas reacciones en función de la temperatura.

La reacción de deshidrogenación del TiH_2 muestra una transición de valores positivos a negativos de ΔG a partir de aproximadamente 200 °C, indicando que la reacción se vuelve termodinámicamente espontánea en este intervalo. A 300 °C, ΔG alcanza un valor de -29.8 kJ/mol y disminuye de manera progresiva con el aumento de la temperatura, lo que confirma la estabilidad y disponibilidad del titanio metálico liberado a temperaturas donde simultáneamente ocurre pirólisis de la resina fenólica. Este resultado es consistente con los análisis termogravimétricos efectuados, que evidencian la liberación gradual de hidrógeno y la activación química del titanio en el mismo intervalo térmico.

La formación de TiC por carburación directa del titanio es termodinámicamente favorable en todo el rango de temperaturas evaluado. Los valores de ΔG se mantienen negativos desde etapas tempranas del calentamiento (-180 kJ/mol a 100 °C) hasta la temperatura máxima de sinterización (-165 kJ/mol a 1300 °C). La ligera disminución en el valor absoluto de ΔG con el aumento de la temperatura es consistente con el carácter exotérmico de la reacción. La superposición térmica de deshidrogenación y la generación de carbono pirolítico favorece de manera efectiva la formación *in situ* de TiC durante el calentamiento continuo del sistema.

Por otro lado, las reacciones de oxidación evaluadas presentan valores de ΔG altamente negativos en todo el intervalo de temperatura considerado. La formación de TiO_2 es termodinámicamente extremadamente favorable, con valores de ΔG que varían desde -874.76 kJ/mol a 100 °C hasta -661.6 kJ/mol a 1300 °C, mientras que la oxidación del carbono para formar

CO₂ mantiene valores cercanos a -395 kJ/mol a lo largo de todo el rango térmico. Desde un punto de vista estrictamente termodinámico, estos resultados indican que tanto el titanio metálico como el carbono pirolítico son susceptibles a oxidarse espontáneamente si existe disponibilidad de oxígeno.

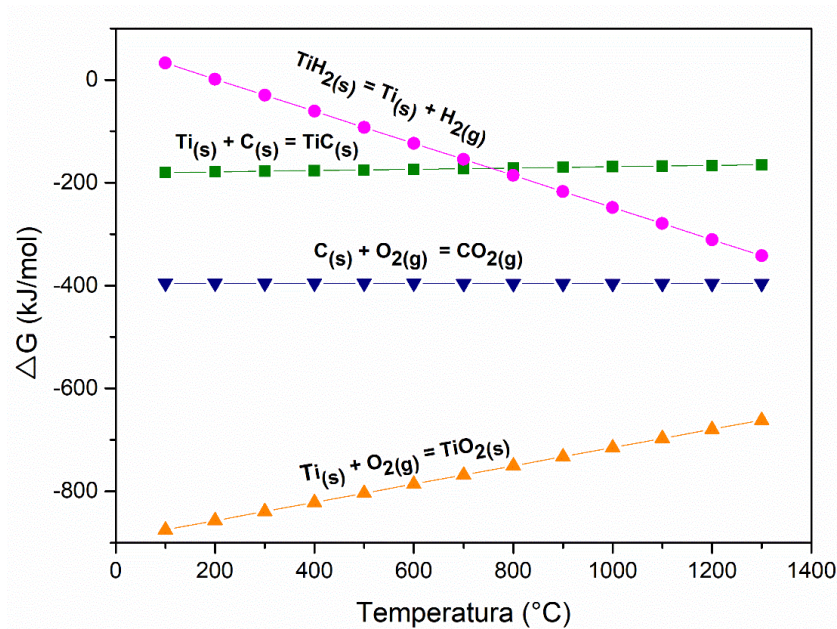


Figura 4.13 Variación de la energía libre de Gibbs (ΔG) en función de la temperatura para las reacciones principales del sistema TiH₂–resina fenólica.

El análisis termodinámico de las reacciones involucradas en la ruta integrada TiH₂–resina fenólica respalda la hipótesis central del trabajo, al demostrar que la secuencia termoquímica acoplada gobierna simultáneamente la formación de la fase y la evolución de la arquitectura porosa. En este contexto, la caracterización estructural y química mediante difracción de rayos X (DRX) y microanálisis por espectroscopía de energía dispersiva (EDS) confirma la obtención de una fase TiC de alta pureza, cuyos resultados se presentan y discuten en las secciones siguientes.

4.4.2 Identificación de fases cristalinas por difracción de rayos X

Los patrones de difracción de rayos X (DRX) de las esponjas de TiC sinterizadas muestran que TiC es la única fase cristalina detectable tras completar el ciclo de deshidrogenación–pirólisis–sinterización, independientemente de la carga de compactación aplicada (Figura 4.14). Todas las reflexiones observadas pueden indexarse en la estructura cúbica centrada en las caras (fcc, grupo

espacial $Fm\bar{3}m$), con planos característicos (111), (200), (220), (311) y (222), lo que confirma la carburización *in situ* efectiva del titanio.

Los difractogramas presentan posiciones de picos coincidentes para ambas cargas de compactación (Tabla 4.4). Esta invariabilidad indica que el parámetro de red del TiC permanece esencialmente constante dentro de la resolución instrumental, aun cuando se modificó la densidad de empaquetamiento inicial de los precursores mediante la compactación. Esto sugiere que la compactación influye principalmente en aspectos microestructurales, como la densidad de defectos, la porosidad y la conectividad del armazón, y no en la estructura cristalina de largo alcance del TiC formado.

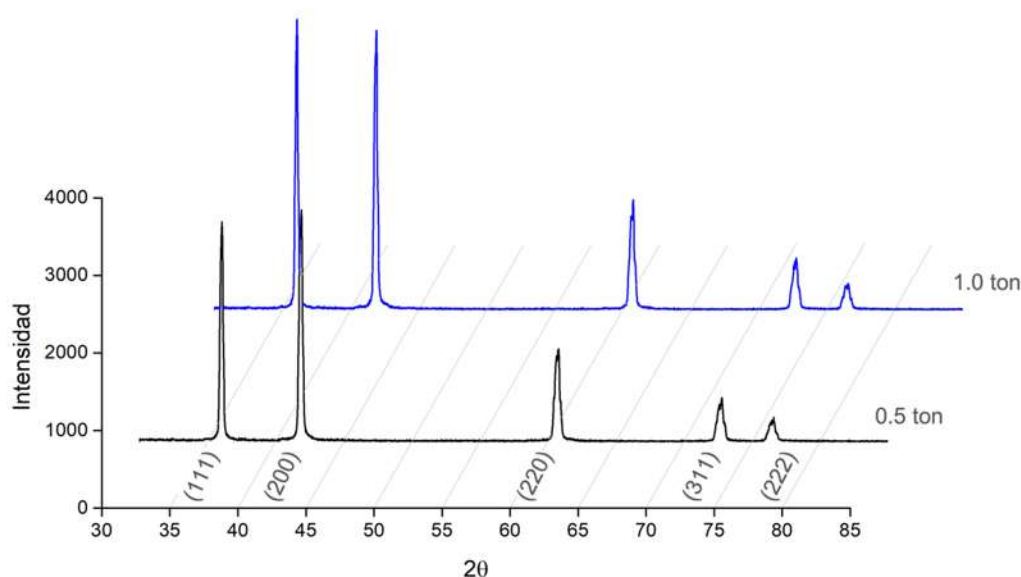


Figura 4.14 Difractograma de rayos X de las esponjas de TiC sinterizadas.

No se observaron picos de difracción asociados a TiH_2 residual ni a Ti metálico, lo que indica una descomposición completa del hidruro y una conversión total del titanio en TiC bajo las condiciones térmicas aplicadas. De igual modo, aunque las simulaciones termodinámicas de equilibrio predijeron la posible formación de óxidos de titanio, su ausencia en los patrones experimentales sugiere que la atmósfera dinámica de argón suprimió eficazmente la actividad del oxígeno durante el procesamiento. La atmósfera inerte, junto con el consumo preferencial del carbono durante la carburación y la evacuación continua de especies gaseosas por arrastre del flujo de argón, limitó de manera efectiva la participación de reacciones de oxidación, estabilizando así

la formación de TiC. Este desacople entre la viabilidad termodinámica y la ocurrencia real de las reacciones confirma que el proceso está dominado por las reacciones deseadas de deshidrogenación y carburación.

Tabla 4.4 Posición 2 θ de los picos de reflexión XRD en esponjas de TiC sinterizadas.

I (%)	2 theta (°)				
	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)
	75.0	100.0	50.0	25.0	10.0
PDF 00-001-1222	36.041	41.989	60.899	72.675	76.084
Esponja TiC 0.5 ton	36.048	41.871	60.720	72.715	76.507
Esponja TiC 1.0 ton	36.063	41.880	60.723	72.710	76.499

Al no detectarse fases cristalinas de carbono ni evidencia de carbono amorfo, se infiere que el carbono pirolítico generado se consume de manera efectiva durante la formación de TiC. Esta interpretación es consistente con los resultados termogravimétricos que se mostraron en la Figura 4.8b, donde se observa un rendimiento de carbono superior a ~50 % a 800 °C, en concordancia con los valores típicos de carbonización reportados para resinas fenólicas (~50–65 %) [97-100].

La cinética de reacción en estado sólido entre las especies libres y activas Ti–C se intensifica al aumentar la temperatura y la disponibilidad de carbono, favoreciendo la difusión de átomos de C –de pequeño radio atómico– hacia el titanio reactivo. Este mecanismo explica la formación de TiC fcc policristalino de alta pureza [101], tal como se confirma por DRX. El análisis en conjunto demuestra que la relación másica hidruro–resina seleccionada (70:30) proporciona carbono suficiente para lograr la carburización completa del titanio, evitando la formación de carbono libre en la esponja cerámica porosa.

4.5 Análisis químico y distribución elemental por espectroscopía de energía dispersiva EDS

Los mapeos de distribución elemental obtenidos de esponjas de TiC sinterizadas evidencian, a escala macro-mesoporosa, la formación homogénea de la fase TiC y la correcta evolución química del sistema a lo largo de la ruta integrada de procesamiento. La micrografía SEM de la Figura 4.15a revela la estructura porosa abierta e interconectada de una esponja, caracterizada por poros de

morfología irregular y redondeada distribuidos de manera relativamente uniforme, así como una red continua de ligamentos bien definidos, sin evidencia de agrietamiento macroscópico ni colapso estructural del armazón cerámico.

El mapeo multielemental (Figura 4.15b) muestra una superposición espacial generalizada de titanio (Ti, rojo) y carbono (C, verde) a lo largo de todo el esqueleto sólido de la esponja, lo que indica una asociación íntima y homogénea de ambos elementos, consistente con la formación *in situ* del carburo de titanio. Como ya se mencionó, el carbono pirolítico generado difunde intersticialmente hacia el titanio altamente reactivo liberado durante la deshidrogenación, proceso facilitado por el pequeño radio atómico del carbono, promoviendo la formación de TiC policristalino.

El mapa individual de titanio (Figura 4.15c) evidencia una distribución continua y prácticamente uniforme de Ti sobre el esqueleto poroso, mientras que los poros aparecen como regiones oscuras sin señal. No se observan zonas empobrecidas ni segregaciones localizadas que sugieran la presencia de titanio metálico residual o fases secundarias ricas en Ti, en concordancia con los resultados de DRX que indican la conversión completa del hidruro y del titanio metálico en TiC.

Similar a la distribución de titanio, el mapa de carbono (Figura 4.15d) muestra una distribución extendida que sigue el contorno del armazón poroso. La menor intensidad relativa del carbono respecto al titanio se atribuye a la menor sección transversal de dispersión de C en EDS, limitación inherente a la cuantificación de elementos ligeros mediante esta técnica. La ausencia de grandes acumulaciones sugiere que no existe carbono pirolítico libre en cantidades detectables a esta escala. No obstante, la presencia de algunas regiones puntuales con mayor intensidad podría asociarse a residuos carbonosos amorfos no detectados por DRX, o bien a gradientes composicionales transitorios en interfaces Ti/TiC, lo que respalda la idoneidad de la relación hidruro–resina (70:30) para lograr una carburización prácticamente completa sin formación de fases secundarias.

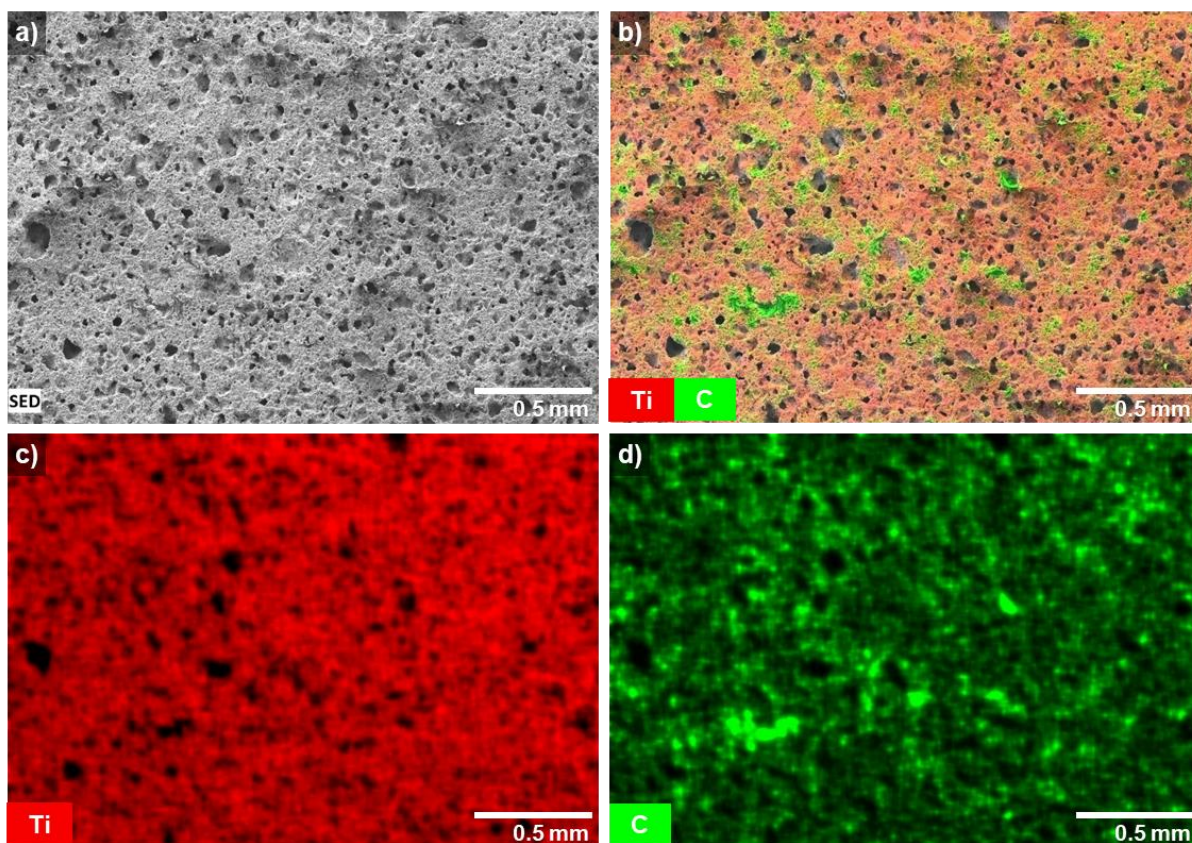


Figura 4.15 Mapeo de distribución elemental de la esponja de TiC compactada a 0.5 ton: a) Imagen SEM, b) mapeo global de los elementos, c) titanio y d) carbono.

El espectro EDS de la esponja de TiC (Figura 4.16) refuerza la interpretación microquímica derivada del mapeo elemental. Se identifican picos dominantes correspondientes al titanio, asociados principalmente a las transiciones características $Ti\alpha$ y $Ti\beta$, junto con la señal de carbono a baja energía. La ausencia de picos atribuibles a oxígeno u otros elementos indica que, dentro del límite de detección de la técnica, no se formaron fases oxidadas ni contaminantes residuales, en concordancia con el procesamiento en atmósfera inerte y con los resultados de DRX.

El análisis cuantitativo (Tabla 4.5) muestra una relación atómica cercana a la estequiometría del TiC. El ligero desbalance respecto a la proporción 1:1 puede atribuirse a efectos de absorción, fluorescencia y eficiencia de detección del carbono en EDS, limitaciones bien conocidas de la técnica en la cuantificación precisa de elementos ligeros. Cabe destacar que el TiC es termodinámicamente estable en un rango amplio de subestequiometría (TiC_x , con $x \sim 0.48-1.00$), manteniendo su estructura fcc, con variaciones menores del parámetro de red ($<<1\%$) [102,

103]. En este contexto, desviaciones leves de la estequiometría ideal no comprometen la integridad estructural ni funcional del material, e incluso pueden influir favorablemente en propiedades como la tenacidad o la conductividad eléctrica, aunque con una posible reducción de la conductividad térmica debido a la dispersión de fonones en vacantes de carbono [104].

Una determinación más precisa de la estequiometría requeriría el empleo de técnicas complementarias de mayor resolución química, no previstas técnicamente bajo la temporalidad de este proyecto.

En conjunto, el mapeo elemental, el espectro EDS y el análisis cuantitativo confirman que el carbono pirolítico generado a partir de la resina fenólica fue consumido de manera efectiva durante la carburación del titanio, dando lugar a una esponja cerámica de TiC químicamente homogénea. Estos resultados son plenamente coherentes con el análisis termodinámico de fases, y como se muestra, validan la ruta de síntesis en la obtención de esponjas de TiC sinterizadas de alta pureza química.

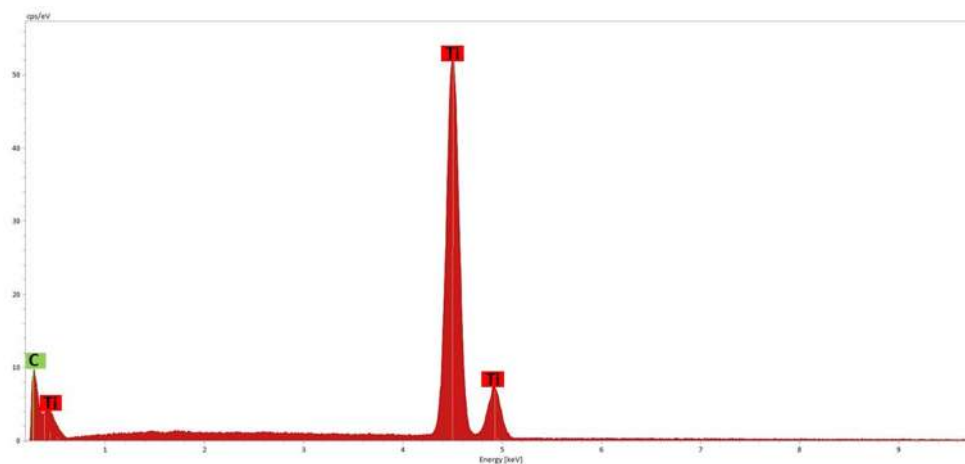


Figura 4.16 Espectro EDS de la esponja de TiC, sin señales de elementos secundarios detectables.

Tabla 4.5 Composición química elemental de las esponjas de TiC determinada por EDS.

Elemento	% en peso	% atómico
Titanio	83.16	55.61
Carbono	16.83	44.38

4.6 Análisis del tamaño de cristalito y microdeformación reticular mediante DRX

Del análisis de difracción de rayos X se encontró que las reflexiones del TiC presentan un ensanchamiento de picos, atribuible a la contribución combinada del tamaño de cristalito y de la microdeformación reticular. El ancho a la altura media del pico (FWHM) mostró una ligera tendencia a incrementarse con el aumento del ángulo de difracción 2θ y fue sistemáticamente mayor en las esponjas obtenidas a partir de compactados de 0.5 ton (Figura 4.14), en comparación con aquellas compactadas a 1.0 ton (Tabla 4.6).

Tabla 4.6 Ancho de altura media del pico (FWHM) en los planos (111), (200), (220), (311) y (222) de esponjas de TiC sinterizado a partir de compactados a 0.5 y 1.0 ton.

Plano	FWHM (grados)	
	0.5 ton	1.0 ton
(111)	0.25636	0.23697
(200)	0.29888	0.28068
(220)	0.44179	0.41768
(311)	0.54886	0.50255
(222)	0.56632	0.54379

La dependencia del ensanchamiento con el grado de compactación es consistente con los efectos microestructurales asociados a los eventos termoquímicos y morfológicos acoplados que caracterizan la ruta de procesamiento integrada. Durante la etapa de deshidrogenación del TiH_2 , que ocurre aproximadamente entre 450 y 600 °C, el hidruro de estructura tetragonal se transforma en titanio metálico, adoptando estructuras hcp y bcc a temperatura elevada. Este proceso está acompañado por la liberación rápida de hidrógeno y la generación de vacantes, lo que introduce defectos cristalográficos y tensiones locales, como ha sido reportado en la literatura [47, 49]. Adicionalmente, el incremento de densidad asociado a la transformación de TiH_2 ($\sim 3.91 \text{ g/cm}^3$) a Ti ($\sim 4.5 \text{ g/cm}^3$) puede imponer gradientes locales de deformación dentro del armazón poroso aun restringido.

De manera simultánea, la descomposición de la resina fenólica por encima de 300 °C, evidenciada en el análisis termogravimétrico (Figura 4.8b), se acompaña de la liberación de especies volátiles y de la formación de una fase carbonosa, proceso para el cual se ha reportado una contracción volumétrica de cercana a 50 % [105, 106]. Esta contracción genera gradientes locales de densificación y concentraciones de tensiones que contribuyen al desarrollo de microdeformaciones residuales en el esqueleto de la esponja de TiC en formación. Posteriormente, durante la carburización, la formación de TiC –controlada por la difusión de C en Ti– introduce desajustes volumétricos y elásticos adicionales ($\rho_{\text{TiC}} \sim 4.9 \text{ g/cm}^3$) y puede involucrar gradientes composicionales transitorios en la interfaz Ti/TiC, como se reporta en estudios previos [107]. Finalmente, el enfriamiento posterior al sinterizado a 1300 °C puede amplificar las tensiones residuales almacenadas en la red cristalina de TiC.

Dado que el tamaño de cristalito (D) y la microdeformación (ε) reticular constituyen descriptores interrelacionados de la calidad microestructural y del desempeño funcional del material, ambos parámetros se cuantificaron a partir del ensanchamiento de los picos de DRX mediante el método de Williamson–Hall (W–H), descrito en la sección Experimental y validado en la literatura para TiC formado por reacciones en estado sólido [86]. En la Figura 4.17 se presentan los ajustes lineales de $\beta \cdot \cos\theta$ en función de $4 \cdot \sin\theta$ correspondientes a las esponjas sinterizadas a partir de compactados de 0.5 y 1.0 ton. Dichos ajustes se realizaron empleando las cinco reflexiones principales de TiC (111), (200), (220), (311) y (222), y muestran coeficientes de correlación elevados ($R^2 = 0.9961$ para 0.5 ton y $R^2 = 0.9972$ para 1.0 ton), lo que confirma la validez del modelo y la naturaleza combinada del ensanchamiento observado.

La Tabla 4.7 resume los parámetros microestructurales cuantificados. Para 0.5 ton se obtuvo $D = 199.4 \text{ nm}$ y $\varepsilon = 0.00291$ (0.29 %), mientras que para 1.0 ton D aumenta a 249.9 nm y ε disminuye ligeramente a 0.00278 (0.28 %). Estos resultados sugieren que el intervalo de compactación de 0.5–1.0 ton constituye un rango favorable para la ruta de procesamiento *in situ*, al permitir un crecimiento controlado de cristalitos (de $\sim 199 \text{ nm}$ a $\sim 250 \text{ nm}$) manteniendo la microdeformación en niveles bajos (~ 0.28 – 0.29 %). Los tamaños de cristalito se ubican en el régimen submicrométrico, lo cual es consistente con un TiC formado por carburización en estado sólido limitada por difusión dentro de una arquitectura porosa restringida, lo que favorece el desarrollo de una red esquelética robusta y homogénea, con potencial para reducir la propagación de grietas y mejorar la integridad mecánica y térmica de las esponjas.

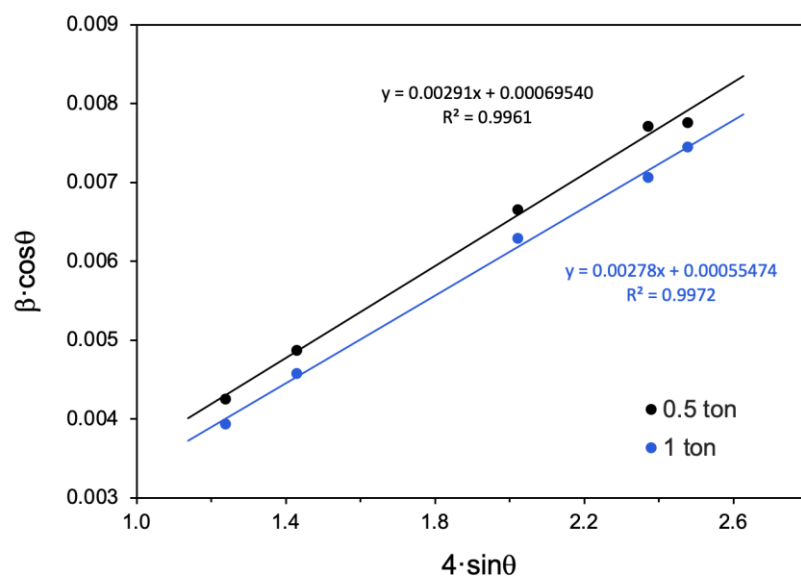


Figura 4.17 Gráficas de Williamson–Hall ($\beta \cdot \cos\theta$ vs. $4 \cdot \sin\theta$) correspondientes a las esponjas de TiC sinterizadas con diferentes cargas de compactación. Los ajustes lineales se obtuvieron de las reflexiones (111), (200), (220), (311) y (222) de TiC fcc. Los valores de tamaño de cristalito (D) y microdeformación (ϵ) se derivan de la intersección y la pendiente, respectivamente.

Tabla 4.7 Tamaño de cristalito (D) y microdeformación (ϵ) de esponjas de TiC determinados mediante análisis de Williamson–Hall (ver Figura 4.17).

Carga (ton)	Tamaño de cristalito D (nm)	Microdeformación ϵ (%)	Coefficiente de correlación (R^2)
0.5 ton	199.4	0.00291 (0.29%)	0.9961
1 ton	249.9	0.00278 (0.28%)	0.9972

La ligera disminución de la microdeformación al incrementar la carga de compactación puede asociarse con una distribución más homogénea de los gradientes locales de densificación y con una menor contracción volumétrica total durante el ciclo térmico (desde la condición en verde a sinterizado), la cual fue de 29 % para las esponjas derivadas de 1.0 ton frente a 36 % para las de 0.5 ton (Sección 4.2.4). En este sentido, una contracción más pronunciada –dominada la deshidrogenación del TiH_2 y la pirólisis de la resina fenólica– tiende a intensificar los gradientes

locales de densificación y, por tanto, a incrementar ligeramente las tensiones residuales almacenadas en el esqueleto poroso, lo que es consistente con el valor marginalmente mayor de ε observado en 0.5 ton.

De manera complementaria, la porosidad total de la esponja sinterizada a partir del compactado de 1.0 ton incrementa en 27 % respecto a su condición en verde, por encima del 21.3 % registrado para 0.5 ton. Dado que ambas esponjas alcanzan densificaciones finales similares, la mayor expansión relativa de porosidad en 1.0 ton sugiere un esqueleto más eficiente en términos de formación y continuidad de cuellos de sinterización, en concordancia con el mayor tamaño de cristalito (249.9 nm frente a 199.4 nm). Este comportamiento se refuerza con el menor tamaño medio de poro observado para 1.0 ton (35.7 μm vs. 40.6 μm a 0.5 ton), lo cual indica una mejor distribución de contactos interpartícula inducida por la compactación. Una mayor conectividad interpartícula favorece la difusión intersticial de carbono durante la carburización y promueve el crecimiento cristalino, además de contribuir a una reducción parcial de tensiones residuales.

Finalmente, los valores de microdeformación medidos son comparables con los reportados para TiC obtenido por rutas carbotérmicas relacionadas (por ejemplo, $\text{TiO}_2 + \text{C} \rightarrow \text{TiC}$ a $\sim 1350^\circ\text{C}$), donde se ha medido $\varepsilon \sim 0.20\%$ en nanopartículas de TiC de ~ 91 nm [108]. Esta similitud respalda que las distorsiones reticulares observadas en este trabajo provienen principalmente en la secuencia de transformaciones de fase, la contracción asociada a la pirólisis/sinterización y las restricciones estructurales impuestas por la red de poros interconectados.

En conclusión, los resultados indican que el rango de compactación de 0.5–1.0 ton optimiza el balance entre contracción volumétrica, evolución de porosidad, tamaño de cristalito y microdeformación, permitiendo esponjas de TiC porosas con microestructura controlada y con características compatibles con aplicaciones que requieren integridad mecánica y estabilidad térmica en entornos refractarios o funcionales.

4.7 Infiltración líquida de la aleación Al–2124 en esponjas de TiC

Los resultados obtenidos en el capítulo anterior muestran que ambas esponjas de TiC, derivadas de compactados a 0.5 y 1.0 ton, presentan características microestructurales adecuadas para su empleo como preformas cerámicas, y que su selección depende, en última instancia, de los requerimientos específicos de la aplicación final. En particular, ambas configuraciones exhiben una arquitectura

porosa abierta e interconectada, así como un esqueleto cerámico continuo y estable, condiciones fundamentales para la fabricación de compósitos interpenetrados metal–cerámico.

Con el fin de ilustrar una aplicación fundamental de las esponjas de TiC sintetizadas y analizar de manera detallada el proceso de infiltración líquida, en este trabajo se seleccionaron como caso de estudio las esponjas obtenidas a partir de compactados de 0.5 ton. Esta elección se fundamenta en la combinación de una porosidad abierta elevada, un mayor tamaño medio de poro y una conectividad efectiva de los canales de infiltración, características que favorecen la penetración capilar homogénea de la aleación Al–2124 en estado líquido, y la formación de una arquitectura interconectada continua entre las fases cerámica y metálica. En las secciones siguientes se describen resultados del procedimiento de infiltración, la caracterización microestructural del compósito TiC/Al–Cu resultante y la evaluación de sus propiedades termofísicas en función de la microestructura desarrollada.

4.7.1 Microestructura y arquitectura interpenetrada del compósito TiC/Al–Cu

La Figura 4.18 muestra la microestructura representativa del compósito interpenetrado TiC/Al–Cu obtenido mediante infiltración líquida sin presión, el cual está constituido por aproximadamente 44 % en volumen de refuerzo cerámico, valor determinado a partir de la porosidad reportada en la Tabla 4.1 de la preforma porosa de TiC. En la micrografía se distingue claramente una red tridimensional continua de TiC, observada en tonalidad gris claro, con morfología irregular en cuellos y ligamentos, característica heredada de la esponja cerámica sintetizada previamente. Por contraste, la fase de tonalidad más oscura corresponde a la matriz metálica infiltrada de aleación Al–Cu, que ocupa el volumen de poros interconectados de la preforma.

La continuidad de la red cerámica de TiC a lo largo de toda la muestra confirma que la esponja conserva su función como estructura de refuerzo continua, mientras que la fase metálica forma simultáneamente una red interconectada secundaria, dando lugar a una arquitectura típica de compósitos interpenetrados metal–cerámico. La aparente diferencia de nivel entre ambas fases observada en la micrografía se atribuye a la preparación metalográfica, pues por su elevada dureza, el TiC experimenta un desgaste significativamente menor durante el pulido, provocando que la matriz metálica aparezca ligeramente en un plano de mayor profundidad. Este efecto es común en sistemas híbridos cerámico–metálicos y no representa una discontinuidad real de fases.

La topología observada preserva de manera clara las características morfológicas heredadas de la esponja porosa de TiC (Secciones 4.2–4.6), incluyendo el relieve irregular de las paredes celulares y la presencia de microporosidad interna en cuellos y ligamentos, los cuales son ocupados por la matriz metálica durante la infiltración. En esta etapa, el metal líquido penetra capilarmente a través de los poros interconectados, sustituyendo las interfaces sólido–gas por interfaces líquido–sólido que, tras la solidificación, dan lugar a interfaces sólido–sólido con un alto grado de adhesión interfacial matriz–refuerzo.

La rugosidad de los cuellos cerámicos originada durante la sinterización *in situ* de la esponja de TiC contribuye favorablemente a esta adhesión, tanto por enganche mecánico como por el incremento del área de contacto interfacial. Este efecto favorece la mojabilidad de la aleación Al–Cu en estado líquido y promueve una interfaz aparentemente continua y libre de productos de reacción secundarios a escala micrométrica.

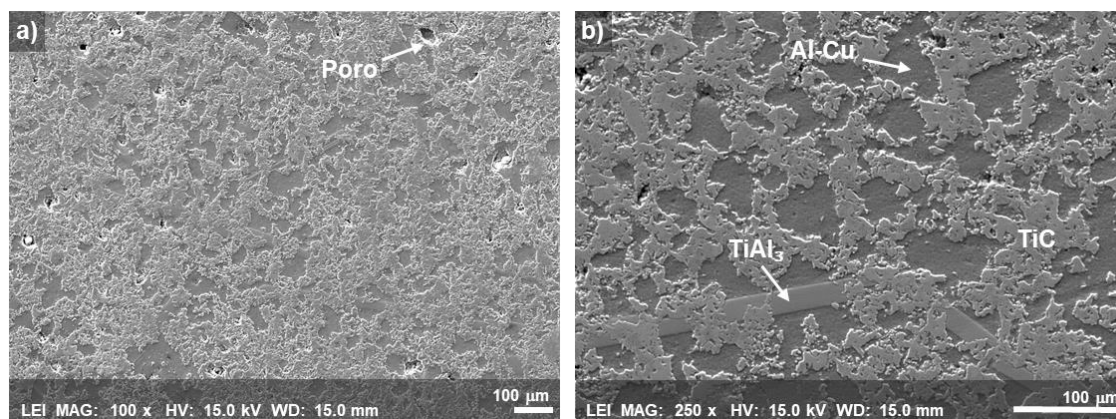


Figura 4.18 Microestructura del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu obtenido por infiltración líquida sin presión a 1100 °C, con 1 h de tiempo de permanencia.

La micrografía a baja magnificación (Figura 4.18a) evidencia la continuidad simultánea de ambas fases y confirma la condición interpenetrada del compuesto, en la que tanto el refuerzo cerámico como la matriz metálica forman redes tridimensionales conectadas. Esta arquitectura permite una distribución eficiente de cargas mecánicas y térmicas, ya que ambas fases participan activamente en el transporte de esfuerzos y calor, de acuerdo con los principios establecidos para este tipo de materiales compósitos.

El análisis microestructural revela además la presencia de poros residuales, con una porosidad total aproximada del 6 %, atribuida a vacíos cerrados o semi-cerrados que no fueron completamente infiltrados por capilaridad (Figura 4.18b). La densidad aparente del compósito TiC/Al–Cu fue de 3.54 g/cm^3 , cercana a la densidad teórica estimada de 3.77 g/cm^3 mediante la regla de las mezclas, considerando el contenido volumétrico de TiC (44 %) y de matriz Al–Cu (56 %). Esta proximidad indica una infiltración satisfactoria, con pocos defectos de llenado, coherente con la permeabilidad y conectividad de poros de la esponja de TiC seleccionada.

El proceso de infiltración, realizado a 1100°C con un tiempo de permanencia de 1 h, fue suficiente para lograr una penetración casi completa de la matriz líquida, aunque también favoreció que ocurrieran reacciones interfaciales locales entre el aluminio y el refuerzo cerámico. Las regiones de alta rugosidad superficial son potencialmente más activas a reaccionar, por lo que la aleación de aluminio líquido pudo disolver titanio, dando lugar a la formación de fases intermetálicas Al–Ti durante el enfriamiento. En la Figura 4.18b se observan morfologías elongadas inmersas en la matriz metálica y a su vez interconectadas con la preforma porosa, tentativamente asociadas a compuestos TiAl_3 .

Si bien estos intermetálicos presentan elevada dureza, su naturaleza frágil puede afectar negativamente propiedades como la tenacidad a la fractura o la conductividad térmica del compósito [109]. No obstante, cuando se encuentran finamente distribuidos, pueden contribuir positivamente en aplicaciones estructurales, por lo que es común aplicar tratamientos térmicos posteriores con el fin de regular su tamaño, morfología y distribución, minimizando concentraciones locales de tensión [76].

La Figura 4.19 presenta los microanálisis químicos por espectroscopía de energía dispersiva (EDS) realizados en regiones representativas del compósito interpenetrado TiC/Al–Cu, específicamente en la matriz metálica continua, el refuerzo cerámico interconectado y en las fases intermetálicas previamente identificadas en la Figura 4.18b.

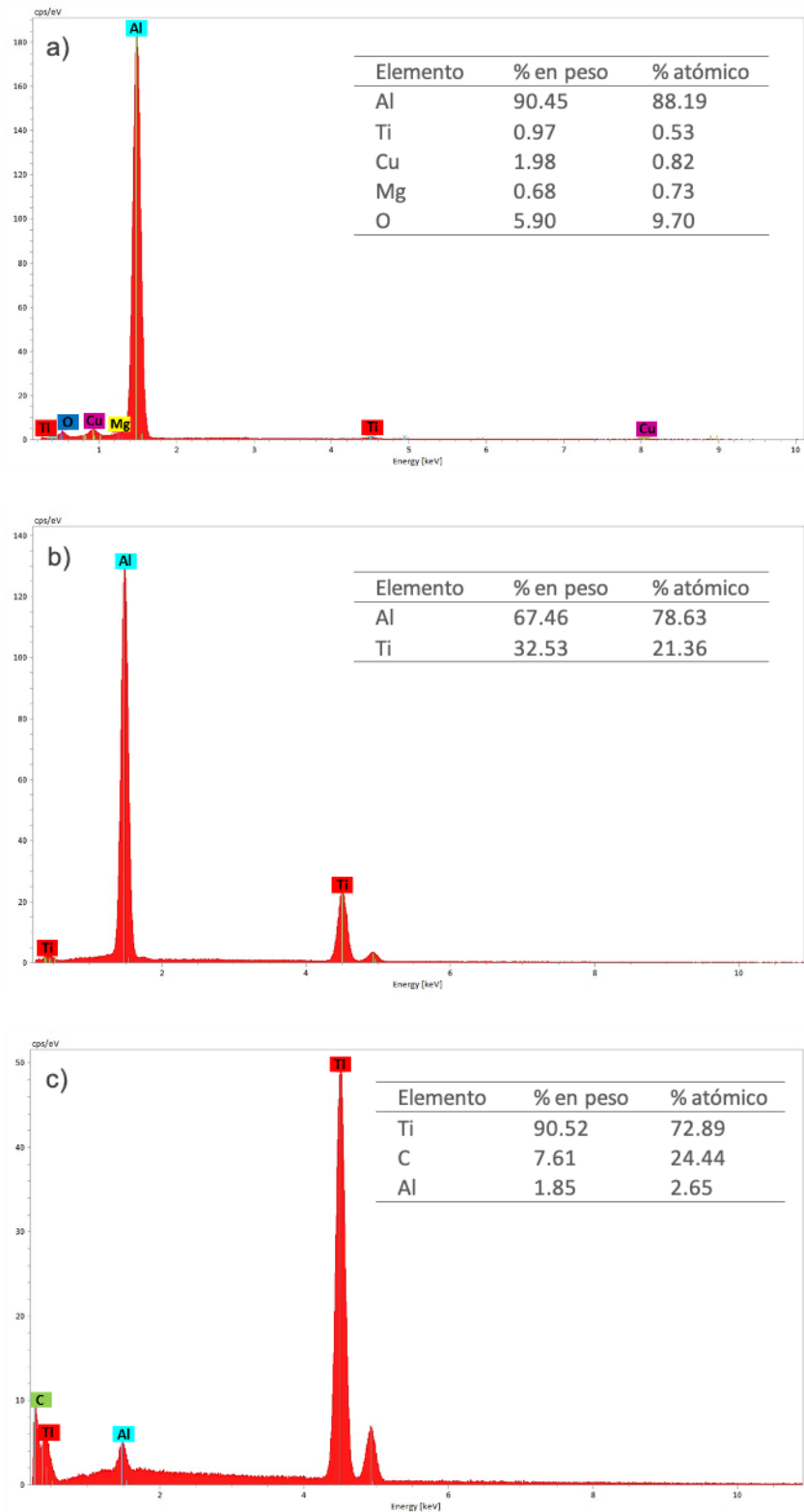


Figura 4.19 Análisis puntuales por espectroscopía de energía dispersiva (EDS) del compuesto interpenetrados TiC/Al–2124. a) Zona de la matriz, b) zona de intermetálicos, c) zona del refuerzo

El espectro EDS mostrado en la Figura 4.19a corresponde al análisis puntual realizado en la región de la matriz metálica, donde se observa claramente el predominio del aluminio, acompañado por la presencia de cobre como elemento aleante principal de la matriz Al–Cu. El análisis cuantitativo indica un contenido aproximado de 90.45 % en peso de Al y 1.98 % en peso de Cu, junto con pequeñas cantidades de Mg (0.68 %) y Ti (0.97 %), así como una fracción de oxígeno (5.90 %). La detección de Mg es consistente con la composición típica de aleaciones de aluminio de la serie Al–Cu–Mg, mientras que la señal de oxígeno puede atribuirse principalmente a la presencia de óxidos superficiales formados durante la preparación metalográfica. A la escala de análisis empleada, los elementos aleantes permanecen mayoritariamente en solución sólida, preservándose la identidad química de la fase matriz Al–Cu.

Por otro lado, el espectro EDS correspondiente a la Figura 4.19b, obtenido en una región asociada a las morfologías elongadas observadas en la matriz metálica, revela una composición dominada por aluminio y titanio, con contenidos aproximados de 67.46 % en peso de Al y 32.53 % en peso de Ti. Esta relación composicional es consistente con la formación de un intermetálico del sistema Al–Ti, aproximadamente la fase TiAl_3 , ampliamente reportada en la literatura para sistemas aluminio–titanio sometidos a temperaturas elevadas y enfriamientos relativamente lentos. La presencia de esta fase intermetálica puede atribuirse a la disolución superficial de titanio desde regiones activas del refuerzo cerámico de TiC hacia la aleación de aluminio fundida durante la infiltración a 1100 °C. Posteriormente, durante el enfriamiento, el titanio disuelto precipita en forma de compuestos intermetálicos Al–Ti, adoptando morfología columnar, como las observadas en la microestructura. Este fenómeno se ve favorecido localmente por la elevada rugosidad superficial y la alta área interfacial del esqueleto cerámico, heredadas del proceso de pirólisis y sinterización in situ de la esponja de TiC.

La Figura 4.19c muestra el espectro EDS adquirido en una región representativa de la fase cerámica continua de TiC dentro del compuesto interpenetrado. En el espectro se identifican claramente los picos característicos de titanio Ti y C, lo que confirma la naturaleza del refuerzo cerámico como carburo de titanio. El análisis cuantitativo asociado indica un contenido aproximado de 90.52 % en peso de Ti y 7.61 % en peso de C, valores consistentes con la presencia dominante de la fase TiC dentro del compuesto. El espectro muestra también una señal débil de aluminio, con un contenido aproximado de 1.85 % en peso, que no corresponde a la formación de una nueva fase rica en aluminio dentro del TiC. Esta señal puede explicarse por la infiltración de

aluminio líquido en la microporosidad superficial o subsuperficial del refuerzo cerámico, así como por la contribución del volumen de interacción del haz EDS, que puede abarcar parcialmente la matriz metálica adyacente. La ausencia de picos asociados a cobre, magnesio u oxígeno en esta región indica que la fase cerámica permanece químicamente estable, conserva su identidad química dentro del compuesto interpenetrado, sin evidencia de degradación o disolución extensiva y no presenta oxidación apreciable ni contaminación significativa tras el proceso de infiltración.

Es importante destacar que, en los análisis EDS realizados, no se detectaron fases adicionales ricas en carbono distintas al TiC original, ni señales evidentes de carburos secundarios. Esto sugiere que la reacción entre el aluminio líquido y el refuerzo cerámico es local y limitada, y que la formación de intermetálicos Al-Ti ocurre principalmente a expensas de una disolución superficial del titanio del TiC. Como consecuencia, es razonable inferir que el refuerzo cerámico experimenta, en ciertas regiones, un ligero enriquecimiento relativo en carbono, asociado a una modificación marginal de la estequiometría local del carburo, sin comprometer la continuidad ni la integridad de la red cerámica.

4.7.2 Distribución de fases y constitución química del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu

Los análisis químicos EDS se complementaron con mapeos de distribución elemental, con el fin de evaluar la continuidad de fases y la homogeneidad química del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu. La Figura 4.20a muestra nuevamente la microestructura de red interpenetrada del compuesto. Los mapas elementales identifican la localización de los principales constituyentes del sistema. Las señales correspondientes a titanio (Figura 4.20b) y carbono (Figura 4.20c) se concentran exclusivamente en la fase cerámica de TiC, confirmando su continuidad tridimensional a lo largo de la microestructura y corroborando que el refuerzo mantiene su identidad química tras el proceso de infiltración. Por su parte, el aluminio (Figura 4.20d) se localiza predominantemente en las regiones correspondientes a la matriz metálica, ocupando el volumen de poros previamente interconectados de la esponja cerámica.

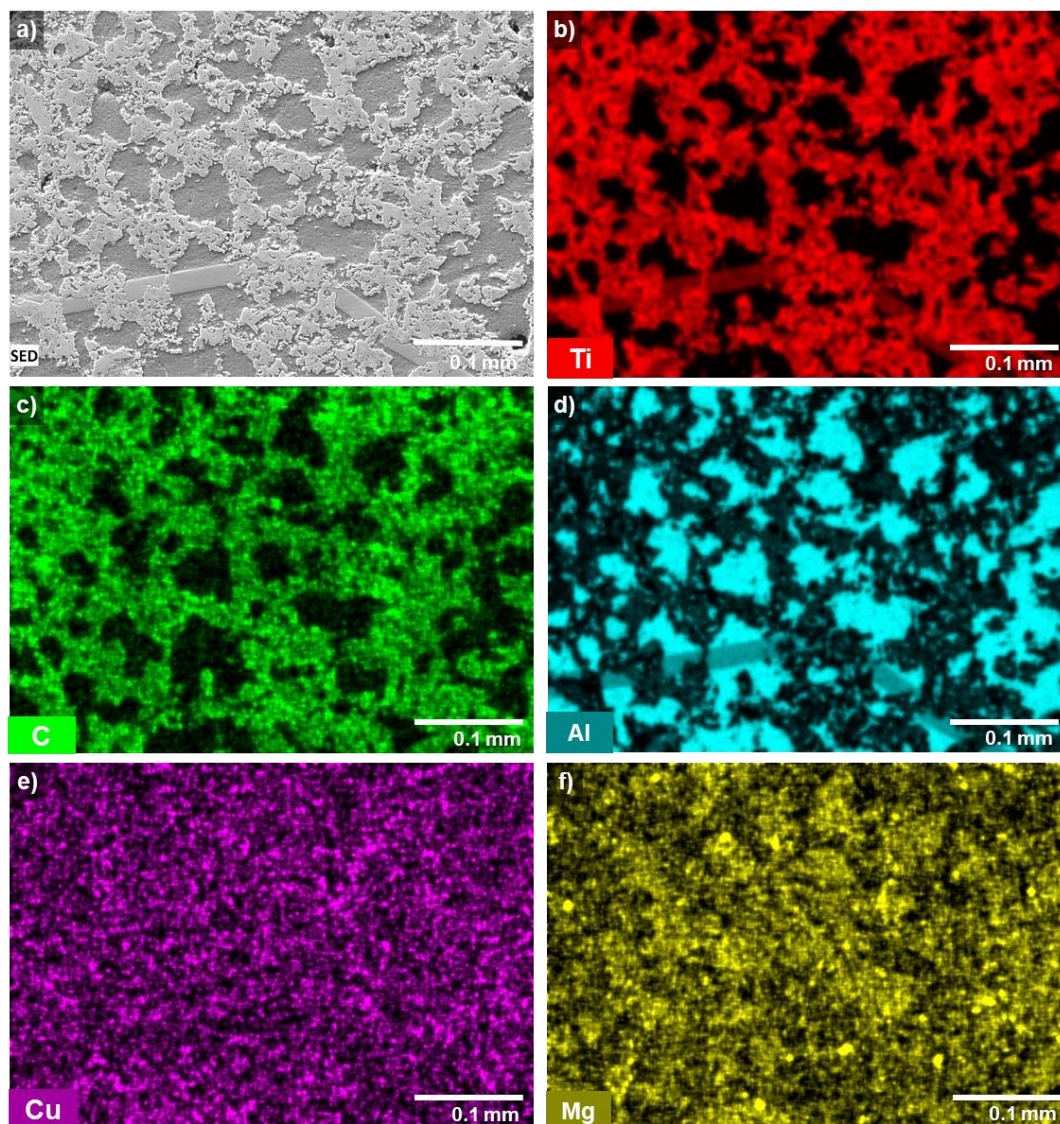


Figura 4.20 Mapeo de distribución elemental en el compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu.
a) Microestructura a 250x, b) Ti, c) C, d) Al, e) Cu y f) Mg.

Los mapas de cobre (Figura 4.20e) y magnesio (Figura 4.20f) muestran una distribución homogénea dentro de la fase metálica, lo que indica que estos elementos aleantes permanecen mayoritariamente en solución sólida en la matriz de Al-Cu, sin evidencia de segregación macroscópica o formación de fases secundarias ricas en Cu o Mg a la escala de análisis empleada. Este comportamiento es consistente con la composición de la aleación Al-2124 utilizada y con las condiciones de infiltración líquida sin presión. Cabe destacar que la presencia de magnesio homogéneamente dispersa resulta particularmente relevante, ya que diversos estudios reportan que

este elemento mejora la humectabilidad del aluminio líquido sobre preformas cerámicas, al reducir la tensión superficial del metal y limitar la formación de capas de óxido en la interfase durante la infiltración [110], acción que cumple en el presente sistema.

Adicionalmente, los mapeos elementales permiten identificar la distribución química en las regiones asociadas a las fases intermetálicas de morfología columnar observadas previamente en la matriz metálica. En estas zonas se aprecia una superposición clara de las señales de aluminio y titanio, lo que confirma la naturaleza Al–Ti de dichos precipitados y es consistente con la formación local de intermetálicos TiAl_3 durante el enfriamiento posterior a la infiltración, como se mostró por los microanálisis químicos puntuales EDS de la Figura 4.19b. La ausencia de señal significativa de carbono en estas regiones confirma que estas fases no corresponden a carburos secundarios, sino a compuestos intermetálicos precipitados a partir de la matriz metálica enriquecida localmente en titanio.

4.7.3 Zona interfacial matriz–refuerzo en el compuesto TiC/Al–Cu

La Figura 4.21 muestra una región representativa del compuesto interpenetrado TiC/Al–Cu observada a mayor magnificación, con el propósito de analizar en mayor detalle la zona interfacial matriz–refuerzo. En esta micrografía se identificaron cinco zonas de interés, cuyos resultados de microanálisis químico mediante EDS se resumen en la Tabla 4.8.

Las zonas (1) y (5) se toman como referencia de la constitución de la preforma cerámica. Presentan un contenido elevado de titanio (~91–93 % en peso) acompañado de carbono (~4.8–5.9 %), lo que confirma inequívocamente su correspondencia con el refuerzo cerámico de TiC. La detección de pequeñas cantidades de aluminio en estas regiones puede atribuirse al volumen de interacción del haz de electrones durante el análisis EDS, así como a la presencia de microporosidad en los ligamentos del TiC que puede estar parcialmente infiltrada por aluminio en la subsuperficie.

La zona (3) corresponde a la matriz metálica Al–Cu, con una composición dominada por aluminio (~90.45 %), acompañado por cobre y magnesio como principales elementos aleantes, en concordancia con la aleación Al–2124 empleada. La presencia de titanio en trazas (~0.97 %) se atribuye a arrastre mecánico de pequeños fragmentos de carburo de titanio desprendido durante la preparación metalográfica o a una disolución limitada de Ti en la matriz. El oxígeno detectado

(~5.9 %) puede asociarse a óxidos superficiales de aluminio o a contaminación residual también durante la preparación metalográfica, sin evidencia de reacción interfacial extensiva.

Las zonas (2) y (4) corresponden a regiones próximas a la interfase matriz–refuerzo y exhiben composiciones intermedias que reflejan distintos estados de interacción química. En particular, la zona (2) muestra una matriz rica en aluminio (~82.03 %) enriquecida localmente en titanio (~13.85 %), sin presencia detectable de carbono, lo que sugiere la disolución transitoria de Ti en la matriz metálica sin que se haya producido la precipitación de un intermetálico definido durante el enfriamiento.

Por su parte, la zona (4) presenta una composición más compleja, con contenidos significativos de aluminio (~53.42 %), titanio (~38.29 %) y carbono (~5.77 %), lo que indica una región de transición interfacial asociada a la disolución superficial parcial del TiC y a la difusión cruzada Al–Ti durante la infiltración. La ausencia de oxígeno en esta zona resulta particularmente relevante, ya que sugiere una interfase limpia, sin formación de capas oxidantes que pudieran comprometer la adhesión entre fases.

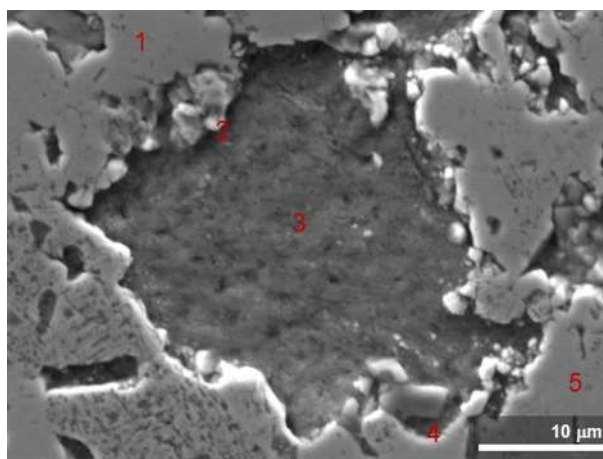


Figura 4.21 Micrografía a 2500x de la región correspondiente al análisis puntual en el compuesto interpenetrado TiC/Al–Cu.

Tabla 4.8 Composición química obtenida mediante análisis puntual EDS del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu.

Elemento	Zona (% en peso)				
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Ti	90.85	13.85	0.97	38.29	92.91
C	5.86	-	-	5.77	4.76
Al	3.28	82.03	90.45	53.42	2.31
Cu	-	1.76	1.98	1.81	-
Mg	-	-	0.68	0.69	-
O	-	2.33	5.90	-	-

En la Figura 4.22 se presenta el barrido lineal de intensidades (line scan) realizado a través de una región representativa del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu. El perfil elemental obtenido permite analizar la transición química entre fases y la naturaleza de la zona interfacial.

En las regiones asociadas a la matriz metálica, el perfil muestra una alta intensidad de la señal de aluminio, acompañada por señales de baja intensidad de cobre y magnesio, consistentes con la composición de la aleación Al-Cu empleada. En contraste, al ingresar en las zonas correspondientes al refuerzo cerámico de TiC, se observa un incremento marcado de la señal de titanio, junto con la presencia de carbono, confirmando la identidad química de la fase cerámica. Dentro de las del refuerzo cerámico se registra una señal residual de aluminio, aunque de menor intensidad que en la matriz, lo que se asocia a la arquitectura porosa inherente de la esponja cerámica, en la que existen microporos y canales interconectados que son infiltrados por la matriz metálica. Dado el volumen de interacción del haz de electrones durante el análisis EDS, la señal detectada integra contribuciones tanto de la fase cerámica como del metal presente en la subsuperficie.

El perfil de intensidades revela además que la transición entre las señales dominantes de Al y Ti no es abrupta, sino que ocurre a lo largo de una región finita, lo que indica la presencia de una zona interfacial extendida. En estas regiones de transición se observa una superposición parcial de las señales de aluminio y titanio, lo que es consistente con los resultados de los microanálisis

puntuales y mapeos elementales discutidos previamente, donde se identificaron zonas localmente enriquecidas en Ti dentro de la matriz y la formación localizada de TiAl_3 .

De la misma forma que los mapeos elementales, los análisis de barrido en línea confirman que la interfase matriz–refuerzo se caracteriza por una interacción química localizada y controlada, sin la presencia de capas de productos continuas ni extensas que separen ambas fases. Esta característica es típica de compósitos interpenetrados metal–cerámico obtenidos por infiltración líquida a alta temperatura, donde la elevada área interfacial y la rugosidad del refuerzo favorecen reacciones locales sin comprometer la continuidad estructural del sistema. En resumen, aparentemente hay una transición química gradual en la interface metal–cerámico, de buena adhesión entre constituyentes, con reacciones localizadas y controladas de fases intermetálicas, sin evidencia de degradación significativa del refuerzo cerámico, lo que favorece el desempeño mecánico y termofísico de los compósitos.

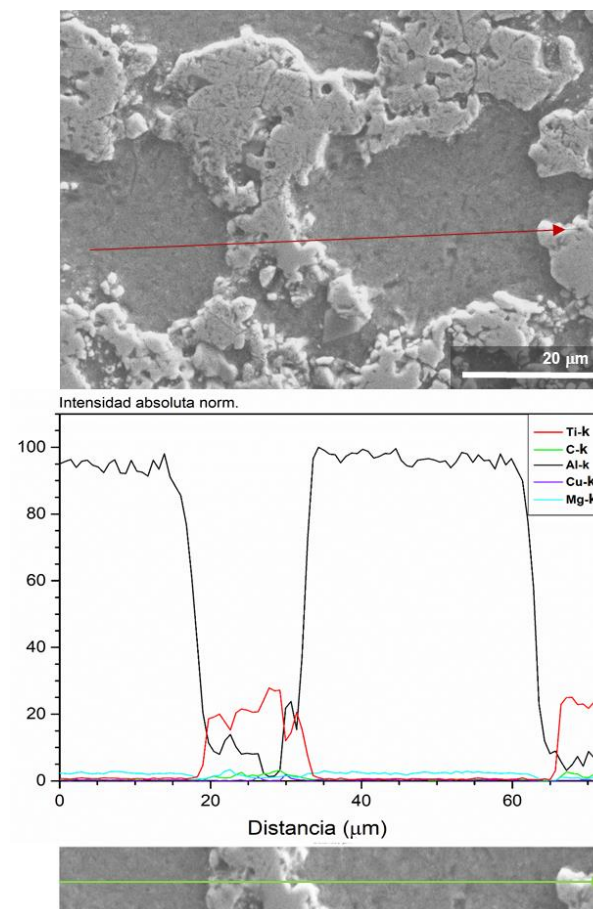


Figura 4.22 Barrido lineal (line scan) a través de la región interfacial en el compósito $\text{TiC}/\text{Al-Cu}$.

4.7.4 Análisis de fases por difracción de rayos X

La Figura 4.23 presenta los difractogramas de rayos X correspondientes a la esponja cerámica de TiC, la aleación Al-2124 sin refuerzo y el compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu. En el caso de la esponja de TiC, se observan exclusivamente los picos característicos de la fase TiC, con reflexiones intensas y bien definidas, lo que confirma la alta pureza del refuerzo cerámico tras la síntesis *in situ*. La ausencia de picos adicionales asociados a óxidos de titanio u otras fases secundarias indica que el procesamiento térmico empleado permitió la formación efectiva del carburo sin degradación apreciable de la fase cerámica.

El difractograma correspondiente a la aleación Al-2124 muestra únicamente los picos característicos de la fase de aluminio en solución sólida, evidenciados por las reflexiones más intensas del aluminio con estructura cúbica centrada en las caras. No se detectan fases de precipitados o compuestos intermetálicos, lo cual puede atribuirse a que los elementos aleantes (Cu y Mg) se encuentran mayoritariamente en solución sólida bajo las condiciones de procesamiento; y, por otro, a la limitación de la técnica de DRX para la detección de fases presentes en fracciones inferiores a aproximadamente 3–4 % en peso [111].

Por su parte, el difractograma del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu revela de manera clara la superposición de las fases constituyentes principales de la matriz metálica Al-2124 y el refuerzo cerámico de TiC, identificadas mediante las tarjetas 03-065-2869 y 03-065-8804, respectivamente. La coexistencia de ambas fases confirma que la infiltración líquida no comprometió la integridad cristalina del refuerzo cerámico ni alteró significativamente la estructura cristalina de la matriz metálica. Adicionalmente, se identifican picos de menor intensidad asociados a fases secundarias intermetálicas, en particular la fase TiAl_3 , indexada con la tarjeta 03-065-4202. La presencia de este compuesto es consistente con los resultados obtenidos mediante EDS y análisis interfacial, donde se evidenció la disolución parcial de titanio desde el refuerzo cerámico hacia la matriz de aluminio durante la infiltración, seguida de la precipitación del intermetálico durante el enfriamiento.

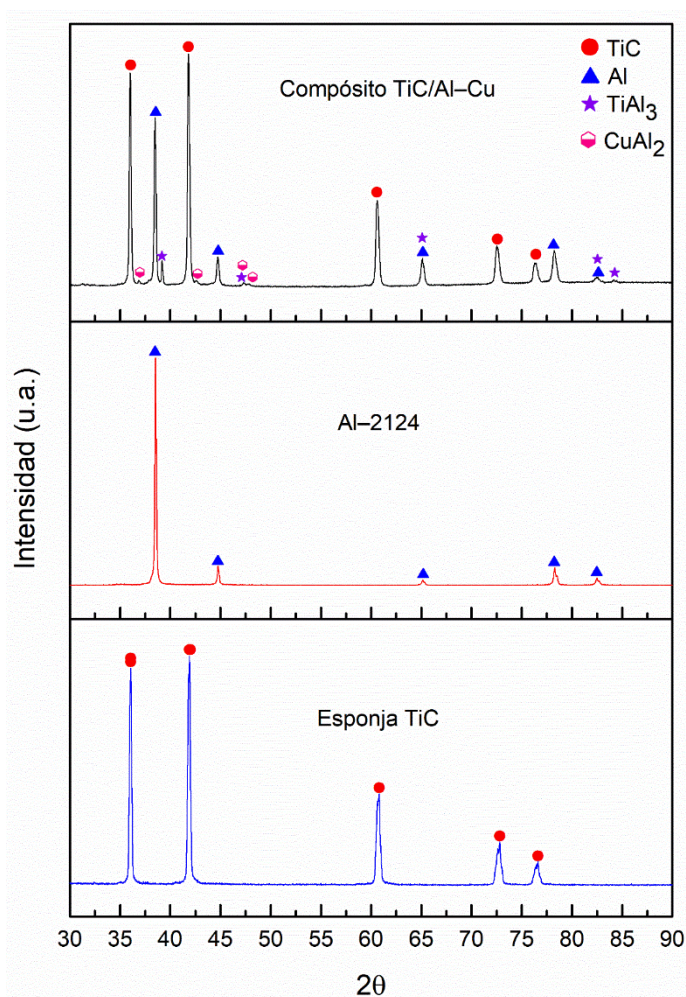


Figura 4.23 Difractogramas de rayos X de la aleación Al-2124 sin refuerzo y del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu.

Asimismo, se detectaron reflexiones atribuibles al compuesto CuAl_2 , identificado con la tarjeta 01-089-1980. Aunque esta fase no fue observada mediante microscopía electrónica, su detección por DRX sugiere la ocurrencia de reacciones dentro de la matriz metálica durante el ciclo térmico de infiltración, asociadas a la redistribución de cobre en el aluminio. La baja intensidad de estos picos indica que dichas fases se encuentran en cantidades reducidas, coherentes con la ausencia de segregación macroscópica observada en los análisis microestructurales.

Los resultados obtenidos a partir de la caracterización microestructural mediante SEM-EDS y del análisis de fases por difracción de rayos X respaldan la viabilidad de la ruta integral propuesta para la síntesis de las esponjas de TiC mediante deshidrogenación-pirólisis-sinterización, y su posterior infiltración líquida sin presión de la aleación Al-Cu, en la síntesis de

compósitos interpenetrados con adecuada integridad estructural y estabilidad química controlada, como materiales con potencial aplicación estructurales y de gestión térmica.

4.8 Propiedades termofísicas de la aleación Al-2124 y del compósito TiC/Al-Cu

La conductividad térmica es una propiedad termofísica gobernada por los mecanismos de transporte de energía asociados al movimiento de electrones libres y a la propagación de fonones, es decir, vibraciones de la red cristalina. En materiales compósitos, dicha propiedad no depende únicamente de las características intrínsecas de la matriz metálica y del refuerzo cerámico, sino también de parámetros microestructurales como la fracción volumétrica, la continuidad y distribución espacial de las fases, la calidad de la unión interfacial matriz-refuerzo y la porosidad residual generada durante el procesamiento [112, 113].

En los compósitos con microestructura interpenetrada, como el sistema TiC/Al-Cu estudiado, ambas fases se organizan en redes tridimensionales co-continuas, lo que da lugar a una interconexión íntima a escala microestructural. Esta configuración favorece una unión interfacial extensa y bien distribuida, pero introduce también una elevada densidad de interfaces que influyen de manera decisiva en el transporte térmico. La capacidad calorífica específica (C_p) y la difusividad térmica (α) de la aleación y del compósito se determinaron mediante la técnica de pulsos láser (laser flash), a partir de las cuales se calculó la conductividad térmica (λ).

4.8.1 Capacidad calorífica

La Figura 4.24 muestra la evolución de la capacidad calorífica en función de la temperatura para la aleación Al-2124 y el compósito interpenetrado TiC/Al-Cu en el intervalo de temperatura ambiente a 300 °C. En la aleación sin refuerzo, la C_p aumenta progresivamente de 1.053 a 1.176 J/g·K, comportamiento coherente con la activación gradual de los modos vibracionales del retículo cristalino a medida que se incrementa la temperatura [114].

El compósito TiC/Al-Cu exhibe valores de C_p sistemáticamente menores (0.734–0.919 J/g·K) en todo el intervalo analizado. Esta disminución refleja el efecto combinado de la incorporación de una elevada fracción volumétrica de TiC (~44 %), una fase cerámica cuya capacidad calorífica específica es significativamente menor que la de la matriz de aluminio. A este efecto se suma la presencia de intermetálicos $TiAl_3$ y, en menor medida, $CuAl_2$, formados durante

el enfriamiento posterior a la infiltración, cuya mayor rigidez cristalina reduce la contribución vibracional al almacenamiento de energía térmica.

En la arquitectura interpenetrada, ambas fases –la matriz Al–Cu y el refuerzo TiC– contribuyen de manera continua al almacenamiento de energía térmica. En consecuencia, la C_p efectiva del compuesto emerge como una combinación ponderada de las capacidades caloríficas individuales de cada fase. Aun así, la tendencia creciente de C_p con la temperatura en el compuesto indica que la matriz metálica continúa siendo un contribuyente relevante, aunque subordinado a la restricción del movimiento vibracional de la matriz metálica impuesta por la red cerámica interconectada y por la presencia de transiciones de composición en la zona interfacial Al–TiC, además de las fases intermetálicas detectadas.

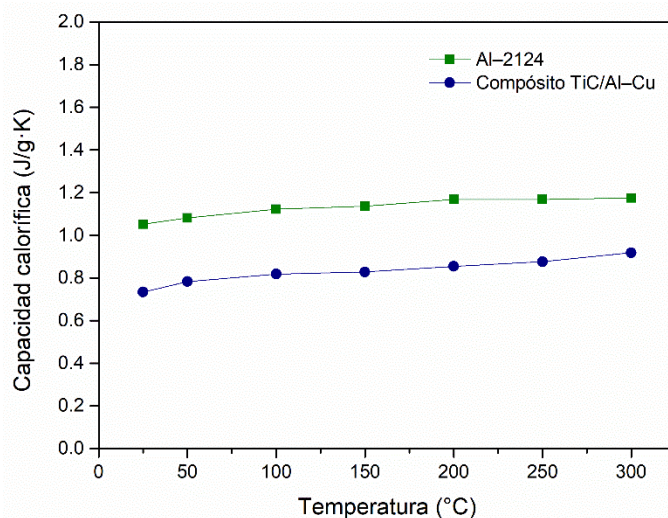


Figura 4.24 Capacidad calorífica (C_p) del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu y de la aleación Al-2124 sin refuerzo en función de la temperatura.

4.8.2 Difusividad térmica

La Figura 4.25 muestra la variación de la difusividad térmica (α) en el intervalo de 25 a 300 °C. Ambos materiales muestran un comportamiento aproximadamente constante, sin cambios abruptos, lo que indica la ausencia de transformaciones de fase o configuraciones microestructurales diferentes que afecten de manera significativa el transporte de calor en el rango de temperatura analizado.

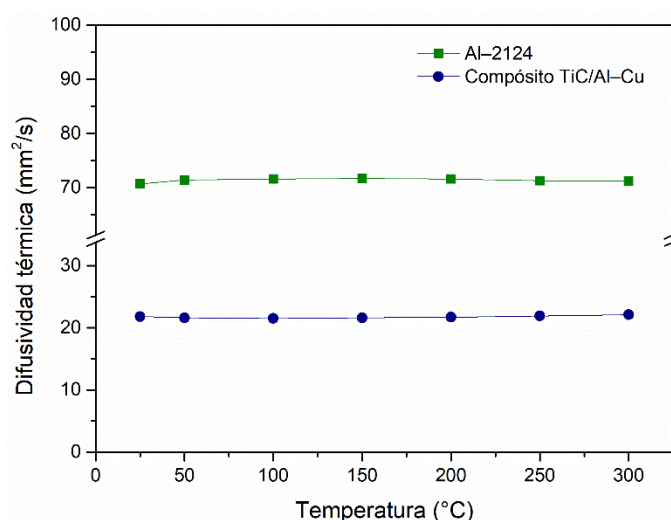


Figura 4.25 Difusividad térmica (α) del compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu y de la aleación Al-2124 sin refuerzo en función de la temperatura.

La aleación Al-2124 presenta valores elevados y estables de difusividad térmica (~ 70.7 – $71.7 \text{ mm}^2/\text{s}$) característicos de una microestructura metálica continua en solución sólida, donde la conducción térmica está dominada por electrones libres y no se ve significativamente perturbado por barreras microestructurales, coherente con un estado mayoritariamente en solución sólida y sin precipitación apreciable, pese al incremento de la dispersión fonón–electrón a temperaturas más altas.

En contraste, el compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu exhibe valores de difusividad térmica significativamente menores (~ 21.5 – $22.1 \text{ mm}^2/\text{s}$), aproximadamente un tercio de los de la aleación base. Esta reducción se asocia directamente a la presencia de una red tridimensional interconectada de TiC (44 % vol.), que introduce discontinuidades térmicas y dispersión de portadores de calor en las interfases metal–cerámica. La ligera tendencia creciente con la temperatura sugiere que, la matriz metálica continúa participando en el transporte térmico, aunque su contribución está fuertemente limitada por la arquitectura interpenetrada y por la porosidad cerrada residual ($\sim 6 \%$), que actúa como aislante local.

La estabilidad de la difusividad térmica del compuesto a lo largo del intervalo estudiado es un rasgo favorable desde el punto de vista funcional, ya que indica un comportamiento térmico predecible bajo condiciones de servicio variables. Este resultado es coherente con la

microestructura observada por SEM-EDS y con la distribución homogénea de la matriz metálica dentro de la red cerámica interconectada.

4.8.3 Conductividad térmica

La Figura 4.26 presenta la evolución de la conductividad térmica en función de la temperatura para la aleación Al-2124 y para el compósito interpenetrado TiC/Al-Cu. A diferencia de C_p y de la α , la conductividad térmica integra de manera directa los efectos combinados de la microestructura, la conectividad de fases y la química interfacial, dado que depende de la capacidad de los portadores de calor (principalmente electrones en la fase metálica Al-2124) para propagarse a través del material sin ser dispersados por interfaces, defectos o segundas fases.

La aleación Al-2124 muestra los valores más altos en todo el intervalo analizado, incrementándose aproximadamente de 207 a 233 W/m·K. Este comportamiento es típico de aleaciones de aluminio con microestructura continua. Además, el difractograma de la aleación sin refuerzo mostró únicamente las reflexiones de la fase de solución sólida de aluminio (Figura 4.23), lo cual apoya que, a la escala de DRX, no hay fracciones detectables de precipitados intermetálicos en la matriz sin refuerzo que pudieran degradar significativamente la conducción térmica en el rango analizado.

El compósito interpenetrado TiC/Al-Cu exhibe una reducción sustancial de la conductividad térmica, con valores entre ~52 y ~66 W/m·K. Estos valores son consistentes con la predicción del modelo de Maxwell (~52 W/m·K), lo que indica que la disminución de λ está gobernada principalmente por la arquitectura interpenetrada heredada de la esponja de TiC. La reducción drástica de la conductividad se explica por la arquitectura interpenetrada heredada de la esponja precursora de TiC, que introduce (i) una fracción volumétrica elevada de fase cerámica continua (~44 %), (ii) una densidad alta de interfaces metal-cerámico, y (iii) heterogeneidades interfaciales locales asociadas a los precipitados intermetálicos y la propia microtopografía del refuerzo.

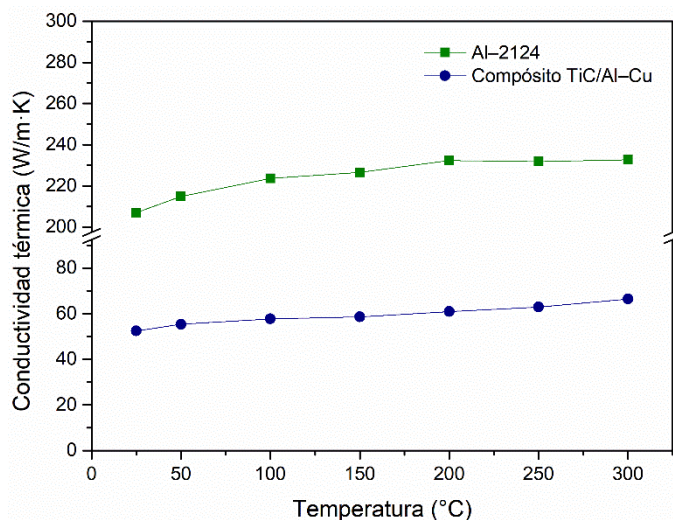


Figura 4.26 Conductividad térmica (λ) del compuesto interpenetrados TiC/Al-Cu y de la aleación Al-2124 sin refuerzo en función de la temperatura.

Aunque el TiC posee una conductividad térmica intrínseca elevada, su continuidad tridimensional fragmenta la matriz metálica y reduce la longitud libre media de los portadores de calor. Adicionalmente, la elevada área interfacial entre TiC y Al-Cu incrementa la resistencia térmica interfacial (resistencia de Kapitza [115]), promoviendo la dispersión de electrones y fonones. La presencia de poros residuales cerrados, aunque de morfología aproximadamente esférica, introduce discontinuidades térmicas adicionales que contribuyen a la reducción de λ .

La química interfacial discutida en las secciones SEM-EDS y DRX refuerza esta interpretación. Los mapeos EDS y microanálisis puntuales evidenciaron zonas de transición en la matriz, y el DRX del compuesto confirmó la presencia de intermetálicos TiAl_3 y CuAl_2 en baja fracción. Aunque estas fases aparecen de forma localizada, su presencia es relevante para λ , ya que los intermetálicos suelen introducir rutas de conducción menos eficientes que el aluminio y, sobre todo, añaden nuevas interfaces internas (Al/intermetálico y TiC/intermetálico) que incrementan la dispersión electrónica. En particular, la precipitación de TiAl_3 asociada a la disolución superficial del refuerzo y al enfriamiento posterior añade regiones más rígidas y frágiles, con diferente impedancia térmica (resistencia térmica interna del material más la resistencia de interfaz en las superficies), que contribuyen a la reducción de λ del compuesto.

En términos físicos, el compuesto combina una fase cerámica continua con menor capacidad de almacenamiento térmico y una matriz metálica cuya eficiencia de transporte térmico se ve

penalizada por la alta densidad de interfases. Esta sinergia explica que, aun existiendo la ruta metálica continua de Al-2124 para el transporte de calor, la conductividad térmica efectiva del compuesto TiC/Al-2124 sea considerablemente inferior a la de la aleación base, consistente con el aumento de la dispersión electrónica en un sistema con múltiples barreras interfaciales.

La literatura disponible sobre la evaluación de propiedades termofísicas en compósitos del sistema TiC/Al-Cu y sistemas afines es aún limitada, particularmente para configuraciones con refuerzo cerámico interconectado. No obstante, los valores obtenidos en este trabajo se sitúan dentro del rango reportado para materiales diseñados con fines de gestión térmica.

Por ejemplo, Shu y col. [78] reportaron que un compuesto $\text{TiC}_x\text{-TiB}_2/\text{Al}$ destinado a aplicaciones de control térmico presenta una conductividad térmica cercana a $100 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ a 30°C , observando una ligera reducción con la temperatura atribuida al aumento de la dispersión de portadores de calor en sistemas metal-cerámico con elevada densidad de interfaces. Estudios comparativos realizados en sistemas SiC/Al han demostrado que los compósitos interpenetrados exhiben propiedades termofísicas superiores en comparación con compósitos particulados, alcanzando valores de conductividad térmica del orden de $250.5 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ [116]. Este comportamiento se atribuye a la continuidad tridimensional de ambas fases, que favorece la transferencia de calor y reduce la resistencia térmica interfacial en comparación con arquitecturas discontinuas. En el caso del presente sistema TiC/Al-Cu, si bien la continuidad de fases está garantizada, la menor conductividad intrínseca del TiC en comparación con el SiC, así como la presencia de productos interfaciales Al-Ti y porosidad residual, explican que los valores de λ sean inferiores a los reportados para compósitos interpenetrados SiC/Al altamente optimizados.

En el contexto del grupo de trabajo del Laboratorio de Materiales Compuestos del IIMM, se han desarrollado previamente diversos compósitos reforzados con partículas de TiC; sin embargo, no se habían producido compósitos con refuerzo cerámico interconectado. Entre los estudios previos orientados a aplicaciones de control térmico, se reporta que un compuesto TiC/Ni-20Cr alcanzó una conductividad térmica de $30.3 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ [82], mientras que un compuesto TiC/Ni presentó un valor de $48.9 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ [81], ambos con fracciones volumétricas de refuerzo cercanas al 60 %. En comparación, el compuesto interpenetrado TiC/Al-Cu desarrollado en este trabajo exhibe conductividades térmicas superiores, aun con una fracción volumétrica elevada de TiC ($\sim 44\%$), lo

que pone de manifiesto el efecto favorable de la arquitectura interpenetrada y de la matriz de aluminio, cuyo transporte térmico es intrínsecamente más eficiente que el de matrices base níquel.

Estos resultados confirman que los compósitos interpenetrados TiC/Al–2024 obtenidos por la ruta integral propuesta basada en esponjas de TiC como preformas para infiltración líquida, permite no solo controlar la microestructura y la integridad interfacial del compósito, sino también modular de manera efectiva sus propiedades termofísicas. Esta combinación de estabilidad térmica, continuidad de fases y desempeño estructural posiciona a los compósitos interpenetrados TiC/Al–Cu como materiales con potencial para aplicaciones en gestión térmica y posiblemente componentes estructurales sometidos a gradientes térmicos y cargas mecánicas simultáneas.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

- La ruta integrada de deshidrogenación–pirólisis–sinterización a partir de mezclas TiH_2 –resina fenólica (70:30 en peso) permitió obtener esponjas cerámicas de TiC con porosidad abierta e interconectada de 56–57.5 % en volumen, confirmando que la densidad en verde y la encapsulación térmica inicial gobiernan la arquitectura porosa final y validan la hipótesis de diseño del proceso.
- La homogeneidad del precursor, asociada a tamaños de partículas comparables y una amplia distribución granulométrica, favoreció una mezcla uniforme y un empaquetamiento polidisperso eficiente, promoviendo contactos interparticulares estables que permitieron evitar el colapso estructural durante la formación *in situ* del esqueleto cerámico de TiC.
- La presión de compactación (0.5–1.0 ton) moduló la evolución de la porosidad a lo largo del procesamiento, con una reducción inicial en la porosidad en verde que se revirtió durante la encapsulación y sinterización debido a la liberación de gases y contracciones volumétricas; de este modo, la compactación actúa como parámetro inicial de diseño que define la cadena de herencia de porosidad de en verde, a encapsulado y finalmente al sinterizado ($P_g \rightarrow P_c \rightarrow P_s$).
- Las esponjas sinterizadas presentaron una arquitectura de celda abierta fina, con tamaños de poro promedio en el rango $\sim 36\text{--}41\ \mu\text{m}$ y una clase dominante $20\text{--}60\ \mu\text{m}$; el incremento de la carga a 1.0 ton desplazó la distribución hacia tamaños de poro ligeramente menores, evidenciando la posibilidad de ajustar la microarquitectura mediante la compactación sin comprometer la interconectividad.
- Los patrones de difracción de rayos X mostraron a TiC como única fase cristalina detectable (fcc), sin evidencias de TiH_2 residual, Ti metálico ni fases secundarias, validando la relación másica seleccionada para una carburación completa. La ausencia experimental de óxidos confirma la eficacia de la atmósfera dinámica de argón, mientras que el análisis por Williamson–Hall reveló cristalitas submicrométricas ($199\text{--}250\ \text{nm}$) con baja microdeformación (0.28–0.29 %), posicionando esta ruta como una alternativa no convencional con potencial de escalabilidad industrial.

- La infiltración líquida sin presión de la aleación Al–2124 en esponjas de TiC (precompactadas a 0.5 ton) permitió obtener un compuesto interpenetrado con microestructura continua y tridimensional, donde la red cerámica actúa como refuerzo continuo (~44 % en volumen) y la matriz metálica ocupa mayoritariamente los poros interconectados, dando lugar a una densidad aparente cercana a la teórica (3.54 frente a 3.77 g/cm³) y una porosidad residual limitada (~6 %).
- La microestructura del compuesto hereda directamente la morfología de la esponja precursora, incluyendo ligamentos rugosos, cuellos irregulares y microporosidad interna, lo que favorece la infiltración capilar homogénea, incrementa el área interfacial matriz–refuerzo y promueve una adhesión mecánica e interfacial eficiente, sin evidencia de colapso estructural ni desconexión de fases.
- Las propiedades termofísicas del compuesto TiC/Al–Cu están dominadas por su arquitectura interpenetrada y contenido de TiC. La capacidad calorífica y la difusividad térmica son inferiores a las de la aleación base, mientras que la conductividad térmica (~52 W/m·K a temperatura ambiente y ~66 W/m·K a 300 °C) refleja la influencia conjunta de la resistencia térmica interfacial, la presencia localizada de intermetálicos y la porosidad residual, manteniendo un desempeño termofísico competitivo para aplicaciones de gestión térmica estructural.
- De particular relevancia, se valida la ruta integral propuesta para la síntesis *in situ* de esponjas porosas de TiC mediante el proceso secuencial de deshidrogenación–pirólisis–sinterización, logrando un control efectivo de la porosidad final. Esta metodología permite obtener preformas cerámicas de composición homogénea y arquitectura porosa controlada, idóneas para su empleo en la fabricación y funcionalización de materiales avanzados, incluyendo compósitos interpenetrados de matriz metálica.

TRABAJO A FUTURO

- Se propone optimizar y controlar los parámetros del proceso de pirólisis-deshidrogenación-sinterización para la formación in situ de esponjas, como la temperatura, el tiempo de tratamiento térmico y la velocidad de calentamiento, con el fin de mejorar la resistencia mecánica y la rigidez de su microestructura.
- Estudiar el comportamiento de esponjas obtenidas a partir de diferentes composiciones de polvos precursores, evaluando la influencia de la proporción de componentes en la morfología, la distribución de poros y la conectividad de la estructura porosa. Esto permitiría establecer una correlación entre las condiciones de procesamiento, la microestructura resultante y las propiedades finales del material y así ampliar su aplicación a otros campos tecnológicos como procesos de filtración y biomateriales, no solo como preformas para infiltración en la obtención de compósitos.
- De igual manera, se sugiere evaluar el efecto de diferentes matrices metálicas sobre las propiedades mecánicas, térmicas y de resistencia al desgaste del compuesto interpenetrante TiC/Al-Cu con el objetivo de analizar su viabilidad en aplicaciones tanto funcionales como estructurales.

REFERENCIAS

1. Sohag M a Z, Gupta P, Kondal N, Kumar D, Singh N, Jamwal A. *Effect of ceramic reinforcement on the microstructural, mechanical and tribological behavior of Al-Cu alloy metal matrix composite*. **Materials Today: Proceedings**. 21, 1407-1411, 2020.
2. Zhang J, Zhang D, Zhu H, Xie Z. *In-situ TiC reinforced Al-4Cu matrix composite: processing, microstructure and mechanical properties*. **Materials Science and Engineering: A**. 794, 139946, 2020.
3. Zheng Y, Zhou Y, Feng Y, Teng X, Yan S, Li R, Yu W, Huang Z, Li S, Li Z. *Synthesis and mechanical properties of TiC-Fe interpenetrating phase composites fabricated by infiltration process*. **Ceramics International**. 44 (17), 21742-21749, 2018.
4. Guevara J V. *Fabricación y caracterización de espumas metálicas de titanio-tantalio por metalurgia de polvos y espumado de polímeros*. Tesis de Doctorado. Instituto de Investigaciones en Metalurgia y Materiales, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. México 2025.
5. Clyne T W, Hull D. *An introduction to composite materials*. Cambridge university press. 2019.
6. Hsissou R, Seghiri R, Benzekri Z, Hilali M, Rafik M, Elharfi A. *Polymer composite materials: A comprehensive review*. **Composite structures**. 262, 113640, 2021.
7. Rajak D K, Pagar D D, Kumar R, Pruncu C I. *Recent progress of reinforcement materials: a comprehensive overview of composite materials*. **Journal of Materials Research and Technology**. 8 (6), 6354-6374, 2019.
8. Vasiliev V V, Morozov E V. *Advanced mechanics of composite materials and structures*. Elsevier. 2018.
9. Gay D. *Composite materials: design and applications*. CRC press. 2022.
10. Chawla K K. *Composite materials: science and engineering*. Springer Science & Business Media. 2012.
11. Kareem A, Qudeiri J A, Abdudeen A, Ahammed T, Ziout A. *A review on AA 6061 metal matrix composites produced by stir casting*. **Materials**. 14 (1), 175, 2021.

12. Garg P, Jamwal A, Kumar D, Sadasivuni K K, Hussain C M, Gupta P. *Advance research progresses in aluminium matrix composites: manufacturing & applications*. **Journal of materials research and technology**. 8 (5), 4924-4939, 2019.
13. Kota N, Charan M S, Laha T, Roy S. *Review on development of metal/ceramic interpenetrating phase composites and critical analysis of their properties*. **Ceramics International**. 48 (2), 1451-1483, 2022.
14. Zhou C, Zhou Y, Zhang Q, Meng Q, Zhang L, Kobayashi E, Wu G. *Near-zero thermal expansion of ZrW₂O₈/Al–Si composites with three dimensional interpenetrating network structure*. **Composites Part B: Engineering**. 211, 108678, 2021.
15. Li S, Li Y, Wang Q, Miao K, Liang X, Lu Z, Li D. *Fabrication of 3D-SiC/aluminum alloy interpenetrating composites by DIW and pressureless infiltration*. **Ceramics International**. 47 (17), 24340-24347, 2021.
16. Bauer J, Sala-Casanovas M, Amiri M, Valdevit L. *Nanoarchitected metal/ceramic interpenetrating phase composites*. **Science Advances**. 8 (33), eabo3080, 2022.
17. Yang D, Zhou Y, Yan X, Wang H, Zhou X. *Highly conductive wear resistant Cu/Ti₃SiC₂ (TiC/SiC) co-continuous composites via vacuum infiltration process*. **Journal of advanced ceramics**. 9, 83-93, 2020.
18. Lu Y, Gasper P, Pal U B, Gopalan S, Basu S N. *Improving intermediate temperature performance of Ni-YSZ cermet anodes for solid oxide fuel cells by liquid infiltration of nickel nanoparticles*. **Journal of Power Sources**. 396, 257-264, 2018.
19. Aynalem G F. *Processing methods and mechanical properties of aluminium matrix composites*. **Advances in Materials Science and Engineering**. 2020 (1), 3765791, 2020.
20. Kumar A, Vichare O, Debnath K, Paswan M. *Fabrication methods of metal matrix composites (MMCs)*. **Materials Today: Proceedings**. 46, 6840-6846, 2021.
21. Etemadi R, Wang B, Pillai K, Niroumand B, Omrani E, Rohatgi P. *Pressure infiltration processes to synthesize metal matrix composites–A review of metal matrix composites, the technology and process simulation*. **Materials and Manufacturing Processes**. 33 (12), 1261-1290, 2018.
22. Salama A. *A generalized analytical model for estimating the rate of imbibition/drainage of wetting/nonwetting fluids in capillaries*. **Chemical Engineering Science**. 243, 116788, 2021.

23. Contreras Cuevas A, Bedolla Becerril E, Martínez M S, Lemus Ruiz J. *Fabrication processes for metal matrix composites*. **Metal Matrix Composites: Wetting and Infiltration**. 83-114, 2018.
24. Contreras Cuevas A, Bedolla Becerril E, Martínez M S, Lemus Ruiz J. *Wettability*. **Metal Matrix Composites: Wetting and Infiltration**. 7-81, 2018.
25. Sree Manu K, Ajay Raag L, Rajan T, Gupta M, Pai B. *Liquid metal infiltration processing of metallic composites: a critical review*. **Metallurgical and Materials Transactions B**. 47, 2799-2819, 2016.
26. Setter R, Riedel F, Peukert W, Schmidt J, Wudy K. *Infiltration behavior of liquid thermosets in thermoplastic powders for additive manufacturing of polymer composite parts in a combined powder bed fusion process*. **Polymer Composites**. 42 (10), 5265-5279, 2021.
27. Roy S, Frohnheiser J, Wanner A. *Effect of ceramic preform freeze-casting temperature and melt infiltration technique on the mechanical properties of a lamellar metal/ceramic composite*. **Journal of Composite Materials**. 54 (15), 2001-2011, 2020.
28. Nishihora R K, Rachadel P L, Quadri M G N, Hotza D. *Manufacturing porous ceramic materials by tape casting—A review*. **Journal of the European Ceramic Society**. 38 (4), 988-1001, 2018.
29. Babaie E, Bhaduri S B. *Fabrication aspects of porous biomaterials in orthopedic applications: A review*. **ACS Biomaterials Science & Engineering**. 4 (1), 1-39, 2018.
30. Al-Naib U M B. *Introductory chapter: a brief introduction to porous ceramic*. 2018.
31. Chen Y, Guo W, Luo Y, Ma Z, Zhang L, Yue Z. *Microwave and terahertz properties of porous Ba₄ (Sm, Nd, Bi) 28/3Ti18O₅₄ ceramics obtained by sacrificial template method*. **Journal of the American Ceramic Society**. 104 (11), 5679-5688, 2021.
32. Liang X, Li Y, Yang J, Wang Q, Sang S, He Z. *Influence of template strut morphology on the mechanical performance of SiC reticulated porous ceramics*. **Ceramics International**. 46 (10), 16820-16826, 2020.
33. Stochero N, De Moraes E, Moreira A, Fernandes C, Innocentini M, De Oliveira A N. *Ceramic shell foams produced by direct foaming and gelcasting of proteins: Permeability and microstructural characterization by X-ray microtomography*. **Journal of the European Ceramic Society**. 40 (12), 4224-4231, 2020.

34. Li H, Li C, Wu L, Wang H, Li J, Fu M, Wang C-A. *Near net size sintering of porous cordierite ceramics with excellent properties*. **Journal of Alloys and Compounds**. 826, 154121, 2020.
35. Kumar N, Bharti A, Dixit M, Nigam A. *Effect of powder metallurgy process and its parameters on the mechanical and electrical properties of copper-based materials: Literature review*. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**. 59, 401-410, 2020.
36. Edosa O O, Tekweme F K, Gupta K. *A review on the influence of process parameters on powder metallurgy parts*. **Engineering & Applied Science Research**. 49 (3), 2022.
37. Chen Y, Wang N, Ola O, Xia Y, Zhu Y. *Porous ceramics: Light in weight but heavy in energy and environment technologies*. **Materials Science and Engineering: R: Reports**. 143, 100589, 2021.
38. Parveez B, Jamal N A, Anuar H, Ahmad Y, Aabid A, Baig M. *Microstructure and mechanical properties of metal foams fabricated via melt foaming and powder metallurgy technique: A review*. **Materials**. 15 (15), 5302, 2022.
39. Yang F, Yao Y, Yang Z, Zhao S, Chen G, Li K. *Fabrication of in-situ self-reinforced Si₃N₄ ceramic foams for high-temperature thermal insulation by protein foaming method*. **Ceramics International**. 47 (13), 18351-18357, 2021.
40. Papantoniou I, Pantelis D, Manolakos D. *Powder metallurgy route aluminium foams: A study of the effect of powder morphology, compaction pressure and foaming temperature on the porous structure*. **Procedia Structural Integrity**. 10, 243-248, 2018.
41. Ma Y, Bao C, Han L, Chen J. *Study on microstructures and properties of porous TiC ceramics fabricated by powder metallurgy*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 26, 636-643, 2017.
42. Ma Y, Bao C, Chen J, Song S, Han L. *Study on microstructures and mechanical properties of foam titanium carbide ceramics fabricated by reaction sintering process*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 27, 3315-3322, 2018.
43. Ma Y, Bao C, Song S, Lei J. *Effects of TiC addition on microstructures, mechanical properties and fracture behaviors of porous titanium carbide ceramics*. **Ceramics International**. 44 (16), 19919-19925, 2018.

44. Cao X, Wang C, Li Y, Zhang Z, Feng L. *Microstructure, Mechanical Property and Thermal Conductivity of Porous TiCO Ceramic Fabricated by In Situ Carbothermal Reduction of Phenolic Resin and Titania*. **Nanomaterials**. 14 (6), 515, 2024.
45. Park K B, Choi J, Na T-W, Kang J-W, Park K, Park H-K. *Oxygen reduction behavior of HDH TiH₂ powder during dehydrogenation reaction*. **Metals**. 9 (11), 1154, 2019.
46. Mei L, Wang C, Wei Y, Xiao S, Chen Y. *Effects of hydrogen content on powder metallurgy characteristic of titanium hydrides*. **international journal of hydrogen energy**. 43 (14), 7102-7107, 2018.
47. Sa'aidi A F, Farrahnour A, Zuhailawati H. *Influence of processing parameters on dehydrogenation of TiH₂ in the preparation of Ti–Nb: A review*. **Heliyon**. 8 (11), 2022.
48. Zeng T, Liu Y, Wang L, Gao Y, Wang R. *Fabrication of Al/SiC composite foams with TiH₂ foaming agent by laser melting deposition*. **Materials Research Express**. 9 (4), 046514, 2022.
49. Chen T, Yang C, Liu Z, Ma H, Kang L, Wang Z, Zhang W, Li D, Li N, Li Y. *Revealing dehydrogenation effect and resultant densification mechanism during pressureless sintering of TiH₂ powder*. **Journal of Alloys and Compounds**. 873, 159792, 2021.
50. Renda C G, Bertholdo R. *Study of phenolic resin and their tendency for carbon graphitization*. **Journal of Polymer Research**. 25 (11), 241, 2018.
51. Torres-Herrador F, Eschenbacher A, Coheur J, Blondeau J, Magin T E, Van Geem K M. *Decomposition of carbon/phenolic composites for aerospace heatshields: Detailed speciation of phenolic resin pyrolysis products*. **Aerospace Science and Technology**. 119, 107079, 2021.
52. Xing X, Niu X, Liu Y, Yang C, Wang S, Li Y, Jing X. *In-depth understanding on the early stage of phenolic resin thermal pyrolysis through ReaxFF-molecular dynamics simulation*. **Polymer Degradation and Stability**. 186, 109534, 2021.
53. Luz A, Salomão R, Bitencourt C, Renda C, Lucas A, Aneziris C, Pandolfelli V. *Thermosetting resins for carbon-containing refractories: theoretical basis and novel insights*. **Open Ceramics**. 3, 100025, 2020.
54. Tian W-S, Zhao Q-L, Zhang Q-Q, Qiu F, Jiang Q-C. *Simultaneously increasing the high-temperature tensile strength and ductility of nano-sized TiCp reinforced Al-Cu matrix composites*. **Materials Science and Engineering: A**. 717, 105-112, 2018.

55. Dong L, Ahangarkani M, Chen W, Zhang Y. *Recent progress in development of tungsten-copper composites: Fabrication, modification and applications*. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**. 75, 30-42, 2018.
56. Reddy T B, Karthik P, Krishna M G. *Mechanical behavior of Al–Cu binary alloy system/Cu particulates reinforced metal-metal composites*. **Results in Engineering**. 4, 100046, 2019.
57. Li J, Zhao G, Wu S, Huang Z, Lü S, Chen Q, Li F. *Preparation of hybrid particulates SiCnp and Mg₂Si reinforced Al-Cu matrix composites*. **Materials Science and Engineering: A**. 751, 107-114, 2019.
58. Matvienko Y I, Polishchuk S, Rud A, Popov O Y, Demchenkov S, Fesenko O. *Effect of graphite additives on microstructure and mechanical properties of Al–Cu composites prepared by mechanical alloying and sintering*. **Materials Chemistry and Physics**. 254, 123437, 2020.
59. Onat A, Akbulut H, Yilmaz F. *Production and characterisation of silicon carbide particulate reinforced aluminium–copper alloy matrix composites by direct squeeze casting method*. **Journal of Alloys and Compounds**. 436 (1-2), 375-382, 2007.
60. Kim S-C, Kim M-T, Lee S, Chung H, Ahn J-H. *Effects of copper addition on the sintering behavior and mechanical properties of powder processed Al/SiC p composites*. **Journal of Materials Science**. 40 (2), 441-447, 2005.
61. Mao H, Shen F, Zhang Y, Wang J, Cui K, Wang H, Lv T, Fu T, Tan T. *Microstructure and mechanical properties of carbide reinforced TiC-based ultra-high temperature ceramics: A Review*. **Coatings**. 11 (12), 1444, 2021.
62. Garapati P K, Dumpala L, Rao Y S R. *Effect of TiC and BN nanoparticles on mechanical and microstructural characteristics of Al7085 hybrid nanocomposites*. **Compos. Theory Pract**. 24 (1), 57-64, 2024.
63. Wei W-H, Shao Z-N, Shen J, Duan X-M. *Microstructure and mechanical properties of in situ formed TiC-reinforced Ti–6Al–4V matrix composites*. **Materials Science and Technology**. 34 (2), 191-198, 2018.
64. Jamwal A, Vates U K, Gupta P, Aggarwal A, Sharma B P. *Fabrication and characterization of Al₂O₃–TiC-reinforced aluminum matrix composites*. **Advances in Industrial and Production Engineering: Select Proceedings of FLAME 2018**. 349-356. 2019.

65. León-Patiño C, Braulio-Sánchez M, Aguilar-Reyes E, Bedolla-Becerril E, Bedolla-Jacuinde A. *Dry sliding wear behavior of infiltrated particulate reinforced Ni/TiC composites*. **Wear**. 426, 989-995, 2019.
66. Veeresh Kumar G, Pramod R, Hari Kiran Reddy R, Ramu P, Kunaal Kumar B, Madhukar P, Chavali M, Mohammad F, Khiste S K. *Investigation of the tribological characteristics of aluminum 6061-reinforced titanium carbide metal matrix composites*. **Nanomaterials**. 11 (11), 3039, 2021.
67. Nyanor P, El-Kady O, Yehia H M, Hamada A S, Hassan M A. *Effect of bimodal-sized hybrid TiC–CNT reinforcement on the mechanical properties and coefficient of thermal expansion of aluminium matrix composites*. **Metals and Materials International**. 27, 753-766, 2021.
68. Leon-Patino C A, Miranda-López A, Aguilar-Reyes E A, Rodríguez-Ortiz G, De Juventino Rosas C. *WEAR BEHAVIOR OF HYBRID Cu/TiC-Gr INFILTRATED COMPOSITES*. 2019.
69. Vijayan K, Ramalingam S, Sadik M R A, Prasanth A, Nampoothiri J, Escobedo-Diaz J P, Shankar K. *Fabrication of Co-Continuous ceramic composite (C4) through gas pressure infiltration technique*. **Materials Today: Proceedings**. 46, 1013-1016, 2021.
70. Olszówka-Myalska A, Godzierz M, Myalski J. *Impact of carbon foam cell sizes on the microstructure and properties of pressure infiltrated magnesium matrix composites*. **Materials**. 13 (24), 5619, 2020.
71. Roy S, Schell K G, Bucharsky E C, Weidenmann K A, Wanner A, Hoffmann M J. *Processing and characterization of elastic and thermal expansion behaviour of interpenetrating Al₁₂Si/alumina composites*. **Materials Science and Engineering: A**. 743, 339-348, 2019.
72. Zhao D, Xiao Z, Gao X, Chen J, Dai Z, Xiao S. *Influence of Tic Particle Size on Microstructural Evolution and Fracture Mechanism of Tic/Al-Cu Composites*. **Al-Cu Composites**. 2024.
73. Mohapatra J, Nayak S, Mahapatra M M. *Mechanical and tribology properties of Al-4.5% Cu-5% TiC metal matrix composites for light-weight structures*. **International Journal of Lightweight Materials and Manufacture**. 3 (2), 120-126, 2020.

74. Porter Q, Li X, Ma C. *Pressing and infiltration of metal matrix nanocomposites*. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**. 5 (2), 54, 2021.
75. Albiter A, Leon C, Drew R, Bedolla E. *Microstructure and heat-treatment response of Al-2024/TiC composites*. **Materials Science and Engineering: A**. 289 (1-2), 109-115, 2000.
76. Bedolla-Becerril E, Garcia-Guerra J, Lopez-Morelos V H, Garcia-Renteria M A, Falcon-Franco L A, Martinez-Landeros V H, García-Villarreal S, Flores-Villaseñor S E. *Tribological behaviour of Al-2024/TiC metal matrix composites*. **Coatings**. 13 (1), 77, 2022.
77. Baig M M A, Hassan S F, Saheb N, Patel F. *Metal matrix composite in heat sink application: reinforcement, processing, and properties*. **Materials**. 14 (21), 6257, 2021.
78. Shu S, Yang H, Tong C, Qiu F. *Fabrication of TiCx-TiB2/Al composites for application as a heat sink*. **Materials**. 9 (8), 642, 2016.
79. Tayebi M, Tayebi M, Rajaei M, Ghafarnia V, Rizi A M. *Improvement of thermal properties of Al/Cu/SiC composites by tailoring the reinforcement microstructure and comparison to thermoelastic models*. **Journal of Alloys and Compounds**. 853, 156794, 2021.
80. Guo S, Zhang X, Shi C, Liu E, He C, He F, Zhao N. *In situ synthesis of high content graphene nanoplatelets reinforced Cu matrix composites with enhanced thermal conductivity and tensile strength*. **Powder technology**. 362, 126-134, 2020.
81. León-Patiño C, Braulio-Sánchez M, Aguilar-Reyes E, Bedolla-Becerril E. *Microstructure, mechanical and thermal properties of Ni matrix composites reinforced with high-volume TiC*. **Journal of Alloys and Compounds**. 792, 1102-1111, 2019.
82. León-Patiño C A, González-Esquivel R J, Aguilar-Reyes E A. *Thermophysical properties of Ni-20Cr metal matrix reinforced with TiC ceramic particles*. **MRS Advances**. 6 (34), 807-810, 2021.
83. León-Patiño C A, Ramirez-Vinasco D, Aguilar-Reyes E A, Nanko M. *Synthesis and properties of pulsed electric current sintered AlN/Cu composites*. **MRS Advances**. 3 (62), 3611-3619, 2018.
84. Cho S, Lee J, Shin S, Lee D, Kim M, Kwon H, Choi M, Lee Y-S, Jo I, Hong H-U. *Enhancing high-temperature properties of stainless steel composite with titanium carbide reinforcement: a study on coefficient of thermal expansion, thermal conductivity, and strength*. **Journal of Materials Research and Technology**. 25, 7241-7253, 2023.

85. German R M. *A - Z of Powder Metallurgy*. 2006.
86. Ramos J, Stora T, Senos A, Bowen P. *Thermal stability of nanometric TiC-carbon composites: effects of carbon allotropes and Zr milling impurities*. **Journal of the European Ceramic Society**. 38 (15), 4882-4891, 2018.
87. Williamson G, Hall W. *X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram*. **Acta metallurgica**. 1 (1), 22-31, 1953.
88. Devesa S, Rooney A, Graça M, Cooper D, Costa L. *Williamson-hall analysis in estimation of crystallite size and lattice strain in Bi₁.₃₄Fe_{0.66}Nb_{1.34}O_{6.35} prepared by the sol-gel method*. **Materials Science and Engineering: B**. 263, 114830, 2021.
89. Leon C, Lopez V, Bedolla E, Drew R. *Wettability of TiC by commercial aluminum alloys*. **Journal of materials science**. 37 (16), 3509-3514, 2002.
90. Ulusoy U. *A review of particle shape effects on material properties for various engineering applications: from macro to nanoscale*. **Minerals**. 13 (1), 91, 2023.
91. Ali A, Zhang N, Santos R M. *Mineral characterization using scanning electron microscopy (SEM): a review of the fundamentals, advancements, and research directions*. **Applied Sciences**. 13 (23), 12600, 2023.
92. Dong S, Wang B, Song Y, Ma G, Xu H, Savvakina D, Ivasishin O. *Comparative Study on Cold Compaction Behavior of TiH₂ Powder and HDH-Ti Powder*. **Advances in Materials Science and Engineering**. 2021 (1), 9999541, 2021.
93. Bale C W, Bélisle E, Chartrand P, Deckerov S, Eriksson G, Hack K, Jung I-H, Kang Y-B, Melançon J, Pelton A. *FactSage thermochemical software and databases—recent developments*. **Calphad**. 33 (2), 295-311, 2009.
94. Chen G, Liss K D, Auchterlonie G, Tang H, Cao P. *Dehydrogenation and Sintering of TiH₂: An In Situ Study*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 48, 2949-2959, 2017.
95. Hu K, Zou L, Shi Q, Hu K, Liu X, Duan B. *Effect of titanium hydride powder addition on microstructure and properties of titanium powder injection molding*. **Powder Technology**. 367, 225-232, 2020.
96. Mercadelli E, Sanson A, Galassi C. *Porous piezoelectric ceramics*. **Piezoelectric ceramics**. 111-128, 2010.

97. Guiles C H, Benitez Y, Morales G N, Engerer J D, Hernandez-Sanchez B A, Minton T K. *Pyrolysis of Phenolic Resin Investigated by Molecular Beam Mass Spectrometry*. **ACS Applied Materials & Interfaces**. 2025.
98. Purse M, Holmes B, Sacchi M, Howlin B. *Simulating the complete pyrolysis and charring process of phenol–formaldehyde resins using reactive molecular dynamics*. **Journal of materials science**. 57 (15), 7600-7620, 2022.
99. Gallegos I, Varshney V, Kemppainen J, Odegard G M. *Investigating the structure–property correlations of pyrolyzed phenolic resin as a function of degree of carbonization*. **Nanoscale advances**. 7 (6), 1582-1595, 2025.
100. Gallegos I, Kemppainen J, Gissinger J R, Kowalik M, Van Duin A, Wise K E, Gowtham S, Odegard G M. *Establishing physical and chemical mechanisms of polymerization and pyrolysis of phenolic resins for carbon-carbon composites*. **Carbon Trends**. 12, 100290, 2023.
101. Zeng S, You G, Ying Y, Deng L, Gu C, Jiang B. *Mechanism of Carbon Diffusion and Phase-Transition-Induced FCC-TiC Formation via Hot Pressing*. **Advanced Science**. 12 (48), e11724, 2025.
102. Gusev A I. *Mechanical properties of nonstoichiometric cubic titanium carbide TiC y*. **Physical Chemistry Chemical Physics**. 23 (34), 18558-18567, 2021.
103. Tan K, Bratkovsky A, Harris R, Horsfield A, Nguyen-Manh D, Pettifor D, Sutton A. *Carbon vacancies in titanium carbide*. **Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering**. 5 (3), 187, 1997.
104. Fang P, Mulligan C, Jia R, Shi J, Khare S, Gall D. *Epitaxial TiCx (001) layers: phase formation and physical properties vs C-to-Ti ratio*. **Acta Materialia**. 226, 117643, 2022.
105. Wong H-W, Peck J, Bonomi R E, Assif J, Panerai F, Reinisch G, Lachaud J, Mansour N N. *Quantitative determination of species production from phenol-formaldehyde resin pyrolysis*. **Polymer Degradation and Stability**. 112, 122-131, 2015.
106. Gallegos I, Varshney V, Kemppainen J, Odegard G M. *Revealing nanoscale mechanisms of pyrolysis at phenolic resin/carbon fiber interface*. **Journal of Materials Science**. 60 (11), 5106-5124, 2025.
107. Arvieu C, Manaud J-P, Quenisset J-M. *Interaction between titanium and carbon at moderate temperatures*. **Journal of Alloys and Compounds**. 368 (1-2), 116-122, 2004.

108. Sarkar D, Chu M, Cho S J, Kim Y I, Basu B. *Synthesis and morphological analysis of titanium carbide nanopowder*. **Journal of the American Ceramic Society**. 92 (12), 2877-2882, 2009.
109. Kim K, Kim D, Park K, Cho M, Cho S, Kwon H. *Effect of intermetallic compounds on the thermal and mechanical properties of Al–Cu composite materials fabricated by spark plasma sintering*. **Materials**. 12 (9), 1546, 2019.
110. Poovazhagan L, Rajkumar K, Saravanamuthukumar P, Javed Syed Ibrahim S, Santhosh S. *Effect of magnesium addition on processing the Al-0.8 Mg-0.7 Si/SiCp metal matrix composites*. **Applied Mechanics and Materials**. 787, 553-557, 2015.
111. Ali A, Chiang Y W, Santos R M. *X-ray diffraction techniques for mineral characterization: A review for engineers of the fundamentals, applications, and research directions*. **Minerals**. 12 (2), 205, 2022.
112. Lin X, Xu Q, Deng T, Yang B, Chen L. *Improving thermal conductivity of Al/SiC composites by post-oxidization of reaction-bonded silicon carbide preforms*. **Scientific Reports**. 14 (1), 16610, 2024.
113. Shah A W, Wang K, Siddique J A, Li W. *A comprehensive review of diamond-reinforced metal matrix composites for thermal management in high-performance electronics*. **Journal of Materials Research and Technology**. 33, 8174-8197, 2024.
114. Eser E, Koç H. *Investigations of temperature dependences of electrical resistivity and specific heat capacity of metals*. **Physica B: Condensed Matter**. 492, 7-10, 2016.
115. Swartz E T, Pohl R O. *Thermal boundary resistance*. **Reviews of modern physics**. 61 (3), 605, 1989.
116. Li S, Xiong D, Liu M, Bai S, Zhao X. *Thermophysical properties of SiC/Al composites with three dimensional interpenetrating network structure*. **Ceramics International**. 40 (5), 7539-7544, 2014.

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales	
Título del trabajo	Síntesis y caracterización de espumas de TiC como preformas para composites interpenetrados TiC/Al-Cu mediante infiltración.	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Sadhi Hutzinger Medrano Peñalosa	1811318d@umich.mx
Director	Dr. Carlos Alberto León Patiño	caleon@umich.mx
Codirector		
Coordinador del programa	Dra. Tzaraia Lopez Lohr	tzaraia@umich.mx

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	Si	Corrección de gramática
Traducción al español	no	
Traducción a otra lengua	no	
Revisión y corrección de estilo	Si	Mejora en la redacción

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Análisis de datos	no	
Búsqueda y organización de información	si	busqueda de articulos para referencias
Formateo de las referencias bibliográficas	no	
Generación de contenido multimedia	si	imagenes descriptivas de procedimiento
Otro		

Datos del solicitante	
Nombre y firma	
Lugar y fecha	13 de febrero de 2026, Morelia Michoacán.

Sarahi Hatzivee Medrano Peñaloza

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPONJAS DE TIC COMO PREFORMAS PARA COMPÓSITOS INTERPENETRADOS TICAL-C...

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::3117:557870823

Fecha de entrega

17 feb 2026, 11:29 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

17 feb 2026, 12:40 p.m. GMT-6

Nombre del archivo

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ESPONJAS DE TIC COMO PREFORMAS PARA COMPÓSITOS INTER....pdf

Tamaño del archivo

5.0 MB

124 páginas

34.924 palabras

203.650 caracteres

12% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Filtrado desde el informe

- Texto citado
- Texto mencionado
- Coincidencias menores (menos de 10 palabras)

Fuentes principales

- 11%  Fuentes de Internet
- 10%  Publicaciones
- 0%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alerta de integridad para revisión

-  **Caracteres reemplazados**
24 caracteres sospechosos en N.º de páginas
Las letras son intercambiadas por caracteres similares de otro alfabeto.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.