



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE
HIDALGO
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALURGICAS (IIM)**



**EXPANSIÓN Y RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN DE ALUMINIO CELULAR
CON PARTICULAS ALUMINA-COBRE**

Tesis para optar al grado de:
Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales

PRESENTA:
ING. OMAR ADAN GUERRERO AVILA

ASESOR:
Dr. CARLOS ALBERTO LEÓN PATIÑO

Morelia, Michoacán, México; Agosto, 2013.

AGRADECIMIENTOS

Primeramente le agradezco a Dios por haberme acompañado y guiado durante toda esta etapa de maestría, por cuidar de mí y mi familia al estar lejos de casa, por cuidarnos siempre en nuestros viajes de ida y regreso a Monclova que llegamos a Morelia con la finalidad de superarnos y de conseguir un sueño.

Agradezco infinitamente a mis padres Salvador Guerrero López e Irma Avila Gaytan por su apoyo incondicional y sus palabras de aliento cuando mas lo necesitaba. De igual forma agradezco a mis hermanos Jr y David porque siempre tuve su apoyo y me motivaron a seguir adelante

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por su apoyo económico para llevar a cabo este proyecto.

Agradezco a mi asesor Dr. Dr. Carlos Alberto León Patiño por todo su apoyo para sacar adelante este proyecto.

Agradezco el apoyo de mis compañeros y amigos del IIM, por su ayuda cuando la necesité. En especial a Fatima por todo su apoyo, comprensión y sobre todo por compartir la renta.

Agradezco a la Sra. Yolanda, a su hija Lorena y a su yerno Don Pedro por su apoyo, sobretodo en la etapa final de la maestría cuando pasamos por momentos difíciles.

Y ya por ultimo un agradecimiento muy especial para mi esposa Melissa por todo su apoyo y amor en todo momento, por creer siempre en mí. Siempre estaré agradecido contigo y con Dios por haberte puesto en mi camino, Te amo.

DEDICATORIA

Dedico esta tesis:

A Dios por darme la vida y permitirme ser quien soy y por darme una hermosa familia y gozar de salud.

Con mucho amor para mis padres por creer y confiar en mí, por ese apoyo que me dan siempre para salir adelante en la vida y esas palabras de aliento que recibí de su parte cuando estuve a punto de rendirme.

A mis hermanos, cuñadas y sobrinos, que siempre día con día fueron parte importante para salir adelante bajo cualquier circunstancia y por todo su apoyo incondicional. En especial a mi sobrino Caleb que me enseñó que a pesar de tener todo en contra se puede salir adelante.

A mi esposa Melissa por ser parte de mi vida, por apoyarme en todo momento, por ayudarme a salir adelante cuando yo veía todo perdido, porque siempre estás ahí cuando más te necesito para levantarme seguir adelante.

INDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS.....	ii
DEDICATORIA	iii
INDICE DE FIGURAS	vi
INDICE DE TABLAS	x
RESUMEN	11
CAPITULO I	13
INTRODUCCIÓN	13
1.1 OBJETIVO GENERAL.....	15
1.2 OBJETIVOS PARTICULARES	15
1.3 JUSTIFICACION	16
1.4 HIPOTESIS	17
CAPITULO II.....	18
REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE.....	18
2.1 ESTRUCTURA DE LAS ESPUMAS DE ALUMINIO	18
2.2 ESPUMADO DE PREFORMAS VÍA TECNOLOGÍA DE POLVOS	20
2.2.1 Técnicas para medir expansión de espumas.....	25
2.2.2 Fenómenos de mojado y estabilización de espumas con partículas cerámicas.....	28
2.3 RECUBRIMIENTO DE PARTÍCULAS CERÁMICAS POR MOLIENDA MECÁNICA	36
2.4 PROPIEDADES MECANICAS DE ESPUMAS METALICAS	38
CAPITULO III.....	47
METODOLOGIA EXPERIMENTAL	47
3.1 CARACTERÍSTICAS DE POLVOS PRECURSORES	48
3.2 CARACTERIZACIÓN DE POLVOS PRECURSORES.....	48
3.2.1 Difracción de rayos X	48
3.2.2 Determinación de tamaño de partícula.....	49
3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido.....	49
3.3 PRE-TRATAMIENTO DE POLVOS	49
3.3.1 Pasivación de los Polvos de TiH ₂	49
3.3.2 Metalizado de polvos cerámicos	49

3.4 PREPARACIÓN DE MEZCLAS.....	50
3.5 PRENSADO UNIAXIAL.....	51
3.6 ESPUMADO	52
3.6.1 Expansómetro-Láser	53
3.7 CARACTERIZACION DE ESPUMAS METALICAS	54
3.7 .1 Análisis de Imágenes.....	54
3.8 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	55
3.9 ENSAYOS MECANICOS DE COMPRESION	55
CAPITULO IV	56
4. RESULTADOS.....	56
4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS PRECURSORES	56
4.2 METALIZADO DE Al ₂ O ₃ POR MOLIENDA DE ALTA ENERGIA.....	61
4.3 PASIVACIÓN DE POLVOS DE TiH ₂	63
4.4 COMPACTACIÓN AXIAL EN FRÍO.....	66
4.5 PROCESO DE ESPUMADO	68
4.5.1 Etapas de espumado	68
4.5.2 Efecto de la temperatura y formulación de las mezclas en el grado de expansión ...	71
4.6 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE ESPUMAS POR ANÁLISIS DE IMÁGENES	78
4.7 CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	85
4.8 RESISTENCIA A LA COMPRESION DE ESPUMAS.....	91
CONCLUSIONES	97
RECOMENDACIONES	98
APENDICE I	99
APENDICE II.....	103

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Corte transversal de espuma de aluminio de poro cerrado [2].....	19
Figura 2.2 Espuma de aluminio de poro abierto fabricada en molde de yeso por infiltración de aluminio fundido en una espuma polimérica [3].....	19
Figura 2.3 Procesos de fabricación de metales celulares [4].....	20
Figura 2.4 Proceso de espumado de preformas vía metalurgia de polvos [10].....	21
Figura 2.5 Espuma de $AlSi_6Cu_4$ usando (a) TiH_2 no tratado; (b) TiH_2 pre-tratado a $440^{\circ}C$, 180 min;(c) $480^{\circ}C$, 180 min; (d) $520^{\circ}C$, 90 min; (e) $520^{\circ}C$, 180 min [7].....	23
Figura 2.6 Etapas características de espumado [8].....	24
Figura 2.7 Dibujo esquemático del aparato utilizado por Duarte y colaboradores para el espumado de metales [11].....	26
Figura 2.8 Expansómetro de Rodríguez Pérez y col. [12]. (1) placa giratoria y termopar para muestra ; (2) chasis de acero; (3) calentadores cerámicos de infrarrojos; (4) ventiladores de refrigeración; (5) regulador de motor; (6) cámara; (7) luz de fondo.....	27
Figura 2.9 Expansómetro vertical propuesto por Kliner y col. [13].....	27
Figura 2.10 Esquema del expansómetro propuesto por Monje [10].....	28
Figura 2.11 Esquema que representa dos burbujas estabilizadas en la interface líquido/gas de una espuma que contiene partículas reforzantes en la interface [16].....	30
Figura 2.12 Comparación de los ángulos de contacto de mojado de Al, Al-11.5%Si, Al-7%Mg y Al-7%Cu, sobre alúmina [17].....	31
Figura 2.13 Corte transversal a espumas metálicas de: a) Al puro; b) Al-6 %peso Al_2O_3 ; c) Al-0.6Mg; d) Al-0.6Mg-6 %peso Al_2O_3 [18].	32
Figura 2.14 Micrografías de las espumas de la Fig. 2.13 donde se observa la localización de las partículas de Al_2O_3 en la superficie de las paredes celulares. a) y c) Al-6 %peso Al_2O_3 ; b) y d) Al-0.6Mg-6 %peso Al_2O_3 [18].	33
Figura 2.15 Estructura porosa de espumas $AlSi_7$. a) $AlSi_7$; b) $AlSi_7$ - 3 vol.% SiC ($3\mu m$); c) $AlSi_7$ -6 vol.% SiC ($3\mu m$); d) $AlSi_7$ -3vol.% SiC ($16\mu m$) [19].	34
Figura 2.16 Interior de poros entre cuellos en espumas de Al empleando como estabilizador partículas de Al_2O_3 . a) alúmina metalizada con cobre; b) alúmina sin metalizar [10].....	35
Figura 2.17 Diferentes etapas de un sistema dúctil/frágil durante aleación mecánica [20].....	37

Figura 2.18 Microestructura de polvos compósitos Al/NiO obtenidos por molienda mecánica [22].	38
Figura 2.19 Curva esfuerzo-deformación de compresión de las espumas metálicas [28].	40
Figura 2.20 Imágenes ópticas de la superficie de células de una espuma de Al [30] a) Antes de la carga de compresión. b) Bajo carga a deformación 4.4%.	41
Figura 2.21 Curvas de compresión de espumas de aluminio AlSi10 de longitud: a) 30 mm; b) 60 mm [31].	42
Figura 2.22 Curvas esfuerzo-deformación para espumas AlSi10 de densidad relativa 0.19 con diferente tamaño de poros [31].	43
Figura 2.23 Curvas esfuerzo-deformación para ensayos a la compresión de espumas de geometría cúbica de diferente volumen y misma densidad relativa [32].	44
Figura 2.24 Micrografía que muestra la deformación de células antes y durante el ensayo de compresión. La flecha indica la dirección de compresión. Del lado derecho, tres modos de fallas de células porosas [33].	45
Figura 3.1 Diagrama de bloques para la obtención y caracterización de espumas.	47
Figura 3.2 Molino planetario de alta energía RESTCH PM 400 MA y contenedores.	50
Figura 3.3 a) Prensa hidráulica automática CARVER 3894.4PR0B00. b) compacto precursor AlTiH ₂ .	52
Figura 3.4 Expansómetro-Láser construido en IIM para espumado de metales ligeros.	53
Figura 4.1 Imagen MEB de polvos precursores. a) Aluminio; b) Hidruro de titanio.	57
Figura 4.2 Imagen MEB de polvos precursores. a) Alúmina; b) Cobre.	58
Figura 4.3 Difractograma de polvos de TiH ₂ puro.	59
Figura 4.4 Histograma de tamaño acumulativo de partícula para los polvos precursores Al, Al ₂ O ₃ , Cu y TiH ₂ .	59
Figura 4.5 Campanas de frecuencia de distribución de tamaño de Al, Al ₂ O ₃ , Cu y TiH ₂ .	60
Figura 4.6 Polvos compósito metalizados de Cu/Al ₂ O ₃ por molienda mecánica.	62
Figura 4.7 Mapeo de distribución elemental de cobre (b) y aluminio (b) en una partícula cobre-alúmina procesada por molienda de alta energía (a).	63
Figura 4.8 Análisis térmico DSC de la descomposición de TiH ₂ .	64
Figura 4.9 Análisis térmico DSC de la descomposición de TiH ₂ posterior a su tratamiento de pasivación.	65

Figura 4.10 Gráfico del grado de densificación en función de la carga aplicada en compactos espumables Al-TiH ₂	66
Figura 4.11 Mapeo del elemento Ti en un compacto Al-TiH ₂	67
Figura 4.12 Volumen de expansión a 800°C para los diferentes compactos espumables Al-TiH ₂ compactados a diferente carga.	68
Figura 4.13 Curva característica de la evolución del proceso de espumado en-vivo en una espuma de aluminio a 800°C.	70
Figura 4.14 Secciones longitudinales de espumas correspondientes a los puntos señalados en la curva de expansión de la figura 4.13.	71
Figura 4.15 Mapeo en el interior de un poro de una espuma de Al puro, donde se aprecia la presencia del TiH ₂ sin descomponer dentro de la matriz de aluminio.	72
Figura 4.16 Espumado de compactos de Al puro con TiH ₂ en función de la temperatura a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.	73
Figura 4.17 Espumado de compactos de aluminio con adición de alúmina y cobre preparados por mezclado convencional (Al-Cu-Al ₂ O ₃) en función de la temperatura. a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.....	74
Figura 4.18 Espumado de compactos de aluminio con adición de alúmina metalizada con cobre por molienda mecánica de alta energía (Al-Cu/Al ₂ O ₃) en función de la temperatura a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.	75
Figura 4.19 Cortes transversales de espumas metálicas para análisis de imágenes. a) Al puro 800 °C; b) Al-Cu-Al ₂ O ₃ 800°C; c) Al-Cu/Al ₂ O ₃ 775°C; d) Al-Cu/Al ₂ O ₃ 800°C; e) Al-Cu/Al ₂ O ₃ 825°C.....	79
Figura 4.20 Histograma de frecuencias de distribución de tamaño de poros en espuma de (a) Al puro espumada a 800°C y (b) la composición Al-Cu-Al ₂ O ₃	81
Figura 4.21 Histograma de frecuencias de distribución de tamaño de poros en espuma de aluminio con alúmina metalizada por molienda mecánica de alta energía (Al-Cu/Al ₂ O ₃) a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.....	82
Figura 4.22 Factor de Forma de poros en función de su tamaño para espumas de Al puro preparadas a 800°C.....	83
Figura 4.23 Factor de Forma de poros en función de su tamaño. Espumas de aluminio con alúmina metalizada por molienda mecánica (Al-Cu/Al ₂ O ₃). a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.	84

Figura 4.24 Estructura celular y partículas de alúmina en superficie de célula porosa en espuma por mezclado convencional (Al-Cu-Al ₂ O ₃) a 800°C.	86
Figura 4.25 Mapeo de partícula de cobre en pared de poro (Al-Cu-Al ₂ O ₃).	86
Figura 4.26 Micrografías de espumas Al-Cu/Al ₂ O ₃ a 775°C a partir de partículas metalizadas. a) Pared interna del poro; (b) partículas de alúmina embebidas en cuerpo de la pared celular.	87
Figura 4.27 Micrografías de espumas Al-Cu/Al ₂ O ₃ a 800°C a partir de partículas metalizadas. a) Pared interna del poro; (b) detalle de pared interna del poro.	88
Figura 4.28 a) Partícula de Al ₂ O ₃ embebida en el cuello de espuma Al-Cu/Al ₂ O ₃ b) Patrón de difracción de la superficie de la partícula que muestra presencia de Al, O y Cu.....	89
Figura 4.29 Detalles de nodo y pared celular en espuma (Al-Cu/Al ₂ O ₃) a 825°C.	90
Figura 4.30 Mapeo de partícula alúmina-cobre en pared de poro (Al-Cu/Al ₂ O ₃) a 825°C.	90
Figura 4.31 Etapas del ensayo a la compresión de espumas de aluminio.....	91
Figura 4.32 Evolución de la espuma metálica durante la prueba de compresión.....	92
Figura 4.33 Curva esfuerzo-deformación para la compresión de espumas de Al puro a 800°C.....	93
Figura 4.34 Curva esfuerzo-deformación para la compresión de espumas por mezclado convencional (Al-Cu-Al ₂ O ₃) a 800°C.....	93
Figura 4.35 Curva esfuerzo-deformación para la compresión de espumas estabilizadas con partículas metalizadas (Al-Cu/Al ₂ O ₃). a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.....	94
Figura AI.1 Usos de espumas metálicas en vehículos [46].....	100
Figura AI.2 Caja de absorción de impacto base espuma de aluminio integrada en componentes automotrices para una mayor protección contra colisiones [48].....	101
Figura AI.3 Automóvil Ferrari F430 [49].....	102
Figura AII.1 Diagrama esquemático del arreglo Expansómetro-Láser [10].....	104
Figura AII.2 Sensor de desplazamiento láser <i>Wenglor CP35MHT80</i> . (1) Diodo emisor; (2) Diodo receptor. Todas las dimensiones en mm.....	106

Figura AII.3 Horno tipo crisol y controlador PID de temperatura máxima 1200°C, empleado como cámara de calentamiento del compactado precursor de espuma.....	107
Figura AII.4 Arreglo de sistema con Módulo NI-9215 para adquisición de datos.....	108
Figura AII.5 Expansómetro-Láser del IIM.....	109

INDICE DE TABLAS

Tabla III.1 Polvos precursores en la preparación de compactados espumables de aluminio...48	48
Tabla III.2 Composición de mezclas para preparación de espumas metálicas.....	51
Tabla IV.1 Distribución por clases de tamaño de Al, Al ₂ O ₃ , Cu y TiH ₂	61
Tabla IV.2 Densidad de espumas calculadas a partir de curvas de expansión.....	78
Tabla IV.3 Densidad de poros en espumas de aluminio.....	80
Tabla IV.4 Esfuerzo de deformación máximo a la compresión, para una deformación de 80% en las espumas estudiadas. Se reporta valor medio y desviación estándar (STD).....	95

RESUMEN

El presente trabajo investiga la aplicación de un recubrimiento de cobre en la superficie de partículas de alúmina, a través de un proceso de molienda de alta energía, con el fin de mejorar la incorporación de la fase cerámica en los cuellos formadores de las celdas porosas de las espumas, y así reducir problemas de colapsamiento de la estructura porosa e incrementar su resistencia mecánica a la compresión. Para tal fin se prepararon dos tipos de espumas de aluminio con adición de partículas de Al_2O_3 empleando 0.5% de TiH_2 como agente espumante: *i*) espumas a partir de mezcla convencional de polvos Al-Cu- Al_2O_3 ; y *ii*) espumas a partir de alúmina metalizada con cobre, Al-Cu/ Al_2O_3 . Para fines de comparación, se preparó un tercer lote de espumas de aluminio puro. El trabajo es original no solamente en la adición de refuerzos metalizados, sino único en la forma de aplicar el recubrimiento en los refuerzos, y su efecto sobre las propiedades de resistencia a la compresión.

El metalizado se efectuó en un molino planetario de alta energía durante 8h a velocidad de 200 rpm. En base a ensayos de compresibilidad en frío, carga vs. densificación, se encontró que 387 MPa conduce al máximo de densificación de 97.4% de los compactados precursores de espumas. Los compactados fueron espumados a las temperaturas de 775, 800 y 825°C en un expansómetro, dispositivo experimental diseñado específicamente para medir en-vivo el grado de expansión de los compactados en función del tiempo y temperatura. Resultados de expansión muestran un cambio en volumen de hasta 350% en las espumas, resultado significativo, y mayor o comparable, a espumas reportadas en la literatura que llegan a emplear hasta 1.0% de agente espumante. Se encontró que a mayor temperatura, más rápido es el inicio del proceso de espumado, lo que se atribuye a un mayor aporte térmico que acelera la descomposición del agente espumante y la consecuente liberación de gas hidrógeno que forma las células porosas de la estructura de la espuma. De manera general, se encontró que la incorporación de las partículas alúmina-cobre incrementa la humectabilidad entre el aluminio líquido y el refuerzo, lo que induce la estabilización de la estructura porosa que demora el fenómeno de colapsamiento y drenado.

A través de estudios de análisis de imágenes se encontró que las espumas de aluminio puro presentan mayor densidad de poros que las espumas con alúmina metalizada y sin metalizar. Sin embargo, espumas adicionadas con alúmina metalizada a 800°C presentan buenas

características de distribución de tamaño de poros y forma de los poros. Las propiedades de resistencia a la compresión a deformación máxima de 80%, indica que la adición de partículas incrementa hasta en 400% la resistencia de las espumas de aluminio puro. La adición de alúmina induce un alargamiento de la meseta de deformación plástica a esfuerzo constante en las espumas, característica apropiada para materiales con aplicaciones en absorción de energía. El uso de partículas metalizadas por molienda de alta energía es prometedor en la generación de espumas con formulación de composición in-situ, y adición de partículas estabilizadoras/reforzantes de la estructura metálica celular.

INTRODUCCIÓN

Los materiales celulares son una nueva y atractiva clase de materiales que ofrecen una gran variedad de aplicaciones estructurales y funcionales. Las espumas metálicas son estructuras de baja densidad que combinan interesantes propiedades mecánicas y físicas para aplicaciones del sector automotriz, aeroespacial y naval. También son utilizadas en armados metálicos y construcciones civiles, ya que poseen buena capacidad para absorber ruidos, alta rigidez específica y buena estabilidad térmica. De manera particular, la obtención de espumas de aluminio a partir de compactados precursores Al-TiH₂ es una ruta que provee espumas de porosidad regular y esférica, que sin embargo muestra problemas por el colapsamiento de las espumas en el estado líquido a su máximo grado de expansión. El reto es lograr estructuras reproducibles en sus características estructurales, por lo que es importante reducir el drenado y colapso antes de la solidificación.

Las espumas metálicas son un caso particular de los materiales: cuerpos sólidos con gases dispersos en su interior. El término espuma está referido a la dispersión de burbujas de gas en un líquido. Si la morfología de una espuma puede mantenerse después de la solidificación del líquido se obtiene una espuma sólida. El proceso de formación de espumas metálicas requiere llevar el material de espumado al estado líquido, para que se puedan alcanzar condiciones de fluidez que permitan la espumación. Los poros son, generalmente, redondos y aislados unos de otros.

Actualmente en el Laboratorio de Materiales Compuestos del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas se investiga la preparación y caracterización de metales, vidrios y cerámicos porosos con diferentes arreglos y volumen de huecos para aplicaciones funcionales y estructurales. Aportaciones recientes del grupo de trabajo en el tema de espumas de aluminio, es la generación de datos de espumado libre de mezclas Al-TiH₂, y la implementación de un equipo experimental para medir el grado de espumado constreñido en una sola dirección en función del tiempo y temperatura. En una instancia previa se ha investigado por vez primera la incorporación de partículas cerámicas metalizadas del tipo cobre-alúmina en la estabilización de aluminio celular, siendo las partículas preparadas por un proceso de depositación electrolítico cobre [10]. Los resultados indican la posibilidad de mejorar la retención de

partículas en la estructura porosa, sin embargo el proceso de depositación electrolítica es complicado por el uso de partículas finas de alúmina.

En el presente trabajo se estudia el espumado de aluminio por un método de metalurgia de polvos empleando polvos de aluminio puro e hidruro de titanio como agente espumante. Se investiga el uso de alúmina metalizada con cobre por aleado mecánico en la capacidad de estabilizar la estructura porosa y reforzar mecánicamente las espumas, para lo cual se estudia la conducta de expansión en-vivo de espumas con y sin refuerzo empleando el expansómetro láser, y se evalúan sus propiedades de resistencia a la compresión y su relación con las características microestructurales de los sólidos porosos. El Capítulo 2 del trabajo presenta conceptos y aplicaciones de espumas metálicas, información de fenómenos de mojado y estabilización de espumas, técnicas de medición de espumado en-vivo, conceptos de aleado mecánico en recubrimiento de partículas cerámicas, y concluye con propiedades mecánicas de espumas. El Capítulo 3 detalla la metodología experimental empleada en la síntesis y caracterización de espumas. Finalmente, el Capítulo 4 de resultados compara las características de espumado y resistencia a la compresión de espumas de aluminio puro con aquellas preparadas por mezclado convencional de polvos Al-Cu-Al₂O₃ y espumas a partir de alúmina metalizada con cobre Al-Cu/Al₂O₃. El estudio representa un esfuerzo en la obtención de aluminio celular con celdas porosas homogéneamente distribuidas en la matriz metálica para posibles aplicaciones como material de alta energía de absorción de impacto.

1.1 OBJETIVO GENERAL

Estudiar el efecto de la adición de partículas cobre-alúmina obtenidas por aleado mecánico sobre el grado de expansión y evolución de espumas de aluminio mediante una ruta pulvimetalúrgica a partir de compactados precursores Al-TiH₂-Cu/Al₂O₃, y su relación con las características morfológicas del metal celular y su respuesta mecánica a la compresión.

1.2 OBJETIVOS PARTICULARES

- Sintetizar e incorporar partículas de alúmina recubiertas con cobre mediante una ruta de molienda mecánica de alta energía y densificación de mezclas en frío, en la preparación de compactados espumables precursores de espumas de aluminio empleando TiH₂ como agente espumante.
- Estudiar el efecto del recubrimiento de cobre en partículas de alúmina sobre la conducta de expansión de espumas de aluminio en el rango de temperatura de 775-825°C, y su contribución a retener embebidas las partículas cerámicas en las paredes que forman a las células porosas.
- Investigar y comparar mediante análisis de imágenes las características morfológicas de tamaño, forma y densidad de poros de espumas de aluminio puro (Al-TiH₂), respecto de aquellas preparadas a partir de mezclas convencionales Al-TiH₂-Cu-Al₂O₃ y las resultantes de adicionar partículas metalizadas Al-TiH₂-Cu/Al₂O₃.
- Estudiar cómo influyen las diferentes estructuras porosas y ruta de incorporación de partículas cerámicas, en la resistencia a la compresión de espumas de aluminio reforzadas con alúmina.

1.3 JUSTIFICACION

La obtención de espumas de aluminio a partir de compactados precursores Al-TiH₂ es una ruta altamente reproducible, que sin embargo presenta colapsamiento de poros y drenado de metal líquido en su máximo grado de expansión. La estabilización de la estructura porosa garantiza materiales ultraligeros de alta funcionalidad merced a sus excelentes propiedades específicas, materiales que son de creciente uso en los sectores automotriz y aeronáutico, sectores estratégicos en el ensamble de partes y acabados de la industria nacional.

Una alternativa para la estabilización de espumas metálicas es adicionar partículas cerámicas que puedan incorporarse en los cuellos y paredes que forman las células porosas y logren demorar su colapsamiento en estado líquido previo a la solidificación. El problema de adicionar partículas cerámicas es su baja mojabilidad con el aluminio líquido a las temperaturas comunes de espumado, lo que dificulta su incorporación a la estructura porosa. Una manera de resolver este problema es a través de la línea de estudio propuesta por el presente grupo de trabajo, y que consiste en la metalización superficial de las partículas cerámicas para mejorar su mojabilidad con el aluminio durante el espumado.

La originalidad del trabajo consiste en efectuar el metalizado de partículas de alúmina mediante un proceso de molienda mecánica de alta energía; la técnica garantiza que las partículas de alúmina estén envueltas e inmersas en una matriz de cobre que disminuye los contactos directos de bajo-mojado aluminio-alúmina, induciendo el mojado de las partículas y la formación in-situ de matrices aluminio-cobre. El estudio implica herramientas de modificación superficial, interacción metal-cerámico, fisicoquímica de expansión gas-líquido, y refuerzo de matriz metálica. Su debido entendimiento pretende contribuir al conocimiento de estabilización de metales celulares de uso ingenieril con capacidad de absorción de energía al impacto.

1.4 HIPOTESIS

La aplicación de recubrimiento de cobre en partículas de alúmina a través de un proceso controlado de molienda mecánica de alta energía, mejorará la incorporación de la fase cerámica al interior de las paredes y cuellos que integran las células porosas de las espumas de aluminio al modificar la humectabilidad del aluminio líquido y el agregado alúmina-cobre, lo que inducirá a estabilizar la estructura porosa al demorar el colapsamiento de poros y drenado del líquido en las espumas. Es de esperar que el refuerzo cerámico en la matriz de aluminio celular incremente su resistencia a la compresión.

REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

La palabra célula proviene del latín *cella* que significa “pequeño compartimiento, espacio cerrado”. De aquí se puede deducir que la denominación sólido celular hace referencia a un material compuesto por un conjunto de pequeños compartimientos. Puede definirse a un material celular como aquel formado por una red de celdas o polígonos unidos entre sí formando mallas bidimensionales o tridimensionales [1]. Cuando los poros del material son cerrados, se denomina espuma metálica; en el caso donde los poros forman vacíos interconectados, se llama esponja metálica [2].

Las propiedades de los metales porosos se derivan de combinar las características del metal del cual están formados y su peculiar estructura gas-metal; el resultado es un material que brinda diversos rangos de propiedades térmicas, mecánicas y acústicas, que son especialmente interesantes en aplicaciones de estructuras ultraligeras, así como sistemas de alta resistencia al impacto, elementos de disipación de calor y aislamiento acústico. De manera particular, las espumas metálicas presentan diversas combinaciones interesantes de propiedades físicas y mecánicas que pueden ser utilizadas en varias aplicaciones estructurales que en la actualidad no están cubiertas por otros materiales. Por esta razón, debido a su multifuncionalidad y aporte científico, en los últimos años la investigación sobre estos materiales se ha extendido a todos los niveles.

2.1 ESTRUCTURA DE LAS ESPUMAS DE ALUMINIO

La espuma de aluminio es un metal metálico relativamente isotrópico, muy poroso, con una distribución aleatoria de los poros dentro de la estructura. Los poros, esencialmente esféricos y cerrados, ocupan del 50 al 90% del volumen total. La forma del poro se puede también describir por su geometría. Las propiedades mecánicas y físicas dependen fuertemente de la densidad, típicamente, en el rango de 0.4 a 0.8 g/cm³.

Las espumas de aluminio resultan materiales muy eficientes en la absorción de sonido, protección electromagnética, absorción de energía de impacto y vibración; no son inflamables y permanecen estables a alta temperatura [3]. La espuma de aluminio es reciclable y no

contaminante, ofreciendo una combinación de propiedades físicas, mecánicas, térmicas y aislamiento acústico propio de un material homogéneo. Pueden obtenerse por inyección directa de gas al metal fundido, o mediante el uso de un agente espumante o un precursor espumable con el material en el intervalo sólido – líquido. En la figura 2.1 se muestra un corte transversal de una espuma de aluminio con arreglo característico de porosidad cerrada.

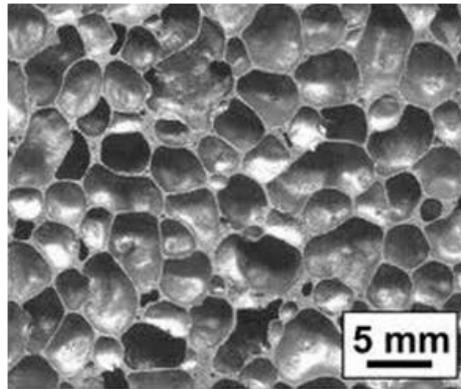


Figura 2.1 Corte transversal de espuma de aluminio de poro cerrado [2].

A diferencia de las espumas de poro cerrado, la fabricación de espumas de poro abierto está basada en la utilización de materiales de relleno que luego son eliminados [4]. Este tipo de estructuras se pueden fabricar por técnicas en estado líquido, pulvimetalurgia, deposición química, y otras. Como se muestra en la figura 2.2, las esponjas metálicas tienen un arreglo de porosidad interconectada, que junto con sus características térmicas, les habilita en aplicaciones para la disipación de calor, recuperación de elementos, filtros y catalizadores.

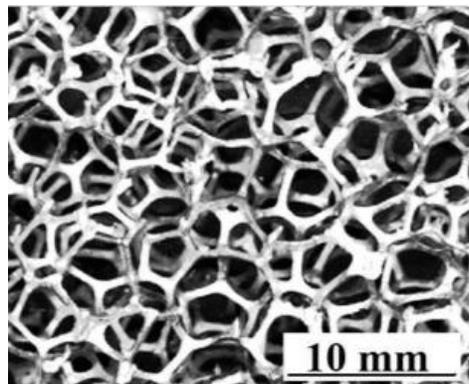


Figura 2.2 Espuma de aluminio de poro abierto fabricada en molde de yeso por infiltración de aluminio fundido en una espuma polimérica [3].

2.2 ESPUMADO DE PREFORMAS VÍA TECNOLOGÍA DE POLVOS

En un trabajo de recopilación científica, Fernández y colaboradores [2] abordan de manera importante los aspectos fundamentales en la fabricación de espumas vía metalurgia de polvos, parte de la información se incluye a continuación. La figura 2.3 muestra un esquema de los posibles procesos de fabricación de metales celulares por rutas tradicionales en estado líquido, sólido y deposición. Cada uno de ellos presenta ventajas y desventajas en la obtención de sólidos celulares, ya bien sean espumas o esponjas, y le proveen de características morfológicas y propiedades únicas. En el presente trabajo se estudia el espumado por tecnología de polvos en la obtención de espumas metálicas de aluminio, ruta clasificada entre las técnicas de producción en estado sólido.

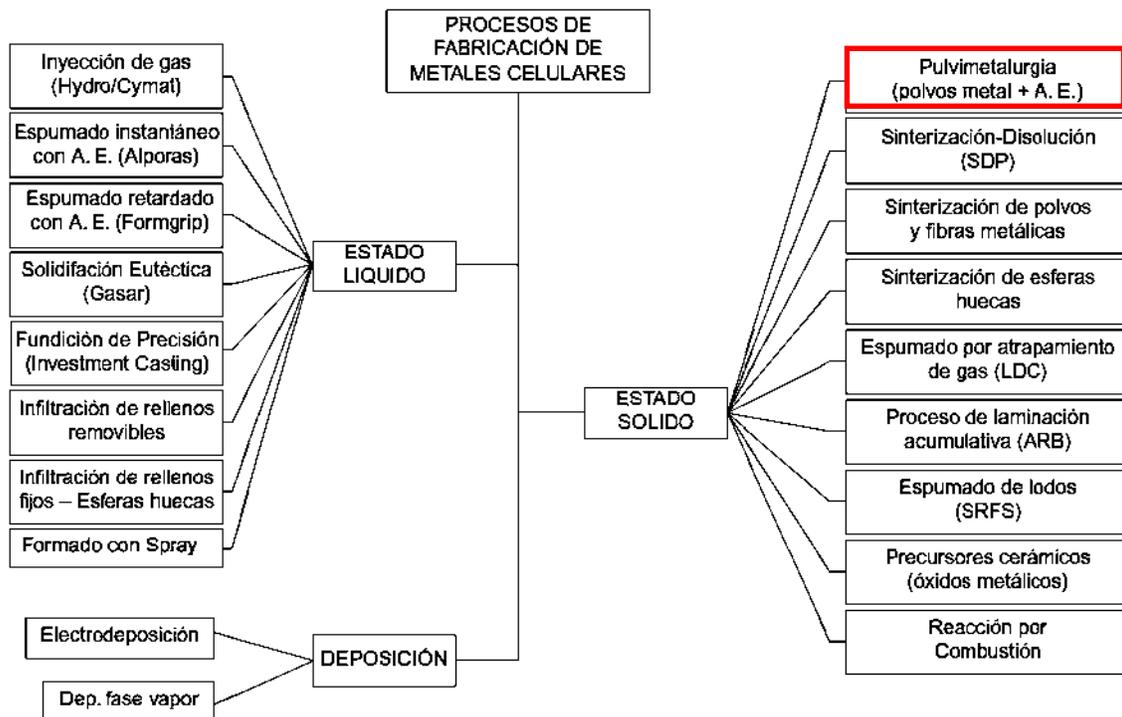


Figura 2.3 Procesos de fabricación de metales celulares [4].

El *Fraunhofer-Institute for Manufacturing and Advance Materials (IFAM, Bremen, Alemania)* desarrolló un método efectivo para la producción de espumas por tecnologías de polvos a partir de compactos espumables. En la actualidad son diversas las empresas y centros de investigación que producen y estudian espumas metálicas a través de este proceso. El proceso de espumado a partir de compactados particulados se puede efectuar en molde abierto o con

formas complejas 3D, o bien formando estructuras tipo sándwich donde una piel metálica (acero o aluminio) o cerámica (alúmina) cubre un núcleo de espuma metálica. De manera particular, el aluminio ha sido utilizado ampliamente como material de relleno en estructuras tipo sándwich y perfiles, mostrando un comportamiento sobresaliente en varias propiedades mecánicas, tales como en capacidad de absorción de energía de deformación, tenacidad y resistencia a la flexión. El método de espumado de preformas por tecnología de polvos se resume en dos etapas principales (figura 2.4). En un primer paso, los polvos metálicos, usualmente aluminio puro y sus aleaciones, y el agente espumante (comúnmente TiH_2), son mezclados homogéneamente con otros aditivos, como puede ser con partículas cerámicas que actúen como estabilizadoras de la espuma, para lograr una distribución de tamaño y composición controlada que favorezcan su densificación por compactación. Para obtener las preformas espumables, la mezcla es compactada en frío o caliente por presión uniaxial, laminación o compresión isostática, con el fin de lograr un alto grado de densificación del compactado [5]. En una segunda etapa, los compactos precursores de espumas se colocan en el interior de un horno donde son calentados a temperatura ligeramente superior a la temperatura de fusión del metal matriz; el incremento de temperatura induce la descomposición del agente espumante y así, la liberación del gas que da paso a la formación de la estructura porosa en estado líquido.

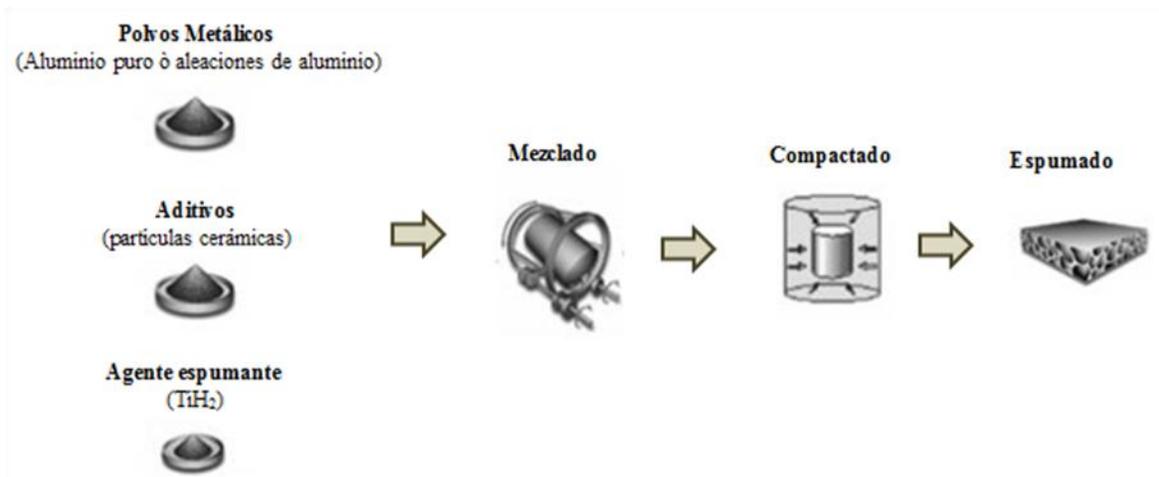


Figura 2.4 Proceso de espumado de preformas vía metalurgia de polvos [10].

De acuerdo a datos de autores recabados por Fernández y colaboradores [2], las espumas obtenidas mediante esta vía suelen tener porosidades en el rango de 50- 92%, con tamaños de poro promedio de 0.5 a 8 mm, y densidades típicas en un intervalo de 0.4-0.8 g/cm³. Aunque las aleaciones de aluminio son las más utilizadas para espumar por este método, seleccionando los parámetros de proceso y el agente espumante adecuado, también es posible espumar metales tales como el estaño, zinc, bronce, plomo, oro, aceros y titanio.

Durante la preparación del precursor espumable por compactación, los parámetros de mayor relevancia son el contenido de agente espumante y la presión y temperatura de compactación. El grado de densificación del producto también se ve alterado por la velocidad de calentamiento, las herramientas empleadas para la compactación, así como por las características intrínsecas al material, como lo son la forma, el tamaño y la distribución del tamaño de partícula, además de la homogeneidad de la mezcla. Las condiciones de compactación tienen un efecto importante sobre la cinética del proceso de espumación, pues es más eficiente el aprovechamiento de gas liberado del agente espumante a la temperatura de fusión del metal cuando el compactado tiene un alto grado de densificación; cuando el compactado es muy poroso, el gas liberado se pierde entre los huecos reduciendo el cometido de espumado. La presencia de óxidos en los polvos de aluminio y en el agente espumante TiH₂ tiene un efecto significativo sobre la expansión y estabilidad de espumas preparadas por metalurgia de polvos. Asavavisithchai y Kennedy [6] estudiaron las características microestructurales de espumas obtenidas con precursores espumables compactados por cuatro métodos diferentes, demostrando que se presentan varios niveles de cizalladura y rompimiento de óxidos durante la consolidación, lo que genera diferencias en la descomposición del TiH₂ y disolución del titanio en la matriz. En el caso de espumado de aluminio y sus aleaciones es común emplear cantidades de agente espumante no mayores a 1 % en peso, siendo el hidruro de titanio (TiH₂) el agente más comúnmente empleado al presentar un rango de descomposición más próximo a la temperatura de fusión del aluminio. Se debe tener en cuenta que, aunque los polvos de TiH₂ comienzan su descomposición a ~380°C y continúa por encima de los 570°C, su comportamiento puede variar cuando se encuentra mezclado y compactado con los polvos de la aleación; además, hay que anotar que dentro del compactado su liberación es más rápida cuanto mayor es la temperatura a la que se expone el compactado espumable [2].

En un estudio realizado por Matijasevic y colaboradores [7] para mejorar las características de espumado con TiH_2 , el hidruro de titanio fue sometido a diferentes tratamientos de oxidación superficial. Mediante ensayos térmicos encontraron que el TiH_2 comienza a descomponer a partir de 390°C . Cuando éste es tratado hasta por tres horas a 480°C en atmósfera ambiental, se forma una película de aproximadamente 100 nm de óxidos de TiO_2 y Ti_3O en su superficie. La formación de óxido por el pretratamiento retrasó en 57°C la temperatura pico de descomposición del TiH_2 . Como resultado del tratamiento, se reduce la cantidad de hidrógeno dispuesto en el espumado, pero la pasivación por oxidación del hidruro hace más eficiente el aprovechamiento de hidrógeno liberado al aproximar más su temperatura de descomposición a aquella de fusión de la aleación AlSi_6Cu que fue espumada. Este tratamiento mostró también una distribución más uniforme de poros esféricos; la figura 2.5 muestra la influencia del grado de oxidación del agente espumante en la forma de los poros formados.

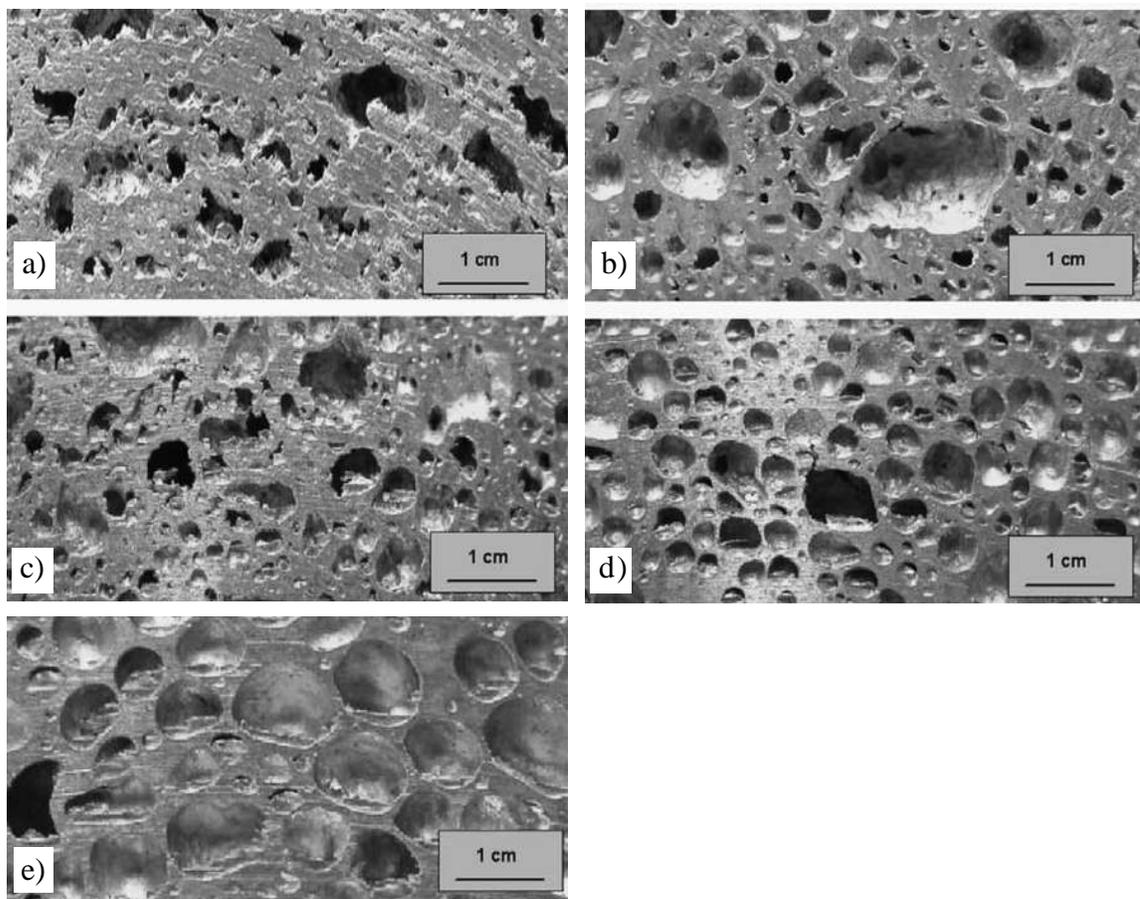


Figura 2.5 Espuma de AlSi_6Cu_4 usando (a) TiH_2 no tratado; (b) TiH_2 pre-tratado a 440°C , 180 min; (c) 480°C , 180 min; (d) 520°C , 90 min; (e) 520°C , 180 min [7].

Una vez dissociado por efecto térmico, cada agente espumante aporta una cantidad de gas diferente durante el espumado, lo que puede variar la presión de gas dentro de los poros de una espuma a otra. Así, la cinética de expansión de las espumas de aluminio es influenciada no sólo por la composición y tensión superficial de la aleación, sino también por la atmósfera de trabajo [8]. A fin de lograr un control sobre el tamaño de los poros formados, es importante buscar un equilibrio entre la presión externa que soporta la tensión superficial de la aleación, y la presión de gas interna de los poros en la espuma. Estas variables juegan un papel importante en el mecanismo de expansión de las espumas. De acuerdo a estudios realizados por Banhart [8] referente al fenómeno de estabilización de la espuma, el espumado se desarrolla a través de tres etapas básicas mostradas en la figura 2.6. En una primera etapa, los poros se forman por un proceso de nucleación heterogénea, que conlleva la aparición aleatoria de cavidades por descomposición del gas en todo el volumen de la espuma creciente. En una segunda etapa, la espuma se expande por el inflado que provee al aluminio líquido el gas liberado. Es en algún punto de esta etapa que se logra la máxima expansión de la espuma y las mejores condiciones de porosidad esférica y tamaño relativamente homogéneo. Sin embargo, rebasado este punto, el aluminio líquido que forma los cuellos y paredes del poro sufre un efecto de drenado al fondo de la espuma por efecto de colapso de los poros ante la baja estabilidad de la espuma metálica en estado líquido. El colapsamiento global de la espuma conlleva el engrosamiento del fondo de la misma, una baja expansión final, y una malformación y no homogeneidad de la porosidad remanente.

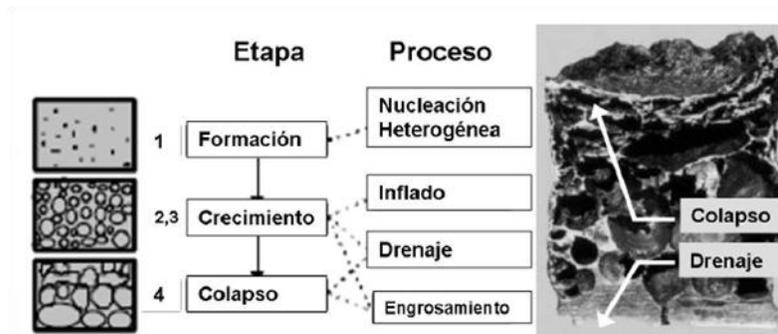


Figura 2.6 Etapas características de espumado [8].

Es evidente que el proceso de espumación es bastante sensible y fuertemente gobernado por el efecto de la temperatura de espumado. Se entiende también que la aportación de gas en este proceso dependerá en gran medida de la velocidad de calentamiento a la que es expuesto el compactado para espumar, pues cada agente espumante requieren de diferente aporte térmico para su descomposición. Entre los agentes espumantes de mayor uso en el proceso de metalurgia de polvos están el TiH_2 , ZrH_2 , CaH_2 , MgH_2 y HfH_2 . Estos agentes son comunes en el espumado de aleaciones base zinc y base aluminio, debido a que sus temperaturas de descomposición caen dentro del intervalo de temperatura donde dichas aleaciones alcanzan el estado líquido [9].

2.2.1 Técnicas para medir expansión de espumas

La manera tradicional de preparar espumas por metalurgia de polvos es por un proceso denominado espumado libre, el cual consiste en introducir en la cámara de un horno a los compactados espumables hasta completar el proceso de espumado y obtener el metal celular. Sin embargo, en orden de generar información que muestre cómo es la evolución de la espuma en función del tiempo, el procedimiento implica realizar el espumado interrumpido de muestras a diferentes tiempos hasta lograr una curva completa de expansión de la espuma respecto al tiempo de exposición [10].

En orden de estudiar en-vivo la evolución del proceso de espumado, existe registro de la implementación de arreglos experimentales denominados expansómetros en los cuales se puede medir de forma continua el cambio en volumen de la espuma a condiciones de tiempo y temperatura controlada. Duarte y col. [11] reportan un expansómetro donde la cámara de formación de la espuma consiste en un tubo de vidrio de cuarzo (figura 2.7). El extremo inferior del tubo está conectado a una bomba de vacío y una fuente de gas, mientras que el extremo superior está unido a un punto de sensor láser. El horno se cierra alrededor del tubo de vidrio, causando un aumento inmediato de la temperatura de la muestra precursora contenida en un crisol de acero. Los termopares y el sensor láser están conectados a un ordenador a través de una interfaz.

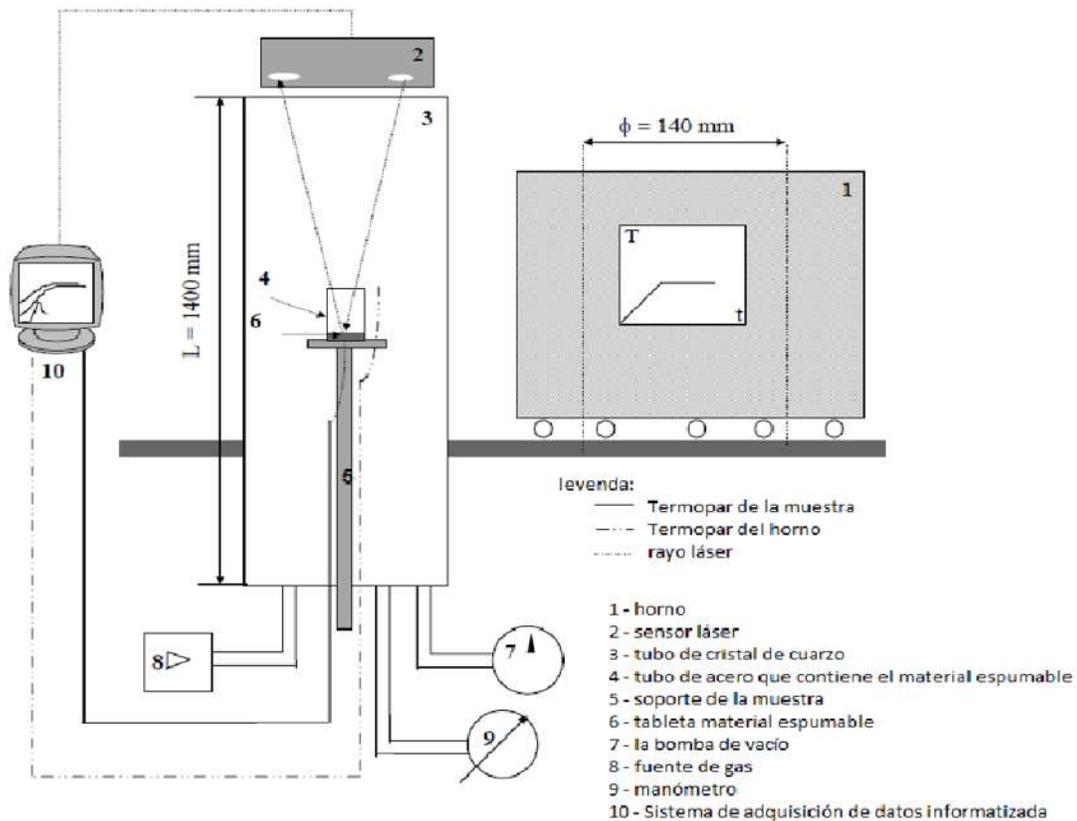


Figura 2.7 Dibujo esquemático del aparato utilizado por Duarte y colaboradores para el espumado de metales [11].

Rodríguez Pérez y col. [12] proponen un expansómetro para medir la expansión 3D. El sistema se basa en un plato giratorio insertado en el interior de un horno de calentamiento mediante infrarrojo a 2000 W. El horno contiene cuatro calentadores y cuatro tubos de refrigeración. Hay dos ventanas de vidrio cerámico, uno es para la cámara y el otro para una lámpara halógena que ayuda al análisis de imágenes, pues la imagen adquirida es la sombra de la formación de espuma. El plato giratorio y lámpara halógena están en línea para mejorar la adquisición de imágenes, como se muestra en el esquema de la figura 2.8.

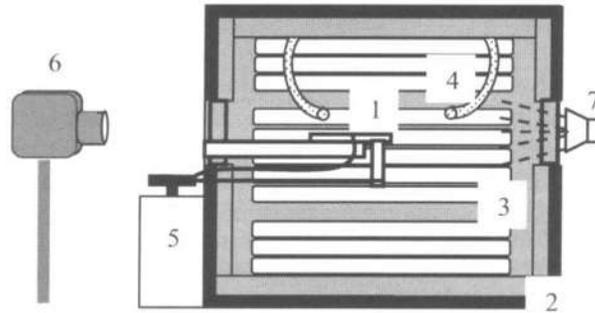


Figura 2.8 Expansómetro de Rodríguez Pérez y col. [12]. (1) placa giratoria y termopar para muestra ; (2) chasis de acero; (3) calentadores cerámicos de infrarrojos; (4) ventiladores de refrigeración; (5) regulador de motor; (6) cámara; (7) luz de fondo.

Klinter y col. [13] implementaron un expansómetro donde la característica principal es el uso de un horno vertical donde se coloca un crisol ligeramente cónico para facilitar la colocación de la muestra espumable. La expansión de volumen se mide mediante un sensor de desplazamiento láser, aprovechando que la expansión de la espuma se ve limitada sólo a crecimiento vertical (figura 2.9). Un émbolo, con contrapeso a aproximadamente 96% de su peso, se emplea para transferir el crecimiento vertical de la espuma al sensor láser, además de que previene la formación de la geometría de cúpula típica en la parte superior de la espuma. Para disminuir el posible colapso por diferencia de temperatura en la cámara de espumado, colocaron un protector de calor que evita pérdidas de calor por convección y que además protege al sensor de desplazamiento.

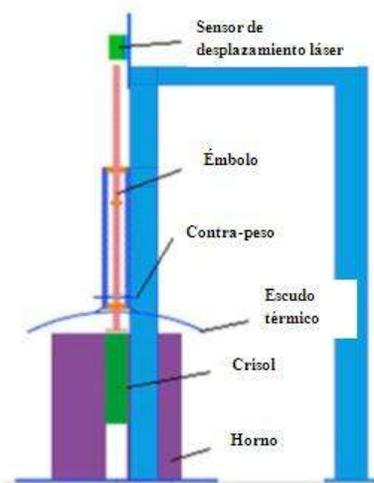


Figura 2.9 Expansómetro vertical propuesto por Klinter y col. [13].

El dispositivo empleado en la presente investigación es el implementado por Monje [10], el cual se basa en el mecanismo propuesto por Klintner [13]. El expansómetro mide la expansión lineal constreñida y consiste en una cámara de calentamiento tipo crisol en el cual se introduce el compactado espumable dentro de un crisol cilíndrico de acero. En la superficie de la espuma se coloca un émbolo extensor de peso mínimo, en un mecanismo con contrapeso, el cual permite transmitir el movimiento expansivo a una superficie fría donde un sensor láser de desplazamiento mide el cambio de altura de la espuma cilíndrica (figura 2.10). La implementación fundamental radica en cómo la señal de expansión vertical registrada por el sensor láser es procesada, graficada y almacenada en un programa en ambiente LabVIEW [10].

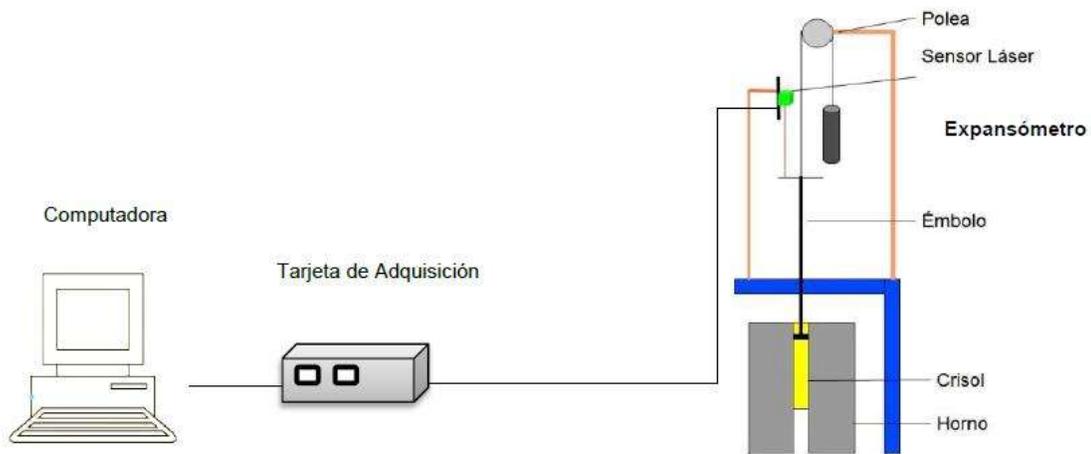


Figura 2.10 Esquema del expansómetro propuesto por Monje [10].

2.2.2 Fenómenos de mojado y estabilización de espumas con partículas cerámicas

El comportamiento del mojado entre metales líquidos y cerámicos influye fuertemente en diversos procesos, como es la producción de materiales compósitos o el comportamiento mecánico de uniones disímil metal-cerámica. La introducción de partículas cerámicas para estabilizar la estructura porosa de espumas de aluminio genera también interfaces de contacto metal-cerámico. Para entender la estabilidad en una espuma metálica, es importante entender que por su alta energía libre superficial, son estructuras termodinámicamente inestables. Por lo

tanto, al hablar del término “estabilidad de la espuma metálica”, se hace mención al retardo cinético del colapso de la espuma [14].

Uno de los efectos más importantes sobre la estabilidad de la espuma y sus propiedades mecánicas está relacionado con las partículas cerámicas mezcladas con los polvos del metal y del agente espumante, cuya función como reforzante y estabilizador en la obtención de espumas depende fuertemente del porcentaje utilizado, del tamaño y del tipo de partículas. El papel que juegan las partículas cerámicas en la estabilización de la espuma del metal líquido ha sido analizado desde el punto de vista de las fuerzas interfaciales y de la viscosidad, así como su influencia en el espesor de la pared de la celda y el tiempo de expansión de la espuma. La reducción del tamaño de la partícula adicionada es ventajosa sólo hasta cierto punto, pues la tendencia creciente para aglomeración de partículas pequeñas, causa dificultades para su arreglo en el metal fundido.

Está comprobada la dificultad de espumar líquidos como un solo componente, sin alguna fracción de fase sólida, debido a la insuficiente estabilidad de la burbuja. De acuerdo a estudios realizados por Kaptay [15, 16] los criterios de estabilidad de espumas líquidas estabilizadas con partículas sólidas, basados en los principios de la presión interfacial de separación que actúa entre dos burbujas vecinas (celdas de la espuma), indica que la mayor probabilidad de estabilizar la espuma es cuando las partículas forman una simple capa de partículas aleatorias, preferiblemente que empacadas en la superficie de la burbuja, que cuando forman capas múltiples de partículas aglomeradas. El rango de ángulo de mojado entre las partículas y el líquido espumado que asegure la estabilidad de los aglomerados burbuja-partícula es propuesto de 50 a 90°. Sin embargo, es conclusivo que la estabilidad además depende de la presión en los poros de la espuma, el radio de las partículas estabilizantes y la tensión superficial del líquido. A partir de esta condición, se recomienda que el tamaño de partículas sólidas para estabilizar espumas de aluminio debe ser menor a 30 μm .

El esquema de la figura 2.11 representa dos burbujas estabilizadas en la interface líquido/gas de una espuma que contiene partículas reforzantes en la interface, de acuerdo a Kaptay [16]. Si la interface burbuja/partícula/gas es estable, entonces las interfaces burbuja/partícula/buruja deberán ser siempre estables en la misma espuma. Cuando dos burbujas cubiertas por partículas entran en contacto, existen dos capas de partículas separándolas entre sí, por tanto, es más segura la estabilización de su interface, en comparación de una burbuja superficial que

muestra una sola capa de partículas que la separa del gas de la superficie ambiente. En otras palabras, la separación D_2 en la figura 2.11 es siempre mayor que la separación D_1 . Es recomendable que las partículas tengan mayor densidad que el líquido metálico para evitar que floten, pero a la vez que sean de densidad próxima entre sí para disminuir efectos de asentamiento.

De los estudios de Kaptay basados en modelado en soluciones acuosas con diferentes sólidos dispersos, y que implica el estudio de factores fisicoquímicos e hidrodinámicos relativos a las interfaces formadas, se establece finalmente que el ángulo de contacto recomendable entre las partículas estabilizadoras y el aluminio líquido para lograr estabilizar espumas metálicas está en el rango de 70° a 86° .

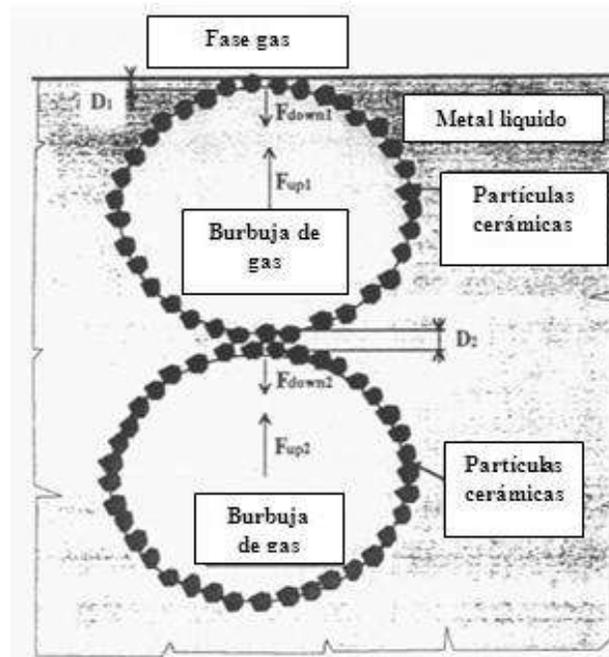


Figura 2.11 Esquema que representa dos burbujas estabilizadas en la interfase líquido/gas de una espuma que contiene partículas reforzantes en la interfase [16].

En un estudio de mojado en condiciones ideales bajo la técnica de la gota pendiente, Kliner y col. [17] investigaron el comportamiento de mojado de diferentes aleaciones de aluminio posibles para la formación de espumas estabilizadas con partículas de alúmina. El estudio fue realizado en un intervalo amplio de temperatura que coincide con las temperaturas típicas de espumado de aluminio y sus aleaciones. La figura 2.12 muestra los resultados reportados para

el mojado de sustratos de alúmina con aluminio puro y aleaciones binarias con Si, Mg y Cu. Se encontró que para las composiciones estudiadas, únicamente el aluminio puro y la aleación Al-7Cu presentan condiciones de mojado óptimas con el cerámico alúmina, lo que supone que partículas de alúmina pueden ser retenidas en las paredes de las células de la aleación durante el proceso de espumado. En la figura se marca en un retablo en rojo la región de óptimo mojado metal-cerámico de 70° a 86° propuesta por Kaptay [15,16]. Tomando esta investigación como base, se presume que la adición de cobre en la superficie de partículas cerámicas de alúmina puede ayudar a contrarrestar el drenado y coalescencia de poros en el espumado, al permitirle a la matriz metálica absorber las partículas de alúmina debido a la buena mojabilidad que presentarán por la presencia de Cu, en un intento por mejorar la estabilidad de espumas de aluminio.

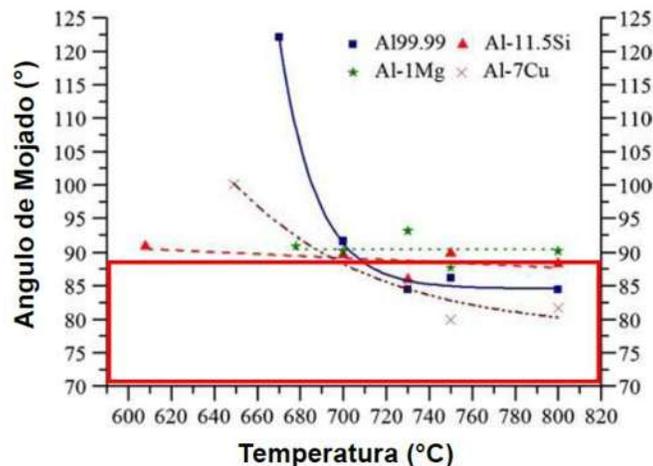


Figura 2.12 Comparación de los ángulos de contacto de mojado de Al, Al-11.5%Si, Al-7%Mg y Al-7%Cu, sobre alúmina [17].

En un esfuerzo para mejorar la estabilidad de espumas de aluminio, Asavavisithchai y col. [18] estudiaron el efecto de adicionar partículas de alúmina en matrices de aluminio y aluminio-magnesio. Los sistemas seleccionados para espumar fueron las composiciones de Al puro, Al-6 % peso Al_2O_3 , Al-0.6 Mg, y Al-0.6Mg-6 % peso Al_2O_3 . El espumado se realizó a 800°C, logrando un buen porcentaje de expansión, pero al realizar un corte transversal de las

espumas en su máxima expansión como se aprecia en la figura 2.13, se observó que la porosidad no es homogénea cuando se añade Mg, con o sin partículas estabilizadoras.

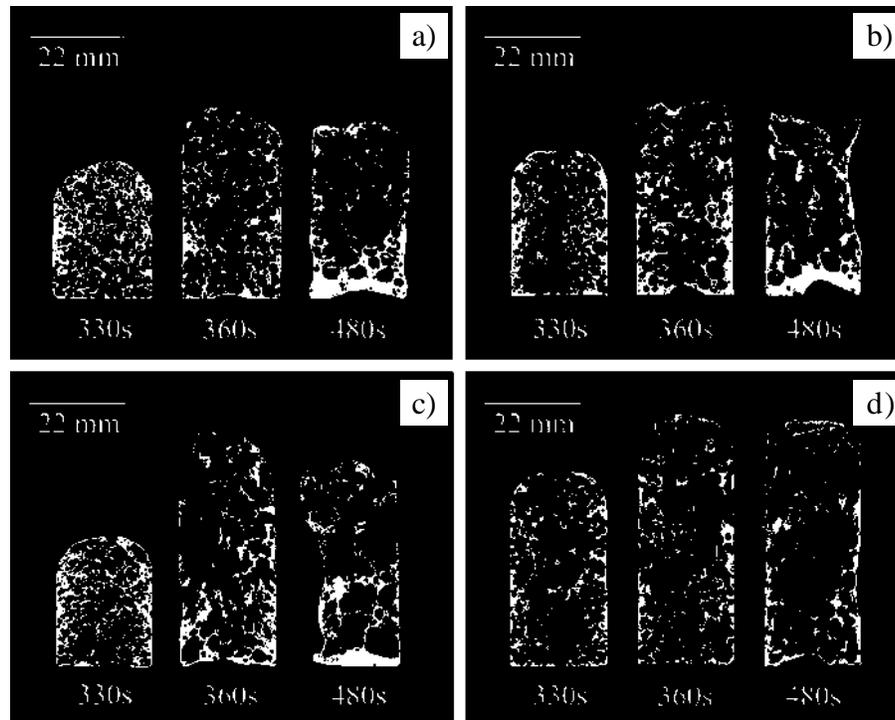


Figura 2.13 Corte transversal a espumas metálicas de: a) Al puro; b) Al-6 % peso Al_2O_3 ; c) Al-0.6Mg; d) Al-0.6Mg-6 % peso Al_2O_3 [18].

Al estudiar por microscopia electrónica de barrido las paredes de las células porosas formadas en las espumas (figura 2.14), se encontró que las partículas de Al_2O_3 se localizaban fuera del cuello metálico, esto debido a la nula mojabilidad que existe entre el cerámico (Al_2O_3) y metal (Al). El resultado respecto a la capacidad de estabilizar la estructura porosa por Asavavisithchai y colaboradores [18], coincide con lo propuesto por Klintner y col. [17] mostrado en la figura 2.12, respecto a que las aleaciones de aluminio con moderado contenido de magnesio, difícilmente están dentro del rango de mojado de 70° a 86° propuesta por Kaptay [15,16] para lograr la estabilización de la porosidad cuando se adicionan partículas cerámicas.

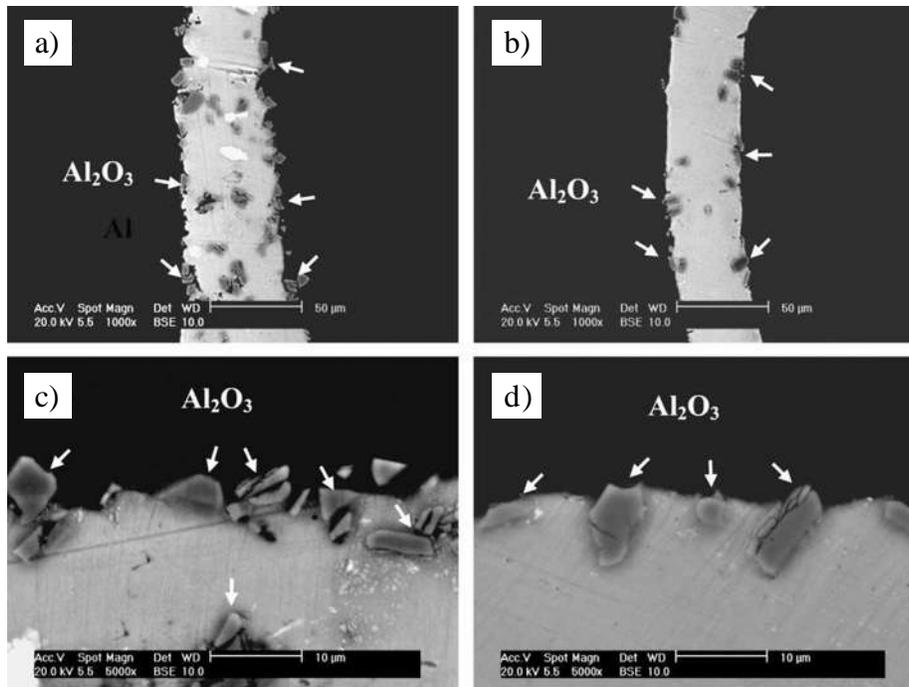


Figura 2.14 Micrografías de las espumas de la Fig. 2.13 donde se observa la localización de las partículas de Al_2O_3 en la superficie de las paredes celulares. a) y c) Al-6 % peso Al_2O_3 ; b) y d) Al-0.6Mg-6 % peso Al_2O_3 [18].

Esmaelzadeh y colaboradores [19] observaron el efecto de la adición de SiC en el comportamiento de formación de espumas metálicas de aleación AlSi7 (figura 2.15). Los polvos de partida fueron Al, Si, SiC y TiH_2 , los cuales fueron mezclados, compactados y posteriormente espumados a temperaturas de 750, 770 y 810°C. Se varió la fracción volumétrica de SiC hasta 10 vol.%, así como su tamaño de partícula (3, 8 y 16 μm). El estudio reporta que el aumento de la cantidad de las partículas de cerámica y/o la disminución del tamaño de partícula, inducen a una estructura porosa de baja uniformidad, lo que se atribuye al efecto de las partículas de cerámica en la viscosidad del aluminio líquido y un adelgazamiento de la pared celular. Se reporta que la mejor composición que permite buena estabilidad y mejoradas propiedades mecánicas fue AlSi7-3 vol. % de SiC a una temperatura de 810°C.

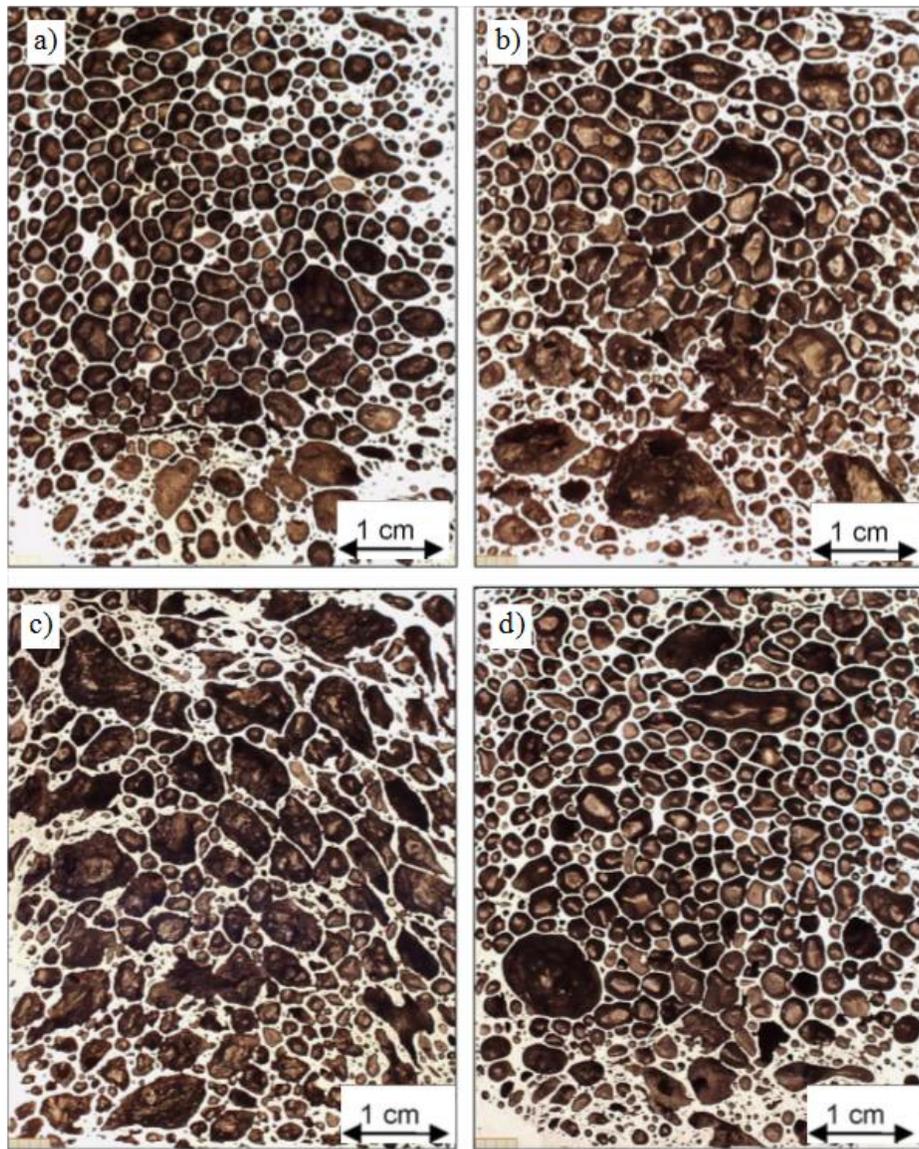


Figura 2.15 Estructura porosa de espumas AlSi₇. a) AlSi₇; b) AlSi₇- 3 vol.% SiC (3μm); c) AlSi₇-6 vol.% SiC (3 μm); d) AlSi₇-3vol.% SiC (16 μm) [19].

Los recubrimientos metálicos pueden funcionar como promotores para el mojado en el aluminio líquido y también protegen al refuerzo cerámico para que no reaccione con la matriz [20]. Monje y col. [10] estudiaron el efecto de la adición de diferentes cantidades de partículas de cerámica en la estabilización de espumas de aluminio preparados por el método de metalurgia de polvos. Partículas cerámicas recubiertas de cobre se utilizaron como estabilizadores y TiH₂ como agente espumante en la cantidad de 1%. La distribución del tamaño de partícula de polvos de partida permitido obtener compactos con 95.2% de

densificación después de la compactación en frío. La adición de cobre en la superficie de la cerámica se realiza por recubrimiento de cobre no electrolítico, obteniendo precursores $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$, con un núcleo cerámico y una superficie metálica. El cobre se utiliza para mejorar la humectabilidad de los materiales cerámicos con la matriz de aluminio. Por lo tanto, las partículas pueden ser retenidas en la matriz durante la formación de espuma, dando estabilidad a la espuma.

En su investigación, Monje y col. [10] reportan que las espumas con 1% vol. Al_2O_3 presentan una mayor expansión. Las espumas sin alúmina añadido tienden a disminuir la densidad de poros (poros/cm^2) con la temperatura, mientras que aquellos con adición de 1% vol. alúmina tienen un máximo de (poros/cm^2) a la temperatura de espumado de 800°C . Aproximadamente el 70% de los poros de las espumas reportadas se encuentran en el intervalo de 1 a 7mm. El revestimiento de cobre resultó efectivo para los autores para lograr la integración de las partículas al interior de los cuellos de las espumas, pues al emplear partículas sin recubrimiento, estas se ubican preferentemente en la superficie de los poros, como se muestra en las imágenes de la figura 2.16. De acuerdo al trabajo reportado por Monje [10] y que antecede a la presente investigación, el metalizado en las partículas de alúmina promueve una mejor distribución de las partículas en el cuerpo poroso, lo que se traduce en reducir la posibilidad de coalescencia entre los poros.

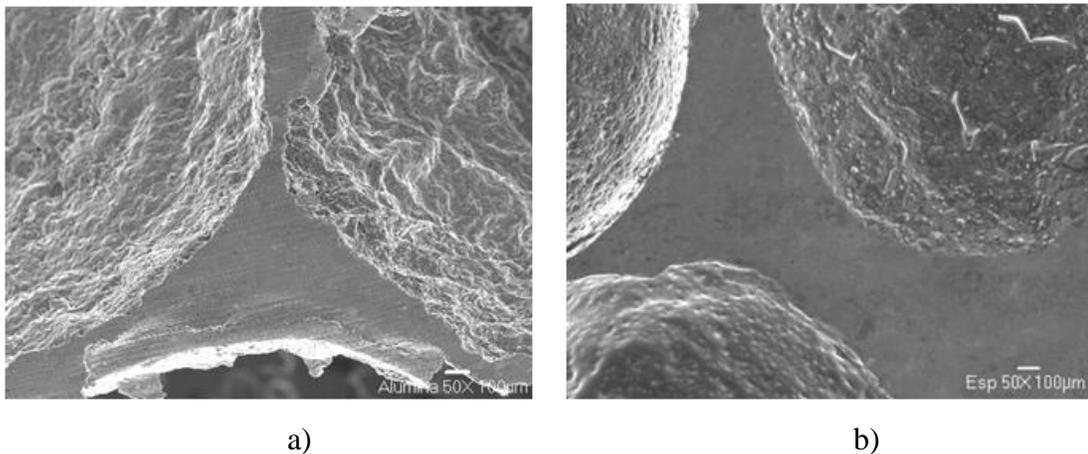


Figura 2.16 Interior de poros entre cuellos en espumas de Al empleando como estabilizador partículas de Al_2O_3 . a) Alúmina metalizada con cobre; b) alúmina sin metalizar [10].

2.3 RECUBRIMIENTO DE PARTÍCULAS CERÁMICAS POR MOLIENDA MECÁNICA

El presente proyecto es continuación de la investigación del grupo de trabajo relativa a mejorar las propiedades de mojado de partículas de alúmina agregadas para estabilizar la estructura de espumas de aluminio. En este caso, se propone la metalización de partículas de alúmina con cobre a través de una técnica de molienda mecánica de alta energía de mezclas alúmina-cobre. Anteriormente, Monje [10] investigó la adición de partículas metalizadas por depositación no-electrolítica.

Hoy en día se han experimentado distintos métodos para alterar la química superficial de los cerámicos, métodos que incluyen depositación química en fase vapor, depositación física en fase vapor, cementación, depositación electrolítica y depositación no-electrolítica, entre otros. A través de molienda mecánica de alta energía es posible lograr una distribución homogénea de partículas de refuerzo dentro de una matriz metálica. La técnica, originalmente propuesta por Benjamín a finales de los 70's, como documenta Suryanarayana [21], fue empleada para producir dispersión de óxidos en superaleaciones base níquel.

La técnica de molienda mecánica se ha extendido a la síntesis de materiales en fases de aleación de equilibrio o no equilibrio, incluyendo soluciones sólidas, compuestos intermetálicos y aleaciones amorfas.

En esencia, el proceso implica la transferencia de un material a otro para obtener una aleación homogénea por medio de repetidos mecanismos de deformación/soldadura y fractura. Los fenómenos fundamentales que ocurren durante la molienda son colisión bolas-polvo y bolas-polvo-pared; las bolas chocan de manera repetida, mientras que las partículas de metal y cerámico quedan atrapadas entre ellas. Así, la intensidad de molienda aumenta rápidamente con la frecuencia de impacto, la velocidad y la masa de las bolas. La estructura interna del producto se ve afectada por procesos de deformación y fractura del tipo dúctil-dúctil, frágil-dúctil y frágil-frágil [21].

En la preparación de polvos compósitos cobre-alúmina a partir de los polvos elementales, como propone este trabajo de investigación para el reforzamiento y estabilización de espumas de aluminio, se presenta el fenómeno de molienda frágil-dúctil, donde las partículas duras de alúmina se encuentran dispersas en una matriz dúctil de cobre. La evolución microestructural

de los sistemas frágil-dúctil está documentada por Suryanarayana [21] y Fogagnolo [22]. En las primeras etapas del proceso, las partículas dúctiles son deformadas mientras que las frágiles sufren fragmentación; entonces, cuando las partículas dúctiles comienzan a soldarse, las partículas frágiles se interponen entre dos o más partículas dúctiles en el instante del choque entre bolas. Como resultado, las partículas duras fragmentadas de refuerzo se colocan en los límites interfaciales de las partículas metálicas soldadas, y el resultado es la formación de una partícula de material compuesto real. El mecanismo que ocurre para un sistema dúctil-frágil se ilustra en la figura 2.17.



Figura 2.17 Diferentes etapas de un sistema dúctil/frágil durante aleación mecánica [21].

La figura 2.18 muestra la microestructura característica de polvos compósitos de sistemas frágil-dúctil. Las imágenes corresponden a partículas compuestas preparadas por molienda de alta energía en los sistemas de partículas NiO dispersas en una matriz de Al, estudiado por Fogagnolo y col. [23], empleando una relación carga-bolas de 4:1 y microcera para evitar soldadura excesiva entre partículas; partículas compósito Al-10% AlN en atmósfera de argón a 25 h de molienda por Abdoli y col. [24]; y partículas Cu-Ag/AlN en molino planetario de alta energía a 16 h y 200 rpm por Jiménez y col. [25]. De estos trabajos se concluye que mediante molienda de alta energía es posible envolver partículas frágiles en una matriz dúctil, lo que se demuestra por la incrustación de las partículas duras en la matriz metálica. La aleación deseada entre las partículas de polvo sólo se puede producir cuando se mantiene un equilibrio entre la soldadura en frío y la fractura de las partículas.

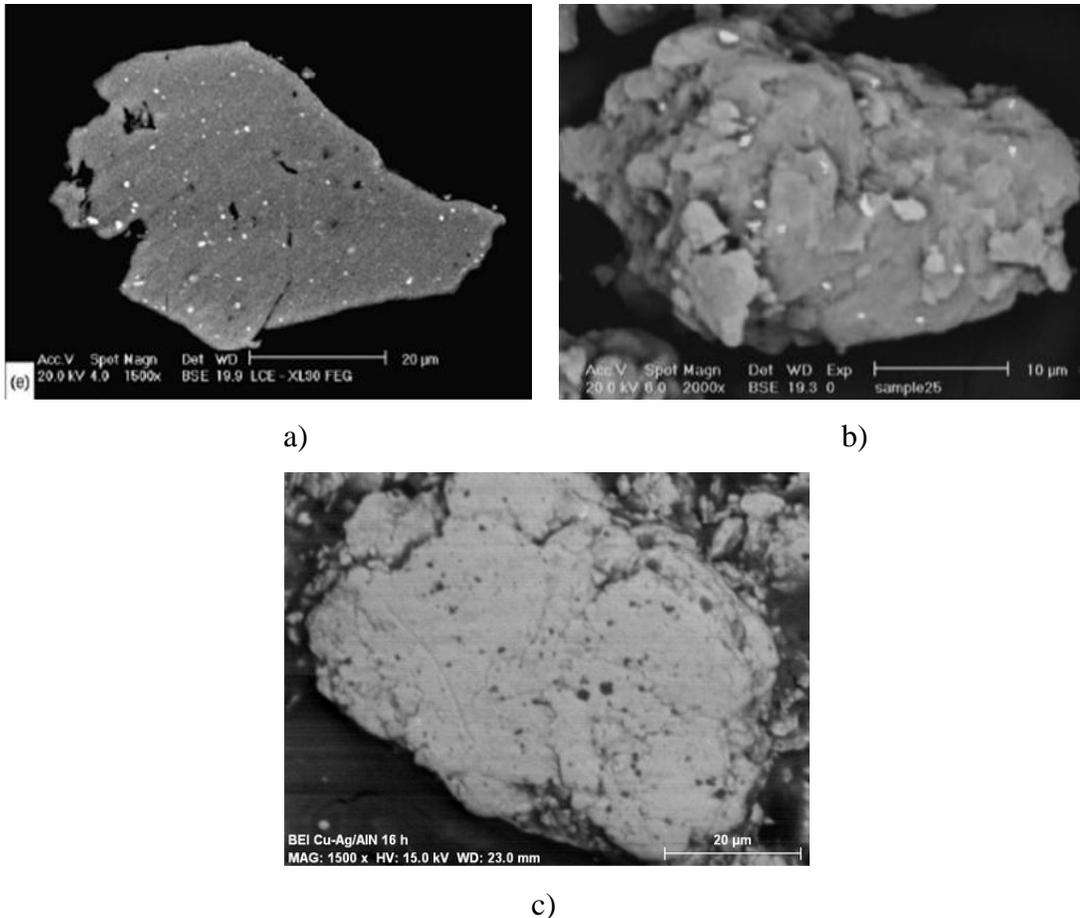


Figura 2.18 Microestructura de polvos compósitos preparados por molienda mecánica de alta energía. a) Al/NiO [23]; b) Al/AlN [24]; c) AlN dispersado en matriz Cu-Ag [25].

2.4 PROPIEDADES MECANICAS DE ESPUMAS METALICAS

Las propiedades de las espumas de aluminio están directamente ligadas a la composición química y a la proporción y morfología entre las zonas sólidas y gaseosas que componen su estructura. Así, sus propiedades mecánicas son función directa de la densidad relativa y la estructura del poro que las forma. En un trabajo científico de revisión de la literatura, Gutiérrez-Vázquez y J. Oñoro [26] resumen las propiedades y aplicaciones de espumas de aluminio. Entre otros aspectos, describen temática relativa a la evaluación del módulo elástico, límite elástico, carga de ruptura y absorción de energía de las espumas de aluminio. Para este trabajo de investigación es particularmente relevante la información de resistencia a la compresión de espumas, tema que se enfatiza a continuación.

Puesto que las propiedades de densidad de las espumas dependen en gran medida del arreglo y estructura del sólido poroso, es fundamental cuantificar parámetros geométricos como los siguientes en la interpretación de su conducta mecánica:

- Número de poros por unidad de superficie
- Área de los poros por unidad de volumen
- Volumen de los poros por unidad de volumen

De manera general, se reporta que al disminuir la densidad de las espumas de aluminio, el volumen de poros por unidad de volumen crece, mientras que el número de poros por unidad de superficie y el área de los poros por unidad de volumen disminuyen. En un estudio del efecto del tamaño del poro y la densidad relativa de espumas de aluminio de poro esférico sobre las propiedades mecánicas de la espuma, Jiang y col. [27] reportan que la reproducibilidad de las propiedades de compresión y el control de la densidad relativa de la espuma aumentan al disminuir el tamaño de los poros. Así mismo, la curva de compresión es mayor con el aumento del tamaño de poros y la densidad relativa.

Es común ensayar a los metales celulares a pruebas de compresión, ya que muchas estructuras con este tipo de materiales se diseñan para trabajar a compresión. La dirección de deformación es importante en los resultados obtenidos y se suele especificar que ésta sea paralela a la dirección del crecimiento de la espuma. En su revisión, Gutiérrez-Vázquez y Oñoro [26] muestran que una curva típica compresión-deformación se caracteriza por una zona plana o meseta extendida hasta valores de compresión alrededor de 60 %. Espumas con densidades altas pueden presentar un desarrollo más plano debido a la mayor resistencia que proporciona la eliminación de las paredes de la espuma en el curso de la deformación. El nivel de tensión de la región de la meseta es el esfuerzo de compresión característico para cada material matriz y función de la densidad de la espuma.

El comportamiento esfuerzo-deformación durante la compresión de una espuma metálica difiere de la del metal precursor como se muestra en la figura 2.19. La carga inicial parece ser elástica, sin embargo, la curva de carga inicial no es recta y su pendiente es a menudo menor que el módulo real del metal precursor ya que algunas celdas (cuellos y paredes de los poros) ceden a cargas muy bajas [28]. Para determinar el módulo de Young verdadero de una espuma, primeramente se aplica una carga durante el rango de elasticidad de la espuma,

retirando la carga para medir la pendiente de la curva. Una vez que el esfuerzo es lo suficientemente alto para causar que las celdas de la espuma comiencen a ceder, el esfuerzo no aumenta hasta que la espuma se densifica y comienza a comportarse como el metal precursor, causando que la curva de esfuerzo-deformación se eleve progresivamente.

Análisis por elementos finitos han demostrado que las espumas metálicas son poco sensibles a muescas y agujeros; grietas o cambios de diámetro no afectan notablemente sus propiedades de resistencia a la tracción. Por lo tanto, las estructuras basadas en espumas son más tolerantes a los daños, y el comportamiento durante la falla es menos catastrófico que la de un metal sólido [29].

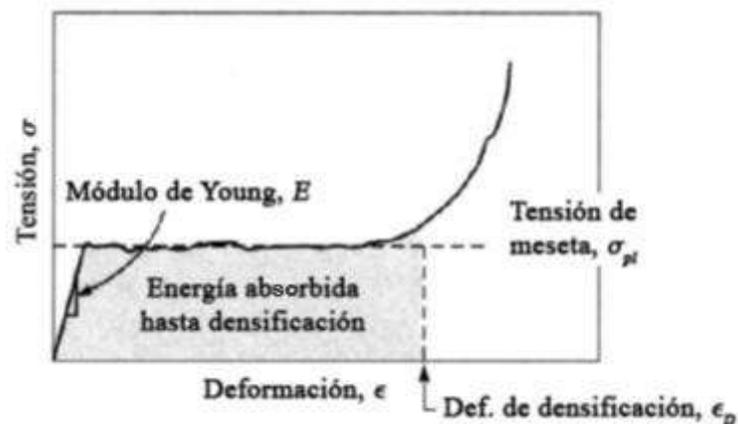


Figura 2.19 Curva esfuerzo-deformación de compresión de las espumas metálicas [28].

Otra característica muy interesante, en relación con el comportamiento mecánico a la compresión de las espumas metálicas, es la enorme capacidad de absorción de energía. La deformación por compresión de materiales metálicos celulares no es un proceso puramente dúctil; durante el ensayo aparecen fracturas en bandas horizontales a la carga aplicada. La falla de la espuma procede a través de la formación, multiplicación y propagación de las bandas de deformación en la muestra, lo que se traduce en alta absorción de energía durante la deformación no elástica. Bastawros y col. [30] identifican tres estados en la respuesta a la deformación por compactación axial de espumas de aluminio. La primera etapa implica deformación plástica localizada en los nodos de las celdas y ocurre uniformemente en la espuma. La segunda envuelve bandas discretas de deformación concentrada conteniendo paredes de celda que experimentan arqueado plástico, elásticamente constreñidas por las celdas

vecinas. En esta fase, conforme incrementa la carga, las bandas previamente formadas endurecen, dando paso a nuevas bandas en regiones vecinas. Las bandas localizadas exhiben una correlación de rango-largo con bandas vecinas separadas por 3-4 celdas a lo largo de la dirección de carga. En tercer lugar, en coincidencia con el pico de esfuerzo a la máxima deformación elástica σ_0 , una de las bandas exhibe colapso plástico completo. Conforme aumenta la deformación, el proceso se repite, y está sujeto a oscilaciones menores alrededor del esfuerzo σ_0 . La figura 2.20 muestra imágenes por microscopía óptica de la superficie de las celdas de una espuma de aluminio *Alporas* en sus condiciones de recién recibida y con colapso de bandas por compresión, al deformar bajo carga a 4.4% [30].

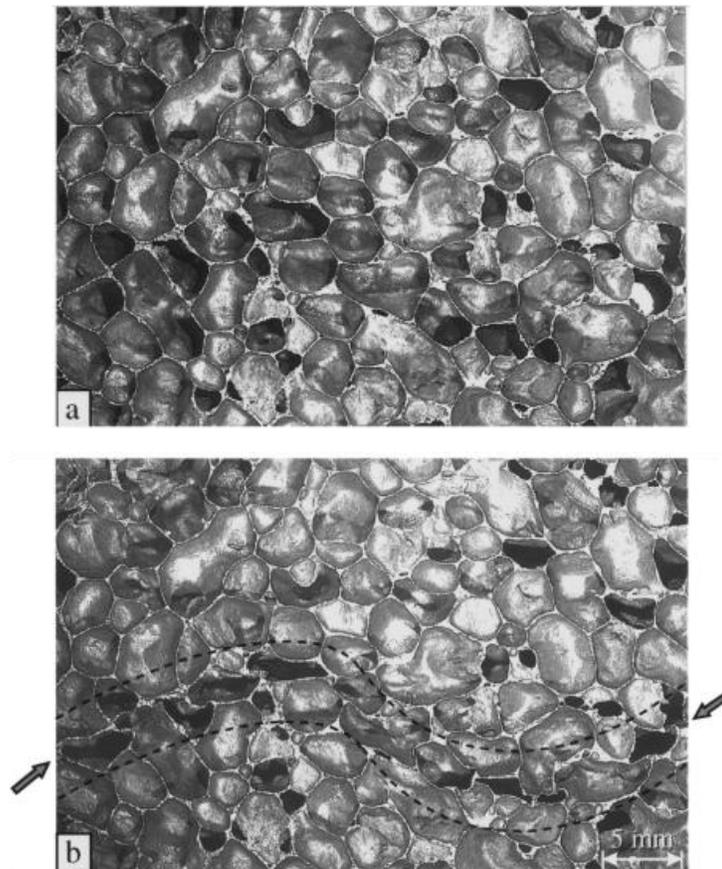


Figura 2.20 Imágenes ópticas de la superficie de células de una espuma de Al [30].
a) Antes de la carga de compresión. b) Bajo carga a deformación 4.4%

Koza y col. [31] estudiaron la compresibilidad de espumas de aluminio de diferente tamaño y densidad a una velocidad de desplazamiento de carga de 1 mm/s. Las espumas se prepararon a

partir de una mezcla AlSi10 + 0.7% TiH₂ por tecnología de polvos, teniendo forma de cilindros de 22 mm de diámetro y longitudes de 30 y 60 mm. Las curvas de compresión para las muestras se muestran en la figura 2.21. Las curvas muestran la forma característica de la compresión de espumas metálicas y comprenden tres regiones: *i*) un primer pico de deformación, a menudo definido como un límite de elasticidad superior, correspondiente a una deformación elasto-plástica de hasta 1%; *ii*) una extensa meseta con deformación del 70%; *iii*) una región de rápido incremento de esfuerzo, donde las paredes celulares se comprimen completamente, y la espuma se comporta como un material libre de porosidad.

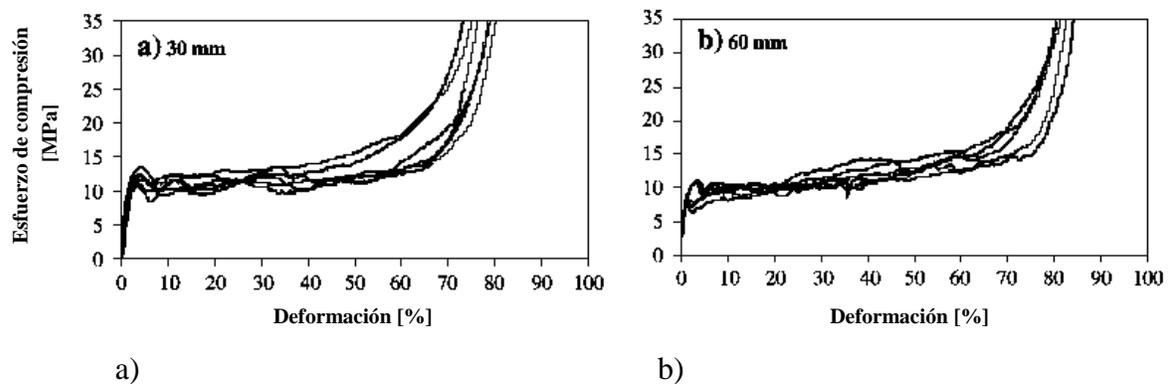


Figura 2.21 Curvas de compresión de espumas de aluminio AlSi₁₀ de longitud: a) 30 mm; b) 60 mm [31].

Se reporta que los especímenes de mayor longitud exhiben una resistencia media menor y una dispersión menor de los valores de resistencia con la densidad, que aquellas muestras de menor longitud. Esta conducta se explica en términos de la mayor probabilidad de que existan regiones de menor densidad en las muestras más largas. La figura 2.22 corresponde a curvas de compresión de muestras con la misma longitud y densidad relativa de 0.19, pero diferente tamaño de poros. Es evidente que la muestra de mayor tamaño de poro presenta una mayor resistencia a la compresión a cualquier estado de deformación. La mayor diferencia en la caída de esfuerzo del primer pico de deformación en la muestra de poros más grandes, se asocia precisamente con el colapso de una línea de poros mayores, la cual se supone es equivalente en dimensión con el tamaño de poros que está siendo colapsado. La extensión de la línea meseta es de primordial importancia para aplicaciones de la esponja como absorbedor de energía.

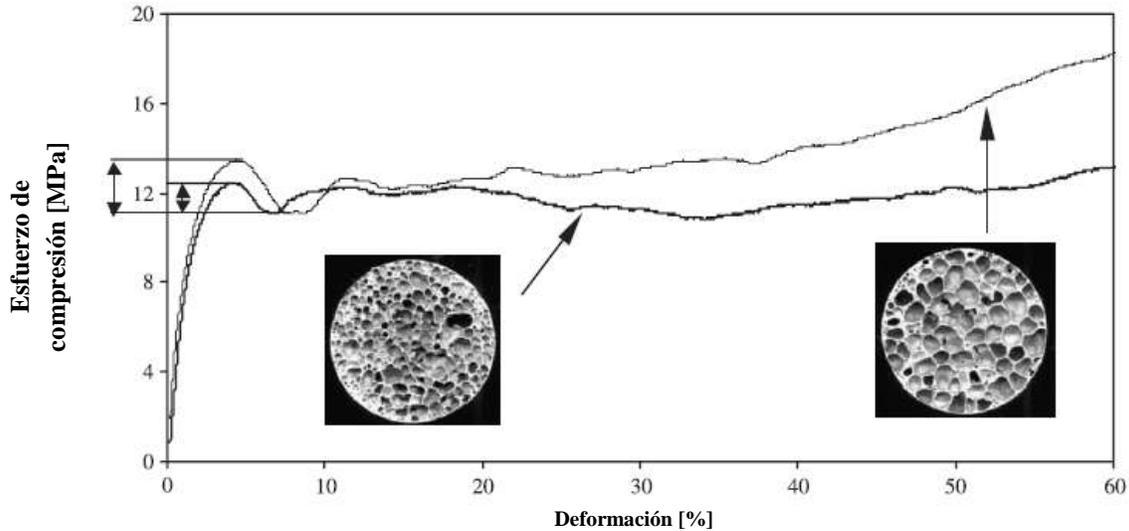


Figura 2.22 Curvas esfuerzo-deformación para espumas AlSi₁₀ de densidad relativa 0.19 con diferente tamaño de poros [31].

El efecto del tamaño de las muestras y presencia de defectos estructurales en espumas ha sido estudiado por otros investigadores. Jeon y Asahina [32] investigaron el efecto de defectos celulares tales como celdas parcialmente unidas, celdas faltantes y celdas colapsadas, además del efecto del tamaño de la muestra ensayada, en la conducta a la compresión de espumas comerciales de aluminio *ALPORAS*. La figura 2.23 presenta las curvas de compresión de muestras libres de defectos; se reportan resultados para muestras cúbicas preparadas por cortes de descarga eléctrica de tamaños de 50 hasta 8 mm³. Se reporta que el tamaño de la muestra no afecta de manera significativa la conducta de deformación bajo compresión. Por el contrario, los defectos de celdas parcialmente unidas y celdas faltantes, causan serias desviaciones de la respuesta esfuerzo-deformación, reduciendo significativamente el módulo elástico y esfuerzo plástico al colapso de las espumas. El defecto de celdas colapsadas reducen el módulo elástico pero no afecta mínimamente el esfuerzo al colapso. Se reportan valores de esfuerzo plástico al colapso para las espumas libres de defectos de la figura 2.24, de 1.55-1.65 MPa, mientras que el módulo elástico varía de 777 MPa para las muestras de 50 cm³ hasta 584 MPa para aquellas de 8 cm³.

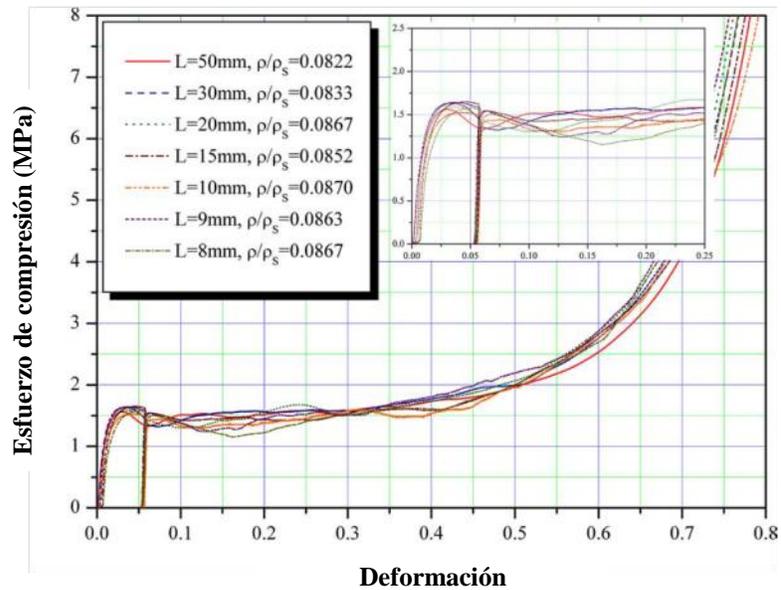


Figura 2.23 Curvas esfuerzo-deformación para ensayos a la compresión de espumas de geometría cúbica de diferente volumen y misma densidad relativa [32].

Yongliang-Mu y col [33] realizaron ensayos de compresión para espumas de aluminio de célula cerrada fabricados por la ruta de fusión. El más importante mecanismo de deformación a la compresión propuesto, consiste de deformación dúctil y efectos de fricción. La figura 2.24 presenta imágenes representativas de la muestra antes del ensayo de compresión y a una deformación de 0.1. Después del estado de elasticidad lineal, las células colapsan cuando el momento ejercido en las células excede el momento plástico total. Las celdas mostradas fallaron por vencimiento plástico. Mayor compresión resulta en la liberación de esfuerzo y redistribución de esfuerzos debido a la formación de bandas de deformación, como se observa se forma entre los puntos señalados D, E, G y H. La figura resalta dos características de deformación de espumas de aluminio bajo compresión. Por un lado, la deformación permanente no siempre está asociada en la región de celdas largas, lo que se atribuye a una menor concentración de defectos en la región de celadas grandes. Por otro lado, la forma de las celdas tiene un gran efecto en el mecanismo de deformación, lo que conlleva a variación en la respuesta mecánica del material.

La figura 2.24b muestra tres posibles mecanismos de deformación a nivel de las células. El modo I en la celda A indica que la deformación es principalmente perpendicular a la dirección de carga, con deformación biaxial y cortante. El modo II en la celda D, incluye rotación en adición a al esfuerzo cortante. El modo III en la celda G combina distorsión con corte en un plano.

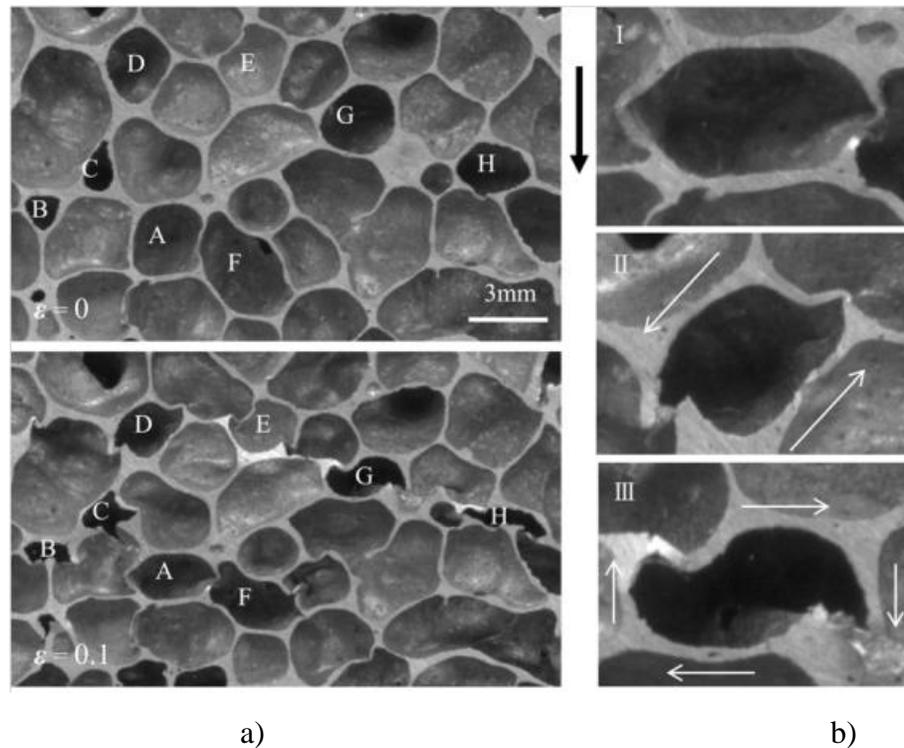


Figura 2.24 Micrografía que muestra la deformación de células antes y durante el ensayo de compresión. La flecha indica la dirección de compresión. Del lado derecho, tres modos de fallas de células porosas [33].

Las espumas de aluminio también pueden ser ensayadas al impacto, pues presentan alta eficiencia absorbiendo energía dinámica, ya que su velocidad de deformación es casi constante para un amplio rango de velocidades de aplicación de la carga. La estructura altamente isotrópica de la espuma hace que la energía mecánica recibida se disperse por igual en todas las direcciones. Durante el impacto los poros se colapsan y actúan de amortiguador, disipando la energía de choque [26]. Respecto a ensayos de tracción, las espumas de aluminio muestran un comportamiento frágil bajo carga [26]. Una vez ensayadas, las roturas en espumas son tensionadas, lo que indica que la deformación elástica es seguida por una tensión plástica que

provoca un fallo inmediato de la espuma. Los poros individuales actúan como muescas que propician el inicio de la fractura, por consiguiente, la reducción de los defectos estructurales a través de la mejora de técnicas de manufactura es esencial para mejorar las propiedades mecánicas de estos materiales.

METODOLOGIA EXPERIMENTAL

El objetivo principal del trabajo de investigación es estudiar la conducta de espumado de diferentes mezclas de aluminio, con y sin recubrimiento de cobre. Para ello, es necesario obtener curvas de expansión que muestren la evolución de las espumas metálicas durante su proceso de formación. Se prepararon tres diferentes mezclas compactadas para espumado. Los compactados fueron espumados isotérmicamente a tres temperaturas diferentes, determinando así su efecto y relación con las mezclas precursoras en la evolución de la estructura de las espumas y sus propiedades a la compresión. El esquema de la figura 3.1 resume la parte experimental del trabajo.

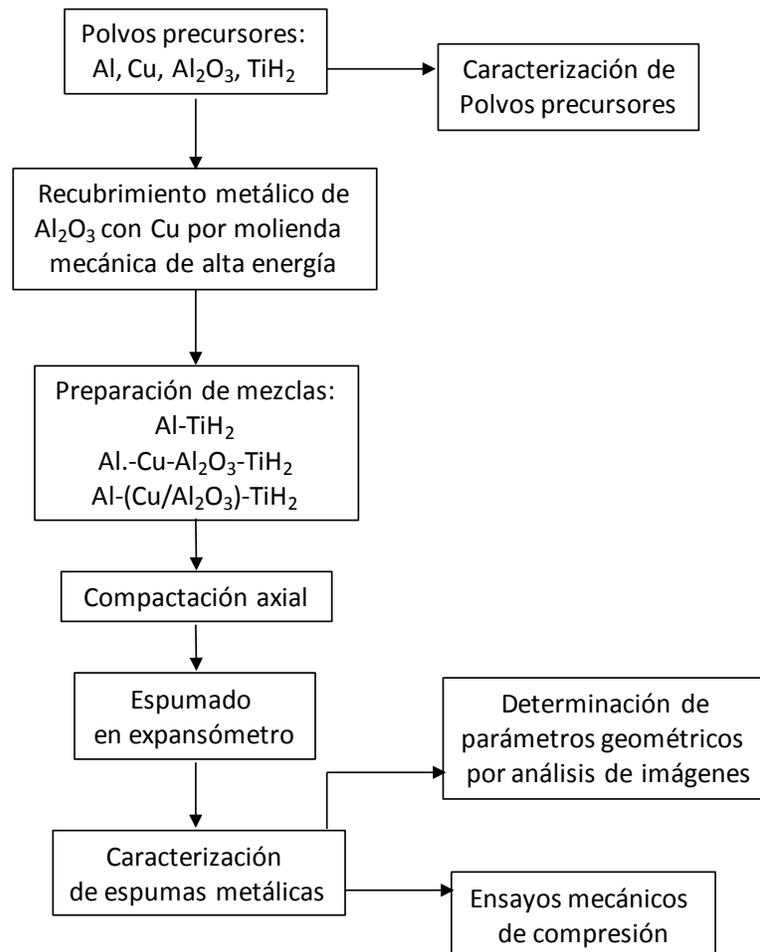


Figura 3.1 Diagrama de bloques para la obtención y caracterización de espumas. En los sistemas Al-TiH₂, Al-TiH₂-Cu-Al₂O₃, Al-TiH₂-(Cu/Al₂O₃).

3.1 CARACTERÍSTICAS DE POLVOS PRECURSORES

En la preparación de las espumas de aluminio se emplearon polvos comerciales de diferentes proveedores. Las partículas de alúmina y los polvos de cobre se sometieron a un proceso de molienda de alta energía en la obtención de polvos compósitos cobre-alúmina, mientras que hidruro de titanio es empleado como agente espumante en las mezclas de compactación de los compactos espumables. La tabla III.1 presenta las características principales y proveedores de los materiales.

Tabla III.1 Polvos precursores en la preparación de compactados espumables de aluminio.

Material	Proveedor
Aluminio	Titanium Chemical Supply S.A. de C.V., 99.8%, malla -325
Hidruro de titanio	Alfa Aesar 99%, malla -325
Cobre	Atlantic Equipment Engineers 99.9%, malla -325
Alúmina	Alundum Acid Treat 98.0% min, malla 1200

3.2 CARACTERIZACIÓN DE POLVOS PRECURSORES

3.2.1 Difracción de rayos X

La difracción de rayos-X es una técnica para la determinación e identificación de estructuras cristalinas. Se practicaron análisis por rayos-X para determinar la posible presencia de impurezas en las materias primas. El difractómetro utilizado fue un SIEMENS D-5000 en el rango de detección de 20 a 80 grados a velocidad de muestra de 0.01 pasos/segundo, con radiación de lámpara de cobre. Se ensayaron muestras de Al, Cu, Al₂O₃, TiH₂ y alúmina con recubrimiento de Cu (Cu/Al₂O₃).

3.2.2 Determinación de tamaño de partícula

En la determinación del tamaño y distribución de tamaño de partícula se empleó un analizador centrífugo de partícula HORIBA CAPA 300, cuyo principio de funcionamiento es la sedimentación de polvos y cuantificación por medio de transmitancia de luz.

3.2.3 Microscopía electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento diseñado para estudiar en alta resolución la superficie de los sólidos. Los polvos de partida así como las espumas metálicas, fueron observados en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM6400 en modo de electrones secundarios y retrodispersados. Se estudió la morfología y grado de agregación de los polvos, así como características estructurales de las espumas. Se efectuaron análisis químicos puntuales y mapeos de distribución elemental mediante la herramienta EDS Bruker.

3.3 PRE-TRATAMIENTO DE POLVOS

3.3.1 Pasivación de los polvos de TiH_2

El agente espumante hidruro de titanio (TiH_2 , Alfa Aesar 99%, -325 mesh) fue oxidado por 2 horas a 400°C con el propósito de formar una ligera capa de óxido en su superficie que sirva como barrera mecánica para retrasar la liberación de H_2 producto de la descomposición térmica. Este procedimiento se llevó a cabo en una mufla Thermolyne Modelo 1300.

3.3.2 Metalizado de polvos cerámicos

El metalizado de los polvos de Al_2O_3 se llevó a cabo por molienda mecánica en un molino planetario de alta energía para uso de laboratorio RESTCH PM 400 MA (figura 3.2). Se colocaron 4g de una mezcla de polvos de 61.9% de Cu y 38.1% de Al_2O_3 , que de acuerdo a cálculos estequiométricos, una vez mezclado con los polvos de Al e TiH_2 , dará paso a espumas con 1% vol de Al_2O_3 y una matriz de aluminio con 2% peso de Cu. La molienda se

efectuó empleando contenedores y bolas de molienda de ágata, con una relación en peso/bolas de 1:12, y tres gotas de ácido acético como agente controlador del proceso. El metalizado por molienda de alta energía se practicó por un lapso de 8 horas a 200 rpm.



Figura 3.2 Molino planetario de alta energía RESTCH PM 400 MA y contenedores.

Los polvos metalizados se redujeron a una temperatura de 400°C por un tiempo de 30 minutos en atmósfera de hidrógeno con la finalidad de eliminar la película de óxido formada de cobre sobre la superficie de las partículas metalizadas durante la molienda mecánica de alta energía, debido a que el molino planetario no cuenta con las condiciones necesarias para controlar la atmósfera.

3.4 PREPARACIÓN DE MEZCLAS

Los polvos precursores fueron mezclados en seco en un molino de bolas tradicional empleando bolas cerámicas de alúmina de 3 mm de diámetro como medio de molienda en contenedores plásticos de 1 litro de capacidad. Aproximadamente 70 gramos de mezcla homogénea fueron preparados en tiempos de mezclado de 40 minutos, empleando una relación

peso mezcla/bolas de 1:3. Se prepararon 3 diferentes composiciones con la finalidad de estudiar el efecto de la adición de partículas de alúmina metalizadas y sin metalizar en la estabilización de las espumas. La relación en gramos de cada compacto espumable se muestra en la tabla III.2. En todas las mezclas preparadas se tomó siempre constante la cantidad del agente espumante TiH_2 , el cual fue añadido en proporción de 0.5% en peso. La primera composición corresponde a una mezcla de Al puro y TiH_2 ; la segunda corresponde a una mezcla de polvos de Al, Al_2O_3 , y Cu con el agente TiH_2 ; y la tercera composición comprende una mezcla de polvos de Al, Cu/ Al_2O_3 (metalizado) y TiH_2 .

Tabla III.2 Composición de mezclas para preparación de espumas metálicas.

	Composición 1	Composición 2	Composición 3
	Al - TiH_2	Al, Al_2O_3 , Cu - TiH_2	Al,(Cu/ Al_2O_3) - TiH_2
Al	13.83g	13.35g	13.27g
Cu	--	0.27g	--
Al_2O_3	--	0.2g	--
TiH_2	0.07g	0.07g	0.07g
Cu/ Al_2O_3 (metalizado)	--	--	0.55g

3.5 PRENSADO UNIAXIAL

En el presente trabajo se elimina la etapa de compactación en caliente que normalmente acompaña el procedimiento de formación de espumas. En su lugar, se realizó el compactado en frío a mayor carga y se eligieron polvos con distribución de tamaño adecuada que conduzcan a lograr alta densificación. Se estudió la relación entre el grado de compactación y el volumen de espumado, al preparar compactados cilíndricos de aluminio puro con 0.5 % TiH_2 , diámetro 25.4 mm y 10 mm de altura, a cargas de compactación axial de 5, 10, 15 y 20 ton con una permanencia de 10 minutos. La compactación uniaxial en frío se practicó utilizando dados cilíndricos de acero en una prensa hidráulica automática CARVER 3894.4PR0B00 (figura 3.3). Se prepararon compactos cilíndricos de 2.54 cm de diámetro; se efectuaron cálculos en base a la geometría de la muestra y la densidad de la mezcla de polvos

para agregar la cantidad precisa que permitiera obtener compactos de aproximadamente 1 cm de espesor.



a)

b)

Figura 3.3 a) Prensa hidráulica automática CARVER 3894.4PR0B00. b) compacto precursor Al-TiH₂.

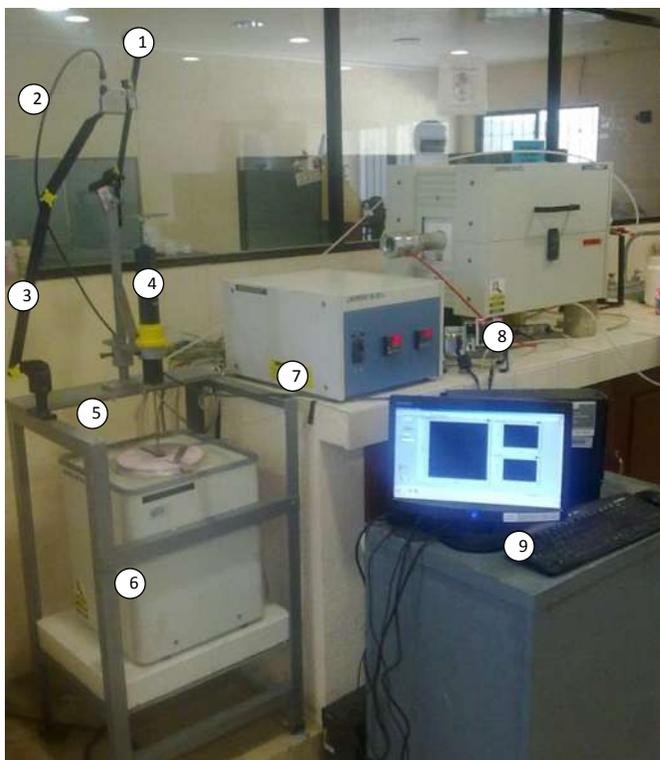
3.6 ESPUMADO

Los compactos precursores espumables fueron sometidos a espumado en un crisol de acero inoxidable que permite sólo la expansión direccional en el eje vertical. Las temperaturas de espumado se fijaron en 775, 800 y 825°C, para todas las composiciones. El espumado constreñido se efectuó en un Expansómetro-Láser, equipo que permite registrar in-situ el grado de expansión en función del tiempo. Se denomina espumado constreñido al proceso en el cual la geometría final del cuerpo celular es gobernada por el recipiente que contiene a la espuma; con base en esto, se pueden estandarizar las mediciones en distintas condiciones experimentales y compararlas entre sí, y poder por tanto, concluir cual es la mejor condición de espumado.

3.6.1 Expansómetro-Láser

La evolución de la espuma se registró experimentalmente monitoreando in-situ y en tiempo real el cambio de altura en función del tiempo con la ayuda de un dispositivo tipo Expansómetro-Láser, especialmente diseñado y construido para tal motivo. Se empleó una interfaz de medición con ayuda del programador gráfico LabVIEW 2009, de esta manera, es posible visualizar gráficamente la evolución del espumado in-situ. Para obtener las gráficas de expansión contra tiempo, fue necesario procesar los datos de desplazamiento obtenidos en una hoja de cálculo.

La figura 3.4 muestra el equipo Expansómetro-Láser, armado y montado en el laboratorio. En la parte izquierda se aprecia la cámara de expansión con el arreglo mecánico de desplazamiento de polea y émbolo, con el sensor láser en su parte superior; a la derecha, el sistema de adquisición de datos y el controlador de temperatura. Mayores detalles del arreglo experimental se señalan en Apéndice I.



Partes constituyentes del Expansómetro-Láser	
1	Polea de movimiento y contrapeso
2	Sensor de desplazamiento láser
3	Brazo mecánico
4	Cañón guía de lineación
5	Embolo extensor de desplazamiento
6	Horno cámara de expansión
7	Controlador de temperatura
8	Módulo IN-9215 en chasis
9	PC/controlador y software

Figura 3.4 Expansómetro-Láser construido en IIM para espumado de metales ligeros.

3.7 CARACTERIZACION DE ESPUMAS METALICAS

Las espumas metálicas se caracterizan según su densidad, tamaño y morfología de poros, así como las características en las paredes y cuellos que componen su estructura. Para analizar el comportamiento de las espumas y sus posibles usos, es necesario utilizar técnicas de caracterización las cuales nos permiten hacer mejoras en proceso de fabricación, propiedades físicas, mecánicas y químicas, que nos permitan obtener un producto final con las mejoras en las características para su uso final.

3.7.1 Análisis de Imágenes

Con la ayuda del programa Analizador de Imágenes SigmaScan Pro 5 [34], las espumas fueron caracterizadas cuantitativamente en función del número y densidad de poros (poros/cm²), tamaño de poro (diámetro de Feret), y forma de los poros (factor de forma). El procedimiento de medición de los parámetros geométricos descriptivos del material poroso se describe a continuación:

1. Lavado en solución de jabón y cepillo de cerdas plásticas y enjuagado en agua.
2. Enjuague en agua destilada.
3. Lavado en etanol y cepillo de cerdas plásticas y enjuagado en agua.
4. Limpieza en tina ultrasónica *Branson 2510* empleando un medio de acetona durante 10 minutos.

Las secciones de las espumas fueron limpiadas y detalladas en la cara expuesta al corte por desbaste progresivo en papel abrasivo de carburo de silicio grado 200, 400, 600 y 800, con el fin de eliminar imperfecciones del corte de diamante y obtener caras completamente tersas. Para proveer mayor contraste de los huecos expuestos (poros), se aplicó una capa de pintura en aerosol en color negro a la superficie, retirando el exceso con solventes de la superficie plana. Las muestra así preparadas quedan pintadas en alto contraste únicamente en el interior de los poros, lo que proporciona mayor definición y contraste a la imagen. Las secciones de espumas así detalladas son digitalizadas en un escáner Scanjet HP 4500C, y las imágenes resultantes analizadas con el programa SigmaScan Pro 5. Los poros en las espumas metálicas son esencialmente esféricos y parcialmente cerrados. Con la información estadística obtenida, se

generaron gráficos del tipo histogramas de frecuencias del tamaño y factor de forma de los poros en las espumas.

3.8 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Las secciones de las espumas de aluminio fueron examinadas en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400. El objeto de este estudio es examinar la textura del interior de la pared de los poros, la consistencia de las paredes de aluminio que forman las células porosas, además de la disposición de las partículas estabilizadoras en la espuma. Complementariamente se efectuaron análisis de energía dispersiva de rayos-X (EDS), en la caracterización química de los polvos precursores y del producto inicial.

3.9 ENSAYOS MECANICOS DE COMPRESION

El ensayo de compresión se llevó a cabo a temperatura ambiente en una maquina de ensayos universal Zwick/Roell-equipada con una celda de carga de 100 kN. Las muestras fueron comprimidas entre dos placas de acero planas a una velocidad de desplazamiento del émbolo de carga de 1 mm/min. La carga externa fue aplicada por la parte superior de las muestras con caras paralelas hasta 80% de deformación para obtener su completa conducta a la compresión. Cada ensayo demoró un tiempo de 20 minutos, aproximadamente, debido a la altura de la espuma metálica. Para llevar a cabo el ensayo se utilizaron cinco probetas de cada composición a las diferentes temperaturas de espumado. La forma de las probetas es cilíndrica con un diámetro de 24 mm. La piel oxidada de la superficie radial fue removida por desbaste con papel abrasivo. Aproximadamente 3 mm de la parte superior e inferior de la muestra fueron retirados con corte de disco de diamante; la parte superior para asegurar una superficie plana de la superficie habitualmente cónica, y la inferior para eliminar la zona de drenado de las espumas.

RESULTADOS

4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS PRECURSORES

La técnica por tecnología de polvos para producir las espumas de aluminio empleado hidruro de titanio como agente espumante implica primeramente preparar compactos precursores espumables de mezclas Al + TiH₂ + aditivos. Es indispensable que el compacto, que se compone por los polvos de aluminio base que se va a espumar y el agente espumante TiH₂, tenga el máximo de densificación posible. Esta condición es necesaria para disminuir la porosidad interconectada en el compacto, pues cuando descompone el agente espumante TiH₂ y la pieza es permeable, se pierde una importante cantidad del gas hidrógeno liberado, reduciendo el aprovechamiento del gas de espumado cuando el compacto alcanza el estado líquido. Por tal motivo, es muy importante efectuar la caracterización morfológica de los polvos precursores, pues la capacidad de densificación del compacto depende en gran medida de los factores tamaño y forma de partícula.

La figura 4.1 presenta imágenes por microscopía electrónica de barrido de las partículas de aluminio e hidruro de titanio. El aluminio constituye el componente base de las espumas, mientras que el TiH₂ es el agente espumante que proporciona la fase gas que espumará al Al en estado líquido. Ambas micrografías se obtuvieron a las mismas magnificaciones. De la figura 4.1(a) se aprecia que las partículas de aluminio tienen forma globular y son tersas en superficie. No se observan partículas con aristas; la forma esférica de los polvos supone una fácil deformación bajo carga durante la compactación. En el caso del TiH₂ (figura 4.1b), se aprecia que este muestra la morfología característica de un material frágil; es posible que la muestra haya sido llevada a su tamaño final por un evento de trituración mecánica. Existen una serie de pequeños finos en la superficie de las partículas mayores, pero las partículas son densas en superficie.

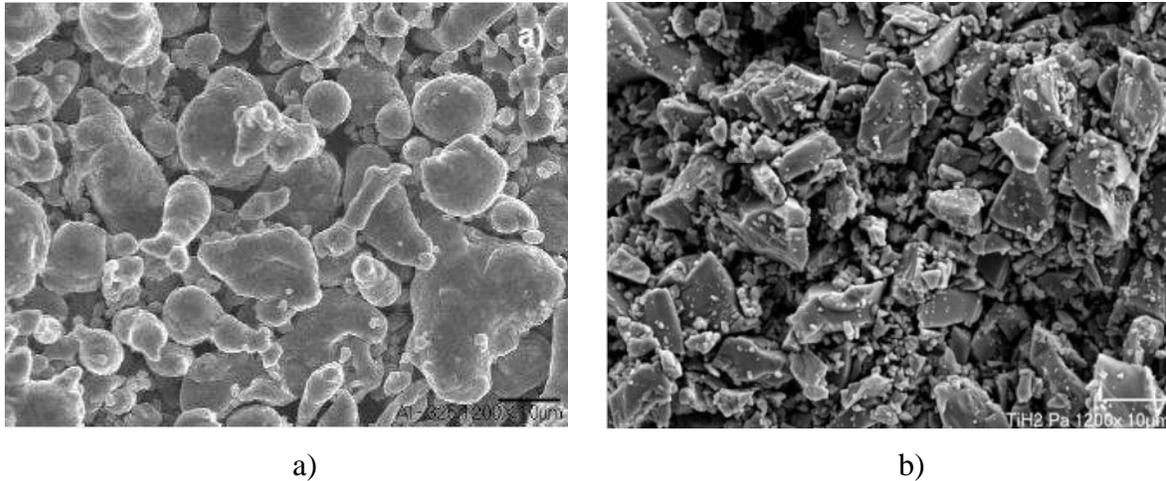


Figura 4.1 Imagen MEB de polvos precursores. a) Aluminio; b) Hidruro de titanio.

La figura 4.2 presenta micrografías para los polvos de cobre y alúmina. Las partículas de Al_2O_3 son extremadamente pequeñas en comparación con las del Cu (figura 4.2b). La intención de que sean pequeñas es para que en el proceso de metalizado con cobre por molienda mecánica, puedan quedar embebidas e incrustadas en el metal. A diferencia de los polvos de Al y Cu, las partículas de TiH_2 y Al_2O_3 muestran una forma irregular y presentan formas angulares y aristas pronunciadas. Esta morfología es característica de materiales rígidos sometidos a molienda para cumplir una clase de tamaños. El cobre por su parte, similar al aluminio, tiene una forma globular, pero además las partículas son relativamente porosas. Su superficie rugosa y la porosidad encontrada son características que suelen proveer mayor área superficial expuesta; por su carácter metálico, es de esperar que esta porosidad desaparezca durante la molienda mecánica por la deformación sufrida al alearse con la alúmina en la formación del agregado de partículas Cu- Al_2O_3 .

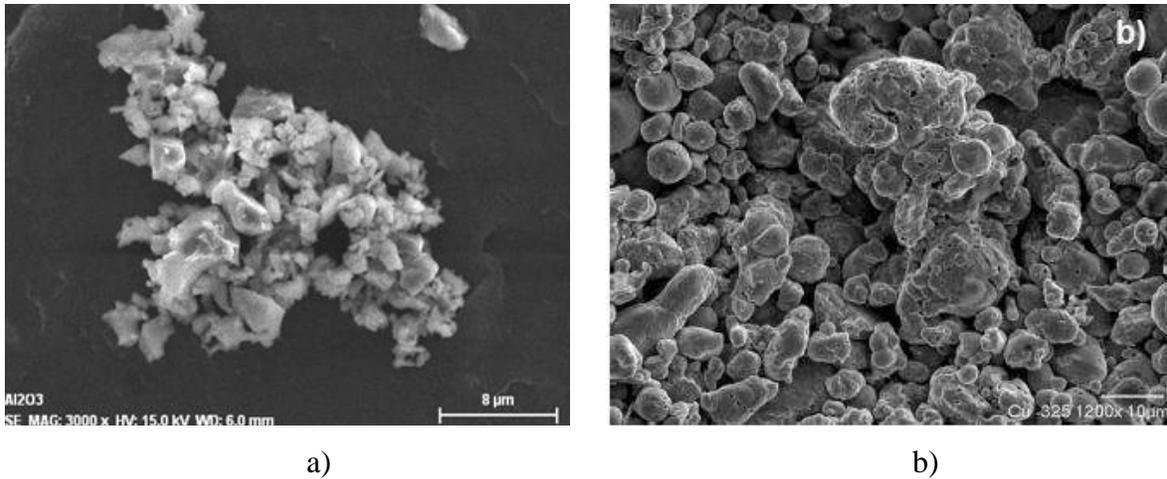


Figura 4.2 Imagen MEB de polvos precursores. a) Alúmina; b) Cobre.

Existe la posibilidad de que las partículas metálicas de Al y Cu presenten una capa delgada de óxido. Si esta fuera suficientemente gruesa, pueden haber problemas en la densificación en frío del compactado al reducir la deformación plástica del material, además de introducir una variable más al proceso de espumado. Con el fin de investigar si existe oxidación considerable en los polvos, se efectuaron estudios por difracción de rayos-X. Se encontró que los perfiles de difracción muestran únicamente la presencia de Cu y Al metálico en las muestras; esto es, de existir oxidación debe ser mínima pues no está en el rango de detección por la técnica de difracción rayos-X. De la misma manera, se encontró que en las partículas de alúmina no hay presencia de otra fase constituyente. En el caso del TiH₂, el difractograma muestra sólo la presencia de la fase hidruro (figura 4.3). Esta determinación es importante, pues por los procesos de producción de hidruros es común encontrar trazas de otros componentes, más no es el caso para los presentes materiales. Todos los polvos son de carácter policristalino. El difractograma de la muestra que resulta al preparar la mezcla por molienda de bolas convencional para la obtención de los compactos espumables simplemente mostró combinación de las diferentes reflexiones de los polvos agregados.

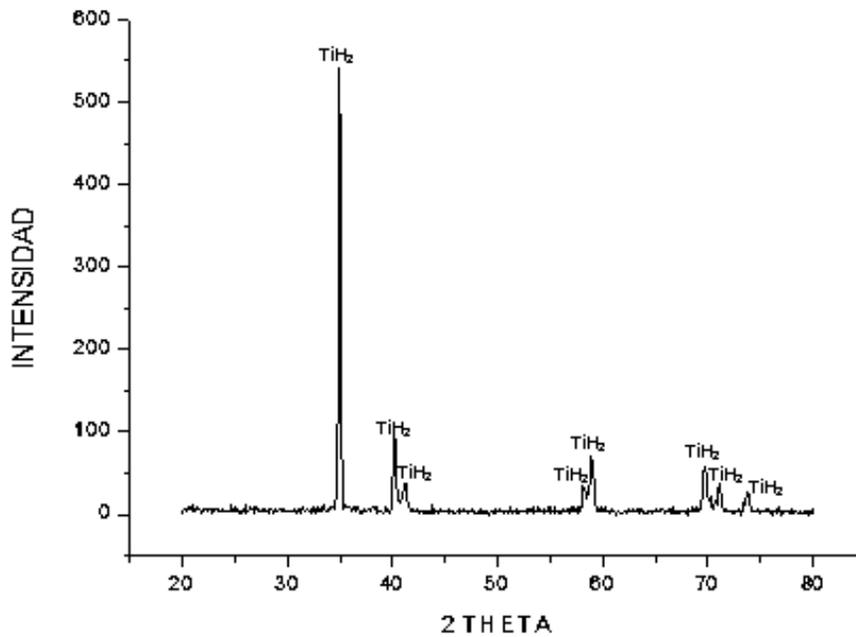


Figura 4.3 Difractograma de polvos de TiH_2 puro.

Una característica importante a determinar es el tamaño y distribución de tamaños de las diferentes partículas elementales. Las figuras 4.4 y 4.5 muestran histogramas de distribución de tamaño para las partículas de Al, Al_2O_3 , Cu y TiH_2 .

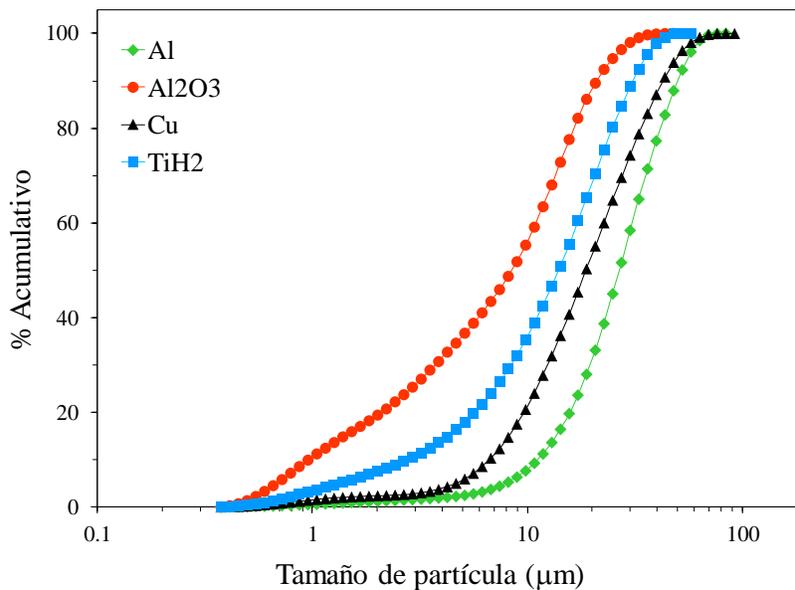


Figura 4.4 Histograma de tamaño acumulativo de partícula para los polvos precursores Al, Al_2O_3 , Cu y TiH_2 .

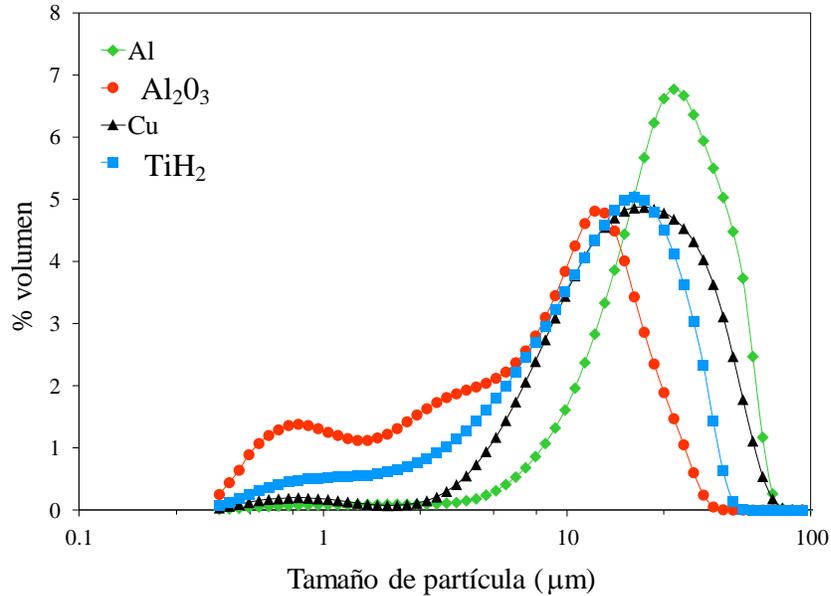


Figura 4.5 Campanas de frecuencia de distribución de tamaño de Al, Al₂O₃, Cu y TiH₂.

Primeramente, la figura 4.4 muestra las curvas acumulativas, donde se observa claramente que las partículas de aluminio son de mayor tamaño que el resto de muestras. Los polvos metálicos de Al y Cu de forma globular, muestra una mayor proporción de partículas en el rango 10 a 50 µm, aproximadamente. El tamaño medio de la partícula se presenta resumido en la Tabla IV.1, donde se incluyen datos estadísticos de los tamaños de partícula para diferentes clases de tamaños.

Las dos comparaciones en tamaño que resultan importantes son las de Al y TiH₂, y la de Cu y Al₂O₃. Esta segunda combinación es importante pues por molienda mecánica de alta energía de mezclas alúmina-cobre se pretende metalizar la superficie del cerámico. El tamaño medio de la alúmina es D₅₀=8.5 µm contra D₅₀=18.8 µm del cobre. La elección de los polvos de alúmina con este tamaño tiene dos objetivos. Por un lado, la fase estabilizadora en la espuma de aluminio debe ser de tamaño pequeño. Como se indicó en la revisión de la literatura, los estudios por Kaptay [15] sugieren tamaños menores a 30 µm. Por otro lado, si se pretende metalizar las partículas cerámicas, es importante que su tamaño sea menor que la fase cobre donde va a ser envuelta. Las partículas de alúmina serán capaces de incrustarse más fácilmente en el cuerpo de partículas grandes de cobre. De las figuras 4.4 y 4.5, se observa una amplia distribución del tamaño de partícula de la alúmina entre 1 y 20 µm. De acuerdo a la tabla IV.1, únicamente 10% del volumen de las partículas son mayores a 21.1 µm. El tamaño D₅₀=14 µm

del TiH₂, además de su carácter frágil bajo carga, garantizan que en la preparación de las mezclas para compactación, éste estará distribuido aleatoriamente en los compactados espumables. El 80 % de las partículas se observan con un tamaño menor que D₈₀=41µm-

Tabla IV.1 Distribución por clases de tamaño de Al, Al₂O₃, Cu y TiH₂

Clase de tamaño (% <)	Al (µm)	TiH ₂ (µm)	Cu (µm)	Al ₂ O ₃ (µm)
10	11.2	2.8	6.7	1.0
25	17.7	7.1	11.1	2.9
50	26.8	14.0	18.8	8.5
75	38.4	22.6	30.5	14.9
80	50.2	24.9	33.9	16.5
90	11.2	31.0	42.8	21.1

4.2 METALIZADO DE Al₂O₃ POR MOLIENDA DE ALTA ENERGIA

La metalización de los polvos cerámicos de Al₂O₃ se llevó a cabo en un molino planetario de alta energía. En la actualidad no existen trabajos en la literatura donde se empleen cerámicos recubiertos por molienda mecánica para estabilizar espumas, solo el trabajo propuesto por Monje [10] del mismo equipo de trabajo. La innovación de este trabajo es la implementación de la técnica de molienda en el sistema cobre-alúmina para lograr partículas metalizadas que funciones como estabilizador en las espumas de aluminio. El proceso de molienda se efectuó por 8 horas a velocidad de 200 rpm, parámetros que fueron fijados por experiencias del grupo de trabajo en la preparación de partículas compósitos metal-cerámico. La masa cargada a los viales de molienda fue en consideración a lograr espumas con 2% Cu y 1% volumen de partículas de Al₂O₃ una vez espumados los compactados espumables.

La figura 4.6 muestra los polvos de alúmina metalizados con cobre. La imagen está hecha a las mismas magnificaciones que la figura 4.2(a) que presenta la alúmina sin metalizar. La diferencia en morfología entre muestras es obvia; los agregados de alúmina son dispersos por el efecto de molienda, de tal manera que ya no se observan partículas de alúmina enlazadas. El cobre pierde su forma globular como resultado de un proceso continuo de deformación-soldadura en frío-fragmentación. Los polvos compósitos muestran tamaños que van desde

menos de una micra hasta 10 μm , aproximadamente. Las partículas de alúmina deben ser entonces menores que el tamaño original del cerámico en sus condición de recién recibido.

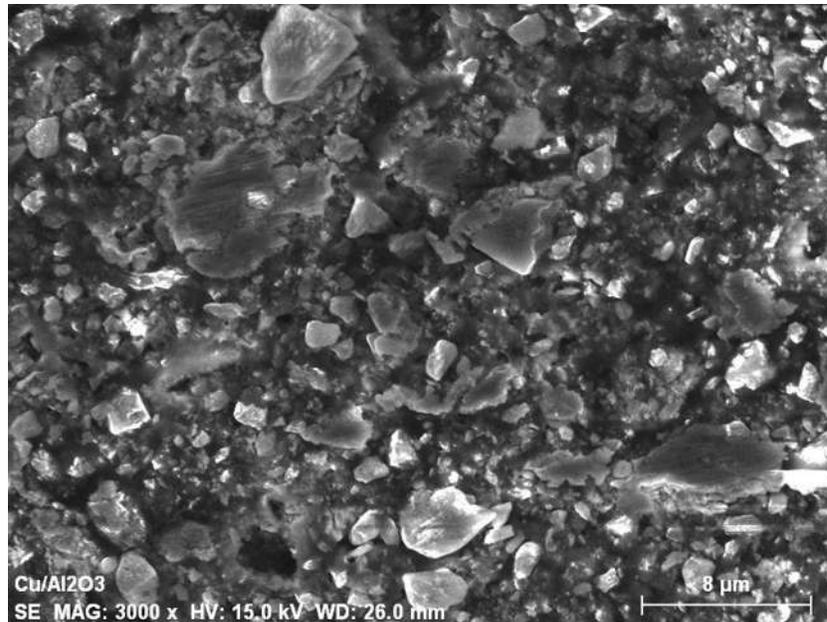
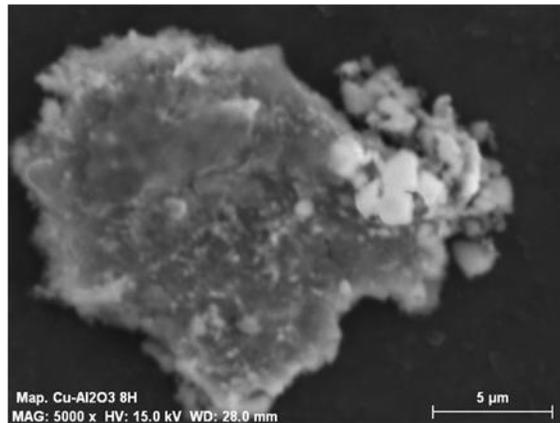
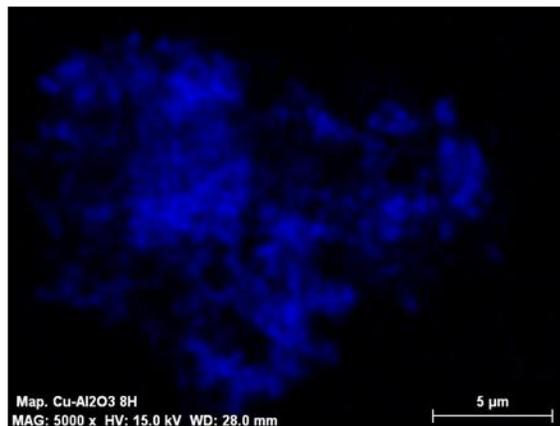


Figura 4.6 Polvos compósito metalizados de $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$ por molienda mecánica.

Se realizaron estudios de mapeos de distribución elemental en los polvos de molienda. La figura 4.7 muestra una partícula/agregado de aproximadamente 15 μm de tamaño. Debido a la superficie no-plana de la partícula, existe dificultad en la realización de este tipo de análisis. Sin embargo, como se observa en las figuras 4.7 (b) y 4.7(c), tanto el Cu como el Al se encuentran distribuidos en todo el cuerpo de la partícula. Esto es, se logra una dispersión aleatoria y uniforme de la alúmina en la matriz de cobre. Las partículas no son entonces metalizadas como partículas individuales, sino que forman agregados de cobre con alúmina incrustada. Se espera que este arreglo metal-cerámico sea capaz de mejorar la humectabilidad de la alúmina en aluminio líquido para estar en el rango recomendable de humectabilidad que permita su función como estabilizador de la estructura porosa de la espuma líquida.



a)



b)

Figura 4.7 Mapeo de distribución elemental de cobre, en una partícula cobre-alúmina procesada por molienda de alta energía (a).cobre (b)

4.3 PASIVACIÓN DE POLVOS DE TiH_2

El hidruro de titanio es el agente más empleado en espumas de aluminio. Al ser calentado sobre los $465^{\circ}C$, se descompone en Ti e H_2 gaseoso; su relativa cercanía con las temperaturas de fusión de las aleaciones de aluminio lo colocan como el espumante ideal para disminuir pérdidas de gas por descomposición de espumantes de menor temperatura. Como el TiH_2 se encuentra distribuido homogéneamente en el compacto precursor, grandes volúmenes de H_2 gas son rápidamente producidos, creando burbujas con una alta presión interna.

Como se detalla en la sección experimental, los polvos del agente espumante hidruro de titanio fueron pasivados a $400^{\circ}C$ durante dos horas para retrasar la liberación de hidrógeno por el óxido superficial formado. Se realizaron análisis térmicos por calorimetría diferencial de

barrido (DSC) al agente espumante TiH_2 , antes y después de ser pasivado, con el fin de determinar primero, la temperatura de descomposición y energía térmica asociada al evento; y segundo, para conocer si la pasivación del hidruro logra el objetivo de retrasar en algunos grados su temperatura de descomposición respecto del no-tratado. El perfil térmico mostrado en la figura 4.8 indica que la descomposición del TiH_2 comienza aproximadamente a 430°C . Un segundo evento endotérmico mucho más pronunciado presenta una temperatura pico de 537°C ; el evento de liberación de hidrógeno se ve acompañado de un requerimiento energético de 7.312 J/g . El resto del termograma no presenta algún otro evento térmico asociado. La figura 4.9 muestra el perfil térmico equivalente de la muestra de TiH_2 que fue sujeta a pasivación superficial por oxidación. Aun cuando la temperatura pico de descomposición se da a una temperatura muy próxima a la de la muestra no tratada, en este caso a 539°C , la primer diferencia entre termogramas es que la muestra pasivada presenta sólo un pico endotérmico de descomposición. Esto indica que la superficie oxidada funciona mecánicamente para evitar la descomposición del espumante. Aun cuando las temperatura pico son aproximadas, el termograma de la figura 4.9 indica que el TiH_2 pasivado retarda el inicio de su descomposición hasta los 490.5°C . Esto es, se logra retrasar la liberación de hidrógeno gas en un margen de más de 60°C respecto al TiH_2 no oxidado.

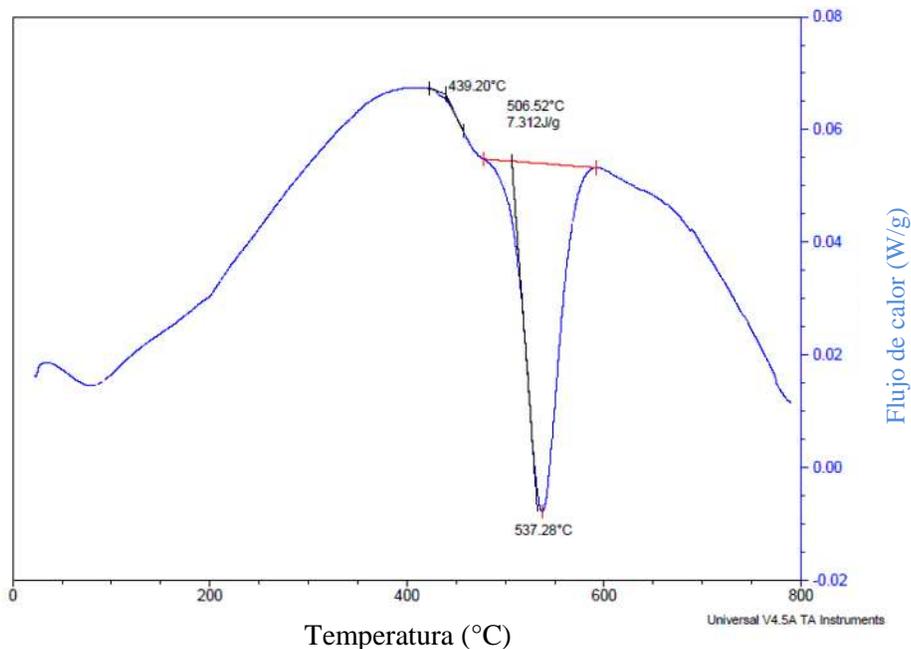


Figura 4.8 Análisis térmico DSC de la descomposición de TiH_2 .

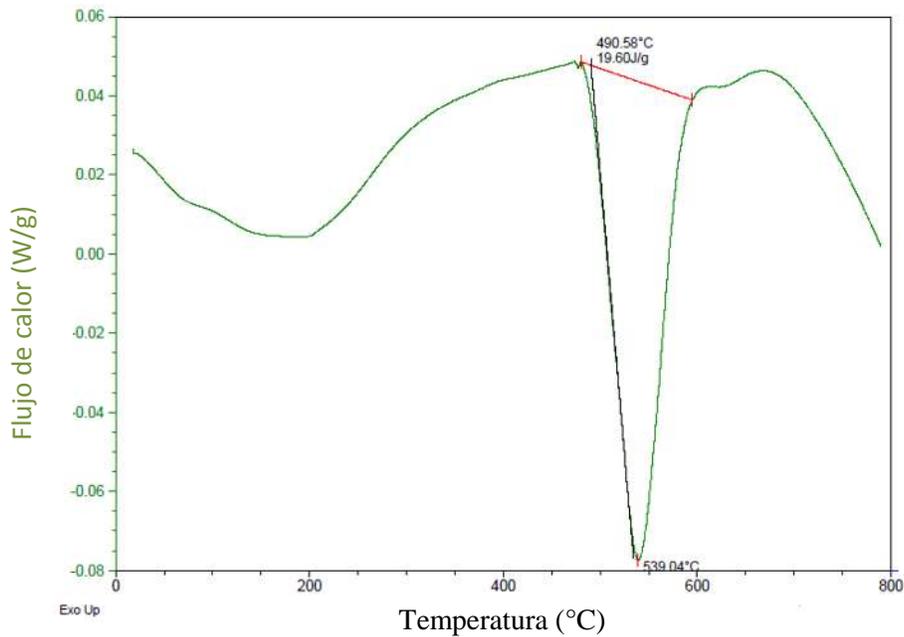


Figura 4.9 Análisis térmico DSC de la descomposición de TiH_2 posterior a su tratamiento de pasivación.

La literatura reporta temperaturas de descomposición aproximadas a 450°C para polvos en su condición de recién recibidos [35,36], lo cual indica que el actual pasivado de polvos efectivamente prolonga su temperatura de descomposición. El tratamiento practicado puede hacer más eficiente el uso del hidrógeno para el proceso de espumado del aluminio líquido. La mayor energía de descomposición de 1026 J/g , significa un mayor requerimiento térmico para liberar hidrógeno en las muestras pasivadas. Incluso la velocidad de liberación de hidrogeno puede ser controlado ó regulado con la extensión de pasivación superficial del TiH_2

Durante el proceso de oxidación, los polvos fueron continuamente agitados para exponer todas las superficies a la atmósfera de aire seco y lograr homogeneidad de la superficie oxidada. El pasivado se vio acompañado de una evolución en el color del TiH_2 ; inicialmente de gris intenso pasa a café, posteriormente a morado opaco, para terminar en morado intenso. La coloración verdosa que acompaña la formación de un oxihidruro, ha sido observada en otras investigaciones; el color morado es atribuido a la formación de TiO_2 [36,37].

4.4 COMPACTACIÓN AXIAL EN FRÍO

La carga de formado se aplicó de manera constante y continua por un periodo de 10 minutos; esta práctica permitió reducir el efecto de delaminación del compacto. La figura 4.10 muestra un gráfico del grado de densificación logrado en los compactos a las diferentes cargas aplicadas. Es obvio que a mayor carga, mayor densificación. Se observa que a las cargas de 15 y 20 toneladas, la densificación lograda es similar, sin embargo, existen diferencias en el grado de expansión de espumas como se muestra posteriormente. La carga de 20 toneladas conduce a una densificación promedio de 97.4%. Mayor presión aplicada no induce cambio significativo en la densificación, pero si la delaminación de los bordes del compacto.

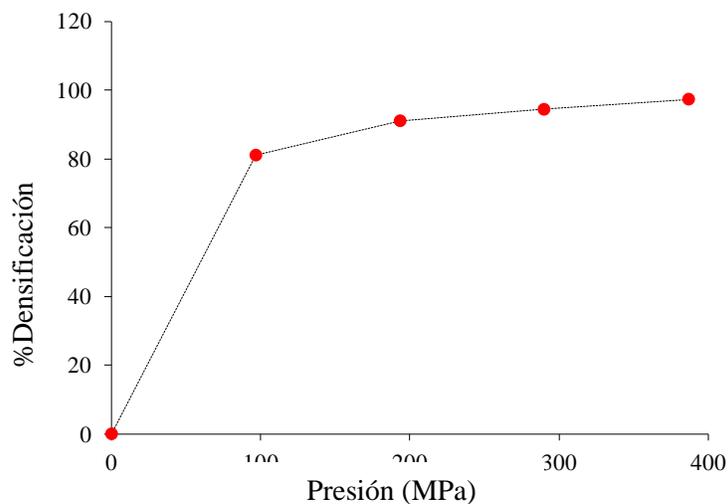


Figura 4.10 Gráfico del grado de densificación en función de la carga aplicada en compactos espumables Al-TiH₂.

El procedimiento de mezclado permitió una distribución aleatoria de los componentes en los compactos. La figura 4.11 muestra una micrografía y el correspondiente mapeo del elemento Ti, asociado al TiH₂, en un corte transversal de un compacto Al-TiH₂ preparado a carga de 20 toneladas. La distribución del TiH₂ en la matriz de aluminio fue homogénea, y se queda perfectamente embebido en el compactado metálico. Se observa que el TiH₂ fue parcialmente fragmentado con la presión ejercida; pequeñas partículas acompañan a las partículas grandes de hidruro.

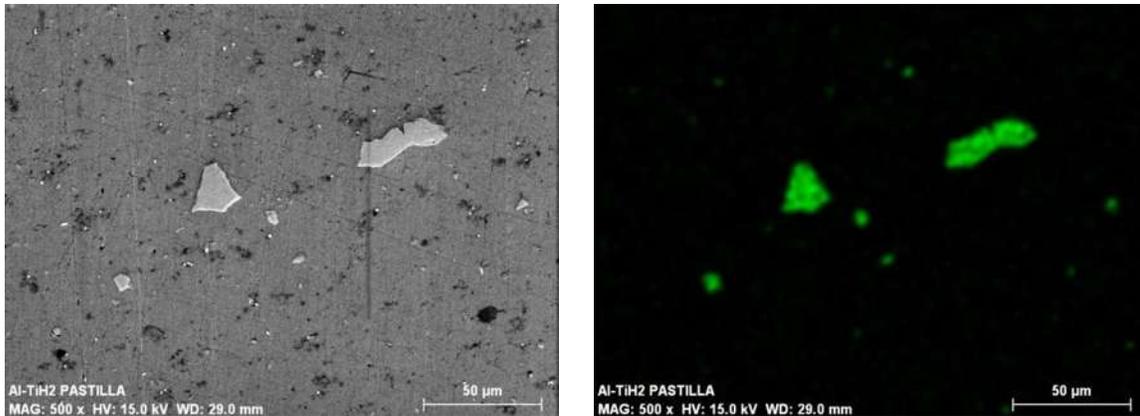


Figura 4.11 Mapeo del elemento Ti en un compacto Al-TiH₂.

Todas las muestras fueron espumadas a 800°C para estudiar el efecto del grado de densificación de los compactos sobre el volumen de expansión de las espumas (figura 4.12). Se encontró una gran diferencia en el grado de expansión entre compactos; es claro que a mayor nivel de densificación, mayor fue el volumen de expansión de las muestras. Aún cuando el grado de densificación de las muestras a cargas de 15 y 20 es semejante (Fig. 4.10), la porosidad del compactado a 15 ton debió ser aun interconectada, con respecto a los espumados de compactos a 20 ton es mucho menor, lo que se debe al perder gas hidrógeno que no es aprovechado para formar la espuma. En base a la información generada, se eligió la carga de 20 ton como la carga óptima en la preparación de los precursores espumables de aluminio. En conclusión a mayor grado de compactación, mayor es el grado de espumado de las muestras, condición que se busca en materiales con características de absorción de energía.

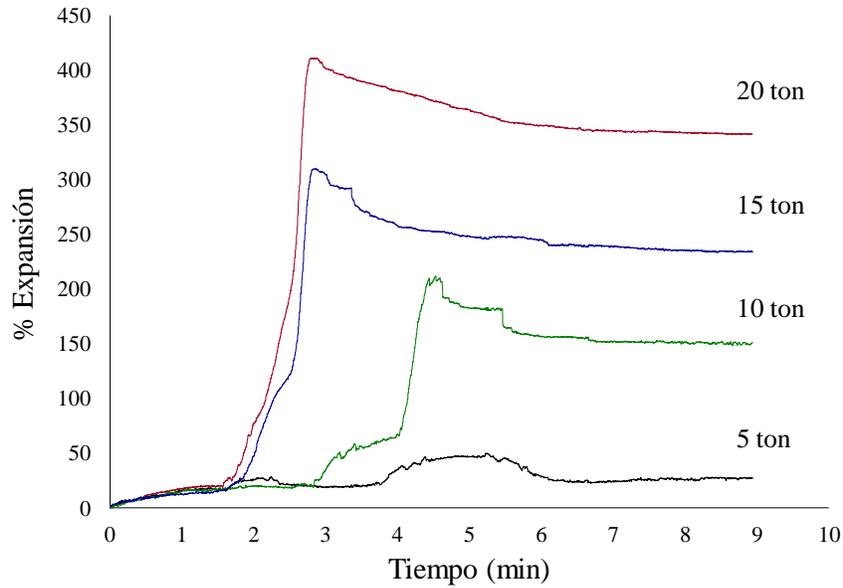


Figura 4.12 Volumen de expansión a 800°C para los diferentes compactos espumables Al-TiH₂ compactados a diferente carga.

4.5 PROCESO DE ESPUMADO

4.5.1 Etapas de espumado

El crecimiento de la espuma es en parte función de la viscosidad, densidad y tensión superficial del líquido metálico, parámetros que dependen principalmente de la temperatura. Las curvas de expansión adquiridas con el expansómetro-láser permitieron diferenciar a qué momento del proceso suceden las etapas de formación de poros y colapsamiento de las espumas de aluminio. El problema de procesamiento de estos materiales se da al final con el colapso de la espuma. En esta última etapa, la espuma colapsa debido a que la porosidad obtenida en la máxima expansión, con el paso del tiempo se interconecta poro-poro, desarrollando poros no uniforme de mayor tamaño y forma irregular. Esto conlleva al drenado de aluminio líquido que originalmente forma las paredes de las células porosas. El drenado se define como el flujo de asentamiento del metal líquido a través de los bordes de las células porosas debido a fuerzas gravitacionales. El drenado hace que se forme una capa densa de líquido metálico en el fondo y celdas de paredes más gruesas en la parte media.

La evolución del proceso de espumado se muestra a través de las características de una curva de expansión in-situ de aluminio a 800°C (figura 4.13) y la microestructura a escala macro que

le corresponde a cada punto señalado en la curva (figura 4.14). Los cortes transversales de la secuencia de imágenes se logró por ensayos interrumpidos de espumas.

- 1) La primera imagen de la figura 4.14 corresponde al perfil del compactado espumable antes de la espumación. El compacto precursor se coloca en el crisol de acero dentro de la zona caliente del horno. Este paso debe efectuarse en un tiempo muy corto, en el orden de unidades de segundo, de lo contrario al tener descubierto el horno por un tiempo mayor, la temperatura disminuye considerablemente y no se logra que sea uniforme durante el espumado.
- 2) El proceso de espumado comienza en tiempos cortos, alrededor de 1.5 min. Ese es el tiempo que toma el compactado para alcanzar la temperatura de espumado y fundir. En este punto, la morfología indica que los primeros poros crecen de manera alargada y con un borde irregular, corroborando que parte del hidrógeno es desaprovechado antes de que el aluminio funda por completo y sea capaz de formar poros esféricos uniformes. La forma alargada de los poros en dirección perpendicular a la dirección de carga en la compactación, indica precisamente la mayor transmisión de carga entre partículas de manera axial que radial cuando se compactan.
- 3) Con el transcurso del tiempo y temperatura constante, los poros aparecen y crecen en tamaño. Nuevos poros se generan por el transcurso de la reacción de descomposición del TiH_2 . El aluminio completamente líquido permite la liberación del gas, el cual forma poros esféricos de menor energía que tienden a mostrar la menor área expuesta al entorno. Inmediato al punto señalado, la expansión se desarrolla rápidamente en pocos segundos hasta lograr un máximo de expansión.
- 4) Después de haber formado la mayoría de los poros en su máxima expansión, el volumen de líquido que soportan las paredes celulares es grande, considerando que estas son de unas micras de espesor y que el líquido espumado es sumamente inestable. Los poros coalescen y por consiguiente generan porosidades relativamente grandes. Como consecuencia, la espuma tiende a reducir su volumen de expansión.

- 5) Transcurrido el tiempo a partir de las condiciones de máximo espumado e iniciado el colapso de la espuma, se observa el drenado del aluminio hacia la base de la espuma y la interconexión de poros. El líquido que formaba las paredes de los poros colapsados fluye por gravedad al fondo de la espuma, formando una región densa libre de porosidad. Los poros en el cuerpo de la espuma son más irregulares y pueden crecer a tamaños considerables, reduciendo el parámetro densidad de poros (poros/cm²).

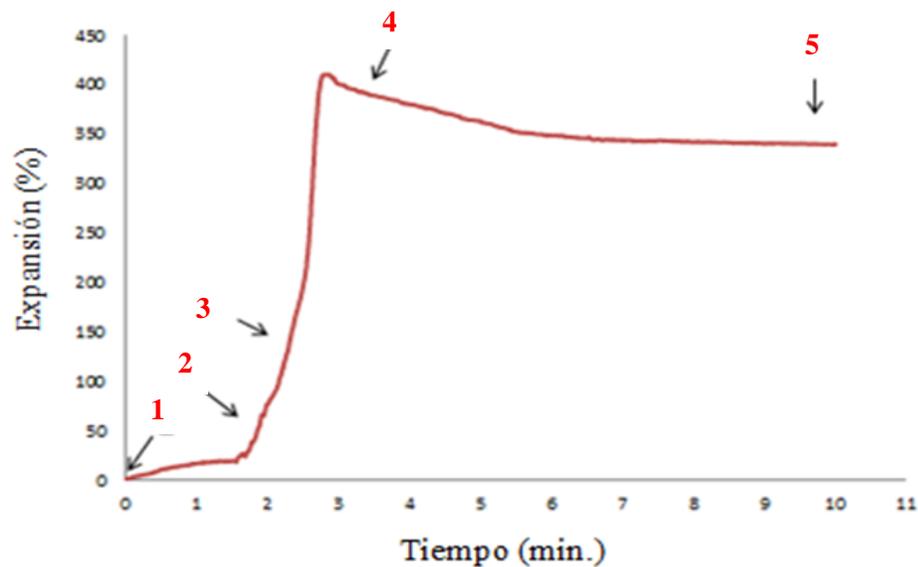


Figura 4.13 Curva característica de la evolución del proceso de espumado en tiempo real en una espuma de aluminio a 800°C.

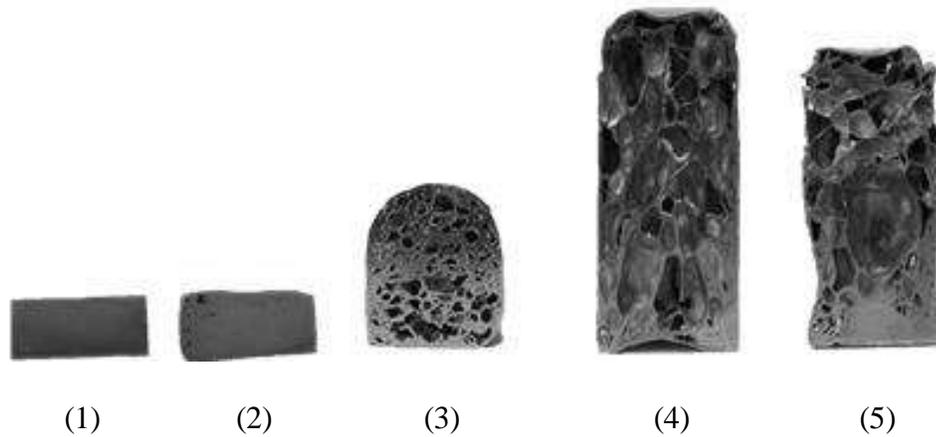


Figura 4.14 Secciones longitudinales de espumas correspondientes a los puntos señalados en la curva de expansión de la figura 4.13.

4.5.2 Efecto de la temperatura y formulación de las mezclas en el grado de expansión

En esta sección se muestran los resultados de expansión a 775, 800 y 825°C de los tres tipos de espumas preparadas: *i*) espumas de Al puro; *ii*) espumas de Al con adición de alúmina y cobre preparadas por mezclado convencional de polvos (Al-Cu-Al₂O₃); y espumas a partir de alúmina metalizada con cobre (Al-Cu/Al₂O₃). Es importante recordar que la reproducibilidad de espumado es uno de los retos más importantes en la producción de espumas. Las técnicas de tecnología de polvos han demostrado una buena reproducibilidad de las estructuras respecto de técnicas en estado líquido, sin embargo, es posible la variación de espumado de muestra a muestra por factores diversos que incluyen desde la preparación del compactado espumable. Como ejemplo de ello, la figura 4.15 presenta un mapeo en la pared interior de un poro en espuma de Al puro, donde se encontró trazas de TiH₂. La cantidad de 0.5% de TiH₂ aquí empleada, es mucho menor que hasta el 1.5 % reportado en otros trabajos de la literatura [10], y sin embargo, la evidencia muestra la posibilidad de que éste no se descomponga por completo en la formación de H₂ gas. Este tipo de efectos puede variar las curvas de espumado sensiblemente, más cuando estas se obtienen en datos de más de diez datos por segundo.

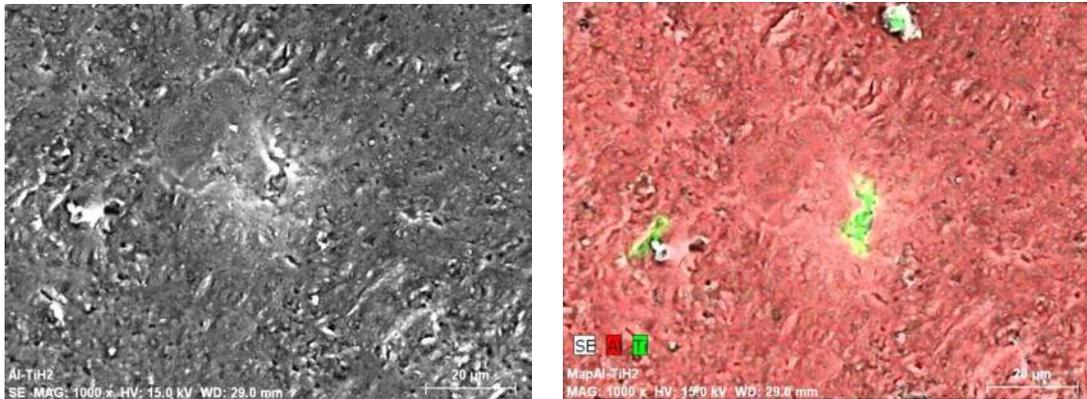
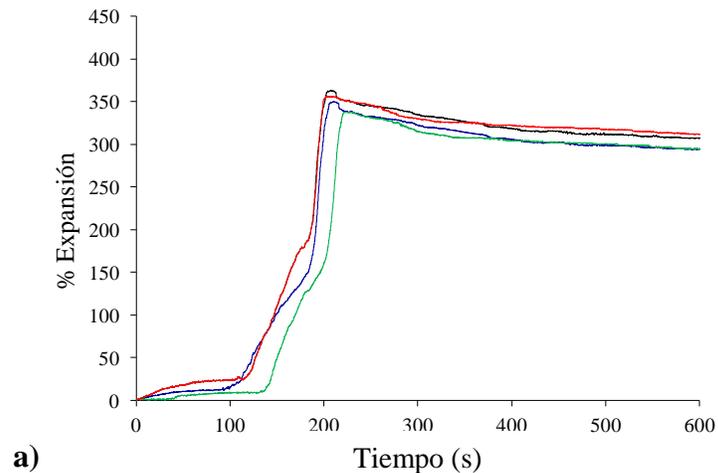


Figura 4.15 Mapeo en el interior de un poro de una espuma de Al puro, donde se aprecia la presencia del TiH_2 sin descomponer dentro de la matriz de aluminio.

Las figuras 4.16, 4.17 y 4.18, resumen la conducta de espumado de los tres tipos de espumas preparadas: Al puro; Al-Cu- Al_2O_3 ; y Al-Cu/ Al_2O_3 a partir de cerámicos metalizados. En los gráficos se incluye más de una curva para todos los casos, en orden de entender lo sensible a la evolución y colapso que es una espuma en estado líquido.



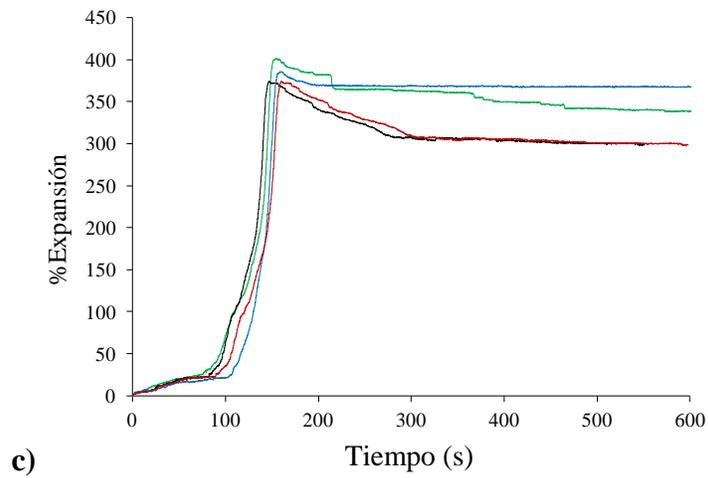
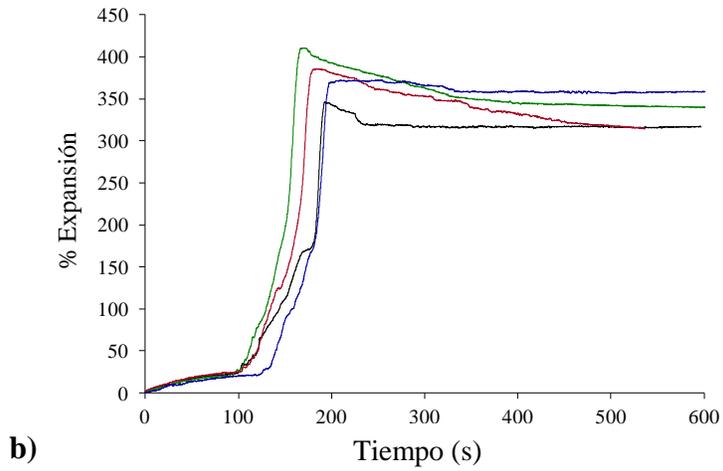
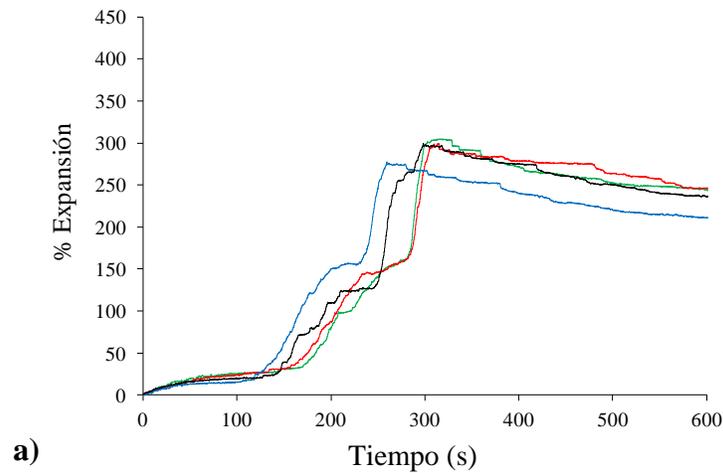


Figura 4.16 Espumado de compactos de Al puro con TiH_2 en función de la temperatura
 a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.



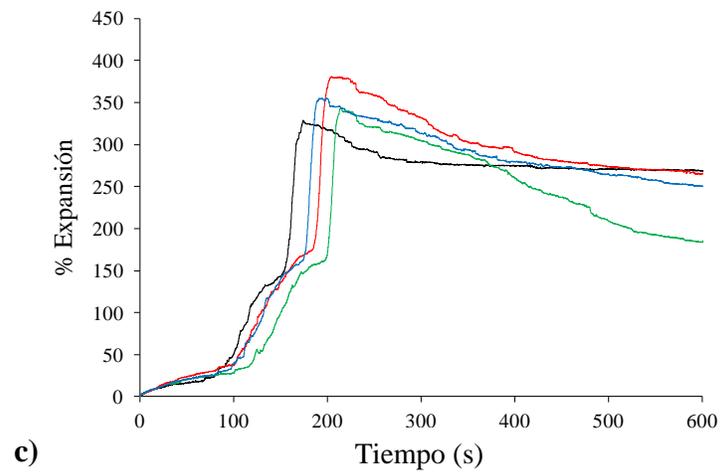
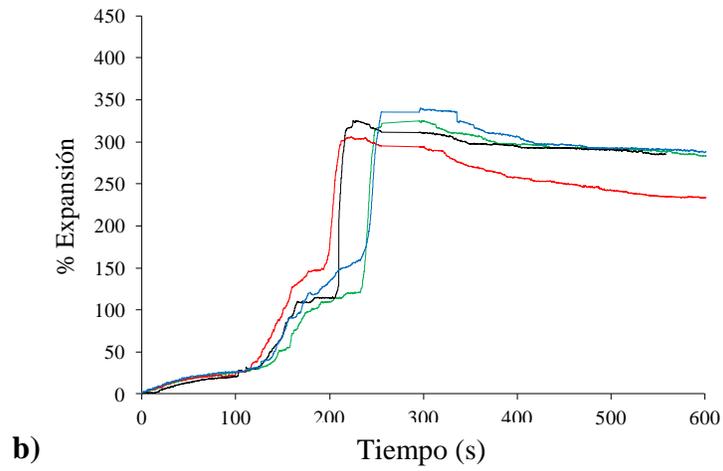
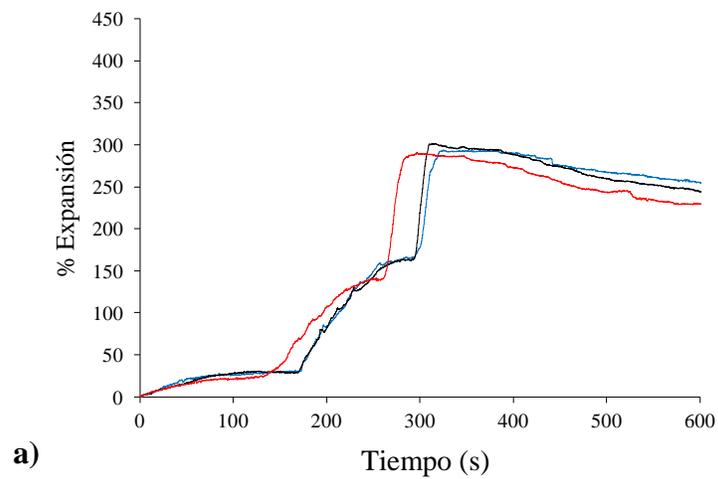


Figura 4.17 Espumado de compactos de aluminio con adición de alúmina y cobre preparados por mezclado convencional (Al-Cu-Al₂O₃) en función de la temperatura
 a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.



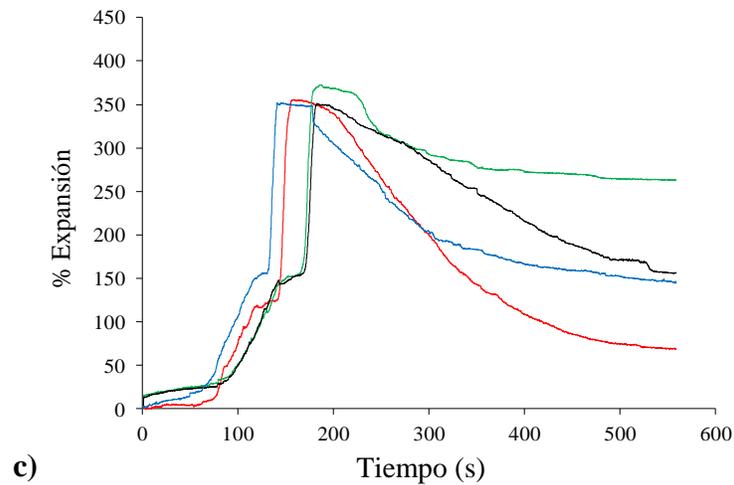
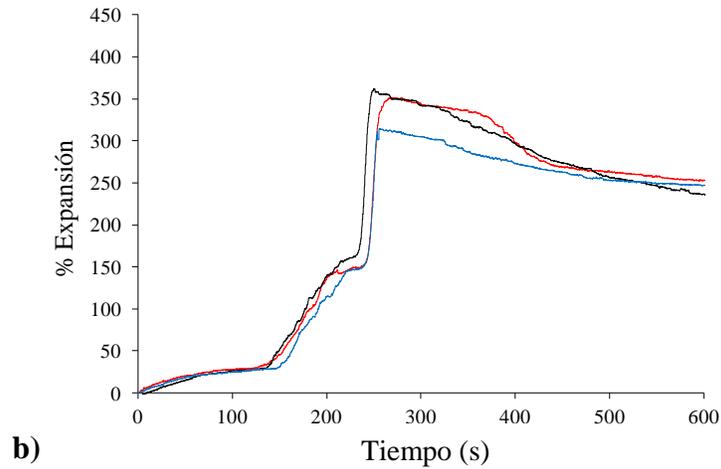


Figura 4.18 Espumado de compactos de aluminio con adición de alúmina metalizada con cobre por molienda mecánica de alta energía (Al-Cu/Al₂O₃) en función de la temperatura a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.

En todas las curvas de expansión es evidente que conforme incrementa la temperatura, es más rápido el inicio de espumado del compactado. Esto se relaciona con el aporte térmico proporcionado que causa dos efectos paralelos: por un lado, la más pronta fusión del aluminio, acompañado de menor viscosidad del líquido; y por otro, la más pronta descomposición del TiH₂. Es muy importante destacar cómo la herramienta implementada expansómetro-láser, permite obtener curvas de todo el comportamiento de espumado, y a pesar de que no son idénticas las curvas de una misma condición, destacar la alta reproducibilidad del espumado entre compactos.

Las diferencias observadas entre curvas de un mismo experimento se atribuyen al hecho de que, a pesar de que los compactos espumables son preparados todos de la misma forma y provienen de iguales mezclas, ningún compacto precursor será idéntico, ya que siempre habrá ligeros cambios por la distribución aleatoria de especies en los compactados, particularmente el agente espumante TiH_2 . Otro efecto que puede hacer alguna diferencia entre muestras, es el calor suministrado; ciertamente la preforma es calentada por convección, pero también hay transferencia de calor por conducción en el contacto con las paredes del crisol de acero. Sin embargo en general, las curvas proveen información fidedigna y relevante de la conducta de expansión entre las series de compactos de acuerdo a su composición y temperatura.

Otra generalidad de las curvas, es que conforme incrementa la temperatura de espumado, el volumen de expansión incrementa, lo que se debe fundamentalmente a la matriz líquida que fluye mejor a la mayor temperatura. Sin embargo, se observa también en todos los casos cómo con el incremento de la temperatura, la pendiente de las curvas en el colapso es más pronunciada después de haber alcanzado el máximo de expansión. Esto se relaciona con el hecho de que es más fácil para los poros coalescer cuando el líquido matriz es más fluido, por lo que rápidamente sucede el colapso de la espuma acompañado del drenado de metal, con la consecuente reducción del volumen de expansión. A mayor temperatura la viscosidad de la matriz es menor, por lo que la espuma es más inestable y colapsa más rápido debido a su propio peso y la acción de la gravedad [38].

Resulta interesante una comparación de las curvas de expansión de las espumas de Al puro con aquellas que contienen el estabilizador alúmina. Primeramente, de la figura 4.16, es obvio cómo se acelera el espumado con la temperatura, y los cambios de pendiente que caracterizan el inicio del espumado de 50-200% a 775°C , ya no son tan marcados a 825°C . Estos cambios tienen que ver con la descomposición del TiH_2 , que al tener mayor aporte térmico, descompone más rápido, y no por etapas. La máxima expansión de las espumas estudiadas fue para las de Al puro, siendo la de mayor volumen la espumada a 800°C . Con la temperatura, la expansión se ve disminuida por efectos de colapso y drenado.

Al observar las curvas de expansión de las muestras con alúmina de las figuras 4.17 y 4.18, es claro que el volumen de expansión es menor que el obtenido para aluminio puro, pero además se observa cómo la expansión toma más tiempo para evolucionar. Mientras que la expansión completa de aluminio se da a los 200 segundos, normalmente el proceso de espumado está en

desarrollo en las espumas con alúmina. La forma de las curvas de expansión de las figuras 4.17 y 4.18, que corresponden a Al-Cu-Al₂O₃ por mezclado y a Al-Cu/Al₂O₃ por metalización, respectivamente, son muy similares entre sí. De hecho, la temperatura para lograr el máximo de expansión para cada serie de espumas es prácticamente la misma. Esto significa que la expansión máxima en estos casos es meramente función de la composición de la aleación, recordando que por mezcla o molienda, la adición de cobre fue tal que en las espumas finales el contenido de cobre es de 2 % peso y 1% vol. de Al₂O₃. Sin embargo, particularmente a 775 y 800°C, las curvas de expansión de espumas con partículas metalizadas por molienda (Al-Cu/Al₂O₃) son más suaves y continuas que las de las espumas por mezcla convencional que son ruidosas con diversas oscilaciones. Esto puede ser producto de que el metalizado con cobre provee una mejor distribución del cobre mismo y de las partículas de alúmina que contiene incrustadas, respecto de la distribución que se logra de ambas fases por la técnica de mezclado convencional. El grado de expansión de las espumas con partículas metalizadas fue ligeramente mayor que la de espumas por mezclado convencional. Pero comparando ambas muestras con aquellas de Al puro, se aprecia cómo se extiende ligeramente una meseta en la máxima expansión cuando hay cobre y alúmina en las espumas. Aparentemente se logra un tiempo de estabilización de la espuma antes de que suceda el colapsamiento generalizado. Considerando que las espumas crecen de manera constreñida en el cilindro en dirección vertical (diámetro interno 2.54 mm), y que el extensor del expansómetro en su parte superior le da un acabado casi plano a la espuma y se conoce su altura expandida, es posible entonces calcular la densidad de las espumas en su máximo punto de expansión a partir de las curvas considerando que las muestras son cilíndricas. La tabla IV.2 muestra la densidad de las diferentes espumas en función de su composición y temperatura de espumado. Las espumas de Al puro son ligeramente menos densas pues no contienen Cu y Al₂O₃ como las otras muestras. La baja densidad de las espumas logradas permiten que las propiedades específicas del material sean mejoradas.

Tabla IV.2 Densidad de espumas calculadas a partir de curvas de expansión

	775°C	800°C	825°C
Al	0.63 (STD 0.004)	0.60 (STD 0.039)	0.60 (STD 0.014)
Mezcla	0.73 (STD 0.033)	0.70 (STD 0.022)	0.64 (STD 0.026)
Metalizado	0.70 (STD 0.042)	0.72 (STD 0.066)	0.64 (STD 0.018)

Haciendo una comparación con trabajos de la literatura que reportan el grado de expansión en Al puro, Asavavisithchai y col. [39] reportan una expansión de 350 % en un tiempo de 7 minutos utilizando 0.6 % de TiH₂. Cabe señalar que estos autores no señalan si el porcentaje de espumado reportado se calcula del volumen total de la espuma, considerando el volumen que ocupa el inicialmente el compactado, o bien si es solo el cambio de volumen por la expansión. Esta segunda forma es la aplicada en este trabajo, a diferencia de la mayoría de reportes de la bibliografía. En un trabajo del propio grupo de trabajo, Monje [10] utilizó 1 % TiH₂, obteniendo expansión de hasta 400% en un tiempo de 3 minutos a 800 °C. En el presente trabajo, la expansión máxima de Al puro empleando solo 0.5 % TiH₂ a 800°C fue también cercana a 400%.

4.6 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE ESPUMAS POR ANÁLISIS DE IMÁGENES

El volumen total de poros guarda una relación directa con la densidad y expansión de espumas; sin embargo, de acuerdo a la morfología de los poros, espumas con densidad equivalente pueden mostrar estructuras porosas completamente desiguales. Por lo tanto, la porosidad debe ser caracterizada en términos de tamaño y forma; cuando estas variables son cuantificables, la distribución de tamaños y definición de la forma relativa de los poros, constituyen un complemento importante del método de caracterización. El tamaño del poro se definió en términos del diámetro de Feret, como se expone en la sección experimental; mientras que la forma del poro se definió por el parámetro Factor de Forma, el cual se recuerda adquiere el valor de 0.0 para una aproximación a la geometría de una línea recta, mientras que un valor cercano a 1.0 representa un poro próximo a la forma esférica. La figura 4.19 muestra algunos ejemplos de las muestras en su estado para ser analizadas.

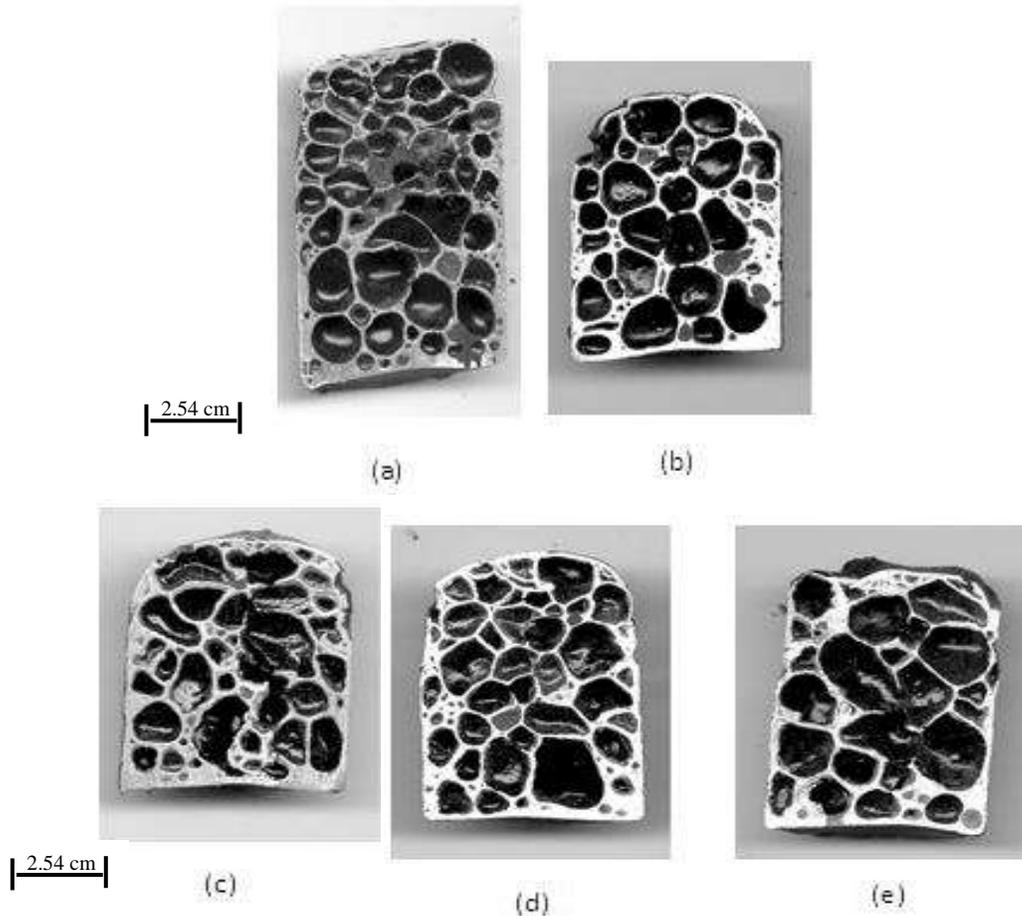


Figura 4.19 Cortes transversales de espumas metálicas para análisis de imágenes.
 a) Al puro 800 °C; b) Al-Cu-Al₂O₃ 800°C; c) Al-Cu/Al₂O₃ 775°C; d) Al-Cu/Al₂O₃ 800°C;
 e) Al-Cu/Al₂O₃ 825°C.

Los parámetros geométricos de las espumas fueron medidos a partir de un mínimo de cuatro muestras para cada condición experimental. Los valores que en esta investigación se reportan son para espumas de Al puro a 800°C, como medida de comparación, y dado el origen de la propuesta del trabajo, se reportan también los datos estadísticos de las espumas con adición de alúmina y cobre por molienda mecánica (Al-Cu/Al₂O₃) a las temperaturas de 775, 800 y 825°C. Muestras de ensayos interrumpidos al máximo volumen fueron seccionadas y digitalizadas para su análisis como se explica en la sección experimental.

Como primer dato a analizar, la tabla IV.3 presenta el parámetro densidad de poros (poros/cm²) como una medida de conocer la cantidad de poros que hay por unidad de área examinada. El número de poros es independiente de la forma y tamaño que estos tengan, pero

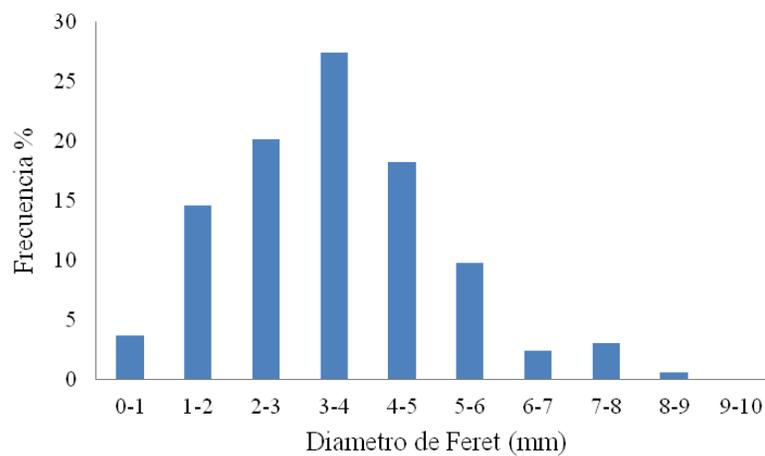
es un indicativo de la capacidad de una espuma por mantener los poros formados antes del colapso. Es claro que la espuma de Al puro que presentó la mayor expansión también muestra la máxima densidad e poros. Los datos de la espuma Al-Cu/Al₂O₃ no coinciden exactamente con el volumen de expansión, pues el orden de expansión de mayor a menor en función de la temperatura de estas espumas fue 825, 800, 775°C. Sin embargo, como se ilustra en la figura 4.19, a esta condición los poros difícilmente se mantuvieron estables, presentando crecimiento del tamaño de poro por coalescencia, lo que reduce el total de poros en la espuma. Comparando estos resultados con las curvas de expansión de la figura 4.18, es clara la tendencia de esta muestra a 825°C por colapsar más rápidamente que la muestra a 800°C que se muestra más estable. La desviación estándar entre muestras también indica cómo las mayores desviaciones corresponden a menor estabilidad de poros. En términos de densidad (poros/cm²), de las muestras Al-Cu/Al₂O₃ la espumada a 800°C presenta mejores condiciones.

Tabla IV.3 Densidad de poros en espumas de aluminio

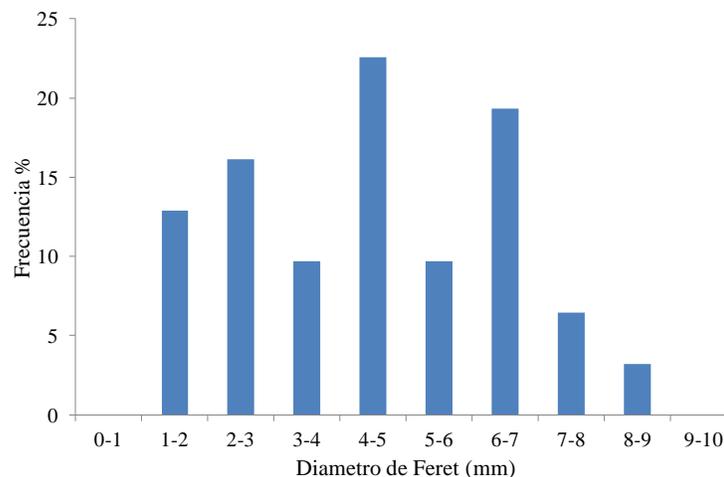
Muestra	Densidad de poros (poros/cm ²)
Al puro, 800°C	5.91 (STD 0.815)
Al-Cu-Al ₂ O ₃ , 800°C	3.89 (STD 0.385)
Al-Cu/Al ₂ O ₃ , 775°C	4.34 (STD 0.286)
Al-Cu/Al ₂ O ₃ , 800°C	4.62 (STD 0.159)
Al-Cu/Al ₂ O ₃ , 825°C	3.52 (STD 0.435)

La figura 4.20 presenta (a) un histograma de frecuencias de la distribución del tamaño del poro en la espuma de Al puro a 800°C y en la figura (b) de la composición Al-Cu-Al₂O₃ a 800°C. Histogramas similares para la espuma con alúmina metalizada (Al-Cu/Al₂O₃) a las temperaturas de 775, 800 y 825°C se muestra en la figura 4.21. La espuma de Al puro presenta una amplia distribución de tamaños de poros, concentrando sus tamaños en el rango de 1 a 6 mm, sobresaliendo en cantidad la clase de tamaño de 3-4 mm. Estos números indican homogeneidad en los tamaños de poros; cualquier espuma producida vía líquido muestra siempre una distribución de poros, y es conveniente que estos sean homogéneos en forma y rango no muy amplio. De la figura 4.21, se aprecia como la espuma Al-Cu/Al₂O₃ a 775°C muestra poros preferentemente pequeños y medianos (figura 4.21a), contrario a la espuma a 825°C que, debido al colapsamiento y coalescencia de poros, se aprecia como incrementan las

clases de tamaño más grandes (figura 4.21c). De acuerdo a la tabla IV.3, los poros no son más grandes en tamaño, sino también en menor cantidad, por lo que a pesar de ser la espuma que mejor espumo en la composición Al-Cu/Al₂O₃, no necesariamente muestra los mejores parámetros geométricos que inciden positivamente en las propiedades mecánicas de un material celular. Aparentemente la muestra Al-Cu/Al₂O₃ a 800°C tienen una buena distribución de tamaños de poros (figura 4.21b), concentrando grandes volúmenes de estos en los rangos de tamaño de 1 a 5 mm. Su histograma de frecuencias presenta pocos poros grandes, lo que implica menor coalescencia.

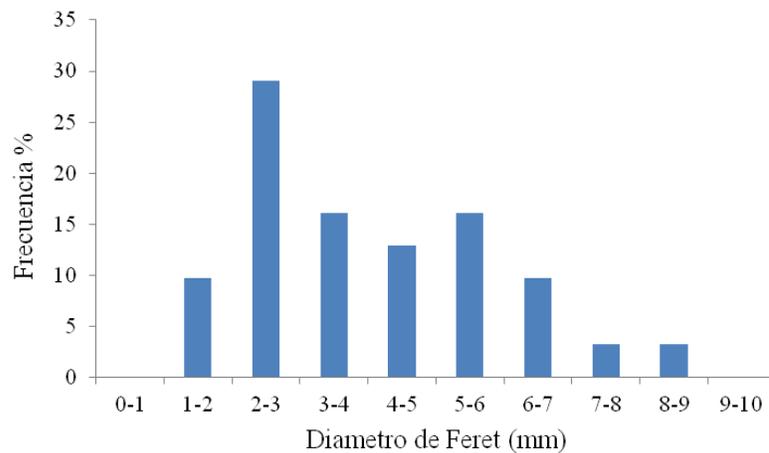


a)

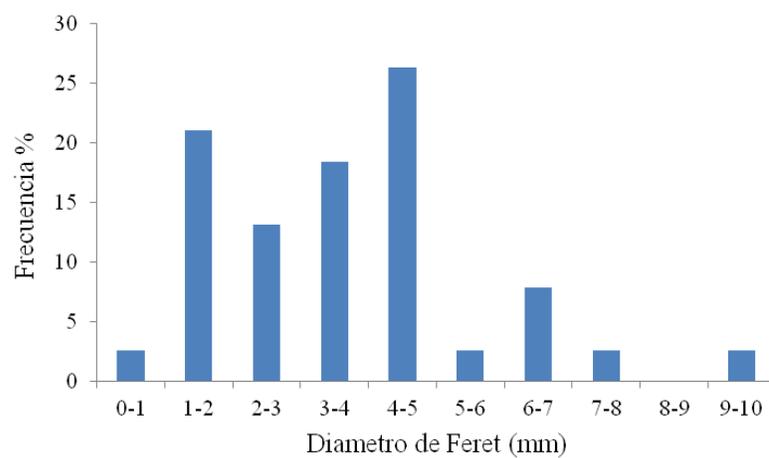


b)

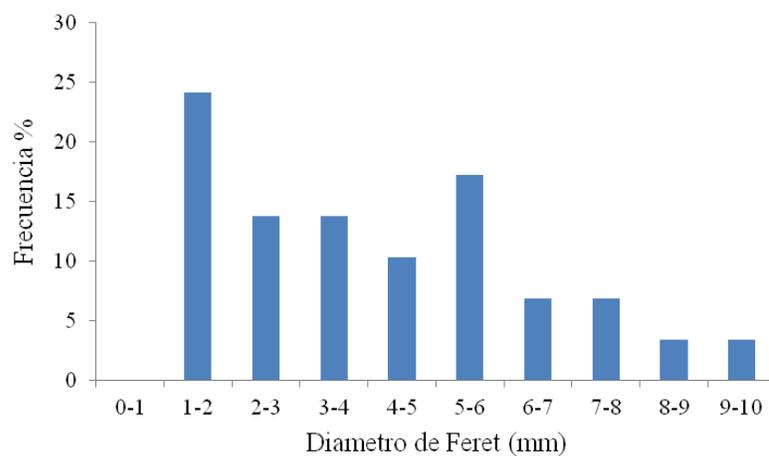
Figura 4.20 Histograma de frecuencias de distribución de tamaño de poros en espuma de (a) Al puro espumada a 800°C y (b) la composición Al-Cu-Al₂O₃ a 800°C



a)



b)



c)

Figura 4.21 Histograma de frecuencias de distribución de tamaño de poros en espuma de aluminio con alúmina metalizada por molienda mecánica de alta energía (Al-Cu/Al₂O₃). a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.

Además del tamaño de los poros, la forma de los mismos, en este caso descrita por el Factor de Forma, tiene un importante rol en el comportamiento del material bajo carga. Los gráficos de las figuras 4.22 y 4.23 muestran la variación de la forma del poro en función del tamaño que éstos tienen en las diferentes espumas. Al graficar el Factor de Forma (1.0 esfera perfecta, 0.0 geometría de línea recta) respecto del tamaño de los poros, es posible apreciar que tan lejos de la circularidad son los mismos de acuerdo al grado de colapsamiento que pudiese presentar la muestra observada. Las espumas de Al puro (Figura 4.22) presentan regularidad en la forma del poro con Factor Forma que oscila de 0.5 a 0.9. Como se observa en la figura 4.19, hay cierto grado elipsoidal en tales poros con orientación de ejes en dirección perpendicular al crecimiento de la espuma. Aparentemente el peso mismo de la espuma y efecto de la gravedad vencen las paredes de aluminio líquido para desviar su forma de la de una esfera perfecta. En la composición de espuma Al-Cu/Al₂O₃ de la figura 4.23, se observa que la temperatura de espumado tiene efecto en la forma de los poros formados. A la temperatura de 775°C, es notable una dispersión de la forma del poro (figura 4.23a), notando que hay pocos poros de gran tamaño, que son los que usualmente se desvían más de la geometría esférica por efectos de colapso.

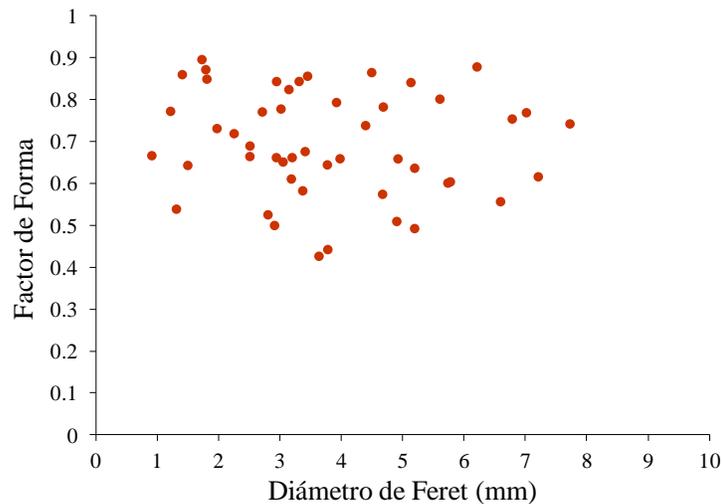


Figura 4.22 Factor de Forma de poros en función de su tamaño para espumas de Al puro preparadas a 800°C.

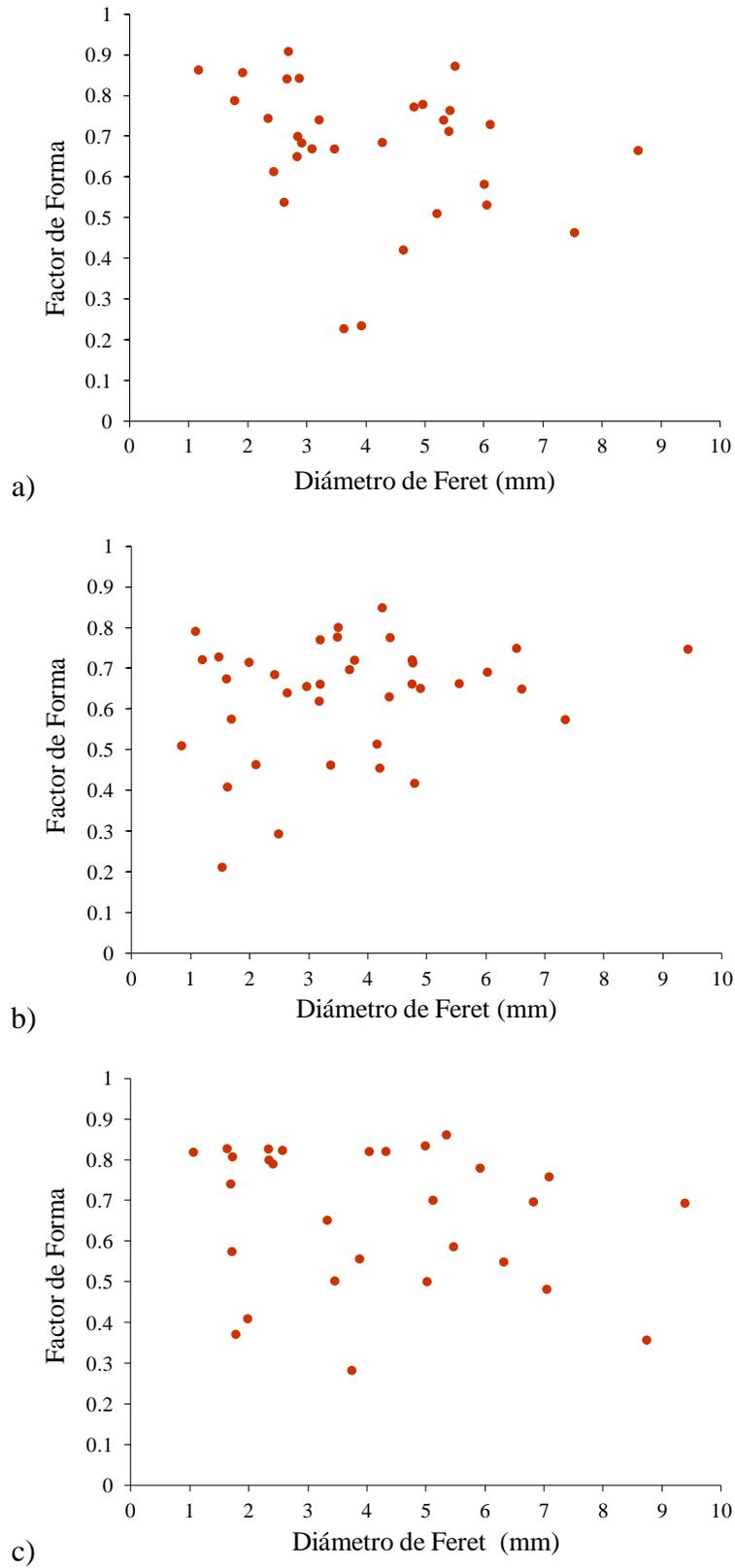


Figura 4.23 Factor de Forma de poros en función de su tamaño. Espumas de aluminio con alúmina metalizada por molienda mecánica (Al-Cu/Al₂O₃). a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.

La mayor dispersión para valores del Factor Forma de los poros ocurre a la temperatura máxima de espumado (figura 4.23c). A 825°C hay una propagación de tamaños y formas de los poros. En esta espuma aparecen varios poros grandes con Factor de Forma muy bajo, posiblemente por coalescencia de poros, que al mostrar gran área expuesta no pueden guardar una regularidad en forma. También se observan poros pequeños con Factor Forma cercano a 0.9, lo que indica que continuaba la nucleación de poros que no crecieron adecuadamente posiblemente por una irregular disipación del gas hidrógeno dado la elevada temperatura de espumado. En el caso de las espumas Al-Cu/Al₂O₃ a 800°C, estas presentan una dispersión entre 0.5 y 0.8, aproximadamente, aunque muestran una importante cantidad de poros de tamaño 1 a 6 mm con Factor Forma en la banda de 0.6-0.8.

Por lo general, estudios en materiales espumados indican que los poros son más esféricos conforme disminuye su tamaño. Poros más irregulares se asocian con el colapso de poros menores o existen poros interconectados; los poros tienen la tendencia esférica desde su formación, independientemente de su tamaño fino o grueso.

4.7 CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Para el análisis por microscopía electrónica de barrido se prepararon cortes longitudinales en la dirección de espumado. La figura 4.24 corresponde a un detalle en un nodo de espumas con adición de partículas de alúmina y cobre por mezclado convencional (Al-Cu-Al₂O₃) a 800°C en el punto de máxima expansión. Se aprecia un material celular con defectos de continuidad y adelgazamiento de las paredes metálicas, defectos con forma de ligeras muescas en la arista de las paredes, característico de segregación de partículas cerámicas mal distribuidas. Como se observa en el interior de los poros, la textura manifiesta pequeñas protuberancias que corresponden a las partículas de alúmina incrustadas en su mayoría en la pared interna de la célula porosa. Las partículas observadas se localizan indistintamente de manera aislada o en pequeños aglomerados en la superficie. Este tipo de defecto es asociado a que las partículas de alúmina no se mueven libremente en el líquido por su baja mojabilidad con la matriz metálica [10], debido a que durante el proceso de espumado las partículas cerámicas no se distribuyen

de forma homogénea en el espesor del interior de la pared celular, dejando adelgazadas algunas regiones de la pared con menor cantidad de partículas cerámicas.

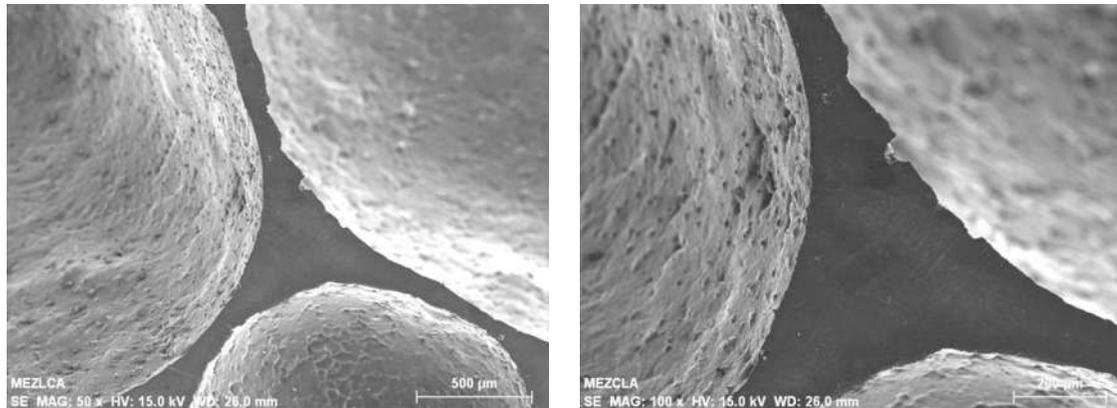


Figura 4.24 Estructura celular y partículas de alúmina en superficie de célula porosa en espuma por mezclado convencional (Al-Cu-Al₂O₃) a 800°C.

Si bien el mezclado convencional permitió la formación de espumas con características similares de expansión, densidad de poros, y tamaño y forma de poros, también se encontró que el mezclado convencional resulta en la segregación de especies, pues se encontraron indicios de partículas de cobre metálico en la superficie de los poros. La figura 4.25 muestra evidencia de un residuo de cobre dentro de un poro. Los mapeos de composición elemental muestran claramente la ausencia de Al en donde se encuentra el Cu; la imagen de electrones secundarios permite ver que la partícula no es coherente con la matriz, lo que puede indicar que oxidación en la superficie de las partículas de Al o Cu evitan que éste entre en solución con el líquido.

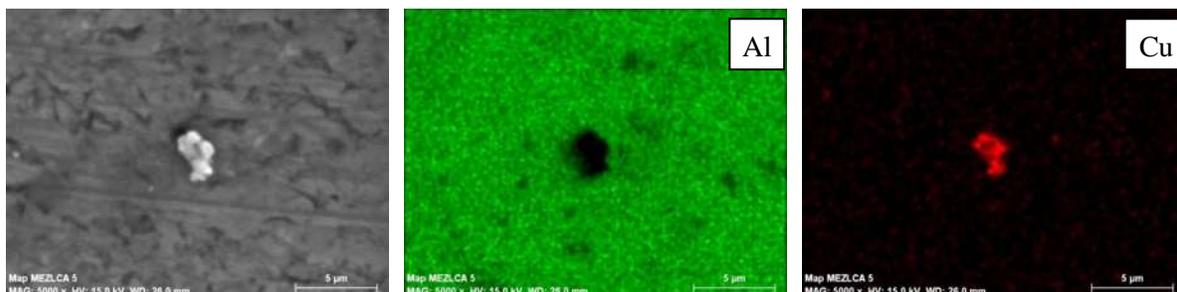


Figura 4.25 Mapeo de partícula de cobre en pared de poro (Al-Cu-Al₂O₃).

A diferencia de la mezcla convencional, el uso de las partículas metalizadas cobre-alúmina en espumas Al-Cu/Al₂O₃, permite que un mayor número de partículas cerámicas que se agregan como estabilizador, se concentre también dentro de las paredes celulares, y no sólo en la superficie externa de la célula porosa. La figura 4.26 muestra el interior de un poro en una espuma Al-Cu/Al₂O₃ a 775°C (figura 4.26a). Es claro cómo la superficie del poro no exhibe gran número de partículas incrustadas; también se observa la formación de una textura tipo “oleaje” producto de la mayor viscosidad del líquido a esta temperatura de espumado. En la figura 4.26b se presenta evidencia de partículas de alúmina en el cuerpo de las paredes de poros; la muestra no se preparó metalográficamente, solo es un corte con disco de diamante a través de los cuellos. Se observan partículas de alúmina, varias de las cuales son de tamaño menor al original del polvo precursor, debido al efecto de fragmentación durante la molienda mecánica de alta energía. Las partículas parecen estar concentradas en una región pequeña, lo que se considera ocurre porque inicialmente están envueltas en la matriz de cobre de las partículas compósito cobre-alúmina, de tal manera que al disolver el cobre y cumplir con su cometido de promover humectabilidad entre las superficies, las partículas cerámicas quedan embebidas en el cuerpo de los cuellos y paredes de las células porosas.

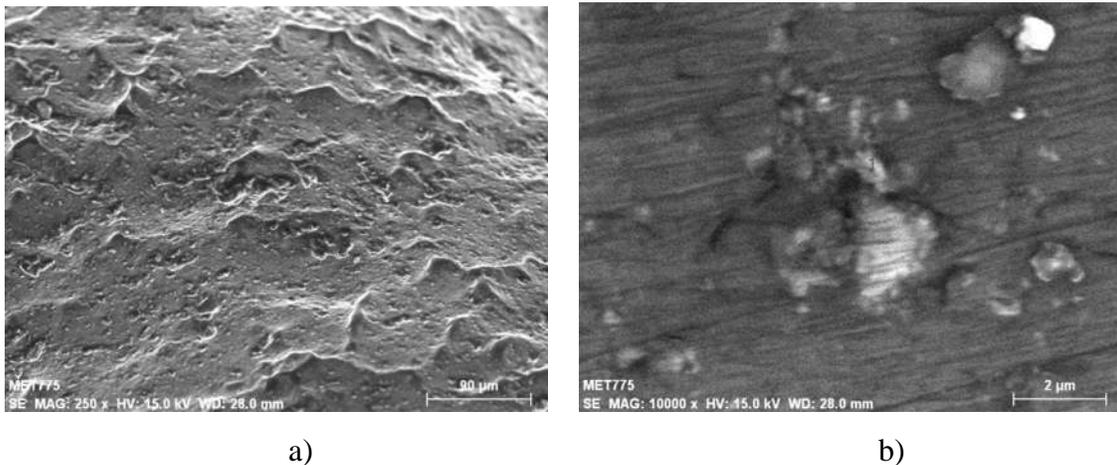


Figura 4.26 Micrografías de espumas Al-Cu/Al₂O₃ a 775°C a partir de partículas metalizadas. a) Pared interna del poro; (b) partículas de alúmina embebidas en cuerpo de la pared celular.

En la figura 4.27 se muestran un par de imágenes por microscopía electrónica de la estructura celular de las espumas reforzadas Al-Cu/Al₂O₃ cuando incrementa a 800°C la temperatura de espumado. Es a esta condición de espumado que las espumas estabilizadas con partículas metalizadas cobre-alúmina muestran los mejores parámetros geométricos de porosidad. Como muestra la figura, se encontraron las dos maneras de como las partículas metalizadas interactúan con la matriz de aluminio en la espuma. La figura 4.27a) corresponde al interior de un poro. Comparado con las imágenes de la figura 4.24 para espumas por mezclas convencionales donde se observa la exposición de alúmina en la superficie de las paredes de los poros, la figura 4.27a) muestra menor cantidad de relieves agudos por presencia de partículas cerámicas irregulares. Sin embargo, a mayor magnificación (figura 4.27b), se aprecia que efectivamente en su superficie se encuentran partículas de alúmina, que sin embargo están embebidas y cubiertas por una película metálica del exterior de la superficie de la pared del poro. Es decir, las partículas aun cuando están en la superficie no son ajenas al cuerpo poroso, y se adhieren y constituyen una capa de partículas reforzantes de la interface como sugieren los modelos propuestos por Kaptay [16], modelos donde simula el comportamiento de burbujas en la interface líquido/gas de espumas que contienen partículas reforzantes (figura 2.11).

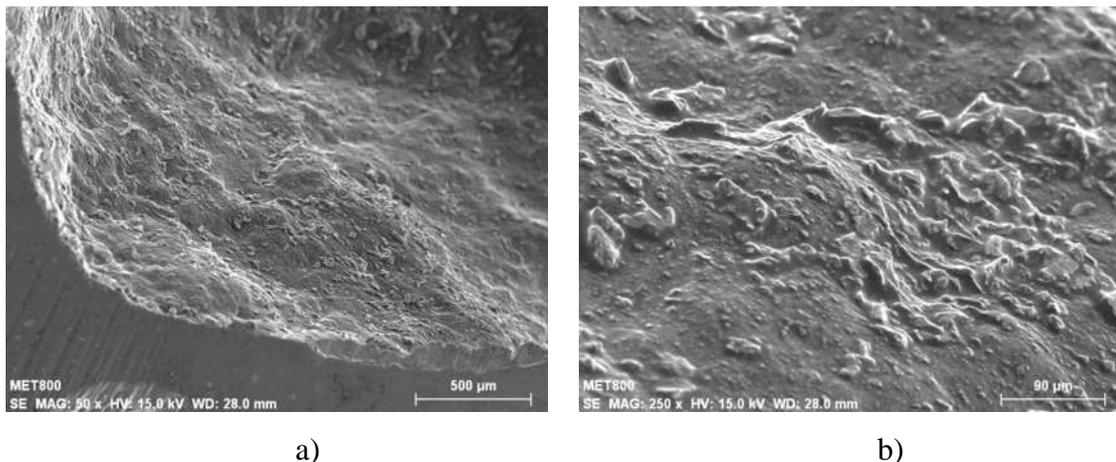


Figura 4.27 Micrografías de espumas Al-Cu/Al₂O₃ a 800°C a partir de partículas metalizadas.
a) Pared interna del poro; (b) detalle de pared interna del poro.

La segunda manera de interactuar de las partículas metalizadas Cu/Al₂O₃ en la matriz de aluminio, es embebiéndose completamente en el cuerpo de la pared celular. Esto alude el

efecto benéfico del metalizado con cobre en la mojabilidad del sistema durante el espumado. Banhart [41] y Körner [42] coinciden al señalar que el aumento de la mojabilidad del metal líquido sobre las partículas mejora su efecto estabilizador. Así mismo, por ensayos de mojabilidad en condiciones ideales de experimentos de la gota pendiente, León y col. [43] y Klintner y col. [44] han mostrado cómo recubrimientos de cobre en alúmina inducen un mojado inmediato con aluminio líquido, disminuyendo considerablemente de 115.2° a 11.6° el ángulo de contacto a 800°C ; así mismo, cómo el uso de aleaciones binarias Al-Cu permite condiciones de mojado en contacto con pares de alúmina policristalina.

La figura 4.28 presenta un ejemplo de cómo las partículas reforzantes se encuentran embebidas en el cuerpo de las paredes celulares. La imagen 4.28a), es un corte transversal a través de las paredes de la espuma. Se observa una partícula embebida en el cuello celular, lo que es posible por el metalizado con cobre que ayuda a mejorar la interacción interfacial del cerámico con el aluminio líquido de la espuma. La figura 2.28b) presenta el patrón de difracción por EDS practicado en la superficie de la partícula. El análisis químico muestra además de Al y O característicos de la alúmina, la presencia de Cu en la partícula. Son varios los casos de partículas de alúmina observadas con cobre en su superficie; no todo el cobre está pasando a solución en la matriz de aluminio.

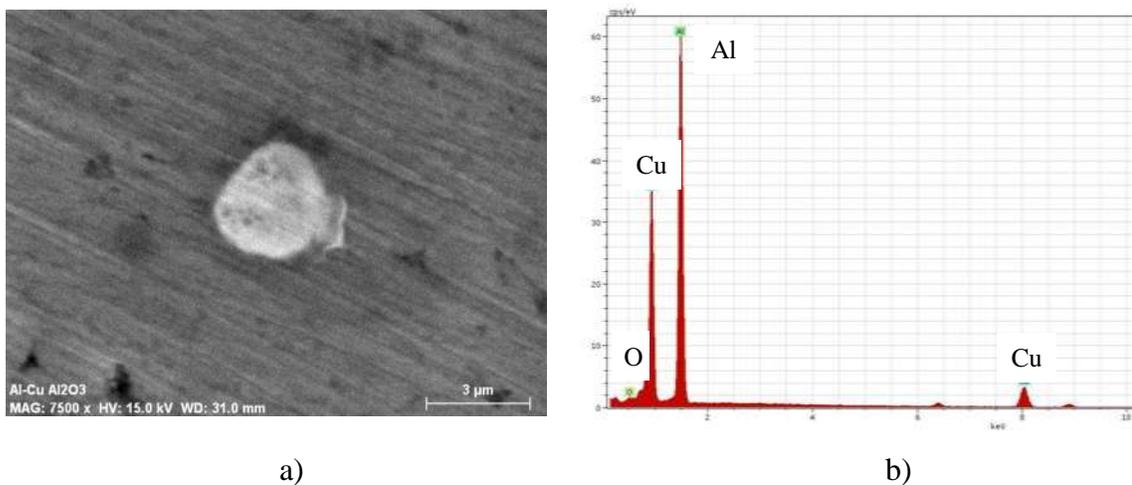


Figura 4.28 a) Partícula de Al_2O_3 embebida en el cuello de espuma Al-Cu/ Al_2O_3 .
b) Patrón de difracción de la superficie de la partícula que muestra presencia de Al, O y Cu.

La figura 4.29 muestra un detalle estructural de la espuma Al-Cu/Al₂O₃ cuando se eleva la temperatura de espumado a 825°C. Como se mostró en la figura 4.18c), esta espuma se caracteriza por colapsar más prontamente que las otras espumas reforzadas con partículas cobre-alúmina. En esencia, el fenómeno se debe a la baja viscosidad a la temperatura de trabajo. La figura 4.29a) muestra el vencimiento elástico de la pared del poro en estado líquido, que una vez solidificado, se convierte en un nodo donde convergen poros no-esféricos. Este nodo irregular puede ser una estructura celular cercana al colapso, o incluso, un poro irregular por coalescencia de poros de menor tamaño. La figura 4.29b) muestra un detalle de la pared celular de un poro contiguo en la misma muestra. A la temperatura de 825°C, las partículas cobre-alúmina también muestran evidencia de estar no solamente en la superficie de los poros, sino también en el cuerpo de los cuellos porosos, como se ilustra en el mapeo elemental de la figura 4.30.

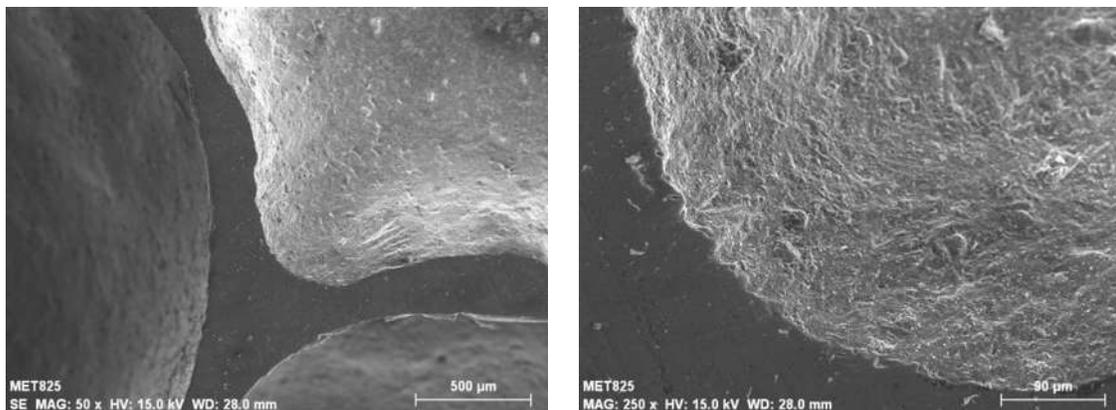


Figura 4.29 Detalles de nodo y pared celular en espuma (Al-Cu/Al₂O₃) a 825°C.

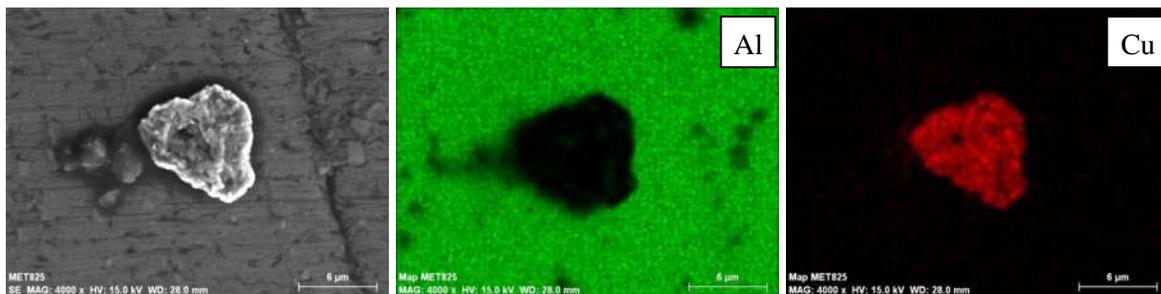


Figura 4.30 Mapeo de partícula alúmina-cobre en pared de poro (Al-Cu/Al₂O₃) a 825°C.

4.8 RESISTENCIA A LA COMPRESION DE ESPUMAS

El gráfico de la figura 4.31 presenta una curva esfuerzo-deformación para un ensayo de compresión en una espuma de Al puro procesada a 800°C. La figura 4.32 muestra imágenes de la espuma que está siendo deformada a cada punto señalado en la curva. Las macrografías no son cortes de las espumas, son las espumas cilíndricas a las que se les retiro la piel de aluminio de la superficie antes del ensayo.

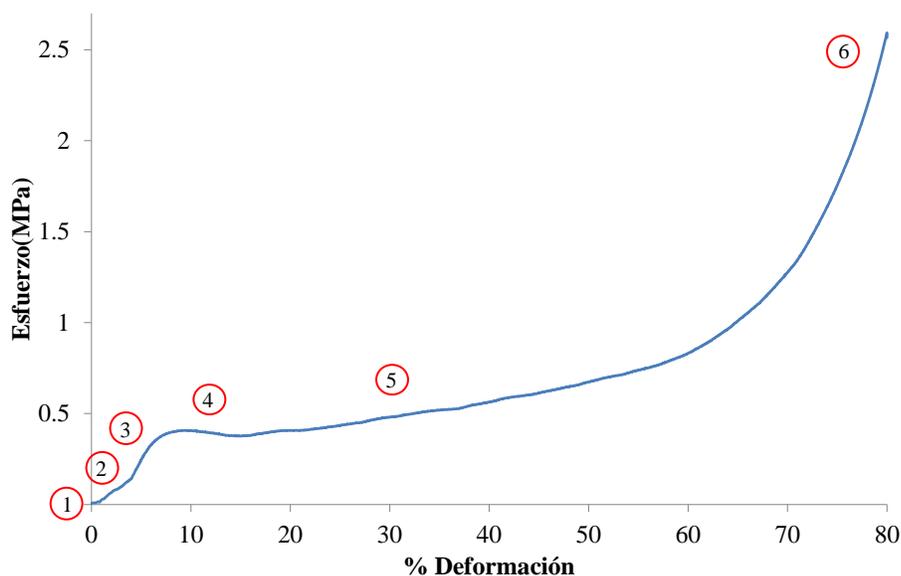


Figura 4.31 Etapas del ensayo a la compresion de espumas de aluminio.

El punto (1) corresponde a la superficie cilíndrica de la espuma sin presión recibida. Los poros son aproximadamente cilíndricos y de tamaño homogéneo. Se observan perfectamente los nodos y paredes de poro que conforman la estructura celular de la espuma. En el punto (2) de la curva donde la deformación no es mayor al 2%, la carga ejercida comienza a colapsar los poros por efecto compresivo. Los poros deforman en dirección perpendicular a la carga ejercida, formando una geometría elipsoidal con vértices punteagudos. En el punto (3) a deformación de 5%, se está a punto de lograr la cima del primer pico de deformación de la espuma. En este punto, los poros son más aplanados y se forman las bandas de deformación en dirección diagonal a la carga aplicada. Este comportamiento coincide con lo reportados por Yongliang-Mu y col. [33], quienes señalan que la formación de bandas al aumentar el esfuerzo de compresión se deben a la liberación y redistribución de esfuerzos en la espuma. En el punto

(4) de la curva, se observa una caída del pico de deformación; de acuerdo con Koza y col. [31], la caída de esfuerzo se asocia al colapso de una línea de poros mayores. Una examinación cuidadosa de las imágenes de la figura 4.32, efectivamente revela que los poros colapsados resultan ser los de mayor tamaño en la espuma. De acuerdo a Koza y col. [31], el diámetro de estos poros debe ser aproximadamente igual a la extensión del pico de deformación plástica correspondiente. El punto (5) de la curva corresponde a la meseta de deformación no-elástica de la espuma; esta región es importante para materiales diseñados con alta absorción de energía, por lo que se espera se extienda a la máxima deformación posible. Finalmente, el punto (6) de la curva corresponde a la máxima carga aplicada; en este punto, el esfuerzo creció de manera lineal a mínima deformación y el material se comporta más como un sólido.

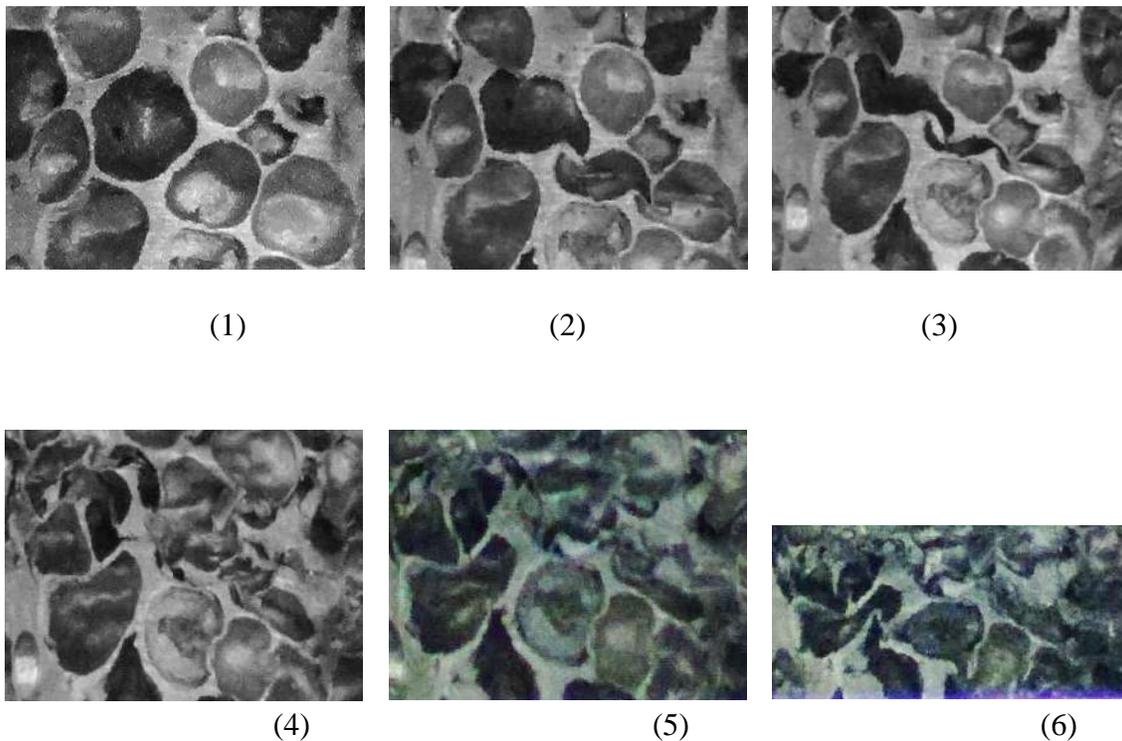


Figura 4.32 Evolucion de la espuma metálica durante la prueba de compresion.

La figura 4.33 presenta la conducta a la compresión de la espuma de Al puro a 800°C. Aun cuando las espumas son procesadas a las mismas condiciones, el hecho de que sean materiales porosos las hace diferentes una de la otra. No obstante, las curvas esfuerzo-deformación

presentan un alto grado de reproducibilidad entre experimentos. El esfuerzo máximo a la compresión para deformación del 80% fue de 24.3 MPa, como se resume en la tabla IV.4. La figura 4.34 muestra las curvas de compresión para la espuma con adición de alúmina y cobre por mezclado convencional (Al-Cu-Al₂O₃) a 800°C, mientras que la figura 4.35 muestra las curvas para las espumas con partículas metalizas cobre-alúmina (Al-Cu/Al₂O₃) a las diferentes temperaturas de proceso ambos gráficos muestran el resultado de cuatro ensayos para cada composición de espumas.

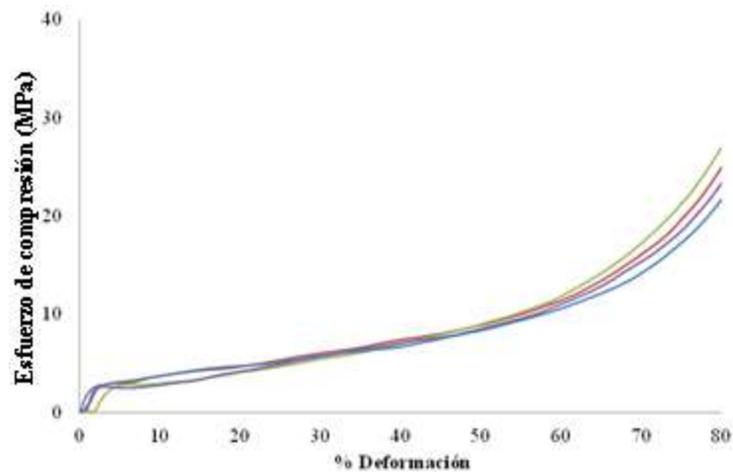


Figura 4.33 Curva esfuerzo-deformación para la compresión de espumas de Al puro a 800°C.

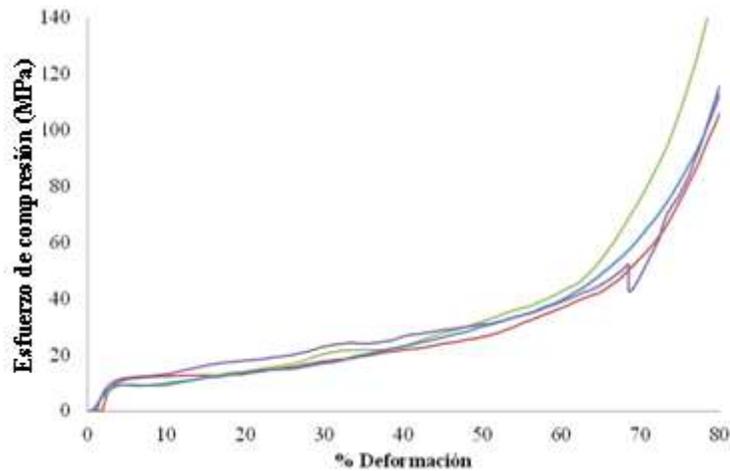


Figura 4.34 Curva esfuerzo-deformación para la compresión de espumas por mezclado convencional (Al-Cu-Al₂O₃) a 800°C.

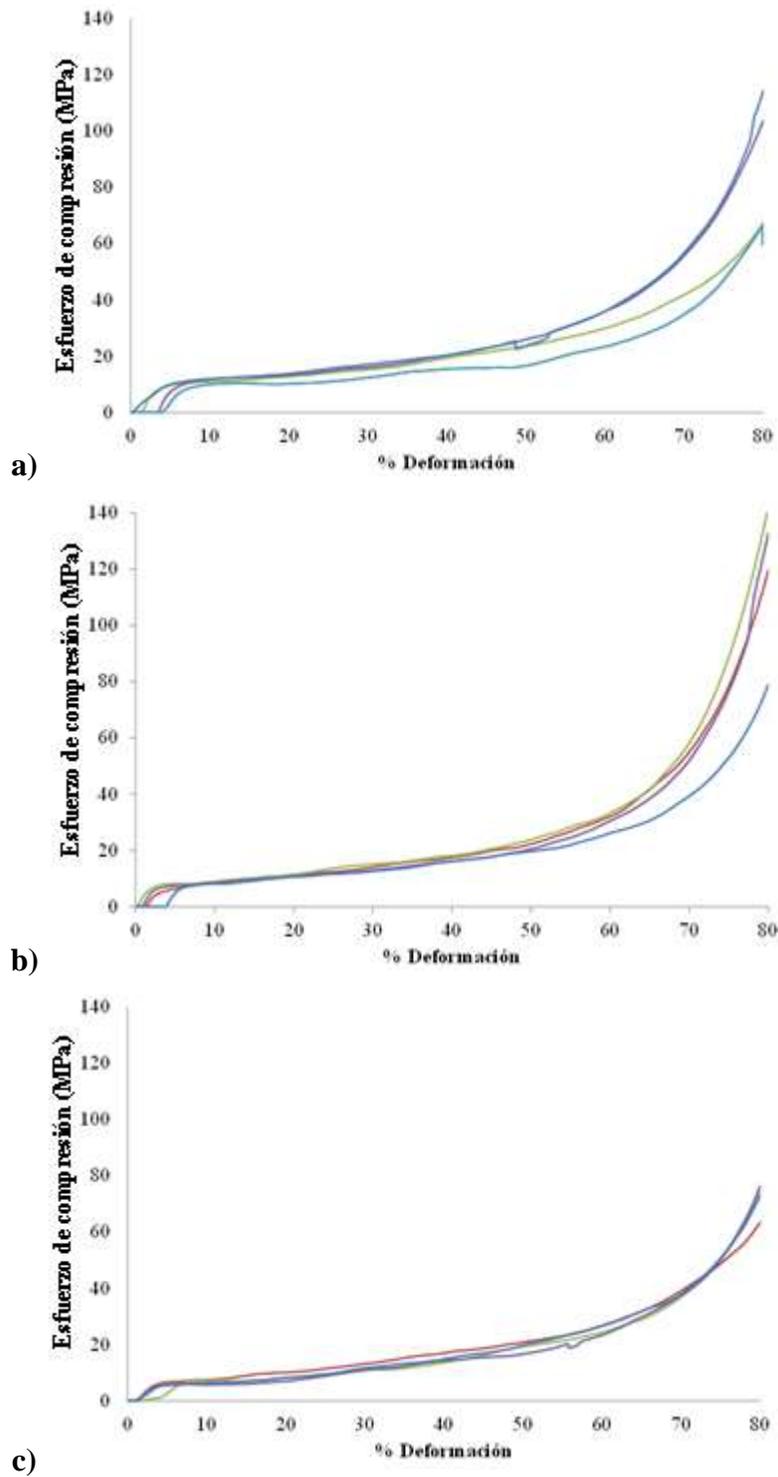


Figura 4.35 Curva esfuerzo-deformación para la compresión de espumas estabilizadas con partículas metalizadas (Al-Cu/Al₂O₃). a) 775°C; b) 800°C; c) 825°C.

De la tabla IV.4 se tiene que la resistencia máxima a la compresión de las espumas reforzadas con alúmina y cobre por mezclado convencional (Al-Cu-Al₂O₃) aumenta hasta 123.6 MPa, valor 400% mayor que el Al puro. La adición de 1% vol. de partículas de alúmina metalizadas con cobre sirve entonces como reforzante de la espuma, independientemente de su intento por estabilizar la estructura y proveer mayor tiempo de manipulación en la fabricación de las mismas.

Tabla IV.4 Esfuerzo de deformación máximo a la compresión, para una deformación de 80% en las espumas estudiadas. Se reporta valor medio y desviación estándar (STD).

	775°C	800°C	825°C
Al puro		24.3 MPa (2.26)	
Mezcla Al-Cu-Al₂O₃		123.6 MPa (24.47)	
Metalizado Al-Cu/Al₂O₃	88.0 MPa (24.72)	118.4 MPa (27.88)	72.0 MPa (5.75)

De la figura 4.35 se observa como la resistencia máxima a la compresión de las espumas estabilizadas con partículas cobre-alúmina (Al-Cu/Al₂O₃) incrementa con la temperatura de expansión, pero presenta un mínimo a la máxima temperatura de 825°C. Conforme a la tabla IV.4, el esfuerzo de compresión a 775°C es de 88 MPa, el cual se incrementa a 118.4 MPa a la temperatura de espumado de 800°C, pero disminuye hasta 72 MPa a 825°C. Esta conducta de esfuerzo máximo a la compresión coincide con las características de los parámetros geométricos de las espumas, los cuales marcan mayor densidad de poros (poros/cm²) y un más homogéneo tamaño de poros y redondez de poro a 800°C cuando se adicionan las partículas metalizadas.

De la tabla IV.4 se observa que el esfuerzo máximo a compresión de las muestras a 800°C es ligeramente mayor en el caso en que se adicionan las partículas de alúmina a partir de una mezcla convencional. Sin embargo, está es la resistencia máxima para una deformación de 80%. Es importante señalar que la extensión de la meseta a un máximo de deformación posible en la curva de compresión esfuerzo-deformación, es una de las condiciones

indispensables en materiales absorbedores de energía. Comparando las figuras 4.34 y 4.35 b), se aprecia que para un esfuerzo de deformación de 20 MPa, la deformación de la espuma (Al-Cu-Al₂O₃) se extiende a 30%, aproximadamente; mientras que para el mismo esfuerzo, la espuma (Al-Cu/Al₂O₃) se deforma hasta casi 50%. La linealidad en la capacidad de deformación plástica a esfuerzos equivalentes es mayor en las espumas fabricadas con estabilizadores cobre-alúmina preparados por molienda mecánica de alta energía.

CONCLUSIONES

Del trabajo experimental para determinar la resistencia a la compresión de aluminio celular adicionado con partículas cerámicas, se derivan las siguientes conclusiones:

- La técnica de molienda mecánica de alta energía permite obtener partículas compósito cobre-alúmina, donde el cerámico duro se embebe en la fase dúctil. Su uso como material estabilizador de espumas de aluminio resulta prometedor al incrementar la resistencia a la compresión de las espumas adicionando solamente 1% vol. de partículas cerámicas.
- Se encontró que las espumas con adición de alúmina retrasan el comienzo del espumado respecto a las espumas de aluminio puro, lo que se atribuye al cambio de viscosidad que sufre el líquido formado.
- Los estudios de expansión y análisis de imágenes revelan que con el incremento de la temperatura, se acelera el proceso de colapsamiento de las espumas. La mejor temperatura entre las estudiadas es la de 800°C, la cual lleva a la obtención de espumas con o sin adición de partículas con las mejores características de los parámetros de poros. Mayor temperatura disminuye la viscosidad, lo que aumenta la inestabilidad de la estructura celular en estado líquido, sufriendo deformaciones la estructura porosa.
- En la evaluación de la resistencia a la compresión se observó un incremento considerable al momento de agregar el refuerzo metal-cerámico, metalizado y sin metalizar. Cabe señalar que este tipo de ensayo no es el más apropiado para la evaluación de la resistencia a la compresión de espumas metálicas. El uso de precursores metalizados como refuerzos estabilizadores de espumas metálicas es prometedor, pues no solo induce la formación in-situ de una matriz espumable, sino que posibilita la adición de cerámicos a aluminio líquido al mejorar sus propiedades de mojado; las espumas así preparadas pueden diseñarse en composición para mejoras estructurales.

RECOMENDACIONES

- Disminuir la cantidad de Cu en el metalizado ya que en este caso tuvo disminución en grado de máxima expansión.
- Caracterizar la estructura porosa por medio de microtomografía, para conocer la estructura interna de la espuma, aparte de que es una prueba no destructiva esto con la finalidad de ahorrar material y tiempo en la fabricación de las espumas metálicas.

APENDICE I

Aplicaciones de espumas de aluminio

Las espumas de aluminio reúnen una muy baja densidad junto a otras características derivadas de su peculiar estructura y metal del que provienen, de manera que tienen un conjunto de propiedades que en la actualidad no está cubierto por otros materiales, lo que mejora sus respectivas prestaciones [45]. En general, las principales consideraciones en la elección de un metal poroso o una espuma metálica en la solución de un problema particular dependen de factores de proceso, estructurales del material y económicos, entre los que destacan las siguientes:

- 1) *Morfología*. Tipo de material celular (poro abierto o cerrado); volumen de poros; tamaño de poro; forma de poros.
- 2) *Metalúrgica*. Metal, aleación o microestructura requerida.
- 3) *Proceso*. Viabilidad de formación del sólido poroso y obtención de productos derivados.
- 4) *Economía*. Factibilidad para la producción en volumen.

Las principales aplicaciones de las espumas de aluminio se registran en las industrias de la automoción, aesroespacial, naval, y arquitectura y decoración.

Aplicaciones en industria de automoción:

- Elementos multifuncionales rígidos de bajo peso
- Absorbedores de impacto
- Barreras acústicas
- Amortiguadores de vibración en vigas laterales
- Rellenos de puertas

Industria aeroespacial:

- Estructuras sándwich con núcleo de espuma de aluminio
- Elementos estructurales en turbinas
- Conos espaciales

Industria naval:

- Elementos estructurales
- Amortiguadores de bajas frecuencias característicos en barcos

Arquitectura y Decoración:

- Tabiquería
- Muebles
- Pisos
- Techos
- Acabados
- Estantería e iluminación

Industria automotriz

El uso de espumas de aluminio en la estructura de los automóviles es un fenómeno bastante reciente. La necesidad de una mayor seguridad, reducción del consumo de combustible, elementos absorbentes de impactos, reducción de emisiones acústicas y componentes de alta emisión del calor, hacen de las espumas de aluminio un material idóneo para muchas aplicaciones automotrices, como se muestra en las figuras AI.1 y AI.2.

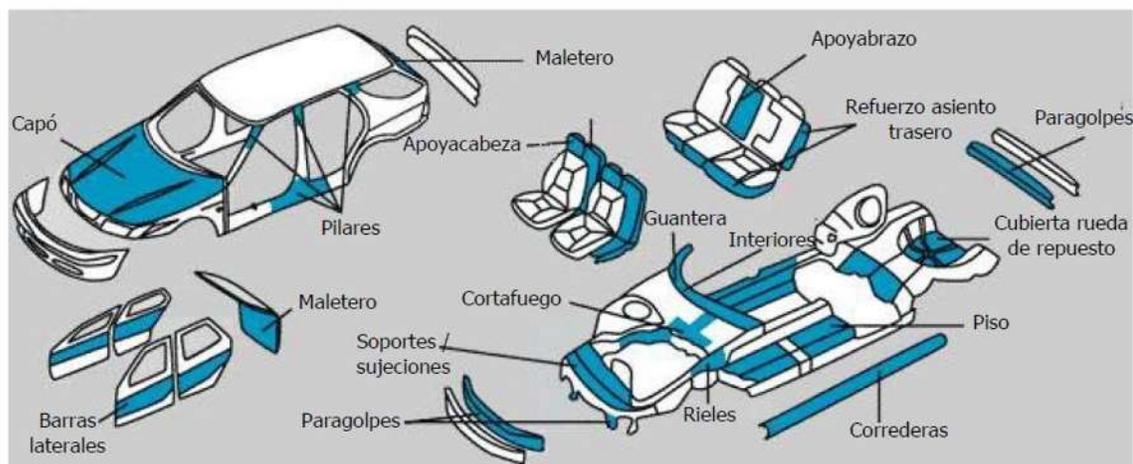


Figura AI.1 Usos de espumas metálicas en vehículos [46].



Figura AI.2 Caja de absorción de impacto base espuma de aluminio integrada en componentes automotrices para una mayor protección contra colisiones [48].

Las espumas de aluminio presentan buenas propiedades frente a un amplio rango de esfuerzos, se deforman proporcionalmente a la carga soportada y la absorción de energía es aproximadamente isotrópica. Frente a los impactos, las espumas de aluminio tienen un buen comportamiento debido a que cuentan con una buena deformabilidad, presentando un bajo índice de rebote en situaciones de choque dinámico [45]. Hoy en día las espumas de aluminio se están utilizando en diferentes partes de vehículos BMW, Audi y Ferrari, donde han supuesto un aligeramiento estructural, además de reforzar la seguridad debido a los absorbentes de impacto y la mejoría del índice NVH (ruido, vibración y rigidez).

La mejora del confort por la reducción del ruido en el interior del automóvil, es otro campo donde las espumas de aluminio pueden actuar, tanto como barreras acústicas, como reduciendo el nivel de ruido transmitido al exterior del vehículo. El problema de las vibraciones de resonancia indeseables de un motor, vehículo, etc., que son causa de averías y la emisión de ruidos, puede reducirse. Para el Cadillac Sixteen de GM se está fabricando suelo de espuma de aluminio, lo que permite la misma firmeza que otros materiales con un menor peso y menor espesor, brindando un mayor espacio interior y mejor índice NVH [47].

La capota del automóvil de Ferrari F430 Spyder (figura AI.3), es eléctrica, completamente automática, y la accionan siete actuadores electrohidráulicos que la abren y la cierra en 20 segundos, y una señal acústica alerta al conductor cuando el proceso ha concluido. Para compensar la pérdida del techo, el chasis del Spyder ha sido reforzado. Las partes del travesaño se fortalecieron con rellenos extremadamente ligeros, rígidos de la espuma del aluminio donde conectan con los miembros posteriores del chasis del B-pilar.



Figura AI.3 Automóvil Ferrari F430 [49].

APENDICE II

Expansómetro-Láser

1. Propósito De Equipo Expansómetro-Láser

Se trata de un dispositivo diseñado y construido especialmente para medir datos de expansión en tiempo real de espumas metálicas que crecen constreñidas a la forma de un crisol cilíndrico que la contiene; el cambio de altura de la muestra espumada es registrado por un dispositivo de adquisición de datos, y la señal acondicionada y procesada con ayuda de la aplicación *LabVIEW* en un entorno de desarrollo gráfico expansión vs. tiempo de espumado.

Dentro de los métodos existentes para la fabricación de metales celulares, los procesos pulvimetalúrgicos se han ido posicionando como los de mayor investigación y evolución. Actualmente el Laboratorio de Materiales Compuestos del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la Universidad Michoacana, se ha encaminado a preparar y caracterizar metales celulares de aluminio en dos líneas de investigación: las espumas y las esponjas de aluminio.

De manera general, las espumas de aluminio presentan un problema de reproducibilidad en su producción; al formar una espuma, a partir de un precursor espumable, esta llega a ser un líquido con burbujas de gas atrapado, lo que ocasiona problemas de coalescencia de poros, drenado de líquido y colapsamiento de la espuma, antes de su solidificación. Para mejorar el proceso de producción, es necesario obtener información fisicoquímica en tiempo real del proceso de evolución de formación de la espuma. Información precisa puede conllevar a espumas metálicas de buenas características estructurales y alta reproducibilidad. Una solución para lograr información de la evolución de la espuma en tiempo real, es a través de un dispositivo de expansión del tipo Expansómetro-Láser propuesto. De ser posible la medición en tiempo real del espumado, y su relación con las características estructurales de la espuma, es viable generar información que permita un mejor control de los procesos de producción de metales celulares.

2. Expansómetro-Láser: Diseño Y Funcionamiento

La evolución del espumado de compactados precursores de espumas se registró experimentalmente monitoreando en tiempo real el cambio de altura, en función del tiempo, de espumas que crecen constreñidas a la forma del crisol cilíndrico que las contiene; el cambio dimensional se registra con un sensor de desplazamiento láser. Las partes principales del arreglo experimental son: una polea para transmisión de movimiento; un sensor de desplazamiento láser (Wenglor CP35MHT80); émbolo de extensión de movimiento de canalillo inoxidable; crisol contenedor de acero; y horno de espumado tipo crisol (Lindberg/BlueM). El cambio de altura de la muestra espumada fue registrado por un dispositivo de adquisición de datos (National Instrument NI-9215), y la señal acondicionada y procesada con ayuda de la aplicación LabVIEW en un entorno de desarrollo gráfico. La figura AII.1 muestra un esquema del dispositivo experimental montado.

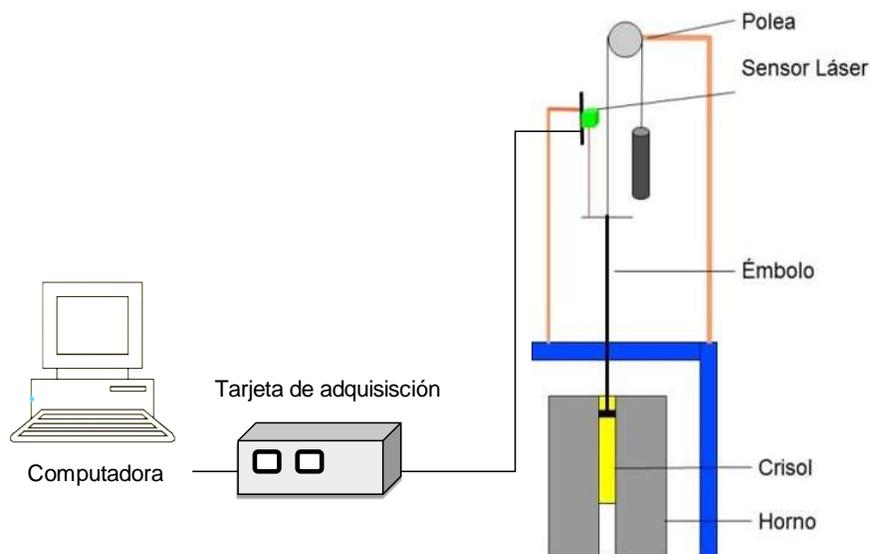


Figura AII.1 Diagrama esquemático del arreglo Expansómetro-Láser [10].

El arreglo mecánico del sistema se diseñó de acuerdo a las necesidades dimensionales de las piezas estudiadas; el expansómetro se considera un instrumento de medición, más que un sistema de producción. Tres son los instrumentos principales que constituyen el dispositivo: el sensor láser, el sistema de adquisición de señales, y el horno con control que constituye la

cámara de espumado. Algunos detalles técnicos de estas tres principales piezas se describen a continuación:

Sensor de desplazamiento láser (Wenglor CP35MHT80)

Características técnicas:

Datos ópticos	
Rango de trabajo	50...350 mm
Rango de medición	300 mm
Resolución	< 50 μm
Linealidad	0,15 %
Fuente de luz Láser	(rojo)
Longitud de onda	660 nm
Datos eléctricos	
Tensión de alimentación	18...30 V DC
Consumo de corriente	($U_b = 24 \text{ V}$) < 80 mA
Tiempo de reacción	< 1250 μs
Temperatura de desvío	< 25 $\mu\text{m/K}$
Rango de temperatura	-25...50 °C
Salida analógica	0...10 V
Interfaz RS-232	
Datos mecánicos	
Carcasa Plástico	
Conexión	Conexión M12 \times 1; 8-pins



El sensor utiliza un fotodiodo CMOS de gran resolución y tecnología DSP, eliminando virtualmente el material, color y brillo relacionados con las diferencias de los puntos de conmutación.

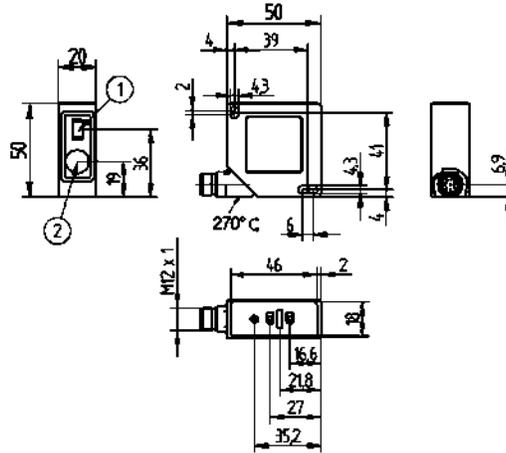


Figura AII.2 Sensor de desplazamiento láser Wenglor CP35MHT80. (1) Diodo emisor; (2) Diodo receptor. Todas las dimensiones en mm.

Horno de espumado tipo crisol (Lindberg/BlueM)

Características técnicas:

Horno tipo cámara crisol	
Temperatura mínima	100°C
Temperatura máxima	1200°C
Diámetro boca de cámara	125 mm
Profundidad de cámara	203 mm
Uniformidad de temperatura	±0.8 at 150°C
Potencia	1.7 kW; 50/60 (Hz)
Alimentación	208/240 VAC



Figura AII.3 Horno tipo crisol y controlador PID de temperatura máxima 1200°C, empleado como cámara de calentamiento del compactado precursor de espuma.

El horno de cámara tipo crisol tiene aislamiento de fibra cerámica, proveyendo excelente uniformidad de temperatura al interior de la cámara. El elemento calefactor está embebido en el aislante para mayor capacidad de transferencia de calor. El horno constituye parte del sistema modular de horno y controlador. El controlador es programable en múltiples segmentos; incluye microprocesador de control PID para programación efectiva de rampas y mesetas de temperatura.

Módulo de Entrada Analógica de 4 canales, 100 kS/s/canal, 16 bits, ±10 V

Características técnicas:

Entrada Analógica	
Canales	4
Canales de una sola terminal	0
Canales Diferenciales	4
Resolución	16 bits
Velocidad de Muestreo	100 kS/s



Máx. Voltaje de Entrada Analógica	10 V
Rango de Voltaje Máximo	-10 V, 10 V
Precisión Máxima del Rango de Voltaje	0.003 V
Muestreo Simultáneo	Sí
Rango de operación	-40 a 70 °C

El módulo NI-9215 para uso con chasis NI CompactDAQ y CompactRIO incluye cuatro canales de entrada analógica muestreados simultáneamente y registro sucesivo de aproximación (SAR) de 16 bits ADCs. Este módulo contiene certificados de calibración trazable expedidos por el NIST, doble barrera de aislamiento de canal a tierra para seguridad, inmunidad a ruido y alto rango de voltaje de modo común. Para usar el Módulo NI-9215, se necesita establecer un sistema como el mostrado en la figura AII.4. En su función particular, el *controlador* ejecuta su aplicación y establece interfaz con el *Módulo*; mientras que el *software* LabVIEW permite establecer la interfaz con el hardware para reunir, analizar, presentar, y almacenar las mediciones.



Figura AII.4 Arreglo de sistema con Módulo NI-9215 para adquisición de datos.

3.1 Funcionamiento De Expansómetro-Láser

El funcionamiento del dispositivo desarrollado consiste en lo siguiente. En la cámara de calentamiento, horno crisol vertical (Lindberg/Blue M), se introduce manualmente la muestra a espumar dentro de un crisol cilíndrico de acero inoxidable. El crisol cilíndrico permite la

expansión del compacto únicamente en dirección vertical. En la superficie de la espuma se coloca un émbolo extensor de peso mínimo quien transmite el movimiento expansivo, el cual es guiado por un cañón de acero perfectamente alineado; el extensor está conectado a un contrapeso mediante un hilo de nylon a través de una polea en movimiento (figura AII.5). El contrapeso, tiene una relación en peso con el extensor de 0.98; esto es, el compactado prácticamente espuma de manera libre al ser casi nulo el peso en su superficie. La función del extensor es desplazarse en la misma proporción que lo hace la espuma al ser empujado por ésta, pero sin ejercer presión sobre la misma; el extensor permite que el sensor láser se ubique lejos de la zona caliente y dirija su haz a una superficie adecuada, no incandescente y opaca, para percibir la señal desplazada adecuadamente. La figura AII.5 muestra el equipo Expansómetro-Láser, armado y montado en el laboratorio. En la parte izquierda se aprecia la cámara de expansión con el arreglo mecánico de desplazamiento de polea y émbolo, con el sensor láser en su parte superior; a la derecha, el sistema de adquisición de datos y el controlador de temperatura.

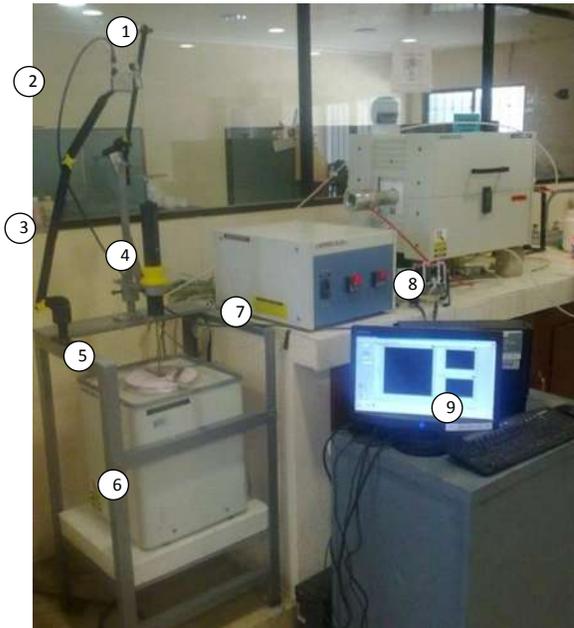


Figura AII.5 Expansómetro-Láser montado en el laboratorio.

1	Polea de movimiento y contrapeso
2	Sensor de desplazamiento láser
3	Brazo mecánico
4	Cañón guía de lineación
5	Embolo extensor de desplazamiento
6	Horno cámara de expansión
7	Controlador de temperatura
8	Módulo IN-9215 en chasis
9	PC/controlador y software

Figura AII.5 Expansómetro-Láser del IIM.

REFERENCIAS

- [1] Gibson, L., y Ashby, M.F. Cellular solids: Structure and properties, Cambridge University Press, 1999.
- [2] Fernández P., Cruz L.J. y Coletto J. Procesos y fabricación de metales celulares. Parte II Vía sólida. *Revista de Metalurgia*, ISSN: 0034-8570 Marzo-Abril, 124-142, 2009.
- [3] Stauffer D. y Aharony A., *Introduction to Percolation Theory*, 2nd ed., Taylor & Francis, Londres, Inglaterra, pp. 181-194. 1992.
- [4] Fernández P., Cruz L. J. y Coletto J. Procesos de fabricación de metales celulares. Parte I: Procesos por vía líquida. *Revista de Metalurgia*, ISSN: 0034-8570, 44, pp. 540-555. 2008.
- [5] Bab M.A., Mendoza-Zeñis, L., Damonte, L. C. Mechanical Alloying and Milling Mechanical Engineering *Acta Mater.*, 4205-4213. 2001.
- [6] Asavavisithchai S. y Kennedy A.R. Cellular Metals: Manufacture, properties, applications. *Proc. Met Foam*, pp. 119-122. 2003.
- [7] Matijasevic-Lux B., Banhart J., Fiechter S., Gorke O., Wanderka N. Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture. *Acta Materialia*, 54, 1887-1900. 2006.
- [8] Banhart J. Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams. *Wiener Strasse 12*, 28359, 2000.
- [9] Simančík F., Mináriková N., Čulák S. y Kováčik J., Proc. Int. Conf. Metal foams and porous metal structures, Ashby, N.A. Fleck (Eds.), MIT Press-Verlag Bremen, Alemania, pp. 105-108. 1999.
- [10] Miguel Á. Monje G. *Estabilización de espumas de aluminio con partículas de alúmina metalizadas con cobre*. Tesis de Maestría en asesoría del Dr. Carlos Alberto León Patiño. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, México, 2012.
- [11] Duarte, P. Weigand, J. Banhart. Foaming kinetics of aluminium alloys. *Metal Foams and Porous Metal Structures*. MIT Verlag. 1999.
- [12] Rodríguez M.A., Pérez, Solórzano E., J.A. The time Uncoupled Aluminium Free-Expansion: Intrinsic Anisotropy. Foaming under conventional conditions. 2006.
- [13] Klintner A. J., Leon C. A., Drew A. L., The optimum contact angle range for metal foam stabilization: an experimental comparison with the theory. *Mater. Sci.*, 45, 2174-2180. 2010.

- [14] Martínez-Sánchez R., Estrada Guel I., Jaramillo Viguera D., De la Torre S.D., Gaona-Tiburcio C. and Guerrero-Paz J. Atmospheric and Milling Devices Effect on the Activation Energy for Crystallization of a Partially Amorphized Ni-Mo Alloy. *Materials Science Forum*, Vol 13, pp. 135-140. 2002.
- [15] Kaptay G. Interfacial criteria for stabilization of liquid foams by solid particles. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 230, 67–80. 2004.
- [16] Kaptay G. Interfacial criteria for ceramic particle stabilised metallic foams. International Conference for Metal Foams and Porous Metal Structures ISBN: 3980574873, Bremen, 1999.
- [17] Klintner A., Mendoza-Suarez G., Drew R. A. L. Wetting of pure aluminum and selected alloys on polycrystalline alumina and sapphire. *Materials Science and Engineering*, 495, pp. 147–152. 2008.
- [18] Asavavisithchai S., Kennedy A.R. The effect of Mg addition on the stability of Al–Al₂O₃ foams made by a powder metallurgy route. *Scripta Materialia*, 54, 1331-1334. 2006.
- [19] Esmaeelzadeh S., Simchi A., Lehmuusc D. Effect of ceramic particle addition on the foaming behavior, cell structure and mechanical properties of P/M AlSi₇ foam 2006.
- [20] Kuhrt, C., Schropf, H., Schultz, L., Arzt, E. Mechanical Alloying for Structural Applications. *Materials Park*, pp. 269–273. 1993.
- [21] Suryanarayana C. Mechanical Alloying and Milling. Florida: E.U.A. 2003.
- [22] Fogagnolo J.B., Robert M.H., Torralba J.M. Mechanically alloyed AlN particle reinforced Al-6061 matrix composites: Powder processing, consolidation and mechanical strength and hardness of the as-extruded materials. *Materials Science and Engineering*, A 426, 85–94. 2006.
- [23] Fogagnolo J.B., Pallone E.M.J.A., Martin D.R., Kiminami C.S, Bolfarini C., Botta W.J. Processing of Al matrix composites reinforced with Al–Ni compounds and Al₂O₃ by reactive milling and reactive sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 471, 448–452. 2009.
- [24] Abdoli H., Salahi E., Farnoush H., Pourazrang K. Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 461, 166–172. 2008.
- [25] Jiménez M., Aguilar E., León P., Rodríguez G. Composite powders of Cu-Ag/AlN by mechanical alloying. XXII International Materials Research Congress, agosto del 2012. Cancún, Quintana Roo.

- [26] Gutiérrez-Vázquez y Oñoro J. Espumas de aluminio, fabricación, propiedades y aplicaciones. *Re. Metal Madrid*, 44 (5), pag. 457-476. 2008
- [27] Bin Jianga, Zejun Wang, Naiqin Zhaob. Effect of pore size and relative density on the mechanical properties of open cell aluminum foams. *Scripta Materialia*, 56 (2), Pages 169–172. 2007.
- [28] Ashby MF, Evans AG, Fleck NA, Gibson LJ, Hutchinson JW, Wadley HNG. Metal foams: a design guide. Boston: Butterworth. Heinemann; 2000.
- [29] Banhart J.. Manufactures, Characterization and Application of Cellular Metals and Metals Foams. *Progress in Materials Science*, 46 pp. 559–632. 2001.
- [30] Bastawros A-F., Bart-Smith H., Evans A.G. Experimental analysis of deformation mechanisms in a closed. *Scripta Materialia -cell aluminum alloy foam. Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 48 (2), Pages 301–322. 2000.
- [31] Kozaa E., Leonowicza M., Wojciechowski S., Simancik F.. Compressive strength of aluminium foams. *Mater Lett.*, 58:132-135. 2003.
- [32] Insu Jeon and Tadashi Asahina. The effect of structural defects on the compressive behavior of closed-cell Al foam. *Acta Materialia*, Vol. 53, No. 12, pp. 3415-3423, 2005.
- [33] Mu, Yongliang; Yao, Guangchun; Liang, Lisi; Luo, Hongjie; Zu, Guoyin. Deformation mechanisms of closed-cell aluminum foam in compression. *Scripta Materialia* vol. 63, p. 629-632. 2010.
- [34] SigmaScan Pro. Image Analysis. Version 5.0.0 (Build Number 3981). 1987-1999. SPSS Inc.
- [35] Proa P.M. Recubrimiento metálico autocatalítico de cobre y níquel en alumina para incrementar su mojabilidad con aluminio. IIM-UMSNH. 2002.
- [36] Kennedy A.R., López V.H. The decomposition behavior of as-received and oxidized TiH₂ foaming-agent powder. *Materials Science and Engineering A357*, pp. 258-263. 2003.
- [37] Miyoshi T., Kasai T., Mukai T. y Higashi H., *Cellular Metals and Metal Foaming Technology*, MIT-Verlag, Bremen, Alemania, pp. 167-170. 2001.
- [38] Gutiérrez-Vázquez J.A. Espumas de aluminio. Fabricación, propiedades y aplicaciones. *Revista de metalurgia*, 44 (5), 457-476, 2008.
- [39] Asavavisithchais and Kennedy A. R. The effect of Mg addition on the stability of Al-Al₂O₃ foams made by a powder metallurgy route. *Scripta Materialia* 54,1331–1334. 2006.

- [40] Benouali A.H. Investigation on the influence of cell shape anisotropy on the mechanical performance of closed cell aluminium foams using micro-computed tomography. *Journal of Materials Science*, 40, pp. 5801–5811. 2005.
- [41] Banhart J. Manufactures, Metal Foams: Production and Stability, *Advanced Engineering Materials*, 8 (9), 781–794. 2006.
- [42] Körner C., Arnol M., Singer R.F. Metal foam stabilization by oxide network particles. *Materials Science and Engineering*, A 396, 28–40. 2005.
- [43] León C.A., Mendoza G. and Drew R.A.L. Wettability and spreading kinetics of molten aluminum on copper-coated ceramics. *J. Materials Science and Engineering*, 41, pp. 5081-87, 2006.
- [44] Klintner A. J., Mendoza-Suarez G., Drew R. A.L. Wetting of pure aluminum and selected alloys on polycrystalline alumina and sapphire, *Materials Science and Engineering: A495*, (1-2) Special Issue, pp. 147-152, 2008.
- [45] Pierre-Gilles de Gennes, Françoise Brochard-Wyart, David Quéré. Capillarity and wetting phenomena: drops, bubbles, pearls, waves. Springer, 2004.
- [46] Caracterización mecánica de espumas metálicas y su aplicación en sistemas de absorción de energía, I. Irausquin, J. Pérez, Febrero 2012.
- [47] P. G. B.-W. de Gennes, F. Quéré, D., Capillarity and Wetting Phenomena - Drops, Bubbles, 2004.
- [48] Zhenlun Song. Energy of Compressed Aluminum Foam. *Advanced Engineering Materials* 7, 2005, pp. 73-77.
- [49] Suryanarayana, C., Ivanov, E., Noufi, R., Contreras, M. A., Moore, J. J. (1999).