

UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

**“Estabilización de Espumas de Aluminio con Partículas de
Alúmina Metalizadas con Cobre”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA:

Miguel Ángel Monje García

ASESOR:

Dr. Carlos Alberto León Patiño

Morelia, Mich., Febrero 2012.



ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	I
ÍNDICE DE TABLAS	V
RESUMEN	VIII
OBJETIVOS	X
OBJETIVO GENERAL	X
OBJETIVOS PARTICULARES	X
1 INTRODUCCIÓN	1
2 ANTECEDENTES	4
2.1 ESPUMAS DE ALUMINIO	4
2.1.1 Métodos de Producción de Espumas Metálicas	5
2.1.2 Espumado de Preformas Vía Tecnología de Polvos	5
2.1.2.1 Influencia de los Parámetros de Proceso	7
2.1.2.2 Efecto de la Compactación	7
2.1.2.3 Parámetros de Espumado	8
2.2 PROPIEDADES DE LAS ESPUMAS METÁLICAS	10
2.2.1 Propiedades Mecánicas	10
2.2.2 Propiedades Térmicas y Eléctricas	14
2.2.3 Absorción de Sonido y Supresión de la Vibración	15
2.3 APLICACIONES	16
2.3.1 Consideraciones Generales	16
2.3.2 Industria Automotriz	17
2.3.3 Absorción de Energía al Impacto	19
2.3.4 Material Estructural	20
2.3.5 Absorción Acústica	21
2.4 FÍSICA DE INTERFASES	22
2.4.1 Mojabilidad	22
2.4.2 Mojado a Temperaturas Elevadas	24
2.4.3 Método de la Gota	25
2.4.4 Mojabilidad de Aluminio y sus Aleaciones	25
2.5 EFECTO DE LAS PARTÍCULAS CERÁMICAS EN LA ESTABILIDAD DE LA ESPUMA	28
2.5.1 Estabilidad de Espumas Acuosas	28
2.5.2 Estabilidad de Espumas Metálicas	30



2.5.2.1	Aumento de la Viscosidad.....	31
2.5.2.2	Generación de las Fuerzas de Repulsión	31
2.5.3	Alúmina como Refuerzo Cerámico	34
2.5.4	Recubrimiento de Refuerzos	34
2.5.4.1	Recubrimiento Metálico Autocatalítico	35
3	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	38
3.1	Caracterización de polvos precursores	39
3.1.1	Difracción de Rayos-X.....	40
3.1.2	Microscopía Electrónica de Barrido	40
3.1.3	Análisis Térmicos	40
3.2	PRE-TRATAMIENTO DE POLVOS PRECURSORES	41
3.2.1	Pasivación de los Polvos de TiH_2	41
3.2.2	Metalización de Al_2O_3	41
3.2.2.1	Preparación de la Superficie Metálica.....	41
3.2.2.2	Recubrimiento Metálico de Cobre.....	42
3.3	PREPARACIÓN DE MEZCLAS	43
3.4	PRENSADO UNIAXIAL	44
3.5	ESPUMADO	46
3.5.1	Expansómetro-Láser	46
3.6	CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE ALUMINIO	48
3.6.1	Grado de Expansión.....	49
3.6.2	Densidad	50
3.6.3	Análisis de Imágenes	50
3.6.3.1	Preparación de Muestras	50
3.6.3.2	Cuantificación del Número y Densidad de Poros.....	51
3.6.3.3	Tamaño de Poros	51
3.6.3.4	Factor de Forma de los Poros.....	52
3.6.4	Microscopía Electrónica de Barrido	53
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	54
4.1	PRE-TRATAMIENTO DE POLVOS PRECURSORES	54
4.1.1	Pasivación de Polvos de TiH_2	54
4.1.2	Metalizado de Al_2O_3	56
4.1.2.1	Acondicionamiento de Polvos de Al_2O_3	56
4.1.2.2	Metalizado de Polvos Cerámicos.....	57



4.2	CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS PRECURSORES	59
4.2.1	Microscopia Electrónica de Barrido	59
4.2.2	Difracción de Rayos-X.....	62
4.2.3	Mezclado y Compactación Axial en Frío	67
4.3	PROCESO DE ESPUMADO	70
4.3.1	Expansómetro-Láser	70
4.3.2	Espumado	72
4.3.2.1	Etapas de Espumado.....	72
4.3.2.2	Expansión	75
4.3.2.3	Densidad de Espumas.....	80
4.3.3	Caracterización Microestructural de Espumas por Análisis de Imágenes	83
4.3.3.1	Densidad de Poros (poros/cm ²)	83
4.3.3.2	Tamaño y Forma de Poros	86
4.3.4	Caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido	90
5	CONCLUSIONES	95
6	RECOMENDACIONES	98
7	REFERENCIAS	99



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Esquema del proceso de espumado de precursores por tecnología de polvos.....	6
Figura 2.2 Etapas del espumado.	9
Figura 2.3 Esquema de la curva a esfuerzo-deformación en compresión de las espumas	11
Figura 2.4 Curva a esfuerzo- deformación en tensión, E^* es la rigidez de la espuma; σ^* y es el límite de elasticidad; σ^* pico, es esfuerzo máximo y ε^* pico, es la máxima deformación [72].	13
Figura 2.5 Sección transversal de estructuras de espuma de aluminio bajo compresión [73].....	14
Figura 2.6 Campos de aplicación de las espumas metálicas [2].	18
Figura 2.7 Caja de impacto [16].	19
Figura 2.8 Estructura sándwich formada de dos placas de aluminio de 5 mm de espesor y un centro de espuma de aluminio de 30 mm [21].	21
Figura 2.9 Esquema de una gota sobre una superficie, presentando mojado total y parcial.	23
Figura 2.10 Angulo de contacto en un experimento de gota sensible.	24
Figura 2.11 Esquema de experimento de la gota pendiente. Una porción de metal se coloca sobre un sustrato antes de calentarse. Durante el proceso de calentamiento, el metal se funde y forma una gota de líquido que se extiende sobre la superficie. El ángulo de contacto θ se puede medir como se muestra.	25
Figura 2.12 Isoterma típica $W_a(X_B)$ y $\theta(X_B)$, para sistemas similares a Cu-Al sobre Al_2O_3 , donde el componente A es Cu y el componente B es Al.	26
Figura 2.13 Comparación de los ángulos de mojado de Al, Al-11.5%Si, Al-1%Mg y Al-7%Cu, sobre alúmina [69].	27
Figura 2.14 Moléculas tensoactivas alineadas a lo largo de la interfase líquido-gas; se observa esquemáticamente la "cabeza" de la molécula sumergida en el líquido acuoso, mientras que la "cola" se adentra en el gas (en este caso el aire).	29



Figura 2.15 Esquema para ilustrar el efecto del mojado de las partículas en la estabilidad de la película. El modelo supone una monocapa de partículas alineadas dentro de la película entre dos células: a) El metal líquido moja muy poco las partículas, induciendo la ruptura de la interface (flechas); b) El metal líquido moja las partículas, permitiendo que el líquido residual se mantenga dentro de la película.....	32
Figura 3.1 Diagrama de bloques del desarrollo experimental.....	38
Figura 3.2 Acomodo del dado durante el llenado.....	45
Figura 3.3 Esquema de expansómetro.....	47
Figura 3.4 Representación descriptiva del diámetro de Feret.....	52
Figura 4.1 Aspecto de polvos de TiH_2 tratado a $400^\circ C$	54
Figura 4.2 Análisis térmico DSC/TG de la descomposición del hidruro de titanio.....	56
Figura 4.3 Coloración del baño autocatalítico de cobre. a) Antes de la inmersión de polvos activados; b) Una vez adicionados los polvos durante la depositación.....	57
Figura 4.4 Ganancia en peso de Cu contra número de metalizaciones.....	59
Figura 4.5 Imagen MEB de polvos precursores (malla -325). a) Aluminio; b) Cobre.....	60
Figura 4.6 Imagen MEB de polvos precursores de TiH_2	60
Figura 4.7 Imagen MEB de alúmina metalizada con Cu.....	61
Figura 4.8 Difractograma de polvos de Al.....	62
Figura 4.9 Difractograma de los polvos de Cu.....	63
Figura 4.10 Difractograma de los polvos de Al_2O_3	63
Figura 4.11 Difractograma de los polvos de TiH_2	64
Figura 4.12 Difractograma de polvos metalizados Al_2O_3 -Cu.....	65
Figura 4.13 Difractograma de TiH_2 pasivado.....	66
Figura 4.14 Mapeo de distribución de elementos en la mezcla de polvos con composición (98.6%Al-1.4%Cu+1%vol Al_2O_3). a) Cu, en azul; b) Ti, en verde.....	67
Figura 4.15 Macrográficas de muestras compactadas. a) Preforma delaminada transversalmente. b) Preforma compactada en condiciones óptimas.....	68



Figura 4.16 Mapeo por elementos en un compactado espumable de composición (98.6%Al-1.4%Cu+1%volAl₂O₃). a) Distribución de Cu ; b) Distribución de Ti. 69

Figura 4.17 Expansómetro-láser. 70

Figura 4.18 Interfaz de experimentación LabVIEW utilizada para observar *in-situ* la evolución de las espumas. 71

Figura 4.19 Diagrama de bloques para adquirir, procesar y almacenar la información generada por el dispositivo láser. 71

Figura 4.20 Gráfica característica de evolución del espumado en función del tiempo. 72

Figura 4.21 Evolución de una estructura porosa de composición (98.6%Al-1.4%Cu+ 1%volAl₂O₃) espumada a 800°C. 75

Figura 4.22 Graficas de expansión contra tiempo de espumado a 775°C. 77

Figura 4.23 Graficas de expansión contra tiempo de espumado a 800°C. 78

Figura 4.24 Graficas de Expansión contra Tiempo de espumado a 825°C. 79

Figura 4.25 Densidad de espumas medida directamente de los datos de volumen de espumado. a) Al; b) 98.6Al-1.4Cu; c) [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al₂O₃]; d) (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al₂O₃). 81

Figura 4.26 Densidad de poros (Poros/cm²) contra temperatura de espumado. 84

Figura 4.27 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas de Al puro procesadas a 800°C. 87

Figura 4.28 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas metálicas (98.6Al-1.4Cu) procesadas a 800°C. 87

Figura 4.29 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al₂O₃] procesadas a 800°C. 88



Figura 4.30 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al ₂ O ₃) procesadas a 800°C con alúmina metalizada.	89
Figura 4.31 Detalle de la estructura celular de espumas con 1% vol. de alúmina sin metalizar [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al ₂ O ₃].	91
Figura 4.32 Detalle de la estructura celular de espumas con 1% vol. de alúmina metalizada con cobre (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al ₂ O ₃) a diferentes magnificaciones.	92
Figura 4.33 Micrografías de la superficie del poro en espumas con adición de 1 %vol. Al ₂ O ₃	93
Figura 4.34 Mayor detalle de superficie de poros en espumas con adición de 1 %vol. Al ₂ O ₃ . a) Adicionando alúmina sin metalizar, [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al ₂ O ₃]; b) Adicionando alúmina metalizada con cobre, (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al ₂ O ₃).	94



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1 Composición del baño electrolítico de Cu [58].	43
Tabla 3.2 Composiciones preparadas para espumar en gramos.....	44
Tabla 4.1 Densidad (g /cm ³) máxima y a 6 00 segundos de permanencia de espumas.	82



Dedicada a Esbeyde mi esposa, por caminar conmigo, a veces juntos, a veces siguiéndonos, pero siempre unidos (y por pasar tus *vacaciones* colaborando en esta investigación). A mis padres Guadalupe y Servando, por sus enseñanzas. A mis tías Yolanda, Petra, Adela, que siempre han estado ahí, aun cuando no las veo.



AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer al personal del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas por el apoyo y cobijo, durante mi estancia; en especial agradecer a mi asesor Dr. Carlos Alberto León Patiño, por su dirección, disposición, comprensión y corrección. *Es necesario aprender lo que necesitamos y no únicamente lo que queremos.* También agradezco a la Dr. Ena Athenea Aguilar Reyes, por su asesoría dentro y más allá de la universidad.

Quiero mencionar también a Alonso, por su ayuda y apoyo. A mis compañeros quiero agradecer por su paciencia, apoyo y pláticas en las horas de trabajo Lazaro, Gabriel, Mariano, Criseida, Alan.

Se agradece el financiamiento recibido para la correcta ejecución del presente trabajo de investigación a CONACYT y CIC-UMSNH a través de los proyectos:

Proyecto Clave No. 115704: “Procesamiento y caracterización de metales celulares base aluminio por metalurgia de polvos”, Fondo Mixto CONACYT-Gobierno del Estado de Michoacán, Convocatoria 2009-05.

Proyecto No: 1.23, (2010): “Aplicación de tecnología de polvos en la obtención de aluminio celular”. Coordinación de Investigación Científica, UMSNH.

Proyecto No: 1.23, (2011): “Procesamiento y caracterización de metales celulares base aluminio por metalurgia de polvos”. Coordinación de Investigación Científica, UMSNH.



RESUMEN

El presente trabajo representa una continuación a la línea de investigación cultivada en el Laboratorio de Materiales Compuestos del IIM-UMSNH, relativa a la obtención de materiales celulares con aplicaciones funcionales; en este caso, espumas de aluminio por tecnología de polvos.

De manera general, un proceso de espumado a partir de compactados espumables consiste en tres etapas básicas: formación de poros; crecimiento; y colapsamiento. En el presente trabajo se investiga la adición de partículas de alúmina a la estructura porosa para retardar el colapsamiento, fenómeno que se manifiesta en un líquido espumado debido a la coalescencia de poros y drenado del aluminio por acción de la gravedad. La alúmina influye en las fuerzas interfaciales, en la viscosidad y en el espesor de las paredes entre los poros; el inconveniente en el sistema Al-Al₂O₃ radica en la nula mojabilidad del cerámico por el líquido metálico, lo que provoca que el aluminio eyecte a la alúmina de su estructura celular.

Este trabajo constituye uno de los primeros intentos en aumentar la mojabilidad de las partículas en la matriz metálica, para lo cual se propone la aplicación de un recubrimiento de cobre en la superficie de las partículas cerámicas que mejore el mojado e induzca la estabilidad de las espumas. Con esta innovación a la ruta clásica de espumado vía tecnología de polvos, fue posible formar *in-situ* una matriz espumable de composición (Al98.6-Cu1.4) con 1 %vol. Al₂O₃ en la estructura porosa, empleando 1 %peso TiH₂ como agente espumante. La espuma resultante presenta mayor grado de expansión que espumas de Al puro y la aleación equivalente (Al98.6-Cu1.4), así como mejor estructura porosa que la misma espuma [(Al98.6-Cu1.4)+1%vol. Al₂O₃] pero preparada por espumado de una mezcla ternaria de polvos.



El grado de expansión es medido en un dispositivo diseñado y construido especialmente para este trabajo (Expansómetro-Láser), el cual mide los datos de expansión en tiempo real de la espuma que crece constreñida a la forma del 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.

El volumen de expansión y estructura de las espumas de aluminio es estudiado en función de la temperatura a 775, 800 y 825°C. De manera general, a mayor temperatura de espumado, menor es el tiempo de inducción para iniciar la expansión de los compactados; la cinética de espumado es térmicamente acelerada. Se encontró que la adición de partículas de alúmina incrementa el grado de expansión a todas las temperaturas, fenómeno asociado a un incremento en la viscosidad de la matriz de aluminio. La densidad mínima de las espumas reforzadas está en el rango de 0.48 a 0.53 g/cm³, mostrando su capacidad de material ultraligero para aplicaciones de absorción de impacto. Las partículas metalizadas Cu-Al₂O₃ mejoran el mojado de la superficie de alúmina y la matriz metálica, razón por la cual las partículas permanecen fuertemente incrustadas en las paredes de la célula porosa, reduciendo la posibilidad de coalescencia entre poros.



OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Estudiar el efecto de la adición de partículas de alúmina metalizadas con cobre en el grado de expansión y características estructurales de espumas de aluminio mediante una ruta de tecnología de polvos.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Diseñar e implementar un dispositivo experimental del tipo Expansómetro-Láser para registrar en tiempo real el grado de expansión de espumas de aluminio en función de la temperatura y tiempo de espumado.
- Estudiar el efecto de adición de partículas de alúmina en la estabilización de espumas metálicas por una técnica de metalurgia de polvos. Las partículas cerámicas son agregadas en su condición de superficies limpias o con recubrimiento autocatalítico de cobre, dando paso a la formación *in situ* de matrices Al-Cu.
- Caracterizar la estructura porosa de las espumas, con y sin refuerzo, técnicas de análisis de imágenes; se determinarán parámetros tales como tamaño y distribución de tamaño de poro, densidad de poros (poros/cm²), factor de forma y espesor de cuellos metálicos.
- Determinar el efecto que genera el metalizado, sobre la conducta de la alúmina como material de refuerzo, en términos de expansión y características estructurales del material de aluminio celular.



1 INTRODUCCIÓN

El hombre ha aprendido a fabricar sus propios sólidos celulares a la medida. Como nivel básico de materiales celulares artificiales, encontramos los materiales en forma de panal de abeja, que están compuestos de celdas prismáticas bidimensionales en paralelo y que son ampliamente usados en componentes estructurales de bajo peso. Técnicas actuales para espumar materiales se aplican a polímeros, metales, cerámicos y vítreos. El uso de los materiales celulares se está extendiendo rápidamente en muchos ámbitos estructurales, incluyendo asilamiento, acolchamiento y sistemas para la absorción de energía cinética en caso de impacto.

Los metales celulares son materiales obtenidos a partir de un metal puro o de una aleación, que bien pueden formar una estructura de poros abiertos (esponjas metálicas) o una de poros cerrados (espumas metálicas). La estructura porosa de los metales celulares los convierte en materiales muy especiales, innovadores y con prometedoras aplicaciones, ya que, además de contar con una muy baja densidad, poseen propiedades físico-químicas, mecánicas y estructurales propias del metal del que están formados y otras derivadas de la estructura porosa. En este sentido, los metales celulares son reconocidos como materiales multifuncionales, debido a que cubren una serie de características necesarias en diferentes aplicaciones.

Los metales celulares y espumas metálicas gozan de alta popularidad debido a su interesante grupo de propiedades, la combinación de una elevada rigidez con un peso específico muy bajo, excelente absorción al impacto, aislamiento acústico y un buen aislamiento; todo ello sólo función de la estructura de la espuma. El aluminio es en la actualidad el metal más importante en la fabricación de espumas metálicas, debido a su baja densidad aparente, su espumabilidad y bajo costo.



Los metales celulares son materiales que no han alcanzado un total nivel de desarrollo y, mucho menos, de explotación debido, principalmente, a una serie de problemas que aún existen en la mayoría de los procesos de producción, y que están relacionados con costos de producción, control del proceso y calidad de las espumas. El colapsamiento y falta de homogeneidad estructural (reproducibilidad), siguen siendo los temas a abordar en la línea actual de investigación alrededor del mundo, pues resultan importantes para ser abordados, para dar el salto y hacer factible la fabricación a nivel industrial.

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. Concretamente, las espumas de aluminio son un material ligero absorbente de energía, vibraciones y ruido; no tóxico, y cien por ciento reciclable. Su uso potencial abre camino a gran cantidad de nuevas aplicaciones en sectores como automotriz, militar, construcción y aeroespacial.

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. El presente trabajo presenta la obtención de espumas de aluminio a partir de polvos precursores de aluminio e hidruro de titanio, y agregados de alúmina metalizada con cobre, con el propósito de incrementar el tiempo de expansión máxima de las espumas de aluminio durante el proceso de espumado; la finalidad es mejorar su manejabilidad y reproducibilidad; se estudian las repercusiones en el espumado debido a los cambios de composición de la aleación y cantidad de refuerzo agregado.

El Capítulo 2 de la tesis, documenta de manera resumida la técnica de obtención de espumas vía tecnología de polvos, además de sus parámetros, propiedades y aplicaciones; se aborda también el concepto de mojabilidad



como preámbulo para la comprensión del efecto de las partículas en la estabilización de las espumas. El Capítulo 3 describe la metodología seguida para cumplir el objetivo del presente proyecto, protocolo experimental que cubre tres puntos principales: 1) el recubrimiento de Al_2O_3 con Cu por un método auto-catalítico; 2) construcción de un instrumento de medición en tiempo real para el espumado del aluminio (Expansómetro-Láser); y 3) obtención de espumas con y sin adición de partículas de alúmina, metalizadas y no-metalizadas, como agente estabilizador de espumas a partir de compactados espumables vía tecnología de polvos. Finalmente, el Capítulo 4 presenta resultados de la caracterización micro y macro estructural realizada a los polvos metalizados y a las espumas obtenidas; presenta también la discusión generada en base a las curvas de expansión durante el espumado, y el análisis microestructural de la estructura porosa obtenida con la adición de la alúmina metalizada.



2 ANTECEDENTES

La palabra “celda” tiene su raíz en el latín, *cella*: pequeño compartimiento, espacio cerrado. Estas celdas pueden agruparse dando lugar a lo que los romanos denominaban *cellarium* y nosotros, sólidos celulares. Se entiende por sólido celular una red o conjunto de celdas (o polígonos) con caras y/o ejes sólidos (según el tipo de sólido celular) unidas entre sí formando una estructura bidimensional o tridimensional. Este tipo de materiales no es nuevo, está presente de manera muy amplia en la naturaleza. Entre los ejemplos más significativos destaca la madera, compuesta de celulosa, que etimológicamente procede del latín *cellula*: lleno de pequeñas celdas. Otros materiales celulares que aparecen constantemente en la naturaleza son el corcho, las esponjas o los corales [1].

2.1 ESPUMAS DE ALUMINIO

La espuma metálica es un término que denomina a un grupo de materiales metálicos porosos, término que aunque es de uso común, puede inducir a un concepto equivocado. En ciencias de los materiales e ingeniería, el término define a un material que contiene un volumen muy significativo de fase gaseosa dispersa en una fase sólida; los gases en forma de burbujas ocupan entre un 50% y un 90% de la estructura total. Esto dista un poco del significado original de la espuma que describe un estado gaseoso atrapado en un líquido. Por lo tanto, "material celular" o "espuma sólida" son términos más adecuados a raíz de una terminología común [2].

Al ser las espumas metálicas resultado de una combinación gas - metal, se logran materiales de muy baja densidad y propiedades que son, por un lado, características del metal del que están formados, y por otro, derivadas de su peculiar estructura. Estos materiales presentan diversos rangos de propiedades térmicas, mecánicas y acústicas de especial interés en componentes para



estructuras ultraligeras, sistemas de alta resistencia al impacto y elementos de disipación de calor y aislamiento acústico [3].

Concretamente, las espumas de aluminio son un material ligero absorbente de energía, vibraciones y ruido; no tóxico, y cien por ciento reciclable. Su uso potencial abre camino a gran cantidad de nuevas aplicaciones en los sectores automotriz, militar, construcción, aeroespacial, entre otros.

2.1.1 Métodos de Producción de Espumas Metálicas

Hoy en día, existe una variedad de procesos de producción de espumas metálicas. Algunos son similares a las técnicas utilizadas para el espumado de los polímeros o de soluciones acuosas, mientras que otros son exclusivamente diseñados para producir espumas de metal. A la hora de clasificar los procesos de fabricación de materiales celulares, estos se dividen en función del estado de la materia prima que da origen a la formación del material celular, estableciendo así tres familias generales: procesos a partir de un líquido metálico, de sólidos metálicos y deposición gaseosa. [4]

2.1.2 Espumado de Preformas Vía Tecnología de Polvos

El Fraunhofer-Institute for Manufacturing and Advanced Materials (IFAM, Bremen, Alemania) desarrolló un método de espumado para la producción de metales celulares por tecnología de polvos. Actualmente son varias las empresas e institutos que producen espumas 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. 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 la



capacidad de absorción de energía de deformación, la tenacidad, la resistencia a la flexión y la resistencia mecánica.

De manera general, el método de espumado de preformas por tecnología de polvos consiste en los siguientes pasos. Primeramente, los polvos metálicos, el agente espumante y frecuentemente otros aditivos (como puede ser partículas cerámicas que actúan como estabilizadoras de la espuma) son mezclados homogéneamente para lograr distribución de tamaños y composiciones controladas.

En un segundo paso, para la obtención de las preformas espumables, la mezcla es compactada por presión uniaxial en frío y/o caliente, laminación o compresión isostática en frío; esta última, considerada la vía más económica y más adaptable a nivel industrial. Después de la compactación se realiza la etapa de espumado colocando el material precursor en un molde donde se calienta a una temperatura ligeramente superior a la de fusión del metal de la matriz, temperatura a la cual se genera la descomposición del agente espumante y, así, la liberación del gas que crea la estructura porosa. Una vez alcanzado el espumado se procede a un enfriamiento rápido. La Figura 2.1 muestra un esquema del proceso.

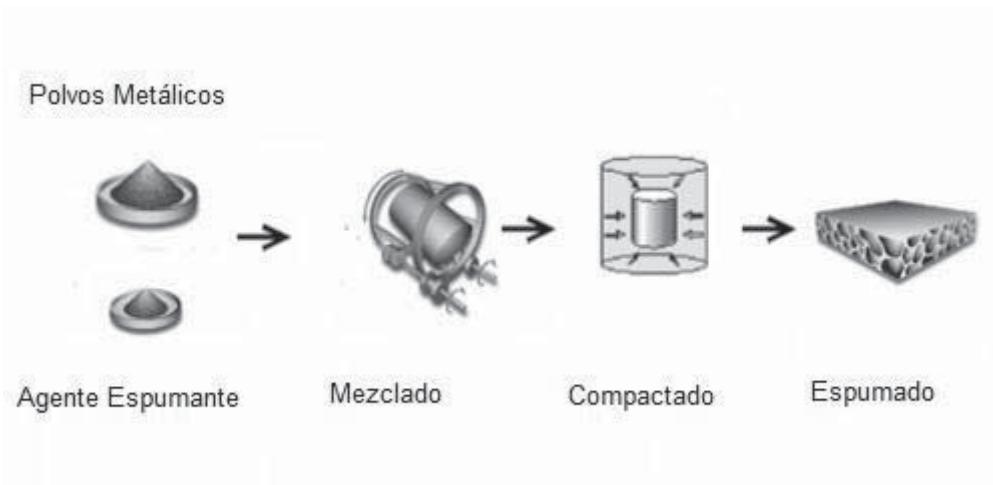


Figura 2.1 Esquema del proceso de espumado de precursores por tecnología de polvos.



Las espumas obtenidas mediante esta vía suelen tener porosidades entre 50-92 %, con tamaños de poro promedio entre 0.5 y 8 mm, y densidades típicas en un intervalo de 0.4-0.8 g/cm³. La densidad relativa en el caso del aluminio y del acero suele ser de alrededor del 20 y 40%, respectivamente.

Para obtener componentes finales espumados o con núcleos en espuma, se ha puesto a prueba una combinación de la vía de tecnología de polvos con la técnica de moldeo por inyección, donde la espuma, aún en estado semisólido, se inyecta de manera controlada en un molde metálico o en arena con la forma deseada.

Aunque las aleaciones de aluminio son las más utilizadas para espumar por este método, seleccionando los parámetros de proceso y el agente espumante adecuados, también es posible espumar por tecnología de polvos metales tales como el estaño, zinc, bronce, plomo, oro, aceros y titanio.

2.1.2.1 Influencia de los Parámetros de Proceso

Los parámetros de mayor relevancia en la preparación de compactados precursores de espumas son el contenido de metal y de agente espumante, la presión de compactación, y cuando es el caso, la temperatura de compactación. Otros factores que influyen en la densidad del producto compactado son el equipo de compactación empleado, la forma y el material del que están hechos el molde y matricería, las velocidades de calentamiento, el tipo de horno, entre otros. Sin embargo, las variables principales son las características intrínsecas de los polvos empleados, tales como la forma, el tamaño y la distribución de las partículas, además de la homogeneidad y pureza de la mezcla.

2.1.2.2 Efecto de la Compactación

Se ha demostrado que las condiciones de compactación tienen un efecto importante sobre la cinética del proceso de espumado, siendo posible una mayor descomposición del agente espumante con la temperatura cuando se



realiza una compactación significativa. Es así que parámetros tales como el grado de deformación, el tiempo, la temperatura y la presión de compactación tienen una fuerte influencia en la etapa de espumado. Asavavisithchai y Kennedy [68] estudiaron las características microestructurales de espumas preparadas con polvos compactados mediante cuatro métodos diferentes, demostrando que se presentan varios niveles de cizalladura y rompimiento de óxidos durante la consolidación; ello conlleva a reacciones de las partículas que rodean el TiH_2 , evidenciando signos de disolución de titanio en la matriz.

2.1.2.3 *Parámetros de Espumado*

En el caso de las aleaciones de aluminio, el agente espumante suele usarse en cantidades menores al 1 % en peso, siendo común el uso de TiH_2 . Se debe tener en cuenta que, aunque los polvos de TiH_2 comienzan su descomposición a $\sim 380^\circ C$ y continúa por encima de los $570^\circ C$, su comportamiento puede variar cuando se encuentra mezclado y compactado con los polvos del metal o aleación a espumar; además, hay que anotar que la liberación de hidrógeno es mayor y más rápida a temperaturas más altas. Se ha demostrado que un pretratamiento de oxidación superficial del espumante TiH_2 a temperaturas entre $400-450^\circ C$, por periodos de 45 minutos, previo a la compactación, tiene efectos benéficos sobre la morfología de la espuma obtenida. Sin embargo un tratamiento térmico de mayor exposición sobre el TiH_2 puede ser perjudicial porque reduciría la cantidad de gas disponible para el espumado [55].

El proceso de espumado es bastante sensible y fuertemente gobernado por el efecto de las diferentes temperaturas. Estudios realizados por diferentes investigadores coinciden en señalar que los parámetros que influyen en el espumado de metales son la temperatura utilizada durante la compactación de los polvos; la temperatura, tiempo y velocidad de calentamiento en el espumado; el tiempo de enfriamiento; y la presión externa sobre la espuma. Así mismo, la cinética de expansión de espumas de aluminio es influenciada por la



tensión superficial de la aleación, la composición de la aleación, su temperatura de fusión, y la atmósfera de trabajo.

A fin de lograr un mejor control del tamaño de los poros, 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. Banhart ofrece un estudio muy completo con referencia al fenómeno de estabilización de una espuma [5], del que concluye que el espumado se desarrolla en tres etapas fundamentales: formación, crecimiento y colapso (Fig. 2.2).

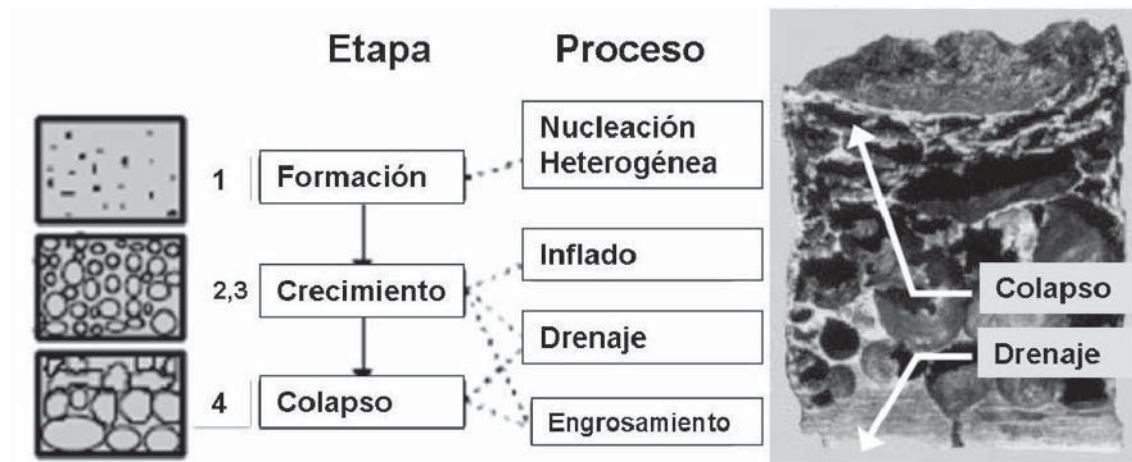


Figura 2.2 Etapas del espumado.

Existen muchos vacíos por cubrir respecto al comportamiento de las espumas durante la etapa de espumado. Varios estudios han sido enfocados hacia la caracterización y optimización de agentes espumantes con objeto de mejorar la calidad de las espumas obtenidas. 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 el HfH_2 , agentes empleados para el espumado de aleaciones base zinc y base aluminio, debido a que sus temperaturas de descomposición caen dentro del intervalo de temperaturas donde dichas aleaciones alcanzan el estado líquido.



2.2 PROPIEDADES DE LAS ESPUMAS METÁLICAS

Es posible estimar de manera teórica las propiedades de una espuma si se aportan los siguientes datos:

- Material del que está fabricada la espuma (metal o aleación)
- Características morfológicas de las celdas
- Densidad relativa

$$\frac{\rho}{\rho_s} \quad \text{Ec. 2.1}$$

donde, ρ es la densidad de la espuma, y ρ_s es la densidad del material que conforma la estructura de la espuma [6].

Aun así, las propiedades de las espumas también dependen de excepciones morfológicas en la estructura porosa, tales como paredes de celda onduladas o rotas, o celdas de tamaño excepcionalmente pequeño o grande. Al tratarse de una estructura microscópica tan compleja y variable (por la imposibilidad de controlar el crecimiento de cada poro durante el proceso de fabricación), todas las propiedades de las celdas son tratadas desde un punto de vista estadístico.

2.2.1 Propiedades Mecánicas

Las propiedades mecánicas de las espumas metálicas están completamente ligadas a las que presenta el material precursor; sin embargo, la morfología es también responsable de las propiedades finales de la espuma. Es importante entender que las espumas no se comportan homogéneamente como los metales sólidos; el tamaño y forma variable de la celda, así como el espesor de la pared celular, tienen efectos significativos en el comportamiento mecánico. Aun cuando ello constituye uno de los aspectos más atractivos de los materiales espumados, que permite el diseño a la medida de un perfil de comportamiento y propiedades deseadas, si no se controlan debidamente los parámetros de proceso, las propiedades resultantes son variables y por lo tanto,



problemáticas. La razón por la cual las espumas metálicas disponibles en el mercado no alcanzan las propiedades mecánicas estimadas teóricamente, se debe principalmente a defectos morfológicos ligados a paredes dañadas en las células porosas [6,7].

El comportamiento esfuerzo-deformación durante la compresión de una espuma metálica difiere de la del metal precursor como se muestra en la Figura 2.3. 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.

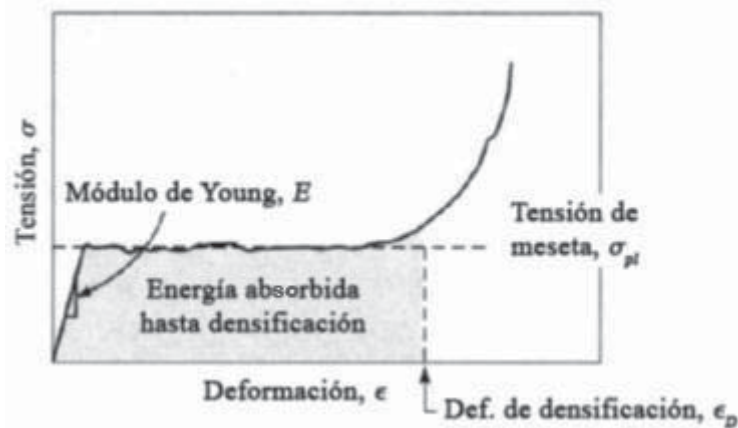


Figura 2.3 Esquema de la curva esfuerzo-deformación en compresión de las espumas metálicas [6].

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.



Las propiedades mecánicas teóricas de módulo de *Young* E , módulo de corte G , y relación de Poisson ν en espumas metálicas, pueden determinarse por relaciones de las propiedades del metal precursor y la densidad de la espuma mediante las siguientes expresiones matemáticas [28]:

$$\mathbf{E} \approx \alpha \cdot E_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^n \quad \text{Ec. 2.2}$$

$$\mathbf{G} = \frac{3}{8} \alpha \cdot G_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^n \quad \text{Ec. 2.3}$$

$$\nu = 0.3 \quad \text{Ec.2.4}$$

donde, n y α son constantes con valores entre 1.8 y 2.2, y 0.1 y 4.0, respectivamente, dependiendo de la estructura de la espuma. Es importante saber que el módulo de compresión \mathbf{E} y el módulo de tracción \mathbf{E}_t no son iguales, siendo el módulo de tracción 10% mayor. Esto es porque el comportamiento esfuerzo-deformación de una espuma difiere mucho, bajo tensión y bajo compresión: en tensión, el comportamiento general de la pendiente de la curva esfuerzo-deformación es menor que \mathbf{E} , lo que implica microplasticidad desde esfuerzos muy pequeños. Más allá de la zona de plasticidad, las espumas metálicas se endurecen hasta la mayor resistencia a la tracción, después de lo cual fallan típicamente de manera frágil [6,8], la Figura 2.4 muestra una típica curva esfuerzo-deformación en tensión.

Bajo carga de corte, los materiales metálicos celulares se comportan habitualmente como frágiles; grietas inician en el núcleo de la muestra y se propagan paralelamente al eje de carga a lo largo de la muestra. Espumas sometidas a ensayos de torsión, experimentan la fractura espiral típica observada en muestras sólidas.

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 [2]. 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.

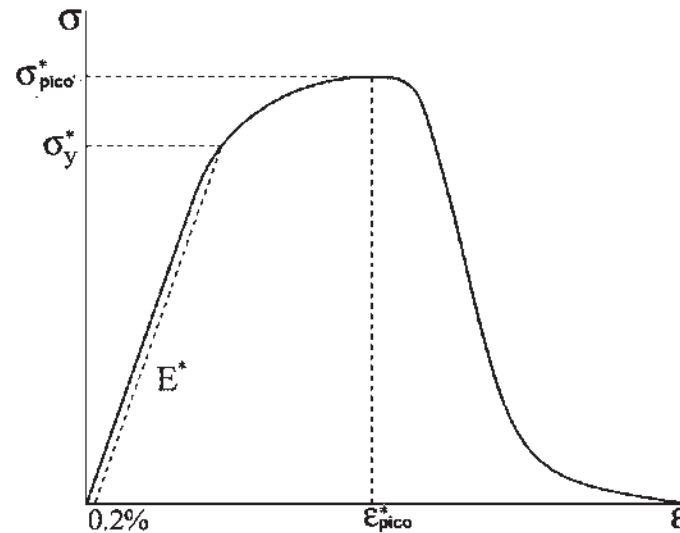


Figura 2.4 Curva esfuerzo- deformación en tensión, E^* es la rigidez de la espuma; σ_y^* es el límite de elasticidad; σ_{pico}^* , es esfuerzo máximo y ϵ_{pico}^* , es la máxima deformación [72].

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, como se observa en la Figura 2.3. 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, este comportamiento se puede observar en la Figura 2.5, donde se muestran una serie de micrografías tomadas mientras se aplicaba carga de compresión a una espuma de aluminio [8].

La recuperación elástica después de que la carga es retirada en una espuma de metal es significativamente menor a la que se observa en espumas de polímero. Esta característica de las espumas metálicas se aprovecha en



dispositivos para prevenir lesiones cerebrales mediante la absorción de la energía del impacto ; la recuperación elástica inmediata de una espuma polimérica después del impacto tiende a causar lesiones en el cuello.

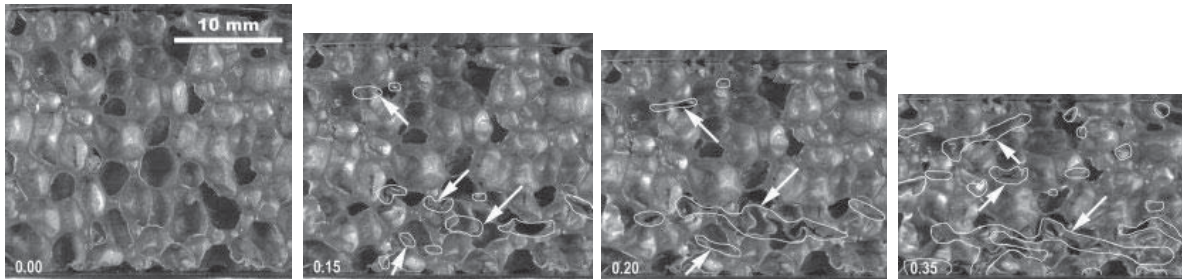


Figura 2.5 Sección transversal de estructuras de espuma de aluminio bajo compresión [73].

2.2.2 Propiedades Térmicas y Eléctricas

El punto de fusión de las espumas metálicas es el mismo que el del metal de que están hechas. No obstante, el calor específico es una función tanto del metal como de la fase de gas atrapado. El coeficiente de expansión térmica depende en gran medida de la estructura de la espuma; mientras que la conductividad térmica disminuye en comparación con la del metal sólido correspondiente de la misma manera que sucede con las propiedades mecánicas, propiedades directamente proporcionales con la densidad [6]:

$$\lambda \approx \lambda_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^q \quad \text{Ec. 2.5}$$

Donde, q es una constante que varía de 1.65 a 1.8, dependiendo de la morfología de la espuma.

En estrecha relación con la ley Wiedeman-Franz [9] relativa a la conductividad eléctrica y térmica de los metales, las propiedades eléctricas de las espumas metálicas se comportan de manera similar a las propiedades térmicas. Esto es,



la resistividad eléctrica de una espuma metálica está estrechamente relacionada con la densidad [6]:

$$R \approx R_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{-\gamma} \quad \text{Ec. 2.6}$$

donde, en este caso, γ varía entre 1.0 y 1.85 dependiendo de la morfología de la espuma.

2.2.3 Absorción de Sonido y Supresión de la Vibración

La capacidad de absorción acústica de las espumas metálicas no es tan buena como en los materiales diseñados específicamente para la absorción de sonido, como lo es en la lana de vidrio; sin embargo, las espumas metálicas pueden alcanzar coeficientes de absorción de sonido de hasta 99% en ciertas frecuencias. La absorción del sonido depende en gran medida de la morfología de la espuma, y es generalmente mejor en esponjas que en las espumas. Esto se puede entender teniendo en cuenta la reflexión, absorción y transmisión de las ondas de sonido en las interfaces. Es obvio que una onda de sonido que golpea una pared celular perpendicularmente será principalmente reflejada, mientras que una onda que golpea la pared celular de una esponja en un ángulo agudo, transferirá la mayor parte de su energía a la pared celular, debido a la tortuosidad de su superficie de la esponja, que es mejor aprovechada para absorber el sonido, cuando la onda sonora tiene mayor contacto durante su trayectoria con la superficie porosa. La amplitud de la onda, se reduce progresivamente en las paredes celulares al aumentar la distancia recorrida en la espuma, debido a la interferencia destructiva de los cuellos superficiales y la histéresis mecánica [6].

La histéresis mecánica es también la razón de la amortiguación mecánica de los materiales celulares y la supresión de la vibración; el factor de pérdida de energía en espumas es aproximadamente 10 veces mayor que la del metal



sólido. La frecuencia de resonancia de una estructura de espuma metálica, en general, se encuentra en frecuencias más bajas, en comparación con una estructura convencional, ya que el módulo de Young y la densidad de la espuma son más bajos que el del metal sólido [6, 10,11].

2.3 APLICACIONES

Las excepcionales propiedades mecánicas, térmicas, acústicas, eléctricas y químicas que poseen las espumas metálicas, da lugar a una variedad de aplicaciones potenciales en la industria, particularmente en las áreas de absorción de energía, manejo térmico y acústico, así como en estructuras ligeras para transporte y arquitectura [12].

Ninguna de las propiedades de las espumas de aluminio es extraordinaria, la mayoría de sus propiedades están disponibles de manera separada en otros materiales. Lo que hace extraordinarias a las espumas de aluminio, es el hecho de que en ellas se combinan propiedades que no lo hacen en otros materiales.

2.3.1 Consideraciones Generales

Las principales consideraciones en la elección de un metal poroso o una espuma metálica en la solución de un problema particular son las siguientes:

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

El primer punto es decisivo en la evaluación de las aplicaciones de un material metálico celular; los materiales metálico-celulares son requeridos con diferentes



grados de densidad, desde “muy ligeros” para aplicaciones funcionales, hasta “muy densos” para aplicaciones estructurales de apoyo y carga.

Respecto a la segunda consideración, es importante distinguir qué metal o aleación debe emplearse en la elaboración de los metales celulares. Estructuralmente, los componentes porosos para soporte de carga deben ser ligeros pues de otra manera serían elaborados de metales o aleaciones convencionales. Es por ello que las espumas de aluminio, magnesio, y titanio, predominan para tales aplicaciones. En aplicaciones médicas, es común el uso de titanio debido a su compatibilidad con los tejidos. Mientras que aceros inoxidables y titanio mismo son empleados en aplicaciones que involucran medios químicos agresivos o altas temperaturas.

Finalmente, respecto al procesamiento y costo, la tecnología debe ser viable para la producción del metal celular seccionado; la producción debe incorporarse a un proceso de preferencia continuo y eficiente. La tecnología para la elaboración del metal celular es inútil si el componente requerido no puede ser elaborado a un precio razonable [13,14].

2.3.2 Industria Automotriz

La creciente demanda de seguridad en los automóviles ha dado lugar a unidades de mayor peso, esto en contradicción con las actuales demandas de reducción en el consumo de combustible que requieren automotores ligeros; de manera concreta, en sociedades como Japón y algunos países de Europa son cada vez más apreciados los automóviles pequeños. Esta reducción en peso, sin embargo, no debe tener lugar a expensas de las dimensiones de la cabina; lo que se intenta es reducir el tamaño de los motores y aligerar las estructuras para que el confort de los pasajeros no sea mermado. El ajuste crea nuevos problemas de disipación de calor en el compartimiento del motor y en la reducción de áreas de seguridad contra impactos por accidente. También se



considera reducir las emisiones acústicas de los vehículos, por lo que crece la demanda de novedosos aislantes acústicos.

Las espumas de aluminio ofrecen soluciones para algunos de estos problemas. La Figura 2.6, resume los campos de aplicación de las espumas metálicas, principalmente las de aluminio, en la industria del automóvil.

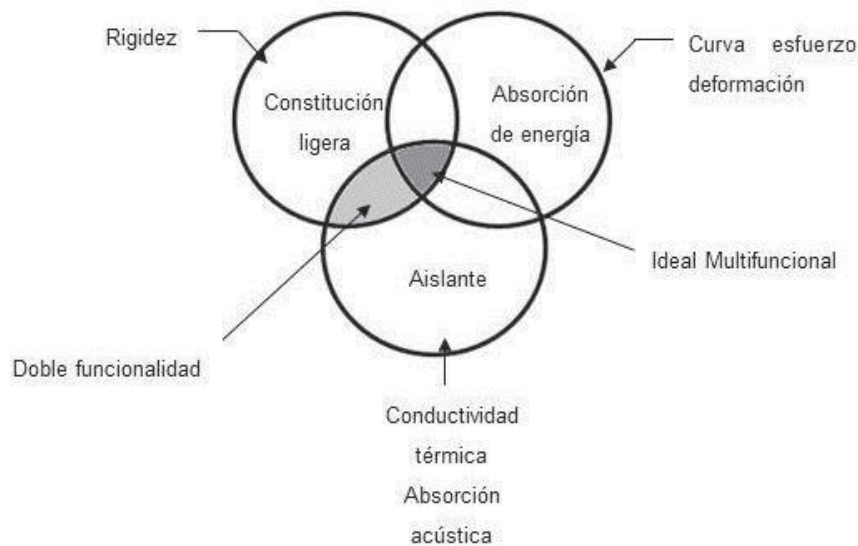


Figura 2.6 Campos de aplicación de las espumas metálicas [2].

El interior de los círculos trazados en la Figura 2.6 presenta los tres campos de aplicación distinguidos; anexo se especifican la propiedad o ventaja ofrecida. Un caso ideal sería la condición de intersección de los tres campos: un material ligero; absorbedor de energía al impacto; aislante acústico y conductor térmico. Tal material multifuncional es difícil de imaginar y es satisfactorio encontrar un material con dos funciones aplicables.



2.3.3 Absorción de Energía al Impacto

Las necesidades de seguridad y dispositivos de absorción de impactos, reducción del consumo de combustible y emisiones acústicas, y componentes de alta emisión del calor, hacen de las espumas de aluminio un material idóneo para la industria automotriz.

El uso de espumas de aluminio en la estructura de los automóviles es un fenómeno suscitado hace pocos años. La empresa *Cymat* fabrica *Cymat SmartMetal*, espuma de aluminio aplicada en la constitución de automóviles. Este material ofrece una mejorada relación de propiedades tales como resistencia-peso, absorción de energía, aislamiento térmico y acústico, reciclabilidad y bajo costo relativo de producción. El material se aplica en partes absorbentes de impacto, vigas laterales de puertas, cajas de impacto (Figura 2.7), cierres de partes de motor, turbinas, entre otros [15].



Figura 2.7 Caja de impacto [16].

De manera general, 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 mejor comportamiento que las espumas poliméricas debido a su mayor



deformabilidad, presentando un bajo índice de rebote en situaciones de choque dinámico (menor a 3% frente a 15% de las espumas de poliuretano) [17].

Las espumas de aluminio utilizadas en partes de vehículos (*GM, BMW y Audi*) suponen un aligeramiento estructural del 30%, además de reforzar el sistema de seguridad mediante absorbentes de impacto, y mejorar el índice NVH (ruido, vibración, rigidez) [18]. En automóviles deportivos, donde la rigidez y el peso son aspectos muy importantes, el fabricante alemán *Karmann* realiza ensayos con paneles “sándwich” tridimensionales ultraligeros [19]. Como resultado, la sustitución de componentes tradicionales de acero por espumas de aluminio reduce el peso en un 25%, además de aumentar la rigidez en un 70 0%. Además de las ventajas técnicas, esto se traduce en una reducción significativa del número de componentes necesarios en el vehículo, disminuyendo el costo de fabricación.

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 reductores del 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 ser reducido con el uso de espumas. Puesto que el módulo de Young de la espuma es menor que la contraparte del metal sin espumar, la resonancia de una espuma se desplaza, generalmente, a menor frecuencia. Para el *Cadillac Sixteen (GM)* se fabrica suelo de espuma de aluminio, lo que permite la misma firmeza que otros materiales pero con un menor peso y espesor, brindando un mayor espacio interior y mejor índice NVH [20].

2.3.4 Material Estructural

Las espumas de aluminio combinan una alta rigidez con baja densidad, comparadas con el material del que provienen. La ventaja que tienen las



espumas sobre su material sólido precursor se vuelve evidente cuando los esfuerzos de flexión se consideran en función del peso. La distribución de masa de las estructuras celulares incrementa la rigidez y la resistencia de la estructura constituida, en comparación a un mismo peso del material sólido del que provienen. Lo anterior hace que las espumas sean útiles como componentes altamente resistentes, ligeros y de apoyo contra carga en automóviles y aplicaciones aeroespaciales.

Actualmente, la industria automotriz y la industria aeroespacial utilizan paneles de acero rellenos de espuma de aluminio (Figura 2.8). Comparándoles con su material sólido precursor, las láminas de aluminio rellenas de espuma han mostrado ser ligeras y ofrecen un aumento notable en cuanto a rigidez estructural [15].



Figura 2.8 Estructura sándwich formada de dos placas de aluminio de 5 mm de espesor y un centro de espuma de aluminio de 30 mm [21].

2.3.5 Absorción Acústica

Las espumas metálicas también han sido utilizadas como materiales aislantes de sonido. Dentro de las estructuras porosas de las esponjas, el sonido es atenuado por las pérdidas de vibración. El reflejo dentro de las celdas de la estructura de las esponjas ocasiona largos y tortuosos caminos en donde es posible la completa absorción [2]. Las propiedades acústicas de las espumas



metálicas las hacen aptas en lugares donde la absorción de sonido es fundamental; un ejemplo de ello son los estudios de grabación. Las espumas de aluminio, particularmente aquellas con cierto grado de interconexión de poros, son muy eficaces en la absorción del sonido. El sonido entrante se refleja dentro de la espuma entre los poros; la superficie del poro vibra convirtiendo el sonido en calor. Un nivel de sonido muy reducido se refleja dentro del espacio encerrado. En materiales acústicos, el coeficiente de absorción es una función del espesor del material, la densidad y el tamaño del poro. La máxima absorción de sonido para las frecuencias incidentes puede ajustarse por el tamaño del poro de la espuma. La mayor absorción de energía sonora se produce para espumas con densidades en torno a 0.65 g/cm^3 [22].

2.4 FÍSICA DE INTERFASES

Las interfaces y la física que les caracteriza, tienen una influencia significativa en una amplia gama de áreas de ingeniería, tales como semiconductores, sistemas tribológicos y recubrimientos, microscopía, corrosión, y mojabilidad o humectabilidad de superficies a baja y alta temperatura [23-25]. Respecto al último punto, es importante entender que el mojado no es una propiedad del material, líquido o sólido; el mojado es característico de un sistema que consiste en un líquido, un sustrato (independientemente de si es líquido o sólido) y la fase vapor alrededor de estos, si existe.

2.4.1 Mojabilidad

La mojabilidad se refiere al estudio de cómo un líquido esparce sobre un sustrato. Un método común de clasificación entre los distintos tipos de mojabilidad es la diferenciación entre mojado total y parcial. El parámetro que diferencia a los dos es el parámetro de difusión S , un indicador de la diferencia de energía superficial por unidad de área seca y húmeda [26].

$$S = E_{\text{seca}}^{\text{area}} - E_{\text{mojada}}^{\text{area}}$$

Ec. 2.7



0

$$S = \gamma_{SV} - (\gamma_{SL} - \gamma_{LV}) \quad \text{Ec. 2.8}$$

Las energías superficiales del sólido-vapor, sólido-líquido, y las interfaces líquido-vapor están representadas por γ_{SV} , γ_{SL} y γ_{LV} , respectivamente. Si el líquido tiene una fuerte afinidad con el sólido, fácilmente se extiende en la superficie disminuyendo su energía superficial. Esto se conoce como mojado total. En el caso del mojado parcial, la afinidad entre líquidos y sólidos es baja, y el líquido difícilmente se extiende sobre el sólido; y en cambio, la gota líquida forma un casquete esférico una vez que se logra el equilibrio (Figura 2.9) [26].

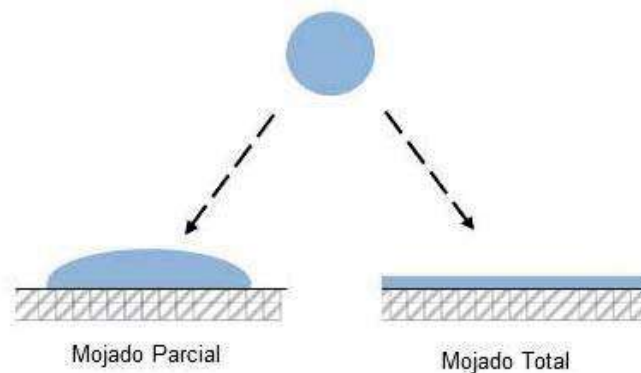


Figura 2.9 Esquema de una gota sobre una superficie, presentando mojado total y parcial.

El ángulo de contacto θ , se define como el ángulo entre los vectores de la tensión superficial de la interface sólido-líquido, γ_{SL} , y la tensión superficial del líquido-vapor, γ_{LV} ; es igual a 0° cuando el mojado es total, pero cuando el ángulo es menor o igual a 90° , sin llegar a 0° , se considera como mojado parcial; por el contrario cuando el ángulo de contacto es mayor a 90° , será un sistema mayormente de no mojado.

La ecuación Young-Dupré resulta de la suma de las tres tensiones superficiales que actúan en la línea de contacto entre el sustrato, el líquido y el vapor circundante (como se muestra en la Figura 2.10), e igualando la suma a cero [28]:



$$\gamma_{LV} \cdot \cos\theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad \text{Ec. 2.9}$$

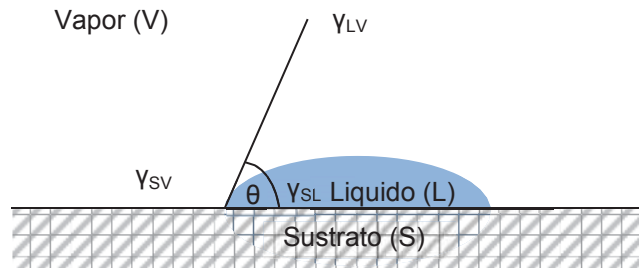


Figura 2.10 Ángulo de contacto en un experimento de gota sensible.

Sustituyendo la ecuación 2.8 en 2.9:

$$S = \gamma_{LV} (\cos\theta - 1) \quad \text{Ec. 2.10}$$

El ángulo de contacto θ sólo se define si el parámetro de difusión S es negativo. El ángulo de contacto θ , es el parámetro más utilizado para medir la mojabilidad e incrementa cuando el líquido no moja al sustrato [74].

2.4.2 Mojado a Temperaturas Elevadas

El comportamiento del mojado entre metales líquidos y cerámicos influye fuertemente en diversos procesos, como es la producción de materiales compuestos o el comportamiento mecánico de uniones disímil metal-cerámica, motivo por el cual su estudio ha crecido en los últimos años [28,29]. Los experimentos de mojabilidad a elevada temperatura, son más difíciles de controlar que a temperatura ambiente; como es sabido, las propiedades superficiales de casi todos los metales y la cerámica, a elevada temperatura, son muy sensibles a las impurezas contenidas en la atmósfera de trabajo (principalmente oxígeno). Por otra parte, muchos sistemas líquido-sólido se comportan lejos del equilibrio químico, y las reacciones interfaciales que



resultan pueden alterar la química, la estructura y la topografía de las interfaces [30].

2.4.3 Método de la Gota

El experimento de la gota pendiente (representado en la Figura 2.11) es, en principio, relativamente sencillo y por lo tanto, es el método más utilizado para estudiar el comportamiento de mojabilidad de los sistemas. En este método se permite que una gota de líquido se extienda sobre una superficie sólida horizontal hasta alcanzar el equilibrio. Una vez en el equilibrio, el ángulo en que la gota toca la superficie puede ser medido como el ángulo de contacto θ [30].

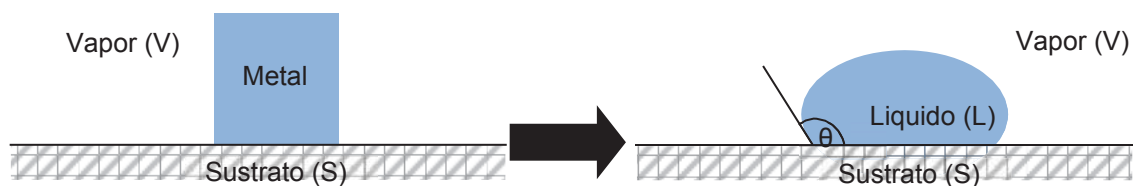


Figura 2.11 Esquema de experimento de la gota pendiente. Una porción de metal se coloca sobre un sustrato antes de calentar. Durante el proceso de calentamiento, el metal se funde y forma una gota de líquido que se extiende sobre la superficie. El ángulo de contacto θ se puede medir como se muestra.

2.4.4 Mojabilidad de Aluminio y sus Aleaciones

Mientras que el comportamiento del mojado de los metales puros, como el aluminio, sobre sustratos cerámicos a alta temperatura ha sido estudiado ampliamente, el mojado de aleaciones de aluminio sobre sustratos de cerámica, ha recibido menos interés.

Basado principalmente en aleaciones de aluminio-estaño sobre zafiro, Li y col. [31,32], desarrollaron un modelo de predicción del ángulo de contacto θ y el trabajo de adhesión W_a en isotermas de aleaciones binarias sobre sustratos cerámicos, como por ejemplo la Al_2O_3 . Para el sistema en el que el elemento B



es tensoactivo, en la interface aleación/cerámico, y también (aunque en menor medida) en la superficie de la aleación, este modelo predice las isothermas de comportamiento del ángulo de contacto y el trabajo de adhesión, como se muestra en la Figura 2.12 [32].

El aluminio es tensoactivo en una aleación Cu-Al líquida, que contiene principalmente cobre. El modelo predice que W_a aumenta mientras disminuye θ a pequeñas adiciones de aluminio en la aleación. Por el contrario, pequeñas adiciones de cobre al aluminio, no tienen casi efecto en ninguno de los parámetros de acuerdo al modelo [32].

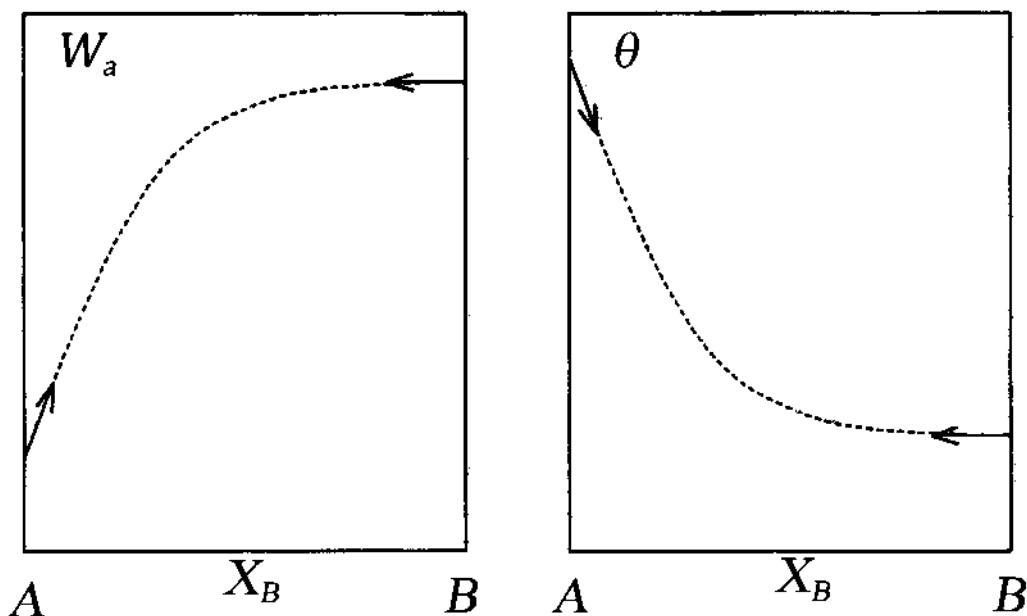


Figura 2.12 Isotherma típica $W_a(X_B)$ y $\theta(X_B)$, para sistemas similares a Cu-Al sobre Al_2O_3 , donde el componente A es Cu y el componente B es Al.

Klinter y col., estudiaron el comportamiento del mojado en diferentes sistemas metal-cerámico [69], donde pudieron observar la variación del ángulo de contacto en cada sistema analizado. En la figura 2.13 se compara los ángulos de contacto en equilibrio de diferentes aleaciones sobre alúmina. Se ha



encerrado en un rectángulo rojo el área que componen los ángulos de 70° a 86° , que de acuerdo a Kaptay [40,42] pueden ser los ángulos más benéficos para estabilizar las espumas metálicas con agregados de alúmina.

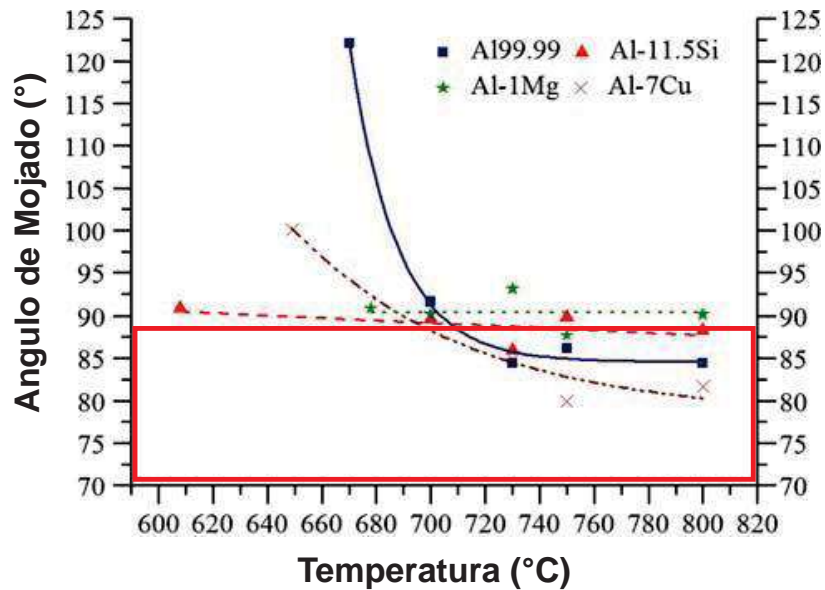


Figura 2.13 Comparación de los ángulos de mojado de Al, Al-11.5%Si, Al-1%Mg y Al-7%Cu, sobre alúmina [69].

De esta investigación podemos observar que el mejor comportamiento de mojado se tiene de la composición de Al-7%Cu, que está dentro del rango más benéfico para la estabilización de las espumas [69]. Tomando esta investigación como base, podemos presumir que la adición de cobre en la superficie de las partículas cerámicas ayudará a contrarrestar el drenado y coalescencia de poros, al permitir al aluminio absorber las partículas de alúmina debido a la buena mojabilidad que presentarán por la presencia de Cu, aumentando así el porcentaje de expansión y estabilidad durante el proceso de espumado.



2.5 EFECTO DE LAS PARTÍCULAS CERÁMICAS EN LA ESTABILIDAD DE LA ESPUMA

Para entender la estabilidad de la espuma, es importante entender que por su alta energía libre superficial, tienen estructuras termodinámicamente inestables. Por lo tanto, al hablar del término “estabilidad de la espuma” solo nos referimos al retardo cinético del colapso de la espuma. Además, se ha comprobado que es imposible espumar líquidos como un solo componente, sin alguna fracción de fase sólida, debido a la insuficiente estabilidad de la burbuja. Las burbujas en los líquidos como el agua o aluminio puro, se rompen inmediatamente después de llegar a la superficie [33,34].

Para entender mejor la estabilidad de las espumas metálicas, se debe abordar primero la física de las espumas acuosas.

2.5.1 Estabilidad de Espumas Acuosas

Las espumas líquidas son sistemas de dos fases, que constan de células de gas encerradas por líquido. La mayoría de las espumas acuosas deben su existencia exclusivamente a la presencia de componentes tensoactivos que se concentran en las superficies y películas del líquido, estos componentes son llamados surfactantes. La mayoría de los tensoactivos son moléculas orgánicas, anfifílicas que consisten en una cabeza polar y una cola no polar, lo que demuestra el comportamiento hidrofílico en un extremo y el comportamiento hidrofóbico en el otro.

El efecto estabilizador de los tensoactivos (como detergentes) en las paredes celulares de las espumas acuosas es doble: por un lado, los agentes tensoactivos se alinean en un arreglo monomolecular en la interface líquido-gas (Figura 2.14), lo que aumenta la elasticidad de la película. Como resultado, la



energía superficial de la película se reduce y retrasa la ruptura de la película interfacial [34].

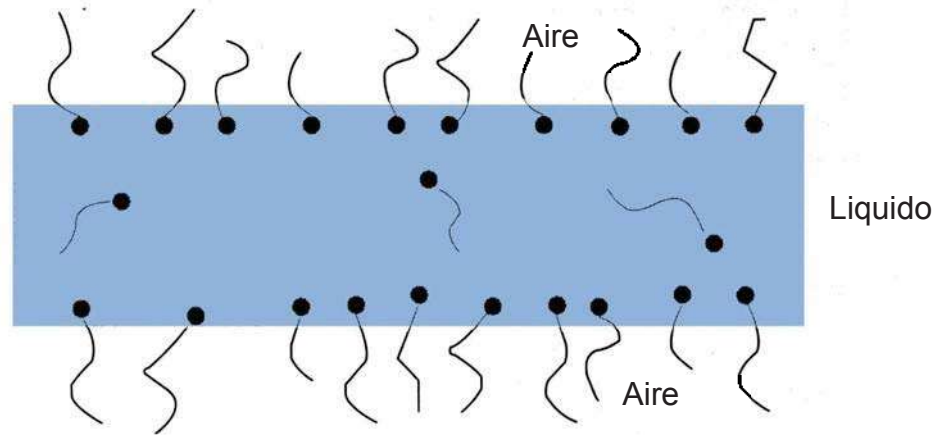


Figura 2.14 Moléculas tensoactivas alineadas a lo largo de la interfase líquido-gas; se observa esquemáticamente la "cabeza" de la molécula sumergida en el líquido acuoso, mientras que la "cola" se adentra en el gas (en este caso el aire).

Por otro lado, la alineación regular de las moléculas del surfactante, debido a que las cabezas polares se introducen en el líquido, provoca un campo electrostático, lo que genera dos interfaces líquido-gas, las cuales se repelen una con otra. Esto conduce a un aumento en el grosor de la pared celular y más líquido es retenido entre las paredes. Además, las fuerzas de repulsión entre ambas interfaces líquido-gas, estabilizan las burbujas durante el ascenso a la superficie del líquido y evitan la coalescencia [35].

En el campo de la metalurgia extractiva y más concretamente, en la flotación, se ha encontrado que no sólo surfactantes estabilizan la espuma en las celdas de flotación, sino también las partículas del mineral tratado puede, bajo ciertas condiciones, ayudar a estabilizar la espuma y ayudar a la evolución de las burbujas [36].

La fase líquida en una espuma, se encuentra principalmente donde se unen tres células de la espuma; estos puntos de intersección son llamados "cuellos" de la



espuma. Debido a que el radio de curvatura de la pared celular es menor que en las uniones triples, las fuerzas capilares continuamente extraen líquido de las películas de entre celdas hacia los cuellos de la espuma, provocando que las paredes colapsen y exista drenado de líquido.

La disminución en el grosor de la pared celular eventualmente se traduce en una severa inestabilidad que apenas resiste la diferencia de presión, ΔP , a través de la interfaz. Bajo tales circunstancias, las ondas de sonido, las vibraciones mecánicas, o incluso las fluctuaciones térmicas, pueden provocar la ruptura de la pared y las dos burbujas adyacentes coalescen [34].

2.5.2 Estabilidad de Espumas Metálicas

Al igual que con espumas acuosas, en la producción de espumas metálicas existe especial cuidado con el drenado del metal líquido para evitar la coalescencia de los poros y evitar la ruptura de las paredes de las celdas, y así retardar el colapso total de la espuma. La estabilidad de las espumas metálicas fabricadas por metalurgia de polvos, se cree es debido a la presencia de una capa de óxido alrededor de las partículas precursoras de metal [37]. Kennedy y col. [38,39] mostraron que también se puede obtener un aumento en la estabilidad de la espuma al adicionar partículas cerámicas a la mezcla de polvos de las preformas espumables obtenidas por tecnología de polvos.

Es importante entender que estas partículas cerámicas no se comportan como surfactantes anfífilos en las espumas acuosas. Esto es debido tanto a que, las partículas cerámicas no son anfífilas, y también porque los campos electrostáticos responsables del rechazo entre las paredes en las espumas acuosas estarían bloqueados en el metal líquido [40]. Los mecanismos que se cree causan el mayor efecto positivo de las partículas de cerámica en la estabilidad de la espuma son un aumento de la viscosidad, y sobre todo, la generación de una fuerza de separación entre las paredes de los poros.



2.5.2.1 *Aumento de la Viscosidad*

Al igual que en las espumas acuosas, el adelgazamiento de las paredes se produce inmediatamente después que la espuma metálica comienza a desarrollarse. Las fuerzas capilares drenan el metal líquido de las paredes y cuellos de la espumas hacia la base por acción de la gravedad [41].

A pesar de que la espuma no se vuelve termodinámicamente estable con aumento de la viscosidad del metal líquido, se puede entender que una disminución en el flujo del metal líquido disminuirá la cantidad de metal drenado de las paredes celulares y por lo tanto, aumentará su estabilidad. Entonces, la espuma también sufrirá menos coalescencia de los poros durante la solidificación.

2.5.2.2 *Generación de las Fuerzas de Repulsión*

En la producción de espumas de metal en estado líquido por el proceso CYMAT, se ha comprobado empíricamente que las burbujas creadas en la masa fundida son estabilizadas por partículas cerámicas, las cuales evitan que las burbujas coalescan [4]. Este mecanismo es similar al efecto de dos capas dobles contiguas de surfactantes, que se repelen, en las espumas acuosas.

Un modelo simplificado de la estabilización de la interface líquido-gas propuesto por Kaptay [42], asume una capa gruesa con partículas, la cual rodea completamente la burbuja. A partir de este modelo, Kaptay sugiere un rango de ángulo de contacto entre el metal líquido y las partículas de cerámica de 20° a 90° , a fin de que las partículas puedan estabilizar la espuma.

Esto se entiende mejor teniendo en cuenta el esquema de la Figura 2.15 [15]. Una vez que la película del borde de la espuma se adelgaza, el espesor de las paredes celulares aprovecha el diámetro de las partículas sólidas parcialmente mojadas para mantener el líquido dentro de la película y prolongar el inicio de la ruptura (Figura 2.15 b). Por el contrario, un pobre mojado de las partículas

(ángulos de contacto por encima de 90°), causa que el líquido se retraiga de la superficie sólida (Figura 2.15 a); las interfaces débiles líquido-sólido originan rupturas y el colapso de la película de la espuma.

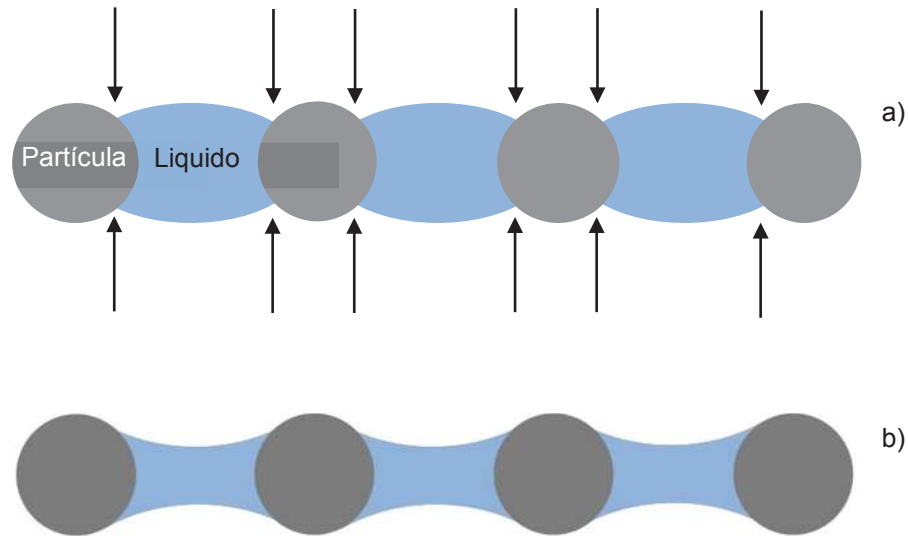


Figura 2.15 Esquema para ilustrar el efecto del mojado de las partículas en la estabilidad de la película. El modelo supone una monocapa de partículas alineadas dentro de la película entre dos células: a) El metal líquido moja muy poco las partículas, induciendo la ruptura de la interface (flechas); b) El metal líquido moja las partículas, permitiendo que el líquido residual se mantenga dentro de la película.

El modelo anterior muestra que partículas sólidas mezcladas con un metal fundido pueden generar una fuerza de separación similar a la fuerza de repulsión que generan las moléculas anfífilas en espumas acuosas. Basado en ello, Sun y col. [42] realizaron una simulación experimental con partículas plásticas empleando un agente tensoactivo en una solución libre de etanol-agua para imitar el comportamiento del metal líquido. Las partículas plásticas inertes actuaron en vez de las partículas cerámicas; encontraron que variando el contenido de etanol en la solución, el comportamiento de mojado entre el líquido y las partículas de plástico es alterado. De esta simulación, se determinó experimentalmente un intervalo óptimo del ángulo de contacto de 75° a 85° ,



para pretender la estabilización de una espuma con sólidos contenidos. Este estudio corresponde íntimamente a la teoría de estabilización de Kaptay [44].

Produciendo espumas de plomo con partículas no metálicas en un ambiente gravitacional reducido (microgravedad) logrado durante vuelos parabólicos en el aeroplano *A300 zero-g* operado por *Novospace* en Francia, Wübben y col. [45] pudieron esencialmente eliminar el drenado de líquido de la espuma. El estudio se efectuó con el objetivo de estudiar el efecto de partículas estabilizantes en la formación de espumas. El descubrimiento de que la distribución de tamaño de poro en tales espumas no era significativamente mejor que aquellas producidas en condiciones de gravedad normal, además que es necesario la modificación de la viscosidad por la adición de sólidos para mejorar la estabilidad de espumas, sin que el efecto de gravedad reducida mejorase por sí sólo el drenado en espumas de bajo contenido en sólidos, condujo a la conclusión de que la viscosidad por sí misma debe ser asignada como un segundo fenómeno en importancia en la estabilización de espumas metálicas. Las partículas de óxido dispersas no solamente evitan el drenado al incrementar la viscosidad del líquido metálico, sino además suprime la coalescencia de poros, posiblemente por generación de fuerzas de repulsión análogas a la de las espumas acuosas.

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. En este contexto, debería ser notable que, no sólo es la aglomeración quien causa dificultades en la suspensión y distribución de las partículas en el metal líquido; dichos efectos también son causados por un alto volumen de partículas.

Otro factor a considerar es la diferencia significativa de densidad entre las partículas y el metal fundido; una diferencia notoria puede causar que las partículas o bien, floten a la superficie, o se depositen en el fondo del metal líquido.



Cabe mencionar que un enfoque alternativo para aumentar la estabilidad, sobre todo de las espumas de aluminio, es el uso deliberado de gases o agentes espumantes oxidados. De esta manera, la formación de capas de óxido in-situ en las interfaces líquido-gas de las burbujas, proporciona mayor estabilidad en las paredes de las células de la espuma [46], ya que el óxido ayuda a evitar la coalescencia de células, a pesar de que el arreglo de partículas en la interface líquido-gas empeora. Sin embargo, la oxidación ocasionada por los gases de soplado no puede sustituir la presencia de partículas de estabilización en la masa fundida [47].

2.5.3 Alúmina como Refuerzo Cerámico

Los polvos refractarios industriales como óxidos, carburos, boruros y nitruros son comúnmente usados para la fabricación de compuestos. Los tamaños de partícula varían en un rango de 1 a 10 μm , dependiendo del propósito del compuesto y de la matriz metálica utilizada. La alúmina es muy atractiva para reforzar matrices, esto se debe principalmente a su combinación de elevada resistencia y módulo. Por otro lado su elevado punto de fusión y bajo coeficiente de expansión térmica permite tener buenas propiedades térmicas. Este cerámico en una matriz pura de aluminio no genera reacción interfacial, más cuando se utilizan aleaciones de aluminio, la alúmina reacciona con algunos metales como el magnesio. El problema principal de este refuerzo es su baja mojabilidad por debajo de los 900°C.

2.5.4 Recubrimiento de Refuerzos

En los casos en que el metal no moja al cerámico, ningún proceso en fase líquida puede ser utilizado. Cuando ningún componente del sistema a utilizar puede ser cambiado, se puede mejorar la mojabilidad entre las fases modificando la superficie partícula-aleación mediante recubrimientos. El



recubrimiento de refuerzos es una técnica exitosa adoptada para prevenir la reacción interfacial y promover la mojabilidad del refuerzo-matriz.

El desempeño del recubrimiento no solo depende de las características inherentes del recubrimiento y el sustrato a recubrir, sino también depende de la adhesión entre ambos. La mojabilidad se promueve con esta adhesión a través de enlaces físicos, químicos y mecánicos que actúan en toda la interface recubrimiento-sustrato. Se han adoptado varias técnicas de recubrimiento para refuerzos, que tienen como características capas uniformes y delgadas, sin la degradación de las propiedades del refuerzo. Debido a que el tipo, propósito y proceso de los recubrimientos varía de acuerdo con el sistema en estudio, es necesario un análisis previo para determinar la mejor técnica a utilizar.

Muchos metales, aleaciones, cerámicos y algunos intermetálicos pueden ser usados como recubrimientos, pero sus características frecuentemente limitan los procesos que pueden ser usados para su aplicación. Los recubrimientos metálicos funcionan como promotores para el mojado en el aluminio líquido y también protegen al refuerzo cerámico para que no reaccione con la matriz.

2.5.4.1 Recubrimiento Metálico Autocatalítico

En el presente trabajo se pretende aumentar el mojado de las partículas de alúmina con el aluminio o aleaciones de aluminio, para mejorar la expansión y estabilidad de las espumas de aluminio. El recubrimiento de la superficie de las partículas cerámicas con metales ha sido ya probado en la fabricación de materiales compuestos [48,49], y se espera que ayude a este proceso. En la actualidad se han desarrollado algunos métodos para alterar la química superficial de los cerámicos, métodos como depositación química en fase vapor, depositación física en fase vapor, métodos de cementación, depositación electrolítica, depositación no-electrolítica y otras.



El recubrimiento metálico no-electrolítico es un método de depositación química a partir de una solución. Esta técnica de recubrimiento representa un método fácil y efectivo para obtener materiales de matriz metálica a baja temperatura. Este tipo de depositación química, en especial Cu, ha tenido mucha importancia en años recientes debido a que se pueden depositar recubrimientos metálicos en situaciones donde el recubrimiento electrolítico no es posible, ya que comparado con el método de electrodeposición, el recubrimiento metálico autocatalítico puede ser aplicado a una gran cantidad de diferentes sustratos (superficies conductoras y no conductoras), si se realiza un apropiado tratamiento a la superficie a metalizar. Además, los depósitos formados poseen excelentes propiedades físicas y químicas ideales para aplicaciones prácticas.

Los componentes mínimos necesarios para una solución de recubrimiento no-electrolítico son una sal de metal y un agente reductor apropiado. Un requerimiento adicional es que la solución, aunque es termodinámicamente inestable, sea estable en la práctica, hasta que una superficie catalizada apropiada sea introducida. Entonces el proceso de recubrimiento es iniciado en la superficie catalizada y la reacción es sostenida por la naturaleza catalítica de la misma superficie metalizada [48].

Los depósitos no-electrolíticos son producidos por una reducción química controlada de los iones metálicos sobre la superficie catalizada del sustrato. La capa metálica depositada actúa como catalizador para la siguiente capa de recubrimiento, llevándose a cabo una reacción continua hasta que los reactivos son consumidos, es por eso que también es llamado recubrimiento metálico autocatalítico [50].

Mejoras significativas en la mojabilidad, han sido logradas con la aplicación de recubrimientos autocatalíticos de Cu y Ni sobre sustratos cerámicos de Al_2O_3 y SiC, logrando con un recubrimiento de Cu menor a 10 μm , ángulos de mojado de 12.6° y 26° en sustratos de alúmina y carburo, respectivamente [70]. Por otro



lado, estos mismos cerámicos han sido recubiertos por Ni, logrando con ello las condiciones de mojabilidad necesarias para lograr el proceso de infiltración sin presión durante la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con alúmina y carburo de silicio [71].



3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La Figura 3.1 presenta el diagrama de bloques de la práctica experimental empleada, que incluye caracterización de materia prima, síntesis de espumas y caracterización del producto.

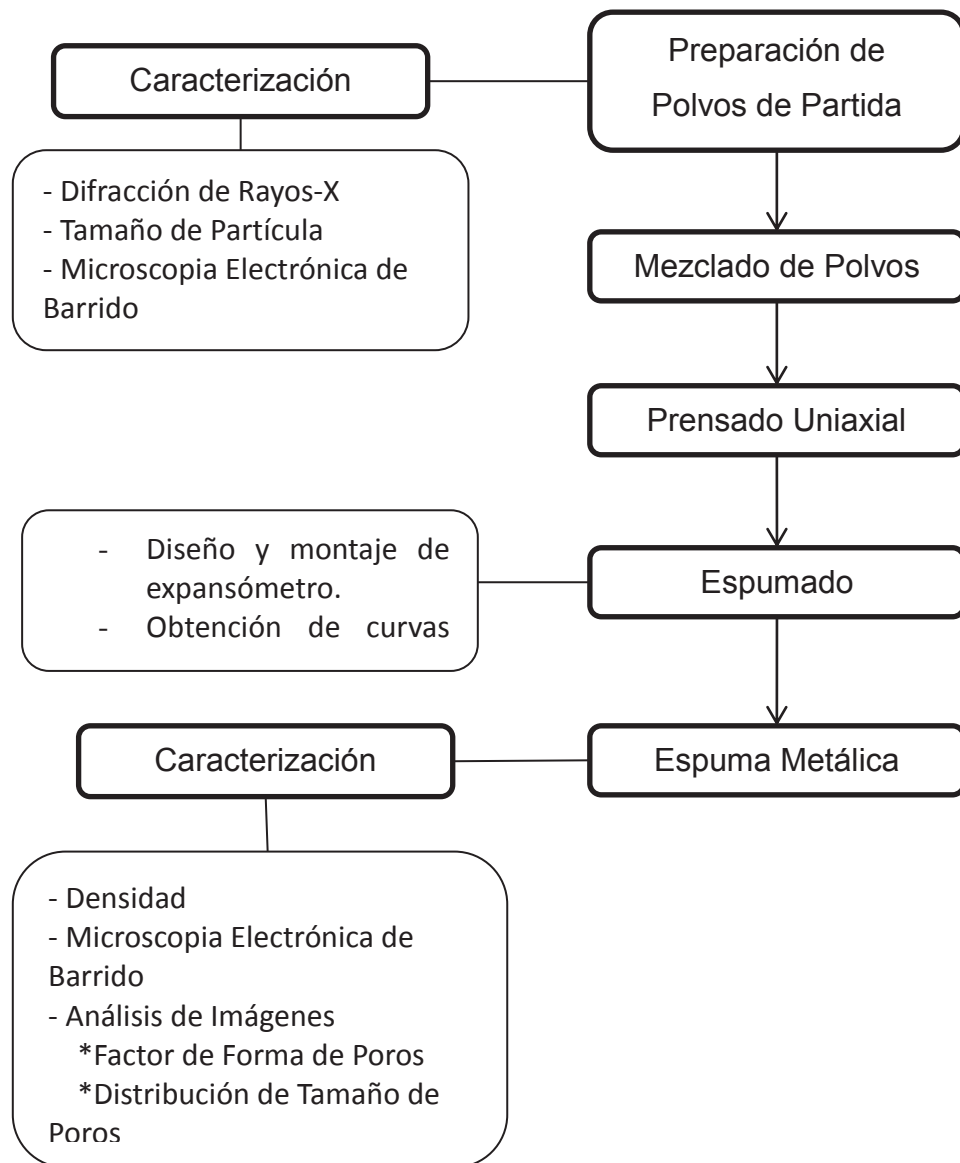


Figura 3.1 Diagrama de bloques del desarrollo experimental.

El objetivo principal del trabajo de investigación es estudiar la conducta de espumado de diferentes mezclas de aluminio con adiciones del cerámico



alúmina, 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.

La fabricación de las espumas metálicas se basa en la técnica desarrollada y patentada en 1990 por el Instituto Fraunhofer, Bremen Alemania [51]. Básicamente, el proceso consiste en etapas de mezclado de polvos, preformado en frío, compactación en caliente de precursores espumables, y espumado. Procesos similares, con adecuaciones pertinentes, están siendo estudiados en la actualidad para el desarrollo de espumas y mejoramiento del producto.

De manera particular, el presente trabajo propone un cambio en la densificación de polvos para la obtención de los compactos espumables; se omitió la etapa de prensado en caliente y en su lugar se implementó un proceso de compactación axial en frío a una carga más elevada que la normalmente empleada en la obtención de los compactados.

Se prepararon cuatro diferentes mezclas para espumado, mezclas descritas con detalle posteriormente. Los compactados fueron espumados isotérmicamente a tres temperaturas, determinando su efecto y relación con las mezclas precursoras en la evolución de la estructura de las espumas.

3.1 CARACTERIZACIÓN DE POLVOS PRECURSORES

En la fabricación de las espumas metálicas se emplearon polvos de aluminio (Alfa Aesar, 99.5%, malla -325), hidruro de titanio (TiH_2 , Alfa Aesar 99%) y cobre (Atlantic Equipment Engineers, 99.9% malla -325).



3.1.1 Difracción de Rayos-X

La difracción de rayos-X es una técnica que goza de gran prestigio entre la comunidad científica para dilucidar estructuras cristalinas debido a su precisión y a la experiencia acumulada durante décadas. La técnica es útil en la caracterización de los polvos precursores [52,53]. Análisis por rayos-X fueron practicados para determinar la posible presencia de impurezas en las materias primas. El difractor utilizado fue un SIEMENS 5000, en un rango de barrido de 20 a 95 grados, con radiación de lámpara de cobre. Se ensayaron muestras de Al, Cu, Al_2O_3 , TiH_2 y alúmina metalizada ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$).

3.1.2 Microscopia Electrónica de Barrido

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento diseñado para estudiar en alta resolución la superficie de los sólidos. Los polvos precursores y 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.

3.1.3 Análisis Térmicos

Los polvos del agente espumante TiH_2 fueron sometidos a análisis térmicos en un módulo de análisis simultáneo (SDT Q600 TA Instruments) a una velocidad de escaneo de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ de 25°C a 800°C . El análisis simultáneo permite obtener señales por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y termogravimetría (TG) para estimar la pérdida de peso del TiH_2 por evolución de H_2 gas, así como la energía asociada al evento de descomposición en función del tiempo y temperatura.



3.2 PRE-TRATAMIENTO DE POLVOS PRECURSORES

Dentro del protocolo propuesto para la preparación de los compactos espumables es necesario pre-acondicionar los polvos de TiH_2 y de Al_2O_3 , para lo cual los primeros fueron sometidos a un proceso de pasivación, y los segundos a un procedimiento de metalización con cobre.

3.2.1 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 $400^\circ C$ 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 [55,57]. La reducción de la brecha de temperatura que existe entre la temperatura a la cual sucede la evolución de H_2 gas del TiH_2 en el compacto, y la temperatura de fusión del aluminio que constituye al compacto mismo en el proceso de espumado, permite disminuir la pérdida de hidrógeno durante el calentamiento, aprovechando más eficientemente el gas de expansión dispuesto [57].

3.2.2 Metalización de Al_2O_3

La metalización con cobre de las partículas de alúmina ($\alpha-Al_2O_3$ 99.45%, Norton Materials, malla 1200) consiste en dos etapas; activación y metalizado.

3.2.2.1 Preparación de la Superficie Metálica

En esta primera etapa, se acondicionaron 100g de alúmina, que posteriormente fueron metalizados con cobre en lotes de 15 g/L de solución electrolítica. La preparación de la superficie cerámica elimina su carácter pasivo para poder efectuar la deposición de metal. El procedimiento de activación consiste de los siguientes pasos:

1. Limpieza superficial por inmersión en 200 ml de acetona con agitación constante.



2. Ataque químico de microrugado con 200 ml de HNO_3 .
3. Sensibilización superficial en una solución acuosa con SnCl_2 (10 g/L) y HCl (40 ml/L).
4. Activación de la superficie pasiva en una solución de PdCl_2 (0.25 g/L) y HCl (2.5 ml/L).
5. Secado 100-110°C.

Después de la limpieza con acetona, la superficie de las partículas es atacada con ácido nítrico, provocando un microrugado, con efecto de incrementar la superficie de contacto de las partículas con el medio activo. La superficie de los polvos es entonces sensibilizada en la solución ácida de cloruro de estaño, y finalmente activada en la solución diluida de ácido clorhídrico y cloruro de paladio. Durante este proceso, el paladio se reduce en la superficie de las partículas; el estaño absorbido se oxida de Sn(III) a Sn(IV), y el paladio reducido da origen a la formación de paladio metálico y cloruro de estaño en solución de acuerdo con la reacción:



En cada etapa las soluciones son agitadas por 20 minutos; entre cada etapa, los polvos son lavados con agua destilada y precipitados con una centrifuga. La activación con paladio asegura eliminar la condición pasiva superficial de las partículas, haciéndolas factibles para el recubrimiento electrolítico, debido a la presencia de núcleos de Pd, el cual actúa a manera de catalizador en la adhesión de cobre.

3.2.2.2 Recubrimiento Metálico de Cobre

La composición química del baño electrolítico utilizado se presenta en la tabla 3.1. La temperatura de trabajo y tiempo de proceso fueron de 70°C y 20 minutos, respectivamente. El proceso de metalizado se efectúa bajo agitación



constante con el propósito de exponer la superficie de las partículas a la solución electrolítica.

Tabla 3.1 Composición del baño electrolítico de Cu [58].

Sulfato de Cobre pentahidratado	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	8 g/L
EDTA, sal disódica	$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	32 g/L
2,2-Dipyridil	$\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2$	0.02 g/L
Hexacianoferrato de potasio	$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	0.06 g/L
Formaldehido	HCHO	7 ml/L

3.3 PREPARACIÓN DE MEZCLAS

Los polvos precursores fueron mezclados *in vacuo* en un molino de bolas tradicional empleando bolas cerámicas de alúmina de 3 mm de diámetro como medio de molienda en contenedores plásticos de 0.5 litros de capacidad. Aproximadamente 70 gramos de mezcla homogénea fueron preparados en tiempos de mezclado de 40 minutos, empleando una relación peso mezcla/bolas de aproximadamente 1:3.

Se prepararon 4 diferentes composiciones. En ellas se estudia el efecto de añadir partículas de alúmina en la estabilización de las espumas, para lo cual se toma como referencia el espumado de aluminio puro y mezclas de aluminio-cobre. La relación en gramos de cada compacto espumable se muestra en la tabla 3.2. En todas las mezclas preparadas se tomó siempre constante la cantidad del agente espumante TiH_2 , el cual fue añadido en proporción del 1%. La primera composición corresponde a una mezcla de Al y TiH_2 ; la segunda corresponde a una mezcla de polvos de Al y Cu con el agente TiH_2 ; en la



tercera composición se agregó a la mezcla de polvos de Al, Cu y TiH₂, partículas de alúmina (1 %vol.) como estabilizante de la espuma, conservando constante el contenido de cobre respecto de la segunda composición; la cuarta composición es aproximadamente igual a la tercera, con la diferencia que el cobre es añadido en forma de recubrimiento metálico sobre la superficie de las partículas de alúmina.

Tabla 3.2 Composiciones preparadas para espumar en gramos.

	Al	(98.6Al-1.4Cu)	[(98.6Al-1.4Cu) + 1% vol. Al ₂ O ₃]	(98.6Al-1.4Cu + 1% vol. Al ₂ O ₃)
Al	13.59	13.53	13.39	13.39
Cu	--	0.19	0.19	--
Al ₂ O ₃	--	--	0.2	--
TiH ₂	0.14	0.14	0.14	0.14
Al ₂ O ₃ -Cu	--	--	--	0.39

3.4 PRENSADO UNIAXIAL

Con la mezclas 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. La compactación uniaxial en frío se practicó en dados cilíndricos de acero en una prensa hidráulica automática *CARVER 3894.4PR0B00*.

El proceso de compactación consiste de tres etapas: llenado del dado, aplicación de presión, y eyección de la preforma del dado. Tales etapas se describen a continuación.



- *Llenado del dado.* El dado se recubrió internamente con una película de estearato de zinc para facilitar la eyección del compacto después del prensado. Se vertió la mezcla necesaria para obtener compactos de aproximadamente 1 cm de altura después de compactación completa. Los polvos fueron pesados y vaciados por la parte superior del arreglo de dados con ayuda de un embudo de aluminio. La Figura 3.2 muestra esquemáticamente la configuración del dado utilizado para compactar los polvos de partida.

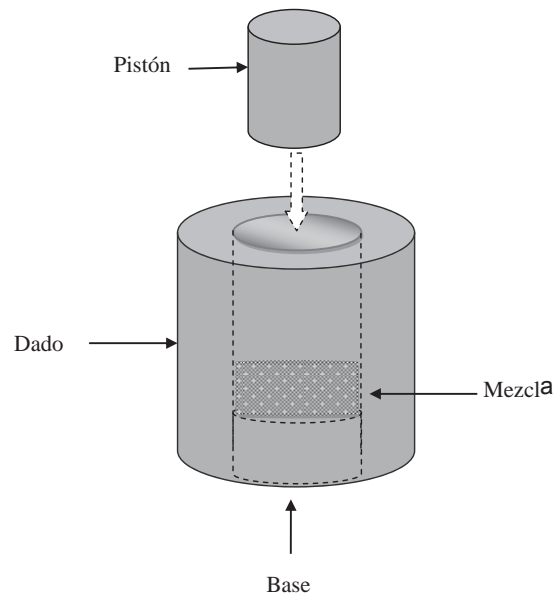


Figura 3.2 Acomodo del dado durante el llenado.

- *Compactación de la muestra.* Para la compactación de la muestra se colocó el arreglo de dados en la prensa hidráulica y se aplicaron 387 MPa de presión durante ocho minutos. Esta carga y tiempo de aplicación se obtuvieron de manera experimental por análisis previos de curvas de compresibilidad; mayores cargas no mostraron mayor densificación del compacto.
- *Eyección de la preforma del dado.* Las preformas fueron eyectadas por la parte inferior del arreglo de dados al retirar el pistón base.



3.5 ESPUMADO

Las preformas fueron sometidas a un proceso de espumado constreñido 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 un cuerpo distinto 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. En este caso, los compactos precursores espumables se sometieron 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.

3.5.1 Expansómetro-Láser

La evolución de la espuma se registró experimentalmente monitoreando *in-situ* el cambio de altura en función del tiempo con la ayuda de un dispositivo tipo Expansómetro-Láser, especialmente diseñado y construido para tal motivo. 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, crisol contenedor y horno de espumado; el cambio de altura de la muestra espumada fue registrado por un dispositivo de adquisición de datos (*National Instrument NI9211*), y la señal acondicionada y procesada con ayuda de la aplicación *LabVIEW* en un entorno de desarrollo gráfico (Figura 3.3).

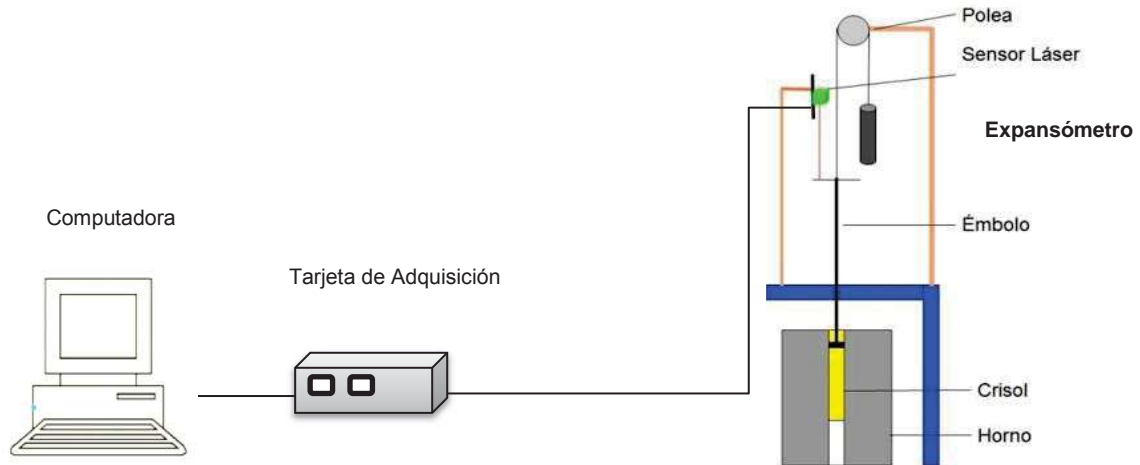


Figura 3.3 Esquema de expansómetro.

El funcionamiento del dispositivo desarrollado consiste en lo siguiente. La cámara de calentamiento es un horno tipo crisol vertical (*Linderberg/Blue M*) en el cual 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, con objeto de medir el cambio de altura de la muestra cilíndrica que está siendo expandida. 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. El contrapeso, tiene una relación en peso con el extensor de aproximadamente 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.

Para dar inicio a una prueba de espumado, el horno es precalentado hasta la temperatura experimental; tanto el crisol de acero inoxidable como el émbolo



extensor son inicialmente colocados al interior. Para introducir el compactado precursor de la espuma, el émbolo es elevado y retirado del crisol; entonces se introduce el compactado colocándolo en el fondo del crisol, y se introduce nuevamente el émbolo hasta hacer contacto con su superficie. El horno precalentado permite llevar inmediatamente al compactado a la temperatura de trabajo. Desde el primer momento, el sistema de adquisición de señales acoplado al sensor láser registra el desplazamiento en función del tiempo; cuando la preforma comienza a expandir, la espuma formada eleva el émbolo de manera proporcional al grado de espumado, así el émbolo se mueve conjuntamente con la espuma. Una vez registrado el proceso de espumado, el émbolo se eleva completamente de manera manual, y el crisol conteniendo la espuma es retirado del horno, permitiendo que la espuma solidifique y enfríe por convección al aire.

La señal de desplazamiento por el cambio de dimensión de la espuma se obtiene en la tarjeta adquiridora de datos. Puesto que la espuma expande de manera constreñida dentro del crisol cilíndrico, y el émbolo en su superficie da paso a una superficie plana del espumado, la espuma misma adquiere forma cilíndrica con el mismo diámetro del crisol. De esta manera, es posible calcular el volumen de la espuma en función del tiempo y relacionarlo con el volumen inicial de compactado, obteniendo así el grado de expansión en porcentaje volumen. La señal es procesada, graficada y almacenada en la computadora, mediante un programa diseñado en LabVIEW [59].

3.6 CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE ALUMINIO

Las propiedades de las espumas de aluminio están directamente ligadas a su naturaleza química, proporción y morfología de poros, y características de las paredes y cuellos que componen su estructura. La mejora continua de las espumas de aluminio, para satisfacer nuevos requerimientos y aplicaciones, está basada en la obtención de propiedades cada vez más específicas. Para



analizar el comportamiento de las espumas y sus posibles usos, es necesario aplicar técnicas de caracterización que permitan mejorar el proceso y las propiedades metalúrgicas y químicas, que conduzcan a adecuar el proceso de fabricación y satisfacer las necesidades esperadas [60].

3.6.1 Grado de Expansión

El presente trabajo se centra en observar el comportamiento de las espumas metálicas durante su evolución y colapso cuando se adicionan partículas de alúmina metalizadas con cobre como posible estabilizante, para una mejor comprensión del proceso y subsecuente innovación en el mismo. El expansómetro-láser descrito en la sección 3.5.1, genera gráficos de expansión contra tiempo, que permiten observar y comparar la evolución de cada espuma, evidenciando la influencia de la composición y temperatura de proceso. En la generación de las gráficas de espumado se tomaron las siguientes consideraciones:

- La preforma espumará en una sola dirección, perpendicular a la base del crisol.
- El diámetro de la espuma será constante y uniforme, e igual al diámetro del cilindro que la constriñe.
- Se puede expresar la expansión en función de la altura de la espuma durante el espumado dentro del crisol cilíndrico de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$V_e = \pi r_{cte}^2 * h \quad \text{Ec. 3.2}$$

$$\% \text{ Expansión} = \left(\frac{V_e - V_c}{V_c} \right) * 100 \quad \text{Ec. 3.3}$$

Donde, V_c , es el volumen inicial del compacto precursor espumable; V_e , es el volumen de la espuma; h , la altura de la espuma; πr^2 , el área de la base de la preforma (sección transversal).



3.6.2 Densidad

Una de las ventajas de las espumas metálicas es su baja densidad, lo que permite fabricar con ellas estructuras ultraligeras de elevada resistencia y rigidez específica. La densidad de las espumas de aluminio conocidas se encuentra en el rango de 0.4-1.2 g/cm³, es decir, los poros ocupan aproximadamente entre 50% y 90% del volumen total [61].

Existen diferentes técnicas para medir la densidad de un sólido. De manera directa, esta propiedad puede ser calculada a partir de la masa y dimensiones de la muestra. Tomando en cuenta las consideraciones de espumado, la densidad puede ser medida considerando el peso inicial de la muestra, el diámetro de la preforma y la altura durante el espumado.

3.6.3 Análisis de Imágenes

Con la ayuda del programa Analizador de Imágenes *SigmaScan Pro 5* [62], 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). A continuación se describen detalles del procedimiento de medición.

3.6.3.1 Preparación de Muestras

Las espumas de aluminio fueron cortadas por mitad a lo largo del eje de expansión empleando una cortadora *Buehler Isomet* de disco de diamante. Para eliminar los residuos de aceite del proceso de seccionamiento, las piezas resultantes fueron sometidas a un proceso de limpieza:

- 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 limpias de las espumas fueron 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 (poros) expuestos, se aplicó una capa de pintura en aerosol negra a la superficie; el exceso de pintura en la superficie plana fue removido con solventes, quedando así teñidos solamente los poros para dar mayor definición de imagen a la porosidad presente.

Las secciones de espumas así detalladas fueron digitalizadas en un escáner *Scanjet HP 4500C*, y las imágenes resultantes analizadas con el programa *SigmaScan Pro 5*.

3.6.3.2 *Cuantificación del Número y Densidad de Poros*

El total de poros de cada espuma fue analizado y contabilizado; el programa permite obtener el área transversal de cada poro expuesto, y por supuesto, el área total de la espuma independientemente de su geometría. Con ayuda de esta información se calculó el parámetro densidad de poros (poros/cm^2), que consiste en el cociente matemático del número total de poros presentes en la espuma, dividido entre el área transversal de la espuma observada. Se realizó un análisis estadístico de todas las imágenes estudiadas, reportando la variación estándar de la propiedad evaluada.

3.6.3.3 *Tamaño de Poros*

El programa de análisis *SigmaScan Pro 5* fue instruido para medir el tamaño de poros en términos del Diámetro de Feret. Este parámetro fue seleccionado en virtud de que los poros son ligeramente irregulares; es decir, no-esféricos. El Diámetro de Feret proporciona el diámetro de un objeto circular ficticio que tiene la misma área que el objeto de estudio (Figura 3.4); en este caso el objeto de



estudio son los poros en las espumas de aluminio. Esta información se empleó para crear gráficos estadísticos de frecuencia de distribución de tamaños de poros.

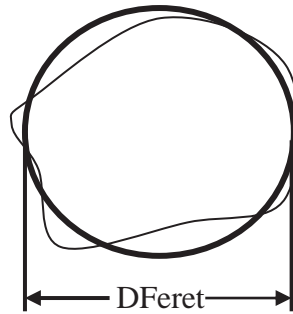


Figura 3.4 Representación descriptiva del diámetro de Feret.

3.6.3.4 Factor de Forma de los Poros

No es posible, de manera precisa, definir en un concepto la forma de los poros cuando estos presentan diferentes geometrías. Por tal motivo, se registró el descriptor *Factor de Forma* de los poros (S_{poro}). El Factor de Forma mide el grado de “redondez” del poro; este factor nos genera un valor que va de 0.00 a 1.00; un círculo perfecto tiene un factor de forma de 1.00, mientras que una línea tiene un factor de forma aproximadamente de 0.00. El factor de forma se describe matemáticamente como (Ec. 3.4):

$$S_{poro} = \frac{4\pi A}{P^2} \quad \text{Ec. 3.4}$$

donde S_{poro} , es el factor de forma del poro; A , el área del poro; y P , el perímetro del poro. De igual manera que el tamaño de poro, los datos del Factor de Forma fueron estadísticamente tratados y relacionados con las diferentes clases de tamaño de poro.



3.6.4 Microscopía Electrónica de Barrido

La técnica de microscopía electrónica de barrido, en el modo de electrones secundarios, permitió observar la morfología de las paredes sólidas y superficie interna de los poros; es importante caracterizar las paredes y cuellos formados, y su arreglo geométrico, pues de ello depende altamente la respuesta mecánica del dispositivo.

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 final.

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 PRE-TRATAMIENTO DE POLVOS PRECURSORES

4.1.1 Pasivación de Polvos de TiH_2

Como se señala en la sección experimental, los polvos del agente espumante hidruro de titanio fueron pasivados a 400°C durante dos horas para retrasar la liberación de hidrógeno por el óxido superficial formado. Durante el proceso de oxidación, la cama de polvos fue continuamente agitada para exponer todas las superficies a la atmósfera de aire seco y lograr homogeneidad del pasivado. Durante el tiempo de dos horas de pasivación, es posible observar una evolución en el color del TiH_2 ; inicialmente de gris intenso pasa a verde grisáceo, posteriormente a morado opaco, para terminar en morado intenso (Figura 4.1). Reportes en la literatura indican que el cambio en coloración se debe al avance del proceso de oxidación [55], por tanto, una superficie oxidada está siendo formada. La coloración verdosa que acompaña la formación de un oxihidruro, ha sido observada en otras investigaciones [56]; el color morado es atribuido a la formación de TiO_2 [56,57].

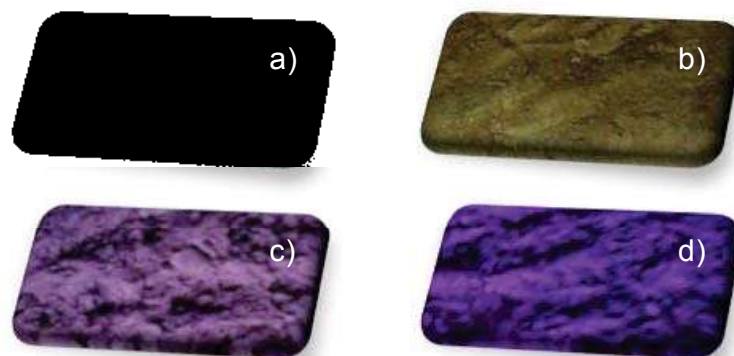


Figura 4.1 Aspecto de polvos de TiH_2 tratado a 400°C .
a) Sin tratamiento; b) 40 min; c) 80 min; d) 120 min.



Se realizaron pruebas de análisis térmico simultáneo DSC/TG al agente espumante TiH_2 pasivado para determinar la temperatura precisa de descomposición que presenta, la pérdida de peso por evolución de hidrógeno y la energía térmica asociada al evento. La curva del análisis termogravimétrico de la Figura 4.2 indica que el gas hidrógeno comienza a liberarse a partir de los $470^\circ C$, aproximadamente; mientras que la literatura reporta una temperatura de $450^\circ C$ para los polvos en su condición de recién recibidos [58]. El proceso de pasivación logra entonces de forma favorable un ligero retraso en la temperatura de descomposición del hidruro de titanio, resultado que favorece un mejor aprovechamiento de gas hidrógeno en la formación de la espuma, al reducir en veinte grados la brecha de temperaturas entre la de descomposición y la de espumado.

De la curva color azul que indica el cambio de peso de la muestra, se observa una pérdida máxima de 2.89%. De acuerdo a los resultados de rayos-X, la fórmula química de la fase hidruro de titanio presente es $TiH_{1.971}$. Al realizar un cálculo estequiométrico, se obtiene que la cantidad máxima posible de hidrógeno a liberar es de 3.98 %peso; los resultados del análisis indican entonces que aparentemente un 27% del hidrógeno atómico no está siendo liberado de la estructura del $TiH_{1.971}$. Sin embargo, en el punto de depresión de la curva se observa un cambio de pendiente que indica una pérdida en peso más lenta, lo cual puede relacionarse a una reacción competitiva de liberación de hidrógeno y a la simultánea oxidación del titanio formado; esto se acentúa más después del punto de máxima pérdida en peso en la curva, el cual vira a un registro de ganancia en peso. A pesar de que el análisis se desarrolla en atmósfera dinámica de argón alta pureza (99.999%), la cámara del analizador térmico no es de sello hermético, por lo que es posible cierto grado de oxidación de la muestra dada la alta reactividad del titanio metálico en presencia de oxígeno. Aunado a ello, cuando los polvos fueron pasivados pudo haber pérdida de hidrógeno, lo cual puede también influir en el resultado TG esperado de pérdida de peso del hidruro pasivado.



De manera complementaria, la curva DSC de flujo de calor (curva roja) indica que la máxima velocidad de liberación de hidrógeno se presenta a la temperatura pico de 539.3°C. La descomposición de la fase hidruro resulta en un evento endotérmico de una sola etapa; la energía asociada al fenómeno de descomposición térmica es 1026 J/g.

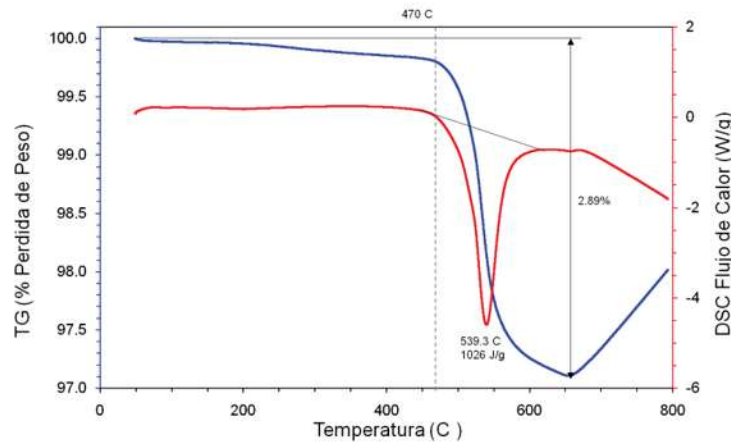


Figura 4.2 Análisis térmico DSC/TG de la descomposición del hidruro de titanio.

4.1.2 Metalizado de Al_2O_3

4.1.2.1 Acondicionamiento de Polvos de Al_2O_3

Inicialmente la superficie de los polvos de alúmina fue activada de acuerdo al procedimiento descrito en la sección experimental. La activación de la superficie asegura la eliminación de la condición pasiva de la alúmina a ser metalizada; los pequeños depósitos de paladio en la superficie activada constituyen centros catalíticos que permiten las reacciones de óxido-reducción para la depositación de cobre. La limpieza inicial y microrugado de los polvos en solución ácida, es fundamental para acrecentar el área de depositación, pero principalmente para favorecer el enganchamiento del depósito posteriormente formado. La examinación de los polvos activados en el microscopio de barrido no muestra un cambio superficial; mientras que el análisis por difracción de rayos-X no es capaz de detectar la mínima cantidad de paladio depositada en la superficie de los polvos.



4.1.2.2 Metalizado de Polvos Cerámicos

La depositación de cobre en los polvos de alúmina activada se efectuó a pH 12 y 70°C de temperatura, para la composición del baño señalada en la tabla 3.6. Durante la adición de cada componente al baño electrolítico, la solución cambia a distintas tonalidades azules, para terminar en un azul intenso característico de la presencia de cobre en solución. Una vez preparado el baño y llevado a las condiciones de pH y temperatura de trabajo, las partículas de alúmina activada fueron agregadas. De manera inmediata, la solución torna de color a azul a café rojizo, indicativo del inicio del metalizado de las partículas cerámicas (Figura 4.3). Este evento se ve acompañado de una evolución de hidrógeno importante, producto del proceso óxido-reducción, y se manifiesta como burbujeo intenso de la solución. Para incrementar el contenido de cobre en las partículas metalizadas, estas fueron sometidas a procesos consecutivos de remetalizado bajo las mismas condiciones del baño químico.

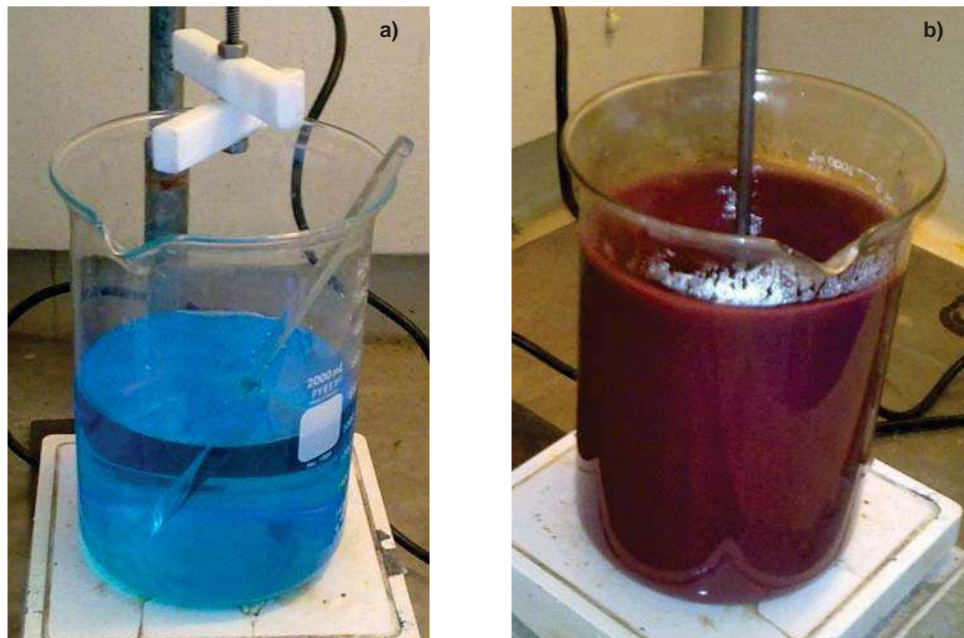


Figura 4.3 Coloración del baño autocatalítico de cobre. a) Antes de la inmersión de polvos activados; b) Una vez adicionados los polvos durante la depositación.



Una característica del cobre grado electrolítico es su alta pureza. Este tipo de procesos de depositación, da lugar a cobre puro sin trazas de contaminantes. La cuantificación del cobre depositado en la superficie de las partículas de alúmina se realizó mediante análisis por espectroscopia de absorción atómica. Para ello, una masa de partículas metalizadas y secas se expuso a una solución de ácido nítrico para disolver completamente el cobre en la superficie. La solución fue adecuadamente diluida en alícuotas y analizada por absorción atómica. De esta manera se determinó la variación del contenido de cobre con el número de metalizaciones a que fueron expuestas (Figura 4.4).

La gráfica de la Figura 4.4 resume el contenido de cobre depositado en el bulto de las partículas metalizadas $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$. Se encontró una conducta ascendente de ganancia en peso con el número de metalizaciones; de manera aproximada, la cantidad de cobre depositada entre una y otra etapa es la misma. Inicialmente, el cobre es depositado en la superficie cerámica activada con paladio; posteriormente, los depósitos de cobre en la superficie actúan por sí mismos como catalizadores para que la reacción de reducción de los iones cobre en solución incrementen el espesor de la película formada. La metalización continúa mientras exista disposición de cobre en solución, de allí el nombre de autocatalítico. Se prepararon entonces ocho lotes de polvos compósitos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$, con contenidos de cobre entre 17 y 52 %. Para conseguir la relación necesaria de Al_2O_3 y Cu, en el compuesto y lograr la composición estudiada, fue necesario repetir el proceso de metalización en seis ocasiones, para obtener así 48% en peso de Cu.

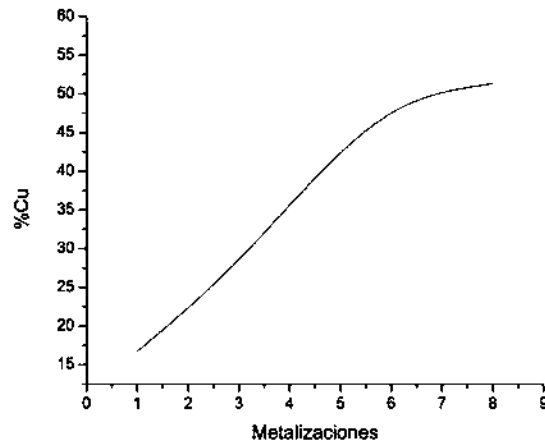


Figura 4.4 Ganancia en peso de Cu contra número de metalizaciones.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS POLVOS PRECURSORES

4.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido

Los materiales precursores de las espumas preparadas son polvos de aluminio, cobre, hidruro de titanio, alúmina y alúmina metalizada. La Figura 4.5 muestra una imagen por microscopía electrónica de barrido de la morfología característica de los polvos metálicos de partida. Los polvos metálicos comerciales de Al y Cu, están clasificados por el proveedor en la categoría de tamaño de malla -325, esto es, aproximadamente $44\mu\text{m}$. Como se aprecia en la imagen, los polvos corresponden bien a dicho rango; su superficie es rugosa y presentan una forma globular sin presencia de vértices o aristas. El grado de aglomeración observado, y la textura misma de la superficie, inducen porosidad en los polvos, lo cual fue confirmado en el microscopio electrónico de barrido por inspección a mayores magnificaciones. Esta característica provee una mayor área superficial expuesta; por su carácter metálico, los agregados seguramente tienen una delgada capa de óxido superficial, que de ser suficientemente gruesa, puede originar problemas de densificación durante la compactación al originar residuos de fractura rígidos en la fase metálica altamente deformable.



La morfología de los polvos de TiH_2 se muestra en la Figura 4.6. A diferencia de los polvos de aluminio y cobre, las partículas de hidruro muestran nula aglomeración; la forma de las partículas es irregular y presenta formas angulares y aristas pronunciadas. Esta morfología es característica de materiales rígidos sometidos a molienda para cumplir una clase de tamaños determinada. De acuerdo a especificaciones del proveedor, los polvos de hidruro tienen un tamaño de malla -325, información que se confirma en la imagen mostrada. Usualmente los polvos de hidruro se obtienen al tamizar el producto de molienda que resulta de la hidrogenación directa de titanio metálico o sales de titanio, razón por la cual se observa esta morfología producto de fractura inducida.

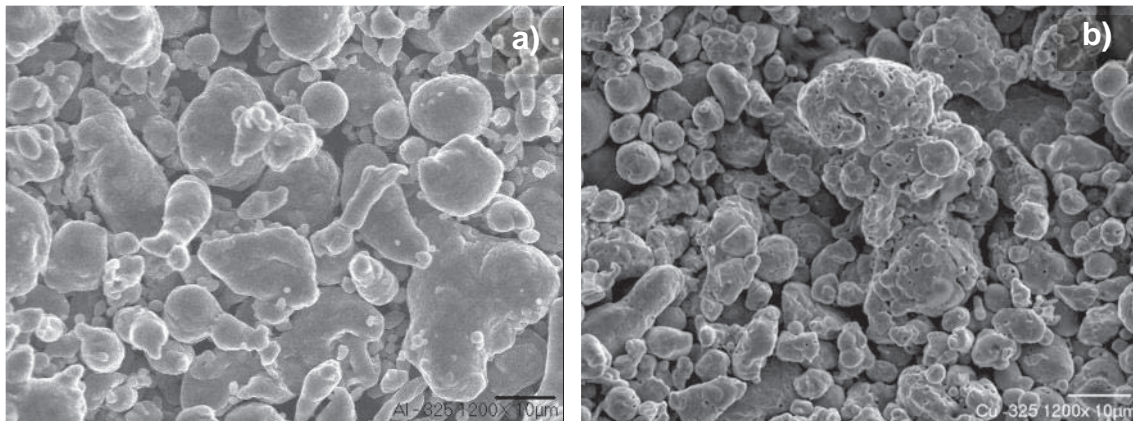


Figura 4.5 Imagen MEB de polvos precursores (malla -325). a) Aluminio; b) Cobre.

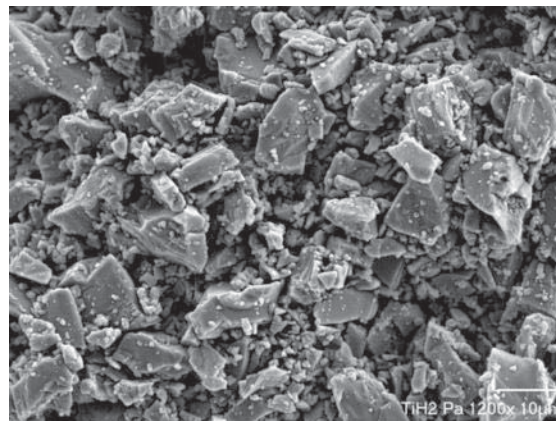


Figura 4.6 Imagen MEB de polvos precursores de TiH_2 .



Como ya ha sido mencionado, la alúmina utilizada en las es pumas metálicas fue agregada en la condición de recibida y metalizada. En la Figura 4.7 es posible observar la alúmina sometida al proceso de metalización. Sobresalen depósitos de cobre nanoesféricos que cubren las partículas cerámicas; conforme incrementa el contenido de cobre en los lotes $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ preparados, el recubrimiento es más continuo en la superficie entera del cerámico. Adicionalmente, se observó que el metalizado de cobre llega a formar aglomerados donde la fase metálica envuelve a pequeñas partículas cerámicas. Con el número de metalizaciones estos aglomerados crecen y se fortalecen. Durante el secado de los polvos metalizados fue necesario mover continuamente la masa de polvos húmedos para reducir la formación de aglomerados. La morfología de la alúmina inicial, con formas facetadas, irregulares, y aristas angulares, es ligeramente alisada por el depósito aplicado.

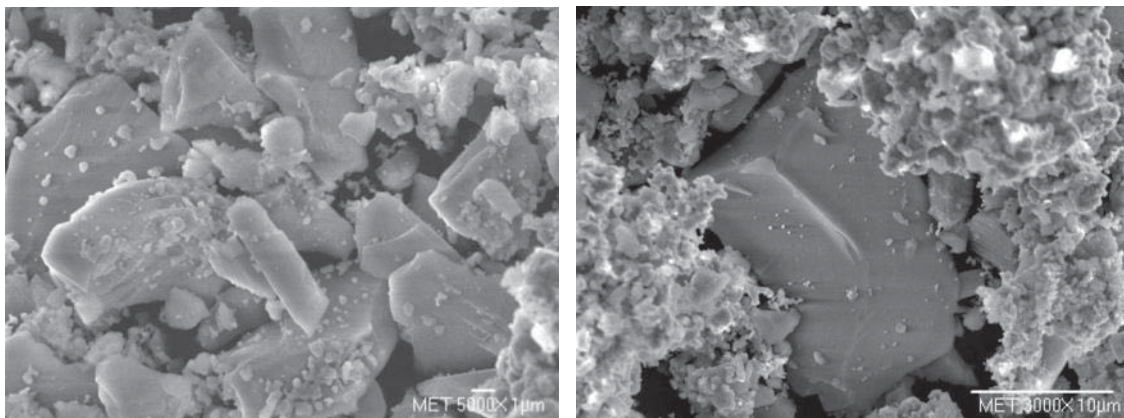


Figura 4.7 Imagen MEB de alúmina metalizada con Cu.



4.2.2 Difracción de Rayos-X

Los polvos precursores fueron analizados por difracción de rayos-X con objeto de identificar la posible presencia de impurezas o segundas fases en los mismos. Los difractogramas resultantes de los polvos de Al, Cu, Al_2O_3 y TiH_2 (sin tratamiento), se muestran en las Figuras 4.8 a 4.11. De manera general, no se observó la presencia de alguna fase distinta al material base; únicamente se observan reflexiones características a los materiales examinados. El posible grado de oxidación de la superficie de los polvos metálicos debe ser a escala nanométrica, puesto que no se aprecian productos de oxidación. En el caso de la alúmina, no hay presencia de fases adicionales; mientras que el hidruro no presenta razas constitutivas diferentes al hidruro mismo.

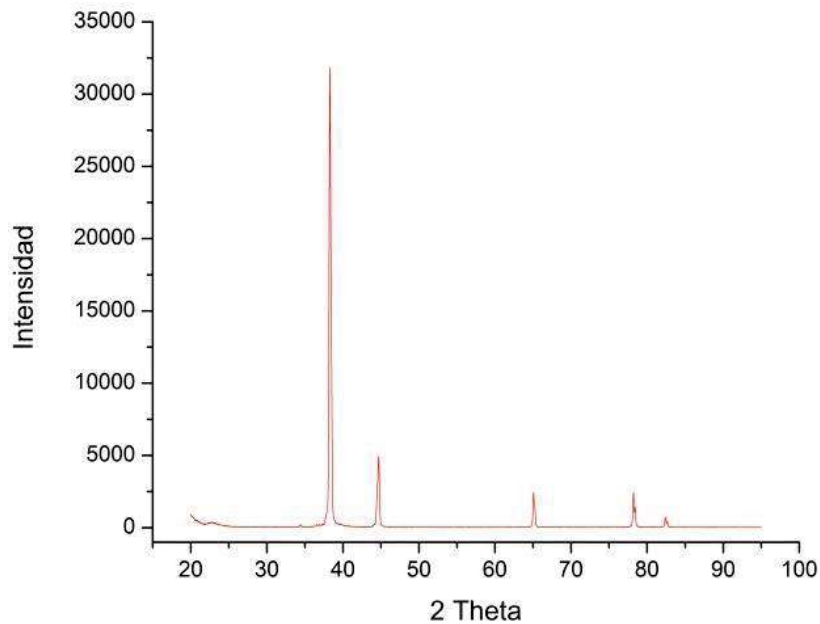


Figura 4.8 Difractograma de polvos de Al.

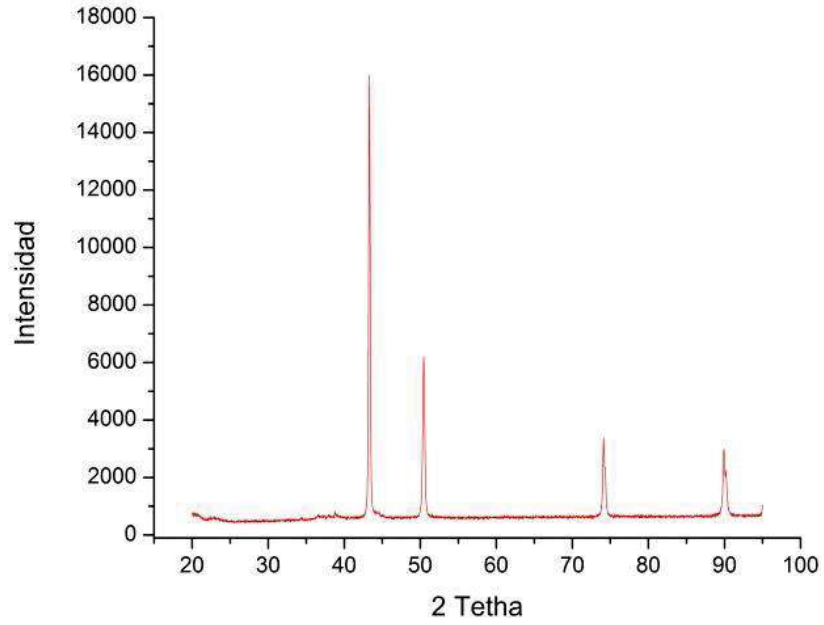


Figura 4.9 Difractograma de los polvos de Cu.

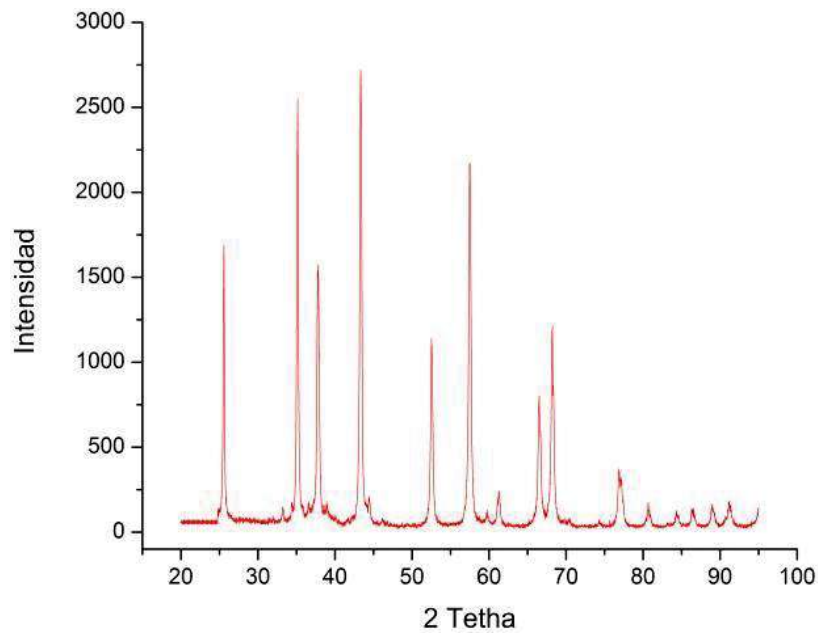


Figura 4.10 Difractograma de los polvos de Al₂O₃.

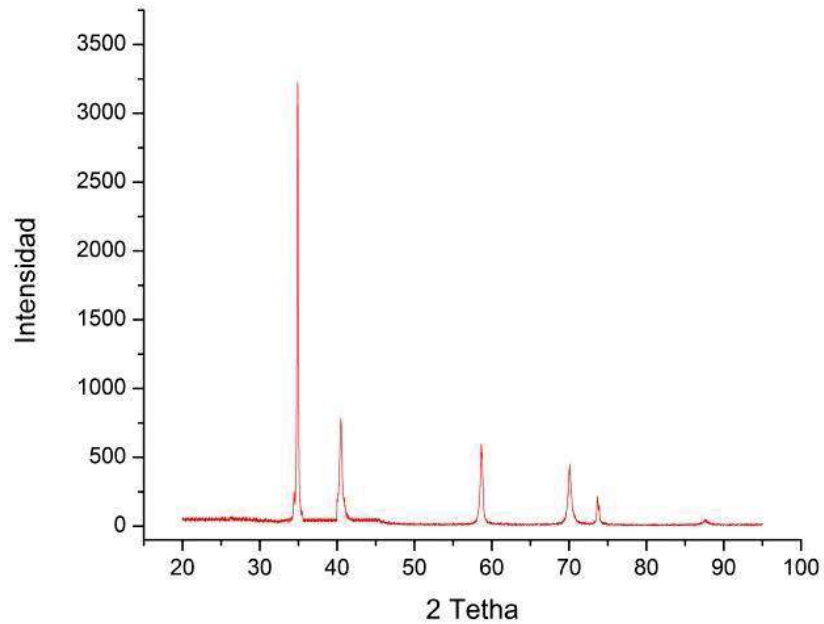


Figura 4.11 Difractograma de los polvos de TiH_2 .

Adicionalmente, los polvos de TiH_2 pasivado y Al_2O_3 metalizada, también fueron analizada por rayos X. En la Figura 4.12, se observa el difractograma obtenido de los polvos de Al_2O_3 metalizada con Cu; la presencia de cobre fue confirmada, y de acuerdo a este estudio, ningún otro elemento fue detectado, corroborando la presencia de cobre puro como recubrimiento del sustrato de los polvos de alúmina.

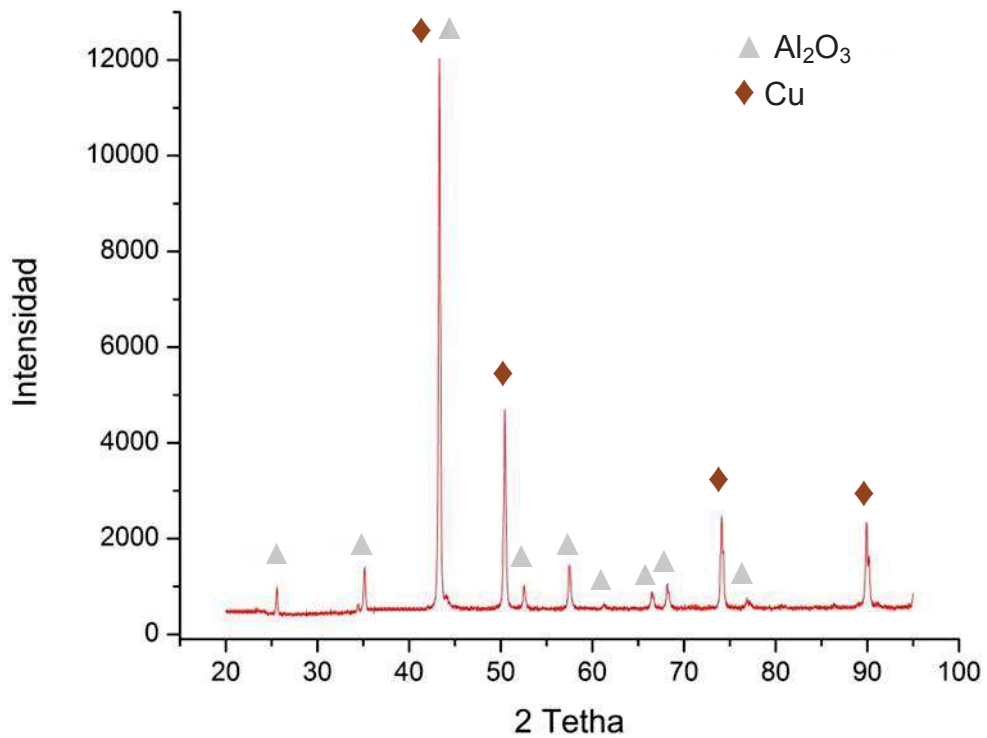
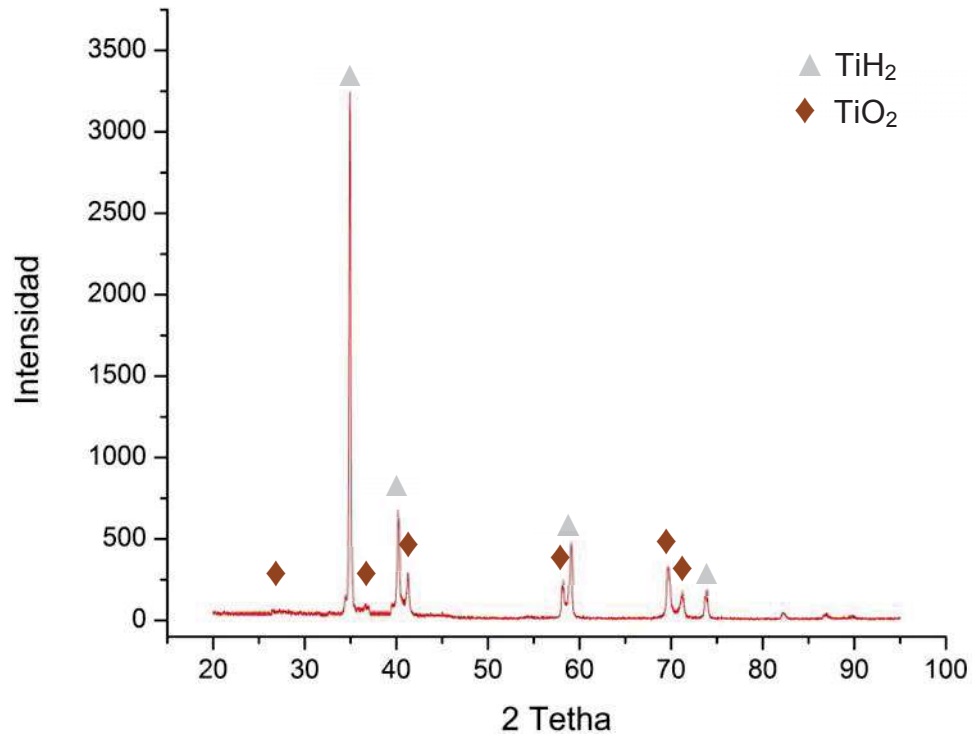


Figura 4.12 Difractograma de polvos metalizados Al₂O₃-Cu.

Después de pasivar los polvos de TiH₂ a 400°C por dos horas en aire, estos fueron analizados por difracción de rayos-X. El difractograma de la Figura 4.13 muestra las reflexiones características de los compuestos TiH₂ y TiO₂. Resultados similares han sido reportados por otros autores [55,57], quienes coinciden en señalar la presencia del óxido de titanio como resultado de la pasivación del hidruro, oxidación que se ve acompañada por el cambio en tonalidad de los polvos anteriormente descrito.

Figura 4.13 Difractograma de TiH_2 pasivado.

De acuerdo a Gromov [56], la dinámica de oxidación térmica del TiH_2 procede de la siguiente manera:



La fase estable de la forma oxidada corresponde a TiO_2 . Del difractograma de la figura 4.13 se concluye que el poco movimiento de los picos hacia ángulos mayores correspondientes al TiH_2 , muestra escasa desorción y pérdida de hidrógeno. Por la coloración de los polvos oxidados, únicamente hay aparición de TiO_2 en el hidruro durante el calentamiento en aire a las temperaturas de pasivación; sin embargo, hubo la aparición momentánea de oxihidruros (color verde grisáceo) de composición TiH_xO_y [55]. Oxihidruros de composición entre $\text{TiH}_{1.99}\text{O}_{0.1}$ y $\text{TiH}_{1.82}\text{O}_{0.3}$, han sido encontrados con parámetros de red y estructura cristalina igual a TiH_2 , lo que explica la incapacidad para encontrar esta fase usando difracción de rayos-X [55].



4.2.3 Mezclado y Compactación Axial en Frío

Las mezclas preparadas para la obtención de los compactos precursores de espumas fueron estudiadas por microscopía electrónica de barrido. Resulta sumamente fácil detectar la ubicación de las partículas de TiH_2 y Al_2O_3-Cu a través de mapas de distribución elemental. No obstante, no se detectó segregación o formación de concentrados de alguno de los elementos agregados, por lo que se considera que el protocolo de mezclado practicado resulta en mezclas de distribución homogénea (Fig. 4.14).

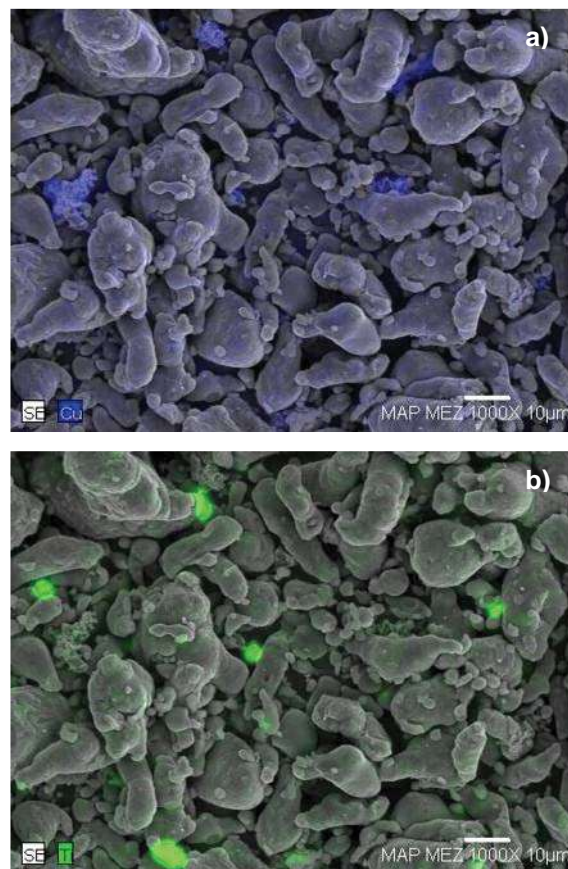


Figura 4.14 Mapeo de distribución de elementos en la mezcla de polvos con composición (98.6%Al-1.4%Cu+1%vol Al_2O_3). a) Cu, en azul; b) Ti, en verde.

En los mapeos se muestra la ubicación de los elementos cobre y titanio. El cobre corresponde a la presencia de alúmina metalizada Al_2O_3-Cu , mientras que la posición del titanio corresponde al TiH_2 en la mezcla. De manera general, se observa buena distribución de las fases; la distribución homogénea de



hidruro garantiza el espumado uniforme del compactado precursor de espumas.

En la compactación de las mezclas, se presentaron dificultades con la carga aplicada para lograr compactados densos sin fractura. Por un lado, los polvos de Al y Cu tienen un carácter maleable bajo carga debido a su capacidad de deformación plástica; mientras que las partículas de TiH_2 y Al_2O_3 son de naturaleza frágil y pueden fragmentar. En base a ensayos de compresibilidad realizados, carga vs. densificación, se encontró que la presión de 387 MPa conduce a la máxima densificación posible, logrando un porcentaje de densificación promedio de 95.2%. Mayor carga aplicada no induce mayor densificación de las muestras, y si fracturas en sus bordes. Fue necesario un tiempo de permanencia de 10 minutos durante la aplicación de carga para reducir el efecto de delaminación del compacto precursor por la presencia de las partículas duras de Al_2O_3 en la matriz suave de aluminio.

Una macrografía de muestras compactadas con defectos y otra a las condiciones óptimas se presenta en la Figura 4.15. Tiempos cortos de aplicación de carga, o cargas aplicadas por debajo o por encima de la presión de 387 MPa, origina defectos de delaminación transversal en el compacto, separándolo en dos partes (Fig. 4.15a).

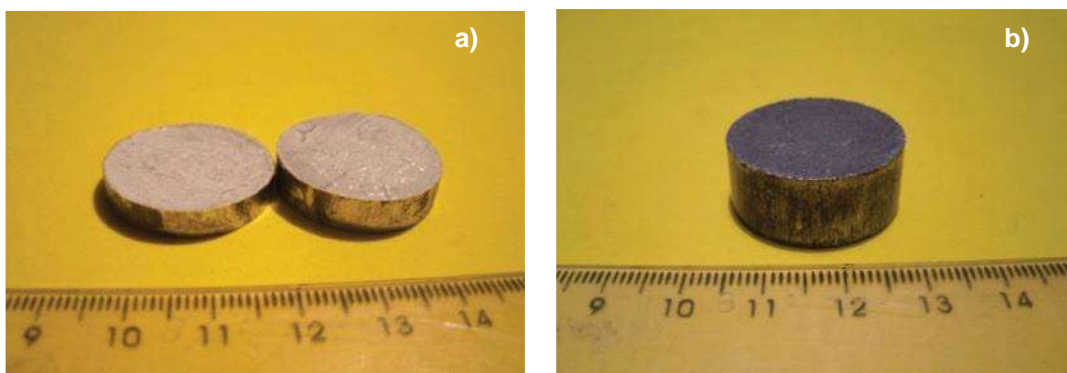


Figura 4.15 Macrografías de muestras compactadas. a) Preforma delaminada transversalmente. b) Preforma compactada en condiciones óptimas.



La Figura 4.16 muestra el mapeo de Cu y Ti en un compacto preparado a la presión de compactación óptima de 387 MPa. La imagen corresponde a una muestra con fractura inducida con el propósito de examinar la ubicación y características de los contactos entre las fases agregadas a la mezcla (98.6%Al-1.4%Cu+1%volAl₂O₃). A diferencia de las partículas sueltas de la Figura 4.14, la Figura 4.16 muestra la deformación de las partículas de aluminio por la carga ejercida y su unión mecánica de entrelazado por flujo plástico. La unión mecánica de los contactos aluminio-aluminio es limpia, libre de residuos; sin embargo no se concibe claramente fenómeno de soldadura en frío debido en parte a la película de óxido superficial. En la imagen se aprecia con detalle donde se da la incrustación de partículas de TiH₂ y Al₂O₃-Cu en la matriz metálica. Aun después de compactar la mezcla de polvos, la distribución homogénea de los componentes es evidente en toda la matriz metálica.

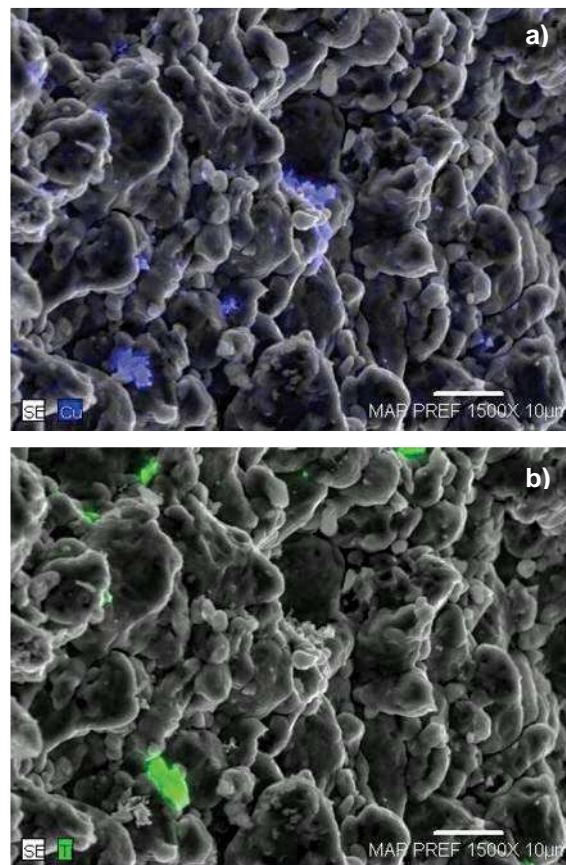


Figura 4.16 Mapeo por elementos en un compactado espumable de composición (98.6%Al-1.4%Cu+1%volAl₂O₃). a) Distribución de Cu; b) Distribución de Ti.



4.3 PROCESO DE ESPUMADO

4.3.1 Expansómetro-Láser

Los experimentos de espumado fueron llevados a cabo en el expansómetro descrito en la sección 3.5.1, y mostrado en la Figura 4.17. Con el diseño mecánico final del arreglo de contrapeso y polea de movimiento, fue posible reducir el peso del émbolo sobre la espuma a solo 2.34 g (1.7% del peso total del contrapeso). Este peso reducido en su superficie, garantiza que el compacto espume libremente, y que la espuma a su vez, efectivamente eleve el émbolo al punto de lectura del sensor de desplazamiento láser.



Figura 4.17 Expansómetro-láser.

Además del arreglo mecánico, se diseñó la interfaz de medición con ayuda del programador gráfico LabVIEW 2009. De esta manera, es posible visualizar gráficamente la evolución del espumado *in-situ*; la interfaz empleada se muestra en la Figura 4.18. También se exhibe el diagrama de bloques utilizado para la adquisición, almacenamiento y presentación de los datos generados por el



dispositivo del láser, que a su vez todo en conjunto, permite medir la expansión de la espuma (Figura 4.19). Finalmente para poder obtener las gráficas de expansión contra tiempo, fue necesario procesar los datos de desplazamiento obtenidos en una hoja de cálculo; una gráfica característica de expansión se muestra en la Figura 4.20.

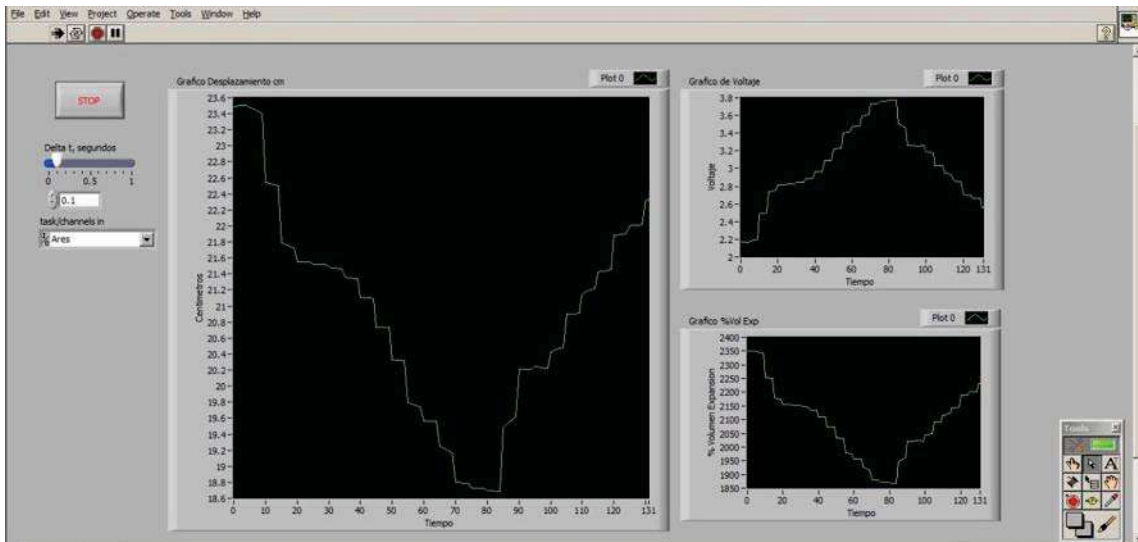


Figura 4.18 Interfaz de experimentación LabVIEW utilizada para observar *in-situ* la evolución de las espumas.

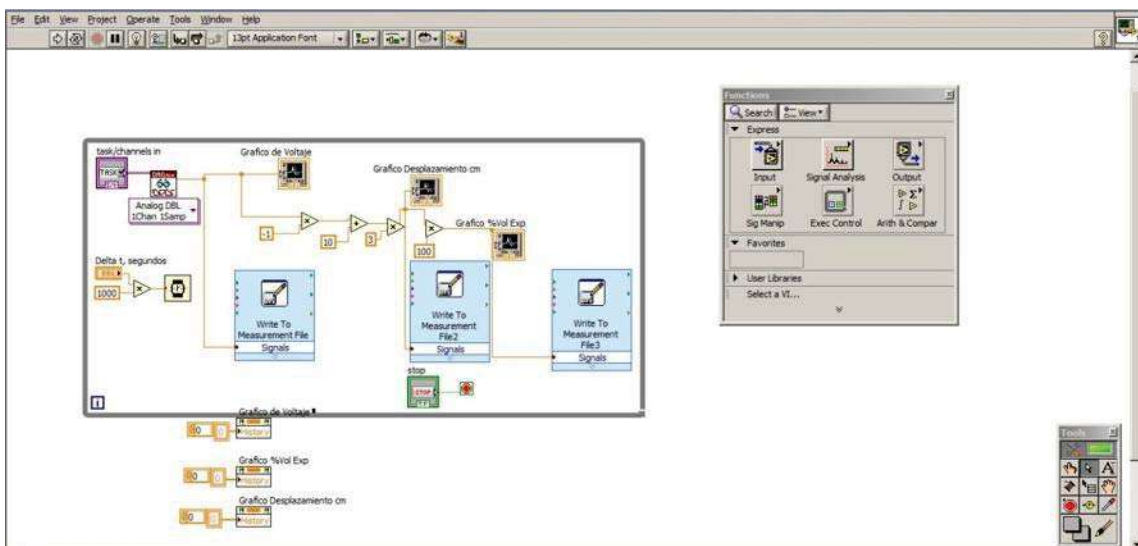


Figura 4.19 Diagrama de bloques para adquirir, procesar y almacenar la información generada por el dispositivo láser.

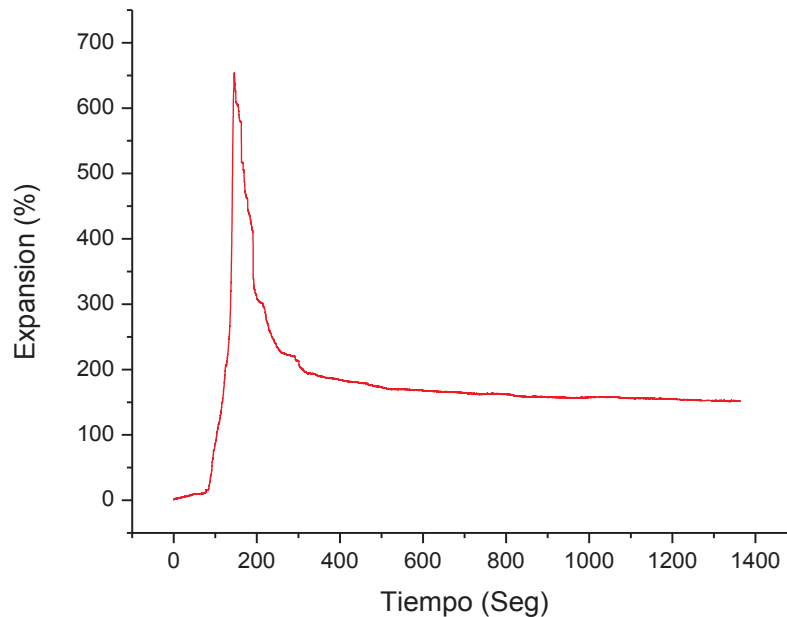


Figura 4.20 Gráfica característica de evolución del espumado en función del tiempo.

4.3.2 Espumado

4.3.2.1 Etapas de Espumado

Aun cuando los compactos precursores de espumas son preparados mediante una misma ruta de procesamiento, las características de espumado en lo individual pueden variar de uno a otro en función de diversos factores, como por ejemplo la distribución espacial del agente espumante. Los resultados reportados de densidad de espuma (g/cm^3), volumen de expansión de espuma (%vol.), distribución de tamaño de poros (%clase de tamaño), factor de forma (grado de esfericidad; 0.0-1.0), y densidad de poros (poros/cm^2), son resultado de un análisis estadístico de la caracterización de espumas en su máxima expansión, obtenidas por ensayos interrumpidos a 775, 800 y 825°C.

Conforme la temperatura es elevada hasta, o por encima de, la temperatura de fusión del aluminio, ocurre crecimiento de poro por evolución de gas hidrógeno. El crecimiento es en parte función de la densidad, viscosidad y tensión



superficial del líquido metálico, parámetros que a su vez dependen de la temperatura. En los estados finales, la espuma colapsa por ensanchamiento de poros y drenado.

El ensanchamiento toma efecto por crecimiento de células porosas a expensas de otras más pequeñas. Esto es posible por diferencias de presión entre dos burbujas adyacentes, o simplemente por la ruptura de la pared celular entre poros contiguos. 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. Como efecto del drenado se forma una capa densa de líquido metálico en el fondo base y celdas de paredes más gruesas en la parte media.

La Figura 4.21 presenta macrográficas de las espumas de aluminio ejemplificando la secuencia general de espumado en función del tiempo.

- i)* Se definió una etapa inicial de espumado a tiempos menores a 100 segundos. En estas condiciones, la morfología de los poros muestra cavidades alargadas en dirección normal a la carga de compactación, prominentemente en el centro de la preforma, con geometría alargada y borde irregular, corroborando que parte del hidrógeno es desaprovechado antes de que el aluminio funda y sea capaz de formar poros esféricos uniformes. Además de esta gran cavidad, es posible observar algunos pequeños núcleos de poro, con las mismas características antes descritas (Fig. 4.21a).
- ii)* Con el transcurso del tiempo y exposición a la temperatura, los poros originalmente alargados tienden a ser esféricos; los poros aumentan de tamaño a la vez que nuevos poros son generados por la descomposición del hidruro restante, lo que provoca que esta etapa se vea acompañada de un aumento de porosidad. Es posible notar que después del enfriamiento, en esta etapa del espumado se



obtienen las mejores características en la muestra, pues es posible observar que las paredes externas son uniformes y continuas, indicando un llenado completo del crisol durante el espumado; también es notable la buena distribución de poros, en términos de tamaño y morfología, siendo este parámetro el que define en este caso la calidad de la espuma formada. (Fig. 4.21b).

- iii)* Después de formados la mayoría de poros, estos comienzan a coalescen, y por consiguiente, a generar porosidades relativamente grandes; aunque la espuma puede seguir aumentando en volumen, la porosidad interna crece en tamaño en relación a las etapas anteriores (Fig. 4.21c).
- iv)* Esta etapa corresponde al espumado máximo, donde se observan los primeros poros colapsados en la parte superior de la muestra. Se aprecia que los poros más grandes, formados por la coalescencia de poros pequeños, generan puntos débiles dentro de la estructura interna de la espuma (Fig. 4.21d).
- v)* Una vez transcurrido el rango estrecho de tiempo en el cual las condiciones de espumado resultan óptimas; esto es, la combinación de una buena densidad de espumas, con tamaño y forma de poros adecuados, y constitución fuerte de pared del poro; la espuma comienza a decaer, formando paredes de poros extensas y geoméricamente irregulares, paredes que ceden ante el peso de la propia estructura. Se aprecia la formación de pliegues en las paredes de la célula porosa, característica de materiales metálicos sometidos a compresión. En esta etapa es significativo el drenado del aluminio hacia la base de la espuma (Fig. 4.21e).



- vi) Finalmente los poros deforman por efectos de drenado y colapsamiento de la estructura celular; incrementa la cantidad de pliegues, originando una espuma de poros grandes, y paredes y fondo metálico gruesos (Fig. 4.21f).

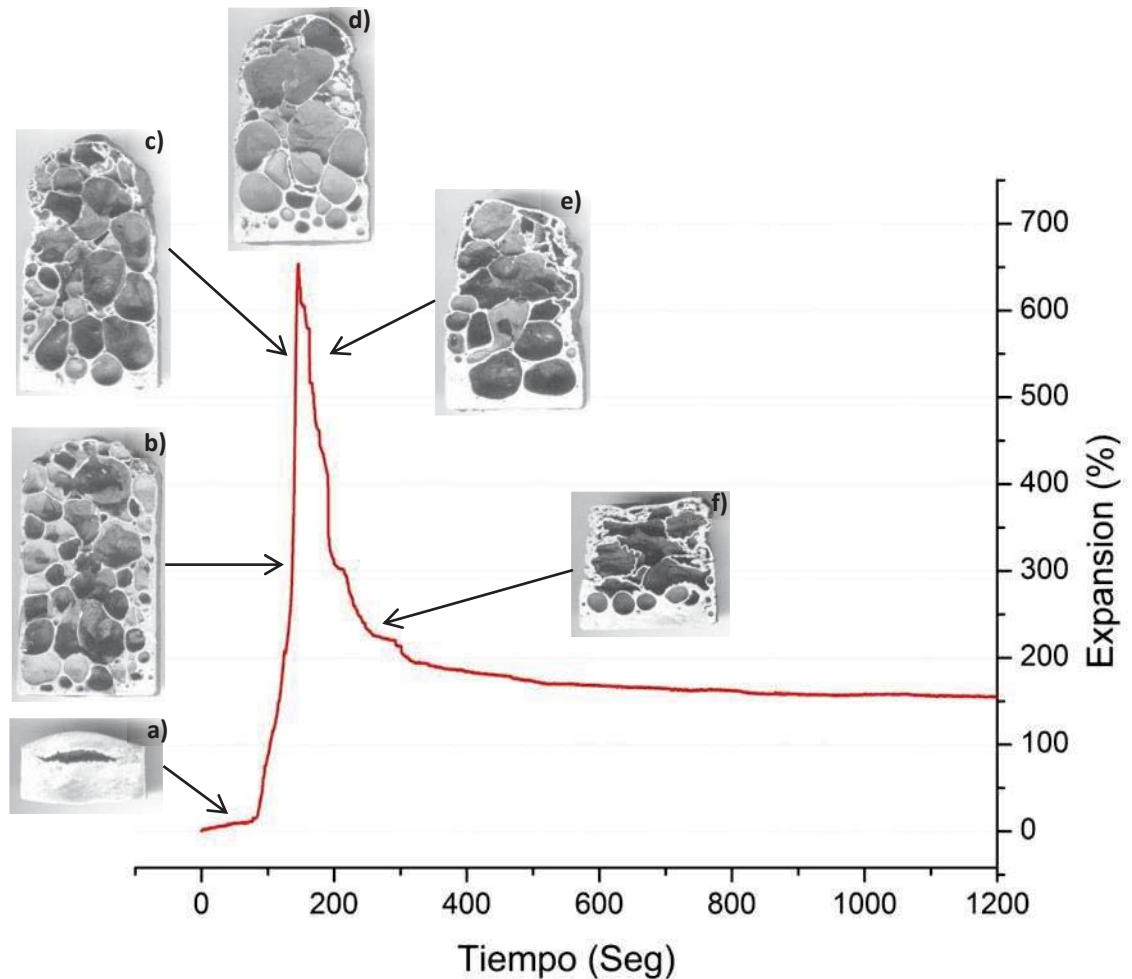


Figura 4.21 Evolución de una estructura porosa de composición (98.6%Al-1.4%Cu+ 1%volAl₂O₃) espumada a 800°C.

4.3.2.2 Expansión

Las Figuras 4.22, 4.23 y 4.24 muestran las curvas de expansión para las cuatro composiciones de espumas, a las tres temperaturas de espumado (775, 800 y 825°C, respectivamente). Cada gráfico presenta tres curvas de expansión para mostrar la reproducibilidad entre experimentos. La reproducibilidad de las



características de espumado es uno de los principales retos en la producción de espumas; las técnicas de tecnología de polvos han demostrado buena reproducibilidad de estructuras, como lo muestran los diferentes experimentos realizados en este trabajo. De manera general, se observa una ligera diferencia de segundos en el inicio de espumado entre muestras de una misma composición; esto puede deberse a dos factores. Por un lado, a pesar de provenir de las mismas mezclas y haber sido igualmente procesado, ningún compactado precursor de espuma es idéntico; pequeños cambios pueden inducir variaciones en el espumado. Por otro lado, durante la preparación del experimento de espumado, aunque mínimas, puede haber diferencias en el posicionamiento de la preforma dentro del crisol, debido a la pequeña diferencia entre el diámetro de la preforma y el diámetro interno del crisol; 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.

El espumado de todas las composiciones a 775°C muestra cuatro etapas, mismas que son observables a 800°C , pero una de ellas menos perceptible a la temperatura máxima de 825°C . Una vez que el compactado comienza a espumar, aproximadamente a los 100 segundos, se define una primera etapa de pendiente creciente donde el metal se dilata térmicamente hasta fundir y comienzan a formar las primeras burbujas; en esta etapa también se pierde una pequeña cantidad de hidrógeno a la atmósfera debido a que la descomposición del hidruro comienza a una temperatura menor a la temperatura de fusión de los metales presentes. La pendiente de ésta, y todas las etapas de espumado creciente, es mayor con la temperatura; esto es, la cinética de expansión es térmicamente acelerada, sin que esto signifique necesariamente el obtener estructuras porosas de buenas características.

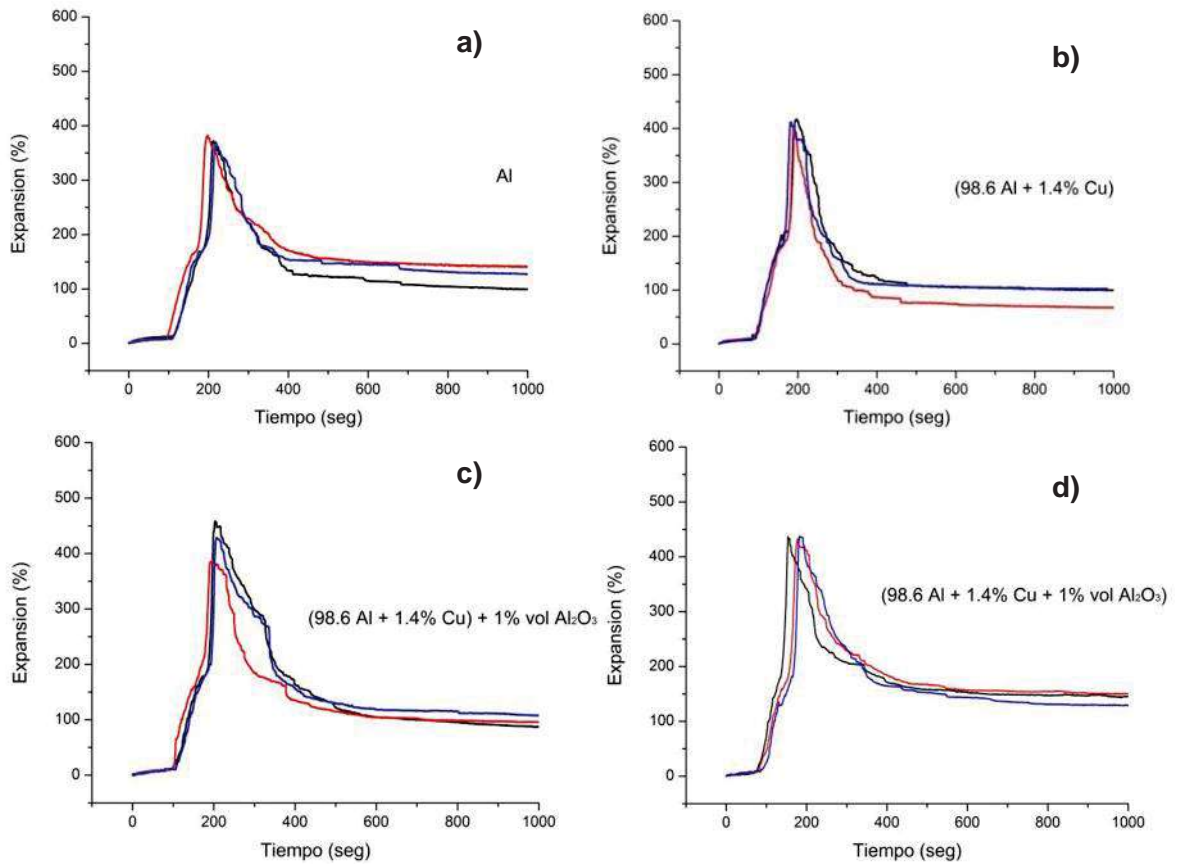


Figura 4.22 Graficas de expansión contra tiempo de espumado a 775°C.

De manera general también se aprecia que, conforme incrementa la temperatura, más rápido es el inicio de espumado del compactado. La dilatación y fusión del aluminio es acelerada, así como lo es la descomposición del agente TiH₂.

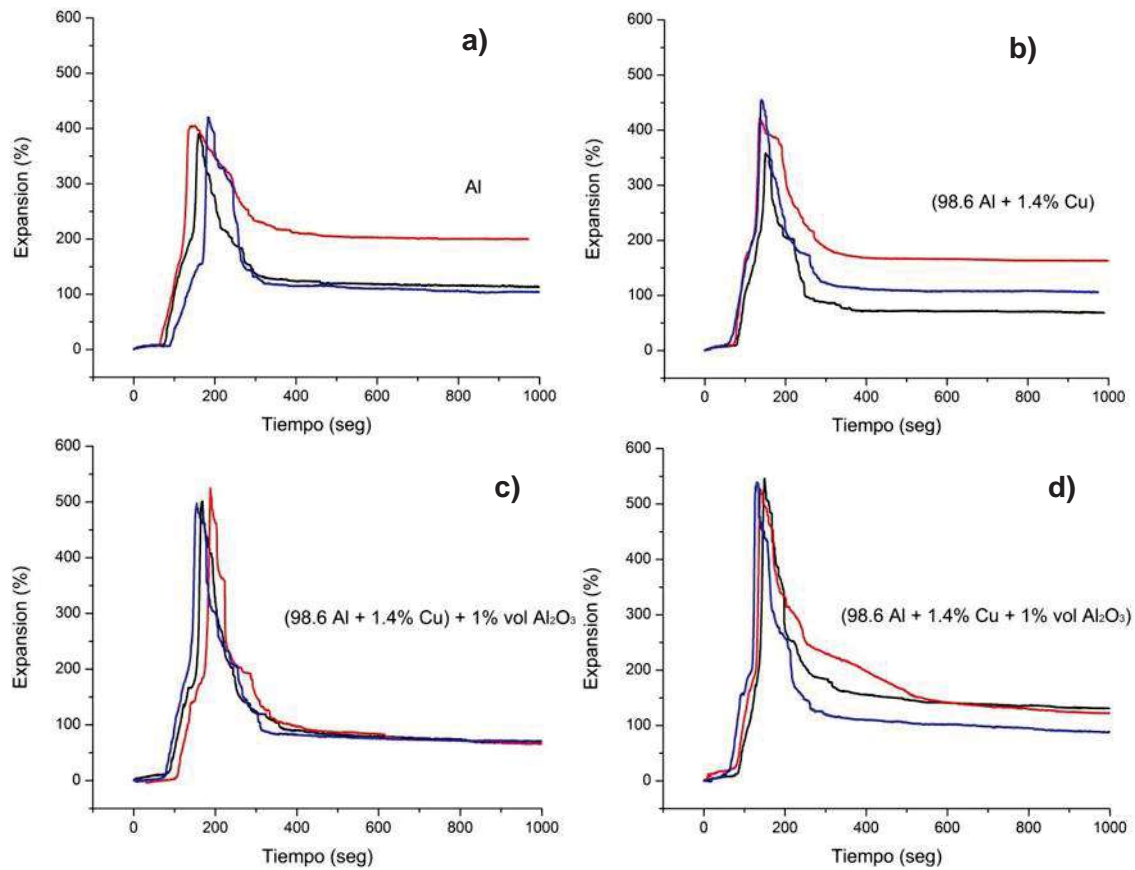


Figura 4.23 Graficas de expansión contra tiempo de espumado a 800°C.

La segunda etapa en las curvas puede identificarse como una pequeña meseta entre los 100-200 segundos. Se considera que en tal punto la espuma llena completamente el diámetro del crisol. Es esta razón por la cual aparentemente el espumado se detiene; realmente la espuma, inicialmente acelerada en su expansión, llena ahora completamente el diámetro del cilindro en que crece constreñida.

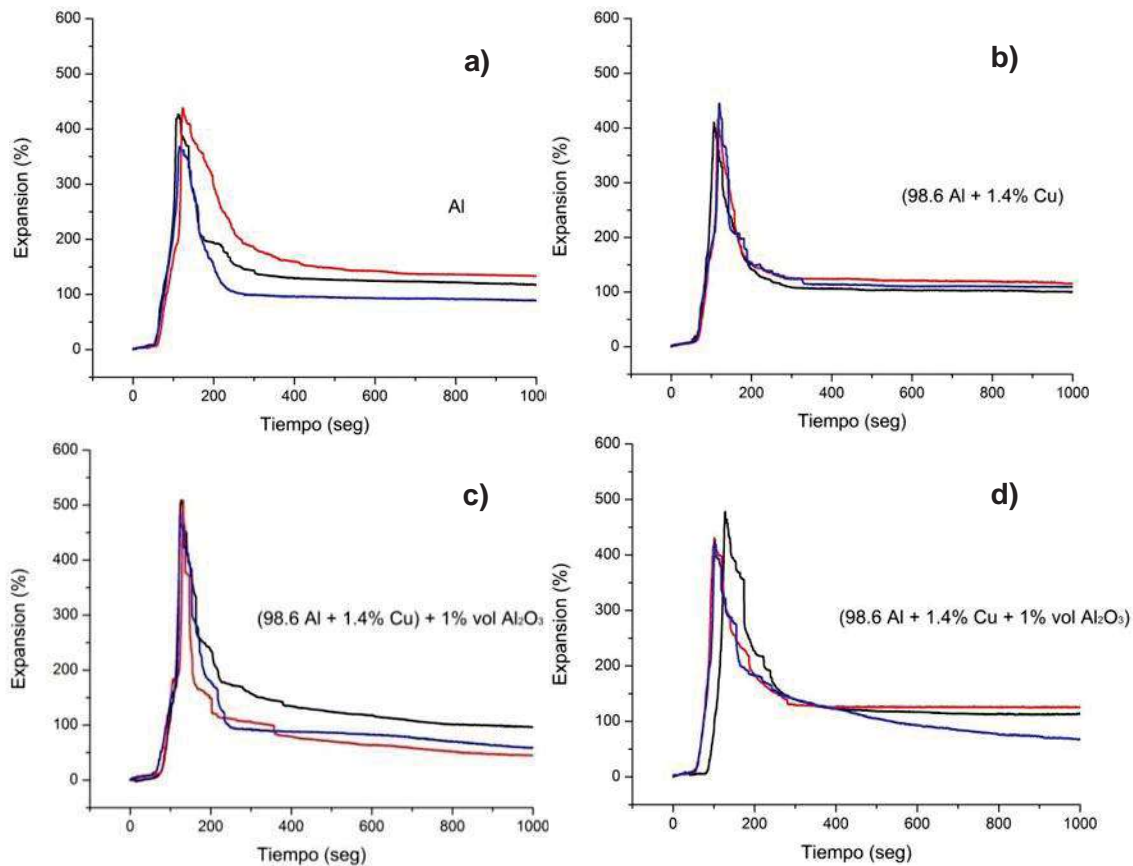


Figura 4.24 Graficas de Expansión contra Tiempo de espumado a 825°C.

Al comparar este segmento de las curvas a las diferentes temperaturas, se aprecia que es esta etapa la que se vuelve imperceptible a 825°C; el incremento de la temperatura acelera el proceso expansivo de la espuma que elimina casi por completo esta meseta por llenado del diámetro del crisol, seguramente llenado con el efecto de la mayor temperatura. Adicionalmente, la adición de partículas cerámicas, particularmente en forma de alúmina metalizada Al₂O₃-Cu (4.22d, 4.23d, 4.24d), reduce ligeramente la viscosidad del líquido; las partículas deben ser mojadas en su superficie, merced al metalizado presente, aumentando la viscosidad de la matriz, lo cual aparentemente disminuye la duración de la meseta al haber sido, en principio, expandida de forma más uniforme la espuma.



Después de la meseta se identifica una tercera etapa, donde la espuma ya sólo expande unidireccionalmente y muestra sección transversal equivalente al diámetro del crisol. Cuando alcanza la expansión máxima, en la última etapa la espuma colapsa y lentamente pierde la mayor parte del gas hidrógeno que contiene. Es posible observar que a 825°C la expansión alcanzada es mayor, pero también el colapso acontece rápidamente; a esta temperatura la viscosidad de la matriz es menor, por lo que la espuma es más inestable y colapsa más prontamente por su propio peso y la acción de la gravedad. El colapso es súbito, como se observa en las muestras de la Figura 4.24 que presentan una cresta aguda en la gráfica de expansión.

Es claro que la adición de partículas de alúmina incrementa el grado de expansión a todas las temperaturas, fenómeno asociado a un incremento en la viscosidad de la matriz de aluminio. Sin embargo, tampoco se logra mantener por mayor tiempo la espuma en su estructura de máxima expansión. Si bien la adición de partículas retrasa ligeramente el colapso súbito de las espumas, no estabiliza en mayor proporción la estructura porosa cuando continúa expuesta a la temperatura una vez lograda la máxima expansión.

4.3.2.3 Densidad de Espumas

En los gráficos de la Figura 4.25 se presenta la densidad de las espumas, para las diferentes composiciones, calculada a partir de las curvas de evolución del espumado a 775, 800 y 825°C. Una de las grandes ventajas que ofrece el equipo expandómetro es la capacidad de obtener curvas precisas y continuas de espumado y densidad; mientras que un solo experimento bien ejecutado proporciona *in-situ* la información de una espuma en función del tiempo, para construir una curva semejante de evolución estructural por experimentos interrumpidos, es necesario realizar un mínimo de doce a quince experimentos por curva, con sus debidas repeticiones, además que la densidad de la espuma interrumpida debe medirse experimentalmente una a una.

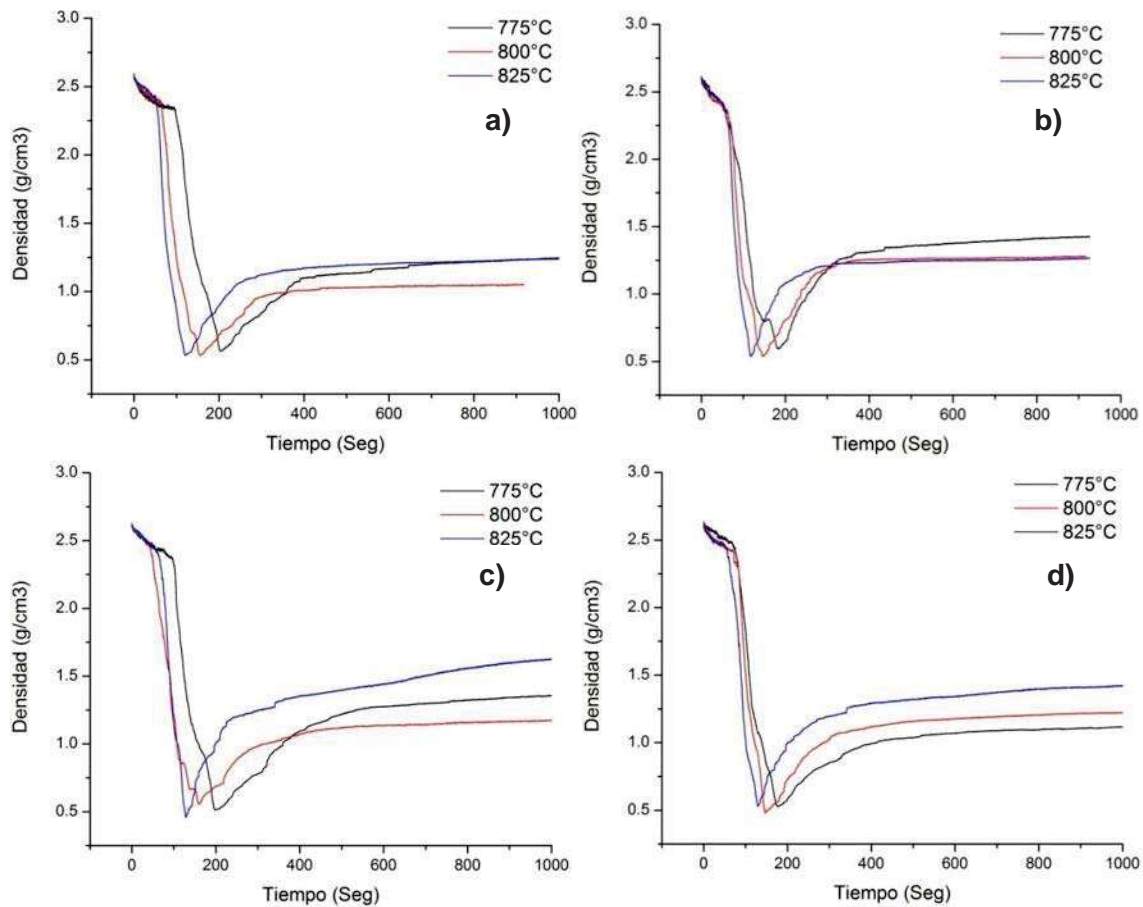


Figura 4.25 Densidad de espumas medida directamente de los datos de volumen de espumado. a) Al; b) 98.6Al-1.4Cu; c) [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3]; d) (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3).

La primera observación de la Figura 4.25, es la claridad que muestra en la conducta del tiempo requerido para máxima expansión como función de la temperatura; para todas las composiciones, la máxima expansión se logra más prontamente con el incremento de la temperatura. La densidad a la máxima expansión depende directamente del volumen máximo, observándose que la densidad disminuye ligeramente con el incremento de la temperatura como consecuencia de la mayor expansión observada; esta conducta es más clara en las espumas de Al puro y mezcla de polvos 98.6Al-1.4Cu. La información numérica de la densidad calculada se presenta complementariamente en la Tabla 4.1.



Los datos de la Tabla 4.1 muestran la densidad en el punto de máxima expansión, así como la densidad de la espuma colapsada después de 600 segundos de permanencia a la temperatura de trabajo, una vez que los poros han colapsado y coalescido en su mayoría, y el metal ha drenado al fondo de la muestra. Ambas mediciones representan los estados más importantes de la espuma, determinantes al momento de hacer cálculos de diseño.

Tabla 4.1 Densidad (g/cm^3) máxima y a 600 segundos de permanencia de espumas.

Composición	Densidad a máxima expansión			Densidad a 600s de espumado		
	775°C	800°C	825°C	775°C	800°C	825°C
Al	0.56	0.53	0.53	1.17	1.03	1.21
98.6Al-1.4Cu	0.59	0.54	0.54	1.38	1.26	1.25
[(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3]	0.51	0.56	0.46	1.27	1.13	1.44
(98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3)	0.53	0.48	0.53	1.07	1.18	1.34

Aun cuando la expansión de las espumas de Al y (98.6Al-1.4Cu), sin partículas, fue prácticamente la misma, la densidad de las espumas con 1.4Cu es ligeramente mayor debido al aporte en peso del cobre presente (Tabla 4.1). Comparando la densidad de estas últimas espumas, con aquellas de composición de matriz Al-Cu equivalente, pero con adición de partículas de alúmina, se encontró que estas últimas tienen menor densidad a pesar de contribuir con mayor peso al bulto las partículas cerámicas; sin embargo, puesto que las espumas con 1% vol. de alúmina mostraron mayor expansión, finalmente su densidad es menor que las espumas (98.6Al-1.4Cu).

Comparando las Figuras 4.24c y 4.24d, se observan menores fluctuaciones en la curva de densidad de las espumas estabilizadas con la alúmina metalizada. La densidad mínima de estas espumas está en el rango de 0.48 a 0.53 g/cm^3 , valor 40% menor que la densidad de espumas de aluminio obtenidas de manera previa (0.77 g/cm^3) en investigaciones del grupo de trabajo [3]. Un detalle importante a resaltar en las espumas (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3) a



partir de alúmina metalizada, es un comportamiento más estable de las curvas con la temperatura de espumado, ya que no presentan traslape a lo largo de la curva, por lo cual se deriva que la adición de partículas metalizadas mejora la reproducibilidad de las espumas notablemente.

4.3.3 Caracterización Microestructural de Espumas por Análisis de Imágenes

4.3.3.1 Densidad de Poros (poros/cm²)

Los valores de densidad y porcentaje de expansión de las espumas de aluminio no son parámetros suficientes para determinar la calidad de las espumas; es importante considerar parámetros estructurales tales como densidad de poros, tamaño y forma de poros, y estructura de paredes celulares, para establecer los parámetros necesarios que originen la mejor combinación de características en los materiales celulares.

La Figura 4.26 presenta el parámetro densidad de poros (poros/cm²) en las espumas resultantes. Este parámetro indica el número de poros presentes por unidad de área en secciones de espumas cortadas en dirección normal a la carga de compactación; todas las muestras fueron obtenidas interrumpiendo el proceso de espumado a la máxima expansión.

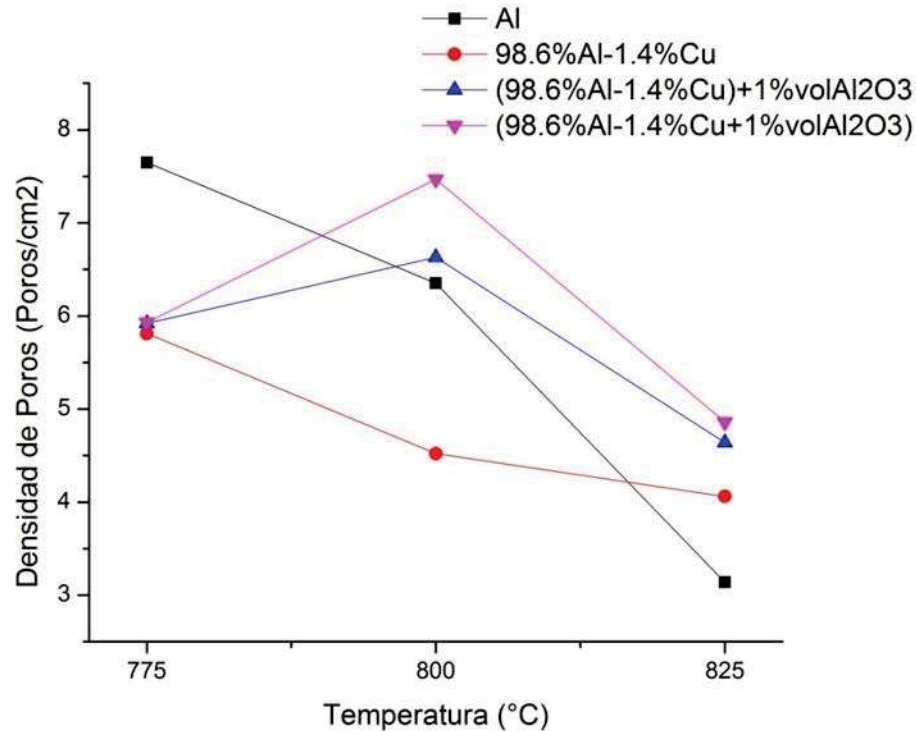


Figura 4.26 Densidad de poros (Poros/cm²) contra temperatura de espumado.

De manera general, se observan dos comportamientos; uno para las espumas sin agregados de alumina, y otro para las espumas con adición de las partículas cerámicas. Las espumas sin alumina adicionada, Al puro y (98.6Al-1.4Cu), muestran una tendencia a disminuir la densidad de poros con el incremento de la temperatura de espumado; mientras que aquellas con adición de 1% vol. de alumina, [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al₂O₃] y (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al₂O₃), tienen un máximo de poros/cm² a la temperatura de espumado de 800°C.

A la máxima temperatura de 825°C, la densidad de poros es siempre la mínima para todas las composiciones de espumas, lo que se relaciona con una menor viscosidad de la matriz líquida que induce la coalescencia de poros por ruptura de la pared metálica. Con excepción de la temperatura de espumado de 775°C para las espumas de Al puro, en todas las demás combinaciones de temperatura y composición de espumas, la adición de partículas cerámicas, con



o sin metalizado de cobre, incrementa siempre la densidad de poros; esto es, las partículas evitan que las paredes de las células porosas se rompan, evitando la coalescencia de los poros pequeños y manteniendo al máximo el número de poros por unidad de área.

Al comparar la densidad de poros entre las espumas con 1% vol. de adición de alúmina, se observa que hay siempre mayor número de poros/cm² en las espumas con alúmina metalizada, (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al₂O₃), respecto de aquellas donde las partículas se agregan sin metalizado [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al₂O₃]. Aun cuando el cobre depositado sobre la superficie de las partículas metalizadas debe disolverse en la matriz de aluminio líquido durante el proceso de espumado, dando paso a una matriz de igual composición en ambas espumas (98.6Al-1.4Cu), se asume que el metalizado ayuda a mejorar las condiciones de mojado entre las partículas y la matriz metálica, razón por la cual deben permanecer más fuertemente incrustadas en las paredes y cuellos de la célula porosa, reduciendo la posibilidad de coalescencia entre poros.

La conducta observada de mayor densidad de poros con la adición de partículas de alúmina, coincide con la teoría propuesta por Banhart [15], quien atribuye un efecto favorable de adicionar partículas cerámicas en la estabilización de la espuma al aumentar la viscosidad del metal líquido durante el espumado. Se hace énfasis en el efecto del metalizado con cobre y la temperatura de espumado de 825°C, temperatura a la cual el metal es más fluido, por lo que es crucial de las partículas para la estabilizar los poros, disminuyendo primero la coalescencia de cavidades, y consecuentemente reduciendo el drenado de aluminio. La coalescencia genera poros grandes que son perjudiciales para las propiedades de las espumas, mientras que el drenado de aluminio disminuye el volumen de expansión de la espuma provocando también su colapso. Un mayor número de poros representa mejor distribución de poros en la muestra, y en este caso en particular, representa



también la función de las partículas durante el espumado, aumentando la viscosidad y evitando la coalescencia de poros.

4.3.3.2 *Tamaño y Forma de Poros*

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.

Las Figuras 4.27 a 4.30 presentan histogramas de frecuencia para la distribución de tamaño de poro en las cuatro composiciones de espumas estudiadas a 800°C. Las gráficas de frecuencia resumen el porcentaje de poros de cada categoría en rangos crecientes de dos milímetros. Las muestras examinadas corresponden a ensayos interrumpidos a su máxima expansión; las espumas fueron seccionadas transversalmente y digitalizadas para procesamiento por análisis de imágenes. Cada gráfico incluye además, en el eje secundario de las ordenadas, la variación de la forma del poro por categoría de tamaños expresada en función del Factor de Forma.

De las Figuras 4.27 y 4.28, se observa que las espumas sin alúmina, muestran clases de poros predominantemente debajo de 3 mm. En tales espumas, los poros menores a 1 mm ocupan del 30 a 40% del total de porosidad.

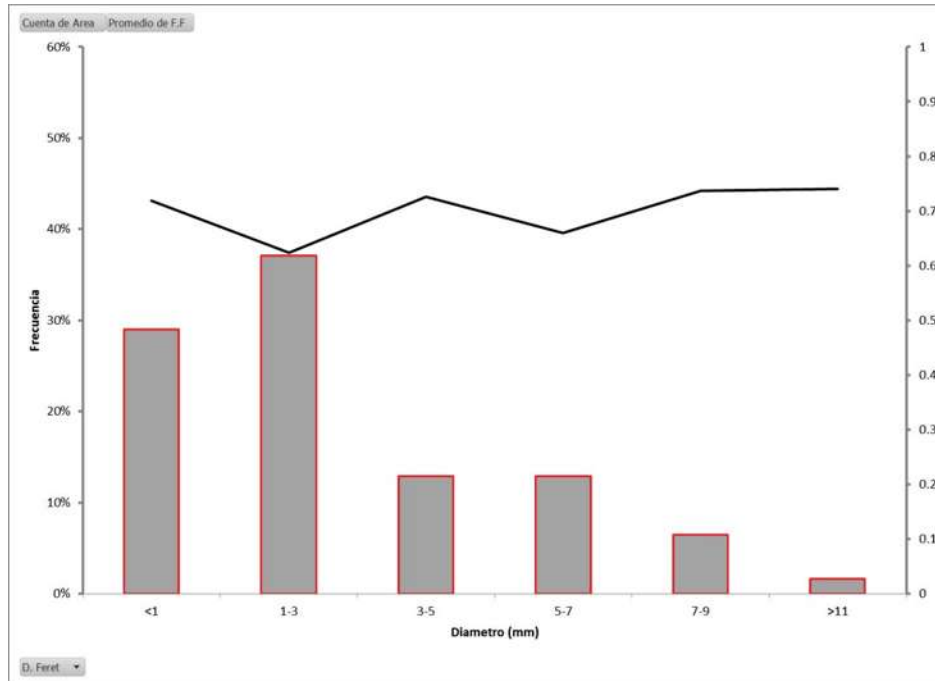


Figura 4.27 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas de Al puro procesadas a 800°C.

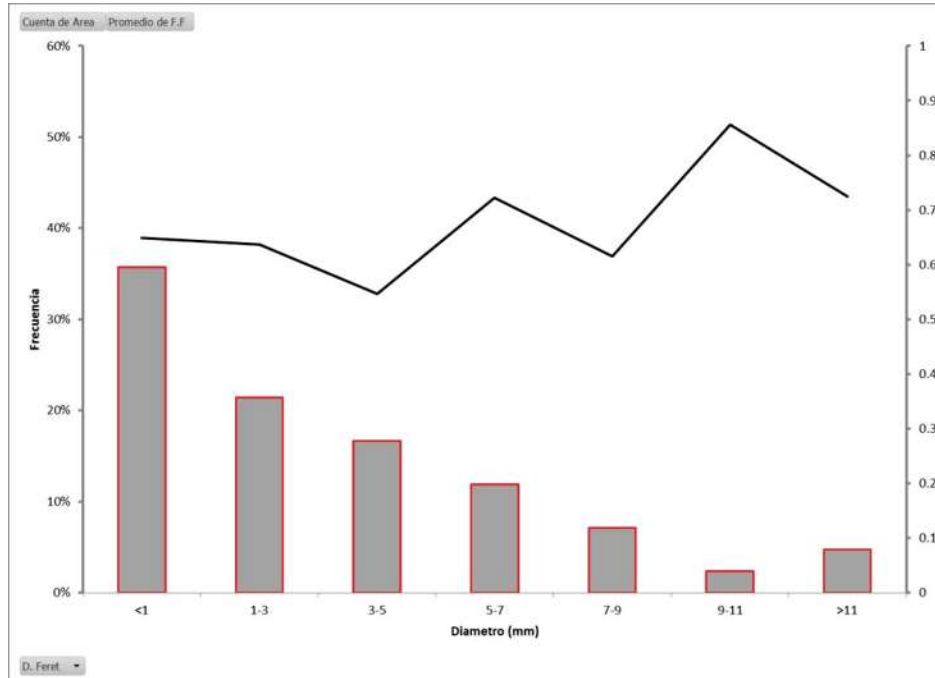


Figura 4.28 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas metálicas (98.6Al-1.4Cu) procesadas a 800°C.



Como se mostró en las curvas de expansión de la Figura 4.23, al agregar las partículas cerámicas, la expansión incrementa; adicionalmente, la Figura 4.26 muestra que también se mantiene mayor densidad de poros (poros/cm²) en las espumas con alúmina como estabilizador. Los histogramas de las Figuras 4.29 y 4.30 revelan que los poros de las espumas reforzadas fluctúan principalmente en el rango de 1 a 7 mm ; los poros muestran una distribución de tamaño más homogénea, de manera tal que más del 70% de poros se encuentra en esta clase de tamaños. A este respecto, se señala que poros menores de 0.7 mm y mayores a 11 mm, tienen poca funcionalidad estructural; los primeros ayudan poco a la absorción de impactos, pues poros pequeños se relacionan a paredes de espesor grueso. Por el contrario, espumas con diámetro de poro mayor a 11 mm significan, por un lado, coalescencia de poros durante el espumado, y por otro, puntos de falla al momento de absorber impacto o compresión [65,66].

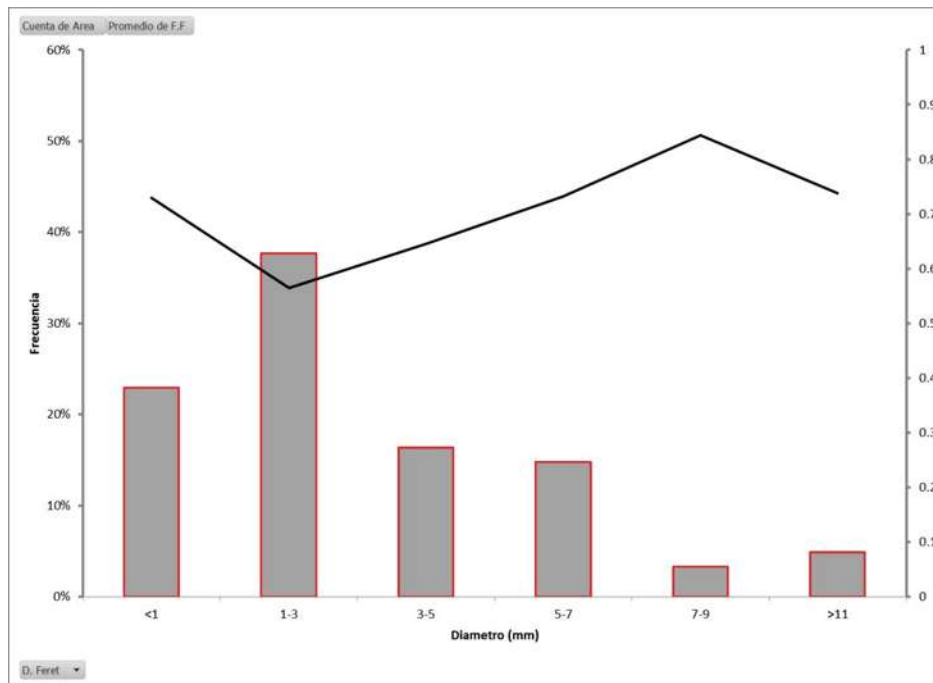


Figura 4.29 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al₂O₃] procesadas a 800°C.

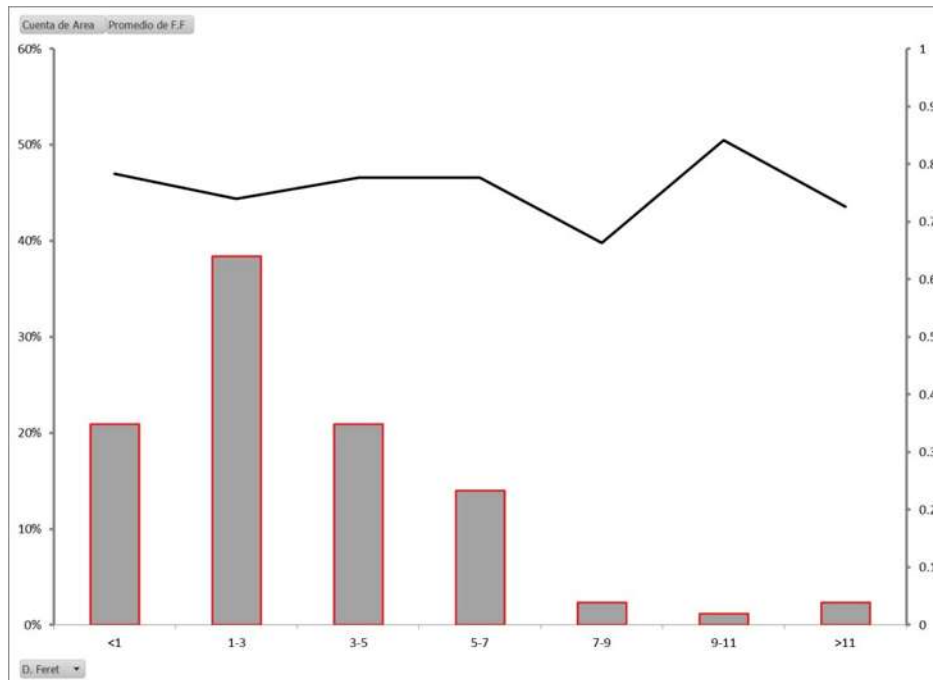


Figura 4.30 Histograma de frecuencia de la distribución por clases de tamaño de poro, y cálculo del Factor de Forma para espumas (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3) procesadas a 800°C con alúmina metalizada.

La geometría de los poros fue caracterizada de manera cuantitativa a través del descriptor *Factor de Forma*. Los gráficos de las Figuras 4.27 a 4.30 incluyen el patrón de conducta que sigue la forma del poro de acuerdo a su tamaño. Las espumas de Al puro (Fig. 4.27), a pesar de la variación del tamaño de poro que presentan, no muestran gran cambio en su forma, manteniéndose en el rango de 0.6 a 0.75, esto es, próximos a geometría esférica. En el caso de la aleación (98.6Al-1.4Cu), coincide la disminución del volumen de poros con su clase de tamaño, con el ligero incremento del factor de forma con el tamaño de poro; sin embargo, el máximo Factor de Forma de los poros es aproximadamente el mismo que para el aluminio puro. 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; sin embargo, los poros aquí cuantificados corresponden a las espumas en su máximo punto de expansión, por tanto los poros que se mencionan tienen la tendencia altamente esférica desde su formación, independientemente de su tamaño fino o grueso.



En el caso de las espumas con adición de alúmina, aquellas con partículas sin recubrimiento [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3] (Fig. 4.25), muestran los poros menos esféricos en la categoría de tamaños de 1-3 mm, que es la clase de tamaño en mayor proporción en la espuma. De acuerdo a lo observado, los poros grandes, en el rango de 5-11 mm, muestran mayor redondez; estas espumas se caracterizan por tener una mayor expansión y mayor volumen de poros grandes que la aleación sin reforzar, lo que indica el efecto positivo de las partículas en lograr poros esféricos a mayor grado de expansión sin alcanzar colapso.

Cuando se adicionan partículas metalizadas con cobre, la forma de los poros es casi constante a todos los tamaños de poros, mostrando un Factor de Forma de 0.8, aproximadamente. Las espumas con adición de partículas metalizadas (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3) (Fig. 4.30). A diferencia de las espumas con partículas sin metalizar, estas espumas presentan una alta redondez de poros en la clase de tamaño 1-3 mm, que es la que contribuye en mayor proporción a la porosidad total. Estas espumas reforzadas con Al_2O_3 -Cu, coinciden en mostrar características tales como: mayor grado de expansión; mayor número de poros; mayor proporción de poros de funcionalidad estructural en el rango 1-7 mm; y constante redondez en todas las clases de tamaño.

4.3.4 Caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido

Para el análisis por Microscopia Electrónica de Barrido, se prepararon cortes longitudinales en la dirección de espumado. Las Figuras 4.31 y 4.32 corresponden a espumas con adición de 1% vol. Al_2O_3 en el punto de máxima expansión, sin recubrimiento de cobre [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3] y con recubrimiento de cobre (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3), respectivamente.

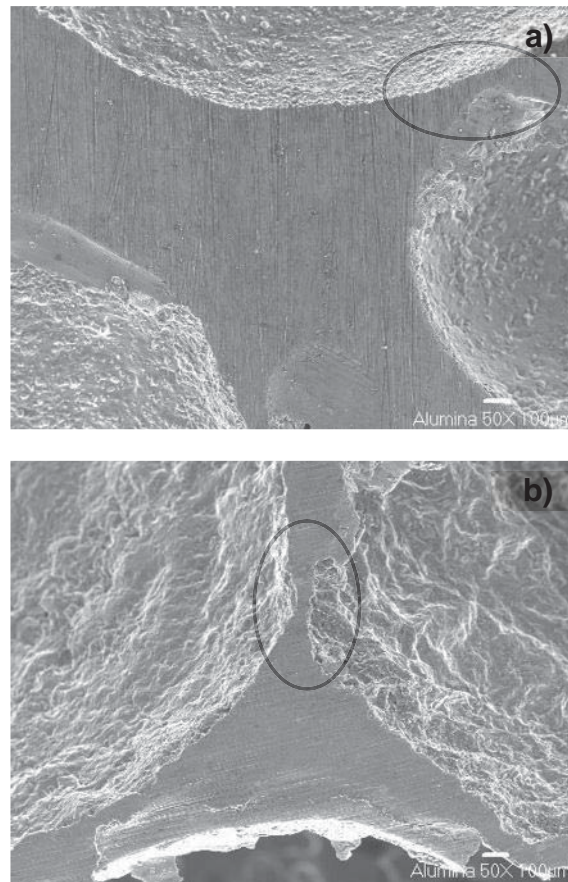


Figura 4.31 Detalle de la estructura celular de espumas con 1% vol. de alúmina sin metalizar [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3].

En la Figura 4.31 se aprecia un material celular de paredes firmes, pero con defectos de continuidad; las paredes metálicas muestran adelgazamiento tipo muesca, característico de la segregación de partículas cerámicas mal distribuidas en la pared del poro. El defecto se asocia a que las partículas de alúmina no se mueven libremente en el líquido por su baja mojabilidad con la matriz metálica. El defecto se asocia a que durante el proceso de espumado, las partículas no se redistribuyen de forma homogénea en el espesor de la pared, dejando adelgazadas regiones con menor cantidad de partículas cerámicas [65,66].

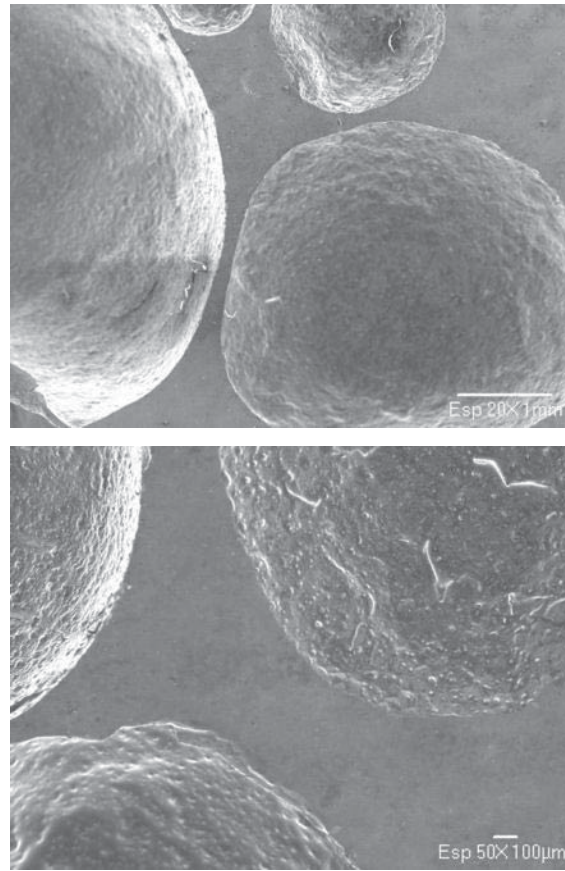


Figura 4.32 Detalle de la estructura celular de espumas con 1% vol. de alúmina metalizada con cobre (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3) a diferentes magnificaciones.

La Fig. 4.32 corresponde a una espuma con agregados de alúmina metalizada Al_2O_3 -Cu. Se aprecian paredes y cuellos firmes y continuos formando las células porosas. El espesor de pared es variable; aproximadamente, son de 120 a 200 μm en espesor de pared. Los cuellos o nodos donde convergen las paredes metálicas lucen libres de poros; son completamente densos. Esta conducta, contraria a la mostrada en la Figura 4.31 para espumas con alúmina sin metalizar, sugiere que el metalizado de cobre favorece la acción reforzante de las partículas durante el espumado, promoviendo una mejor distribución de alúmina en todo el cuerpo poroso, lo que mejora la evolución del espumado y homogeniza la estructura interna [65].

La Fig. 4.33 muestra un detalle estructural de la superficie al interior de los poros en muestras con 1% vol. alúmina. En la parte izquierda (Fig. 4.33a) se



observa la superficie de una espuma con alúmina sin metalizar; se aprecian partículas de alúmina que sobresalen en la superficie en la cavidad porosa. Asavavisithchai [67] reporta resultados similares para espumas de aluminio con agregados de alúmina que son eyectados por la escasa mojabilidad en el sistema metal-cerámico. Por el contrario (Fig. 4.33b), al adicionar alúmina metalizada con cobre, las partículas cerámicas se encuentran completamente embebidas en la matriz de aluminio; incluso la superficie luce ser más tersa.

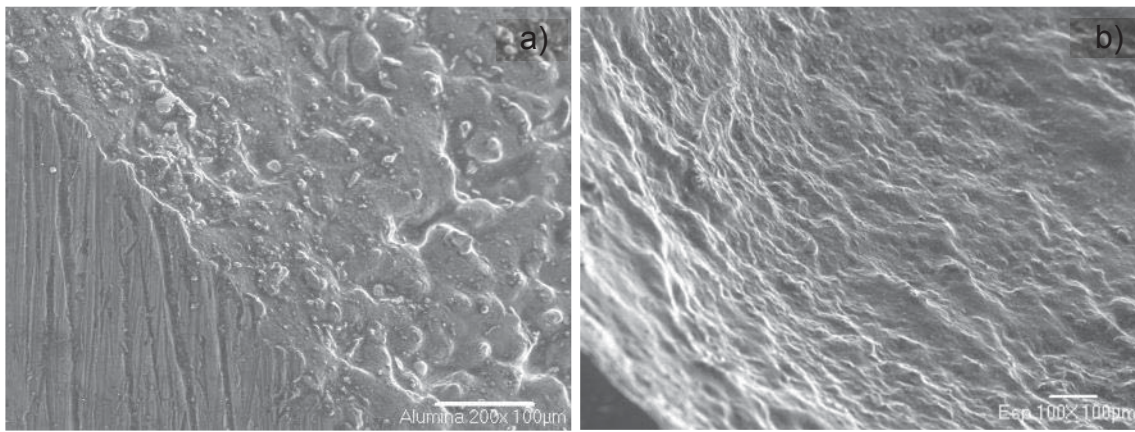


Figura 4.33 Micrografías de la superficie del poro en espumas con adición de 1 %vol. Al_2O_3 .
a) Adicionando alúmina sin metalizar, [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3];
b) Adicionando alúmina metalizada con cobre, (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3).

La Figura 4.34 muestra a mayor magnificación otro aspecto del interior de los poros en espumas con alúmina sin metalizar (Fig. 4.34a) y con metalizado de cobre (Fig. 4.34b). Ambas espumas corresponden, finalmente, a una misma composición de la matriz y son fabricadas bajo iguales parámetros de proceso, dejando como única variante la condición superficial de la alúmina agregada: metalizada o limpia. Por tanto el comportamiento mostrado en la Figura 4.34b, alude al efecto benéfico del metalizado con cobre en la mojabilidad del sistema durante el espumado. Banhart y Körner [15,65] coinciden al señalar que el aumento de la mojabilidad del metal líquido sobre las partículas mejora su efecto estabilizador. El mojado inducido por metalización con Cu en Al_2O_3 ha sido mostrado por el grupo de trabajo [70], encontrando que un metalizado de 2 μm en sustratos de alúmina densa, permite mojado inmediato hasta un ángulo



de 11.6° a la temperatura de 800°C , a diferencia de las condiciones de no-mojado en pares de alúmina sin metalizar con ángulo de 115.2° .

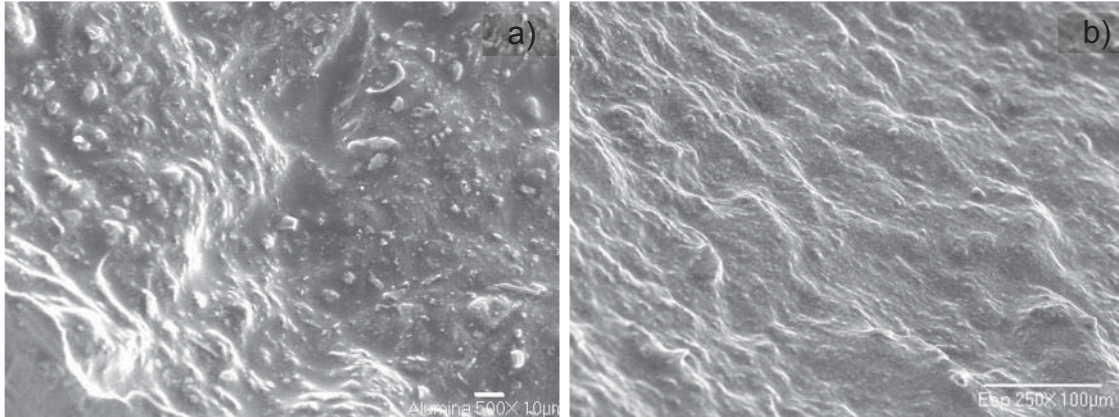


Figura 4.34 Mayor detalle de superficie de poros en espumas con adición de 1 %vol. Al_2O_3 . a) Adicionando alúmina sin metalizar, [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol. Al_2O_3]; b) Adicionando alúmina metalizada con cobre, (98.6Al-1.4Cu+1%vol. Al_2O_3).

El uso de precursores metalizados como refuerzos estabilizadores de espumas es prometedor. El metalizado de partículas Al_2O_3 -Cu, induce la formación *in-situ* de una matriz espumable 98.6Al-1.4Cu, y espuma con 1 %vol. de alúmina, composición que muestra mejoras estructurales y mayor espumado. El trabajo propone un importante precedente para el estudio de diferentes composiciones de matriz y volumen de partículas estabilizantes adicionadas.



5 CONCLUSIONES

- Se diseñó y construyó un dispositivo para medición del grado de expansión de espumas metálicas denominado Expansómetro-Láser; el equipo resulta funcional, y proporciona mediciones reproducibles en la obtención de parámetros dimensionales que permiten estudiar la evolución *in-situ* del espumado de metales a partir de compactados precursores de espumas.
- Se prepararon exitosamente cuatro tipos de espumas de aluminio, con y sin adición de partículas de alúmina como estabilizadoras de la estructura porosa, empleando una ruta por tecnología de polvos. Para ello, partículas de alúmina fueron metalizadas con cobre en su superficie empleando una ruta de depositación autocatalítica. Las partículas fueron depositadas en etapas de una a ocho metalizaciones consecutivas hasta aplicar de 17 a 52% Cu en su superficie.
- Se ocupó la cantidad y composición estequiométrica necesaria de partículas metalizadas Cu-Al₂O₃ en la preparación de espumas con 1 %vol. Al₂O₃ y composición final (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al₂O₃). Espumas de composición equivalente se prepararon a partir de mezclas ternarias de polvos sin metalizar, [(98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al₂O₃]. Ambas espumas permitieron estudiar el efecto de la adición de alúmina en la estabilización de la estructura porosa de espumas de Al y la aleación equivalente (98.6Al-1.4Cu). En las espumas estabilizadas con alúmina, se lograron expansiones hasta de 550%, superando por mucho la meta original del proyecto de alcanzar espumados de 250% de expansión.
- La técnica tradicional de tecnología de polvos para producir espumas implica la formación de compactados espumables por prensado en



caliente. En el presente trabajo, se eliminó tal etapa, e implemento exitosamente un protocolo de compactación axial en frío a elevada presión. En base a ensayos de compresibilidad, carga vs. densificación, se encontró que la presión de 38.7 MPa conduce a la máxima densificación posible de 95.2%, manteniendo compactados espumables libres de defectos, que dan paso a espumas de buena calidad con contenido de agente espumante de 1% TiH_2 .

- De manera general, a mayor temperatura de espumado, menor es el tiempo de inducción para iniciar la expansión de los compactados. La dilatación y fusión del aluminio es acelerada con la temperatura, así como lo es la descomposición del agente TiH_2 . También la pendiente de las curvas de expansión es mayor con la temperatura; esto es, la cinética de expansión es térmicamente acelerada, sin que esto signifique necesariamente obtener estructuras porosas de buenas características.
- La adición de partículas de alúmina incrementa el grado de expansión a todas las temperaturas, fenómeno asociado a un incremento en la viscosidad de la matriz de aluminio. Si bien en la adición de partículas retrasa ligeramente el colapso súbito de las espumas, no incrementa significativamente la duración de la meseta de máxima expansión.
- Las espumas con adición de alúmina tienen menor densidad que sus contrapartes sin refuerzo. A pesar que el cerámico contribuye con mayor peso al bulto de la espuma, las espumas con 1% vol. Al_2O_3 muestran mayor expansión, por lo que finalmente su densidad es menor que las espumas Al y (98.6Al-1.4Cu). La densidad mínima de las espumas reforzadas está en el rango de 0.48 a 0.53 g/cm^3 .
- La caracterización por análisis de imágenes revela que las espumas sin alúmina adicionada, Al puro y (98.6Al-1.4Cu), tienden a disminuir la



densidad de poros (poros/cm²) con la temperatura; mientras que aquellas con adición de 1 %vol. alúmina, [(98.6Al-1.4Cu)+1%vol.Al₂O₃] y (98.6Al-1.4Cu+1%vol.Al₂O₃), presentan un máximo de (poros/cm²) a la temperatura de espumado de 800°C. A la máxima temperatura de 825°C, la densidad de poros es siempre la mínima para todas las composiciones de espumas, lo que se relaciona con una menor viscosidad de la matriz líquida que induce la coalescencia de poros por ruptura de la pared metálica.

- Con excepción de la temperatura de espumado de 775°C para las espumas de Al puro, en todas las demás combinaciones de temperatura y composición de espumas, la adición de partículas cerámicas, con o sin metalizado de cobre, incrementa siempre la densidad de poros; esto es, las partículas evitan que las paredes de las células porosas se rompan, evitando la coalescencia de los poros pequeños y manteniendo al máximo el número de poros por unidad de área.
- Las partículas metalizadas Cu-Al₂O₃ mejoran el mojado de la superficie de alúmina y la matriz metálica, razón por la cual las partículas permanecen fuertemente incrustadas en las paredes de la célula porosa, reduciendo la posibilidad de coalescencia entre poros. Aproximadamente el 70% de los poros de las espumas reforzadas está en el rango de 1 a 7 mm, parámetro marcado en la literatura para definir a un material poroso con buena funcionalidad estructural para absorción de impactos.
- Las espumas con alúmina metalizada, Cu-Al₂O₃, presentan paredes y cuellos firmes y continuos, libres de poros, con espesor de pared de 120 a 200 μm. El metalizado de cobre favorece la acción reforzante de las partículas durante el espumado, promoviendo una mejor distribución de alúmina en todo el cuerpo poroso, logrando poros esféricos a mayor grado de expansión sin alcanzar colapso.



6 RECOMENDACIONES

- Introducir partículas de alúmina de mayor tamaño en las espumas y comparar su efecto en la expansión y microestructura con las aquí mostradas. La recomendación se justifica en el hecho de lo complicado que resulta metalizar con cobre polvos tan finos de alúmina, los cuales tienen a aglomerarse durante la metalización. Se busca tener partículas de alúmina metalizada individuales, no en agregados.
- Disminuir la cantidad de TiH_2 a 0.5%. Estudios anteriores del grupo de trabajo muestran buenos resultados de espumado libre de compactados de aluminio puro a esta concentración de agente espumante. Aun cuando una menor disposición de hidrógeno puede implicar cambios en expansión y estructura de poros, también puede abaratar el costo de producción de espumas dado el alto costo del TiH_2 . Se recomienda efectuar estudios que consideren esta relación costo a calidad de producto.
- Realizar pruebas de compresión a muestras, en su máxima expansión y diferentes grados de espumado por ensayos interrumpidos, para observar el comportamiento de las espumas a diferentes tiempos de espumado y porcentajes de expansión.
- Iniciar estudios de expansión de compactados de aluminio con adición de alúmina metalizada con níquel. Su presencia en la matriz de aluminio puede dar paso a la formación de intermetálicos Al-Ni que pueden impactar en la estabilidad de las paredes y cuellos de las células porosas en el estado líquido.



7 REFERENCIAS

- [1]. Gibson, L.J., y Ashby, M.F. *Cellular Solids: Structure and properties*, Cambridge University Press, 1999.
- [2]. J. Banhart. *Manufactures, Characterization and Application of Cellular Metals and Metals Foams*. Progress in Materials Science. 46 (2001) pp. 559–632.
- [3]. Monje-Garcia, M. *Preparación de Espumas de Aluminio por Metalurgia de Polvos*, IIM-UMSNH, 2009.
- [4]. P. Fernández, L. J. Cruz y J. Coletto. *Procesos de fabricación de metales celulares. Parte I: Procesos por vía líquida*, REVISTA DE METALURGIA, ISSN: 0034-8570, 44 (2008) pp. 540 – 555.
- [5]. T. Miyoshi, T. Kasai, T. Mukai y H. Higashi, *Cellular Metals and Metal Foaming Technology*, MIT-Verlag (2001), pp. 167-170.
- [6]. M. F. Ashby, A. Evans, N. A. Fleck, L. J. Gibson, J. W. Hutchinson, H. N. G. Wadley. *Metal Foams, A Design Guide*. Butterworth – Heinemann. 2000.
- [7]. U. Ramamurty and A. Paul, *Variability in Mechanical Properties of a Metal Foam*, *Acta Materialia* 52 (4), (2004) pp. 869-876.
- [8]. J. S. Blazy et al. *Deformation and Fracture of Aluminium Foams under Proportional and Non Proportional Multi-Axial Loading: Statistical Analysis and Size Effect*, *International Journal of Mechanical Sciences* 46 (2), (2004) pp. 217-244.
- [9]. W. D. J. Callister, *Materials Science and Engineering - an Introduction*, 4th ed. John Wiley & Sons, 1997.
- [10]. G. J. Davies and S. Zhen, *Metallic Foams: Their Production, Properties and Applications*, *Journal of Materials Science* 18 (7), (1983) pp. 1899-1911.
- [11]. L. J. Gibson and M. F. Ashby, *Cellular Solids - Structure and Properties*, 2nd ed. Cambridge University Press, 1997.
- [12]. X. Ma, A. J. Peyton, Y. Y. Zhao. *Measurement of the Electrical Conductivity of Open – Celled Aluminum Foam using Non-Contact Eddy Current Techniques*. *NDT&E International* 38 (2005) pp. 359-367.
- [13]. Maine E, AshbyMF. *Advanced Engineering Materials*, 2000;2:205.
- [14]. KaufmannH, Konrad B, Kretz R. *Metal foams and porous metal structures*. MIT Press–Verlag, 1999. p. 51-57.



- [15]. J. Banhart. *Manufactures, Metal Foams: Production and Stability*, Advanced Engineering Materials 8, (2006) pp. 781–794.
- [16]. <http://aluminium.matter.org.uk/content/media/images/autoCaseBMWHybrid.jpg>, (2 de enero de 2012).
- [17]. M.F. Ashby, C.J. Seymour y D. Cebon, *Metal Foams and Honeycombs Database*, Granta Design, Cambridge, Inglaterra, 1997, pp. 56-74.
- [18]. L.M. Niebylski y R. J. Fanning, *SAE Transactions* 720490 (1972) 216-241.
- [19]. <http://www.metcomb.com> (27 de Julio 2007)
- [20]. H.W. Seeliger, *Proc. Fraunhofer USA Symposium on Metal Foams* MIT Press-Verlag Stanton, 1997, pp. 79-95.
- [21]. <http://alcarbon.de/graphics/produkte/ProductdiagrATG.jpg>, (2 de enero de 2012).
- [22]. P. Fernández, L. J. Cruz y J. Coletto. *Procesos de fabricación de metales celulares. Parte I: Vía Sólida, Deposición de Metales, otros procesos*, REVISTA DE METALURGIA, ISSN: 0034-8570, 45 (2009) 124-142.
- [23]. H. Lüth. *Solid Surfaces, Interfaces and Thin Films*, fourth ed. Springer-Verlag, 2001.
- [24]. J. B. Hudson. *Surface Science - An Introduction*. Butterworth-Heinemann, 1992.
- [25]. K. Holmberg and A. Matthews. *Coatings Tribology - Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*, second ed. Elsevier, 2009.
- [26]. P. G. B.-W. de Gennes, F.; Quéré, D., *Capillarity and Wetting Phenomena - Drops, Bubbles, Pearls, Waves*, translated ed. Springer, 2004.
- [27]. J. R. Rosen, *Surfactants and Interfacial Phenomena*, 3rd ed. John Wiley & Sons, Inc. 2004).
- [28]. T. R. Jonas, J. A. Cornie, and K. C. Russell. *Infiltration and Wetting of Alumina Particulate Preforms by Aluminum and Aluminum-Magnesium*



- Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* 26, pp. 1491-1497.
- [29]. J. M. Howe, Bonding, Structure, and Properties of Metal/Ceramic Interfaces: Part I. Chemical Bonding, Chemical Reaction, and Interfacial Structure, *International Materials Reviews* 38, (1993) pp. 233-256.
- [30]. N. Eustathopoulos, M. G. Nicholas, and B. Drevet, *Wettability at High Temperatures*, 1st ed. Pergamon, 1999).
- [31]. J. G. Li, D. Chatain, L. Coudurier, and N. Eustathopoulos, Wettability of sapphire by Sn-Al alloys, *Journal of Materials Science Letters* 7, (1988) pp. 961-963.
- [32]. J. G. Li, L. Coudurier, and N. Eustathopoulos, Work of Adhesion and Contact-Angle Isotherm of Binary Alloys on Ionocovalent oxides, *Journal of Materials Science* 24, (1989) pp. 1109-1116.
- [33]. S. W. Ip, Y. Wang, and J. M. Toguri, Aluminum foam stabilization by solid particles, *Canadian Metallurgical Quarterly* 38, (1999) pp. 81-92.
- [34]. D. Weaire and S. Hutzler, *The Physics of Foams*, 1st ed. Clarendon Press, 1999.
- [35]. P. G. B. -W. de Gennes, F. Qu éré, D., *Capillarity and Wetting Phenomena - Drops, Bubbles, Pearls, Waves*, translated ed. Springer, 2004.
- [36]. T. V. Subrahmanyam and E. Forssberg, Froth Stability , *Particle Entrainment and Drainage in Flotation - A Review, International Journal of Mineral Processing* 23, (1988) pp. 33-53.
- [37]. T. Wübben, H. Stanzick, J. Banhart, and S. Odenbach, *Stability of Metallic Foams Studied under Microgravity, Journal of Physics: Condensed Matter* 15, (2003) pp. 427-433.
- [38]. S. Asavavisithchai and A. R. Kennedy, *The effect of Mg addition on the stability of Al-Al₂O₃ foams made by a powder metallurgy route, Scripta Materialia* 54, (2006) pp. 1331-1334.



- [39]. A. R. Kennedy and S. Asavavisithchai, *Effect of Ceramic Particle Additions on Foam Expansion and Stability in Compacted Al-TiH₂ powder precursors*, *Advanced Engineering Materials* 6, (2004) pp. 400-402.
- [40]. G. Kaptay, *Interfacial Criteria for Stabilization of Liquid Foams by Solid Particles*, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 230, (2004) pp. 67-80.
- [41]. L. Q. Ma and Z. L. Song, Cellular structure control of aluminium foams during foaming process of aluminium melt, *Scripta Materialia* 39, (1998) pp. 1523-1528.
- [42]. G. Kaptay, *Interfacial Criteria for Ceramic Particle Stabilised Metallic Foams*, *International Conference for Metal Foams and Porous Metal Structures*, Bremen, 1999.
- [43]. Y. Q. Sun and T. Gao, *The Optimum Wetting Angle for the Stabilization of Liquid-Metal Foams by Ceramic Particles: Experimental Simulations*, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 33, (2002) pp. 3285-3292.
- [44]. G. Kaptay. *On the Equation of the Maximum Capillary Pressure Induced by Solid Particles to Stabilize Emulsions and Foams and on the Emulsion Stability Diagrams*, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, (2006) pp. 387-401.
- [45]. T. Wübber, H. Stanzick, J. Banhart, and S. Odenbach, Stability of Metallic Foams Studied under Microgravity, *Journal of Physics: Condensed Matter* 15, (2003) pp. 427-433.
- [46]. N. Babcsán, D. Leitmeier, and H. P. Degischer. *Foamability of Particle Reinforced Aluminum Melt*, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 34, (2003) pp. 22-29.
- [47]. N. Babcsán, D. Leitmeier, H. P. Degischer, and J. Banhart. *The Role of Oxidation in Blowing Particle-Stabilised Aluminium Foams*, *Advanced Engineering Materials* 6, (2004) pp. 421-428.



- [48]. C. A. Leon y R. A. Drew . *Processing of metal-matrix composites by wetting-assited infiltration using metal-coated reinforcements*, Processing and Fabrication of Advanced Materials 7, 1998.
- [49]. B. S. Kang , C. W. Won y B. S. Chun. *Preparation on Nickel-coated alumina composite powder by an aqueous-phase reduction process*, Journal of Material Science 30, (1996) pp. 1139-1145.
- [50]. C. A. Le on, A-M Bourassa y R. A. Drew . *Processing of Aluminum Matrix Composites by Electroless Plating and Melt Infiltration*, Advances in Technology of Materials.
- [51]. BAUMEISTER, J., US Patent 5151246, 1992.
- [52]. B.D. Cullity. *Elements of X-ray diffraction*. Addison – Wesley Publishing Company. Third Printing. Febrero 1967.
- [53]. www.angelfire.com/mi3/mambuscay/Art6.htm, (2 de enero de 2012).
- [54]. M. T. Santoyo. *Física del Estado Sólido*. ITM 2005.
- [55]. A.R. Kennedy, V.H. Lopez. *The decomposition behavior of as-received and oxidized TiH₂ foaming-agent powder*, Materials Science and Engineering A357, (2003) pp. 258-263.
- [56]. A.R. Gromov, N.N. Kouz netsova, S.L. Yudina, V.V. Lunin. *The investigation of titanium hydride oxidation process*, Journal of Alloys and Compounds 261, (1997) pp. 269.272
- [57]. A.R. Kennedy. *The effect of TiH₂ heat treatment on gas release and foaming in Al–TiH₂ preforms*, Scripta Materialia 47, (2002) pp. 763–767.
- [58]. P. M. Proa. *Recubri miento Metalico Autocatalítico de Cobre y Niquel en Alumina para Incrementar su Mojabilidad con Aluminio*. IIM-UMSNH, 2002.
- [59]. http://www.helmholtz-berlin.de/media/media/spezial/people/banhart/html/B-Conferences/b038_stanzick2000.pdf, (2 de enero de 2012).
- [60]. J.A. Gutiérrez-Vázquez. *Espumas de aluminio. Fabricación, propiedades y aplicaciones*. Revista de metalurgia, 44 (5). Septiembre-Octubre, 457-476, 2008.



- [61]. F. Simancík, J. Jerz, J. Kováčik y P. Minár, *Aluminium foam- a new light weight structural material*, Institute of Materials and MachineMechanics, SAS, Bratislava, Slovak Republic, 1997, pp. 265-277.
- [62]. SigmaScan Pro. Image Analysis. Version 5.0.0 (Build Number 3981). 1987-1999. SPSS Inc.
- [63]. A.-H. Benouali. *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**, (2005) pp. 5801–5811.
- [64]. A.-H. Benouali, L. Froyen, J. F. Delerue, and M. Wevers. *Mechanical analysis and microstructural characterisation of metal foams*, Materials Science and Technology 18, (2002) pp. 489-494.
- [65]. Carolin Korner, Michael Arnold, Robert F. Singer. *Metal foam stabilization by oxide network particles*, Materials Science and Engineering A 396, (2005) pp. 28–40.
- [66]. Gregory C. Frye John C. Berg. *Antifoam Action by Solid Particles*, Journal of Colloid and Interface Science 127, (1989) pp. 222-238.
- [67]. S. Asavavisithchai, A.R. Kennedy. The effect of Mg addition on the stability of Al–Al₂O₃ foams made by a powder metallurgy route, Scripta Materialia 54, (2006) pp.1331–1334.
- [68]. S. Asavavisithchai, A.R. Kennedy. *Manufacture, properties, applications*, Proc.MetFoam 2003 Cellular Metals . Berlin, Alemania, 2003, pp. 119-122.
- [69]. A. Kli nter, G. M endoza-Suarez, R. A. L . Drew. *Wetting of pure aluminum and selected alloys on polycrystalline alumina and sapphire*. Materials Science and Engineering A 495, 2008, pp. 147–152.
- [70]. C. A. Leon-Patiño, G. Mendoza-Suarez, R. A. L. Drew. *Wettability and spreading kinetics of molten aluminum on copper-coated ceramics*. J Mater Sci 41, 2006, pp. 5081–5087.



- [71]. C. A. Leon-Patiño, R. A. L. Drew. *Preparation of nickel-coated powders as precursors to reinforce MMCs*. Journal of Materials Science 35, 2000, pp. 4763 – 4768.
- [72]. Emiel Amsterdam. Structural performance and failure analysis of aluminium foams. University of Groningen. 2008.
- [73]. Zhenlun Song. *Energy of Compressed Aluminum Foam*. Advanced Engineering Materials 7, 2005, pp. 73-77.
- [74]. Pierre-Gilles de Gennes, Françoise Brochard-Wyart, David Quéré. *Capillarity and wetting phenomena: drops, bubbles, pearls, waves*. Springer, 2004.