



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**“OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS METÁLICAS DE Al
POR RUTA SÓLIDA”**

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

**MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE
MATERIALES**

PRESENTA

ING. JAVIER HERMENEGILDO CADENA FRANCO

Tutor: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas
Instituto de Investigaciones en Materiales

México, D.F. FEBRERO 2013

RESUMEN

Este trabajo reporta la metodología experimental para la obtención de espumas de Al de poro abierto con buenas propiedades mecánicas mediante ruta sólida usando la técnica DSP (Proceso de Disolución-Sinterización por sus siglas en inglés), utilizando un sistema de control de atmósfera en el proceso de sinterización. Se usaron dos tipos de partículas de Al la primera llamada *St* (84.38 % en peso Al) adquirida a la empresa STANUM, el segundo tipo de Al fue llamado *UNAM* (99.14 % en peso Al) el cual fue proporcionado por la Facultad de Química de la UNAM de igual forma se usó como material de sacrificio esferas de carbamida $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ en dos tamaños de partículas de 1-2 mm y $\lt 2$ mm.

Primeramente se estudió la temperatura óptima de sinterización para Al *St* usando el dispositivo de control de atmósfera llamado *Sinter I* en un rango de temperaturas de 580-660 °C, los resultados obtenidos mostraron que a 660 °C se logró la temperatura óptima. Con el fin de optimizar los parámetros de producción de espuma de Al, se usó el Al *UNAM* y se rediseño el dispositivo controlador de atmósfera llamado ahora *sinter II*, estudiando nuevamente la temperatura óptima de sinterización en un rango de 600- 660 °C. De manera conjunta se analizó el efecto de la variación del % en peso de partículas de Al y material de sacrificio, en las concentraciones 60-Al/40-Carbamida, 50-Al/50-Carbamida, 40-Al/60-Carmabida y 30-Al/70-Carbamida respectivamente, se encontró que el aumento en la cantidad de material de sacrificio favorece la estructura porosa así como el tamaño, tipo y forma de interconexión entre poros. Posteriormente, se estudió el efecto que causa el cambio de tamaño de partícula del material de sacrificio paro lo que primeramente se estudió granulometrías entre 1-2 mm y después granulometrías $\lt 2$ mm de diámetro, demostrando que el tamaño de partícula del material de sacrificio tiene efecto tanto en la morfología de los poros como en las propiedades mecánicas finales de la espuma.

La caracterización se llevó a cabo mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (MEB) y pruebas mecánicas a compresión. Por último, los parámetros óptimos para la producción de espumas metálicas con interconexión abierta usando Al *UNAM* y equipo *sinter II* son: compresión a 300 MPa, temperatura de sinterización 620 °C, tiempo de sinterización 1hr, concentración Al-Carbamida 50/50 % en peso, con granulometría entre 1-2 mm de material de sacrificio.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer: A la Universidad Nacional Autónoma de México.
Al Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.
Al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales del IIM.

Al comité tutor: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas.
Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez.
Dr. Edgar Cardoso Legorreta.

Al jurado revisor: Dr. Arturo Barba Pingarrón.
Dr. Abel Camacho Galván.
Dr. Alejandro Verduzco Martínez.
Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas.
Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez.

De igual manera, agradezco al personal del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la realización de dicho trabajo, los menciono a continuación: Dr. Gabriel. A. Lara Rodríguez por colaboración en el microscopio óptico y en los procesos de fundición y laminación, Dr. Omar Novelo Peralta por su colaboración en el microscopio electrónico de barrido, Dr. Gonzalo González por su apoyo en este trabajo, Dr. José Chávez Carvayar por su colaboración en el microscopio estereográfico, M. en C. A. Tejeda Cruz por su colaboración en la difracción de rayos X, I.Q. Erika Contreras Casillas por el apoyo en la preparación de los reactivos químicos utilizados en este trabajo. Finalmente al Ing. J. J. Camacho, Ing. G. Arámburo, Sr. E. A. Caballero, Fis. R. Reyes, C. Flores, Ing. E. Sánchez, J. Morales, C. González y Dra. M.J. Arellano por su apoyo y colaboración técnica.

Finalmente agradezco al proyecto SENER-CONACYT “151496” por el financiamiento económico.

Dedicado a

Soledad, Octavio, Isabel y Tavito.

A mi Familia, Padre y amigos.

**De igual manera a mis primos Alex, Daniel, Miguel[†],
Susel, a mis padrino Jesús y Marcelo.**

Por último a mi abuelo Juan Franco Carbajal[†] un gran hombre.

ÍNDICE

	Pág.
PORTADA	1
RESUMEN	2
AGRADECIMIENTOS	3
ABREVIATURAS Y SIMBOLOGÍA	10
INTRODUCCIÓN	11
CAPÍTULO I	12
MARCO TEÓRICO	
Métodos de obtención	13
Métodos de caracterización	24
Propiedades de materiales porosos	26
Aplicaciones de materiales porosos	26
OBJETIVO GENERAL	29
OBJETIVO PARTICULAR	29
CAPÍTULO II	30
DESARROLLO EXPERIMENTAL	
CAPÍTULO III	34
SELECCIÓN DE MATERIA PRIMA	
CAPÍTULO IV	38
OBTENCION DE ESPUMAS METÁLICAS DE “Al” USANDO DISPOSITIVO I	
Compacto	39
Disolución	40
Sinterización	41
CAPÍTULO V	56
OBTENCIÓN DE ESPUMAS METÁLICAS DE “Al” USANDO DISPOSITIVO II	
Compacto	56
Disolución	57
Sinterización	57
PRUEBAS MECÁNICAS	67
CONCLUSIONES	75
TRABAJO FUTURO	76
BIBLIOGRAFÍA	77

ÍNDICE DE ESQUEMAS

Esquema		Pág.
1.1	Familias en las que se pueden clasificar los materiales metálicos celulares, así como las diferentes técnicas de producción.	14
1.2	Muestra la clasificación y las diferentes técnicas de caracterización de materiales porosos.	25
1.3	Muestra los tres grupos en los que se pueden clasificar las aplicaciones de materiales porosos.	28
4.1	Representación del dispositivo <i>sinter I</i> utilizado para la obtención de espumas metálicas de Al. Donde se muestra los tubos de entrada y salida del gas, así como el lugar que ocuparon las muestras durante la sinterización.	42
5.1	Diagrama del dispositivo <i>sinter II</i> , donde se muestran la ubicación de los diferentes componentes.	59

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla		Pág.
2.1	Diferentes concentraciones y tamaños de material de sacrificio utilizados en la presente investigación.	31
3.1	Resultados de la caracterización de los polvos metálicos de Al	34
3.2	Propiedades de la Carbamida	36

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Pág.
1.1	Aplicaciones de materiales celulares agrupados de acuerdo al grado de porosidad necesaria para el tipo de aplicación. Modificada de referencia [6]	27
3.1	Micrografías de MEB de las partículas de Al utilizado en la investigación, a) Al <i>UNAM</i> a 100 aumentos, b) Al <i>UNAM</i> a 500 aumentos, c) Al <i>St</i> a 100 aumentos, d) Al <i>St</i> a 500 aumentos.	35
3.2	Muestra imágenes del material de sacrificio a) Micrografía de MEB de partículas de carbamida a 43 aumentos, b) Imagen de microscopio óptico, donde se observa la forma y tamaño de la carbamida.	37
4.1	Fotografía de la balanza analítica marca Ohaus, modelo Pioneer utilizada para obtener todos los pesos tanto de polvos, compacto en verde, espuma sin material de sacrificio y espuma metálica de Al.	38
4.2	Fotografías que muestran a) Pastilladora y b) Prensa hidráulica marca Osyma, ambos equipos utilizados para la formación del compacto en verde.	39
4.3	Fotografías de las muestras en las diferentes etapas del proceso de producción de espumas metálicas de Al. a) Después de la compactación, b) Posterior al proceso de sinterización y c) Muestra después de la caracterización de propiedades mecánicas a compresión.	40
4.4	Fotografías del dispositivo <i>sinter I</i> utilizado para la obtención de espumas metálicas de Al. a) Componentes del dispositivo <i>sinter I</i> , b) Dispositivo <i>sinter I</i> en funcionamiento.	42
4.5	Imagen que muestra la rampa de calentamiento utilizada para encontrar la temperatura óptima de sinterización.	43
4.6	Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 580 °C. a) Corresponde a la parte central de la espuma, b) corresponde a los límites de la espuma metálica.	44
4.7	Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 580 °C. a) 5000, b) 100, c) 500 y d) 100 aumentos.	46
4.8	Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 600 °C. a) Parte central de la espuma, b) Límites de la espuma metálica.	47

4.9	Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 600 °C. a) 5000, b) 250 y c) 100 aumentos.	48
4.10	Micrografías de MEB a 40 aumentos de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C. a) Parte central de la espuma, b) Límites de la espuma metálica.	49
4.11	Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C. a) 5000, b) 1000, c) 500 y d) 100 aumentos.	50
4.12	Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C. a) Parte central de la espuma, b) Límites de la espuma metálica.	51
4.13	Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C. a) 5000, b) 1000, c) 500 y d) 100 aumentos respectivamente.	52
4.14	Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 660 °C. a) Corresponde a la parte central de la espuma, b) corresponde a los límites de la espuma metálica.	53
5.1	Dispositivo <i>sinter II</i> , el cual cuenta con sistema de vacío, válvula de tres vías y manómetro.	57
5.2	Micrografías de MEB a diferentes aumentos de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C utilizando Al- <i>UNAM</i> a 40 % en peso. a) 5000, b) 1000, c) 250 y d) 100 aumentos respectivamente.	60
5.3	Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C utilizando Al <i>UNAM</i> a 50 % en peso. a) Corresponde a la parte central de la espuma, b) Corresponde a los límites de la espuma metálica.	61
5.4	Imágenes ópticas de las espumas metálicas después del proceso de sinterización a 640 °C utilizando Al- <i>UNAM</i> . a) Al 60 % en peso, b) Al 50 % en peso y c) Al 40 % en peso.	62
5.5	Micrografías de MEB de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C, utilizando Al- <i>UNAM</i> a 60 % en peso. a) 500, b) 250 y c) 100 aumentos respectivamente.	64
5.6	Micrografías de MEB de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al- <i>UNAM</i> . a) Espuma con 50 % Al en peso a 40 aumentos, b) Espuma con 60 % Al en peso a 65 aumentos.	64
5.7	Imágenes de microscopía óptica de las espumas metálicas después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al- <i>UNAM</i> . a) Al 60 % en peso, b) Al 50 % en peso y c) Al 40 % en peso.	65
5.8	Gráfica esfuerzo vs % deformación de espumas metálicas después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al- <i>UNAM</i> y carbamida de 1-2 mm. 60 % en peso Al (círculo), 50 % en peso Al (triángulo) y 40 % en peso Al (estrella) respectivamente.	69

5.9	Gráfica esfuerzo vs % deformación de espumas metálicas después del proceso de sinterización a 600 °C utilizando Al-UNAM y carbamida de 1-2 mm. 60 % en peso Al (círculo), 50 % en peso Al (triángulo) y 40 % en peso Al (estrella) respectivamente.	70
5.10	Gráfica esfuerzo vs % deformación de espumas metálicas después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al-UNAM y carbamida <2 mm. 60 % en peso de Al (círculo), 50 % en peso de Al (triángulo) y 40 % en peso de Al (estrella), respectivamente.	71
5.11	Gráfica porosidad en verde vs % en peso material de sacrificio de espumas metálicas después del proceso de sinterización utilizando Al UNAM. a) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida 1-2 mm (rectángulo), b) Espuma obtenida a 600 °C y carbamida 1-2 mm (círculo) y c) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida <2 mm (estrella).	72
5.12	Gráfica porosidad de la espuma vs % en peso material de sacrificio de espumas metálicas después del proceso de sinterización utilizando Al UNAM. a) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida 1-2 mm (rectángulo), b) Espuma obtenida a 600 °C y carbamida 1-2 mm (círculo) y c) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida <2mm (estrella).	74

ABREVIATURAS Y SIMBOLOGIA

UNAM	Universidad Nacional Autónoma de México
IIM	Instituto de Investigaciones en Materiales
SENER	Secretaria de Energía
CONACYT	Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología
mm	Milímetro
$^{\circ}\text{C}$	Grados centígrados
Al	Aluminio
SDP	Proceso de sinterización-disolución
DSP	Proceso de disolución-sinterización
μm	Micrómetro
NaCl	Cloruro de sodio
MPa	Mega Pascales
Mg	Magnesio
hrs	Horas
MO	Microscopía óptica
MEB	Microscopía Electrónica de Barrido
keV	Kilo electron Volts
P_c	Porosidad del compacto en verde
P_f	Porosidad de la espuma
ρ	Densidad
EDE	Espectroscopio de Dispersión de Energía
l	Litro
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	Fórmula química de la carbamida
Al_2O_3	Fórmula química de la alúmina
mm Hg	Milímetros de mercurio

INTRODUCCIÓN

Los materiales porosos tienen una amplia gama de aplicaciones que va desde suplir huesos humanos hasta componentes de seguridad de automóviles, todo esto gracias a las propiedades que poseen y la manipulación de los procesos de obtención, de los cuales son aproximadamente 15 estudiados a fondo más todas las variantes, sin olvidar los métodos que se encuentran en desarrollo. La importancia de los materiales porosos en la vida cotidiana tiene grandes efectos, sin embargo, esto no es común observarlo, no obstante, la mayoría de estos materiales tienen aplicaciones de valor agregado debido a las buenas propiedades mecánicas y peso ligero. A nivel mundial existen alrededor de 32 empresas dedicadas a la producción de materiales porosos, los países más importantes en el desarrollo y producción de este tipo de materiales son: EUA, Canadá, Francia, Corea, Japón, China, Alemania e Inglaterra.

Debido a los problemas globales de cambio climático, producción de energías renovable y el impacto al medio ambiente, los materiales porosos pueden brindar soluciones a lo mencionado anteriormente, ya que se pueden aplicar como filtros u adsorbedores de calor de igual manera si se logra modificar la superficie de los materiales porosos pueden servir como purificadores mediante la adsorción de CO o CO₂.

Ya que en nuestro país el estudio y producción de los materiales porosos no está explotada y siendo una rama de desarrollo emergente, lo que se propone a continuación es el estudio y metodología para la producción de materiales porosos.

CAPITULO I

MARCO TEÓRICO

A partir de la década de los años 50s, fueron producidos los primeros materiales porosos [1,]. Fue entonces cuando se propuso, un nuevo tipo de material el cual denominaron espumas metálicas, que se caracterizan por contener propiedades muy especiales ya que conjuntan las propiedades de un material poroso con las propiedades intrínsecas de un material metálico, consiguiendo propiedades inigualables e inexistentes, abriendo con esto una nueva línea de investigación en la rama de los materiales. Al inicio de la década de los 80s se propusieron y optimizaron nuevos métodos de producción de espumas metálicas lo cual fue visto con buenos ojos por la rama industrial que llevó a la producción en serie dichos materiales. Por lo anterior, las espumas metálicas son una nueva clase de materiales de gran interés, debido a la combinación única de propiedades derivada de la estructura celular y el comportamiento metálico [2].

Debido a la cantidad de formas, tipos y métodos de obtención desarrollados hasta nuestros días para las espumas metálicas se ha presentado una conjetura y confusión para su clasificación, es por ello que Banhart propuso lo siguiente [3]:

Metales celulares: Se refiere a cuerpos metálicos con hueco, donde la fase metálica divide espacios cerrados que contiene una fase gaseosa.

Metales porosos: Tipo especial de metal celular que se restringe al tipo de hueco. Donde los poros son usualmente redondos y aislados uno de los otros.

Espumas metálicas: Es una clase especial de metales celulares, que se originan de espumas metal-líquido y por lo tanto, tienen una morfología característica. Donde los poros son cerrados, redondos o poliédricos separados uno de otro mediante una capa delgada.

Espumas metálicas: Tiene la morfología de un metal celular, pero con interconexión entre huecos.

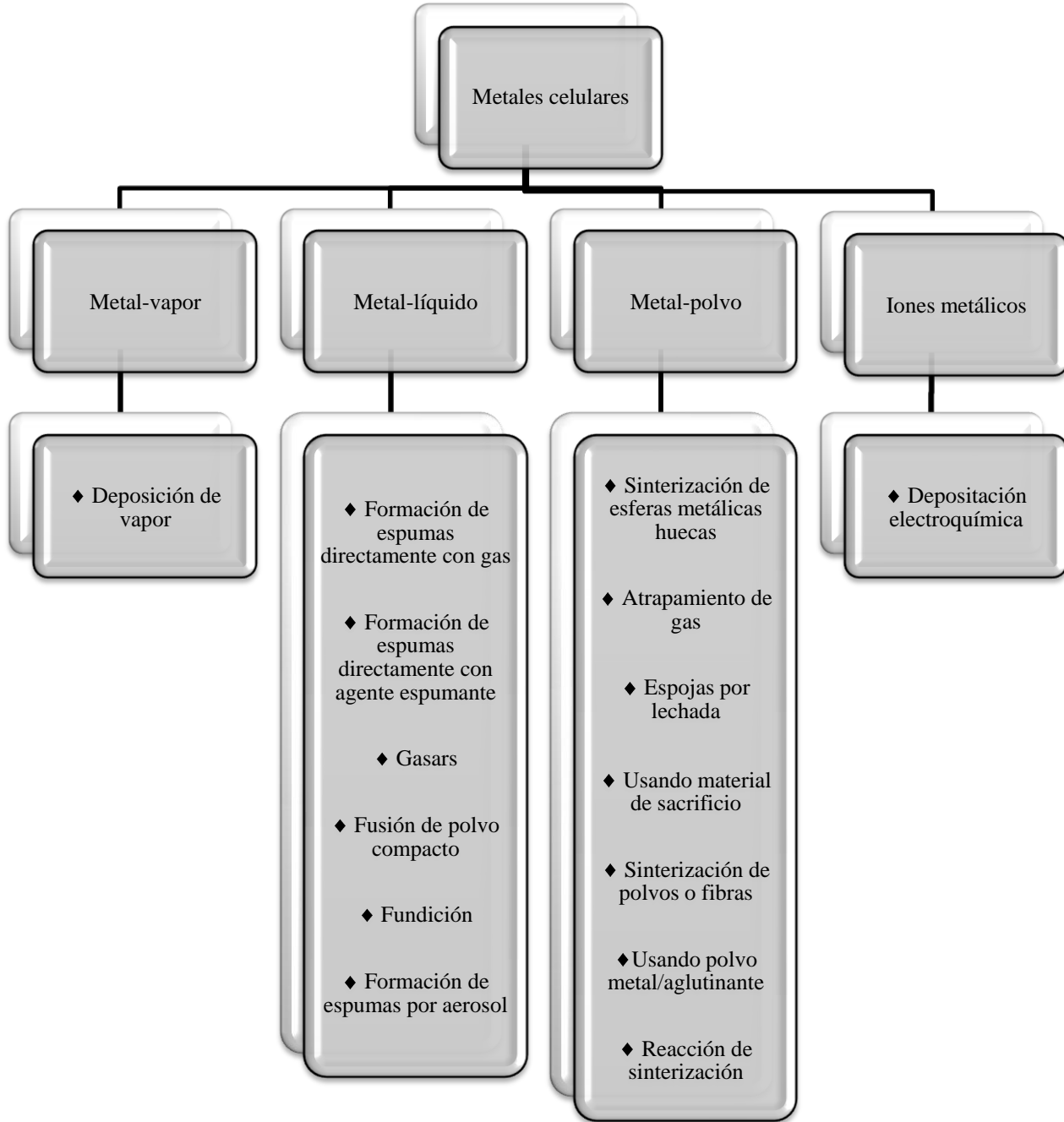
De acuerdo a lo anterior el tipo de interconexión entre poros es de suma importancia ya que es relacionado ampliamente con las propiedades finales, por ello, es posible clasificar a los materiales porosos por el tipo de interconexión que presenten ya sea: abierta o cerrada. En la primera los poros cuentan con comunicación entre ellos, mientras que el segundo tipo los poros no presentan dicha interconexión por lo tanto se encuentran aislados, sin embargo, poseen valores más altos en módulo de Young, resistencia máxima y adsorción de energía al impacto con respecto al tipo de poro abierto.

Métodos de obtención

Durante las últimas cinco décadas se han propuesto una serie de métodos de obtención para espumas metálicas, en especial entre los años 1980s y 1990s se desarrollaron de manera particular métodos por ruta líquida y sólida [4].

La primera forma de clasificarlos es de acuerdo a la manera en que se procesa el metal, por lo que existen para este caso las siguientes familias (Esquema 1.1): [5]

- i) a partir de metal líquido
- ii) a partir de metal sólido en forma de polvo
- iii) a partir de vapor de metal o compuestos metálicos gaseosos
- iv) a partir de una solución de iones de metal



Esquema 1.1 Familias en las que se pueden clasificar los materiales metálicos celulares, así como las diferentes técnicas de producción.

De acuerdo a lo anterior los materiales porosos pueden clasificarse de acuerdo al medio de obtención ya sea sólido, líquido y gas. De igual manera se pueden clasificar si son aplicables a nivel industrial o no y por último por el tipo de interconexión que presenten, debido a esto y a la variada cantidad de técnicas de obtención desarrolladas, a continuación se mencionarán únicamente los métodos basados en la ruta sólida.

Para el caso de dichas técnicas, el polvo metálico permanece sólido durante todo el proceso y simplemente sufre un tratamiento térmico mediante sinterización, presentando los productos por esta técnica generalmente porosidades esféricas y abiertas con partículas metálicas interconectadas mediante cuellos. Ya que son una ruta fácil para obtener metales porosos y proporciona facilidades para producir de forma estable espumas metálicas a nivel industrial.

Como una manera de profundizar, ahora se hablará más a detalle y de forma individual de cada una de las técnicas por estado sólido:

Sinterización de polvos o fibras metálica

En general, la producción de estructuras porosas por este método consiste de varios pasos: preparación de la fracción en peso de los polvos, compactación o moldeo y sinterización. Para esta técnica la compactación axial se lleva a cabo en un dado o mediante rolado antes de la sinterización, aumentando la resistencia del compacto en verde, debido a la unión en frío de partículas que están en contacto. Posteriormente en la sinterización se incrementa aún más la densidad y la resistencia, manufacturando piezas con una porosidad fina [6].

Con respecto a la obtención de materiales metálicos porosos de Al, es más difícil producirlos en comparación con otros metales, debido a que el Al usualmente está cubierto por una densa capa de óxido que evitará que las partículas sintericen adecuadamente. Para eliminar este problema, se puede romper la capa de óxido mediante la aplicación de presión mecánica durante de etapa de compactación creando la unión metálica entre partículas, alternativamente, la etapa de sinterización permite el empleo de polvos de cobre, silicio y magnesio que disminuyen el punto de fusión durante la sinterización entre 595-625 °C. De igual forma el remplazo de polvos por fibras metálicas es una nueva posibilidad para

conformar estructuras metálicas porosas, ya que existe una gran variedad de metales que pueden ser producidos, procesados y sinterizados como fibras que tiene amplia disponibilidad comercial [7].

Técnica de gas atrapado

La obtención de materiales porosos por esta ruta tiene dos ventajas, la primera es que no usa material de sacrificio y la segunda que no se funde el metal. Para esto, primeramente polvos metálicos y un material precursor son comprimidos para formar un material muy denso, durante esta etapa, el gas es atrapado dentro del compacto [8]. El segundo paso es calentar el material precursor, lo que conduce a la expansión del metal debido a la presión interna creada por el gas atrapado, donde la expansión toma lugar en estado sólido. Este método es aplicado para la producción de estructuras porosas de titanio (Ti) utilizadas para fabricar aviones Boeing [9].

Esponjas por lechada

Por esta técnica se pueden producir espumas metálicas a partir de una suspensión de polvos metálicos, agentes espumantes y aditivos. La suspensión después de ser mezclada se coloca dentro de un molde y se deja allí elevando la temperatura, la influencia de aditivos y agentes espumantes aumentan la viscosidad empezando la expansión del gas. Si existe suficiente control de la estabilidad del proceso, se puede preservar la expansión de la suspensión y así posteriormente secar y sinterizar produciendo espumas metálicas con muy buenas propiedades mecánicas.

Mediante esta técnica se pueden producir espumas, a partir de polvos de Al usando ácido ortofosfórico (H_3PO_4) con hidróxido de Al ($Al(OH)_3$) o ácido clorhídrico (HCl) como agente de expansión [10], se logran densidades relativas por debajo del 7%, aunque se tienen esfuerzos mecánicos deficientes [11], lo que causa frecuentemente la fractura en el material. Las “lechadas” (*slurries*) son utilizadas como manera alterna para obtener espumas metálicas de poro abierto. En este caso, espumas de polímeros de poro abierto se agregan dentro de una suspensión que contiene una mezcla polvos de plata y óxido de plata [12], la espuma es recubierta, posteriormente es secada y calentada sobre una temperatura

donde el polímero se quema y sale, de igual manera, las partículas de polvos metálicos empiezan a sinterizar conjuntamente, obteniendo un material con estructura celular rígida.

Metales celulares usando preforma de material de sacrificio

Los materiales porosos pueden ser obtenidos usando materiales de soporte y polvo metálico. Se pueden usar disolventes [13] o aglutinantes inorgánicos [14], para hacer el material de sacrificio y mezclar con polvos metálicos, donde partículas, granos o esferas huecas de cerámicos o polímero, sal o incluso metales pueden ser utilizados como material de sacrificio. Aquí los polvos metálicos llenan los espacios de una preforma, similar al proceso de infiltración por ruta líquida, o simplemente se compactan a temperatura ambiente o si los materiales de sacrificio resisten el calor, se pueden compactar a temperaturas elevadas con el fin de mejorar la unión mecánica entre partículas y empezar el proceso de sinterización. En ambos casos, se obtienen composites que consisten de una matriz metálica con gránulos del material de la preforma. Para los casos cuando el contenido de metal es bajo, es posible remover el material de sacrificio por completo en un proceso posterior, debido a que la estructura formada por el material de soporte está interconectada. Esto se puede realizar mediante tratamiento térmico, lixiviación o un disolvente acuoso.

Espumas usando metal con forma esférica hueca

Por este método se han conformado esferas de cobre, níquel, acero y titanio, usándose para crear estructuras altamente porosas, mediante la unión de esferas entre sí por sinterización. Las esferas huecas pueden ser producidas por varias rutas: ya sea por la combinación química o depositación eléctrica del metal en esferas de polímero que es removido en un paso posterior [15], o por el recubrimiento de esferas de polímeros (poliestireno) con una suspensión de metal-aglutinante, que se sinteriza posteriormente, eliminando el poliestireno y obteniendo cáscaras de metal [16]. Una posibilidad adicional es formar una suspensión con material de sacrificio, polvos de óxidos metálicos o polvos de hidruro de metal, conformando microsferas. Posterior a esto, se sinteriza y desoxida, produciendo esferas metálicas. Finalmente, otra posibilidad es atomizar metal fundido y elegir los parámetros en el proceso donde se formen esferas huecas [17].

Método de polvo metal-aglutinante

Mezclas de polvo metálico con polímeros aglomerantes son prensadas o extruidas, después tratadas térmicamente para producir materiales porosos o compositos [18,19], aunque no se usan preformas de material de sacrificio, se logran porosidades hasta del 50 %. De manera similar, se pueden conformar materiales con poros orientados en un rango de diámetro que va de varios micrómetros a varios milímetros lo cual depende del tipo del metal o aleaciones utilizadas [20]. Los pasos para dicho proceso son los siguientes: primeramente se preparan tubos de material que su centro consiste de una mezcla de aglutinante plástico con un material de sacrificio volátil y cubierta de una mezcla de polvo metálico-aglutinante. Posteriormente, los tubos son prensados, formando un compacto en verde. Esto también puede ser hecho por extracción, o por compresión axial. Por último paso, el aglomerante y el material de sacrificio son removidos y los polvos metálicos son consolidados mediante sinterización.

Reacción de sinterización

Tomando en cuenta los principios de sinterización, estos se aplican a sistemas de aleaciones metálicas con diferentes coeficientes de difusión entre sus componentes, logrando que existan reacciones de sinterización in situ. Donde aleaciones de Ti + Al, Fe + Al o Ti + Si, son utilizadas para la producción de estructuras porosas [21,22,23].

Como se ha visto anteriormente, existe una gama amplia de procesos de manufactura con los cuales se pueden fabricar espumas metálicas, sin embargo, en el presente trabajo de investigación se plantea el uso de la metalurgia de polvos por ruta sólida para la obtención de espumas, lo que ahora se menciona son trabajos existentes en la literatura científica sobre el tema de interés.

En la Universidad de Liverpool se desarrolló un método de producción denominado Proceso de Sinterización-Disolución (SDP, por siglas en inglés) [4] para obtener espumas de Al, teniendo como ventajas bajos costos de producción, uniformidad y control de porosidad. Esta metodología propuesta por Zhao Y. Y. et al. consistía en cuatro pasos: mezclado, compactación, sinterización y disolución, primeramente realizaron la mezcla de

Al (450 μ m) y NaCl (300-1000 μ m) en proporciones donde el Al tiene 20-75 % en peso. Posteriormente se compactó la mezcla de polvos a 200 MPa mediante una prensa hidráulica, después se sinterizó a 680 °C durante 180 min, al final se colocaron las muestras en agua en agitación durante 45 min a 25 °C con el fin de eliminar el material de sacrificio (NaCl). Los resultados obtenidos mostraron que la técnica SDP es capaz de formar espumas de Al con densidades relativas entre 0.15-0.5, además de tener un amplio potencial de aplicación industrial [24].

D.X. Sun et al. investigaron el tiempo y temperatura de sinterización, la adición de Mg y el tamaño de poro en el proceso (SDP, siglas en inglés) y la capacidad de absorber energía estática y dinámica de espumas de Al. Como material precursor utilizaron polvo de Al (100-400 μ m), polvo de Mg (200-500 μ m) y NaCl comercial (150-3000 μ m). Primeramente estudiaron el efecto de la temperatura y el tiempo de sinterización para lo cual mezclaron Al con NaCl en proporciones de 20-70 % en peso. Posteriormente, se analizaron el efecto de la adición de Mg en proporciones de 0-0.6 % en peso mezclado con Al y después mezclado con NaCl a proporción de 70 % en peso. Para el estudio del efecto del tamaño de poro dividieron NaCl en 6 grupos 150-250, 340-420, 500-600, 710-800, 1200-1500 y 2400-3000 μ m. las diferentes mezclas las compactaron a 200MPa mediante una prensa hidráulica, la sinterización la realizaron de 600-650 °C, variando el tiempo de 2-110 hrs. Al final, las muestras se colocaron en agua agitada a 95 °C, durante un rango de tiempo de 2.5-6 hrs, con el fin de disolver por completo NaCl. Ellos reportaron que cuando la temperatura de sinterización o la densidad relativa disminuye, se incrementa el tiempo de sinterizado óptimo. También mencionan que la adición de Mg al compacto mejora la sinterización incrementando la capacidad de absorber energía de la espuma por encima de 50 % en peso. Por último para cualquier espuma de Al la adsorción de energía en condiciones estáticas es mucho mayor que en condiciones dinámicas [25].

N.Q. Zhao et al. sinterizaron espumas de Al de poro abierto con morfología de poros adaptable, por el método de “*space-holder*”, esto es, que dependiendo de la distribución y forma de las partículas del material de sacrificio se puede controlar fácilmente la morfología de los poros. De igual manera demostraron que las espumas que muestran una forma esférica en sus poros presentan altos valores de esfuerzo a la compresión en

comparación con otras formas de poros. Dichas espumas las produjeron a partir de la mezcla de partículas de Al (50 μ m) con partículas de carbamida (1mm), la relación entre ambas se calculó para que obtuvieran una porosidad final del 70%, posteriormente compactaron la mezcla en una prensa a 400 MPa, después removieron la carbamida colocando las muestras en agua a 80 °C por 5 hrs. La sinterización la llevaron a cabo en un horno a vacío ($p=10^{-4}$ MPa) por una hora y variaron la temperatura de sinterización de 200-570 °C. Las pruebas a compresión las realizaron a una velocidad de 3mm/min con dimensiones de muestra de 20mm de diámetro por 20 mm de alto. Los resultados mostraron que dependiendo de la distribución y forma de la carbamida la morfología de los poros es fácilmente controlable, y que al incrementar la temperatura de sinterización se mejora la unión entre las partículas de Al, de igual manera al controlar la atmósfera de sinterizado se logran valores altos de esfuerzo a la compresión [26].

N. Q. Zhao et al. produjeron espumas de Al de poro abierto mediante sinterización de polvos usando carbamida como material de sacrificio, logrando muestras con porosidad de 50% hasta 80%. La metodología usada fue mezclar Al en polvo con partículas de carbamida, compactando la mezcla entre 300-400 MPa, posteriormente, la carbamida la removieron con agua a 80°C durante 5 hrs. Por último sinterizaron en un horno a vacío ($p=10^{-4}$ Pa) entre 560-600 °C y tiempos de 1-3 hrs. Los resultados mostraron poros con forma esférica que dependen del tamaño, forma y distribución del material de sacrificio, de igual manera, los valores obtenidos de las pruebas mecánicas a compresión corresponden con los valores teóricamente calculados [27].

D. X. Sun et al. estudiaron el cambio de fase en el compacto Al/Mg/NaCl durante el calentamiento y sinterización mediante análisis termogravimétrico y microscopía electrónica. Demostraron que adiciones pequeñas de Mg en Al/NaCl, mejora el proceso sinterización para la formación de espumas de Al mediante la técnica SDP, para lo cual mezclaron Al (70 % en peso), Mg (0.15 % en peso) y NaCl (29.85 % en peso), posteriormente compactaron la mezcla en una prensa hidráulica a 250MPa, sinterizando a 650°C por 20 hrs. Por último eliminaron el material de sacrificio colocando la muestra en agua a 95°C durante 2.5 hrs. Los resultados mostraron la formación de hidratos de alúmina (Al₂O₃) en la superficie de las partículas de Al, los cuales se disociaron gradualmente en

alúmina hidratada durante el calentamiento. De igual manera, el Mg consumió el oxígeno atrapado en el compacto reduciendo el óxido de Al en $MgAl_2O_4$, lo anterior produjo un eficiente contacto entre las partículas de Al y redujo la oxidación en el horno durante la sinterización conduciendo a una mejora en el proceso de sinterización [4].

Y. J. Yang et al. utilizaron la técnica SDP para producir espumas de Al puro y composites de Al- Al_2O_3 , ambos con porosidad abierta. Con densidades relativas de 0.25-0.40 y tamaños de poros de 112-400 μm . La metodología utilizada fue mezclar primeramente polvos de Al (30 μm), Al_2O_3 (15 μm) agregado al 10 % en peso y como material de sacrificio NaCl (112-400 μm) mezclado en un rango de 60 a 75% en peso, posteriormente conformaron pastillas en verde compactadas a 250 MPa y sinterizadas a 660 $^{\circ}C$ por 20 hrs. Después las muestras las colocaron en agua para disolver NaCl. Los resultados mostraron que el material compuesto muestra valores más altos de módulo de Young (10MPa) y cedencia con respecto a la espuma de Al puro (6MPa), teniendo una amplia zona en la región de adsorción de energía en la gráfica esfuerzo deformación. [28].

S. Ozan et al. estudiaron el efecto en los parámetros de fabricación de espumas de Al producidas por metalurgia de polvos, implementando la técnica de conexión neural artificial (ANN, siglas en inglés) para predecir las características de los poros que son factor clave en la producción materiales porosos. Para tal estudio mezclaron polvo de Al (60 μm) con NaCl, en proporciones de 10, 20, 30 y 40 % en peso, variando la presión de compactación 200, 250 y 300 MPa y sinterizando a 630 $^{\circ}C$ durante 2.5 hrs en una atmósfera de argón. Por último para conformar los poros lixiviaron NaCl en agua agitada a 70 $^{\circ}C$. Los resultados obtenidos muestran que parámetros de fabricación como: el tamaño de partícula, cantidad del material de sacrificio y presión de compactación, tienen importantes efectos en la manufactura de espumas de Al mediante metalurgia de polvos, ya que altos tamaños de partículas y proporciones de material de sacrificio, se incrementa el comportamiento espumante, produciendo una alta concentración de poros. Finalmente demostraron que se puede utilizar como herramienta para predecir las características de poros de espumas de Al la técnica de conexión neural artificial (ANN) [29].

Ozan Sermin et al. estudiaron el efecto de los parámetros de fabricación de espumas de Al obtenidas mediante metalurgia de polvos. Las espumas las fabricaron a partir de la mezcla de polvo de Al ($60\mu\text{m}$) y NaCl ($500\text{-}1100\mu\text{m}$) en proporciones de 10, 20, 30 y 40 % en peso, conformando pastillas en verdes a 200, 250, 300 MPa. Todas las muestras las sinterizaron a $630\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2.5 hrs en atmósfera controlada con argón. Por último, el material espaciante fue lixiviado en agua a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ en agitación constante. La concentración de poro la registraron con el fin de analizar los parámetros de fabricación. Los resultados obtenidos mostraron que el tamaño de partícula del NaCl, concentración en peso de NaCl y la presión de compactación tienen efectos importantes en la manufactura de espumas de Al, ya que a tamaños de partículas grandes y cuando la concentración de NaCl es alta se logran porosidades elevada [30].

M. Barletta et al. obtuvieron espumas de Al de poro abierto mediante la técnica DSP, utilizando carbamida como material de sacrificio, tratando de comprender los fenómenos de: compactación de partículas, disolución del material de sacrificio y sinterización del Al, por ello estudiaron los efectos en el tamaño de grano, concentración de carbamida, presión y velocidad de compactación. Donde la presión óptima de compactación fue de 400 MPa. Por otro lado, disolvieron el material de sacrificio en un rotavapor a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante una hora, la sinterización la llevaron a cabo a $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 1 hrs. Por último, utilizaron los principios de interconexión neuronal para modelar el proceso DSP, demostrando ser útil el modelado para propósitos de control y automatización [31].

R. Surace et al. evaluaron la morfología y propiedades mecánicas de espumas de Al para optimizar los parámetros del proceso SDP. Dicha experimentación la guiaron en los principios de diseño de experimentación DOE (por sus siglas en inglés), los parámetros analizados fueron: composición, presión y tiempo de sinterización, ellos aplicaron el análisis estadístico ANOVA para evaluar las características más importantes como la densidad relativa y zona de absorción de energía en la curva esfuerzo-deformación. En dicho trabajo, primeramente analizaron dos tipos de Al en polvo y utilizaron como material de sacrificio NaCl, el cual manejaron en tamaños de <3 , $3\text{-}4$, >4 mm, conformando siempre una mezcla de 70% en peso de partículas grandes con 30% peso de partículas de tamaño medio con el fin de incrementar la porosidad y crear interconexión en la estructura. De

igual manera, con el objetivo de mejorar el proceso de sinterización agregaron Mg al compuesto Al-NaCl en razón de 0.15 % en peso. Para ello realizaron mezclas de Al-Mg con NaCl donde la relación de concentración la variaron de 30-70 % en peso. Posteriormente, conformaron pastillas en verde a presiones de 100-600 MPa mediante una prensa hidráulica, estudiaron la sinterización en rangos de 650-700 °C y el tiempo lo variaron de 2-20 hrs sin atmósfera controlada. Por último las partículas de NaCl las disolvieron en dos pasos. Los resultados mostraron que los parámetros que más influyen en la formación de la espuma son la presión, sinterización y porcentaje de Al, concluyendo que los parámetros óptimos fueron: presión 550 MPa, tiempo de sinterización 2 hrs y 40 % en peso de Al [3].

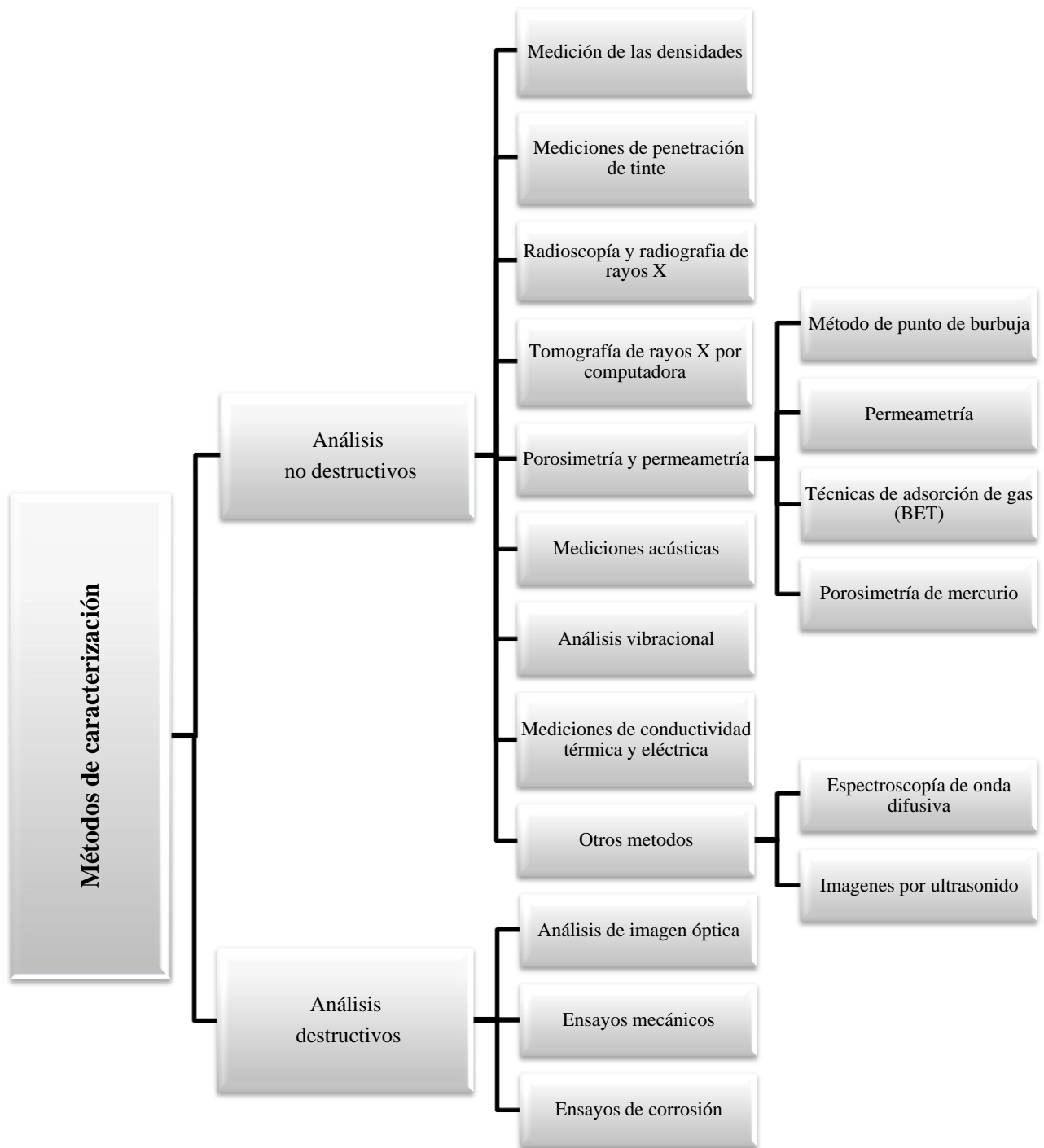
H. Bafti et al. utilizaron carbamida en forma esférica para producir espumas de Al por SDP mediante la ruta de metalurgia de polvos, logrando porosidades de 40-85 % en volumen. De igual manera evaluaron el efecto en las propiedades mecánicas de los parámetros: presión de compactación, tiempo de disolución y temperatura del material de sacrificio y adición de otros elementos. Concluyendo que las condiciones óptimas de producción fueron 300 MPa de compresión, y temperatura de sinterización 640 °C durante 2 hrs. Los resultados obtenidos mostraron que la adición de Sn y Mg en cantidades de 1 % en peso al Al mejora el proceso de sinterización [32].

Y. Hangai et al. fabricaron espumas de Al de poro abierto mediante el proceso SDP, aplicando el método FPC (Friction Powder Compaction) con lo que evitaron el uso de fuentes externas de calentamiento ya que la unión entre partículas se lleva a cabo mediante principios de unión mecánica. Lograron porosidades de 74 y 83 % en volumen. Para esto mezclaron polvo de Al (20µm) y NaCl (180-600µm), sinterizaron mecánicamente lo cual consiste en colocar la mezcla de polvos dentro de una placa y ser compactada mediante una máquina rotatoria a velocidad de rotación de 950 rpm y una velocidad de sumersión 1mm/min, después maquinaron las probetas y por último extrajeron el material de sacrificio. Donde la etapa de lixiviación del material de sacrificio la observaron mediante tomografía computacional de rayos X. Por último, las pruebas mecánicas a compresión mostraron un comportamiento de material poroso [33].

A. Hassani et al. fabricaron espumas de Al de poro abierto con densidades y tamaños de poro graduados usando la técnica “*Space holder*”, para dicha experimentación utilizaron los valores encontrados en trabajos anterior y la novedad de dicho trabajo fue que variaron el tamaño de partícula del material de sacrificio a lo largo de la altura de la espuma. Los resultados obtenidos muestran que a compresión las espumas con tamaño graduado (SGF, por sus siglas en inglés) muestran una amplia zona en la curva esfuerzo-deformación de la zona de absorción de energía, altos valores de esfuerzos en la zona de densificación y alta eficiencia en absorber energía con respecto a las mismas espumas pero sin ser graduadas. Finalmente, determinaron que el uso de carbamida como material de sacrificio produce mejores densidades en espumas graduadas con respecto a NaCl [34].

Métodos de caracterización

Dentro del área de la investigación de los materiales una etapa importante es la caracterización ya que allí es cuando se puede conocer de manera concisa las propiedades y estructura del material en análisis. Para los materiales metálicos porosos existen muchas formas y tipos de caracterizarlos. En general se pueden distinguir las técnicas en destructivas y no destructivas [5]. El esquema 1.2 muestra las diferentes técnicas de caracterización empleadas para caracterizar materiales porosos.



Esquema 1.2 Muestra la clasificación y las diferentes técnicas de caracterización de materiales porosos.

Propiedades de materiales porosos

La gran importancia del uso de materiales porosos se debe a las propiedades mecánicas, acústicas, entre otras, así como la capacidad de absorber energía, que contienen este tipo de material. Donde las propiedades dependerán principalmente de la forma, tamaño, tipo, número, uniformidad y área superficial de los poros. De igual manera, las estructuras que presentan porosidad abierta poseen características especiales para aplicarse como filtros, separadores, intercambiadores de masa o energía, mientras que las espumas de poro cerrado se usan como absorbedores de energía y sonido de igual forma tienen amplias aplicaciones como materiales estructurales [35].

De acuerdo a investigaciones realizadas las espumas de Al han sido vistas con buenos ojos en las últimas décadas debido a su baja densidad y sus propiedades funcionales como: la absorción de energía al impacto y del sonido, resistencia al fuego y calor [2].

Aplicaciones de materiales porosos

Los materiales celulares han tenido una amplia gama de aplicaciones. Donde se debe considerar los siguientes factores:

Morfología: El tipo de poro necesario (poro abierto contra poro cerrado), cantidad de porosidad necesaria, tamaño de la porosidad deseada, área superficial interna total.

Metalurgia: Estado de la microestructura, aleación o metal, necesitado.

Procesamiento: Posibilidad de formar espumas o manufacturar composites donde perfiles o placas se les introduce materiales porosos.

Economía: Costos accesibles y disponibilidad para producción en grandes volúmenes.

Las posibles aplicaciones de las espumas metálicas son [5]: absorbedores de energía, filtros, silenciadores, apagadores de incendios, intercambiadores de calor y calentadores, materiales para la construcción, entre muchas otras. Sin embargo, para determinar el tipo de aplicación se debe considerar si es más importante la estructura que la funcionabilidad que va de la mano con el tipo de porosidad, como se observa en la Figura 1.1. Debido a esto y las múltiples aplicaciones existentes se pueden clasificar en tres grupos: funcionales, estructurales y arte-decoración Esquema 1.3.

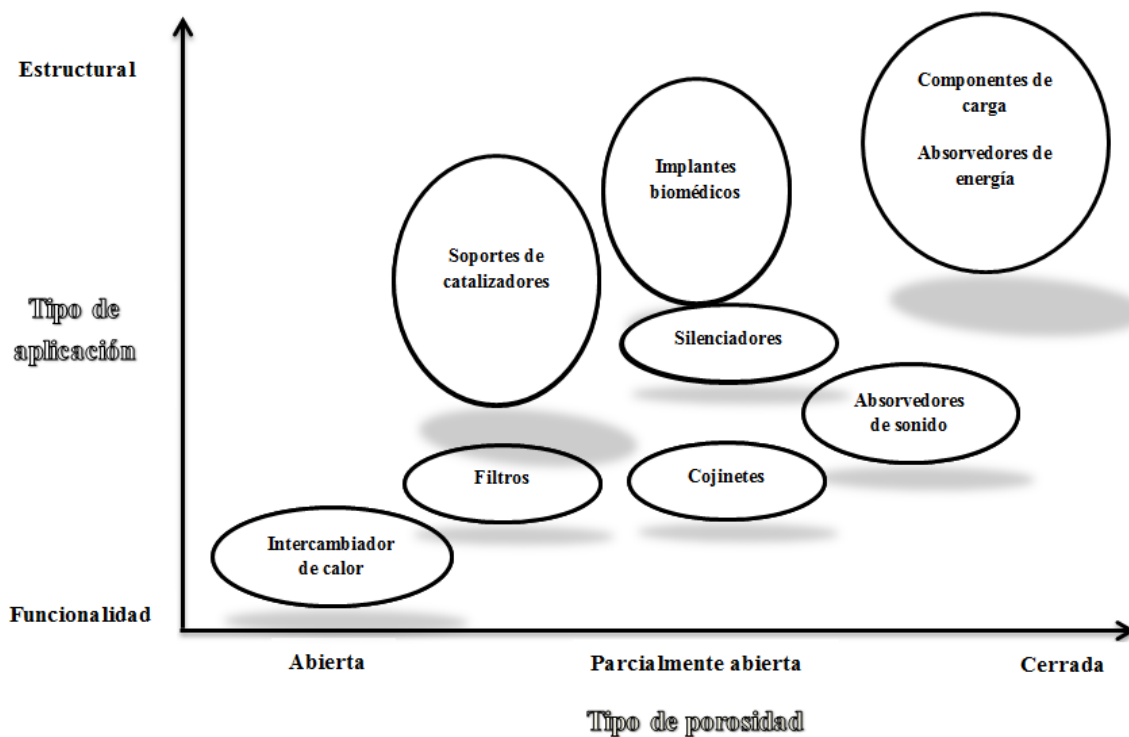
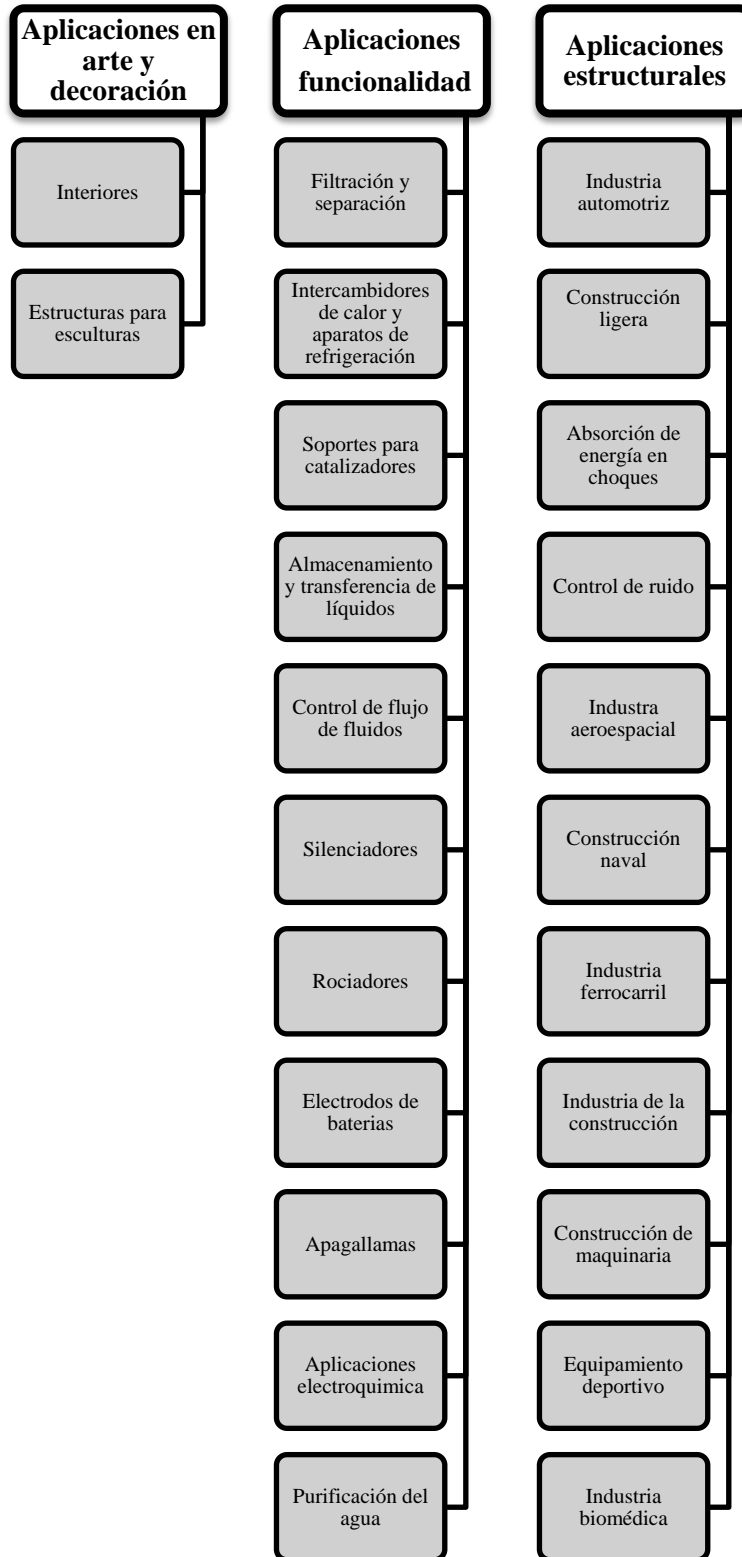


Figura 1.1 Aplicaciones de materiales celulares agrupados de acuerdo al grado de porosidad necesaria para el tipo de aplicación.
Modificada de referencia [5]



Esquema 1.3 Muestra los tres grupos en los que se pueden clasificar las aplicaciones de materiales porosos.

OBJETIVO GENERAL

Optimización de parámetros para la fabricación de espumas metálicas de Al por vía metalurgia de polvos usando la técnica DSP, sin uso de horno con atmósfera controlada.

OBJETIVO PARTICULAR

- I. Diseño y construcción de dispositivo para sinterización.
- II. Obtención y caracterización de la materia prima a utilizar.
- III. Fabricación de espumas metálicas mediante ruta sólida.
- IV. Determinación de la temperatura óptima.
- V. Estudio del efecto de la variación de la concentración de metal-material de sacrificio.
- VI. Estudio del efecto de la variación del tamaño de partícula del material de sacrificio.
- VII. Caracterización de las espumas metálicas obtenidas mediante MO, MEB y propiedades mecánicas a compresión.

CAPITULO II

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Tomando en cuenta los beneficios que ofrece el uso de la metalurgia de polvos y teniendo en mente la rentabilidad del proceso de obtención de espumas se decidió aplicar el proceso disolución-sinterización (DSP, por sus siglas en inglés), a continuación se mencionan los pasos para dicha investigación:

◆ **Selección de polvos.**

◆ **Mezclado:** polvos de Al y partículas esféricas de carbamida se mezclan hasta una distribución homogénea.

◆ **Compactación:** La mezcla de polvos es comprimida para obtener una pastilla en verde.

◆ **Disolución:** Mediante lavados con agua se extrae el material de sacrificio.

◆ **Sinterización:** se unen partículas de Al mediante tratamiento térmico.

Para dicha investigación fueron utilizados dos tipos de Al en polvo y partículas de carbamida esférica ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$) con diferente granulometría la cual fue cribada mediante uso de tamices, las esferas de carbamida y el Al fueron mezclados en razón de ~ 4 g en % en peso por muestra. La mezcla se hizo en un mortero de ágata durante 15 minutos, agregando 2 % volumen de etanol con el fin de mejorar la humectabilidad de las superficies de las esferas de carbamida mejorando el mezclado y logrando una distribución homogénea. Posteriormente, la mezcla se agregó dentro de un dado de acero con el fin de conformar pastillas en verde de Al- $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$, la compactación se llevó a cabo mediante una prensa hidráulica a 300 MPa durante 10 min. El paso siguiente consistió en extraer el material de sacrificio, por lo que se colocaron las muestras dentro de vasos de precipitados con agua durante dos horas y se realizaron lavados cada hora a temperatura ambiente con el fin de lixiviar la carbamida del compacto en verde. Por último, la sinterización consistió primeramente en encontrar la temperatura óptima de sinterizado por lo que se evaluó en un rango de temperaturas, durando aproximadamente 4 horas. Posteriormente fue estudiado el efecto de la variación de concentración de Al-material de sacrificio, y por último se evaluó el efecto del tamaño de partícula del material de sacrificio. Las variación de las concentraciones y el tamaño de partícula del material de sacrificio utilizados se muestran en la Tabla 2.1, donde se varió la concentración de Al de 30-60 % en peso y utilizaron dos tipos de tamaño de partícula de carbamida.

Tabla 2.1 Diferentes concentraciones y tamaños de material de sacrificio utilizados en la presente investigación.

	Al 30%	Al 40%	Al 50%	Al 60%
Carbamida	Carbamida	Carbamida	Carbamida	Carbamida
1-2mm	70%	60%	50%	40%
Carbamida	Carbamida	Carbamida	Carbamida	Carbamida
>2mm	70%	60%	50%	40%

Por último se caracterizaron todas las muestras obtenidas mediante microscopía óptica utilizando un equipo Olympus SZX16 Mod. SZX2-ILLK, con el fin de obtener el

tamaño y forma de poro. Para determinar interconexión y la unión entre partículas de Al se usó un Microscopio Electrónico de Barrido con Emisión de Campo (Jeol JSM 7600F) operado a 20 keV.

Las propiedades mecánicas fueron medidas mediante pruebas a compresión, utilizando una máquina de ensayos universales Instron 1125-5500R. Donde primeramente se programó el software Instron Merlin Serie Novena con los valores necesarios:

Tipo de ensayo: Compresión.

Tipo de material analizado: Material poroso.

Velocidad de cabezal: Varía para cada probeta.

Altura de muestra: Aproximadamente 12.6 mm aunque varía para cada probeta analizada.

Tiempo de prueba: Hasta obtener desplazamientos de deformación mayores a 6 mm o el colapso de la muestra.

Posteriormente se realizó un análisis de los datos proporcionados por el software Instron Merlin Serie Novena, primero se realizaron las conversiones:

De kg-fuerza \rightarrow MPa.

Desplazamiento de deformación \rightarrow % de deformación.

Esto con el fin de homologar las unidades reportadas en otros estudios reportados. De igual manera se realizaron ajustes en los valores del área de trabajo ya que el material analizado es poroso y solamente se deben considerar los valores del área del material sólido y no el área total de la espuma.

Con el fin de llevar un registro de la metodología experimental se registró en una bitácora los pesos de los polvos, así como el peso de cada compacto después de cada etapa del proceso (compactación, disolución y sinterización). Con la finalidad de calcular la

porosidad del compacto en verde ($\mathbf{P_c}$), y la porosidad de la espuma ($\mathbf{P_f}$), a partir de las siguientes ecuaciones:

$$P_c = 1 - (\rho_c / \rho_s) \quad \text{Eq. (1)}$$

$$\rho_s = \rho_{Al} * V_{Al} + \rho_{car}(1 - V_{Al}) \quad \text{Eq. (2)}$$

$$P_f = 1 - (\rho_f / \rho_{Al}) * 100 \quad \text{Eq. (3)}$$

Dónde:

ρ_c → Densidad del compacto en verde

ρ_s → Densidad del compacto teórica

ρ_{Al} → Densidad del Al

V_{Al} → Fracción volumétrica de Al en la mezcla

ρ_{car} → Densidad de la carbamida

ρ_f → Densidad de la espuma

Las densidades fueron calculadas partiendo de la ecuación $\rho = m/V$ (m = masa, V = volumen).

Con dicha información se realizaron gráficas de porosidad en verde, porosidad de la espuma y esfuerzo vs porcentaje de material sacrificio utilizado, todo esto, con el fin de conocer los comportamientos de los valores mencionados anteriormente.

CAPITULO III

SELECCIÓN DE MATERIA PRIMA

De acuerdo al método DSP elegido para la producción de espumas metálicas, la primera parte de la investigación consistió en elegir la materia prima (Al y carbamida) a utilizar que contribuyera a la obtención de los mejores resultados. Por tal motivo se examinaron dos tipos de Al denominados *UNAM* y *St*. El primero fue producido en la Facultad de Química, el segundo fue adquirido a la empresa Stanum S. A. Ambos fueron atomizados y presentaron las características mostradas en la Tabla 3.1, estos se analizaron mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), donde se observó la morfología, tamaño y distribución de las partículas Figura 3.1 y se realizaron análisis cuantitativos mediante Espectroscopia de Dispersión de Energía (EDE) para determinar la composición química y los elementos presentes en cada Al.

Tabla 3.1 Resultados de la caracterización de los polvos metálicos de Al.

Propiedad	<i>UNAMFQ</i>	<i>St</i>
Tamaño de partícula	75-200 μm	50-100 μm
Color	Gris oscuro	Gris brillante
Forma de partícula	Alargada-redondeada	Alargada-hojuela
Pureza	98.84 Wt%	84.38 Wt%
Otros elementos	Mg, Na, Si	Fe, Mg, Si, Mn

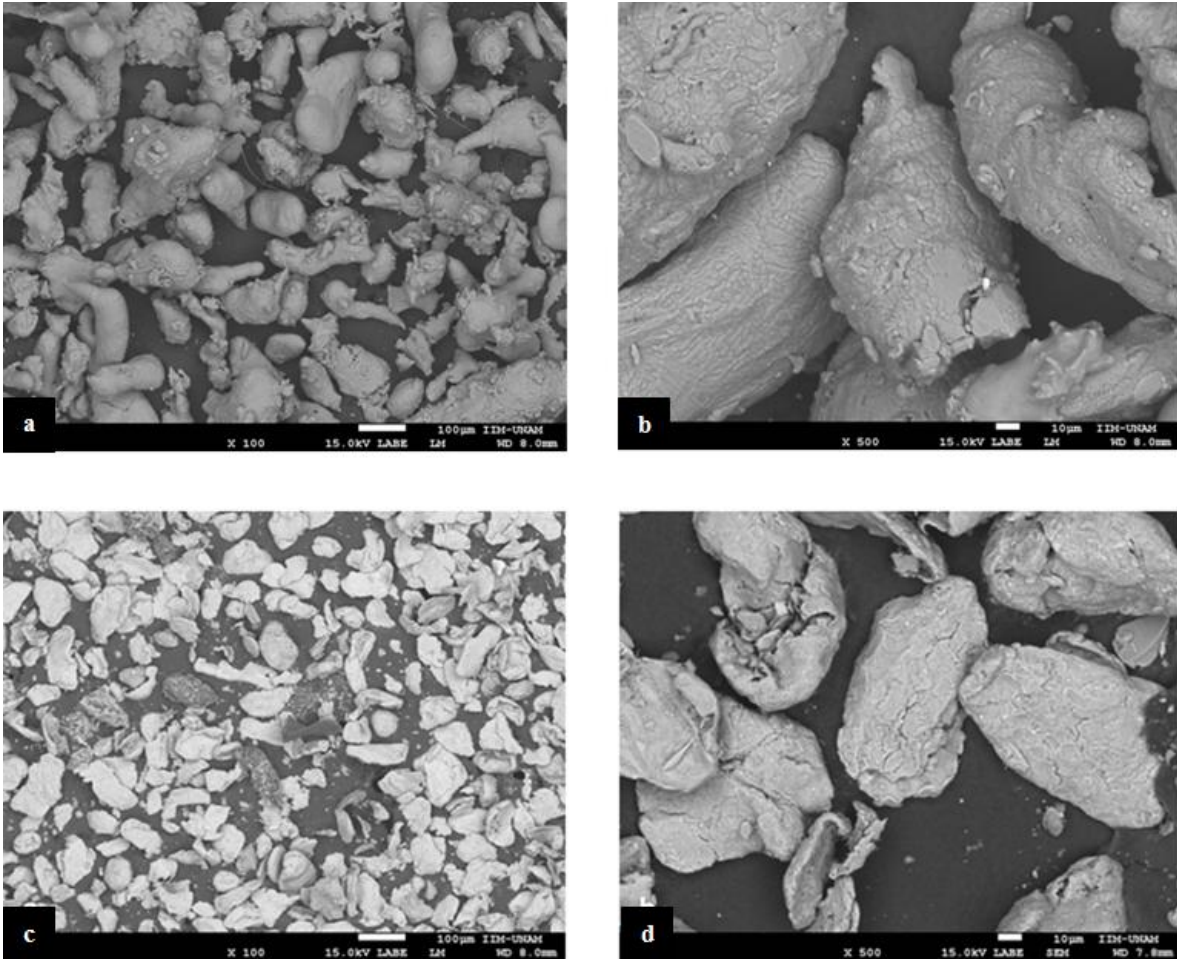


Figura 3.1 Micrografías de MEB de las partículas de Al utilizado en la investigación, a) Al *UNAM* a 100 aumentos, b) Al *UNAM* a 500 aumentos, c) Al *St* a 100 aumentos, d) Al *St* a 500 aumentos.

La Figura 3.1 muestra micrografías obtenidas mediante MEB, de los polvos de Al a 100 y 500 aumentos. En la Figura 3.1a se observa una distribución de tamaños de partículas muy irregular que va de 75-200 μm de largo de cada partícula, de igual manera la forma varía teniendo como base la forma alargada-redondeada. En la Figura 3.1b tomada a 500 aumentos al Al *UNAM*, se observa que la superficie de las partículas presenta rugosidad homogénea y existen partículas muy pequeñas de no más de 5 μm de largo. Por otro lado, en la Figura 3.1c se observan Al *St* donde las partículas presenta forma tipo hojuela y alargada, con un tamaño más homogéneo con respecto a las partículas de Al *UNAM* y más pequeño con valores entre 50-100 μm . Finalmente, en la Figura 3.1d se muestran las

partículas de Al *St* a 500 aumentos donde se muestra más a detalle la morfología de las partículas y se observa la presencia de grietas en la superficie, lo que aumenta en cierta forma el área superficial de las partículas.

Por otro lado, para la producción de espumas metálicas mediante la técnica propuesta, se necesita del uso del material de sacrificio, cuya función consiste en conformar espacios o huecos dentro de la estructura final del material, por lo tanto y debido a los requerimientos para tal investigación el material óptimo debido a su precio, forma, variabilidad de tamaños, impacto al medio ambiente, fácil disolución en agua y propiedades dadas a la espuma metálica, se eligió el uso de carbamida. Ésta presentó una forma regular y esférica, con 99.0% de pureza, de marca Sigma-Aldrich, ver tabla 3.2.

Tabla 3.2 Propiedades de la Carbamida

Fórmula química	CH ₄ N ₂ O
Densidad	1.335
Punto de fusión	133-135 °C
Pureza	99.0%
Marca	Sigma-Aldrich

La Figura 3.2 muestra las partículas de carbamida analizadas mediante MEB observándose la forma esférica, con la presencia de irregularidades en la superficie pero sin grietas o fracturas visibles Figura 3.2*a*. De igual forma, se observa la homogénea forma esférica y su tamaño regular Figura 3.2*b*, sin embargo se tiene la presencia de esferas que han sido segmentadas a la mitad o en partes.

Para concluir, con el fin de tener un mejor control de la forma, tamaño e interconexión de los poros de la espuma metálica. La carbamida, fue sometida a un proceso de cribado para homogenizar el tamaño de partícula por lo que se obtuvieron los siguientes tamaños de partículas: >2mm, 1-2mm y <1mm.

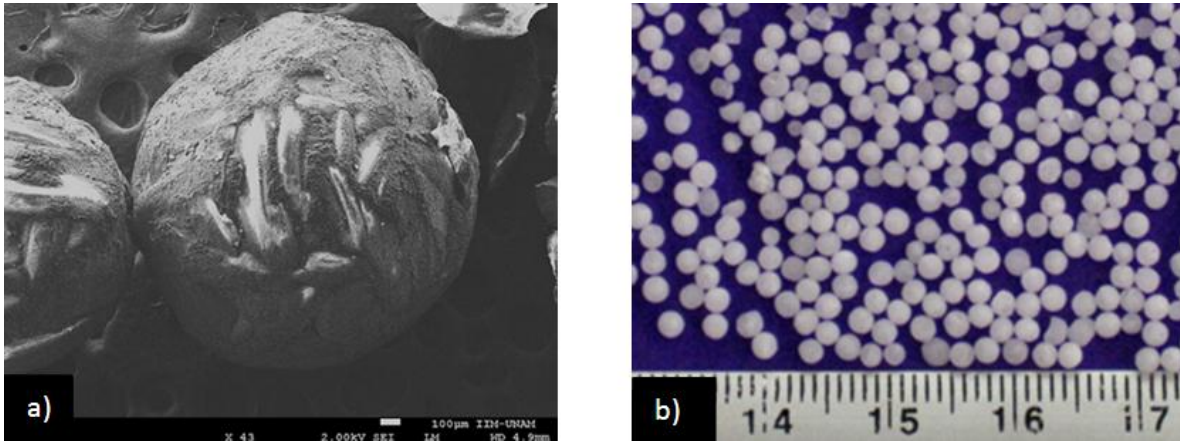


Figura 3.2 Muestra imágenes del material de sacrificio a) Micrografía de MEB de partículas de carbamida a 43 aumentos, b) Imagen de microscopio óptico, donde se observa la forma y tamaño de la carbamida.

CAPITULO IV

OBTENCION DE ESPUMAS METÁLICAS DE “Al” USANDO DISPOSITIVO I

Con el fin de obtener espumas metálicas de Al y de acuerdo a la metodología propuesta, primeramente se realizaron cálculos de porcentaje en peso para obtener 4 gr de peso total, en las relaciones 60/40, 50/50, 40/60 y 30/70 % en peso, de partículas de Al y carbamida respectivamente. Para esto se utilizó una balanza analítica marca Ohaus, modelo pioneer como la que se observa en la Figura 4.1.



Figura 4.1 Fotografía de la balanza analítica marca Ohaus, modelo Pioneer utilizada para obtener todos los pesos tanto de polvos, compacto en verde, espuma sin material de sacrificio y espuma metálica de Al.

COMPACTACIÓN

El paso siguiente consistió en la conformación de las muestras en verde, para ello se mezcló el Al *St* con material de sacrificio con tamaño de partículas entre 1-2 mm, a las concentraciones mencionadas en el párrafo anterior. Al tener esto, se mezclaron ambos polvos en un mortero de ágata durante diez minutos y se agregó etanol como agente aglomerante, lo cual tuvo como finalidad reblandecer la superficie de la carbamida, mejorando la adición de Al a las partículas del material de sacrificio. Al obtener una mezcla homogénea y bien distribuida, ésta se colocó dentro de una pastilladora Figura 4.2a. Esta tiene como función almacenar la mezcla realizada y mediante el uso de pistones y una prensa hidráulica marca Osyma Figura 4.2b obtener el compacto en verde aplicando 300 MPa de presión durante 10 min. La Figura 4.3a muestra el compacto en verde.

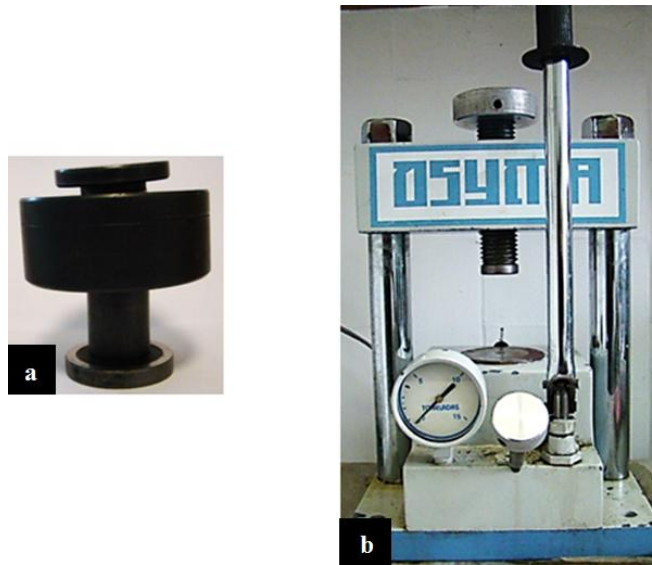


Figura 4.2. Fotografías que muestran a) Pastilladora y b) Prensa hidráulica marca Osyma, ambos equipos utilizados para la formación del compacto en verde.

La pastilladora fue realizada en el taller del IIM-UNAM, bajo las especificaciones del ASM Handbook Heat Treating [36], se seleccionó el acero tipo D2, el cual se austenizó a una temperatura de 850⁰C durante 10 min, posteriormente se templó en aceite obteniendo

una dureza de 58 RHC. Por último, con el fin de eliminar la posible concentración de esfuerzo y homogenizar la estructura y propiedades de la pastilladora ésta fue revenida a 450 °C durante 5 min.

DISOLUCIÓN

En esta etapa, el agente espaciante es retirado del compacto en verde mediante disolución, logrando con esto obtener la estructura porosa. La lixiviación de la carbamida se llevó a cabo colocando la muestra en verde dentro de un vaso de precipitado con agua, con capacidad de 1 l, se aplicaron lavados cada hora para las muestras con contenido de carbamida entre 40-60% en peso, durando el proceso un total de dos horas. Por otro lado, para las muestras con contenidos de carbamida de 70 % en peso, el proceso de disolución duró solo una hora. Posteriormente, las muestras fueron secadas al aire Figura 4.3b.



Figura 4.3 Fotografías de las muestras en las diferentes etapas del proceso de producción de espumas metálicas de Al. a) Después de la compactación, b) Posterior al proceso de sinterización y c) Muestra después de la caracterización de propiedades mecánicas a compresión.

SINTERIZACIÓN

Como se ha mencionado: la producción, mezclado, compactación, sinterización de polvos y operaciones de acabado son etapas de la metalurgia de polvos. En especial la sinterización que consiste en unir partículas entre las caras más próximas mediante la formación de cuellos metálicos causados por el incremento de la temperatura en cual debe ser entre 70-90 % del punto de fusión del metal). Sin embargo, las variables más importantes en el proceso de sinterización son la temperatura, el tiempo y el control de la atmósfera [37].

Para la obtención de espumas de Al por la técnica DSP, empleada en esta investigación se han reportado trabajos, donde en la mayoría se controla la atmósfera del horno donde se lleva a cabo la sinterización y solo un par de trabajos donde no se controla la atmósfera. Ya que, por principios termodinámicos el Al tiene gran afinidad por oxidarse al estar en contacto con el oxígeno, es por ello que la superficie, dependiendo del proceso, puede estar altamente oxidada. Esto trae consigo problemas que impiden que el proceso de sinterizado se realice adecuadamente, ya que la capa de óxido conformada por alúmina Al_2O_3 , la cual tiene un punto de fusión de $2072\text{ }^\circ\text{C}$; mayor al del Al puro ($660\text{ }^\circ\text{C}$) es muy difícil de eliminar mediante procesos térmicos, sin embargo existen dos formas para combatir los procesos de oxidación mencionados anteriormente. La primera es en la etapa de compactación, donde por medios mecánicos se rompe la capa de óxido logrando el contacto superficie metal-metal entre partículas. La segunda forma es controlando la atmósfera del horno donde se realice la sinterización, sin embargo, la desventaja más importante por esta ruta es el alto costo de los hornos con atmósfera controlada. Por tales motivos, se propuso y diseñó un dispositivo llamado *sinter1* en el cual se pueda llevar a cabo el proceso de sinterización controlando la atmósfera Figura 4.4.

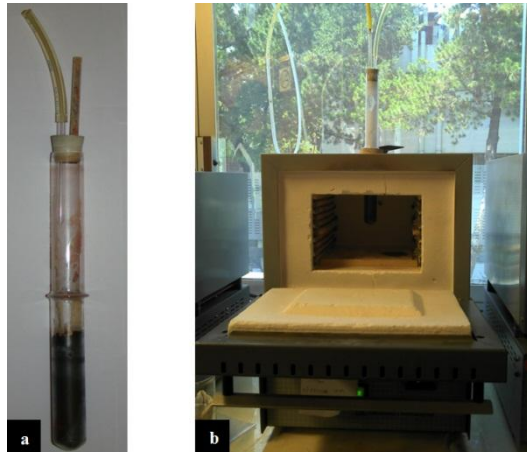
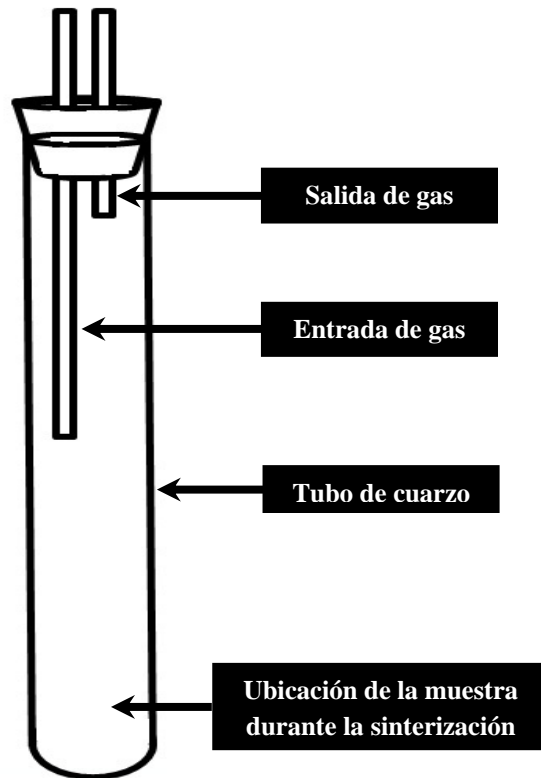


Figura 4.4 Fotografías del dispositivo *sinter I* utilizado para la obtención de espumas metálicas de Al. a) Componentes del dispositivo *sinter I*, b) Dispositivo *sinter I* en funcionamiento.



Esquema 4.1 Representación del dispositivo *sinter I* utilizado para la obtención de espumas metálicas de Al. Donde se muestra los tubos de entrada y salida del gas, así como el lugar que ocuparon las muestras durante la sinterización.

Primeramente se determinó la temperatura óptima de sinterización, por lo que las muestras en verde, previamente disueltas, fueron colocadas dentro del dispositivo *sinter I* Esquema 4.1. Después se aplicó un tratamiento térmico que se muestra en la Figura 4.5. Dicho tratamiento térmico de sinterización se dividió en dos zonas: la zona I, inicia a una temperatura de 25° he incrementó hasta 200 °C a una velocidad de 30 °C/min. Después, esta temperatura fue mantenida durante una hora con el fin de eliminar la humedad presente en las muestras evitando procesos de oxidación superficiales en las partículas de Al, por otro lado, se buscó que en caso de que existan residuos de partículas de carbamida, estos salgan de la estructura porosa en forma líquida ya que el punto de fusión de la carbamida es de 133 °C proporcionado por el fabricante Aldrich. La zona II, empieza con el incremento de la temperatura de 30 °C por minuto hasta llegar a la temperatura de sinterización establecida, al lograr la temperatura deseada, se mantuvo durante una hora y después se dejó enfriar a temperatura ambiente.

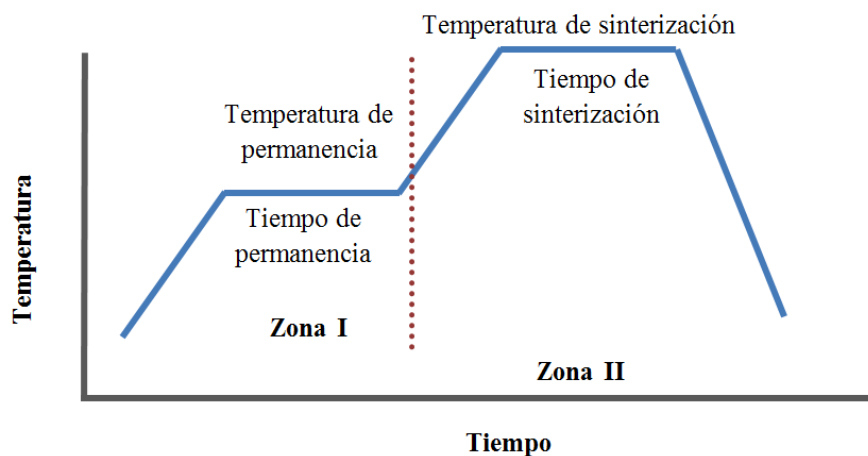


Figura 4.5 Imagen que muestra la rampa de calentamiento utilizada para encontrar la temperatura óptima de sinterización.

Al obtener las muestras sinterizadas se caracterizaron mediante MEB, esto se realizó con el fin observar tres aspectos importantes, los cuales fueron:

1. Tipos y forma de la porosidad.
2. Uniformidad e interconexión entre los poros.
3. Unión entre las partículas de Al.

Estos tres puntos fueron evaluados a diferentes temperaturas 580° , 600° , 620° , 640° y 660° C. A continuación se muestran los resultados.

La primera temperatura analizada fue a 580° C. La Figura 4.6 muestra las micrografías de MEB, a 40 aumentos, de diferentes partes de la espuma metálica. Aquí se observa tanto en las Figuras *a* y *b* una buena interconexión entre poros debido a dos factores principales: el primero, a la buena elección de la proporción entre polvo metálico y material de sacrificio (50%-50%), y el segundo factor corresponde a los valores utilizados en el proceso de compactación, lo cual ayuda a que exista conexión entre las superficies de partículas de carbamida, ya que el tamaño de interconexión es amplio.

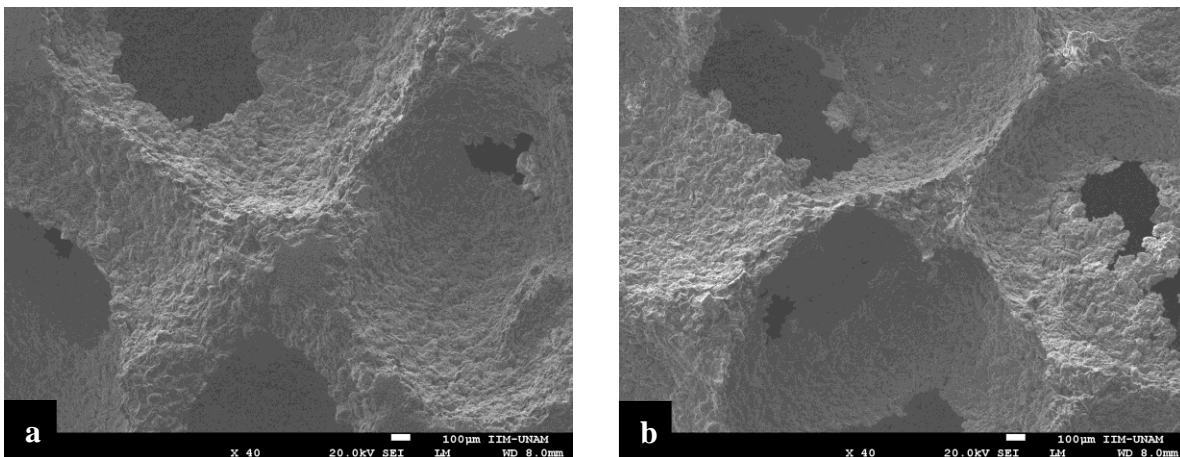


Figura 4.6 Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 580° C. a) Corresponde a la parte central de la espuma, b) corresponde a los límites de la espuma metálica.

De igual manera, la forma de los poros es generalmente esférica con algunas deformaciones menores, que son atribuidas a la presión de compactación. Con respecto a la superficie se tiene una rugosidad amplia en la mayoría de la espuma metálica con excepción de unas cuantas zonas, como se puede ver en la Figura 4.6a en la parte central, pero ésta área es mínima con respecto al volumen total de la espuma.

Uno de los objetivos que se buscó en el presente trabajo es la unión entre partículas de Al, ya que el grado de unión entre ellas determina ciertas propiedades, como las mecánicas. En la Figura 4.7, se observan varias micrografías a 5000, 1000, 500 y 100 aumentos respectivamente. Estas fueron obtenidas mediante MEB a espumas de Al en concentraciones 50-50 % de partículas de Al y carbamida respectivamente. En el inciso de la Figura 4.7a se observa que no existen uniones entre las partículas para las condiciones dadas, ya que la separación entre partícula y partícula es de $1\mu\text{m}$ aproximadamente. Esto se corrobora en la imagen de la Figura 4.7b donde de manera más general se observa la misma tendencia que en la Figura 4.7a donde las partículas de Al no están unidas. Con estos resultados se puede afirmar que si el proceso de sinterización se está llevando a cabo, la fusión incipiente entre partículas es muy superficial. Esta afirmación se puede observar en la Figura 4.7c la cual es muy similar a la de Figura 3.1, del capítulo III que corresponde a la materia prima. En ambas se observa que la morfología y tamaño de las partículas de Al es muy similar, lo cual indica que no existen cambios significantes durante el procesamiento de sinterización realizado. Por último la Figura 4.7d muestra la espuma de Al tomada a 100 aumentos. En ésta se observa una distribución regular de partículas de Al, sin embargo, entre los límites de cada partícula, se presentan amplios espacios, lo cual no favorece la unión entre partículas. Conforme a lo anterior, la unión que existe entre las partículas puede ser atribuida a la unión mecánica que se realizó durante el proceso de conformación de la muestra en verde. Por lo tanto, en las condiciones manejadas, se demuestra que no es posible obtener de manera satisfactoria espumas metálicas de Al que puedan ser manejadas sin que colapsen.

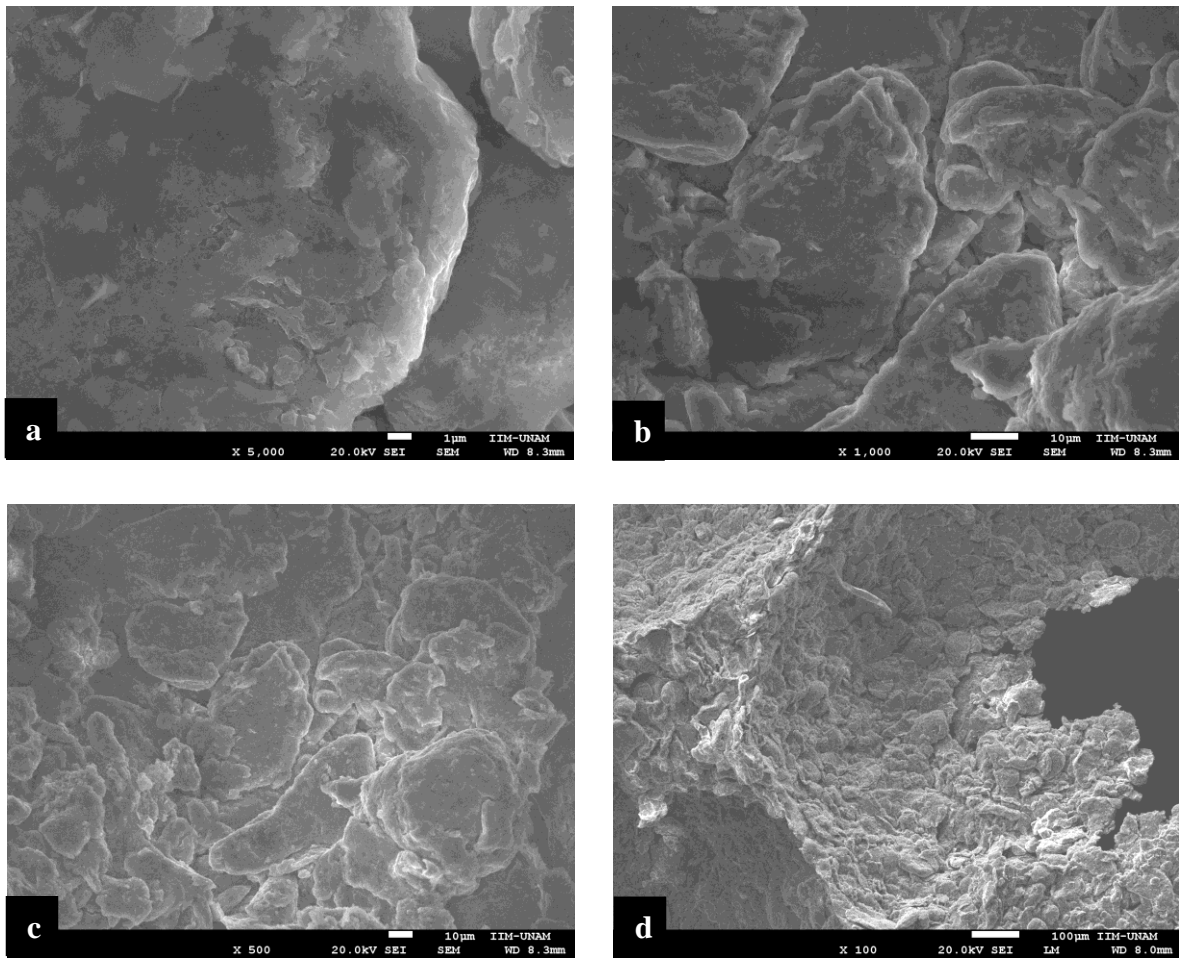


Figura 4.7 Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 580 °C. a) 5000, b) 100, c) 500 y d) 100 aumentos.

Ya que a la temperatura de 580 °C, no fue posible sinterizar los polvos de Al satisfactoriamente, se prosiguió a estudiar el efecto de la temperatura de sinterización a 600 °C. La Figura 4.8 muestra micrografías de MEB, tomadas a las espumas de Al con una relación de 50-50% en peso de partículas de Al y carbamida respectivamente. En la Figura 4.8a se observa la muestra después del proceso de sinterización. En esta figura se observa la presencia de la interconexión abierta entre la mayoría de los poros. De igual manera tanto en las Figura 4.8a y 4.8b se observa que la forma de los poros es esférica, debido a la forma del material de sacrificio. La deformación en algunos poros se debe a la presión ejercida de 300MPa en la etapa de compactación, sin embargo en la Figura 4.8b se muestra

que la interconexión no solo es entre poro-poro, sino que existe la presencia de interconexiones entre varios poros, lo que demuestra que la estructura de la espuma metálica está interconectada.

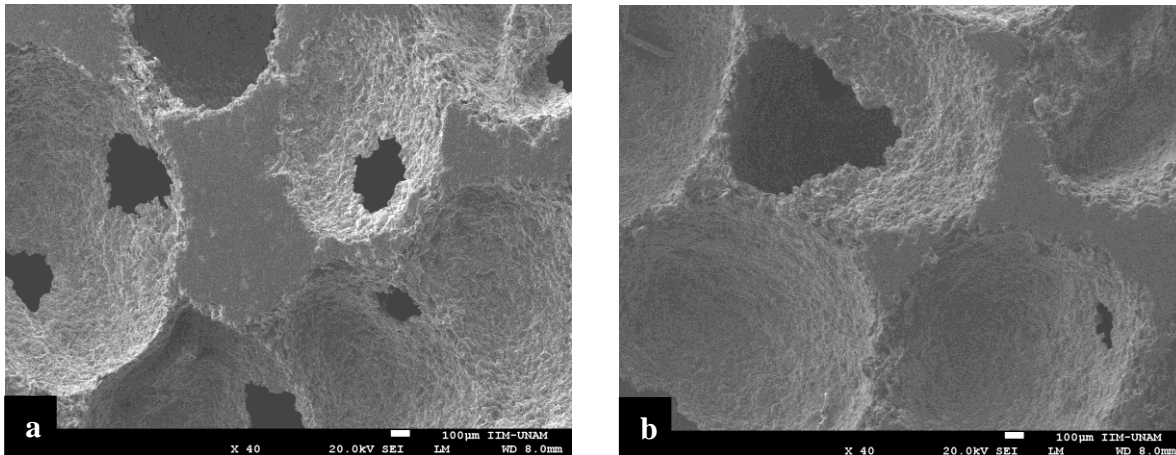


Figura 4.8 Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 600 °C. a) Parte central de la espuma, b) Límites de la espuma metálica.

Por otro lado, la Figura 4.9 muestra el análisis de las espumas metálicas de Al a diferentes aumentos mediante MEB. En la Figura 4.9a tomada a 5000 aumentos, se observa que la forma de las partículas de Al cambia, y se presenta la unión entre partículas de Al, aunque solo en pequeñas partes de la superficie de estas. Al observar las espumas metálicas a 250 aumentos Figura 4.9b se observa que las partículas de Al como tales cambian de forma con respecto de las partículas de Al utilizadas como materia prima. Esto indica que existe un reblandecimiento mínimo en la superficie, lo que demuestra que el proceso de sinterización se lleva a cabo. Sin embargo se observa aún la presencia de varios espacios en la superficie de los poros. En la Figura 4.9c se observa la rugosidad que presentan los poros, siendo menos drástica y marcada en comparación con la Figura 4.7d. Esto se debe a que la temperatura de trabajo indica que la sinterización ha iniciado, ya que se presentan mínimas uniones, causando que al contacto físico con las espumas obtenidas a estas condiciones se fragmenten. Lo cual no es conveniente ni deseado, por lo tanto se prosiguió a seguir estudiando la temperatura de sinterización.

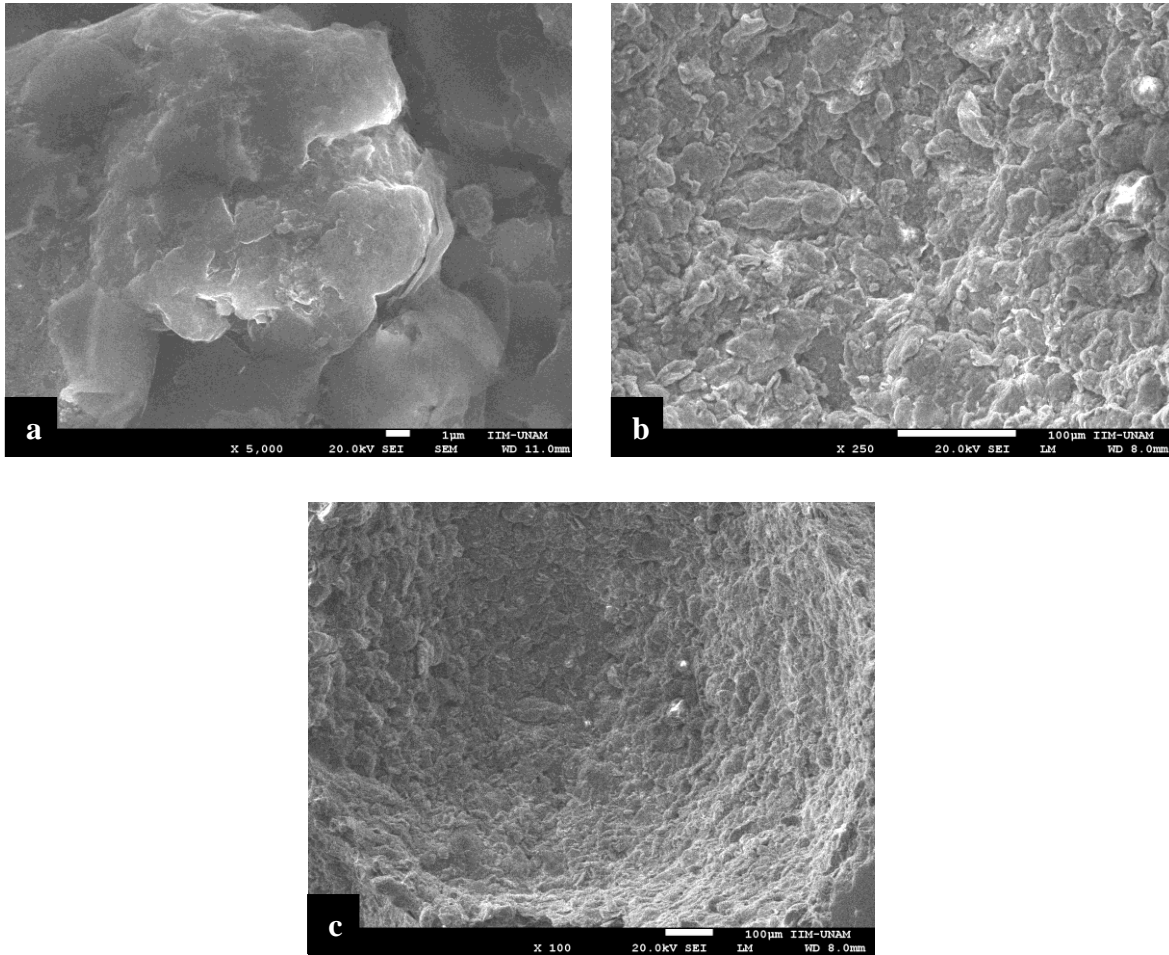


Figura 4.9 Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 600 °C. a) 5000, b) 250 y c) 100 aumentos.

Al continuar con el estudio de la optimización de la temperatura de sinterización, ahora se presenta los resultados a la temperatura a 620 °C. La Figura 4.10 muestra las micrografías tomadas mediante MEB a espumas de Al a 40 aumentos en diferentes lugares de la estructura. Tanto en la Figuras 4.10a y 4.10b se observa una gran interconexión entre poros y poros vecinos, de igual manera se observa una forma generalmente esférica en la mayoría de los poros causado por la preforma dada por el material de sacrificio. Sin embargo, existen algunos poros que no presentan tanta regularidad en su forma, esto debido a la deformación causada en el proceso de conformado de la muestra en verde. De manera especial en la Figura 4.10a, se observa la interconexión entre varios poros, lo cual es

favorable, asegurando una interconexión a lo largo de la estructura de la espuma metálica de Al. De igual manera, en el Figura 4.10b se observa que el proceso de sinterización ha mejorado, ya que se observa la presencia de zonas sólidas en los límites de la estructura de la espuma metálica, lo cual proporciona estabilidad a la estructura evitando el desprendimiento de partículas de Al después del proceso de sinterizado.

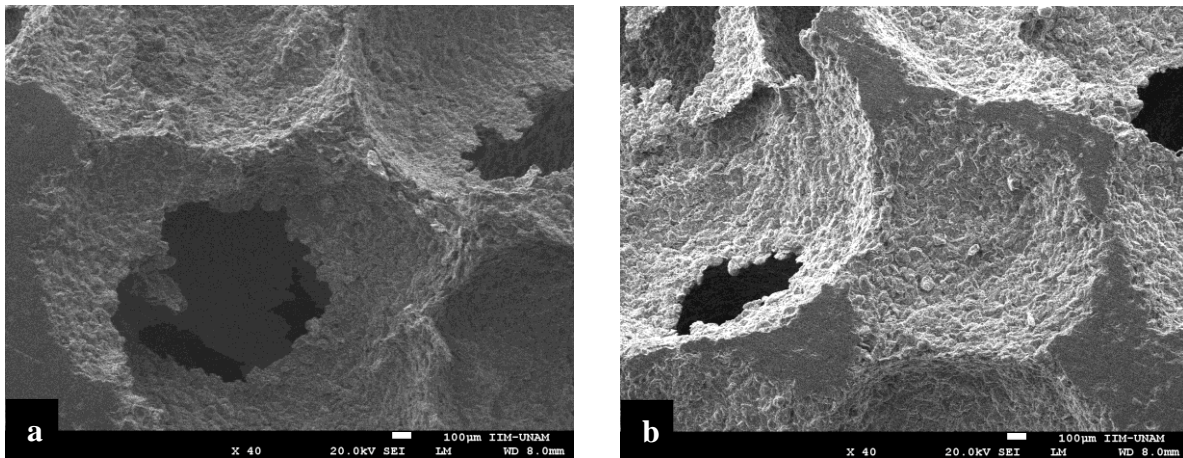


Figura 4.10 Micrografías de MEB a 40 aumentos de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C. a) Parte central de la espuma, b) Límites de la espuma metálica.

Con el fin de conocer el efecto del proceso de sinterización dentro de la estructura de la espuma metálica se analizaron las espumas a diferentes aumentos, estos se muestran en la Figura 4.11a donde se observa que existen varias uniones entre las partículas de Al de aproximadamente 1µm o más, lo cual indica que el aumento en la temperatura de sinterización favorece la unión entre partículas. Al observar de manera más general la estructura de la espuma metálica, en la Figura 4.11b se observa que aparte de incrementar el tamaño de la unión entre partículas, también aumenta en número de uniones entre partícula-partícula. Sin embargo, al comparar estas figuras con aquellas de la materia prima Figura 3.1, se observa que la forma de las partículas permanece similar, sin embargo han sufrido en su mayoría todas las partículas un reblandecimiento, en especial en la superficie, causando un incremento en las uniones entre las partículas de Al, pero sin llegar a la fusión.

Por último la Figura 4.11d muestra la superficie parcial de un poro dentro de la estructura de la espuma metálica de Al, donde se aprecia en comparación con la Figura 3.1c que aproximadamente el 50% de la morfología ha cambiado. Sin embargo, el otro 50% no sufrió cambios significativos, lo cual indica que aún se pueden mejorar los parámetros de sinterización.

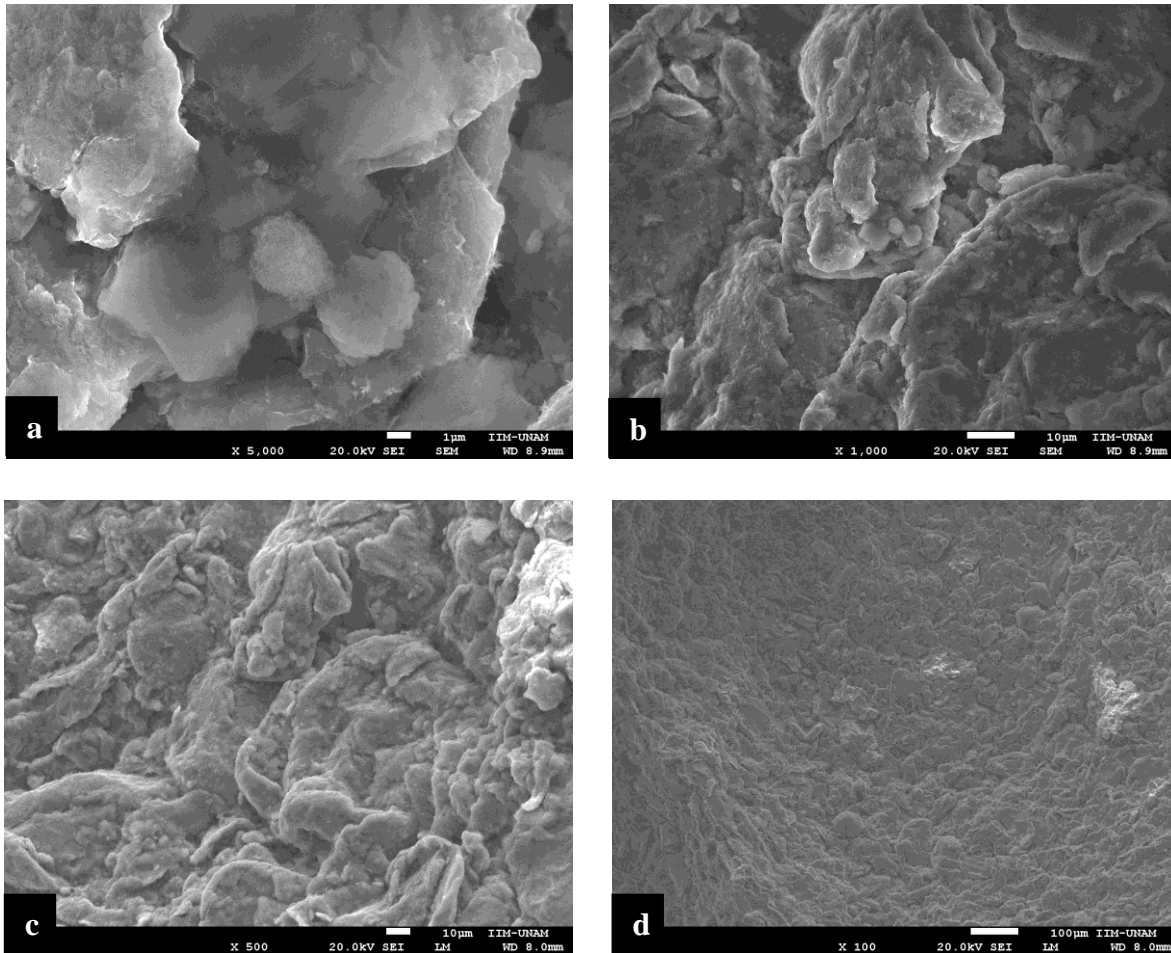


Figura 4.11 Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C. a) 5000, b) 1000, c) 500 y d) 100 aumentos.

Debido a los resultados mencionados anteriormente, se continuó con el estudio de la temperatura de sinterización, pero ahora a 640 °C. En la Figura 4.12 se muestra las micrografías obtenidas por MEB a espumas de Al después del proceso de sinterización. En la figura 4.12a se observan amplias zonas de material consolidado lo cual indica, a simple

vista, que el proceso de sinterización se mejoró significativamente, ya que este fenómeno no se había presentado en las temperaturas estudiadas con anterioridad. De igual manera tanto en la Figura 4.12a y 4.12b se observan múltiples y amplias interconexiones entre poros, lo cual es deseable, de igual manera, la forma de los poros presenta un comportamiento similar que en los experimentos anteriores. Por último, en la Figura 4.12b se observa que el tamaño de la interconexión entre poros aumenta favoreciendo la obtención de espumas metálicas de Al de porosidad abierta.

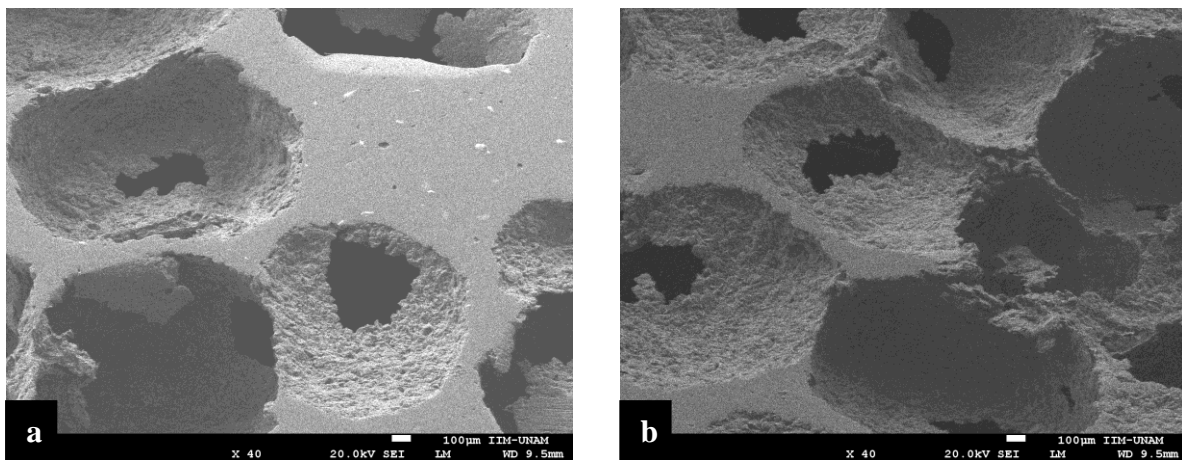


Figura 4.12 Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C. a) Parte central de la espuma, b) Límites de la espuma metálica.

De manera más particular, la Figura 4.13a muestra la existencia de uniones múltiples entre partículas de Al de 1µm a varios micrómetros, sin embargo aún se observan distancias amplias sin estar del todo sinterizadas. En el 4.13b se observa un notorio incremento de la homogeneidad y la presencia de uniones entre partículas con la existencia de espacios entre partículas, lo cual indica que el proceso de sinterización ha incrementado en comparación con las otras temperaturas estudiadas. La Figura 4.13c fue tomada a las mismas condiciones que los polvos de Al en el capítulo donde se habla de la materia prima. Al comparar las micrografías se observa que la morfología cambió casi en su totalidad, existiendo mínimas similitudes entre ambas. Debido a un reblandecimiento casi total en la

superficie de los polvos de Al asegurando la sinterización, sin embargo, se presenta el mismo fenómeno mencionado anteriormente, donde todavía existen espacios amplios entre partículas en un rango de 10-20 μm , lo cual indica que aún se puede mejorar la temperatura de sinterización. Para concluir, comparando la Figura 4.13d con la Figura 3.1c, se observa que las partículas de Al han cambiado su forma en 60%, causando la conformación de amplias zonas de material sinterizado lo cual favoreció las propiedades mecánicas.

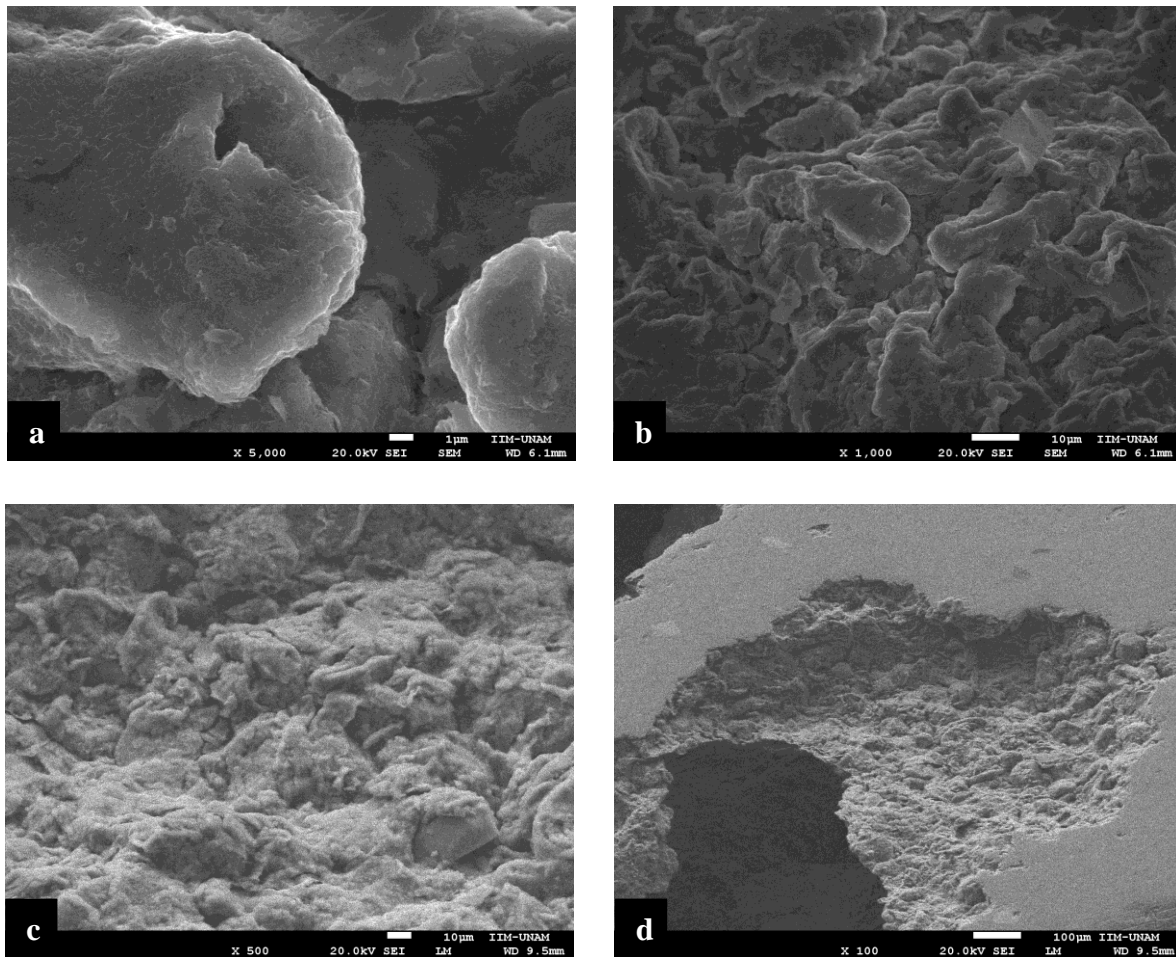


Figura 4.13 Micrografías de MEB a diferentes aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C. a) 5000, b) 1000, c) 500 y d) 100 aumentos respectivamente.

Con el fin de corroborar que se ha encontrado la temperatura óptima de sinterización, se estudió la temperatura de sinterización a la temperatura de 660 °C, mediante MEB. En la Figura 4.14 se muestra una amplia homogeneidad en la forma y tamaño de los poros como de las interconexiones entre poros. De igual manera se observan amplias zonas sólidas, en especial en la Figura 4.14a. Aquí, a pesar de tener un mínimo espesor, las partículas se han sinterizado de forma satisfactoria ya que la superficie no sufre desprendimientos de partículas. Con respecto a la rugosidad que presentan los poros, ésta tiende a desaparecer, este fenómeno se atribuye al reblandecimiento y unión entre partículas de Al, lo que favorecería la obtención de espumas de Al con propiedades mecánicas aceptables.

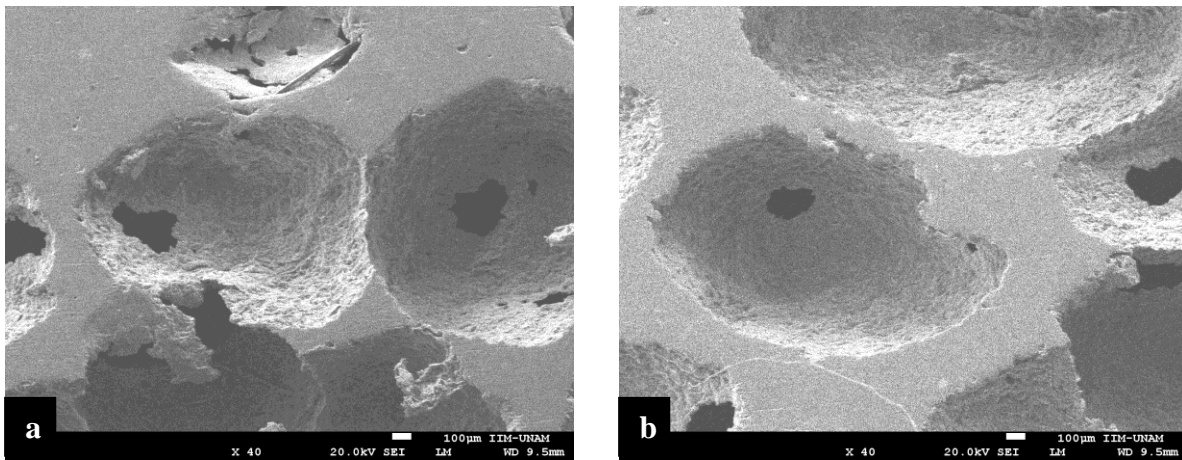


Figura 4.14 Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 660 °C. a) Corresponde a la parte central de la espuma, b) corresponde a los límites de la espuma metálica.

Al analizar la información obtenida en este capítulo, se demuestra que la temperatura de sinterización óptima es de 660 °C, existiendo una incongruencia ya que de acuerdo a la literatura a esta temperatura el Al puro cambia de estado sólido ha estado líquido, esto conlleva a que el proceso de sinterización no sea redituable en varios aspectos como: económicos, tiempos y temperatura de sinterización. Sin embargo, una forma de explicar dicho fenómeno sería:

- I. Los análisis de EDE realizados al polvo de Al *St* utilizado como materia prima, muestran un contenido de 85% de Al y 14% de hierro aproximadamente. Esto indica que no se trabaja con Al puro, sino con una aleación Al-Fe, ya que la presencia de altos contenidos de hierro hace que los puntos de ablandamiento y de fusión de dicha aleación se incrementen por encima de la temperatura de fusión del Al puro como se muestra en el diagrama de fases Fe-Al en donde observa la formación de la aleación FeAl₃ + Al hasta la temperatura de 655 °C, por otro lado, a partir de la temperatura de 660 °C se obtiene la aleación FeAl₃ + Al_{líquido}.

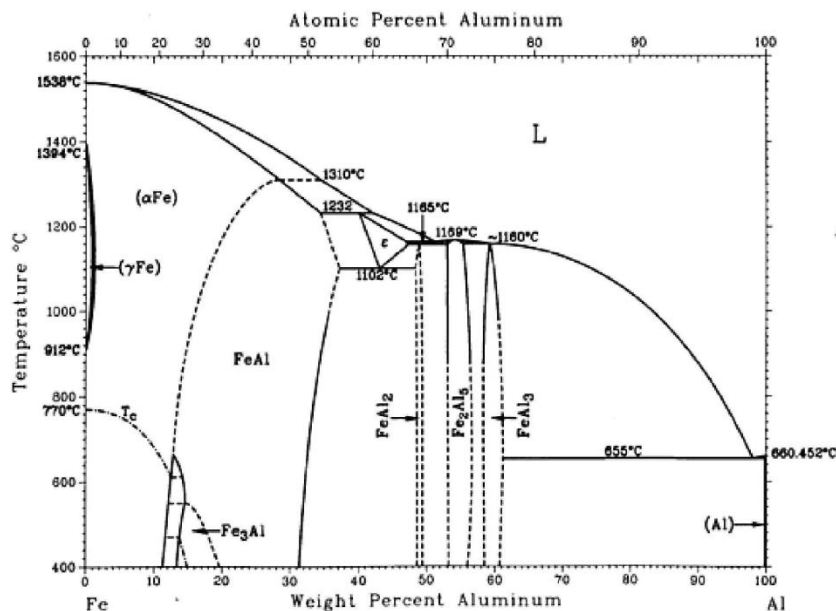


Diagrama de fases Fe-Al. Extraído de Metals Handbook, Vol. 63. 10th Edition, ASM International, 1992.

- II. Los altos contenidos de Fe influyen de manera drástica en el proceso de sinterizado debido a la gran afinidad que tiene con el oxígeno formando capas de óxido en la superficie de cada partícula. Contribuyendo a la formación de barreras que evitan que el proceso de sinterizado del Al se lleve de manera satisfactoria.

- III. El proceso de control de atmósfera se muestra deficiente ya que la forma del dispositivo produce un diferencial de presiones a lo largo de este, causando una mala extracción de oxígeno y gases, afectando el proceso de sinterizado por el alto estado de oxidación existente dentro del dispositivo de control de atmósfera.

- IV. Finalmente, se puede concluir que los polvos utilizados en este capítulo no son aptos para la fabricación de espumas metálicas de Al y que el dispositivo de control de atmósfera no funciona de la manera deseada.

CAPITULO V

OBTENCIÓN DE ESPUMAS METÁLICAS DE “Al” USANDO DISPOSITIVO II

Debido a los resultados del capítulo anterior se optó por modificar elementos importantes en la etapa experimental, estos fueron los siguientes:

- Cambio del tipo de Al utilizado como materia prima.
- Diseño de un nuevo dispositivo para control de atmósfera.

Lo anterior se realizó con el fin de mejorar tanto los parámetros de obtención como las propiedades de las espumas de Al, de acuerdo a la metodología propuesta, primeramente se realizaron cálculos de porcentaje en peso para obtener 4 g en peso total, de las relaciones 60-Al/40-Carbamida, 50-Al/50-Carbamida, 40-Al/60-Carbamida y 30-Al/70-Carbamida respectivamente. Esto se realizó en la balanza analítica que se muestra en la Figura 4.1 del capítulo cuarto.

COMPACTO

El paso siguiente consistió en la conformación de compactos en verde, para ello se mezcló Al *UNAM* con material de sacrificio con tamaño de partículas entre 1-2 mm, en las concentraciones mencionadas en el párrafo anterior. Se utilizó un mortero de ágata para mezclar ambos polvos durante diez minutos y se agregó alcohol etílico como agente aglomerante. Al obtener una mezcla homogénea y bien distribuida, esta se colocó dentro de una compactadora Figura 4.2, aplicando 300 MPa de presión, durante 10 min, con el fin de obtener un compacto en verde.

DISOLUCIÓN

Ahora el material de sacrificio es retirado del compacto en verde mediante su disolución, dejando así la estructura porosa. La lixiviación de la carbamida se llevó a cabo colocando el compacto en verde en agua dentro de un vaso de precipitado con capacidad de 1 l, se aplicaron lavados cada hora, durando el proceso dos horas, posteriormente las muestras fueron secadas al aire, para asegurar la eliminación de agua se pesó cada muestra y se comparó con el peso teórico.

SINTERIZACIÓN

En dicho etapa, Primeramente se determinó la temperatura idónea de sinterización, por lo que los compactos en verde fueron colocadas dentro del dispositivo *sinter II* Figura. 5.1, al cual se le incorporó el uso de válvulas y un sistema de vacío con el objetivo de mejorar y optimizar el proceso de sinterización. El tratamiento térmico aplicado se muestra en la Figura 4.4.



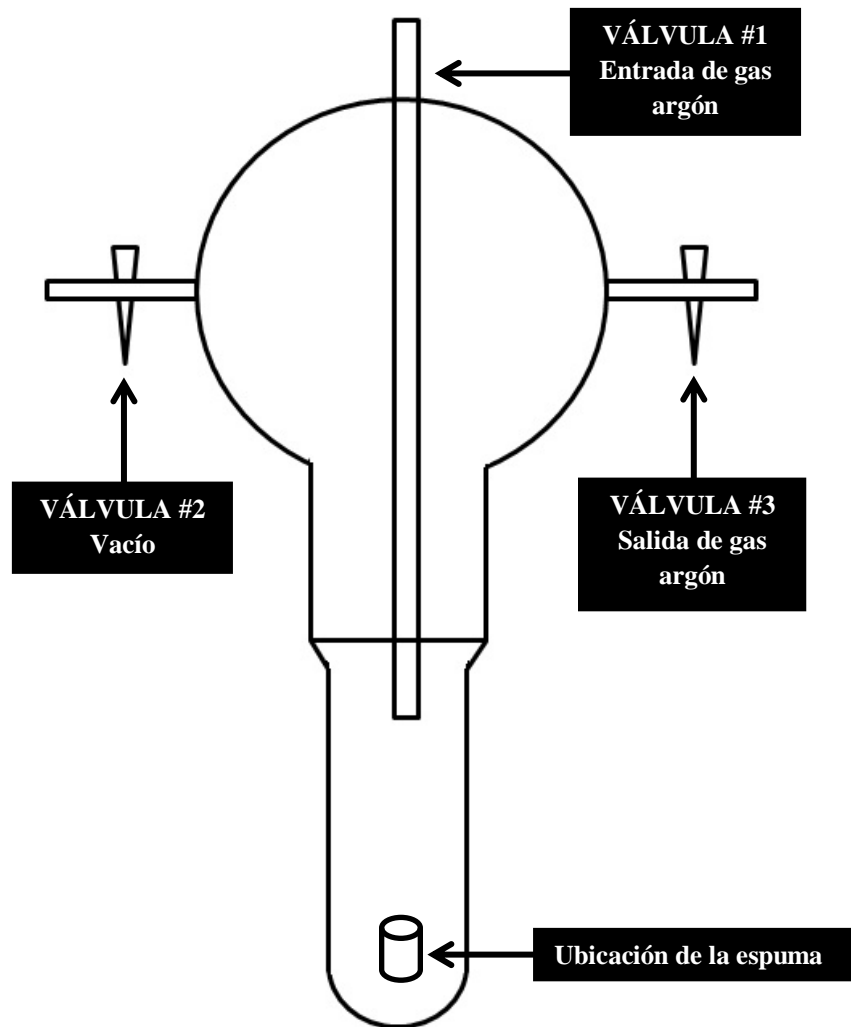
Figura 5.1 Dispositivo *sinter II*, el cual cuenta con sistema de vacío, válvula de tres vías y manómetro.

De manera más particular, la metodología desarrollada durante la sinterización es la siguiente: primeramente se colocan las espumas de Al en verde dentro de un tubo de cuarzo

de 2.54 cm de diámetro, recubierto con nitruro de boro, posteriormente el dispositivo *Sinter II* es colocado dentro de un horno mufla modelo 48000 marca Barnstead Thermolyne. Posteriormente se llevó a cabo la limpieza de la atmósfera dentro del dispositivo *Sinter II*, mediante la ejecución de purgas. Que consistió primeramente en abrir la válvula #1 para introducir gas argón dentro del dispositivo *sinter II*, hasta lograr una presión de 5mm Hg, a continuación se cierra la válvula #1, y se abre la válvula #2, la cual realiza vacío dentro del dispositivo *Sinter II*, mediante una bomba neumática modelo M8C vacuum pump, hasta obtener presiones de -24mm Hg, después se cierra la válvula #2 y se repiten las operaciones mencionadas anteriormente en 5 ocasiones. Con esto se asegura una limpieza de la atmósfera del dispositivo *sinter II*. Posteriormente, se abre la válvula #1 y la válvula #3 simultáneamente, con lo que se introduce y sale gas argón, existiendo un re-ciclo el cual se conserva durante todo el proceso de sinterización a una presión de 1mm Hg Esquema 5.1. Al finalizar el tratamiento térmico, inmediatamente el dispositivo *sinter II* es retirado del horno mufla conservando el flujo de argón pero en menor intensidad durante unos minutos, posterior a esto se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Al obtener las espumas sinterizadas se caracterizaron mediante microscopía óptica, MEB y mecánicamente a través de ensayo de compresión, al igual se realizaron cálculos de densidad y porosidad de las espumas de Al.

De acuerdo a los resultados del capítulo anterior, la primera temperatura a estudiar fue a 660 °C. Los resultados encontrados muestran que en todas las espumas el Al fundió en su totalidad, formando lingotes de Al en el fondo del tubo de cuarzo, esto se atribuye a que la temperatura de fusión del Al puro es de 660 °C. Sin embargo, estos resultados divergen drásticamente con los obtenidos en el capítulo cuarto ya que la temperatura óptima de sinterización que se encontró fue de 660 °C, al comparar ahora con los resultados encontrados y sabiendo que se manejaron las mismas condiciones experimentales se determinó que la composición química de Al es fundamental en el proceso de sinterización.



Esquema 5.1 Diagrama del dispositivo *sinter II*, donde se muestran la ubicación de los diferentes componentes.

Por lo anterior, se prosiguió a estudiar otra temperatura a las mismas condiciones experimentales, la cual fue a $640\text{ }^{\circ}\text{C}$, en la Figura 5.2 se muestran las micrografías obtenidas mediante MEB de espumas metálicas de Al a diferentes aumentos. En la Figura 5.2a tomada a 5000 aumentos, se observa una amplia unión entre partículas mediante la formación de cuellos metálicos de $5\text{ }\mu\text{m}$ de alto por $15\text{ }\mu\text{m}$ de ancho. Este fenómeno no solo ocurre en ciertas partes de la muestra, sino en la mayoría de la superficie de las partículas de Al. Quedando sin unión zonas donde se presentan más de dos partículas ya que el espacio entre superficies es más amplio haciendo más difícil la unión entre partículas

como se observa en Figura 5.2*b*. Sin embargo, dichas uniones entre partículas no solo son de decenas de μm sino que existen uniones que abarcan centenas de μm como se observa en la Figura 5.2*c*, esto demuestra que el proceso de sinterización se lleva a cabo satisfactoriamente. Por último al comparar la Figura 5.2*d* con la Figura 3.1*a* que corresponde a la materia prima, ambas micrografías tomadas a las mismas condiciones se observa que el proceso de sinterización causó cambios en la forma y tamaño de las partículas ya que ahora las partículas son simétricas. De igual manera la superficie de las partículas es lisa y homogénea.

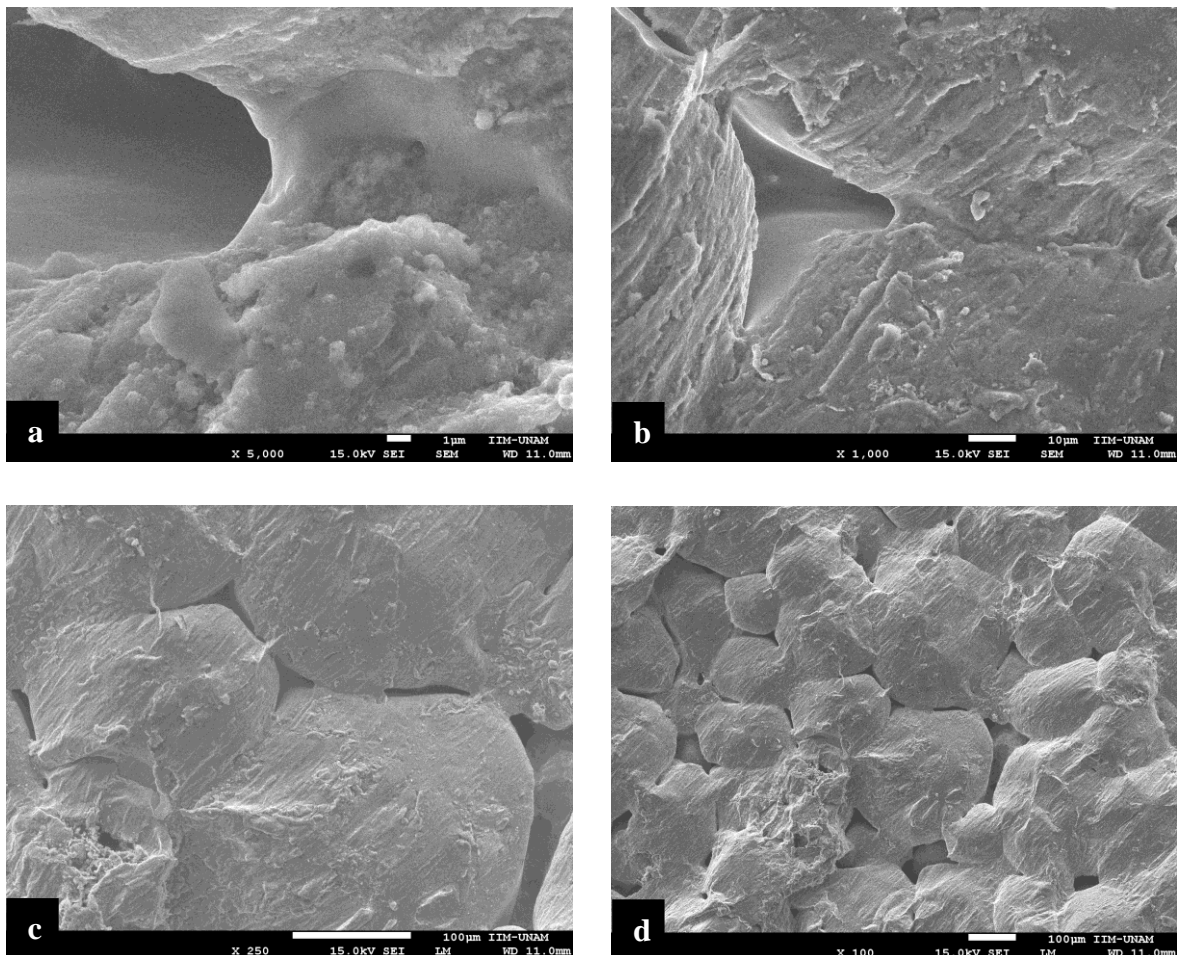


Figura 5.2 Micrografías de MEB a diferentes aumentos de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640⁰C utilizando Al- UNAM a 40 % en peso. a) 5000, b) 1000, c) 250 y d) 100 aumentos respectivamente.

Con respecto a la porosidad dentro de la estructura de las espumas de Al a 640 °C, la forma de los poros es regularmente esférica debido a la forma del material de sacrificio presentando amplia interconexión entre poros y la existencia de espacios entre las partículas de metal incrementando con esto la porosidad final de la espuma Figura 5.3a. Por último, el proceso de sinterización se lleva a cabo satisfactoriamente ya que existe la presencia de amplias zonas sólida y existe excelente unión entre partículas-partícula Figura 5.3b.

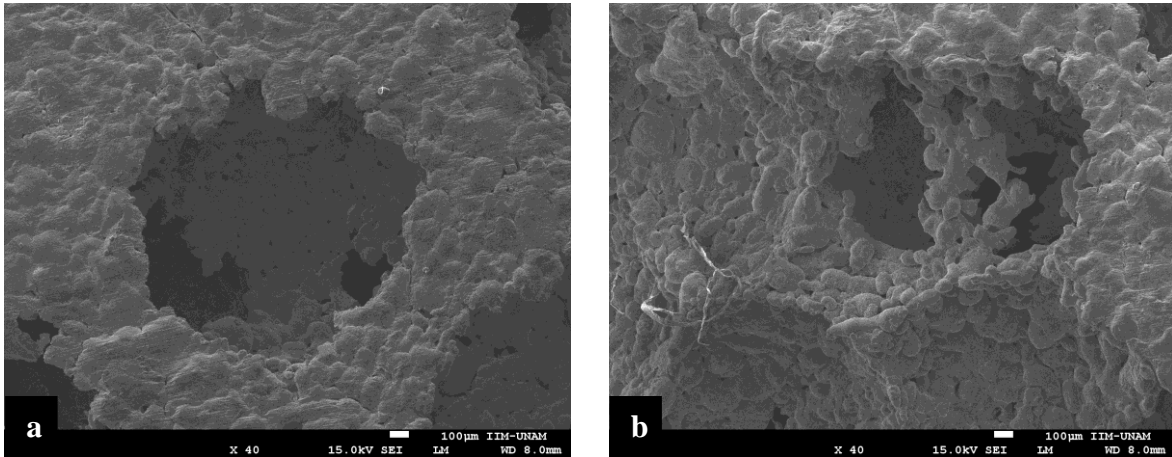


Figura 5.3 Micrografías de MEB a 40 aumentos, de espumas de Al después del proceso de sinterización a 640 °C utilizando Al *UNAM* a 50 % en peso. a) Corresponde a la parte central de la espuma, b) Corresponde a los límites de la espuma metálica.

De acuerdo a lo anterior se podría afirmar que la temperatura óptima de sinterización es a 640 °C ya que existe la presencia de amplias uniones entre partículas, las cuales son suficientemente fuertes brindando estructura a las espumas de Al con altas propiedades mecánicas.

Sin embargo, al examinar las espumas mediante microscopía óptica se observa que todas las muestras colapsan a la temperatura de sinterización de 640 °C, lo que significa que la preforma que crea el material de sacrificio se vence durante el proceso de sinterización, lo cual se atribuye a que la temperatura de sinterización es muy elevada y existe un exceso en el ablandamiento de las partículas de Al como se observa en la Figura 5.4, donde la

forma de los poros que debería de ser esférica con mínimas deformaciones, ahora es elíptica cambiando las dimensiones de la espumas drásticamente.

Ya que las condiciones dadas anteriormente proporcionaban grados de sinterización deseados, pero debido al problema de colapso presentado en la estructura de las espumas de Al, se propuso el estudio de una temperatura por debajo a 640°C con el fin de que brindara buena sinterización entre partículas y evitar problemas de colapso en la estructura. Por ello se eligió el estudio de la temperatura a 620°C .

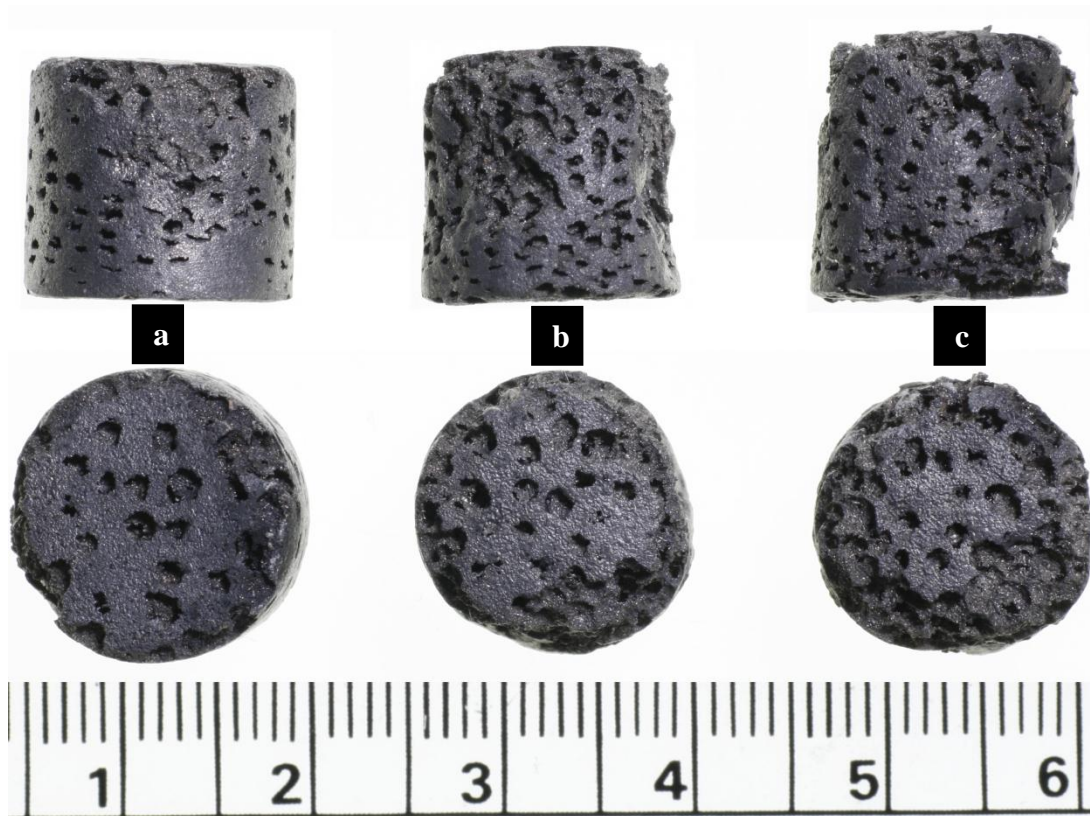


Figura 5.4 Imágenes ópticas de las espumas metálicas después del proceso de sinterización a 640°C utilizando Al-UNAM. a) Al 60 % en peso, b) Al 50 % en peso y c) Al 40 % en peso.

La Figura 5.5 muestra las micrografías obtenidas mediante MEB de espumas de Al sinterizadas a 620 °C. La Figura 5.5a, muestra que la cantidad de uniones disminuye en comparación con las logradas a la temperatura de sinterización de 640 °C, sin embargo las uniones presentan un ancho de 10 µm aproximadamente. Por otro lado, la superficie de los granos de Al, cambió, ya que es más lisa debido al ablandamiento del metal. Con esto desaparecieron rugosidades y microgrietas presentes en el Al antes del proceso de sinterización. Sin embargo, el número de espacios entre partículas tiende a incrementarse, observándose una distribución regular de cuellos a lo largo de las partículas Figura 5.5b. Comparando los resultados que se observan en la Figura 5.5c con los de la Figura 3.1a correspondiente a la materia prima, se observa que cambió la forma del polvo metálico ya que de tener una forma tipo tubérculo cambio a una forma redondeada, comprobando que a dicha temperatura de trabajo, existe el ablandamiento del metal lo que trae consigo la existencia de procesos de sinterización. De igual manera se observa que la interconexión entre partículas es amplia y bien definida. De acuerdo a lo anterior se determina que es factible producir espumas de Al a la temperatura de 620 °C.

Con lo anterior, se puede asumir que la temperatura de sinterización es idónea, debido a la presencia de amplias zonas de material sólido como se observa en la Figura 5.6a tomada mediante MEB a espumas de Al a 40 aumentos. De igual manera se observa que los poros tienen forma esférica causado por el material de sacrificio de igual manera existe la presencia de interconexiones lo cual produce materiales celulares de poro abierto, por otro lado los poros presentan una superficie rugosa con uniones entre partículas de metal de alrededor de 50 µm aproximadamente. Algo muy importante que se busca en las espumas es la interconexión, pero no solo entre dos poros próximos, sino entre varios poros con el fin de que exista interconexión en toda la estructura de la espuma. Esto se muestra en la Figura 5.6b, donde se observa que existe una interconexión entre tres poros, de forma general el proceso de sinterización es satisfactorio ya que no se desprenden partículas de Al al manejo de la muestra.

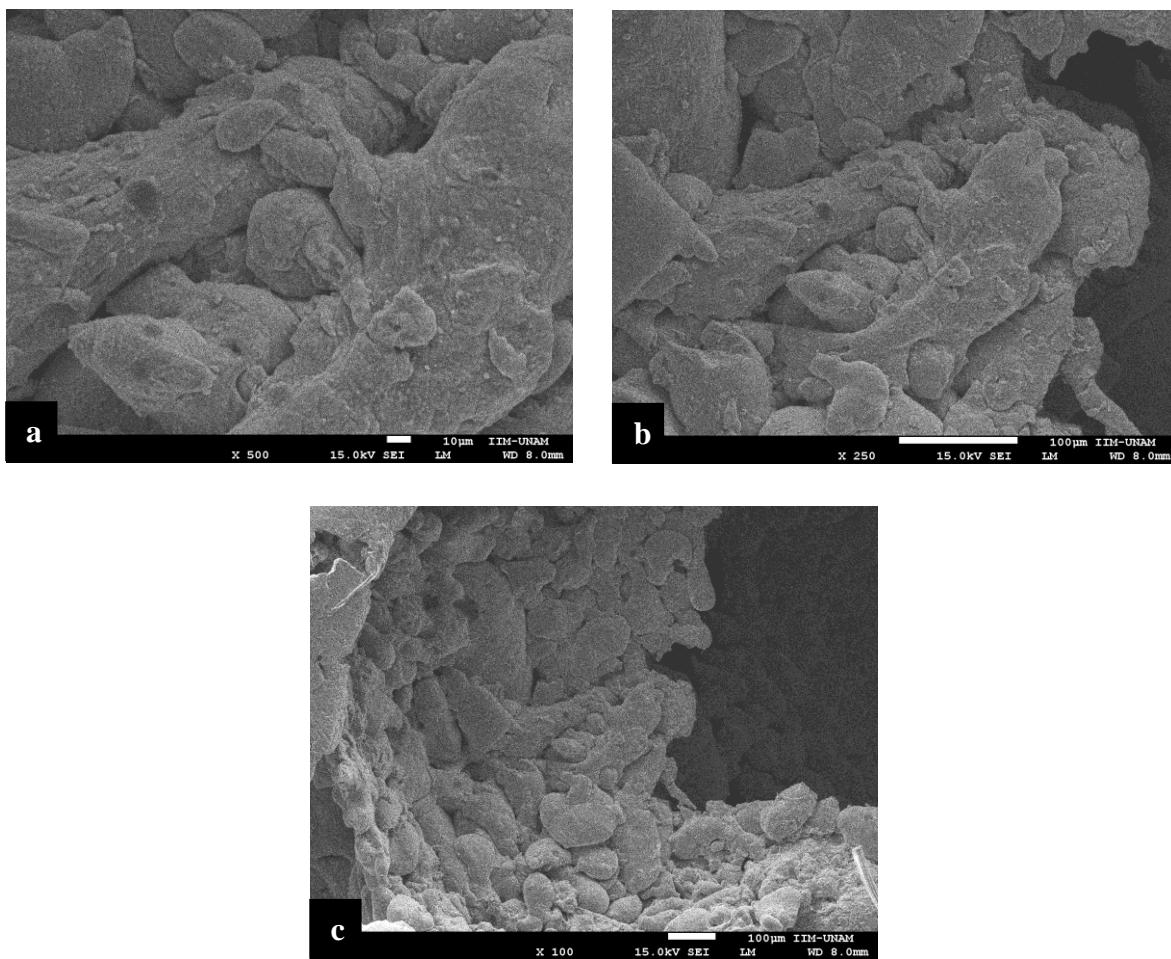


Figura 5.5 Micrografías de MEB de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C, utilizando Al-UNAM a 60 % en peso. a) 500, b) 250 y c) 100 aumentos respectivamente.

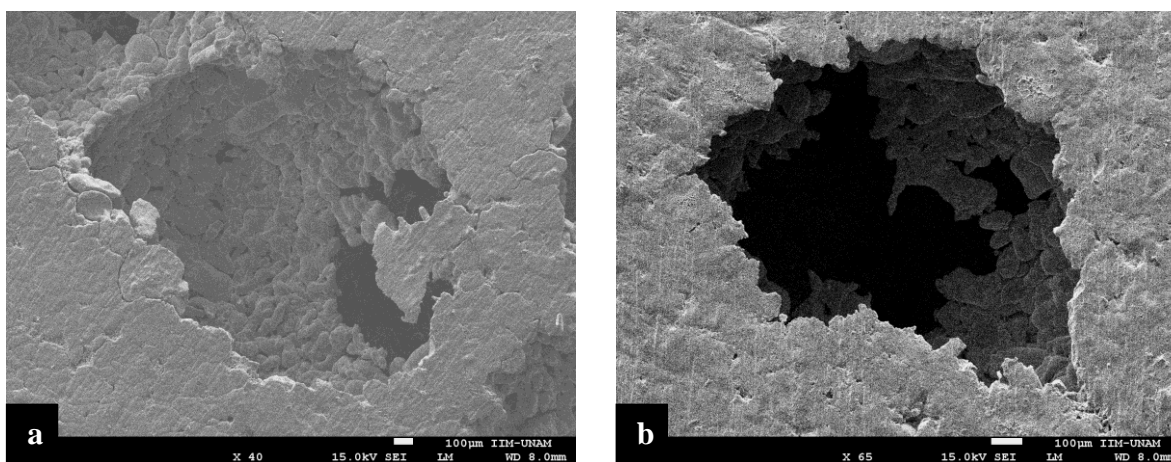


Figura 5.6 Micrografías de MEB de espumas de Al después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al-UNAM. a) Espuma con 50 % Al en peso a 40 aumentos, b) Espuma con 60 % Al en peso a 65 aumentos.

Una forma de corroborar que existe la sinterización sin cambios drásticos en la estructura de la espuma fue mediante inspección visual usando microscopía óptica. La Figura 5.7 muestra espumas de Al a varias concentraciones en % en peso de Al, en la parte superior de la Figura se observa que no existe deformación importante en la estructura de la espuma ya que los poros presentan forma esférica, de igual manera se observa que al incrementar el % en peso del material de sacrificio aumenta la interconexión entre poros. Por último, se concluye que la técnica utilizada para la conformación de espumas metálicas es la adecuada ya que se presenta uniformidad y buena distribución de poros.

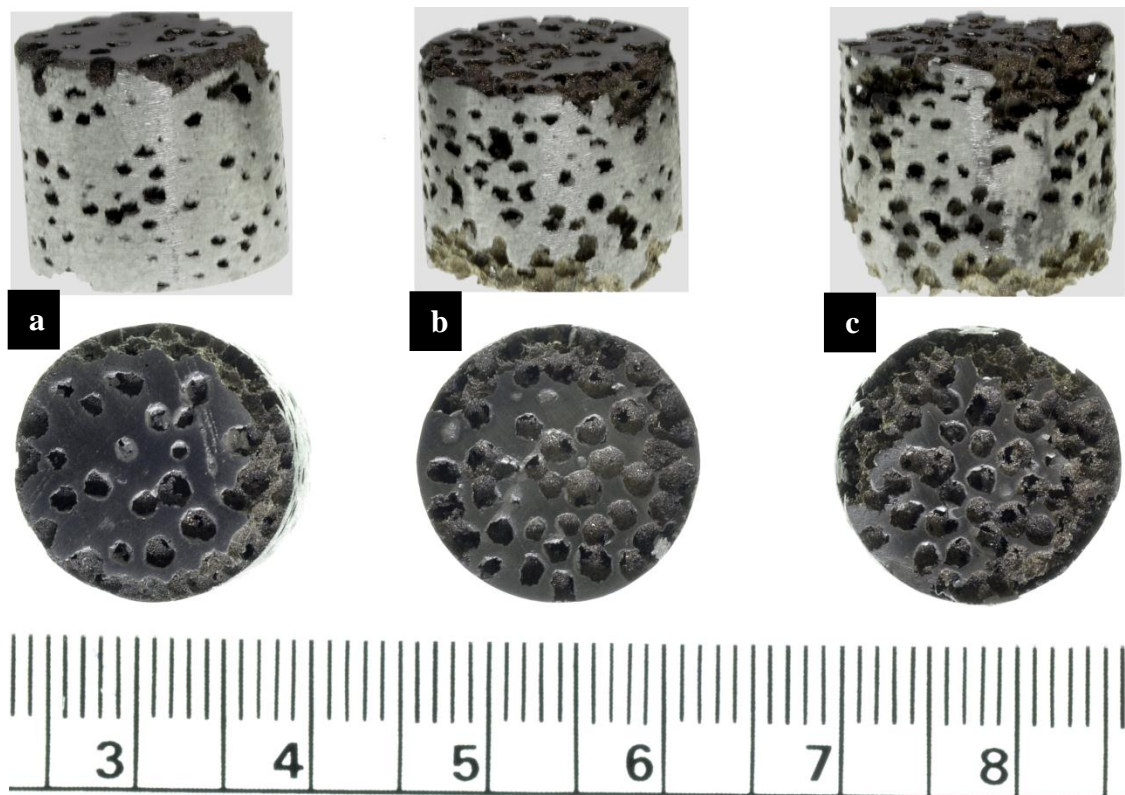


Figura 5.7 Imágenes de microscopía óptica de las espumas metálicas después del proceso de sinterización a 620°C utilizando Al-UNAM. a) Al 60 % en peso, b) Al 50 % en peso y c) Al 40 % en peso.

Con el fin de comprobar la temperatura óptima se sinterizaron de espumas de Al, se analizó la temperatura de sinterización a 600°C . Los resultados después del proceso de

sinterización, muestran que no existe buena unión entre partículas debido a una deficiente formación de cuellos metálicos entre partículas, debido a que el simple manejo de las espumas, estas presentan desprendimientos de partículas por lo tanto el proceso de sinterización se consideró deficiente.

Por lo tanto después de los estudios realizados, la temperatura óptima de sinterización para dichas condiciones experimentales es de 620 °C, ya que las características de las espumas metálicas son buenas y aceptables.

Al analizar los resultados encontrados en los capítulos cuarto y quinto se determina que la composición química del metal utilizado como materia prima, tiene grandes efectos en la temperatura sinterización y calidad de sinterizado. Ya que el tener altos contenidos de elementos no deseados en este caso Fe (20 % en peso aproximadamente, Al *St*), incrementan la temperatura de sinterización caso comprobado en el capítulo cuarto, sin embargo al manejar las mismas condiciones y disminuir la cantidad de elementos no deseados (aproximadamente al 2% en peso), se logra obtener espumas de Al de manera satisfactoria a 620 °C, caso para el Al *UNAM*, lo que significa 40 °C por debajo de la temperatura óptima determinada para el Al *St*.

De igual manera, tanto el Fe como el Al tienen gran afinidad por el oxígeno conformando fácilmente óxidos en las superficies de cada elemento, la formas de combatir este fenómeno es por medio de la compactación mecánica ya que ayuda a la unión entre partículas metal –metal, rompiendo la capa de óxido. Por otro lado, el control de la atmosfera durante el proceso de sinterización evitando la presencia de oxígeno durante el proceso. El problema para el Al *St*, es que se tiene la presencia de óxido tanto de Al como de Fe, el detalle es que los óxidos tienen puntos de fusión muy elevados en comparación con el punto de fusión del material puro, por ello a parte de los óxidos presentes de Al se debe considerar el puntos de fusión de las partículas de Fe (1600 °C) y los óxidos ya que se complica demasiado la sinterización de dichos polvos. Caso contrario con él Al *UNAM* donde solo se tiene que combatir el oxígeno a combinarse con las partículas de Al, una forma de lograrlo, es con el mejoramiento de la atmosfera de sinterizado donde por medio

de las purgas realizadas de disminuye el contenido de oxígeno, disminuyendo drásticamente la formación de alúmina a nivel superficial.

A la par de la determinación de la temperatura óptima de sinterización se evaluó el efecto de variar la concentración metal-material de sacrificio donde se determinó que la metodología utilizada es útil y confiable, ya que no se presentan cambios considerables al modificar los porcentajes de concentración dado que la mayoría de las muestras presentan buena homogeneidad y amplia interconexión entre poros, sin embargo, este fenómeno aumenta al incrementar la concentración del material de sacrificio. Por otro lado, con el fin de evaluar el comportamiento mecánico de las espumas metálicas a continuación se muestran los resultados del análisis de compresión al que fueron sometidas las espumas seleccionadas.

PRUEBAS MECÁNICAS

El comportamiento mecánico de un material es de suma importancia ya que determina el tipo de aplicación final y los materiales porosos no son la excepción. Las pruebas mecánicas se realizaron en una máquina de ensayos universal. Los trabajos revisados de R. Surace et al. H. Bafti et al. y H. Gilani et al. muestran que existe una tendencia particular de los materiales porosos en la gráfica esfuerzo-deformación a compresión presentando tres zonas características [2,32,38]:

- I. Zona elástica
- II. Zona absorción de energía
- III. Zona densificación

Primeramente se evaluaron las espumas metálicas obtenidas a 620 °C usando tamaño de partícula del material de sacrificio de 1-2 mm. La Figura 5.10 muestra la respuesta mecánica de las espumas Al a 60, 50 y 40 % en peso de Al. En esta gráfica se observa que a mayores contenidos de Al aumentan los valores de esfuerzo de cedencia y ruptura, debido a que existe mayor número de partículas de Al, esto aumenta proporcionalmente el número de uniones posibles a formarse entre partículas. La espuma con 60 % en peso de Al presenta un esfuerzo de cedencia de 8.8 MPa, mientras que para la espuma a 50 % en peso de Al, este disminuye rápidamente a valores de 2.1 MPa. Finalmente, para la espuma con 40 % de Al el esfuerzo de cedencia es de 0.86 MPa. Sin embargo, estas espumas muestra un comportamiento en mayor o menor grado del tipo poroso, ya que las muestras presentan las zonas I, II y III, características de un material poroso, donde primero las muestras son deformadas elásticamente hasta 3 y 4 % de deformación, de ahí pasa a la zona de absorción de energía caracterizada por un movimiento en forma de onda, semi-asíntota. Posteriormente se llega a la zona III, de densificación, aquí el comportamiento se muestra exponencial. Finalmente, de manera general se observa que el comportamiento tipo material poroso disminuye al aumentar la cantidad de % en peso de Al en las muestras, lo cual quiere decir que a mayor % en peso de material de sacrificio se obtienen mejores materiales porosos, logrando % de deformación de más de 20 % para todos los casos.

Posteriormente se estudió el comportamiento mecánico de las espumas de Al obtenidas a la temperatura de sinterización de 600 °C. La Figura 5.11 que muestra las curvas de esfuerzo-deformación a compresión de las espumas a 60, 50 y 40 % en peso de Al respectivamente. Los esfuerzo de cedencia estos son muy parecidos para los tres casos rondando entre 0.5-1.5 MPa. Sin embargo, aquí se tiene la presencia de los valores de la resistencia última tensil (σ_N) donde a mayores contenidos de Al aumentan dichos valores. De manera general, el comportamiento que se tiene a lo largo del ensayo nos indica que no se tiene un comportamiento del tipo material poroso debido a que no se observa una zona de absorción bien definida, ni mucho de densificación. Lo anterior indica que microscópicamente existen mínimas uniones entre partículas de Al, por lo que a estas condiciones no se obtienen espumas metálicas. Ya que la disminución del % en peso de Al trae consigo la disminución de área superficial y número de partículas que pueden estar en

contacto en la etapa de sinterización, presentándose una disminución en los valores de esfuerzo de cedencia y ruptura. De igual forma, el cambio de la temperatura de sinterización afecta el número de uniones posibles entre partículas de metal, por lo tanto, al tener una temperatura deficiente de sinterización se tiene poca formación de uniones causando que las propiedades mecánicas disminuyan.

De acuerdo a lo anterior se corrobora los resultados obtenidos mediante MEB y microscopía óptica, donde la temperatura óptima de sinterizado es de 620 °C. Sin embargo, como se vio en el capítulo anterior, el variar el porcentaje en peso de la relación material metálico-material de sacrificio trae beneficio en el tipo, forma y número de interconexión, ya que al aumentar el contenido de material de sacrificio aumenta la estructura porosa. Sin

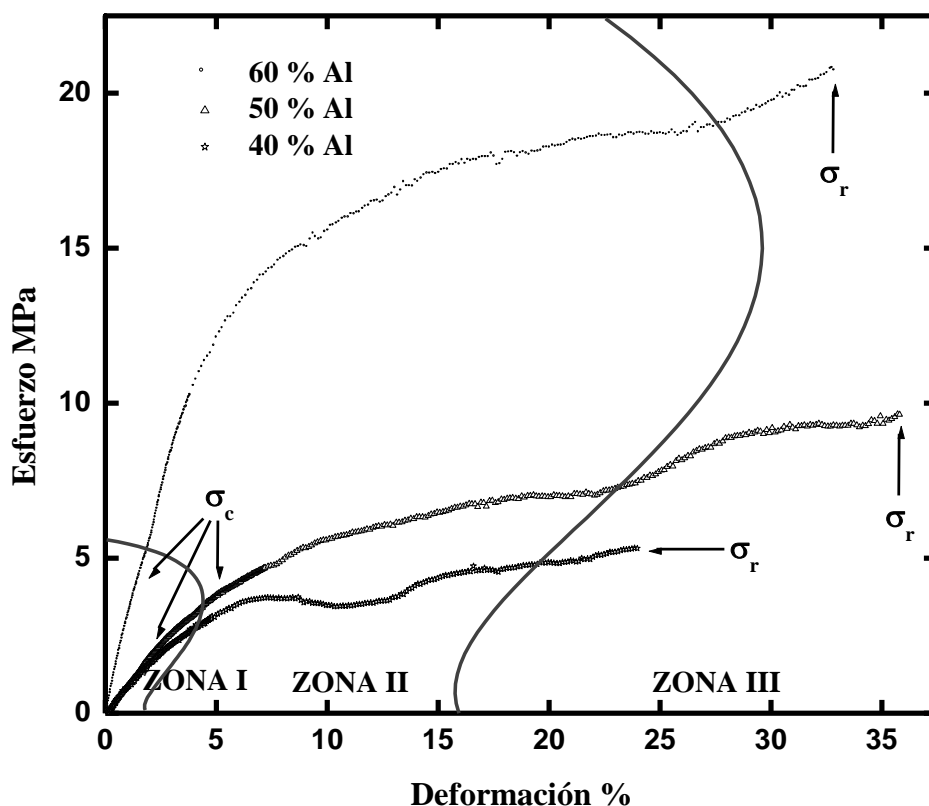


Figura 5.8 Gráfica esfuerzo vs % deformación de espumas metálicas después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al-UNAM y carbamida de 1-2 mm. 60 % en peso Al (círculo), 50 % en peso Al (triángulo) y 40 % en peso Al (estrella) respectivamente.

embargo, esto se debe manejar con mucha precaución ya la porosidad es inversamente proporcional con las propiedades mecánicas. Para lo cual, antes de realizar una espuma metálica se debe considerar el tipo de aplicación y los valores de resistencia mecánica necesarios, para determinar el tipo, forma y cantidad de porosidad.

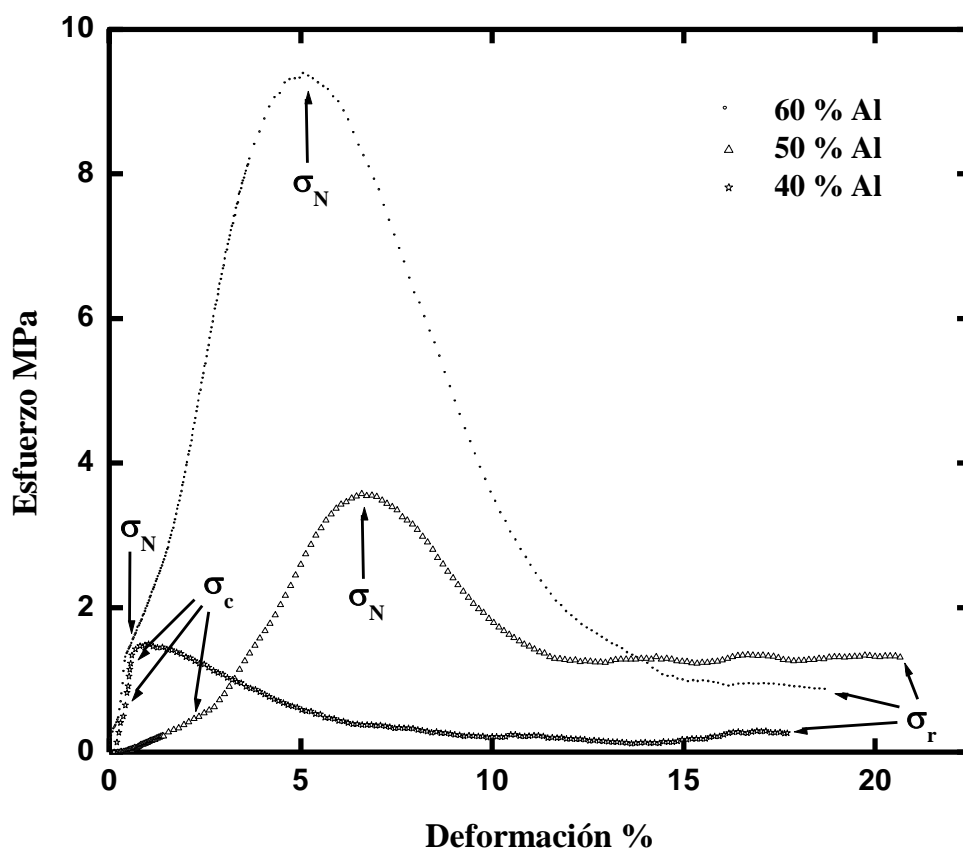


Figura 5.9 Gráfica esfuerzo vs % deformación de espumas metálicas después del proceso de sinterización a 600 °C utilizando Al-UNAM y carbamida de 1-2 mm. 60 % en peso Al (círculo), 50 % en peso Al (triángulo) y 40 % en peso Al (estrella) respectivamente.

Ahora con el fin de estudiar el efecto en las propiedades mecánicas del cambio del tamaño de partícula del material de sacrificio, se evaluaron espumas metálicas obtenidas a 620 °C usando tamaño de partícula <2 mm del material de sacrificio. La Figura 5.12

muestra la respuesta mecánica a compresión de espumas a 60, 50 y 40 % en peso de Al respectivamente, donde a mayores contenidos de Al aumentan los valores de esfuerzo de cedencia y ruptura. Donde las espumas con 60 % en peso Al muestran un esfuerzo de cedencia de 4.3 MPa, mientras con las espumas de 50 % en peso de Al el esfuerzo de cedencia es de 3.9 MPa, finalmente para la espuma con 40 % de Al el esfuerzo de cedencia es de 1.5 MPa.

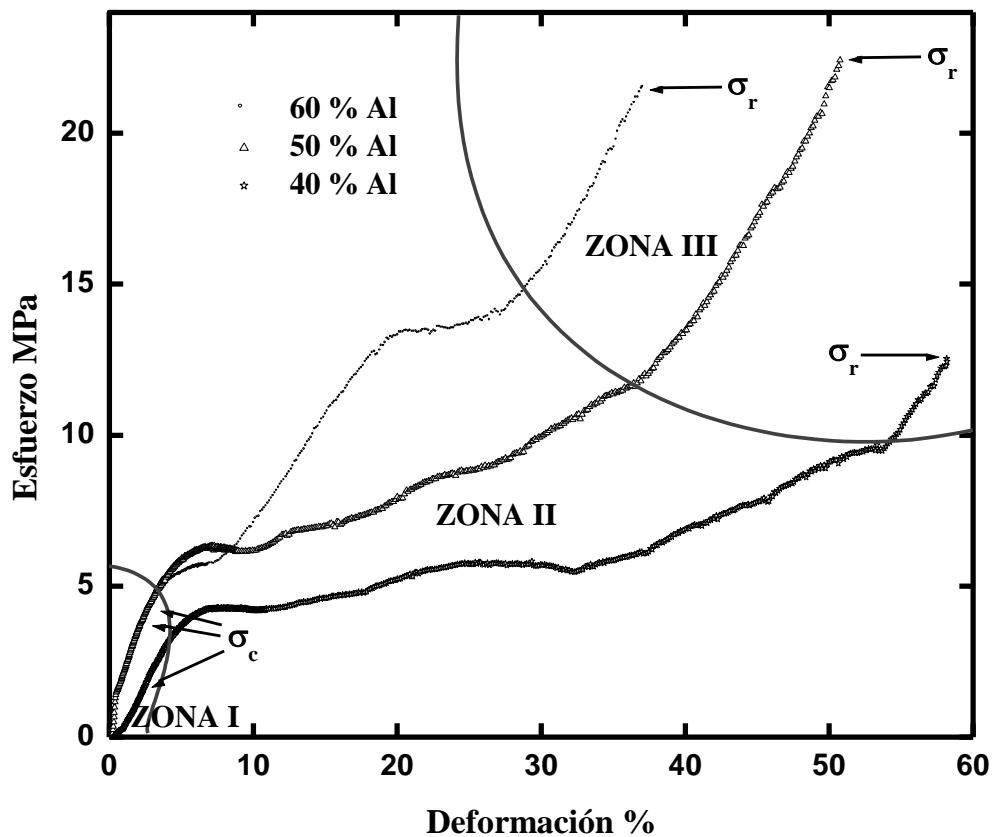


Figura 5.10 Gráfica esfuerzo vs % deformación de espumas metálicas después del proceso de sinterización a 620 °C utilizando Al-UNAM y carbamida <2 mm. 60 % en peso de Al (círculo), 50 % en peso de Al (triángulo) y 40 % en peso de Al (estrella), respectivamente.

De igual manera, los tres tipos de espumas metálicas presentan un comportamiento tipo material poroso ya que presentan las zonas I, II Y III características de un material poroso. Sin embargo, se observa que al disminuir la cantidad de % en peso Al, se incrementa la zona de absorción de energía, de igual manera se incrementan los % en deformación, logrando deformaciones de 30 % y más. Por último, la zona de densificación se es amplia para los tres casos de espumas de Al.

Una parte elemental para el estudio de materiales porosos tiene relación con el análisis de la densidad y porosidad. Ya que, R. Surace et al. [4] realizaron estudios donde encontraron que la porosidad posee una gran relación con propiedades mecánicas. Por tal motivo en el presente trabajo se documentó la información necesaria para dichos análisis, como: diámetro, altura y peso de cada probeta para realizar cálculos de densidades y porosidades. Los datos se obtuvieron al tener el compacto en verde, posteriormente al disolver el material de sacrificio y al finalizar la etapa de sinterización. para dichas mediciones se usó un calibrador vernier modelo 505-633-50 marca Mitutoyo y balanza analítica Figura 4.1. Los resultados obtenidos se muestran a continuación.

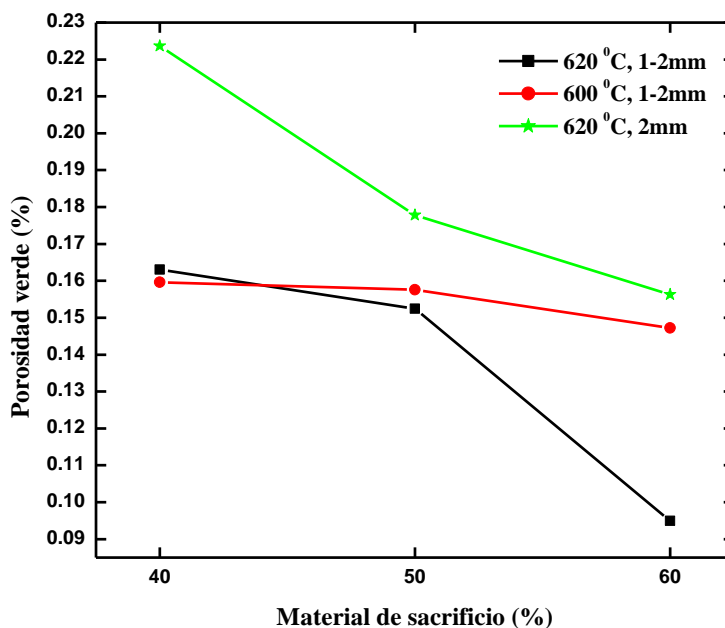


Figura 5.11 Gráfica porosidad en verde vs % en peso material de sacrificio de espumas metálicas después del proceso de sinterización utilizando Al UNAM. a) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida 1-2 mm (rectángulo), b) Espuma obtenida a 600 °C y carbamida 1-2 mm (círculo) y c) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida <2 mm (estrella).

De acuerdo a la literatura revisada los parámetros importantes para la producción de materiales porosos son: presión de compactación, tiempo de disolución del material de sacrificio, tiempo y temperatura de sinterización y aditivos agregados [32]. Esto es debido a que la porosidad en verde ayuda a comprender el proceso de compactación debido a que se conoce el espacio vacío que queda después de conformar el compacto, lo cual tiene amplia relación con la calidad del compacto y aún más sobre el material que está en contacto, ya que a mayor contacto favorece mejores resultados en la sinterización. La Figura 5.13 muestra el comportamiento de la porosidad en verde de espumas de Al conforme se incrementa en % en peso de material de sacrificio. De manera general, al incrementar el % en peso del material de sacrificio disminuyen los valores de porosidad en verde, esto se debe a que las partículas de Al sufren mínima deformación durante el proceso de conformación de muestras en verde así que al aumentar la cantidad de partículas de Al incrementa la presencia de espacios entre partículas, caso contrario con las partículas de carbamida. H. Bafti et al. [32] reportaron que partículas de carbamida sufren ruptura por encima de 350 MPa a compresión por ello las partículas de carbamida pueden compactarse muy bien a presiones de compactación de 300 MPa, así que al incrementar el contenido en % en peso de material de sacrificio existe un mejor reacomodo de las partículas sólidas reduciendo los posibles espacios. El cambio de la temperatura de sinterización de 620 °C y 600 °C, en las espumas muestran valores muy similares para concentraciones de 60 y 50 % en peso de Al. Sin embargo, para concentraciones de 40 % de Al existe una diferencia 0.06 % entre la porosidad de la espuma a 600 °C con respecto a de 620 °C.

De igual manera, el estudio del cambio de tamaño de partícula del material de sacrificio muestra que a tamaños de partículas grandes se logran valores altos de porcentaje de porosidad en verde esto causa que las muestras en verde tengan más espacios, existiendo un mejor reacomodo de las partículas de Al, lo cual facilita la unión de partículas de Al. El fenómeno mencionado anteriormente se demuestra en los ensayos mecánicos donde a tamaños grandes de partículas de material de sacrificio se mejoran las propiedades mecánicas.

Por otro lado, la porosidad es la principal característica por la cual los materiales celulares se ven tan favorecidos en aplicaciones de alto valor agregado en comparación con otro tipo de materiales. La Figura 5.14 muestra el comportamiento de la porosidad de la espuma versus % en peso de material de sacrificio. De manera general se observa que al incrementar el % en peso de carbamida aumenta la porosidad, sin embargo, se esperaría que los valores fueran correspondientes con los % en peso del material de sacrificio pero no es así, ya que tiene valores con incrementos de 1-4 unidades mayores a lo esperado debido a que también existe porosidad entre partículas en la zona metálica. Por último, la manufactura del proceso de obtención de espumas propuesto es satisfactorio ya que los valores de porosidad no presentan variaciones amplias para condiciones similares. Sin embargo, esto es atribuido a la temperatura de sinterización o el cambio de tamaño de partícula de material de sacrificio.

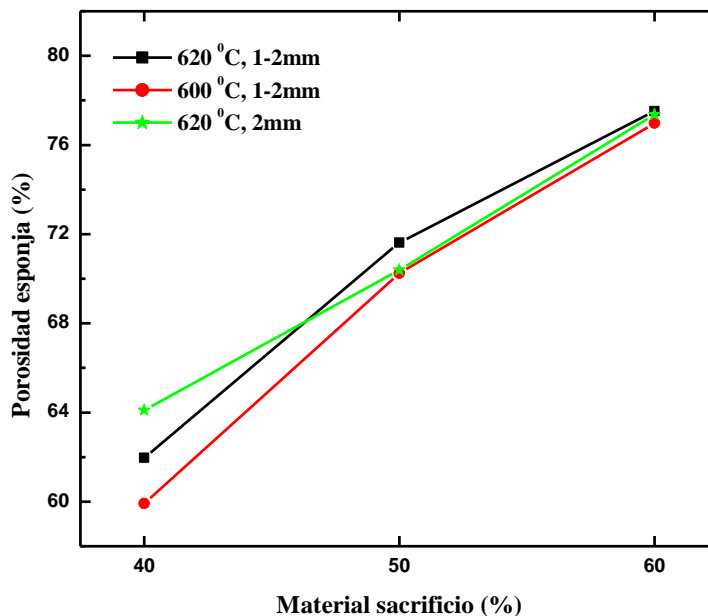


Figura 5.12 Gráfica porosidad de la espuma vs % en peso material de sacrificio de espumas metálicas después del proceso de sinterización utilizando Al UNAM. a) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida 1-2 mm (rectángulo), b) Espuma obtenida a 600 °C y carbamida 1-2 mm (círculo) y c) Espuma obtenida a 620 °C y carbamida <2mm (estrella).

CONCLUSIONES

En el presente trabajo se lograron obtener espumas metálica de Al de poro abierto mediante metalurgia de polvos usando la técnica DSP. Donde los parámetros óptimos de obtención de las espumas metálicas fueron: presión de compactación de las muestra en verde 300 MPa por 10 min, temperatura de sinterización 620 °C durante 1 hr.

Se diseñó, construyó y optimizo un dispositivo con el cual se puede controlar la atmosfera evitando el uso de hornos de atmosfera controlada durante la etapa experimental. Por otro lado se encontró que el tipo de Al utilizado influye sobre las propiedades finales de la espuma de manera importante, en especial en la temperatura de sinterización donde: con él Al *st* se logró una temperatura óptima de 660 °C y con él Al *UNAM* la temperatura óptima fue de 620 °C.

El estudio de la variación de las concentraciones entre material metálico y material de sacrificio mostro que el tipo de interconexión entre poro está en función de la variación de dicha concentración, donde las mejores interconexiones de poro abierto se obtiene a relaciones entre 50 y 60 % en peso de Al, por debajo de esta concentraciones la porosidad es semi-cerrada y por encima es tan grande la interconexión que la estructura de la espumas colapsan.

La variación del tamaño de partícula del material de sacrificio afecta tanto la porosidad como las propiedades mecánicas. Ya que al incrementar el tamaño de partícula de material de sacrificio aumenta la interconexión entre poros y el tamaño de los mismos. Sin embargo al aumentar el tamaño de las partículas del material de sacrificio se presentan mejores propiedades mecánicas del material poroso.

TRABAJO FUTURO

1. Estudiar el cambio y tiempo de la presión en el epata de conformado de muestras en verde, con el fin de mejorar la unión mecánica entre las partículas de Al y obtener mejores uniones en el proceso de sinterización y por lo tanto mejorar las propiedades mecánicas.
2. Estudiar el efecto de variar la mezcla de tamaños de material de sacrificio grande-intermedio-pequeño con el fin de mejorar la interconexión y mejorar las propiedades mecánicas.
3. Agregar metales en polvo de magnesio y estaño al Al con el fin de mejorar el proceso de sinterización, logrando disminuir la temperatura de sinterización y mejorar la cantidad de uniones entre partículas metálicas mediante la generación de una pre fundición del metal aleante.
4. Mejorar el dispositivo de control de atmosfera, debido a que se debe asegurar un control absoluto de la atmosfera de sinterización.
5. Caracterizar las espumas metálicas mediante la pruebas de adsorción BEM, con el fin de analizar la posibilidad de utilizar las espumas obtenidas en esta investigación como filtros o absorbedores de CO y CO₂.

BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Sosnik, Patente EUA 4099. p. 961 (1948)
- [2] R. Surace, L. A. C. De Filippis, A. D. Ludovico, G. Boghetich. *Influence of processing parameters on aluminium foam produced by space holder technique*. MATERIALS AND DESIGN. Vol. 30 p.1878-1885 (2009)
- [3] J. Bahart. *Manufacturing Routes for Metallic Foams*. SOLIDIFICATION SCIENCE, OVERWIVE JOM. December (2000)
- [4] D. X. Sun, Y. Y. Zhao. *Phase changes in sintering of Al/Mg/NaCl compacts for manufacturing Al foams by the sintering and dissolution process*. MATERIALS LETTERS. Vol. 59 p. 6–10 (2005)
- [5] J. Banhart. *Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams*. PROGRESS IN MATERIALS SCIENCE. Vol. 46 p. 559–632 (2001)
- [6] M. Eisenmann. *Metal powder technologies and applications*. ASM Handbook. Vol. 7 p. 1031 (1998)
- [7] O. Andersen, G. Stephani. METAL POWDER REPORT. Vol. 54 p. 30 (1999)
- [8] M. W. Kearns, P. A. Blenkinshop, A. C. Barber, T. W. Farthing. INT J POWDER MET. Vol. 24 p. 59 (1988)
- [9] R. L. Martin. Patente EUA 5564064. (1996)
- [13] J. P. Drolet. INT J POWDER MET. Vol. 13 p. 223 (1977)
- [14] S. B. Kulkarni, P. Ramakrishnan. INT J POWDER MET. Vol. 9 p. 41 (1973)
- [15] F. C. Arrance. Patente EUA 3287166. (1966)

[13] M. Bram, C. Stiller, H. P. Buchkremer, D. Stover, H. Bauer. ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. Vol. 2 p. 196 (2000)

[14] G. W. Fischer. Patente EUA 3052967. (1962)

[15] M. Jackel. Patente Alemania 210770. (1983)

[16] O. Andersen, U. Waag, L. Schneider, G. Stephani, B. Kieback. ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. Vol. 2 p. 192 (2000)

[17] Sypeck D J, Parrish P A, Wadley H N G. POROUS AND CELLULAR MATERIALS FOR STRUCTURAL APPLICATIONS. Wadley H N G, edi. MRS Symp. Proc. Vol. 521 p. 205 (1998)

[18] C. B. Lundsager. Patente Alemania 2459475. (1975)

[19] M. Knuwer, M. Weber. PROC. POWDER METALLURGY WORLD CONGRESS. Vol. 2 p. 233 (1998)

[20] Tuchinskiy L, Loutfy R. Metal foams and porous metal structures. In: Banhart J, Ashby M F, Fleck NA, editors. Int. Conf., Bremen, Germany, 14–16 June. Bremen: MIT Press–Verlag, p. 189 (1999)

[21] Y. Kubo, H. Igarashi. Patente EUA 4331477. (1991)

[22] G. X. Wang, M. Dahms. MET TRANS Vol. 24A p. 1517 (1993)

[23] B. R. Krueger, A. H. Mutz, T. Vreeland. MET TRANS. Vol. 23A p. 55 (1992)

[24] Y.Y. Zhao and D.X. Sun. *A novel sintering-dissolution process for manufacturing Al foams*. SCRIPTA MATER. Vol. 44 p. 105–110 (2001)

[25] D.X. Sun, Y.Y. Zhao, *Static and Dynamic Energy Absorption of Al Foams Produced by the Sintering and Dissolution Process*. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS B. Vol. 34b p. 69 (2003)

- [26] B. Jiang, N.Q. Zhao, C.S. Shi, J.J. Li. *Processing of open cell aluminum foams with tailored porous morphology*. SCRIPTA MATERIALIA. Vol. 53 p. 781–785 (2005)
- [27] B. Jiang, N.Q. Zhao, C.S. Shi, X.W. Du, J.J. Li, H.C. Man. *A novel method for making open cell aluminum foams by powder sintering process*. MATERIALS LETTERS. Vol. 59 p. 3333–3336 (2005)
- [28] Y. J. Yang, F. S. Han, D. K. Yang, K. Zheng. *Compressive behaviour of open cell Al–Al₂O₃ composite foams fabricated by sintering and dissolution process*. MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY. Vol. 23 No 4 (2007)
- [29] S. Ozan, M. Taskin, S. Kolukisa, M. S. Ozerdem. *Application of ANN in the prediction of the pore concentration of aluminum metal foams manufactured by powder metallurgy methods*. INT J ADV MANUF TECHNOL. Vol. 39 p. 251–256 (2008)
- [30] S. Ozan, S. Bilhan. *Effect of fabrication parameters on the pore concentration of the aluminum metal foam, manufactured by powder metallurgy process*. INT J ADV MANUF TECHNOL. Vol. 39 p. 257–260 (2008)
- [31] M. Barletta, A. Giserio, S. Guarino, G. Rubino. *Production of Open Cell Aluminum Foams by Using the Dissolution and Sintering Process (DSP)*. JOURNAL OF MANUFACTURING SCIENCE AND ENGINEERING. Vol. 131 (2009)
- [32] H. Bafti, A. Habibolahzadeh. *Production of aluminum foam by spherical carbamide space holder technique-processing parameters*. MATERIALS AND DESIGN. Vol. 31 p. 4122-4129 (2010)
- [33] Y. Hangai, H. Yoshida, N. Yoshikawa. *Friction Powder Compaction for Fabrication of Open-Cell Aluminum Foam by the Sintering and Dissolution Process Route*. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A. Vol. 43A p. 803 (2012)
- [34] A. Hassani, A. Habibolahzadeh, H. Bafti. *Production of graded aluminum foams via powder space holder technique*. MATERIALS AND DESIGN. Vol. 40 p. 510-515 (2012)

[35] M. F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson, H.N.G. Wadley, *Metal Foams: A Design Guide*, Butterworth Heinemann, UK, **(2000)**

[36] Editorial ASM International EUA ASM Handbook. Vol. 4 p. 739-742. (1991)

[37] S. kalpaklian, S. R. Schmid. *Manufactura ingeniería y tecnología*. Cuarta edición. Editorial Prentice. Hall. México. **(2002)**

[38] H. Gilani, S. Jafari, R. Gholami, A. Habibolahzadeh, M. Mahdi. *Fabrication and mechanical testing of the aluminum foam produced by sintering and dissolution process*. APPLIED MECHANICS AND MATERIALS. Vols. 121-126 p. 3289-3293 **(2012)**