



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERIA DE MATERIALES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

“CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE ESPUMAS METÁLICAS DE ALUMINIO FABRICADAS POR UN NUEVO PROCESO DE INFILTRACIÓN.”

TESIS,
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:
ING. OSCAR DAVID MOLINA RAMÍREZ

TUTOR:
DR. OMAR NOVELO PERALTA
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

COMITÉ TUTOR:
DR. FRANCISCO SÁNCHEZ ARÉVALO
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES
DR. RAFAEL SCHOUWENAARS FRANSSENS
FACULTAD DE INGENIERÍA

MÉXICO D.F, ABRIL 2015.



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A veces caemos, a veces fallamos, más nunca nos rendimos.

Agradecimientos.

Sin duda, la realización de este trabajo ha requerido de la colaboración de un gran número de compañeros, académicos e instituciones, las cuales merecen una mención especial.

A mi familia por su confianza y apoyo, pero sobre todo, por el haberme inculcado una formación que siempre me ha permitido culminar con éxito cada proyecto nuevo, pese a lo que deba enfrentar.

Al Dr. Omar Novelo Peralta, por sus enseñanzas, invaluable asesoría, paciencia, comprensión otorgadas a lo largo de todo el tiempo que hemos trabajado.

Al Dr. Gabriel A. Lara Rodríguez también por su conocimiento teórico, asesoría y, sobre todo, por su importante colaboración en la realización de la parte experimental de esta tesis.

Al Dr. Ignacio A. Figueroa Vargas, por brindarme la valiosa oportunidad de colaborar, desarrollarme y aprender en su proyecto de investigación; el cual, sin duda, es uno de los más interesantes y fructíferos que haya visto durante mi carrera profesional.

Al Dr. Francisco Sánchez Arévalo y al Dr. Rafael Schouwenaars Franssens, por su cooperación y consejos como miembros de mi comité académico.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por otorgarme la beca para financiar mis estudios de maestría y por el apoyo otorgado mediante el proyecto SENER-CONACYT 151496 para la infraestructura y equipos necesarios para la parte experimental de esta tesis.

Al Instituto de Investigaciones en materiales por permitirme el uso de sus instalaciones para la fabricación del dispositivo para infiltración y la manufactura de las espumas metálicas.

Al Ing. Ernesto Sánchez Colín y al Dr. Alfredo Maciel Cerda, por su apoyo para la realización de los ensayos mecánicos de compresión.

Al Dr. José A. Chávez Carvayar por el uso del microscopio estereoscópico empleado para el análisis microestructural.

Al M en C. Armando Reyes Montero por su colaboración en el desarrollo de las soluciones decapantes para la limpieza de probetas.

Al Lic. Eduardo A. Caballero por su apoyo para las fotografías de cada espécimen fabricado.

A los miembros del posgrado en ciencia de ingeniería de materiales, por permitirme la presentación de este trabajo.

A todos mis compañeros de trabajo de 3M, por enseñarme a ser una persona más objetiva y sincera.

Índice de contenido

Introducción	1
Capítulo1. Conceptos fundamentales	6
Espumas metálicas, Introducción.....	6
Espuma metálica. Definición.	6
Campo de aplicación de las espumas metálicas.....	7
Propiedades estructurales de las espumas metálicas.....	11
Procesos de fabricación para espumas metálicas.....	14
Estado del arte sobre los métodos para fabricación de espumas metálicas utilizados.	14
Fabricación de espumas por infiltración.	19
Propiedades mecánicas, comportamiento y mecanismos de deformación en espumas metálicas.....	31
Comportamiento a compresión de las espumas metálicas y mecanismos para deformación.....	31
Efectos por morfología, tamaño y distribución de celdas.	47
Efectos por presencia de defectos micro-estructurales.....	52
Capítulo 2. Desarrollo experimental	55
Desarrollo y preparación del equipo para la fabricación de las espumas metálicas.	55
Elaboración de la preforma.	67
Procedimiento de preparación de mezcla sal-harina.....	67
Preparación y peletización (formación de partículas) de la mezcla.....	71
Tratamientos para eliminación de humedad y calcinación.....	73
Proceso de fabricación. Infiltración de las espumas.	76
Preparación del proceso, carga de aluminio.	76
Generación de vacío.	77
Etapa de fundición.....	78
Etapa de infiltración y enfriamiento.....	79
Preparación de muestras para caracterización estructural y mecánica.	81
Desmontado de muestras a partir del crisol para infiltración	81
Fabricación de especímenes para pruebas mecánicas y caracterización estructural.....	82
Disolución de la preforma.	83
Cálculo de densidad relativa.....	84

Caracterización estructural.	86
Pruebas mecánicas de compresión.	87
Capítulo 3. Resultados y discusión.	91
Evaluación general del proceso de infiltración propuesto, con preforma componente orgánico-cloruro de sodio.	91
Evaluación de la preforma y método de particulación/peletización.	91
Desempeño del crisol.	94
Proceso de infiltración.....	95
Evaluación de especímenes obtenidos, caracterización estructural y de propiedades mecánicas.....	97
Evaluación estructural.	97
Evaluación de propiedades mecánicas.....	107
Conclusiones	116
Bibliografía.....	118

Introducción

Las espumas metálicas representan una nueva clase de materiales que pueden ser utilizados en una gran cantidad de nuevas aplicaciones debido al conjunto de propiedades interesantes, tanto estructurales, térmicas y acústicas que estas poseen. Un ejemplo de gran importancia son la industria automotriz y aeronáutica, donde las propiedades estructurales de las espumas metálicas tales como su capacidad de absorción de energía, colapso plástico a esfuerzo constante y su resistencia mecánica las convierte en materiales candidatos para la fabricación de diversos componentes estructurales ultraligeros y para absorción de energía. Lo anterior, permitirá construir vehículos más ligeros, obteniendo, entre otros beneficios, la reducción de consumo de combustible y emisiones contaminantes [1,2].

En la actualidad, uno de los principales tipos de espumas metálicas de aluminio de fabricación comercial, son las denominadas como **Alporas**. Para la fabricación de estas, se emplean métodos de gasificación directa o indirecta en metal líquido, para después obtener la espuma [2]. Dado que la generación de poros ocurre en estos métodos por crecimiento competitivo y tensión superficial, resulta imposible o sumamente complicado controlar la densidad relativa, así como el tamaño y la morfología de las celdas de la espuma. Estos factores afectan a las propiedades mecánicas, ya que estas dependen en gran medida de las características estructurales de la celda. Además los métodos más empleados (gasificación) tienen un costo de producción elevado [1, 2].

Por lo tanto, para poder conseguir una aplicación masiva de las espumas en las aplicaciones mencionadas anteriormente. Principalmente la construcción de estructuras ultraligeras, es necesario que el conjunto de propiedades sea homogéneo y repetible en todas las piezas a fabricar. Esto facilitará –además de obtener una mayor funcionalidad del producto final- el predecir las propiedades y poder modificar estas mediante el control de los parámetros del proceso de fabricación.

Por lo tanto, en los últimos años se han realizado diversas investigaciones, que se han enfocado en el diseño de nuevos procesos de producción para las espumas metálicas, principalmente de Aluminio [3-16]; mismos que permitan obtener características definidas de las celdas mediante el control del proceso, de manera que se puedan producir en serie espumas con una estructura homogénea y uniforme; disminuyendo su costo de producción.

Uno de los métodos más investigados para lograr este fin han sido los basados en infiltración o replicación [2-16]. Básicamente, estos consisten en hacer pasar un flujo de metal líquido – por gravedad o mediante elementos mecánicos- a través de un conjunto de partículas (con tamaño y geometría definidos) acomodadas en un arreglo denominado como preforma. Arreglo que dará origen a la estructura porosa al ser dicha preforma eliminada una vez solidificado el metal [2]. De estos, la fabricación mediante infiltración de metal líquido por inyección con gas inerte, ha sido un método que ha demostrado efectividad para obtener especímenes de tipo celular a partir de la preforma. Sin embargo, para lograr una completa distribución del metal en el espacio de la preforma, es necesario el uso de altas presiones de infiltración [16]; lo cual hace forzoso el empleo de crisoles sumamente resistentes para soportar la presión, incrementando considerablemente el costo de producción, ya que también traen como consecuencia el uso de fuentes de alto poder para poder fundir el metal hasta la temperatura necesaria para evitar su solidificación durante la infiltración [11].

En cuanto a la preforma –segundo componente más crítico- para su formación se ha propuesto el uso de partículas sólidas y solubles. Sin embargo, estas –además de depender de la geometría que obtengan en su proceso de origen- no permiten la modificación de parámetros (densidad relativa e interconectividad) mediante la compactación de la preforma, ya que las partículas pueden sufrir fracturas, a través de las cuales puede fluir el metal líquido durante la infiltración, generando distintos defectos en la estructura, afectando así las propiedades [2, 9, 19]. Para solucionar estos inconvenientes, se ha propuesto el uso de partículas para preforma constituidas por una mezcla de un compuesto orgánico suave y cloruro de sodio [6], formando así una mezcla con elasticidad suficiente para generar distintas preformas. No obstante, el uso de un componente orgánico genera cambios respecto al proceso convencional, ya que se requiere la selección de composición ideal para la mezcla de la preforma, donde sus partículas resistan la infiltración de metal y sean fáciles de disolver.

Con base en lo anterior, es necesario proponer un método que permita la resolución de las dos principales limitantes mencionadas, que permita el uso de cámaras o crisoles construidos con materiales de menor costo, además de darle la posibilidad de generar espumas de distintas densidades relativas, tipos y formas de celda mediante una preforma flexible; asegurando propiedades uniformes y constantes.

El presente trabajo consiste en la propuesta de un método de fabricación de espumas de aluminio, que emplea tanto presión de gas como vacío para la infiltración del metal líquido y emplea una preforma flexible. Este método deberá permitir obtener una distribución de metal similar o superior a la de los métodos de alta presión, y la preforma de tipo flexible (con componente orgánico) deberá resistir todas las etapas del proceso, con lo que demostraría su fiabilidad técnica y permitiría la generación de espumas con características variadas.

Para comprobar esta hipótesis, los objetivos a cumplir en el presente trabajo son:

Objetivo general:

- Realizar la fabricación y caracterización básica de 3 series -de distinto tamaño de celda- de espumas metálicas de aluminio, mediante la propuesta de una nueva variante del método de infiltración con preforma orgánica. Lo anterior, para validar a esta variante como un proceso de fabricación factible y de menor costo en la producción de este tipo de nuevos materiales.

Objetivos particulares

1. Diseñar, con base al funcionamiento teórico y factores críticos de los procesos actuales de infiltración con inyección de gas, un proceso de infiltración con inyección de gas y generación de vacío –durante la infiltración- para la producción de espumas metálicas de aluminio. Esto abarcando desde el completo diseño del herramental (Crisol, sistema de calentamiento, accesorios y sistemas para inyección y escape de gases) así como los parámetros del proceso (Tiempos de vacío, presión de infiltración, ciclo de fundición). Evaluando posteriormente el desempeño de todos los componentes, tanto por su funcionamiento como por el análisis de los especímenes obtenidos.
2. Encontrar la mezcla de componente orgánico y cloruro de sodio idónea para la generación de las partículas de cada preforma, de manera que estas resistan el proceso de infiltración de metal y tengan solubilidad adecuada para eliminarse del espécimen final.
3. Elaborar la fabricación de 3 series de espumas de aluminio, con distinto tamaño de celda, para evaluación del proceso con preformas de distinto tamaño y morfología.

4. Realizar la caracterización básica (parámetros de la estructura y propiedades mecánicas en compresión) de las probetas obtenidas. El propósito es validar que el método propuesto, es apto para generar espumas con características estructurales y propiedades mecánicas en función del control del método. Además de evaluar la uniformidad y consistencia de estos parámetros en los especímenes.

Para abarcar los objetivos mencionados, el trabajo se estructura de la siguiente manera: En el capítulo 1 se proporciona el marco teórico existente acerca de estos materiales, incluyendo el concepto de sólido celular, características estructurales, métodos de fabricación y variables más importante y teoría básica de su comportamiento mecánico en compresión. En el capítulo 2, se describe el proceso de diseño realizado para la fabricación del crisol y el proceso propuesto, así como la caracterización de los especímenes obtenidos. Finalmente, en el capítulo 3, se presentan las evaluaciones del crisol y sistema de infiltración, preforma, así como el análisis estructural y de comportamiento mecánico realizados, para determinar la efectividad de este método, así como oportunidades de mejora.

Capítulo 1.

Conceptos fundamentales.

Capítulo 1. Conceptos fundamentales

Espumas metálicas, Introducción.

Espuma metálica. Definición.

Un sólido celular es aquel que está compuesto por una red interconectada de brazos o platos, que forman a los bordes y caras de lo que será definido como celda, la cual es el espacio volumétrico acotado por los elementos mencionados. Un arreglo celular puede ser bidimensional o tridimensional. En este último caso, es cuando se le denomina como *espuma* [1].

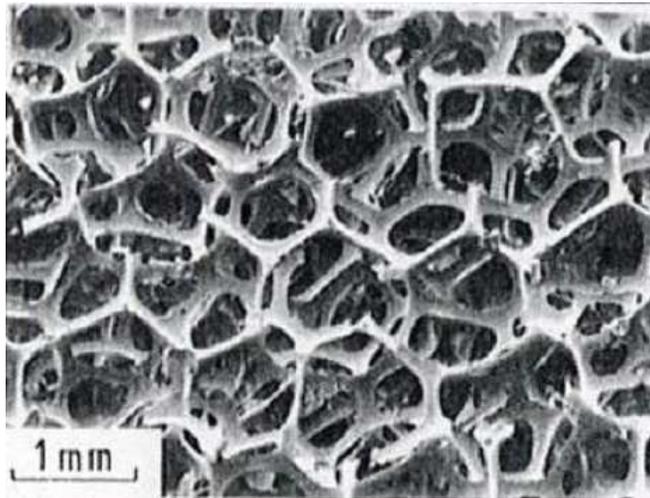


Figura 1.1. 1 Arreglo celular correspondiente a una espuma tridimensional de celdas (poro) abierto [1].

El material sólido que constituye a un material celular tridimensional o espuma puede ser de varios tipos: polimérico, de un material metálico o cerámico [1]. Por lo tanto, su descripción y nomenclatura también dependerá del tipo de material que componga a sus elementos sólidos [1].

Es entonces, que las espumas metálicas son materiales celulares, cuya fracción de sólido está constituida por un metal o aleación. Dada su naturaleza celular, llegan a presentar un conjunto de propiedades totalmente diferentes a las de un sólido convencional, como por ejemplo mayor rigidez, amortiguamiento mecánico, alta transferencia de calor, aislamiento acústico de alta eficiencia y esto presentando una muy baja densidad relativa y por ende, un bajo peso del componente o artefacto, lo que permite generar todo un nuevo campo de aplicaciones [1,15].

Campo de aplicación de las espumas metálicas

Como ya se ha mencionado, las espumas metálicas, por ser materiales de tipo celular, presentan un conjunto de propiedades y características de gran interés para diversas aplicaciones ingenieriles, tales como propiedades mecánicas, térmicas, eléctricas y acústicas.

Las propiedades de las espumas metálicas dependen en gran medida de su densidad, así como del tamaño, la distribución y la morfología de sus poros. Por lo tanto, el tipo de porosidad (el cual está relacionado directamente con la distribución del material sólido alrededor del mismo e indirectamente con la cantidad de poros, su forma y tamaño) de una espuma es uno de los factores determinantes para su utilidad en una determinada aplicación. En la figura 1 se presenta la relación entre el tipo de porosidad de las espumas y las aplicaciones correspondientes.

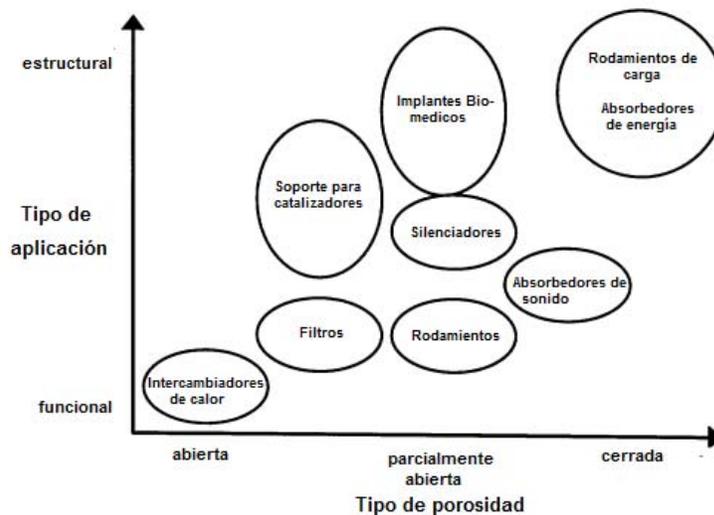


Figura 1.1. 2 Diagrama de relación entre tipo de porosidad y tipo de aplicación para espumas metálicas [2].

Por lo tanto, el control de la porosidad durante la fabricación de una espuma es un aspecto fundamental, ya que el proceso empleado deberá garantizar, principalmente, la homogeneidad de los parámetros de la estructura porosa, de manera que las propiedades tengan un comportamiento altamente isotrópico.

Las potenciales aplicaciones para las espumas metálicas van desde la fabricación de filtros y soportes de catalizadores (esto debido a que pueden ofrecer una gran interface de área superficial [2]) con espumas de celda abierta, hasta la fabricación de paneles y otros componentes estructurales para industria automotriz y aeronáutica; esto último con espumas de celda cerrada

[2]. No obstante, en la fabricación de estos últimos componentes, se han hecho estudios para el empleo de ambos tipos de celda [1, 2, 6, 10, 29, 30].

Aplicaciones estructurales

En la industria automotriz, la aplicación de las espumas metálicas –principalmente de aluminio- se enfoca en los siguientes rubros: Componentes para construcción ligera, absorción de impactos, así como elementos para reducción de ruido y control de calor.

En el primer caso, el factor más crítico es la obtención de la relación más alta de rigidez con respecto a la masa del componente; lo cual permite asegurar reducción de peso sin afectar la estructura del vehículo. Empleando espumas metálicas, esto se consigue por medio de la construcción de paneles compuestos de una estructura porosa central, rodeada por dos paneles sólidos, creando una estructura tipo sándwich. Para estos componentes, es necesaria la realización de un diseño para definir el espesor de las placas y la densidad de la espuma necesaria para obtener una elevada rigidez manteniendo un bajo peso. Por ejemplo, para un componente poroso con una quinta parte de material sólido respecto al mismo componente, pero fabricado totalmente de material sólido, se predice presentará una rigidez 5 veces mayor. Naturalmente, conforme mejores sean las espumas y menores defectos posean, puede esperarse mayor rigidez y modulo elástico. Por este último motivo, el uso de espumas metálicas en paneles estructurales debe competir con estructuras convencionales con distribución de masa optimizada y realizadas por modelamiento 3D. Sin embargo, las espumas resultan una alternativa contundente debido a que son más fáciles de manufacturar, además de que son más robustas y resistentes a los daños [2].

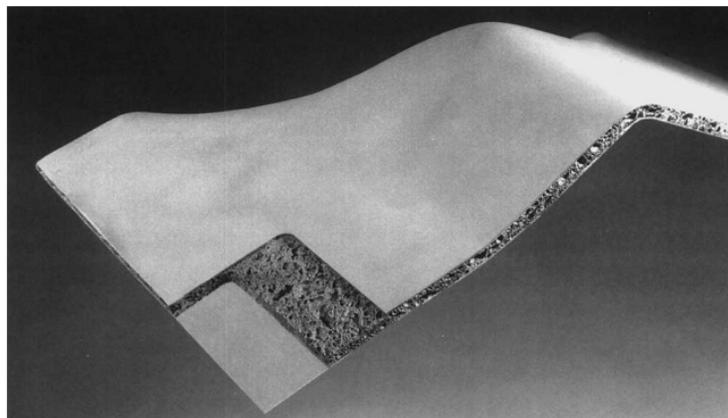


Figura 1.1. 3 Panel estructural tipo “sándwich” con núcleo constituido por una espuma metálica de aluminio y rodeado por una hoja de aluminio sólido [2].

Componentes para absorción de energía. La absorción de energía es un importante campo de aplicación para las espumas metálicas, debido a que se considera estas pueden alcanzar un amplio rango de deformación a prácticamente un régimen de esfuerzo constante (un aspecto crucial para los componentes de absorción de energía). Dependiendo de la zona de deformación donde se encuentre el componente (diseñadas en función de la velocidad del impacto); los componentes para absorción de energía deben cumplir con las siguientes características:

- Comportamiento cuasi-rectangular de la curva esfuerzo deformación (largas deformaciones a un esfuerzo cuasi constante) presentando fluencia y endurecimiento sólo después de que el esfuerzo permisible haya sido alcanzado.
- Alta capacidad de absorción de energía por volumen o por unidad de masa (Eficiencia de absorción)
- Capacidad de absorción isotrópica, de manera que el componente absorba la misma cantidad de energía sin importar la dirección del impacto.

Dentro de las investigaciones realizadas, se ha encontrado que las espumas homogéneas de aluminio pueden presentar propiedades de absorción adecuadas, ya que suelen presentar elevadas deformaciones sin incremento del esfuerzo (régimen de deformación a esfuerzo cuasi-constante ó "*plateau*" largo); aunque llegan a presentar un incremento residual de la pendiente de la curva esfuerzo-deformación [2]. Su comportamiento es por lo general isotrópico, a menos de que el método de fabricación genere anisotropía.

La mayoría de estas aplicaciones, emplea el uso de paneles densos para rodear el núcleo de tipo celular, ya que además de mejorar la resistencia a la corrosión, estos aumentan la capacidad de absorción energía [2]. Estos componentes pueden emplearse en estructuras que se someten a cargas axiales, como por ejemplo los postes B de un automóvil [2].

En el campo aeronáutico, las aplicaciones estructurales son muy similares a las ya mostradas para la industria automotriz, donde el objetivo principal es la sustitución de costosas estructuras tipo "*honeycomb*" por paneles de espumas de aluminio, manteniendo el desempeño de la estructura y disminuyendo su costo. Otra ventaja de los paneles de espumas de aluminio es que permiten dar soporte para la construcción de "*composites*", sin tener que recurrir a aglutinantes para su formación. Además, estos paneles pueden ser construidos en complejas formas 3D, a diferencia de las estructuras tipo "*honeycomb*", las cuales están disponibles solo de formas planas. Dichas

estructuras con espumas metálicas, además de aluminio, pueden estar constituidas por otras aleaciones base Titanio o base Magnesio. Otras aplicaciones potenciales, son la construcción de componentes estructurales para turbinas (para mejorar rigidez y amortiguamiento de vibraciones) así como la construcción de sellos entre etapas del motor [2].

- **Control de ruido**

A pesar de que este campo se centra en las espumas poliméricas, existe un gran potencial para el uso de las espumas metálicas para el control de ruido. Esto debido a que su capacidad para absorber vibraciones también impide la transmisión de ondas de sonido. A su vez, dado su menor módulo elástico con respecto a un sólido, la frecuencia de resonancia de la estructura o el cuerpo se mueve hacia valores bajos; además la superficie de la espuma (sobre todo espumas interconectadas por pequeños canales) tiende a provocar una interferencia destructiva, que atenúa a la onda resonante donde sea que la estructura no esté completamente cerrada (para espumas con tamaño de celda en el orden de milímetros, esta característica se presenta solamente a altas frecuencias).

- **Aislamiento acústico y térmico.**

El aislamiento acústico y térmico es un gran campo de aplicación en la industria automotriz, ya que los componentes utilizados para estos fines deben ser resistentes al calor y soportarse a sí mismos. En este rubro, las espumas metálicas de aluminio no son consideradas como aislantes acústicos altamente eficientes, más ofrecen un desempeño suficiente, además de que son resistentes al calor de la aplicación (“paredes de fuego” en el compartimiento del motor de un automóvil) y se soportan a sí mismas sin la ayuda de un sujetador.

Las espumas denominadas como **ALPORAS** (Espumas de aluminio de celda cerrada, fabricadas por gasificación directa, comercialmente) son empleadas para el aislamiento acústico en las carreteras de Japón [2].

Propiedades estructurales de las espumas metálicas

Como ya se ha mencionado, una espuma metálica es un sólido celular tridimensional con una estructura compuesta por dos elementos principales, denominados como bordes y caras. Las características de estos serán responsables de gran parte del comportamiento de la espuma, ya que además de contener al sólido que proporciona a la espuma gran parte de sus propiedades físicas, su geometría y disposición son también un factor crítico para sus propiedades. Por lo tanto, resulta necesario comprender los aspectos básicos relacionados con la distribución, estructura y geometría de los bordes y caras en una espuma metálica, lo cual permitirá hacer una aproximación cuantitativa de dichos efectos en sus propiedades.

En la actualidad, los modelos matemáticos relacionados con la descripción geométrica, así como los propuestos para el análisis de distintos comportamientos en las espumas metálicas no resultan del todo exactos (por las variaciones en cuanto a homogeneidad, propiedades del material sólido base y efectos del proceso de manufactura que no pueden ser modelados [1]) por lo que continúan siendo un tópico de investigación relevante [1, 24, 25, 26, 29]. A pesar de que se cuenta con una teoría básica (caso de las propiedades mecánicas, principalmente) para el entendimiento del comportamiento de las espumas, no se cuenta aún con una que permita modelar y predecir por completo su comportamiento. Por lo tanto, se debe recurrir a la caracterización de la estructura de la espuma para complementar su estudio y determinar a los factores adicionales que pueden estar modificando sus propiedades; resultando imperativo conocer los principales factores en dicha estructura del sólido celular.

Celda de un sólido celular. Elementos y parámetros geométricos. Tipos y características.

Básicamente, la estructura de una espuma metálica se define por la distribución que tiene el metal líquido durante su solidificación (o sinterización dependiendo del material de origen) en la etapa de formación de la espuma. Esta distribución, puede generarse mediante el uso de un gas (el cual puede ser generado químicamente o inyectado mecánicamente) o mediante un elemento físico que modifique el flujo de metal líquido. En el primer caso, factores como la tensión superficial, crecimiento competitivo, viscosidad del metal líquido, así como la dispersión y el flujo del gas a través del líquido influyen en la estructura y morfología de la espuma [1,2]. Para el segundo caso,

la distribución dependerá directamente de la morfología del agente físico o partícula (ya que adquirirá su forma) pero también de la presión y temperatura ejercidas para generar el flujo de metal a través de la partícula física [1-7]. En síntesis, el proceso de manufactura dará origen a las características de cada una de las celdas de la espuma, elemento que a partir de este momento se estudiará detalladamente para explicar algunas causas del comportamiento físico de una espuma.

Se define como celda a cualquier cuerpo poligonal que rodea a un espacio vacío, por lo que es llamada como **poro**; distinguiéndose este de los que se pudiesen formar por efectos de la solidificación del metal [1,6]. Las características más importantes de una celda son básicamente su geometría y su tamaño, mismas que están definidas por los elementos que encierran al espacio poroso. Dependiendo del proceso de distribución del sólido durante la fabricación, el espacio poroso puede estar delimitado con el sólido distribuido en forma de brazos interconectados o estar parcial o completamente cubierto por el sólido. En el primer caso, se considera a la construcción como una celda de tipo abierto –ya que no encierra un volumen- mientras que los **brazos sólidos** que se interconectan entre sí y definen la estructura son denominados como **bordes**. En el caso donde el sólido rodea a todo o casi todo el volumen, se le denomina cara a la superficie con menor espesor, mientras que el borde es ahora la sección con mayor espesor. Este tipo de celda, por no permitir el contacto del volumen interno con el exterior, es considerada como celda de tipo cerrada. Lo anterior, tendrá una gran influencia en las propiedades. Esta distribución está relacionada con la densidad relativa de la espuma, parámetro que se discutirá más adelante por su relevancia en los sólidos celulares [1,2].

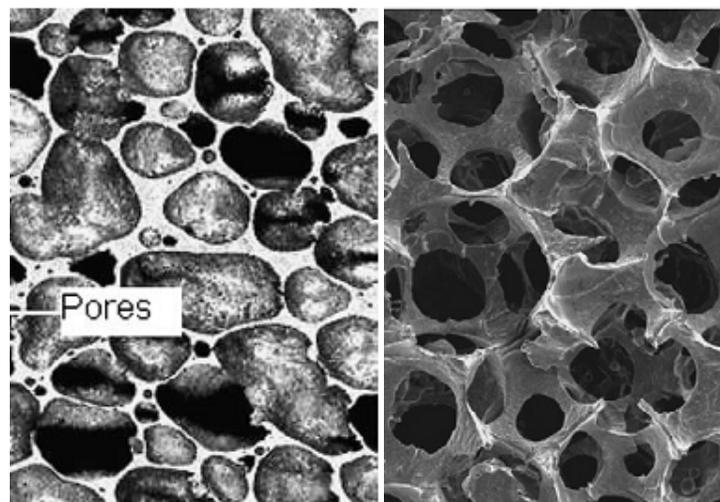


Figura 1.2. 1 Corte transversal de una espuma metálica de aluminio a) de celda (poro) cerrada y b) de celda (poro) abierta [5, 6].

El arreglo del conjunto de caras y bordes (caso de una celda cerrada) ó solo bordes en forma de brazos (celda abierta) definirá a la geometría de la celda, cuya aproximación mediante algún cuerpo volumétrico es posible de realizar, más no siempre será exacta.

Densidad relativa y porosidad.

Es uno de los conceptos más importantes para comprender la naturaleza y función de las espumas metálicas, ya que es una medida que expresa la proporción de sólido presente en un material celular. Esta proporción, se obtiene a partir de los valores de densidad de la espuma y la densidad del sólido que conforma a la espuma, esto mediante la expresión:

$$\rho_r = \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Donde ρ_r que es la densidad relativa, es el resultado de dividir a la densidad de la espuma (ρ^*) entre la densidad del sólido que conforma a la espuma (ρ_s) y equivale al porcentaje total de sólido en el material celular [1].

Por lo tanto, considerando que el porcentaje de sólido y el porcentaje de espacios sin material debe ser igual a un 100% (dentro de un volumen definido) es posible definir a la porosidad –o a la cantidad de porosidad- como:

$$p = 1 - \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Donde al multiplicarse por 100 el valor resultante, se obtiene el porcentaje de porosidad en la espuma. Este valor, es sumamente necesario cuando las espumas tienen aplicaciones que requieren del paso de un fluido a través de las mismas; mientras que también es un parámetro importante de caracterización para las espumas en general.

Procesos de fabricación para espumas metálicas.

Estado del arte sobre los métodos para fabricación de espumas metálicas utilizados.

En los últimos años se ha propuesto una gran cantidad de métodos para la fabricación de espumas metálicas [2-7]. Sin embargo, no todos han resultado adecuados debido a la variación de las características micro-estructurales presentadas por las espumas obtenidas mediante los mismos. En la mayoría de los casos, no es posible controlar de manera precisa parámetros como el tamaño de poro o celda, así como la distribución de tamaño. Otro aspecto importante es el control del tipo de celda, ya que con la mayoría de los métodos solo es posible fabricar espumas con un determinado tipo de celda, resultando sumamente complicado o imposible el utilizar el mismo método para la producción con otro tipo de celda [2]. Los métodos más destacados en cuanto a calidad y homogeneidad de parámetros en las espumas producidas, solo pueden producir espumas de un solo tipo de celda y pueden presentar algunos defectos como gradiente de tamaño de poro, presencia de partículas residuales en las paredes de la celda, lo cual afecta a las propiedades mecánicas. Esto, en conjunto con un costo elevado y dificultades técnicas en la producción [2, 3, 4] limitan las posibilidades de aplicación de las espumas metálicas.

Por lo tanto, gran parte de la investigación actual consiste en proponer nuevos métodos, mejoras o adaptación de otros utilizados en la industria a la producción de espumas metálicas, de manera que sea posible contar con un método que permita la fabricación de estos materiales con un gran control de sus parámetros estructurales, alta homogeneidad y uniformidad de la estructura, así como un bajo costo.

A continuación, se presenta una breve descripción de los métodos más utilizados, con las características más importantes de cada uno de ellos, a modo de tener un marco comparativo para poder justificar y explicar las ventajas –en el siguiente sub tema- del tipo de método al cual propuesto en el presente trabajo para la fabricación de espumas de aluminio.

Fabricación con inyección de gas.

Es un método de gasificación directa principalmente desarrollado para la fabricación de espumas de aluminio, el cual permite la obtención de espumas mediante la inyección de gas en un metal fundido. Como primer paso, se prepara la fusión del metal constituyente en un recipiente de material refractario. Una vez que es fundido el metal, se realiza la inyección del gas (aire, argón o nitrógeno) mediante el uso de propelas ó aletas en una sección del contenedor, operación que tiene por objetivo generar una gran cantidad de burbujas que se distribuirán por dicha sección en el metal fundido. Para evitar que las burbujas se distribuyan solo en la parte superior de la fundición, se realiza la adición de elementos como carburo de silicio, óxido de aluminio u óxido de magnesio para el incremento de la viscosidad. Una vez que se han generado suficientes burbujas –adecuadamente distribuidas- en el metal fundido, el material espumado es arrastrado mediante una banda transportadora para ser finalmente enfriado.

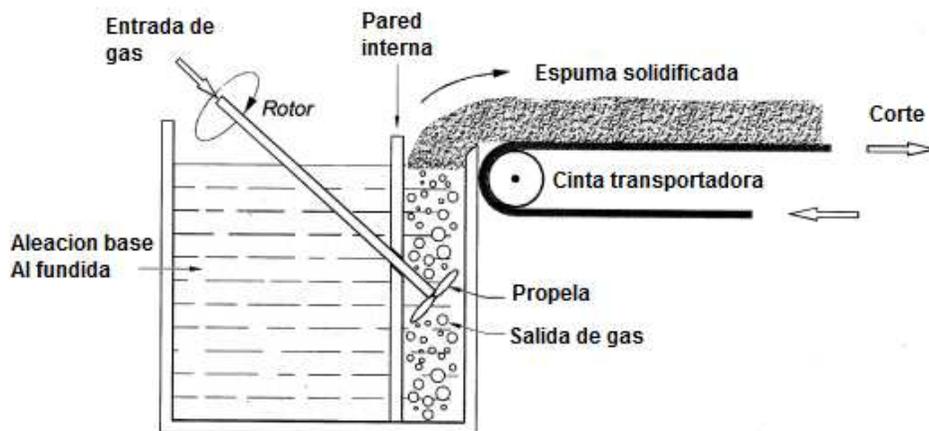


Figura 1.3. 1 Esquema representativo del método de fabricación por inyección de gas [2].

Ventajas del proceso.

- Capacidad para producir grandes volúmenes de espuma de manera continua y para producción de espumas con alta porosidad (80-98%) con densidades entre **0.069 y 0.54 g/cm³**.
- Bajo costo de producción.

Desventajas.

- Formación de un gradiente de densidad y tamaño de poro debido al arrastre ocasionado por la cinta transportadora, así como posible fragilidad de la espuma debida a la presencia de partículas (constituidas por los agentes usados para el incremento de viscosidad) en las paredes de las celdas [2].

Fabricación con adición de elementos gasificantes.

Es otro método para espumar *in-situ* metales líquidos. A diferencia del anterior, este consiste en la formación de espumas mediante una mezcla constituida por una aleación líquida y un compuesto denominado agente gasificante, el cual por medio de una reacción química liberará el gas necesario para la generación de burbujas que darán origen a la espuma.

En este proceso, el metal es fundido por completo, manteniéndose esta fundición a una temperatura por encima del punto de fusión [2]. Posteriormente, se añade un elemento para incrementar la viscosidad (entre 1.5 y 3% en peso de Calcio para espumas de aluminio). La mezcla es agitada hasta alcanzar el valor de viscosidad deseado, para después agregar el agente espumante. Para la producción de espumas de aluminio, el agente más utilizado es el Hidruro de Titanio (TiH_2) debido a la liberación de hidrógeno que este produce en el líquido metálico viscoso. Una vez agregado el agente gasificante, la generación de la espuma -mediante la expansión por liberación de gases- se lleva a cabo a presión constante. Finalmente, la espuma obtenida es enfriada para luego ser procesada y proporcionarle una forma final.

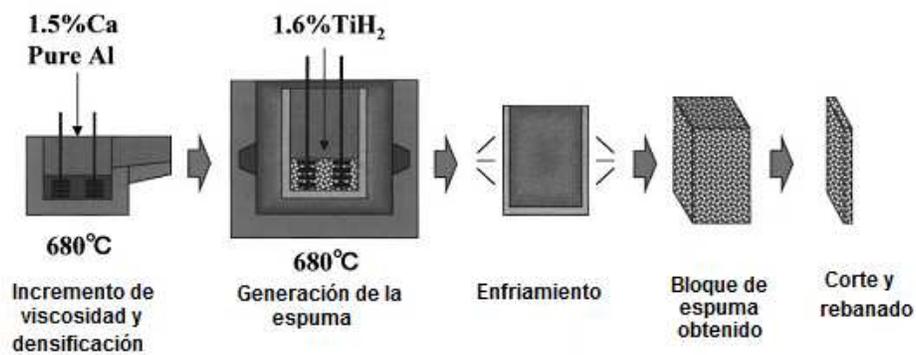


Figura 1.3. 2 Proceso de fabricación de espumas con agente gasificante [2].

Ventajas del proceso.

- Posibilidad para producir espumas de distintas aleaciones [2].
- Obtención de espumas homogéneas. Sin embargo se requiere de un control sumamente preciso de los parámetros de fabricación [2].
- Generación de espumas con gran porosidad y densidades **entre 0.18 y 0.24 g/cm³**.

Desventajas.

- La dificultad en el manejo del agente gasificante de TiH₂ [2, 3, 4] puede provocar descontrol en el proceso con la consecuente formación de defectos; por ejemplo, la aparición de un gradiente de densidades [2,3].
- Mayor costo de producción respecto al método de inyección de gas.

Fabricación por sinterizado de polvos.

Es un método con un mecanismo de producción de espumas similar al anterior, pero que se diferencia debido al modo de suministro del metal (en polvo) además de que la reacción de gasificación ocurre en estado sólido. Para realizar este proceso, el metal en polvo es compactado en conjunto con el agente gasificante por medio de un proceso de extrusión. Después, la mezcla compactada es calentada en un horno por el tiempo necesario para que ocurran las reacciones de gasificación y la espuma se forme. El agente espumante utilizado, al igual que en estado líquido, es el TiH₂, aunque se ha probado el uso de nuevos agentes como el carbonato de calcio (CaCO₃) [3].

Existe una variante en la cual el suministro de la mezcla metal-agente gasificante se realiza en forma de polvo, pero la reacción de gasificación se hace en estado líquido; formándose las espumas también mediante la liberación de gases a alta temperatura dentro del líquido. El principal objetivo de realizar la mezcla de componentes iniciales en polvo es conseguir una mejor distribución de las partículas del agente gasificante dentro de la matriz, evitando así la presencia de una porosidad residual entre estos elementos lo cual, de permanecer, afectará a la estructura de la espuma. En ambas variantes, es posible realizar operaciones de conformado, moldeado o corte antes de la generación de la espuma (Figura 1.3.3).



Figura 1.3. 3 Diagrama del proceso de fabricación por polvos [2].

Ventajas del proceso.

- Capacidad para generación de espumas con alta porosidad.
- Compatibilidad de uso con diversos tipos de aleaciones.
- Posibilidad de generar piezas moldeadas o con geometrías complejas.

Desventajas:

- La dispersión de partículas del agente gasificante puede ocasionar problemas durante la extrusión de la mezcla de polvos, así como fragilidad de la espuma por la presencia de estas partículas en las paredes de los poros [2, 3, 4].
- Requerimiento de un control sumamente preciso del proceso de expansión del agente gasificante [2].
- Posible formación de óxidos que impidan el proceso de sinterizado [2].

Resumen.

Los procesos descritos anteriormente representan los principales estudiados y disponibles –en la mayoría de los casos- para pre-producciones industriales. Naturalmente, existen además de estos, otros métodos como la fabricación por electro depositación, depositación de vapor, formación

por aplicación del material en spray, así como otras variantes de estado sólido y sinterizado. En el caso de los primeros –inyección de gas y agente espumante- la producción de espumas con parámetros controlados es relativamente posible, pero se tienen defectos como la formación de un gradiente de tamaño de poro, la formación de compuestos en las paredes de las celdas, entre otros; además de que en ningún caso es posible controlar de manera directa y precisa el tamaño de celda ni el grado de interconectividad. Lo mismo sucede con otros métodos, como la formación por spray. En el caso de los métodos de electro depositación y depositación de vapor, los parámetros micro-estructurales pueden controlarse con mayor facilidad, pero el costo de producción se eleva considerablemente [2].

Por estos motivos, distintos autores como Despois, Mortensen, Goodall, HUO, Palmer [7, 9, 10, 14] han propuesto –mediante distintas variantes- a los métodos de infiltración como una solución muy factible para la fabricación de espumas, ya que permiten el control de gran cantidad de parámetros micro-estructurales y la producción de espumas con variedad de geometrías, a un costo menor. En la siguiente sección se discutirán todos los detalles de estos métodos.

Fabricación de espumas por infiltración.

Los procesos de infiltración para la fabricación de espumas metálicas son derivados de los empleados en la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica (MMC por sus siglas en inglés). Como ya se ha mencionado, la fabricación de espumas metálicas por estos métodos representa una alternativa viable para solventar los inconvenientes de los otros procesos de producción, ya que permite la fabricación de espumas de diversos metales (aluminio, zinc, magnesio) con una porosidad de hasta un 80%. Ello manteniendo un control adecuado del tamaño de poro y de la micro-estructura [2]. Además, evita gran parte de los inconvenientes de los otros métodos, como la fragilidad de las espumas por precipitados de fases secundarias en sus paredes - al no requerir la adición de agentes gasificantes o elevadores de viscosidad- gradientes de tamaño de poro, dificultad de procesamiento, etcétera.

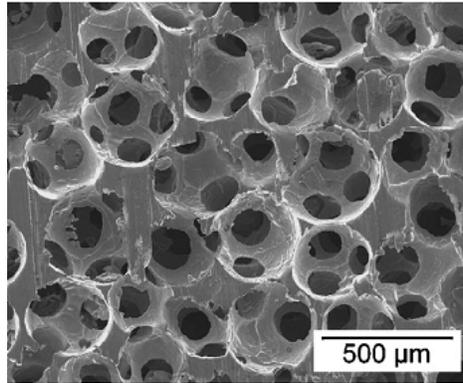


Figura 1.3. 4 Imagen de MEB de la micro-estructura porosa de una espuma fabricada por replicación con preforma de partículas esféricas [5].

El mecanismo base del proceso de infiltración, consiste en el impulso ó la infiltración de un metal líquido a través de un conjunto de partículas denominado como preforma [2, 10-14]. Esto dará lugar a un compuesto metal-partículas, mismas que serán eliminadas para obtener a la espuma. Dado el uso de un conjunto de partículas para generar la espuma, estos métodos también son conocidos como de replicación, ya que la porosidad obtenida es una réplica en negativo del conjunto de partículas o preforma.

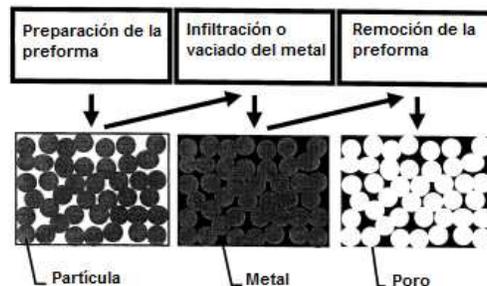


Figura 1.3. 5 Concepto del proceso de replicación o fabricación por preforma [2].

La fabricación de espumas por infiltración puede requerir la implementación de distintas etapas para llegar al producto final, ya que es necesario controlar una gran cantidad de parámetros. Por lo tanto pueden llegar a presentarse variaciones importantes en cada proceso de infiltración. Sin embargo, pese a estas, todos los procesos de infiltración pueden describirse mediante 4 etapas, las cuales son:

- **Ensamble y preparación de la preforma.** Como su nombre lo indica, en esta parte se realiza la fabricación de la preforma, la cual puede abarcar incluso la elaboración ó peletización de las partículas que la conforman [6,15]. Esta preparación, incluye la definición de parámetros como

tamaño, tipo de partícula, grado de compactación, así como la aplicación de adhesivos o recubrimientos [16] para mejorar el desempeño de la infiltración. La selección adecuada de estos parámetros es de interés, ya que influirán directa o indirectamente en la densidad de la espuma. Por lo general, esta etapa finaliza con los tratamientos térmicos de esta para su óptimo desempeño durante el proceso [5, 9, 10-16]. Las propiedades estructurales y mecánicas de las espumas obtenidas mediante el método de replicación dependen en gran medida de la estructura de la preforma. Por lo tanto, para modificar parámetros como densidad o porosidad, será necesario hacer cambios en la fabricación de la preforma. Por ejemplo, para conseguir una estructura más porosa o una con mayor tamaño de poro, se requerirá de mayor compresión de la preforma ó el uso de partículas más grandes [5] aunque también es posible modificar los parámetros de infiltración de metal para este fin, más se depende en gran medida de la preforma.

- **Fundición de metal.** La etapa de fundición, consiste en el calentamiento de un metal hasta una temperatura superior a la de su punto de fusión, lo que se denominará como temperatura de infiltración. Dependiendo del proceso, esta puede llevarse a cabo junto o separada de la preforma, por lo que en la mayoría de los casos- involucra a la puesta a punto o desarrollo de dispositivos para poder realizarla, de manera que la pérdida de calor en el metal líquido sea mínima y la transferencia de calor entre este y las demás superficies de contacto sea óptima, tal como se explicará más adelante. No existe una regla general para la selección de parámetros, por lo que siempre involucra la realización de experimentos para la determinación de la temperatura y el tiempo [11-16]. Puede realizarse también empleando una atmósfera de vacío [9,13].
- **Infiltración del metal.** Consiste en la impulsión o inyección del metal a través de la preforma empleando siempre algún medio mecánico o la inyección de algún gas [11]. Esto debido a que el metal líquido en contacto con la partículas tiende a formar un ángulo de contacto mayor a 90° , por lo que los efectos de tensión superficial harán que el metal no pueda “mojar” a las últimas, impidiendo su avance a través de la preforma. Por lo tanto, dados estos factores, aparte de otras variables y fenómenos que involucra, es la etapa más compleja del proceso. Para evitar la aparición de defectos en las espumas, se exige un gran control de los

parámetros, como presión, tiempo de inyección, transferencia de calor entre la preforma y el metal, tipo de crisol, entre otros. Esta etapa concluye con el enfriamiento del conjunto, el cual en gran parte de los casos suele ser de tipo direccionado [11, 12, 14, 15].

- **Eliminación de la preforma.** Implica la remoción de las partículas de preforma remanentes aún en el compuesto fabricado. Su eliminación puede ser ocurrir mediante la disolución de los elementos de la preforma [4-15, 17] en alguna solución de agua o ácido ó mediante la aplicación de algún tratamiento térmico, como se explicará en el apartado tipo de partículas.

Las operaciones de maquinado para generar probetas y/o productos no se consideran como parte de las etapas de cada proceso, ya que dependen directamente de la aplicación o fin establecido para las espumas producidas [2].

- **Etapas de infiltración del metal**

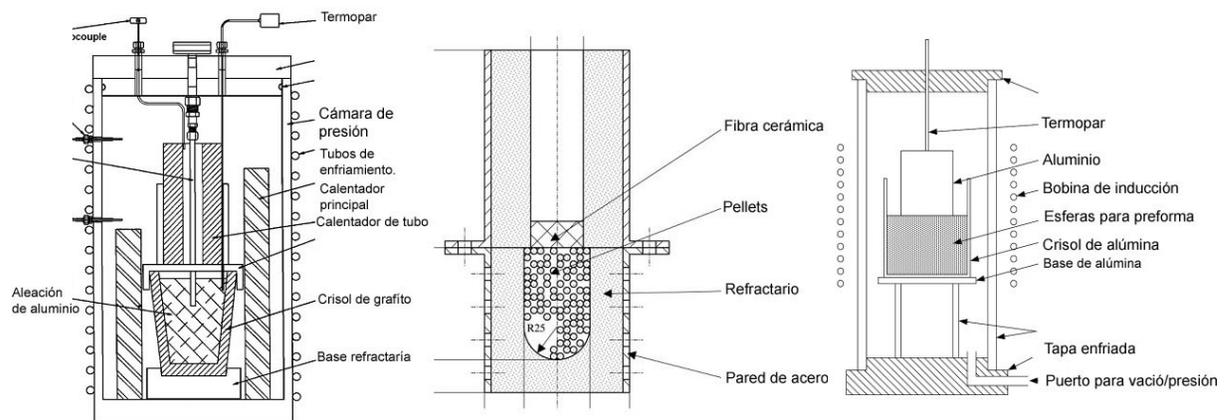


Figura 1.3. 6 Distintos dispositivos para la fabricación de espumas por infiltración, indicándose los elementos más importantes en estos. [12, 14, 15].

Como se puede apreciar en la figura 1.3.6, existen diferentes variantes para generar espumas por infiltración. Las principales modificaciones consisten en el diseño del recipiente contenedor ó crisol para infiltración, la dirección de alimentación del metal hacia la preforma, el modo de calentamiento y el mecanismo o dispositivo impulsor utilizado para lograr la infiltración de metal en la preforma.

Existen algunas variables esenciales cuyo análisis debe considerarse para el diseño o implementación de un proceso de infiltración, las cuales deben analizarse a profundidad para poder efectuar el proceso de manera adecuada, evitando así la aparición de defectos en las espumas [14,19]. Estos criterios ó condiciones se explican a continuación.

Transferencia de calor. La transferencia de calor será un aspecto fundamental en un proceso de infiltración, ya que de ésta dependerán –en gran medida– las características micro-estructurales y la adecuada infiltración del metal en la preforma. Básicamente son tres las regiones o interfaces donde esta ocurrirá: la interfaz crisol-metal líquido, crisol o pre-cámara con la preforma y metal líquido-preforma. Por lo tanto, los dispositivos calentadores y contenedores utilizados en el proceso deben conseguir, rápidamente, un equilibrio térmico en prácticamente todas las regiones [10, 12] aunque esto no es posible en todos los procesos de infiltración. En la mayoría de estos, los principales gradientes de temperatura se presentan (dependiendo el dispositivo) entre el metal líquido y la preforma [11] mismos que afectarán al comportamiento del denominado frente de infiltración [11] el cual (debido al enfriamiento del metal líquido ocasionado por el contacto con la preforma) tenderá a perder temperatura, generando una región semi-sólida en el frente de infiltración, mismo que se fundirán nuevamente solo sí hay disponible en el metal detrás de este la cantidad de energía suficiente para generar el calor latente de fusión necesario y elevar nuevamente la temperatura del frente hasta un valor similar al de la temperatura de fusión inicial [15]. Las diferencias de temperatura considerables entre la preforma y el metal líquido producirán frentes de infiltración que forman a su paso una mayor cantidad de material semi-sólido. Entonces, sí la temperatura de fundición no es lo suficientemente elevada, no se tendrá la energía suficiente para lograr la re-fusión del semi-sólido remanente, ocasionando una infiltración deficiente [11], como se puede ver en la siguiente imagen (figura 1.3.7) del estudio realizado por Berchem [15] donde puede observarse el comportamiento de la temperatura empleando distintas temperaturas de fusión. El comportamiento más adecuado, es observar en cada una de las curvas un incremento de la temperatura posterior a la generación del calor latente de fusión (meseta a temperatura constante) lo cual indica que el frente de infiltración puede seguir avanzando a través de la preforma.

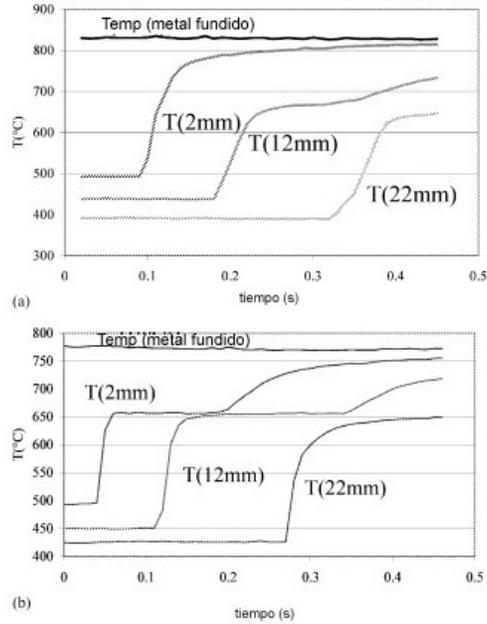


Figura 1.3. 7 Análisis térmico de un frente de infiltración, empleando distintas temperaturas de fusión del metal [11].

Presión de inyección de gas (si así se diseña). Las características del ángulo de contacto y tensión superficial [9, 15, 16] del metal líquido harán que este no pueda avanzar por sí solo a través de la preforma, por lo que se requiere de una fuerza auxiliar que permita realizar la infiltración a través de la preforma. En la mayoría de los casos, esto se consigue mediante la inyección de un gas a presión [5, 9, 15, 16].

Dadas la resistencia generada por ángulo de contacto entre el metal y las partículas de preforma, así como la tensión superficial, existirá un umbral de presión de infiltración [15, 16]. Es decir, existirá un valor de presión a partir del cual se empiecen a notar los efectos de infiltración en la preforma. Naturalmente, dicho valor es dependiente de la morfología, el tipo de partícula de la preforma y del metal a fundir [9, 10, 13, 15]. A partir de este valor de presión, la densidad relativa, así como la longitud de infiltración se incrementarán de manera proporcional al aumento de presión a partir del valor inicial de efecto; sin embargo existirá un valor de presión a partir del cual ya no aumenten las variables mencionadas [9, 13].

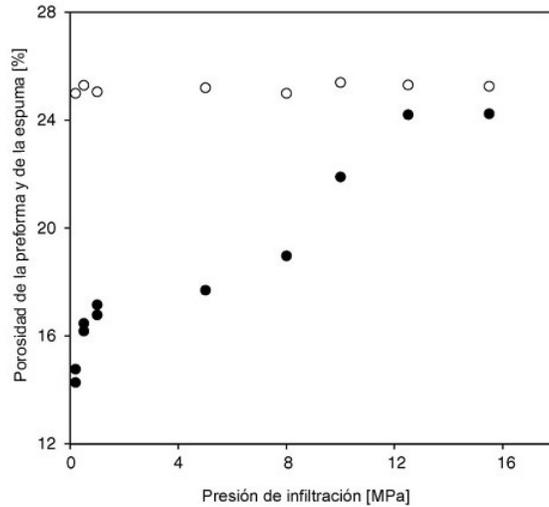


Figura 1.3. 8 Variación de la porosidad en función de la presión de infiltración, conforme esta se incrementa, la porosidad en la espuma tiende al valor de la generada en la preforma (señalada con esferas blancas) [9].

Por lo tanto, la presión adecuada para infiltración se determina principalmente de manera experimental; Berchem [15] ha mostrado una metodología y teoría para realizar el cálculo de este valor en función del tamaño de celda deseado. Aun así, los valores calculados representan una aproximación, ya que las ecuaciones empleadas no contemplan algunos efectos físicos como la pre-solidificación, entre otros. Por lo tanto, el cálculo permite principalmente determinar el rango de presiones a utilizar durante los experimentos, para conocer la presión ideal. Por lo general, para la mayoría de los procesos de infiltración –sin vacío- este oscila entre los 25 y 275 KPa [10-15] mientras que para partículas del orden de milímetros, puede alcanzar varios MPa.

Por otra parte, el valor de presión ideal también dependerá del tipo de espuma a lograr. Para generar espumas de poro o celda cerrada, las presiones altas serán adecuadas, ya que esta condición permite lograr la infiltración del metal alrededor –casi en su totalidad- de cada partícula de la preforma [16]. Aunque también, un mayor grado de compresión de las partículas de la preforma, en conjunto con una presión lo suficientemente elevada de infiltración, puede generar espumas con porosidad abierta y bordes de celda bien definidos [9]. Lo anterior, en conjunto con la variación del tipo de partícula utilizada, genera la presencia de un espacio entre partículas, creando celdas de tipo abierto (Figura 1.3.9).

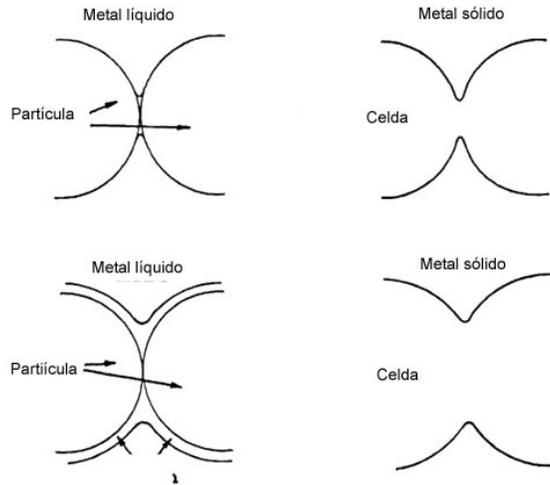


Figura 1.3. 9 Formación de celdas de tipo poroso empleando alta presión de infiltración, mediante la modificación del tipo de partícula y el nivel de compresión de la preforma [16].

Por su parte, una baja presión de infiltración originará en la mayoría de los casos defectos en la microestructura de las espumas, ya que la infiltración del metal (si es lograda) ocurrirá solo entre los espacios más anchos [9] propiciando la formación de porosidad no controlada, la cual no otorga beneficio alguno en las propiedades de la espuma [9,14] ya que además propicia la formación de bordes de celda no interconectados, los cuales disminuyen, entre otras, la resistencia mecánica y el módulo elástico de la espuma.

En contraparte, una excesiva presión de infiltración puede lograr infiltrar todo el metal incluso a través de los espacios más reducidos entre partículas. Sin embargo- aunque esto depende del tipo de partícula usado- la excesiva presión tenderá a infiltrar el metal a través de los defectos de las partículas tales como fracturas o porosidad, lo cual tendrá como consecuencia la formación de defectos en las paredes de la celda o bordes interconectados no deseados [9].

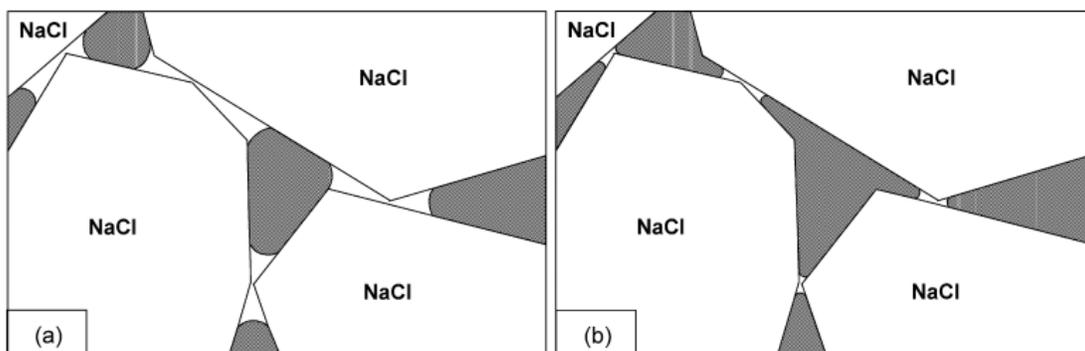


Figura 1.3. 10 Efectos de una baja presión (a) y una alta presión (b) de infiltración, en la formación de celdas de una espuma metálica.

Formación de gases. La formación de gases durante el proceso de fundición del metal puede generar porosidad no controlada en la espuma [15] la cual resulta indeseable ya que tiende a deteriorar las propiedades mecánicas de los componentes de material sólido de la espuma. Este fenómeno puede deberse a la calcinación de componentes orgánicos de las partículas [6] o a la liberación de gas contenido en partículas huecas, aunque también puede deberse a defectos similares a los ocurridos en fundiciones con defectos [14].

Por lo tanto, para evitar que los gases residuales formen este tipo de porosidad, se recurre a la implementación de sistemas de ventilación, generación de vacío y solidificación direccionada [10-14]. La generación de vacío antes y durante la fundición del metal es uno de los métodos más efectivos para asegurar la producción de espumas de alta calidad, además de que evita la formación de óxidos en las paredes de las celdas. La solidificación también ayudará considerablemente, ya que permitirá reducir a la porosidad no intencional en las zonas de interés. Ésta se logra mediante la colocación de materiales altamente conductores de calor en puntos estratégicos del crisol, o moviendo la fuente de calor a través del crisol [12, 14, 15].

Pérdidas de presión de inyección. Las pérdidas de presión dentro del crisol tienden a provocar infiltración incompleta y aparición de defectos. Por lo general, éstas se presentan cuando son utilizados crisoles contenedores de tipo poroso o con un sellado defectuoso, ocasionando que la presión del gas disminuya, además de que esta se vuelve no homogénea [14,15] por lo que se tiene una presión baja que no permite conseguir la distribución del metal a través de la preforma. Además, el aire y gases presentes en el crisol también actuarán como elementos de resistencia al metal infiltrado a presión [9,14].

Dispositivos y juntas adecuadas pueden proporcionar un sellado hermético, así como el uso de crisoles contenedores fabricados con materiales no porosos, evitan las pérdidas de presión. La generación de vacío durante las etapas de fundición e infiltración también consigue mejorar el efecto de la presión en la infiltración [9] requiriéndose incluso presiones de inyección menores para conseguir una adecuada infiltración.

Tipo, morfología y tamaño de partícula y preparación de la preforma.

Diversas investigaciones [2-16] han revisado los efectos de distintos tipos y características de partículas para la realización de espumas por infiltración ya que, como se ha ido señalando en los puntos anteriores, tienen efectos considerables en la dinámica de los procesos de infiltración.

Los principales aspectos analizados no solo se limitan a la modificación del tamaño y morfología de la partícula, también a su composición e incluso a su rugosidad superficial, estudiándose el uso de recubrimientos para cambiar características de tensión superficial [13, 14, 15]. A continuación, se describen los tipos de partículas más investigados recientemente.

Partículas sólidas

Representan el principal tipo de partículas utilizadas en la fabricación de espumas por infiltración. También suelen denominarse como elementos espaciadores, ya que generan los espacios de porosidad en la matriz metálica [2]. Este tipo de partículas siempre se utiliza en la fabricación de espumas con porosidad abierta, ya que es la interconectividad entre ambos lo que permite su eliminación del compuesto resultante del proceso de infiltración.

Los principales criterios que influyen en la selección de estas partículas son, por mencionar algunos, su facilidad de obtención, modificación ó producción, calidad superficial, resistencia a la compresión, resistencia a elevadas temperaturas y facilidad para remoción del compuesto final preforma-metal. A continuación, se presentan los principales tipos de partículas sólidas más estudiadas hasta el momento [1,2-8, 16, 17].

Partículas de NaCl. Es un tipo de partícula sumamente estudiada, ya que las partículas pueden tener distintas geometrías (esferoidal o angular) y tamaños de hasta 400 μm [5]. Su principal ventaja radica en su fácil eliminación del compuesto metal-preforma empleando únicamente agua [5-7]. Sin embargo, los principales inconvenientes de las partículas de NaCl es su tendencia a la fractura durante la compresión de la preforma (cuando ésta se aplica) y cuando las partículas utilizadas son mayores a 1 mm [6].

Partículas de sílica. Las partículas de sílica gel, fabricadas comercialmente para distintas aplicaciones, han sido también propuestas para su aplicación como elementos espaciadores en la fabricación de espumas. Presentan ventajas como morfología y tamaño de gran exactitud, además de un punto de fusión elevado (aspecto crucial para la fabricación de espumas con metales de alto

punto de fusión). También, a comparación de las partículas minerales, presentan una rugosidad y defectos superficiales menores [17].

Sin embargo, su principal inconveniente radica en la disolución, ya que se requiere el uso de soluciones con ácido fluorhídrico, lo cual es un inconveniente desde los puntos de vista económico, de facilidad de manejo y ambiental.

Partículas de poliestireno. El análisis del uso de este tipo de partículas en la fabricación de espumas de metales de bajo punto de fusión se debe a que pueden ser eliminadas del compuesto resultante de la infiltración mediante la aplicación de un tratamiento térmico, lo cual evita tener que realizar procesos de disolución posteriores, lo cual representa una ventaja considerable para la producción de espumas de celdas cerradas. Además, permiten la deposición de componentes adhesivos, cuyo objetivo es el controlar el tamaño de los canales entre poros o el grado de porosidad abierta (para espumas con este tipo de celda) [16].

Ceno-esferas (Fly-ash). Las ceno-esferas son partículas huecas de baja densidad con una pared de espesor definido. El uso de las ceno-esferas se da principalmente para la fabricación de compuestos de matriz metálica de aluminio [12,13]. En estos materiales, el principal objetivo es la reducción de la densidad y peso, lo cual se logra empleando las ceno-esferas, que al ser huecas disminuyen la cantidad de sólido en un volumen determinado. Por lo tanto, estas mismas han comenzado a ser utilizadas en la fabricación de espumas metálicas de poro cerrado, donde la pared de cada celda también estará constituida por la pared de la ceno-esfera [14].

Uno de los medios para obtener a las ceno-esferas es a partir de la conocida ceniza volante (denominadas fly-ash) [13] proveniente de la combustión de carbón ocurrida en las plantas eléctricas industriales. Estas partículas residuales de ceniza volante se agrupan a su vez en “precipitadores” y ceno-esferas, siendo su principal diferencia la densidad, la cual es menor en las últimas por tratarse de partículas huecas. Por lo tanto, para separar unas de otras, se utilizan métodos para flotación de las partículas [12]. Aunque también, se producen por métodos comerciales para su uso en pinturas, adhesivos y materiales poliméricos compuestos [14]. Su composición es compleja, constituida por distintos óxidos como alúmina, óxido de silicio o sílice, óxido de hierro, entre otros.

Partículas obtenidas a partir de mezclas.

Este tipo de partículas se generan a partir de la compactación (mediante un elemento aglutinante) y peletización de polvos o mezclas con compuestos determinados. Su principal ventaja radica en la fácil obtención de partículas de distintos tamaños y morfologías específicos, la cual se puede lograr como ya se ha indicado, con procesos de peletización sencillos. A su vez, estas mezclas se encuentran constituidas de manera que las partículas puedan ser disueltas en agua, lo que representa un aspecto relevante para una producción sustentable.

Por ejemplo, Goodall y Mortensen [6] han propuesto la fabricación de partículas a base de un compuesto harina, agua y sal, lo que permite generar con mayor facilidad partículas de distintos tamaño y morfología; evitándose la aparición de fracturas por la maleabilidad otorgada por el componente orgánico y las características de la mezcla. No obstante, se requieren más pruebas para la determinación de una composición adecuada para la mezcla, ya que pueden presentarse inconvenientes con la solubilidad y la resistencia a compresión de las partículas durante la infiltración del metal líquido.

Otro ejemplo es la propuesta realizada por Berchem *et.al* [15] que consiste en obtener las partículas a partir de una mezcla de arena para moldes de fundición (básicamente silicio) y una resina fenólica, las cuales también pueden ser fácilmente procesadas por distintos métodos de peletización. Al igual que en el compuesto base sal, la disolución de este también puede lograrse utilizando agua. Sin embargo, a altas temperaturas pueden presentar baja resistencia.

En ambos casos, la composición elegida para la mezcla será un factor determinante para el proceso de peletización, los tratamientos térmicos necesarios para el secado, mejoramiento de la resistencia a compresión y características de superficie de cada partícula, el grado de porosidad de la misma partícula además de la rapidez de disolución de la preforma en agua [6,15].

Propiedades mecánicas, comportamiento y mecanismos de deformación en espumas metálicas.

Comportamiento a compresión de las espumas metálicas y mecanismos para deformación.

El comportamiento a compresión de las espumas metálicas resulta de gran interés por la gran cantidad de energía que estas pueden absorber a un esfuerzo constante, [1, 2, 29, 30] lo cual es resultado de su estructura de tipo celular. Este comportamiento específico, convierte a las espumas metálicas en materiales sumamente útiles para aplicaciones donde requieren componentes de bajo peso y elevada absorción de energía; como ya se ha mencionado en la parte introductoria.

Es indispensable conocer los elementos principales que intervienen en las propiedades mecánicas a compresión. La cantidad de variables que intervienen en el comportamiento mecánico de un sólido celular pueden incrementarse por cuestiones metalúrgicas o del proceso de fabricación de la espuma, de modo que los modelos teóricos existentes no permiten predecir con exactitud el comportamiento mecánico de este tipo de materiales. Sin embargo, esta teoría permite entender los mecanismos involucrados y hace posible realizar aproximaciones y comparaciones entre distintas espumas, al someter a una espuma metálica a esfuerzos de compresión.

Generalidades del comportamiento a compresión.

Bajo la aplicación de una carga a compresión, un sólido celular puede comportarse de manera elastomérica, elástica-plástica o de manera elástica frágil [1]. En cualquiera de los casos, estas presentan elasticidad lineal a muy bajas deformaciones (menos de 0.05) [1, 28, 30] seguida ésta de una etapa de deformación a esfuerzo cuasiestático (también denominada zona de colapso) [1], concluyendo con un régimen de densificación, donde se presenta un incremento en el esfuerzo.

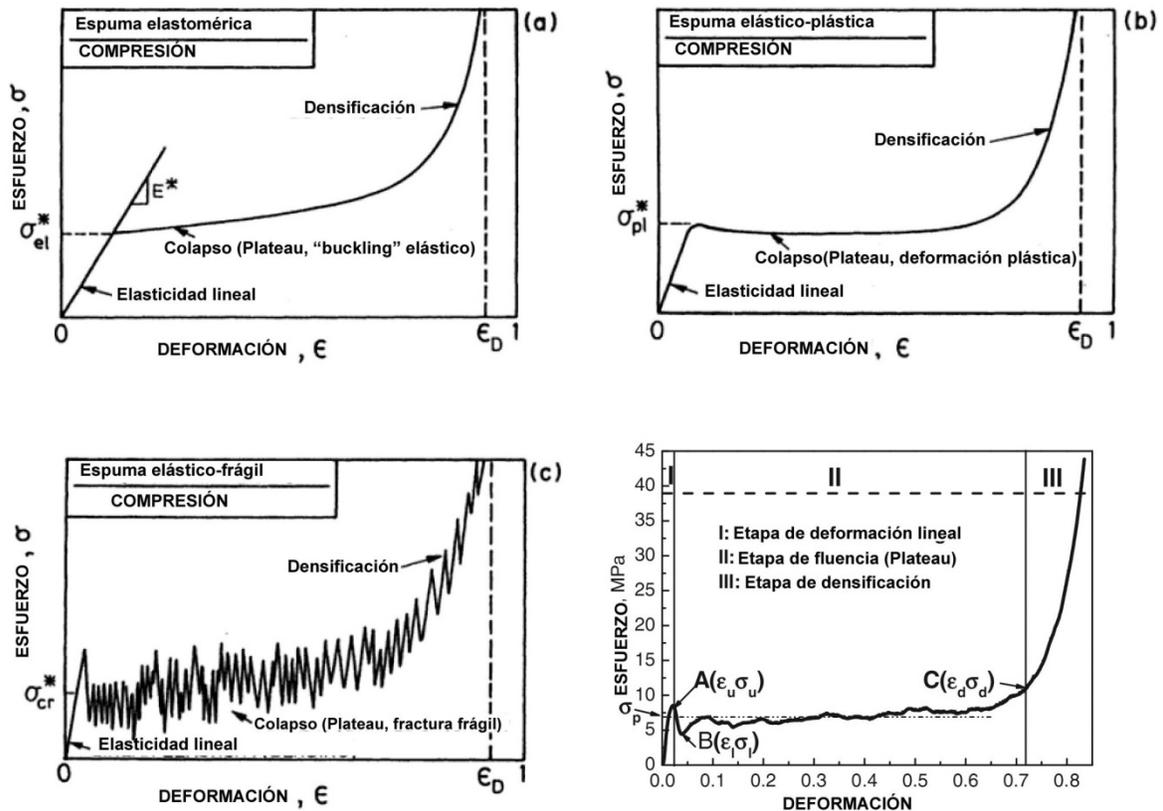


Figura 1.4. 1 Curvas esfuerzo deformación de distintos comportamientos de un sólido celular [1].

El comportamiento que presente cada espuma depende también de la naturaleza del material sólido que la constituye. Por esto mismo, es posible que se lleguen a presentar estos comportamientos combinados [22,23], como se puede observar en el gráfico 1.4.1 (d), donde la curva esfuerzo-deformación presenta principalmente un comportamiento plástico, pero con algunos puntos que indican un comportamiento elástico frágil; siendo este el que resulta más de interés para los fines de este trabajo, debido a que es el principalmente presentado por una espuma metálica. Por lo tanto, para la identificación de cada una de estas etapas se consideran los criterios explicados a continuación.

En la región o etapa elástica lineal, el esfuerzo de compresión se incrementa conforme es mayor la deformación y el principal mecanismo de deformación durante esta etapa es la flexión de los bordes y caras (en el caso de espumas con celdas cerradas); mientras que en la segunda etapa, ocurrirá el “buckling” o deformación de los bordes de la celda, lo cual ira deformando plásticamente toda la estructura celular, provocando el colapso de la misma. Cuando todos los niveles de la estructura celular hayan colapsado, los efectos del endurecimiento por deformación se harán notables, por lo que el esfuerzo se volverá a incrementar, dando lugar a la etapa de densificación [1, 28] fenómeno que se explica más adelante.

Para el análisis de estos mecanismos, Ashby y Gibs [1, 29] propusieron un modelo para la flexión y la deformación o “buckling” de la estructura de una celda, tomando como base una estructura hexagonal para dicho modelado. A partir de este análisis se genera una ecuación, que aunque no permite realizar con precisión una predicción teórica de las propiedades mecánicas, sí es útil para relacionar a características como la densidad relativa o el tipo de celda con las propiedades de la espuma, además de brindar un modelo básico y físico para el análisis del comportamiento de las cargas de compresión sobre la estructura de la celda [1, 29]. Estas ecuaciones, se explican en la siguiente sección.

Zona elástica lineal

1. Elasticidad lineal

Corresponde a la etapa ocurrida a bajas deformaciones y depende de la morfología así como del tipo de celda. Durante esta etapa – y para espumas de celdas abiertas con baja densidad [1]- el mecanismo principal de deformación será la deflexión de los bordes de la celda. En el caso de las espumas con celdas cerradas, además de la deflexión en los bordes de la celda, es necesario considerar el efecto de la extensión o compresión de sus paredes o membranas (dependiendo de su espesor) lo que incrementa la contribución de la rigidez axial de la celda al módulo elástico [1]. En el caso de estar presente algún fluido durante su deformación, también se deberá considerar la fuerza que este ejerce hacia las paredes de la celda, sobre todo si dicho fluido es de alta densidad.

Para el caso de una celda tipo abierta y suponiendo que esta adquiere la forma de un arreglo cúbico simple, con brazos de largo l y espesor t [1]. El diagrama de cuerpo de dicho arreglo, se apreciaría como en la figura 1.4.2.

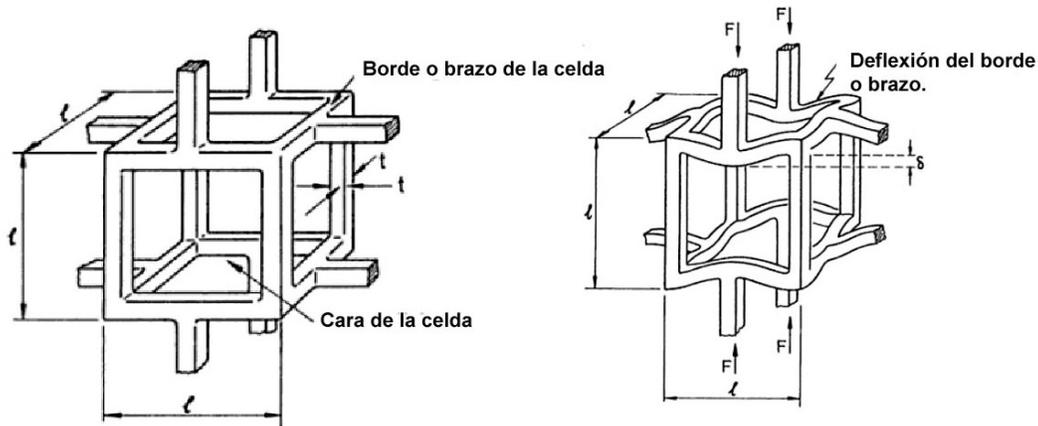


Figura 1.4. 2 Ejemplificación de deflexión elástica en un modelo de celda cúbico, mostrándose los principales puntos donde actúan las fuerzas de compresión [1].

Nota: Se utiliza como modelo de celda un arreglo cubico, dado que además de de facilitar el modelado de la deflexión, permite -mediante distintas constantes de proporcionalidad- extrapolar sus resultados para modelos con geometrías más complejas y así obtener una aproximación más cercana al comportamiento real de la celda, ya que todas las estructuras de celdas fallan por los mismos mecanismos.

Tal como se aprecia en la figura 1.4.2, la deflexión de los bordes de la celda es proporcional a la fuerza aplicada durante la compresión. Analizando al borde de la celda como un brazo con largo L y espesor t (siendo L un valor muy cercano al tamaño promedio de la celda) la deflexión es proporcional (conforme a la teoría de vigas) a la fuerza, la longitud del brazo y al módulo elástico:

$$\delta \propto \frac{Fl^3}{E_s I}$$

Donde δ es la deflexión del borde, F la fuerza ejercida sobre el brazo durante la compresión, l la longitud de la celda, E_s el módulo elástico del material de la espuma e I el momento de inercia de la sección transversal del borde. Considerando que la fuerza ejercida sobre el borde es proporcional al esfuerzo uniaxial de compresión, mediante la relación $F \propto \sigma l^2$, y que la deformación (ϵ) es también proporcional a la deflexión ($\epsilon \propto \delta/l$) es posible expresar al módulo de la espuma E^* mediante la ecuación:

$$E^* = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{C_1 \cdot E_s \cdot I}{l^4}$$

Dado que todas las estructuras de celdas fallan por los mismos mecanismos, es posible describir su comportamiento a partir de un modelo más simple, sin embargo, para ello es necesario que todas las propiedades obtenidas a partir de estos puedan expresarse en argumentos que omitan todas

las relaciones con la geometría de la celda. Por lo tanto, empleando la relación entre densidad relativa, el espesor y la longitud del borde, se tiene:

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} \propto \left(\frac{t}{l}\right)^2$$

A su vez, el momento de inercia también es proporcional al espesor del borde:

$$I \propto t^4$$

Sustituyendo en la **ecuación 1** al momento de inercia, incluyendo otra constante de proporcionalidad, se tiene:

$$E^* = \frac{C_2 \cdot E_s \cdot t^4}{l^4} = C_2 \cdot E_s \cdot \left(\frac{t}{l}\right)^4$$

Sustituyendo la relación entre la densidad relativa, el espesor y el largo de celda, la ecuación anterior se reescribe como:

$$E^* = C \cdot E_s \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2$$

Finalmente, se puede obtener a partir de esta ecuación la relación entre los módulos del sólido y de la espuma con el parámetro de densidad relativa.

$$\frac{E^*}{E_s} = C \cdot \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2$$

La ecuación obtenida anteriormente representa el módulo elástico relativo para una espuma de celda abierta, la cual indica la relación entre la densidad relativa, la carga aplicada y la geometría de la espuma con la resistencia elástica.

Para el caso de una espuma con celdas de tipo cerrado, el módulo elástico y la rigidez de la espuma depende en primer lugar -como en las espumas de celda abierta- de la deflexión de los bordes o brazos de la celda, con la diferencia de que esta contribución se verá afectada por la cantidad de sólido remanente en los bordes, cuyo factor se obtiene mediante el análisis de la distribución de material sólido en los brazos y las caras de la celda. Considerando a un arreglo cúbico como una celda de tipo cerrado (figura 1.2.3) con una fracción de sólido φ contenido en los

bordes (de espesor t_e) la fracción restante $1-\varphi$ estará contenida en las paredes o caras de la celda, misma que tendrá un espesor t_f .

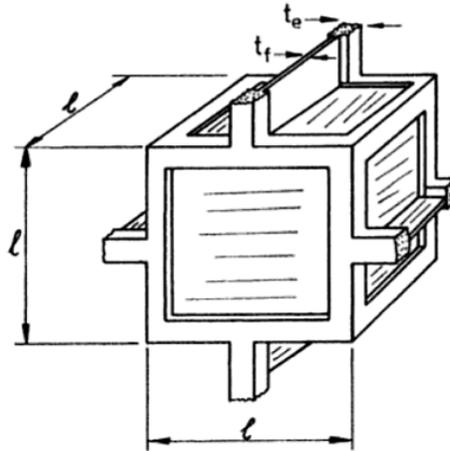


Figura 1.4. 3 Ejemplificación del análisis de espesores, en la distribución de sólido de una celda cerrada [1].

Entonces la fracción de sólido φ y las relaciones entre espesores y el tamaño de la celda (t_e/l y t_f/l) quedan relacionados con la densidad relativa, mediante las siguientes ecuaciones:

La distribución de sólido en los bordes y las caras se expresa mediante la ecuación:

$$\varphi = \frac{\frac{nf}{2Z_f} * lt_e^2}{\frac{nf}{2Z_f} lt_e^2 + \frac{f}{2} l^2 t_f} = \frac{t_e^2}{t_e^2 + \frac{Z_f}{n} t_f l}$$

Misma que representa a la fracción de sólido en el espesor de los bordes con respecto al total de sólido distribuido entre bordes y caras; donde \bar{n} es el promedio del número de bordes por cara de la celda, f el número de caras en la celda y Z_f el número de caras que intersectan en un borde.

Siendo la densidad relativa como la densidad de la espuma respecto a la densidad del sólido que compone a la espuma. Entonces la ecuación, en términos de los elementos que contienen al material sólido queda expresada de la siguiente forma:

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} = \frac{\frac{nf}{2Z_f} lt_e^2 + \frac{f}{2} l^2 t_f}{C_4 l^3} = \frac{f}{C_4} \left\{ \frac{n}{2Z_f} \frac{t_e^2}{l^2} + \frac{1}{2} \frac{t_f}{l} \right\}$$

Siendo C_4 la constante volumétrica de la celda.

Por lo tanto, despejando a los espesores, se obtienen las ecuaciones para definir los espesores en función de la densidad relativa:

$$\frac{t_f}{l} = \frac{2C_4}{f} (1 - \varphi) \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Y para el espesor de los bordes:

$$\frac{t_e}{l} = \left(\frac{2Z_f}{\bar{n}} \frac{C_4}{f} \varphi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1/2}$$

Considerando las constantes para una geometría general, con $Z_f = 3$, $\bar{n} \approx 5$, $f \approx 14$ y $C_4 = 14$, las ecuaciones anteriores quedan expresadas como:

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} = 1.2 \left\{ \frac{t_e^2}{l^2} + 0.7 \frac{t_f}{l} \right\}$$

$$\frac{t_f}{l} = 1.4(1 - \varphi) \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

$$\frac{t_e}{l} = 0.93 \varphi^{1/2} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{1/2}$$

Por lo tanto, la contribución a la deflexión elástica generada por la cantidad de sólido presente en los bordes y las caras de la celda se describe mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{1}{2} F \delta = \frac{\alpha E_s I \delta^2}{l^3} + \beta E_s \left(\frac{\delta}{l} \right)^2 l^2 t_f$$

Empleando las relaciones de proporcionalidad ($I \propto t_e^4$ y $E^* \propto \frac{F}{\delta l}$) y sustituyendo a F, se tiene la ecuación en términos de los módulos elásticos de la espuma y el sólido del material:

$$\frac{E^*}{E_s} = \alpha' \frac{t_e^4}{l^4} + \beta' \frac{t_f}{l}$$

Sustituyendo a los espesores de las caras y los bordes en términos de la densidad relativa y la cantidad de sólido remanente con las ecuaciones anteriormente desarrolladas, se tiene para el comportamiento elástico combinado, producido por los bordes y caras de una celda de tipo cerrado:

$$\frac{E^*}{E_s} = C_1 \varphi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + C_1' (1 - \varphi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

Donde la contribución a la rigidez también dependerá de la suma de otras dos componentes; una correspondiente a la deflexión de las paredes de la celda (afectada por la cantidad de sólido que posean), mientras que la segunda es producida por la compresión de algún fluido presente en la misma.

Etapa de colapso a esfuerzo constante (plateau).

Colapso elástico y colapso plástico.

En una espuma, el comportamiento elástico lineal solo ocurre a bajas deformaciones, alrededor de un 5%. La mayor parte de las espumas puede estirarse o comprimirse hasta altas deformaciones. En las espumas fabricadas con sólidos elastoméricos, la deformación que se presenta por arriba del régimen del 5% sigue siendo de tipo elástico más ya no tiene un comportamiento lineal y ocurrirá a un esfuerzo constante denominado esfuerzo de colapso elástico [1], mismo que se mantiene cuasi-constante en algunas espumas y es una propiedad importante para aplicaciones de amortiguamiento y absorción de vibraciones. El comportamiento de este esfuerzo y el régimen de colapso no se analizarán en el presente trabajo, ya que no se presenta en las espumas constituidas por materiales con un punto de fluencia plástica (metales, polímeros rígidos) como las fabricadas en este estudio.

Este grupo de espumas, presentarán deformación plástica en un régimen denominado como colapso plástico, después del elástico lineal (sin colapso elástico); mismo que da origen a una larga zona horizontal a esfuerzo cuasi-constante, donde la falla se localiza en las secciones transversas a la carga [1]. Estas largas zonas a esfuerzo constante (*plateau*) son aprovechadas para las aplicaciones de absorción de energía y protección de impactos.

Al igual que el comportamiento elástico lineal, el régimen de colapso plástico depende de la geometría, así como del tipo de las celdas (abiertas o cerradas) por lo que a continuación se explica este comportamiento en función del tipo de celda y de una geometría básica [1, 29].

Colapso plástico en celdas de tipo abierto.

En las espumas con celdas abiertas, el colapso plástico ocurre cuando el momento ejercido sobre los bordes perpendiculares a la carga excede el momento plástico total de estos [1] generando puntos de deflexión en los bordes perpendiculares a la carga (figura 1.4.4).

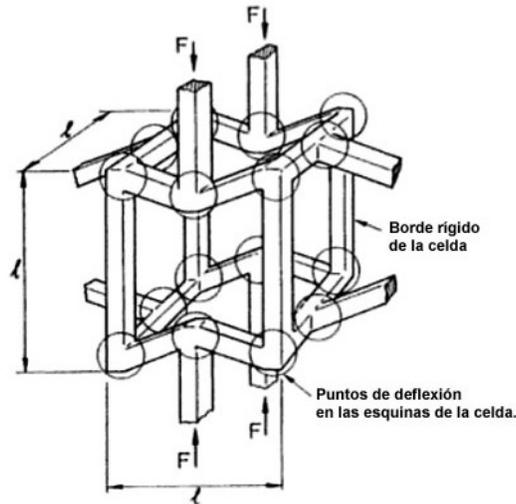


Figura 1.4. 4 Mecanismo de “buckling” durante la deformación plástica de una celda [1].

Considerando al borde de una celda abierta como un brazo de sección cuadrangular, este momento plástico se calcula por la ecuación:

$$M_p = \frac{1}{4} \sigma_{ys} t^3$$

Donde σ_{ys} es el esfuerzo de fluencia del material sólido de la espuma y t el espesor de cada uno de los bordes. Ahora, considerando una fuerza normal al brazo de la celda, con longitud l , el momento ejercido por esta fuerza tiene proporción con la magnitud $F l$. Por su parte – y considerando a una celda con caras cuadradas- el esfuerzo es proporcional a F/l^2 . Entonces, se tiene para el esfuerzo de colapso elástico la siguiente relación de proporción:

$$\sigma_{pl}^* \propto \frac{M_p}{l^3}$$

Al igual que en la deformación elástica lineal, para fines de análisis y comparación de propiedades, se requiere escribir la ecuación en función de la densidad relativa; por tanto empleando la

ecuación $\rho^*/\rho_s \propto (t/l)^2$ para celdas de tipo abierto, el esfuerzo de colapso plástico se puede modelar como:

$$\frac{\sigma^*_{pl}}{\sigma_{ys}} = C_1 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2}$$

Para el análisis plástico, es necesario considerar que para densidades altas se deben restar las dimensiones de las esquinas del largo del borde, lo que da lugar a la siguiente corrección:

$$\frac{\sigma^*_{pl}}{\sigma_{ys}} = C_1' \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2} \left(1 + \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{1/2}\right)$$

Esfuerzo de colapso plástico en celdas de tipo cerrado.

Para el caso de las espumas con celdas de tipo cerrado, la presencia de las paredes en la celda genera el incremento del esfuerzo de fluencia. Esto se debe a que, durante la aplicación de una carga a compresión, a 90 grados de dirección de la fuerza las paredes presentan estiramiento y el trabajo requerido para estirarlas es el que incrementa de manera considerable el esfuerzo de fluencia [1].

Considerando un desplazamiento plástico compresivo δ (figura 1.4.5) ocasionado por una fuerza de compresión con magnitud F , el trabajo realizado por esta carga es proporcional a $F\delta$. Por su parte, el ángulo de rotación en los puntos de deflexión es proporcional a δ/l ; mientras que el trabajo plástico en los puntos de deflexión es proporcional a $\frac{M_p \delta}{l}$.

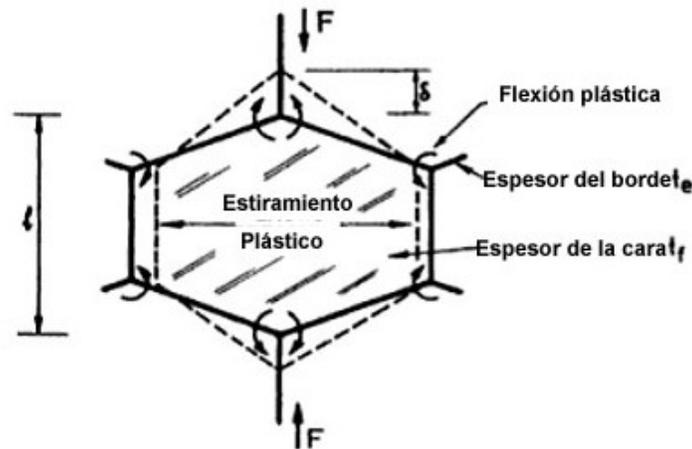


Figura 1.4. 5 Ejemplificación deformación de una pared de celda durante el colapso plástico en una celda tipo cerrada [1].

A su vez, la cara también presenta un estiramiento en proporción al desplazamiento δ , donde el trabajo ejercido para el estiramiento está en función del esfuerzo de fluencia del sólido, el espesor de la cara y la longitud de la celda: $\sigma_{ys}\delta t_f l$

Por lo tanto, el trabajo ejercido en la deformación en los bordes y caras se modela mediante la ecuación:

$$F\delta = \alpha M_p \frac{\delta}{l} + \beta \sigma_{ys} \delta t_f l$$

Donde el primer término corresponde al momento plástico ejercido los bordes ($M_p = \frac{1}{4} \sigma_{ys} t_e^3$) y el segundo al estiramiento de las caras. Por lo tanto, la ecuación en términos de los esfuerzos de fluencia y la densidad relativa (sustituyendo $\sigma = \frac{F}{l^2}$) se expresa de la siguiente forma:

$$\frac{\sigma^*_{pl}}{\sigma_{ys}} = \frac{\alpha}{4} \left(\frac{t_e}{l} \right)^3 + \beta \left(\frac{t_f}{l} \right)$$

Empleando las ecuaciones para distribución de sólido en la celda, presentadas en el análisis de la deformación elástica lineal, el esfuerzo de colapso plástico para una celda cerrada queda modelado de la forma:

$$\frac{\sigma^*_{pl}}{\sigma_{ys}} = C_5 \left(\varphi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} + C_5'' (1 - \varphi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

Esfuerzo de compactación frágil.

Este comportamiento se presenta principalmente en espumas constituidas por materiales frágiles (materiales cerámicos y algunos polímeros con comportamiento frágil) sin embargo, es necesario hacer un análisis del mismo ya que en algunas espumas metálicas dependiendo de la composición de la aleación también se llega a presentar este comportamiento [22]. A su vez, en las espumas con celda de tipo cerrado, este mecanismo ocurre de manera paralela al colapso elástico [1], por lo que se presenta a continuación el modelado de dicho comportamiento.

- **Compactación frágil en celdas de tipo abierto.**

Para este caso, la falla del borde de la celda se presenta cuando el momento de falla excede la magnitud:

$$M_f = \frac{1}{6} \sigma_{fs} t^3$$

Donde σ_{fs} se define como el módulo (esfuerzo) de ruptura del material del borde.

Para este comportamiento, nuevamente se tiene una fuerza de compresión F actuando de forma normal al borde de la celda y generando un momento de magnitud Fl , mientras que el esfuerzo para la espuma es proporcional a F/l^2 . Por lo tanto, se tiene para la definición del esfuerzo de colapso frágil:

$$\sigma_{cr}^* \propto \frac{M_f}{l^3}$$

Sustituyendo con la ecuación de modelo de falla y reescribiendo la ecuación en términos de la densidad relativa ($\rho^*/\rho_s = (t/l)^2$):

$$\frac{\sigma_{cr}^*}{\sigma_{fs}} = C_6 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2}$$

- **Compactación frágil en celdas de tipo cerrado.**

Al igual que en los otros casos de deformación analizados, principalmente se añade la contribución del estiramiento de las caras de la celda; el análisis para el comportamiento es prácticamente el mismo [1] por lo que, en este caso, el esfuerzo corresponde con la ecuación:

$$\frac{\sigma_{cr}^*}{\sigma_{fs}} = C_6 \left(\varphi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} + C_6'' (1 - \varphi) \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Zona de densificación

A deformaciones altas durante la compresión de una espuma, las paredes opuestas de las celdas se colapsan y entran en contacto, comprimiendo a su vez al material sólido que las constituye. Por lo tanto, la curva esfuerzo deformación se incrementa súbitamente, de manera que la pendiente de la misma tiende a la magnitud del módulo elástico del sólido. La densificación máxima se presenta cuando todas las celdas ya se encuentran compactadas, a una determinada deformación límite que se encuentra en función de la densidad relativa, mediante la ecuación:

$$\epsilon_D = 1 - 1.4 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

Donde ϵ_D es la deformación de densificación máxima. De esta ecuación, se puede observar que la densificación máxima no corresponde con la magnitud de porosidad $1 - \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$ (a la cual debería ocurrir la densificación dado que equivale a la cantidad de espacios vacíos en el material) debido a que la presencia de bordes fracturados y otras imperfecciones hacen que la densificación máxima ocurra a una deformación menor [1].

Absorción de energía

La capacidad de absorción de energía en una espuma (principalmente metálica) es una propiedad tecnológica de importancia [28]; ya que es la que posibilita su uso como elementos estructurales para empaques, protección contra impactos, miembros estructurales, entre otras aplicaciones [30]. La esencia de la protección contra impactos está en la habilidad del elemento protector para convertir energía cinética en energía de otro tipo (como el calor) mediante plasticidad, viscosidad, etc. Esto manteniendo la fuerza pico del elemento protegido dentro del rango en donde este no sufra daños [1]. Por ello, los parámetros analizados para el estudio de esta propiedad – en las espumas metálicas- son la capacidad de absorción de energía y la eficiencia de absorción de energía [31].

Capacidad de absorción de energía. Mecanismos y factores que intervienen en la absorción de energía.

Cuando una espuma es sometida a una carga, las fuerzas que son aplicadas producen un trabajo. Por definición, el trabajo por unidad de volumen para deformar una espuma es el área bajo la curva esfuerzo-deformación (obtenida después del ensayo de compresión) después de la deformación correspondiente al régimen lineal [1]. Este parámetro, se considera como la energía absorbida por unidad de volumen [1,28].

Para su definición, se considera que el trabajo realizado por una fuerza comprimiendo a una espuma de celda abierta, es absorbido mediante deformación elástica, plástica o frágil de los bordes de las celdas. Cada uno de estos mecanismos ocurrirá prácticamente bajo una carga constante hasta que la espuma es completamente compactada. Después de este punto, la carga se incrementará abruptamente.

Por lo tanto, la energía absorbida por unidad de volumen se expresa mediante la ecuación:

$$W = \int_0^{\varepsilon} \sigma d\varepsilon$$

Cuando el esfuerzo de deformación es prácticamente constante (esfuerzo *plateau*), la energía absorbida por unidad de volumen se puede aproximar mediante la ecuación:

$$W \approx \sigma_{pl}^* \varepsilon$$

Entonces, en las espumas metálicas, la capacidad de absorción de energía es dependiente de la fluencia plástica, la deflexión o la fractura de las celdas, así como mecanismos relacionados con la fricción entre celdas colapsadas [35]. Por su parte, los mecanismos relevantes para un tipo de espuma en particular dependerán del comportamiento del material que constituye a la celda y de la estructura de estas (tipo de celdas) principalmente [35].

La densidad relativa también es otro factor que influye en la capacidad de absorción de energía [35]. Ya que el esfuerzo de compresión se incrementa con la densidad relativa y este es un parámetro importante que afecta la utilidad de un material como absorbedor de energía [35] Las espumas con alta densidad relativa, por lo general, presentan esfuerzos de fluencia y fractura

mayores respecto a las de baja densidad, además que la mayor cantidad de sólido genera una fuente adicional de fricción durante el colapso [1].

La energía absorbida y el esfuerzo *plateau* son también dependientes de otras variables como la rapidez de deformación y la temperatura, esto debido a las propiedades intrínsecas del material base que compone a la celda, que se ven afectadas por las variaciones de las condiciones de temperatura y deformación [1]. A su vez, las variaciones en composición, la presencia de fluidos y por supuesto la modificación de propiedades del material base utilizado también ocasionan cambios en la cantidad de energía absorbida, como se presenta a continuación.

- **Efectos de un fluido dentro la espuma.** En las espumas plásticas y las con comportamiento frágil, la disipación del trabajo generado por la aplicación de una fuerza ocurre completamente como trabajo plástico o como fractura frágil, así como en la fricción entre los fragmentos de paredes de celda fracturadas. Si se tiene presencia de fluidos, en las espumas con celdas abiertas el efecto de dicho fluido solo es notable a elevadas tasas de deformación (10^3 1/s). En las espumas de celda cerrada, el efecto de un fluido es independiente de la rapidez con la que es deformada [1].
- **Cambios por composición o uso de composites como material base.** Los cambios de composición en el material base tienden a incrementar la energía absorbida debido a que la presencia de precipitados o fase secundarias cambia las propiedades del material base, dando lugar (teniendo en cuenta la composición y tratamiento térmico apropiado) a un incremento del esfuerzo de compresión, cuya magnitud determina la cantidad de energía absorbida por una espuma [33, 34]. Adicionalmente, un estudio realizado con espumas de aluminio y magnesio [33,34] ha demostrado que la aplicación de tratamientos térmicos a una espuma, también modifica su capacidad de absorción de modo que pueden reducirse los efectos de la rapidez de deformación considerablemente, manteniendo un valor más constante y homogéneo en energía total absorbida. Este aspecto, es crucial y ampliamente requerido para hacer más robusto el diseño de componentes para protección, a modo de homologar su desempeño bajo distintos regímenes de deformación. Por su parte, adicionando el uso de materiales compuestos, las espumas además de poder disipar energía mediante fluencia, distorsión o fractura de los bordes de las celdas, pueden tener una componente adicional de disipación si los bordes o los elementos con material sólido

de la espuma se constituyen de materiales reforzados mediante fibras de materiales cerámicos (construcción de un composite) [37] ya que la energía requerida para extraer las fibras del sólido y la energía de ruptura de la interface fibra- matriz metálica ocasionan un incremento en la energía total absorbida [37].

- **Sensibilidad a la tasa de deformación.** Las espumas son sensibles a la rapidez de deformación, debido a la dependencia que presenta el material base respecto a dicha condición. En el caso de los metales, estas variaciones se deben a los cambios que ocurren con los mecanismos de deformación, lo cual afectará al comportamiento mecánico de la espuma y a la cantidad de energía absorbida. En el caso de las espumas, estos efectos toman importancia, ya que se tiene un amplio rango de aplicaciones que presentan diferencias considerables entre los regímenes de baja, media y alta velocidad de deformación. Para definir estos límites, se toma en cuenta los rangos presentes en cada condición. Una tasa de deformación baja se considera en el rango de $10^{-8} - 10^{-2}$ 1/s; lo que representa (en una espuma de 100mm de espesor sometida a compresión) una velocidad de deformación entre $10^{-9} - 10^{-3}$ m/s. Una tasa de deformación media se sitúa en un rango de 40, 1/s, equivalente (en la espuma del mismo espesor) a una velocidad de 4 m/s. Esto equivale a la velocidad adquirida por un objeto cayendo de 1 metro. Por su parte, una elevada rapidez de deformación corresponde a velocidades de hasta 10^4 m/s, velocidades que se presentan en las pruebas de impacto automotrices y de balística. Considerando que en la mayoría de los equipos de laboratorio se trabaja con rapidezces en el rango bajo, es necesario – para un estudio más preciso y enfocado al desempeño estructural de una espuma metálica- colocar dispositivos para alcanzar las velocidades mencionadas [1].

Para la selección de espumas, para el diseño de componentes para absorción de energía, se elaboran ensayos de compresión a distintas rapidezces de deformación y para espumas de distintas densidades relativas. Con esto, se genera un diagrama de absorción de energía que ayuda a definir que espuma es la que absorbe la mayor cantidad de energía a una cantidad máxima de esfuerzo de colapso elástico permitido, bajo una determinada condición de rapidez de deformación y densidad relativa [1]. Estos cálculos escapan a los alcances de este trabajo, ya que se están más orientados más al diseño de componentes con espumas metálicas.

Eficiencia de absorción de energía.

Representa otro parámetro para caracterizar a la absorción de energía en una espuma, este puede ser calculado mediante la ecuación:

$$n = \frac{1}{\sigma_{max}\epsilon} \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon$$

Donde σ_{max} representa el valor de esfuerzo máximo en la región de colapso plástico. El valor de eficiencia puede tomarse a 2 deformaciones, al máximo y a un 55% de la deformación total; el cual representa la eficiencia de absorción a un 55% de la deformación y es un valor muy utilizado [28] para realizar una estimación de la energía de absorción.

En particular, las espumas de aluminio son materiales idóneos para la absorción de energía, esto debido a que suelen presentar largas zonas de colapso plástico (a esfuerzo constante o **plateau**) pudiendo así absorber gran cantidad de energía [30].

Efectos por morfología, tamaño y distribución de tamaño de celdas.

Efecto del tamaño de celda y la relación entre el tamaño del espécimen y el promedio de celda sobre el módulo elástico.

Existen diferentes teorías acerca del efecto del tamaño de celda sobre las propiedades mecánicas de una espuma. Por ejemplo, algunos autores [1, 2, 20] han encontrado nulos efectos del tamaño de celda en las propiedades mecánicas, mientras que autores como Onck [24] han desarrollado un modelo matemático que permite determinar los efectos de la relación entre tamaño de celda y tamaño del espécimen en el módulo elástico y el esfuerzo de colapso plástico, así como también relación entre el tamaño de celda y la rapidez de deformación durante una carga de compresión dinámica [20].

En este modelo, el argumento principal [2, 11, 20] es el cambio presentado por el módulo elástico y el esfuerzo de colapso plástico al variarse la relación entre tamaño de celda y el tamaño del espécimen, donde se ha encontrado que el límite entre el tamaño de la celda y la longitud del espécimen, para que las propiedades mecánicas no se minimicen considerablemente, es

equivalente a $L/d = 8$. Siendo L el largo de la probeta y d el tamaño promedio de celda. Esto debido a que por debajo de esta magnitud se considera que hay un mayor número de celdas no afectadas por la carga de compresión aplicada [1, 20, 24]

Para entender el sustento de esta relación y su límite numérico, Onck [24] ha realizado un modelo que considera a una espuma regular simétrica, con celdas hexagonales de tamaño D y por lo tanto con un ancho de espécimen finito $W = \alpha D$, donde para evitar valores no enteros de α , se considera a las paredes de celda y/o bordes externos como libres de esfuerzo [24].

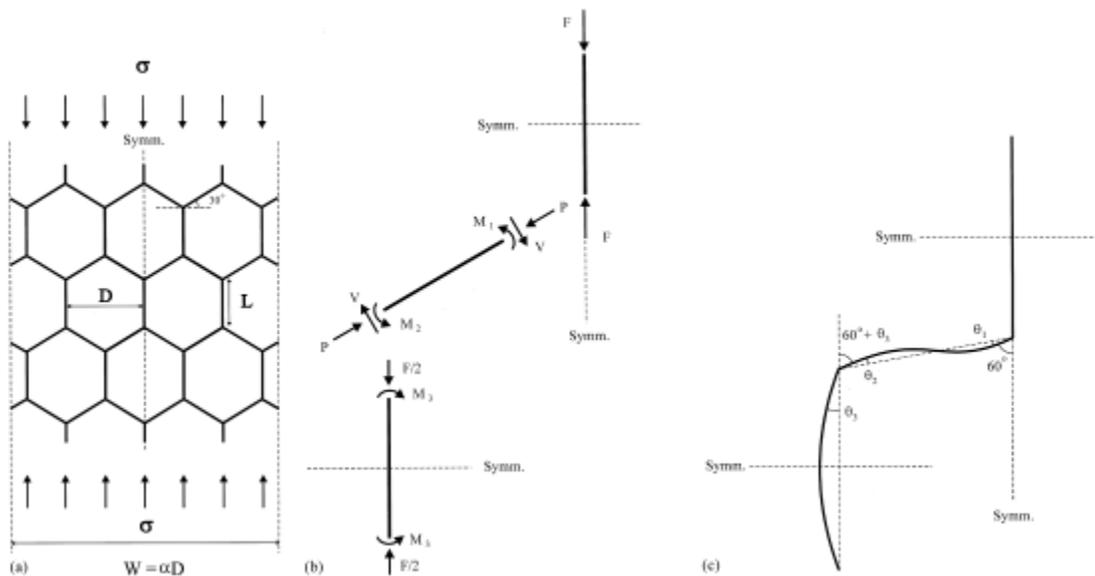


Figura 1.4. 6 Diagrama de ejemplificación de Onck para el análisis de deformación de las celdas de una espuma, a partir del cual se generan diagramas de cuerpo libre sobre los bordes de celda [24].

Del diagrama anterior, considerando a las paredes de las celdas como perfectamente elásticas (primera etapa de la deformación) plásticas y con una longitud L , espesor t , profundidad fuera del plano d y momento de inercia I . Mientras que para las propiedades en cuestión – y como ya se ha manejado en la sección anterior- se considera al módulo elástico del sólido como E_s y a σ_{ys} como el esfuerzo de fluencia del material sólido.

Por lo tanto, considerando a la fuerza que actúa sobre el espacio analizado $F = \sigma W d = \sqrt{3} \sigma \alpha L d$. Por su parte – de acuerdo al diagrama de cuerpo libre mostrado en la figura anterior- el equilibrio de momentos en los bordes de la celda (que para este análisis se consideran como brazos) y en los puntos de unión esta dado por las ecuaciones:

$$-M_1 - M_2 + VL = 0$$

$$-M_2 + M_3 = 0$$

Siendo la fuerza de equilibrio en la junta izquierda $V = \frac{\sqrt{3}F}{4}$. Para la resolución de los tres momentos, se considera también la ecuación correspondiente a la compatibilidad de deformación [24] de cada uno de los bordes individuales, misma que es considerada como una rotación de cada borde. Dado que las juntas se asumen como rígidas, los brazos no rotan localmente respecto al otro, por lo que la ecuación de compatibilidad se escribe como:

$$60^\circ + \theta_1 = 60^\circ + \theta_2 + \theta_3.$$

Las rotaciones de los brazos se relacionan a los momentos empleando, por su parte, las ecuaciones de deflexión:

$$\theta_1 = \frac{M_1 L}{3E_S I} - \frac{M_2 L}{6E_S I'}$$

$$\theta_2 = \frac{M_2 L}{3E_S I} - \frac{M_1 L}{6E_S I'}$$

$$\theta_3 = \frac{M_3 L}{2E_S I}$$

Por lo tanto, combinando el conjunto de ecuaciones se obtiene $M_1 - M_2 - M_3 = 0$. Resolviendo entre esta última y las ecuaciones de equilibrio de momentos, se tiene un valor para $M_1 = \frac{\sqrt{3}FL}{6}$ y, por tanto se obtienen los valores: $M_2 = M_3 = \frac{\sqrt{3}FL}{12}$.

Por su parte, el desplazamiento de la celda unitaria está considerando mediante la ecuación:

$$\delta = L \cos 60^\circ - L \cos(60^\circ + \theta_2 + \theta_3) \approx \frac{\sqrt{3}}{2} L (\theta_2 + \theta_3).$$

Sustituyendo el valor de los momentos en las ecuaciones de deflexión, se obtiene para las rotaciones $\theta_1 = \theta_3 = \frac{\sqrt{3}FL^2}{24E_S I}$ y $\theta_2 = 0$; Con estos valores, la deflexión obtenida de la celda unitaria es:

$$\delta = (\sqrt{3}/2)L * (\sqrt{3} * FL^2/24E_S I) = 3FL^2/48E_S I.$$

Para las características de la celda, el estudio de Onck [24] considera a la deformación $\varepsilon = 2\delta/3L$. Por tanto, sustituyendo el valor de la deflexión, se tiene:

$$\varepsilon = 2\delta/3L = 2 \left(\frac{3FL^3}{48E_S I} \right) / 3L = FL^2/24E_S I$$

A su vez, este análisis también considera al momento de inercia como $I = \frac{dt^3}{12}$. Por lo tanto, la deformación en términos del espesor del brazo es:

$$\varepsilon = \frac{FL^2}{2E_S dt^3}$$

Finalmente, el módulo elástico del **honeycomb** bidimensional corresponde a la ecuación:

$$E^* = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\frac{F}{\alpha\sqrt{3}Ld}}{\frac{FL^2}{2E_S dt^3}} = \frac{2E_S t^3}{\sqrt{3}\alpha L^3}$$

Donde realizando diversos cálculos para distintos valores de α , se observa en el gráfico realizado que el valor de E^* presenta una mayor convergencia al del sólido E^*_{bulk} conforme α aumenta. De este modo, la tendencia general –de acuerdo a este modelo– es que la rigidez disminuya considerablemente para pequeños especímenes y que converge a la rigidez del sólido ("**bulk value**") para especímenes grandes [24].

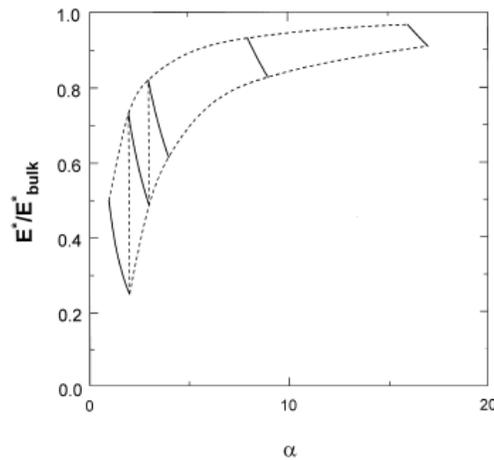


Figura 1.4. 7 Gráfico de convergencia del modelo de Onck para el módulo de una espuma celular, donde se observa la tendencia al módulo del material sólido conforme el valor de α aumenta [24].

Con el comportamiento obtenido del análisis anterior, Onck realiza el modelado y la extrapolación para una espuma. Para esto, se considera nuevamente que los bordes de celda y las caras cerca de las superficies libres se encuentran en un estado de menor constricción [24] de manera que pueden considerarse como libres de esfuerzo. El modelado de estos efectos, se realiza considerando la muestra de espuma como un prisma cuadrado, de ancho L y tamaño de celda d^* (Por tanto, $L=\alpha d^*$). En el punto central más alejado de la superficie, el material posee un módulo de Young igual a E_{bulk} . Alrededor de esta zona, se encuentra una capa límite con menor rigidez, con un espesor nd^* y un módulo de Young de magnitud mE_{bulk} (con $0 \leq m \leq 1$). En las esquinas de la capa límite, dado que el módulo disminuye aún más, el valor de este es tomado como $m^2 E_{bulk}$. Finalmente, considerando al espécimen como espuma de celda abierta, la capa límite se encuentra rodeada a su vez por una capa de superficie de espesor pd^* . El módulo efectivo de Young en este material propuesto por Onck es:

$$\frac{E^*}{E_{bulk}^*} = \left(1 - 2n \frac{d^*}{L} - 2p \frac{d^*}{L}\right)^2 + 4nm \left(\frac{d^*}{L}\right) \left[1 - 2n \left(\frac{d^*}{L}\right) - 2p \left(\frac{d^*}{L}\right)\right] + 4n^2 m^2 \left(\frac{d^*}{L}\right)^2$$

Donde analizando las variables que involucran los términos en esta y la ecuación del primer análisis anterior (que relaciona al Módulo de rigidez con la constante α) se tiene que conforme α se incrementa, E^* tiende al valor de E_{bulk}^* . Considerando que el ancho de la probeta L es fijo, el tamaño de celda d^* disminuirá, de modo que α se incremente ($L=\alpha d^*$). Por lo tanto, conforme d^* respecto al ancho L , E^* se incrementará. De esta convergencia de ambos modelos, así como de los experimentos realizados en un estudio complementario de Onck [24] Se observa que el módulo aumenta conforme hace lo mismo el tamaño normalizado de la celda. Notándose esto principalmente a una relación $L/d \approx 6$. De acuerdo a los resultados de estos experimentos, realizados con espumas de celda abierta y celda cerrada, para valores dentro del intervalo $L/d < 6$ el modulo de Young de las espumas de celda abierta disminuye más rápidamente conforme decreció L/d vs la tasa de decrecimiento presentada por las espumas de celda cerrada evaluadas [25].

Efecto del tamaño de celda en el esfuerzo de compresión.

A su vez, el estudio de Onck y otros relacionados [20, 24, 25] han encontrado que también existe influencia del tamaño de celda sobre el esfuerzo de compresión. Este análisis, parte de asumir a un espécimen prismático de ancho $W = \alpha d^*$ (siendo d^* el tamaño de celda de la espuma) con una capa de espesor $d^*/4$ en la superficie y libre de carga [24]. Igualando la fuerza de colapso plástico $\sigma_{pl} d^{*2} \alpha^2$ con la fuerza del material de la espuma $\sigma_{bulk} d^{*2} \left(\alpha - \frac{1}{2}\right)^2$, se tiene:

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_{bulk}} = \frac{\left(\alpha - \frac{1}{2}\right)^2}{\alpha^2}$$

Esta ecuación da por resultado el valor de σ_{bulk} cuando W tiende a infinito. Por lo tanto σ_{pl} tenderá al valor de σ_{bulk} conforme α se incrementa. La magnitud reducida de esfuerzo de compresión en especímenes pequeños se debe a la presencia de capas compuestas por paredes de celdas en los bordes libres y que están libres de esfuerzo. Conforme menor es α , mayor es la fracción de bordes libres de esfuerzo y por tanto, σ_{pl} disminuye. Para un espécimen real, donde el ancho o el diámetro del mismo es fijo, α se incrementará al reducirse el tamaño de celda ($W = \alpha d^*$, mismo argumento que en el análisis del módulo elástico) se incrementa α y por tanto σ_{pl} [20,24].

Efectos por presencia de defectos micro-estructurales.

En el caso de las espumas metálicas, la microestructura de la aleación sólida que constituye a la pared de la celda (o a los bordes de la celda, según sea el caso) también afecta en su comportamiento mecánico. Markaki [22] señala en su estudio que la presencia de un alto contenido de elementos como partículas cerámicas frágiles, puede tener consecuencias de magnitud relevante en las propiedades mecánicas de una espuma.

En este mismo estudio realizado por Markaki, se analizan las propiedades mecánicas de 3 espumas de aluminio con distinta composición (variando su contenido en magnesio y silicio) y manufacturadas con ayuda de un agente espumante (Hidruro de Titanio, ver siguiente sección). Donde se observaron cambios en las propiedades mecánicas a compresión tales como la cantidad de energía absorbida, la rapidez de densificación, así como los mecanismos de deformación y

fractura por la presencia de distintos intermetálicos y fases en el material de las paredes de celda. Por ejemplo, para una espuma fabricada con una aleación Al-12Mg-6Si, se encontró que la presencia de una red inter-dendrítica compuesta por silicio eutéctico, una fase Mg-Si y otra Mg-Al-Si-Fe en la micro-estructura produjo el incremento de la energía específica absorbida por esta espuma, presentando a su vez una tasa de densificación baja por el mayor esfuerzo requerido para deformar el material más duro y frágil de las paredes de las celdas [22]

Por lo tanto, la presencia de inter-metálicos y fases en la microestructura del material sólido puede generar cambios más sustanciales que incluso los generados por la variación del tamaño de celda, geometría de la celda, entre otros. Además de las variaciones en la cantidad de energía absorbida y la densificación, la presencia de otros elementos en la microestructura puede modificar el comportamiento durante la deformación plástica (cambio de deformación por deflexión a fractura frágil de las caras) la localización de los puntos de deformación, la homogeneidad de la deformación (deformación en capas, conforme se va aplicando la carga) tamaño de la celda y cantidad de defectos estructurales (bordes o paredes de celda fracturados, heterogeneidades, celdas con elongación no uniforme, etcétera [2, 19, 22]).

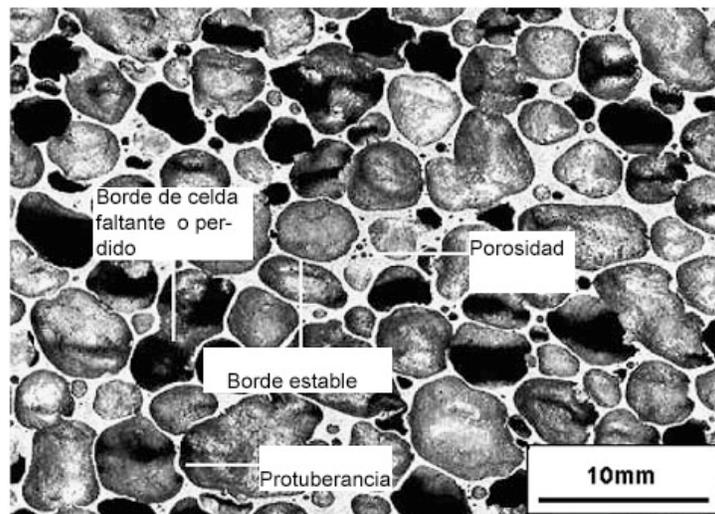


Figura 1.4. 8 Principales defectos en una espuma metálica de aluminio, de celda tipo cerrada [19].

Capítulo 2.

Desarrollo experimental.

Capítulo 2. Desarrollo experimental.

Desarrollo y preparación del equipo para la fabricación de las espumas metálicas.

Crisol para infiltración.

Aspectos de diseño para el dispositivo.

Como ya se ha mencionado, en los procesos de fabricación de espumas por infiltración, la aleación correspondiente fluirá a través de una preforma para la formación de la estructura celular correspondiente.

Para esta operación se requiere de un contenedor que permita contener a la preforma, así como a los elementos de la aleación a fundir e infiltrar. A su vez, también debe ofrecer un acceso para la realización de vacío y la inyección de gases. Por último, este deberá ser de un material resistente a la corrosión por altas temperaturas. Esto con el objetivo de conseguir una mayor vida útil del dispositivo, así como evitar la posible contaminación por óxidos hacia el metal a infiltrar.

Otro aspecto importante es la distribución de calor dentro del recipiente. A pesar de no existir un riesgo latente de formación de rechupes o cavidades en la fabricación de espumas, se debe garantizar que el inicio de la solidificación de la espuma comience en la parte más baja de la misma, de manera que el flujo de metal líquido pueda alcanzar todas las regiones de la preforma. Esto es (como ya se mencionó en el capítulo anterior) asegurar que el frente de infiltración se mantenga con temperatura suficiente para evitar la solidificación parcial del mismo durante su choque con la preforma y alcance todas las zonas de esta última.

Con base en estos elementos, el proceso de diseño del crisol se realizó de la siguiente manera:

Generación del concepto. Incluyó la concepción de la geometría de los componentes del crisol, la definición de los elementos de sujeción y sellado; así como la tubería para el flujo de gases. De esta manera, el concepto del crisol abarcó a los siguientes elementos:

1. Crisol con geometría cilíndrica para la cámara, sellada mediante dos tapas en sus extremos.
2. Tubo de flujo de gases. Unido a la tapa superior, a manera de minimizar fugas que ocasionan la pérdida de vacío o presión.

3. Tapas con ranura para inserción de sello de grafito y ajuste de cámara. La tapa inferior con cuerda en sus barrenos para la sujeción de los pernos.
4. Sujeción mediante pernos roscados, complementada por tuercas y rondanas.
5. Sistema de manejo (para retirar del horno) mediante soporte y barra de carga.

Selección de material y determinación de especificaciones. En esta etapa del desarrollo se definieron las dimensiones y características a detalle del crisol para infiltración, esto considerando las condiciones de operación del crisol, el material elegido para su construcción, así como las dimensiones del horno disponible para el proceso.

Condiciones y requerimientos de operación

- Ciclos de trabajo continuos a elevadas temperaturas (350-780 °C) por tiempos de hasta 2 horas.
- Presión de operación desde vacío hasta 2 Kg/cm².
- Transferencia de calor suficiente para fundir el metal.

$$Q_r = q * A = -kA \frac{dT}{dr}$$

- Resistencia al esfuerzo ejercido por el aumento de la presión interna.

$$\sigma = \frac{\Delta p * r}{w} < \sigma_{falla} = \sigma_y \text{ (límite elástico)}$$

- Resistencia a la corrosión por operación a altas temperaturas.
- Peso lo mínimo posible.
- Construcción con un material maquinable para poder realizar reparaciones, mantenimiento, así como para poder generar siempre en la superficie un acabado fino y evitar acumulación de residuos por elevada rugosidad.
- Costo accesible y disponibilidad del material.
- Capacidad para producir distintos volúmenes de producción, adaptándose a las dimensiones del horno a utilizar.

A partir de la definición de los requerimientos para el funcionamiento, se realizó un análisis con base al método de selección de materiales de Ashby [39] y el índice de desempeño (Performance Index) de un material. A partir de la ecuación de radiación de

calor, y el esfuerzo por incremento de la presión, se procedió a obtener las relaciones adimensionales con el factor de costo. Finalmente, se solicitó asistencia externa (Facultad de Ingeniería, UNAM) para el ingreso de los datos al programa CS Edupack; con el cual pudo obtenerse la relación lineal para la determinación de materiales aptos para la aplicación. El análisis se muestra a continuación.

Obtención de los índices de desempeño

$$Q_r = q * A = -kA_r \frac{dT}{dr} \quad (1)$$

$$A_r = 2\pi rL \quad (2)$$

Sustituyendo (2) en (1) se obtiene:

$$Q_r = -k2\pi rL \frac{dT}{dr} \quad (3)$$

Al integrar y aplicar las condiciones de frontera

$$T=T_{in} \text{ en } r=r_{in}$$

$$T=T_{ex} \text{ en } r=r_{ex}$$

se obtiene:

$$Q_r = \frac{2\pi kL(T_{in} - T_{ex})}{\ln(r_{in} / r_{ex})} \quad (4)$$

$$m = \rho V = \rho \pi (r_{ex} - r_{in})^2 L \quad (5)$$

Debido a que se quiere el mayor valor de Q y el menor valor de m y $\$,$ se tiene que:

$$C^{TE} = \frac{Q_r}{m * \$} = \frac{2\pi kL(T_{in} - T_{ex})}{m \$ \ln(r_{in} / r_{ex})} \quad (6)$$

Sustituyendo (5) en (6):

$$\frac{Q_r}{m * \$} = \frac{2\pi kL(T_{in} - T_{ex})}{(\rho \pi (r_{ex} - r_{in})^2 L) \$ \ln(r_{in} / r_{ex})} = \frac{2k(\Delta T)}{\rho \$ w^2 \ln(r_{in}) - \ln(r_{ex})} \quad (7)$$

Q_r = flujo de calor en dirección radial (W)

q = flux de calor (W/m²)

A_r = área perpendicular al radio (m²)

k = conductividad térmica (W/m°C)

L = largo del cilindro (m)

T_{in} = temperatura al interior del cilindro (°C)

T_{ex} = temperatura al exterior del cilindro (°C)

r_{in} = radio interno del cilindro (m)

r_{ex} = radio externo del cilindro (m)

ρ = densidad (Kg/m³)

m = masa (kg)

V = volumen (m³)

$\$$ = costo (unidad monetaria)

σ_y = límite elástico (Pa)

P_{ex} = presión al exterior del cilindro (Pa)

P_{in} = presión al interior del cilindro (Pa)

W = espesor del cilindro (m)

$$\sigma = \frac{(P_{ex} - P_{in}) * r}{w} < \sigma_{falla} = \sigma_y \text{ (límite elástico)} \quad (8)$$

Al despejar w de (8) se tiene:

$$w = \frac{\Delta P * r}{\sigma_y} \quad (9)$$

Sustituyendo w en (7)

$$\frac{Q_r}{m * \$} = \frac{2k(\Delta T)}{\rho \$ \ln(r_{in}) - \ln(r_{ex})} \left[\frac{\sigma_y^2}{\Delta P^2 r^2} \right] \quad (10)$$

$$= \frac{\Delta T}{\Delta P^2} * \frac{2}{r^2 \ln(r_{in}) - \ln(r_{ex})} * \frac{k \sigma_y^2}{\rho \$} = f_1(F) * f_2(G) * f_3(M)$$

$$\boxed{\therefore P.I. = f_3(M) = \frac{2k \sigma_y^2}{\rho \$}}$$

Generando una relación lineal se tiene:

$$P.I. = f_3(M) = \frac{k \sigma_y^2}{\rho \$} = C^{te}$$

$$\log\left(\frac{k \sigma_y^2}{\rho \$}\right) = \log(k \sigma_y^2) - \log(\rho \$) = C^{te}$$

$$\boxed{\log(k \sigma_y^2) = \log(\rho \$) + C^{te}}$$

Aplicando mediante el programa las condiciones de operación y requerimientos para el equipo ya mencionados, los materiales disponibles en el diagrama se reducen a los siguientes (Figura 2.1.1).

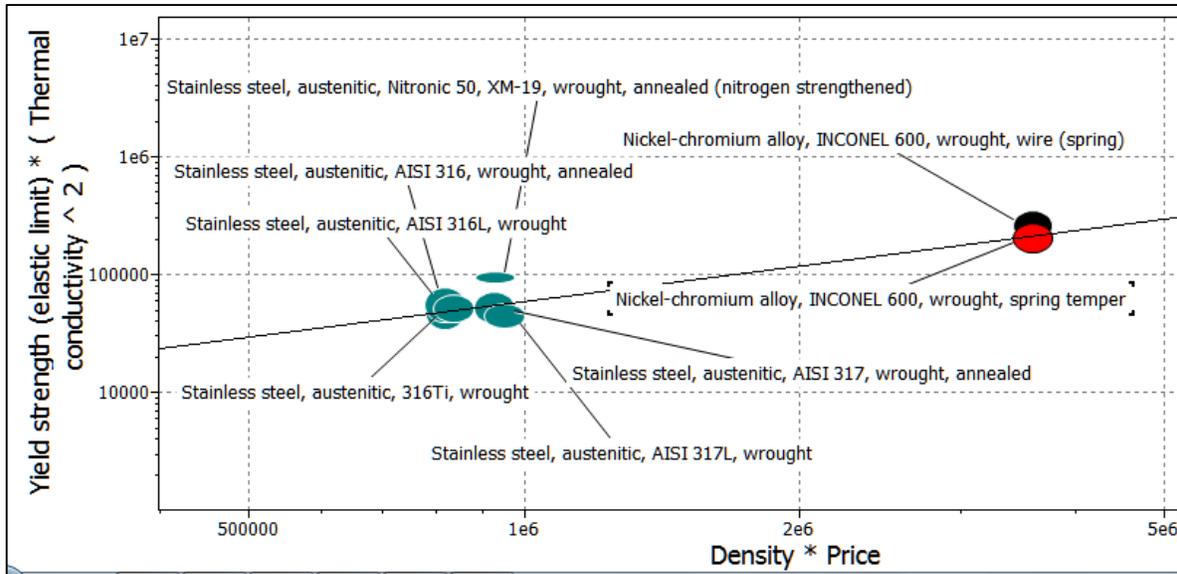


Figura 2.1. 1 Diagrama de Ashby, ya con las especificaciones establecidas, se indican los dos materiales más aptos para la aplicación [39].

Complementando con datos de la literatura; el material elegido para el crisol fue un acero inoxidable austenítico 316; cuya elección, con base a la naturaleza de los procesos de infiltración estudiados [9-15], se complementó con los siguientes aspectos:

Conductividad térmica reducida. Con magnitud suficiente (14.6 W/m.K) para realizar una adecuada transferencia de calor para la fundición del material, pero con la capacidad de no disipar tan rápidamente el mismo (50% menor que el acero al carbono [31]) favoreciendo la contención del calor durante la realización del proceso de infiltración y evitando el enfriamiento prematuro del frente de infiltración.

Coefficiente de expansión térmica reducido ($16.5 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$). Para evitar cambios considerables de dimensiones durante la etapa de fundición. Cuestión sumamente importante, ya que para el trabajo en vacío se requiere que los componentes del crisol tengan tolerancias de ensamble reducidas; por lo que algún efecto de dilatación ocasionado por la operación a altas temperaturas podría llegar a ocasionar esfuerzos indeseados entre las piezas; afectando el desempeño del proceso de infiltración [31].

Elevada resistencia mecánica. El acero inoxidable cuenta con alta resistencia mecánica (Esfuerzo de fluencia 210 MPa, módulo elástico 200 GPa) [31] adecuada para resistir el incremento de presión ocurrido durante la etapa de inyección de gas, además de impactos e incrementos bruscos de temperatura.

Capacidad de maquinado. El acero inoxidable ofrece una maquinabilidad adecuada para la fabricación de piezas. En este caso, ésta resulta adecuada para las cuestiones de fabricación y mantenimiento del crisol. Así mismo, esto permite poder generar en la superficie de trabajo un acabado de precisión y con parámetros de rugosidad bajos para mantener la resistencia a la corrosión, ya que cualquier punto de anclaje en la superficie del acero inoxidable puede generar picaduras por falta de regeneración de la capa pasiva. El acabado superficial es un aspecto fundamental para esta propiedad en el diseño de componentes con acero inoxidable.

Resistencia a la fatiga térmica y oxidación por altas temperaturas. El acero inoxidable 316 posee un esfuerzo de fatiga que ocurre a una elevada cantidad de ciclos, lo cual permitirá que la resistencia mecánica del crisol no se vea afectada por los ciclos de esfuerzo térmico a los que será sometido. En cuanto a la resistencia a la corrosión, al ser un acero inoxidable con una cantidad muy baja de carbono y por su contenido de molibdeno, se reduce considerablemente la posibilidad de formación de carburos de cromo si este trabaja con calentamientos moderados en el rango de sensibilización (450 a 850 °C, al que será continuamente expuesto dados los parámetros de los procesos de fundición e infiltración a utilizar) incrementado su resistencia a la corrosión, así la vida útil del dispositivo [31].

Con toda la información y el material ya definido, así como también considerando las dimensiones del horno a emplear; se procedió a la especificación de dimensiones y componentes. Las especificaciones del crisol se presentan en la tabla 2.1.1, la composición

de su aleación en la tabla 2.1.2; mientras que el detalle de sus componentes se muestran en la figura 2.1.2.

Material de fabricación. **Crisol de infiltración-Acero inoxidable 316.**
Tubo para flujo de gases-Acero inoxidable 304

Dimensiones generales.	<i>Alto 27 cm, diámetro (con tapas) 16 cm.</i>
Dimensiones de la cámara.	<i>Diámetro exterior 10 cm, diámetro interior 8 cm. Espesor 10 mm</i>
Dimensiones del tubo para flujo de gases.	<i>Diámetro 1.27 cm, largo: 70 cm.</i>
Componentes adicionales.	<i>Pernos, rondanas y tuercas de acero inoxidable de ½ in. Sellos para vacío de hoja de grafito de 1/8 in de espesor.</i>

Tabla 2.1. 1 Especificaciones del contenedor fabricado.

Elemento	Medición 1		Medición 2		Valor Promedio	
	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
Si K	0.78	1.55	0.73	1.36	0.755	1.455
Cr K	18.42	19.75	18.1	18.21	18.26	18.98
Mn K	1.75	1.78	1.74	1.65	1.745	1.715
Fe K	64.32	64.18	62.49	58.56	63.405	61.37
Ni K	11.36	10.79	11.43	10.19	11.395	10.49
Mo L	3.36	1.95	2.94	1.61	3.15	1.78

Tabla 2.1. 2 Composición química del material disponible para la fabricación del crisol.

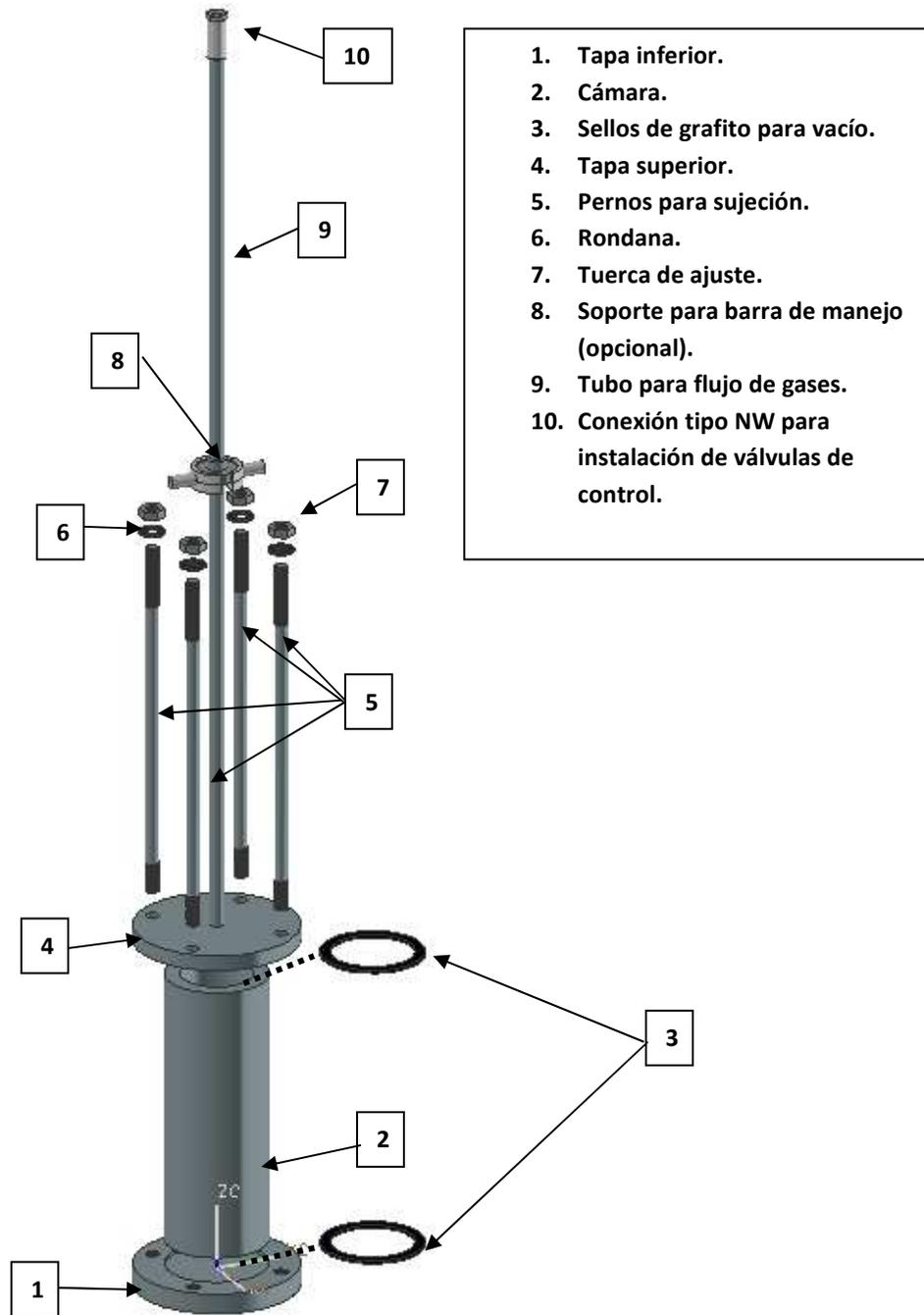


Figura 2.1. 2 Componentes del crisol diseñado para el proceso de infiltración.

Descripción de los componentes elementales del crisol para infiltración.

- **Cámara.** Consiste en una pared cilíndrica ordinaria con espesor controlado para asegurar una transferencia de calor uniforme. Por otra parte, su reducida conductividad calorífica permite la concentración de calor en la zona de la preforma, permitiendo así un flujo de metal más uniforme. Además de ser más versátil en cuanto a su manejo al resistir impactos inherentes al mismo. Ésta se diseñó para funcionar de manera hermética, ya que una de las innovaciones del proceso de infiltración propuesto en el presente trabajo es la presencia de un vacío en la cámara—previo a la infiltración con presión del metal— para mejorar el flujo de metal sin recurrir a presiones para infiltración elevadas, reduciendo la fatiga e incrementando su vida útil.
- **Tubería para flujo de gases.** Permite el flujo de gases tanto para generación de vacío como la inyección de gas Argón para la infiltración. Construido también en acero inoxidable para resistir mejor a la corrosión que pueda ocasionar el flujo de gases caliente durante el proceso. Este se conecta al sistema de válvulas, descrito a continuación, para el control de las operaciones de vacío e infiltración.
- **Pernos de sujeción.** Dispuestos en la sección externa del crisol, para en caso de atascamiento poder liberarlo sin necesidad de dañar el crisol principal. Colocados en juego de 4 para lograr un asentamiento de las tapas más uniforme y homogéneo.

Nota: Todas las piezas funcionales del crisol (cuerpo y tapas) fueron maquinadas con los parámetros necesarios para obtener un acabado con valores de rugosidad similares a un acabado número 4 de acero inoxidable; considerado como acabado sanitario para un mejor desempeño del crisol. Los valores de rugosidad, en promedio (medición realizada en 5 puntos de la superficie) fueron: $R_a = 29 \mu\text{in}$, $R_y = 207 \mu\text{in}$ y $R_z = 165 \mu\text{in}$.



Figura 2.1. 3 Contenedor manufacturado.

Sistema de válvulas.

Como ya se mencionó, gran parte de la innovación del dispositivo y proceso de infiltración propuesto consiste en la realización de una etapa de vacío previa a la infiltración. Sin embargo, para poder lograr hacer las etapas de control de gases en modo secuencial; es necesario implementar un sistema de válvulas, el cual tiene por objetivo controlar la inyección y evacuación de gases durante todo el proceso de fabricación (incluyendo el tratamiento de la preforma). Por lo tanto, se diseñó un sistema con los elementos mostrados en el siguiente diagrama.

Sistema de válvulas.

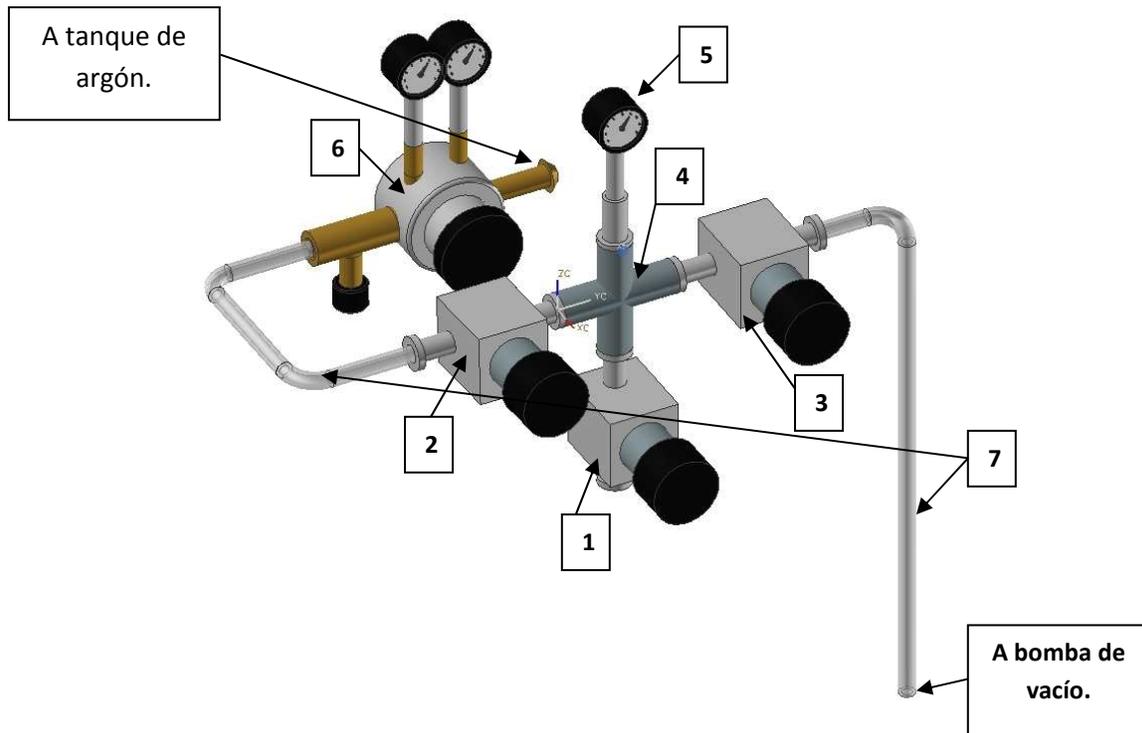


Figura 2.1. 4 Esquema representativo de los componentes del sistema de válvulas.

Descripción de los componentes.

1. Válvula para control de crisol
2. Válvula para inyección de argón
3. Válvula para vacío.
4. Conector en cruz con terminal NW
5. Manómetro
6. Regulador para tanque de gas argón.
7. Conexión flexible

Para su implementación, se emplearon válvulas con conexiones de desmontado rápido tipo abrazadera, con terminales tipo NW (tamaños 10 y/o 25) de la marca Edwards. Esto por sus características de flujo bidireccional, además de su acoplamiento más sencillo al resto del conjunto. El conjunto ya ensamblado se puede apreciar en la siguiente fotografía:

1. Válvula para inyección de argón.
2. Válvula de control para crisol.
3. Válvula de control para vacío.
4. Conector en cruz.
5. Reductor.
6. Abrazadera.
7. Manguera de vacío

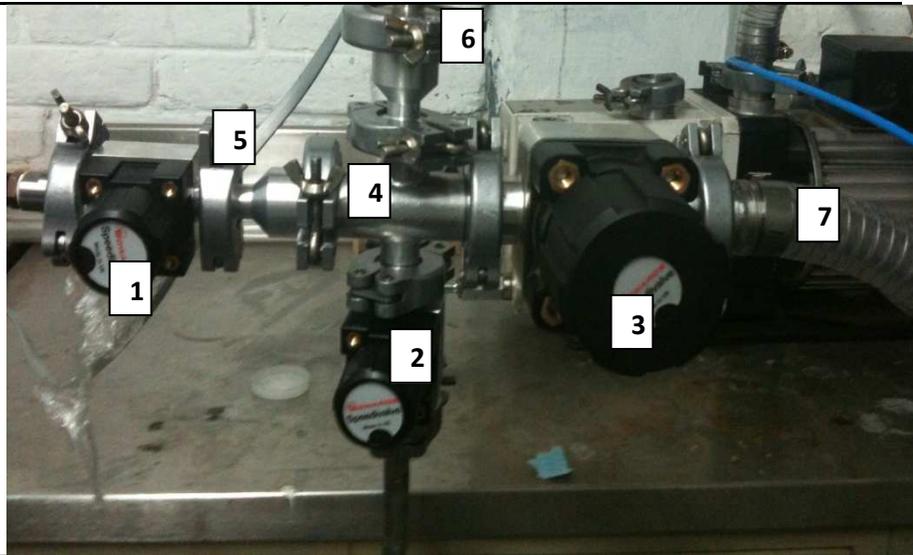


Figura 2.1. 5 Sistema de válvulas ya implementado con conexiones NW y sujeción con abrazaderas.

Para la medición de presión durante las distintas etapas, se emplearon 2 dispositivos. Durante la etapa de generación de vacío se empleó un sensor tipo pirani -para una medición más precisa del vacío- (Figura 2.1.6) mientras que durante las etapas de fundición e infiltración se instaló un mano-vacuómetro.

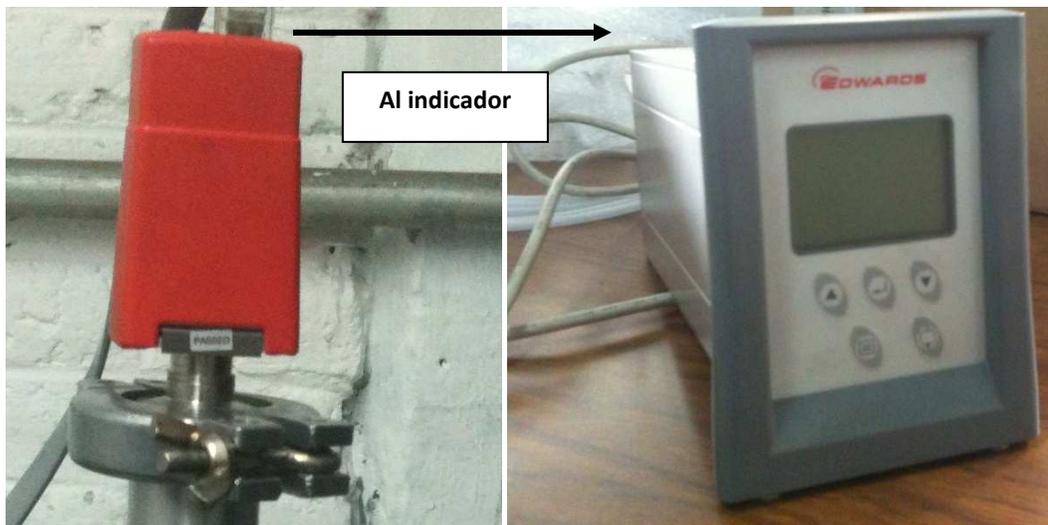


Figura 2.1. 6 Sensor "pirani" y display indicador de vacío.

Elaboración de la preforma.

Procedimiento de preparación de mezcla sal-harina.

Análisis para determinación de la composición en la mezcla sal-harina.

Las preformas orgánicas sal-harina pueden ofrecer características iguales a las constituidas por partículas de NaCl tales como soporte, resistencia mecánica a la presión ejercida por el flujo de metal durante la infiltración, así como rapidez de disolución. Además de las anteriores, el componente orgánico de la harina otorga flexibilidad a las partículas durante su fabricación, la cual facilita el conformado de las partículas de distinta morfología; permitiendo a su vez generar preformas para distinta porosidad empleando un mismo tipo de partícula.

La resistencia de las partículas en las preformas orgánicas, aparte de la proporcionada por su contenido de sal (elemento que brinda la resistencia de la partícula) debe ser incrementada con ayuda de un posterior tratamiento de calcinación, mismo que actúa como un proceso de sinterizado del compuesto sal-harina. Además, tiene por objetivo eliminar la mayoría de los componentes orgánicos, reduciendo así una posible contaminación del metal líquido durante la infiltración, ó la liberación indeseada de gases provenientes de su combustión [6].

La elaboración de la mezcla requiere la adición de agua como aglomerante de los otros componentes y poder transformar a la mezcla inicial en partículas o pellets. Por lo tanto, el compuesto harina-sal-agua deberá tener una composición con las siguientes características:

- Contenido de sal suficiente para evitar una prematura disolución de la preforma durante la infiltración y para mantener una rapidez de disolución adecuada.
- Contenido de harina suficiente para dar flexibilidad a las partículas.
- Contenido de agua adecuado, de manera que la mezcla tenga una consistencia sólida, pero a la vez plástica, de manera que permita la obtención de pellets o partículas con distintas morfologías. Deberá también permitir que los tratamientos de secado y calcinación posteriores se realicen en un tiempo mínimo.

Para satisfacer los anteriores requerimientos, es necesario determinar de manera exacta la composición de la mezcla sal-harina. Goodall et, al [6] ha propuesto un diagrama ternario sal (NaCl) –harina-agua (Figura 2.2.1). En este se señalan tres regiones: zona óptima, zona seca y zona

húmeda, mismas que están en relación con el estado de la mezcla. La zona óptima corresponde a todas las posibles combinaciones, donde la mezcla puede presentar (teóricamente) la consistencia sólido-plástica deseada. Sin embargo, durante los experimentos, dichas mezclas pueden comportarse como húmedas o secas. Por lo tanto la composición idónea deberá seleccionarse tomando como referencia las composiciones señaladas en el diagrama de la figura 2.2.1 y complementando con análisis experimental de las mismas, incluyendo ensayos de calcinación y disolución. Tal como se ha elaborado en el presente estudio, donde a continuación se presenta el análisis realizado; dejando en el siguiente capítulo los resultados de la evaluación y la explicación para la selección de la mezcla utilizada para la fabricación de los distintos especímenes.

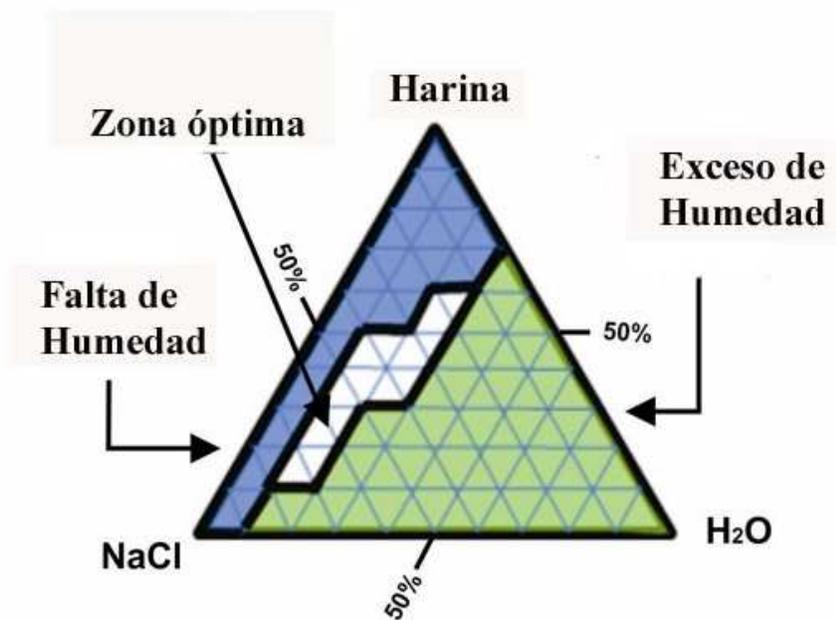


Figura 2.2. 1 Diagrama ternario Harina, Sal (NaCl), Agua. Las concentraciones se indican como porcentaje en peso [6]

Determinación de composición de la mezcla sal-harina para las preformas fabricadas.

La composición de la mezcla empleada para las preformas utilizadas se determinó tomando como base las composiciones señaladas en la zona óptima. Considerando obtener una solubilidad elevada, así como resistencia a la abrasión y a compresión ocasionada por la presión del flujo de metal durante la etapa de infiltración, se partió de una mezcla con porcentaje alto de sal. Adicionalmente, para disminuir el riesgo de evacuación indeseada de gases y componentes

orgánicos durante las etapas de fundición e infiltración, el porcentaje de harina se eligió en menor cantidad. Por último, la cantidad de agua se definió entre los límites de la zona de mezcla seca y mezcla óptima. De esta manera, las composiciones de las mezclas sal-harina preparadas inicialmente, fueron:

Mezcla (Número)	Cantidad de sal, % en peso	Cantidad de harina, % en peso	Cantidad de agua, % en peso
1	52	27.7	20.3
2	55.2	18.4	26.31

Tabla 2.2. 1 Composición de las mezclas iniciales para la elaboración de preformas.

Posterior al análisis de comportamiento (descrito en la siguiente sección) se determinó realizar modificaciones en la composición; generándose otras 3 mezclas:

Mezcla (Número)	Cantidad de sal, % en peso	Cantidad de harina, % en peso	Cantidad de agua, % en peso
3	64.9	8.65	26.4
4	65.9	9.7	24.4
5	67.9	9.7	22.4

Tabla 2.2. 2 Composición de las mezclas modificadas para la elaboración de preformas.

Por los resultados obtenidos del análisis de comportamiento correspondiente (Cuyos resultados y discusión se presentan en el siguiente capítulo) las mezclas seleccionadas para la producción de las distintas preformas, así como los parámetros de tratamiento, fueron:

- Mezcla 4 y Mezcla 5 (esta última para la tercera serie de espumas).
- Tratamiento de eliminación de humedad. A 100 °C por un mínimo de 3 horas (dependiendo el tamaño de la preforma, siendo mayor para las de partículas grandes).
- Tratamiento de calcinación a 370 °C por 20-25 minutos.

Procedimiento de análisis de comportamiento de la preforma.

Como se ha mencionado, el desempeño de cada mezcla fue determinado mediante una serie de pruebas denominadas como análisis de comportamiento. Este fue principalmente cualitativo, sin embargo, permite obtener una buena aproximación de los requerimientos de la preforma dependiendo de la aleación a utilizar [6,9]. Incluye los siguientes aspectos:

- **Análisis de maleabilidad para producción de partículas o pellets.** Consistió en la producción de algunas partículas o pellets a partir de las mezclas sal-harina realizadas, observando su capacidad de conformado sin que estas se rompiesen durante la fabricación.
- **Determinación de parámetros para tratamiento de calcinación.** Con las partículas fabricadas se realizaron preformas experimentales y se realizaron diversos tratamientos de calcinación. Con base a las características obtenidas de cada partícula se determinaron los parámetros adecuados.
- **Observación del comportamiento durante y después del tratamiento de calcinación.** Consistió en la detección de cambios de volumen en las partículas de la preforma, esto mediante la medición de las dimensiones final e inicial de cada preforma elaborada.
- **Evaluación de resistencia e integridad de las partículas.** Realización de aplicación de cargas reducidas de compresión (con carga de aproximadamente 1 kg) sobre las partículas en busca de fracturas o desintegración de las mismas.
- **Análisis de solubilidad y determinación del tiempo total de disolución.** Las diferentes preformas fueron colocadas en un recipiente con agua normal y destilada; registrándose el tiempo requerido para su disolución.

Los resultados de estas pruebas, se presentan en el siguiente capítulo, donde se podrá comprender el criterio de selección de las mezclas mencionadas.

Preparación y peletización (formación de partículas) de la mezcla.

Procedimiento de preparación de la mezcla.

Molienda de sal. Como primer paso, se realizó un proceso de molienda de granos de sal ordinarios. Esto para lograr una distribución más homogénea de la sal en la harina, facilitando la aglomeración de las partículas. Este proceso fue realizado empleando un triturador con balines con diámetros de 1/4 y 1/8 de pulgada -distribuidos dentro de los granos de sal- a una velocidad de 350 RPM, por un tiempo de 90 minutos. El tamaño de grano se refinó hasta aproximadamente 0.1mm.

Adición de componentes y mezclado. Una vez realizado el proceso de molienda, se procedió al mezclado de los componentes. Empleando los porcentajes señalados en la tabla 2.2.2, se determinó la cantidad en gramos de cada componente para preparar 500 gramos de mezcla. Una vez determinadas estas cantidades, se añadieron los compuestos en un equipo de mezclado. Este paso se continuó hasta conseguir una distribución homogénea de los tres componentes y obtener una consistencia sólido-plástica de modo que la mezcla no presentará deformación, a menos de aplicar un esfuerzo externo adicional.

Formación de partículas o peletización. Este proceso consistió en generar - a partir de la mezcla harina-sal molida- las partículas o pellets, que en conjunto darán lugar a la preforma. Es posible considerarlo como peletización, ya que resulta bastante similar al mismo proceso empleado en la industria para generar partículas de distintos materiales [9]. Para este trabajo, las características y herramental utilizados, dependieron del tamaño y morfología deseada en las partículas, las cuales se presentan a continuación.

Para el caso de las partículas con morfología tipo cilíndrica-irregular (Tabla 2.2.3), se empleó un mecanismo similar a un extrusor, adaptado con un dado y un cortador especiales para poder obtener las partículas de la medida y morfología deseada. Por su parte, para las partículas con morfología poligonal irregular (Tabla 2.2.3) se utilizó también el extrusor de harina, pero en este caso generando partículas más grandes, las cuales se fueron refinando empleando un proceso similar a una peletización por molienda, hasta obtener el tamaño de partícula deseado. En este proceso, el control del tamaño de grano se garantizó mediante un tamiz con tamaño de malla

definido y controlando el tiempo de molido, en alrededor de 25 minutos o hasta obtener la mayor cantidad de partículas con el tamaño del Tamiz.

A todas las partículas fabricadas, se les aplicó un tratamiento de eliminación de humedad, mismo que se detalla en la sección de tratamientos térmicos.

Proceso de fabricación de partículas.

		
Molienda de sal para mezclado homogéneo con harina.	Formación de la mezcla.	Generación y selección de partículas conforme al tamaño requerido.

Tabla 2.2. 3 Procedimiento de preparación de partículas para las preformas.

Tipos de partícula para las preformas de cada serie de espumas fabricada.

		
Preforma 1. Partículas con morfología semi-esférica dependiendo del grado de deformación durante su elaboración. Tamaño promedio 5mm.	Preforma 2. Partículas con morfología en su mayoría semi-esférica y un porcentaje reducido de tipo cilíndrica. Tamaño promedio 3mm.	Preforma 3. Partículas con morfología tipo poligonal. Tamaño promedio 2mm.

Tabla 2.2. 4 Características de los tipos de partículas realizados para las distintas preformas a generar.

A partir de esta clasificación, se definirán a las espumas por series, en función de la partícula utilizada, como se presenta a continuación:

Espumas serie 1	Espumas serie 2	Espumas serie 3
Preforma 1	Preforma 2	Preforma 3

Tabla 2.2. 5 Clasificación de las espumas fabricadas en función del tipo de preforma empleada.

Elaboración de las preformas. Para esta etapa, las partículas ya fabricadas se colocaron dentro del crisol para infiltración; aplicando una presión aproximada de 1 kg/cm^2 asegurando siempre la existencia de espacios entre estas para asegurar el adecuado flujo de metal durante la infiltración. En todos los casos, las dimensiones de las preformas fabricadas fueron de 6 cm de altura por 8 de diámetro.

Nota: La presión de compactación se determinó con base a la realización de pruebas, resultando el valor idóneo el que permitiera mantener apertura entre las partículas para permitir el flujo de metal a través de estas.

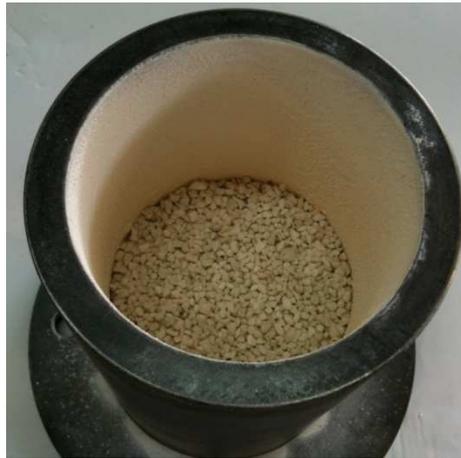


Figura 2.2. 2 Preforma colocada en el crisol de infiltración, ya preparado con recubrimiento de nitruro de boro.

Tratamientos para eliminación de humedad y calcinación.

Eliminación de humedad.

Este tratamiento se llevó a cabo en dos pasos: eliminación de humedad en los pellets y eliminación de humedad en la preforma. El primero tuvo –como ya se ha indicado– por objetivo eliminar el exceso de humedad en las partículas recién fabricadas por extrusión, lo que ocasionaría una fácil aglomeración y adhesión de estas durante el ensamble de la preforma, afectando el espacio disponible para la infiltración del metal líquido. Este se efectuó en un horno secador a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ y por un tiempo promedio de 15 minutos (Ver esquema en figura 2.2.3).

Por su parte, la segunda parte del tratamiento para eliminación de humedad en la preforma evitará que las partículas de la preforma se expandan durante el tratamiento de calcinación, reduciendo con ello el espacio para infiltración del metal. Esta parte del tratamiento también se

efectuó a 100 °C por un tiempo de 4 horas, con la preforma colocada dentro del crisol para infiltración.

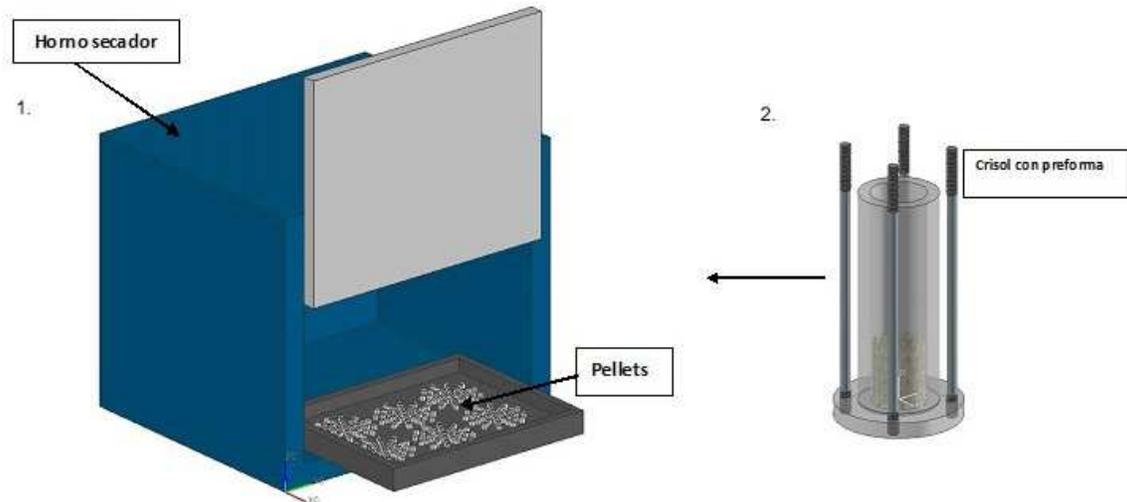


Figura 2.2. 3 Esquema de preforma ya colocada para la eliminación total de humedad.



Figura 2.2. 4 Preforma pre-ensamblada y crisol preparado para tratamiento de eliminación de humedad.

Tratamiento de calcinación de la preforma.

Como ya se ha mencionado, este tratamiento se realizó con el objetivo de reducir la cantidad de componentes orgánicos presentes y otorgarle a la preforma mayor resistencia para soportar la compresión ejercida por la presión unitaria ejercida por el flujo de metal líquido durante la infiltración.

El tratamiento se hizo empleando los parámetros encontrados durante la etapa de análisis de mezclas, y se muestran en el gráfico temperatura vs tiempo de la figura 2.2.5. Dado que todas las preformas fueron calculadas para ocupar el mismo volumen dentro del crisol para infiltración, el tiempo de tratamiento fue el mismo para todos los casos. En la figura 2.2.6, se muestran las características de una preforma fabricada una vez realizado el tratamiento.

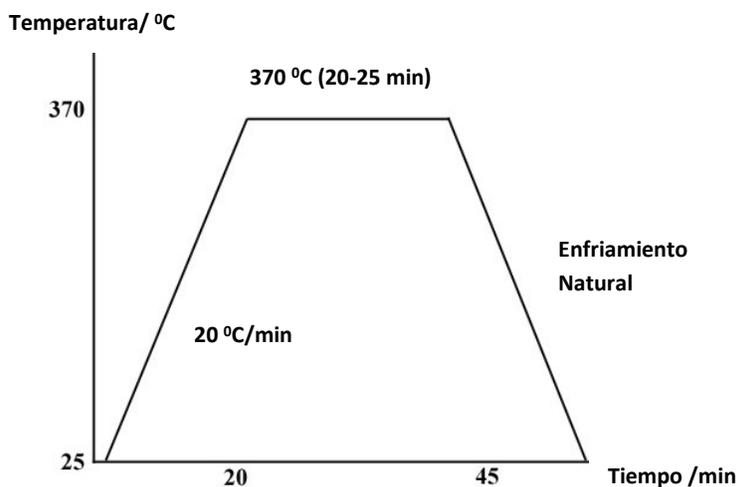


Figura 2.2. 5 Parámetros de aplicación del tratamiento para calcinación de la preforma.



Figura 2.2. 6 Características de la preforma, ya sometida al tratamiento de calcinación.

Proceso de fabricación. Infiltración de las espumas.

Conforme a la definición mencionada en la tabla 2.2.5, en la sección de generación de partículas, se fabricaron 3 series de espumas con distinto tamaño de celda, empleándose para todas el método a continuación descrito.

Preparación del proceso, carga de aluminio.

Colocación de carga de aluminio en el crisol. Una vez realizados los respectivos tratamientos térmicos a la preforma, se procedió a colocar la carga de aluminio dentro del crisol para infiltración. La cantidad de aluminio se ingresó con base al volumen de la preforma, considerando como punto inicial la cantidad para llenar dicho volumen con aluminio, multiplicando posteriormente por la porosidad de la preforma. A esta última cantidad, se le agregó un porcentaje adicional para garantizar la total infiltración del material en la preforma, alimentando todos los canales entre partículas. Esto para disminuir la cantidad de defectos así como la posibilidad de rechupes [14]. Considerando que el volumen ocupado por las preformas en el crisol siempre fue el de un cuerpo cilíndrico, con dimensiones de 8 cm de diámetro por 10 cm de altura, la adición de aluminio se realizó conforme a la siguiente tabla, para las tres series fabricadas:

<i>Cantidad de aluminio necesaria para llenar un volumen cilíndrico de 8 cm de diámetro por 10 cm de altura (Considerando una densidad de 2.7 g/cm³ para el aluminio)</i>	1.357 Kg	
<i>Cantidad de aluminio requerida para llenar a la preforma, conforme a su valor de porosidad promedio (60%)</i>	814 grs.	
<i>Adicional colocado para garantizar alimentación de material para toda la preforma</i>	20%	
Total agregado por cada serie fabricada.	980 grs – 1 Kg	

Tabla 2.3. 1 Método para carga de aluminio en el crisol.

Dado que el objetivo global del presente trabajo es la validación del método de infiltración propuesto mediante la caracterización elemental de los materiales obtenidos con el mismo, no se requirió del uso de aluminio de alta pureza o aleaciones de este con composición controlada para la fabricación. Por lo tanto, el aluminio empleado para el proceso fue de tipo comercial, de la serie 5000. El estudio de los efectos de la composición en las propiedades de las espumas se deja como tema de investigación futuro.

Generación de vacío.

La atmósfera de vacío dentro del crisol se realizó con ayuda de una bomba de hélice *Edwards modelo ED 10* conectada mediante el sistema de válvulas ya mostrado. El proceso de generación de vacío, con el objeto de conseguir que exista un vacío en todos los espacios de la preforma y reduzca al máximo la oxidación a alta temperatura del aluminio, se llevó a cabo por periodos de tiempo mínimos de 12 horas, permitiendo esta acción alcanzar el nivel de vacío deseado (valores en el rango de 10^{-3} torr). Esto debido a la necesidad de extraer la mayor cantidad de aire del conjunto, incluyendo el aire almacenado en los poros de la preforma, debido a que las partículas actúan como un obstáculo para el flujo de aire; requiriéndose el accionamiento de la bomba de vacío por más tiempo y poder extraerlo, ya que el vacío en los canales de la preforma es la clave para la mejora de la infiltración por parte de este método y sistemas aquí propuestos.



Figura 2.3. 1 Esquema representativo de la etapa de generación de vacío, en la imagen se presenta esta etapa en el equipo utilizado.

Etapa de fundición.

En esta etapa los parámetros fueron elegidos con base a lo empleado para los procesos de vaciado de aluminio convencionales, la capacidad del horno a utilizar y los datos publicados por Eardley [11] para evitar la semi-solidificación del frente de infiltración. Como se puede apreciar en la figura 2.3.2 se aplicó un calentamiento a una tasa determinada hasta llegar a los 750 °C, temperatura superior a la del punto de fusión del aluminio y en el rango empleado por otros autores [11, 12] para lograr la infiltración; con el objetivo de mantener una fluidez adecuada durante la infiltración, evitando la pérdida de temperatura por parte del frente de infiltración al hacer contacto con la preforma, manteniendo un sistema con suficiente energía para la recuperación de temperatura después de generarse el calor latente de fusión y con infiltración óptima [11].

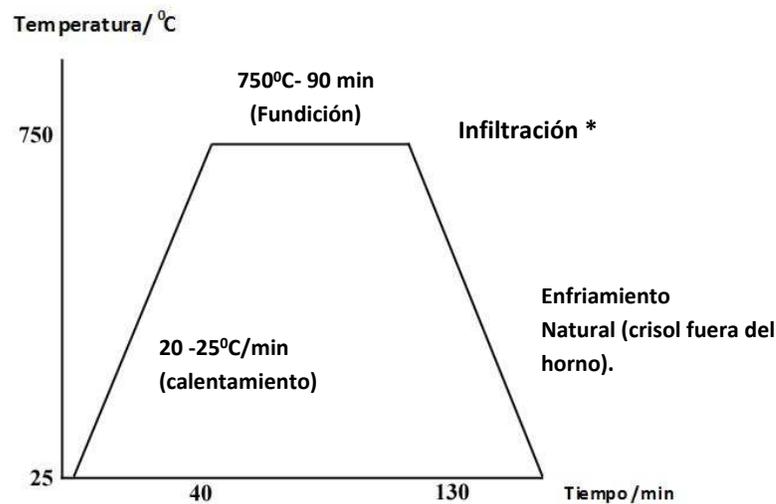


Figura 2.3. 2 Parámetros de control para la etapa de fundición e infiltración, para aluminio.

Durante esta etapa, la generación de vacío se mantuvo para evitar pérdidas de este dado la complejidad de extraer el aire de los canales de la preforma. Así mismo, proporcionó un medio de escape para los gases generados por la combustión de los componentes orgánicos remanentes, evitando la contaminación del gas argón durante la etapa de infiltración. La generación de vacío se suspendió 10 minutos antes del inicio de la infiltración.

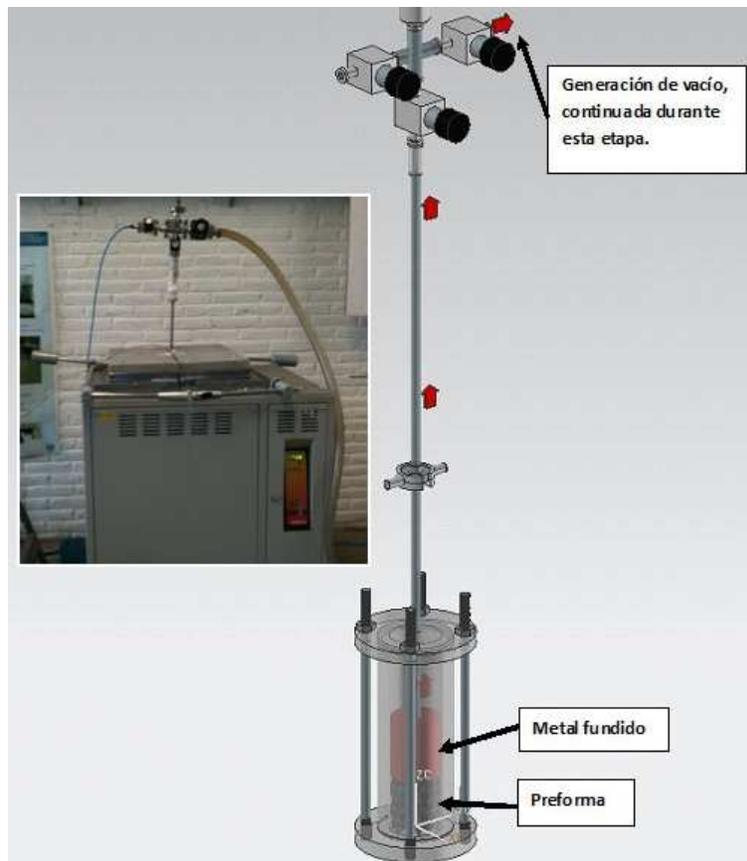


Figura 2.3. 3 Esquema representativo e imagen del sistema para producir espumas durante la etapa de fundición del metal.

Etapa de infiltración y enfriamiento.

Esta etapa se inició una vez completado el ciclo de calentamiento en la etapa de fundición. La bomba para generación de vacío fue apagada y se prepararon las conexiones para realizar la inyección de gas argón. La presión elegida para realizar la infiltración, se eligió con base a lo reportado en la literatura [9-15] para procesos similares, en el volumen de metal a empujar y conforme a lo ya designado durante el diseño del crisol. Por lo tanto, la presión de inyección utilizada fue de 2 Kg/cm^2 como máximo, con una tasa aproximada de 0.25 kg/cm^2 por minuto e inyectando al crisol desde 1.5 kg/cm^2 . Esta etapa se llevó a cabo con el crisol dentro del horno por un tiempo de 30 minutos y por fuera de este hasta el enfriamiento a $400 \text{ }^\circ\text{C}$ del crisol. Con la presión de inyección constante, el crisol se extrajo del horno y fue colocado sobre una base de cobre. Esto último con el objetivo de lograr un enfriamiento de tipo direccional y desde la parte inferior de la preforma.

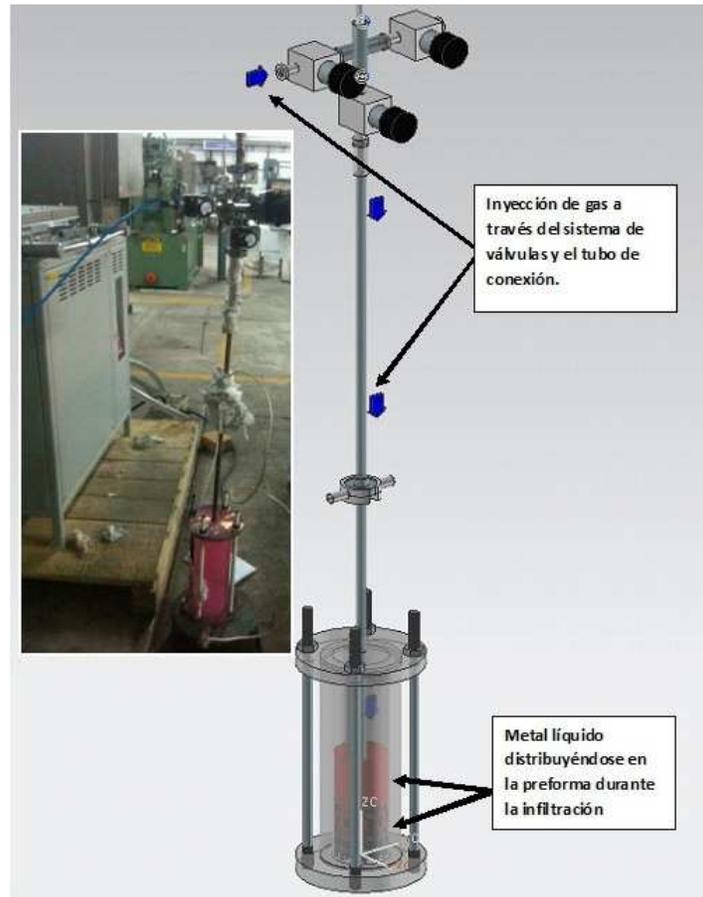


Figura 2.3. 4 Esquema del sistema durante la etapa de infiltración y dispositivo evacuado del horno, aun en etapa de infiltración.



Figura 2.3. 5 Crisol durante distintas etapas del enfriamiento, implementación de placa de cobre para enfriamiento acelerado desde la parte inferior del crisol.

Preparación de muestras para caracterización estructural y mecánica.

Desmontado de muestras a partir del crisol para infiltración

En esta parte del proceso de fabricación se hizo la extracción de especímenes del crisol para infiltración, así como la revisión de estos mediante maquinado convencional, para revisar el flujo de metal obtenido. Este último paso, con el objetivo de evitar el maquinado de probetas en caso de encontrarse defectuoso el espécimen. De las series de espumas fabricadas, solo se encontraron defectos de infiltración en la primera fabricada; esto a causa de una preforma con espacios entre partículas sumamente cerrados.

Para su recuperación, se retiró el sistema de válvulas y se desarmó el crisol. La extracción del espécimen fabricado se realizó con ayuda de un punzón y una prensa; utilizando carga mínima y protegiendo a la muestra para evitar dañarla con la presión. En la figura 2.4.1 (a) se muestra la apariencia de una de las espumas fabricadas al momento de extraerla del crisol.

Finalmente, se efectuó mediante una operación convencional de torneado para la revisión de la muestra. Esto eliminado únicamente el remanente superficial de material dejado por la etapa de infiltración, tal como se muestra en la figura 2.4.1 (b)



Figura 2.4. 1 Ejemplo de espuma recién obtenida del proceso (a) y maquinada para revisión (b)

Fabricación de especímenes para pruebas mecánicas y caracterización estructural.

Los especímenes para los ensayos de compresión y caracterización estructural por microscopía óptica fueron maquinados a partir de las muestras con preforma sin disolver. Esto con el objetivo de facilitar el maquinado de las mismas mediante operaciones convencionales de torneado y corte, evitando así el daño de los bordes o caras de las celdas por estas operaciones [2]. Para el caso de las espumas elaboradas con partículas de 5 y 3 mm la dimensión de los especímenes se seleccionó con base en lo establecido por el estándar ASTM E9-89a para pruebas de compresión y con lo establecido por Ramamurty, CAO y Onck [19, 20, 24] donde se establece que la altura de la probeta debe determinarse en función del tamaño de celda (poro), siendo la relación recomendada entre altura y el diámetro de celda (L/d) de 8 o mayor. Con esto, se previenen las variaciones que pueden ocasionar los bordes de celdas libres de esfuerzos [24].

Para el caso de la tercer serie de espumas fabricada, con tamaño de celda aproximado de 2mm, las características de sus celdas (mucho más abiertas y, por tanto, con bordes de celda sin refuerzo de una pared de celda) el maquinado mediante torno no fue posible; por lo tanto se tuvieron que realizar cortes de precisión para obtener probetas con área transversal cuadrada, rectificadas por cepillado de lento avance, cuyas dimensiones en altura también se definieron conforme a los criterios ya mencionados [19, 20, 24].

Para la caracterización microestructural mediante microscopía estereoscópica los especímenes utilizados fueron los mismos que en las pruebas de compresión, antes de realizarles estas últimas. Esto con el objetivo de poder correlacionar las propiedades mecánicas con la estructura observada para cada espécimen.

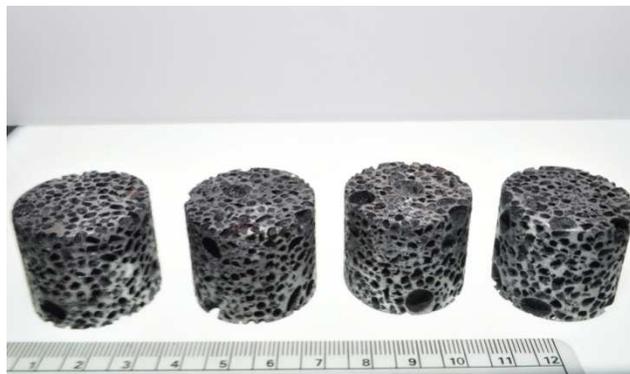


Figura 2.4. 2 Ejemplo de probetas obtenidas por maquinado, ya con preparación para ensayo de compresión.

Disolución de la preforma.

La disolución de la preforma se llevó a cabo una vez manufacturadas las probetas para los respectivos estudios de caracterización ya mencionados. Los parámetros y procedimiento (tiempo y modo de aplicación) durante esta parte se eligieron con base en la información recopilada durante la evaluación de solubilidad. Sin embargo, dada la interacción entre los residuos de la preforma y la espuma, se utilizaron procesos adicionales para lograr una remoción más efectiva de la misma. El procedimiento seguido se explica a continuación.

- **Disolución general.** Las muestras se colocaron dentro de un recipiente con agua por un tiempo inicial de una hora. Posteriormente, con ayuda de una bomba colocada dentro del mismo recipiente, se generó un flujo dirigido hacia la muestra. La etapa con flujo aplicado, tuvo una duración de 30 minutos. El objetivo de esta primer parte del proceso fue eliminar la mayor parte de residuos en las regiones superficiales y disminuir la resistencia de los remanentes en los poros internos de cada espuma.
- **Disolución en ultrasonido.** Realizada con el objetivo de lograr la eliminación de los residuos ubicados en los poros de las celdas. Se efectuó, como su nombre lo indica, en un dispositivo por vibración a ultrasonido *Cole Palmer modelo 8890*. La duración de la disolución con este equipo fue de 90 minutos, empleando agua destilada a temperatura ambiente. Al finalizar esta etapa los residuos adheridos a las paredes de las celdas fueron removidos por decapado, procedimiento que se explica a continuación.
- **Lavado y eliminación de residuos por decapado.** Se hizo un proceso de decapado, de mediana intensidad (tiempo de duración moderado) para conseguir una limpieza más uniforme y adecuada de los especímenes, eliminando la mayor cantidad de residuos de la preforma –adheridos a los bordes y paredes de las celdas- y otros residuos de oxidación originados durante las etapas de fundición e infiltración. La composición de la solución empleada se eligió –principalmente- con base a lo documentado en la literatura para limpieza moderada de aleaciones de aluminio [40] siendo la solución empleada una compuesta por ácido nítrico y fluorhídrico, con 15 y 2% en peso de concentración, respectivamente.

El procedimiento de decapado consistió en la inmersión controlada de las muestras en la solución –empleando un recipiente adecuado- por un tiempo de 13 minutos. Este tiempo también se encuentra especificado en la literatura para el aluminio y sus aleaciones. Sin embargo, por la porosidad de las muestras, en ocasiones fue necesario incrementar el tiempo a 15 minutos, logrando así una mayor limpieza de los especímenes. Posteriormente, las muestras se lavaron con agua destilada por un tiempo de 2 minutos, secando finalmente con un eliminador de humedad. En algunos casos, se efectuó un lavado adicional por más tiempo (25 minutos).



Tabla 2.4. 1 Procedimiento de disolución de la preforma y limpieza de las probetas a caracterizar.

Cálculo de densidad relativa.

En el presente trabajo, la determinación de la densidad relativa se realizó mediante la medición directa de la macro-porosidad a partir de los volúmenes y masas de los especímenes [9, 40]. La fracción de porosidad registrada permitió realizar los correspondientes cálculos para obtener la densidad relativa. Estas mediciones fueron realizadas en todas las probetas fabricadas, tomando para el peso de referencia probetas de aluminio fabricadas en las mismas dimensiones que los especímenes celulares fabricados.

Determinación de porosidad y densidad relativa mediante medición directa de macro-porosidad.

Esta medición se efectuó para tener una cuantificación rápida y con adecuado grado de aproximación del porcentaje de porosidad de las espumas fabricadas, debido a que en todos los casos el tamaño de poro fue superior a los 50 nm; por lo que la medición de macro-porosidad representa a la mayor cantidad de porosidad en cada uno de los especímenes fabricados. Esto mediante la fracción de porosidad, representada mediante la ecuación [40]:

$$\varphi = \frac{V_t - V_s}{V_t} = \frac{V_p}{V_t}$$

Donde V_t es el volumen de bulo o el volumen total del espécimen, V_s el volumen de sólido dentro de la espuma y V_p es el volumen o espacio de los poros. Para determinar los respectivos volúmenes, cada una de las probetas fabricadas fue pesada en seco con una balanza electrónica. Posteriormente, también se registró la masa de dos especímenes fabricados de aluminio sólido. A partir de las masas medidas, se determinó la fracción de sólido en cada una de las espumas. Con la fracción de sólido calculada, se determinó el volumen de sólido para cada probeta; efectuándose posteriormente el cálculo de porosidad mediante la ecuación ya mostrada [40].

Finalmente el cálculo de la densidad relativa se realizó mediante la ecuación:

$$\frac{\rho_*}{\rho_s} = 1 - \varphi$$

Caracterización estructural.

Para la evaluación estructural de cada una de las series de espumas fabricadas, se empleó lo siguiente:

- Análisis mediante fotografía convencional. Únicamente para analizar la condición de los especímenes obtenidos (formación de una estructura celular) así como complemento al estudio del comportamiento mecánico; para la visualización del colapso de los bordes y caras en los especímenes fabricados, durante los ensayos mecánicos a compresión.
- Análisis mediante microscopía. La técnica de estéreo-microscopía permitió realizar el análisis de tamaño de celda, morfología y principales defectos en la celda o poro. Lo anterior, efectuado principalmente para las probetas preparadas para los ensayos de compresión de cada una de las series fabricadas, a modo de poder realizar la correlación entre las propiedades mecánicas y la micro-estructura de cada espécimen.

Cabe mencionar que se contempló la elaboración de un estudio adicional con microscopía electrónica de barrido; sin embargo este no fue posible debido a las dificultades para generar el vacío de la cámara con la muestra colocada.

Caracterización mediante estéreo-microscopía. Protocolo de análisis.

- **Equipo utilizado.** Se empleó un microscopio estereoscópico marca Olympus, modelo SZX16. Dadas las características de las muestras, las imágenes de mayor calidad se obtuvieron empleando un aumento de 0.7 por 1X. Se utilizó la mayor cantidad de iluminación disponible (empleando lámpara auxiliar), procurando mantener un adecuado contraste para resaltar la porosidad de los especímenes. No fue necesaria la inmersión de las probetas en resina para su visualización.
- **Preparación de muestras.** La preparación de las muestras analizadas -posterior al lavado y disolución de la preforma- consistió en la realización del proceso de decapado ya explicado en la sección anterior.

- **Vistas analizadas, calibración y medición de tamaño de poro.** Para cada probeta, se capturaron imágenes tanto de las caras: superior, inferior y laterales. Previo a la medición, empleando una hoja de papel milimétrico adherida a la parte superior de una probeta, se tomó una imagen del mismo para la definición de la escala de calibración. Las mediciones de tamaño de poro se realizaron con ayuda del programa Adobe Photoshop, empleando el módulo para análisis de imágenes y verificación de redondez. Se realizaron entre 60 y 70 mediciones por serie para una muestra más confiable. El tamaño de celda o diámetro de celda se consideró como la distancia más larga encontrada en cada poro. A partir de estos datos, se procedió al cálculo del valor promedio, así como la generación de las respectivas distribuciones para la determinación de la desviación estándar. Esto para cada serie fabricada.

Pruebas mecánicas de compresión.

Como ya se ha explicado, gran parte de las aplicaciones de las espumas metálicas requiere del conocimiento del comportamiento a compresión de las mismas, lo cual permite determinar los parámetros: esfuerzo de límite elástico, esfuerzo de colapso plástico, esfuerzo de densificación y energía absorbida por cada espécimen. Por lo tanto, el objetivo de las pruebas realizadas fue determinar la presencia de estos valores y con ello identificar si los especímenes presentaban comportamiento mecánico como el de una espuma, siendo esta una caracterización básica, pero que complementa la validación del método de fabricación propuesto como apto para la producción de espumas de aluminio.

Características del ensayo de compresión.

Se utilizaron 4 probetas de cada espuma –fabricadas con la geometría designada por los criterios ya mencionados en la sección anterior- para los respectivos ensayos de compresión. Esto con el objetivo de lograr una muestra representativa del comportamiento mecánico de cada espuma. Las pruebas se llevaron a cabo en un equipo *Instron modelo 5500R*. Para evitar los efectos de la fricción de los platos con las caras superior e inferior de cada probeta, se colocó entre ellos un recuadro de teflón. Los parámetros empleados –para todas las muestras- fueron los siguientes:

Parámetro/accesorio	Magnitud
Rapidez de deformación	$1 \cdot 10^{-3} s^{-1}$
Velocidad de deformación	1.5 mm/min
Celda de carga	10 ton
Temperatura del ensayo	25 °C, ambiente

Tabla 2.4. 2 Parámetros y condiciones de los ensayos a compresión realizados.

La rapidez de deformación utilizada se eligió conforme a lo reportado en distintas publicaciones [1, 21, 28, 29, 34] realizándose el denominado ensayo de compresión cuasi-estático. Este tipo de ensayo, además de permitir la distinción de las 3 regiones de la curva esfuerzo- deformación (elástica lineal, esfuerzo constante de colapso plástico “*plateau*” y densificación) permite el análisis y cálculo de la energía absorbida durante la deformación de las celdas. Como ya se ha mencionado, para la validación de una espuma metálica como material para absorción de impactos, es requerido elaborar ensayos de compresión a distintas rapidezces de deformación, con espumas de distintas densidades relativas. Con esta información, se genera el diagrama de absorción de energía, mismo que ayuda a definir cuál de las espumas analizadas absorbe la mayor cantidad de energía ,a una cantidad máxima de esfuerzo de colapso elástico permitido; bajo una determinada condición de rapidez de deformación y densidad relativa [1]. Sin embargo, dado que el interés de este trabajo es únicamente validar si los materiales obtenidos presentan el comportamiento de una espuma metálica celular, basta con realizar el ensayo de tensión de manera cuasi estática para determinar si presentan un colapso plástico a esfuerzo constante.



Figura 2.4. 3 Configuración del dispositivo, en distintas etapas del ensayo a compresión.

Fin del capítulo

Capítulo 3.

Resultados y discusión.

Capítulo 3. Resultados y discusión.

Evaluación general del proceso de infiltración propuesto, con preforma componente orgánico-cloruro de sodio.

Evaluación de la preforma y método de particulación/peletización.

Análisis de funcionalidad de la mezcla base cloruro de sodio con componente orgánico (harina) a utilizar.

Como se ha mencionado en el capítulo anterior, se seleccionaron 2 mezclas para la elaboración de las partículas de cada preforma, esto con base a las respectivas pruebas de desempeño, cuyo protocolo y criterios de evaluación se han explicado. En la siguiente tabla, se presentan los resultados de esta evaluación, resaltándose los puntos que sustentaron a la selección de las mezclas 4 y 5.

Parámetro	Capacidad de conformado	Parámetros de calcinación óptimos	Comportamiento después de la calcinación	Resistencia de las partículas calcinadas	¿Se disolvió en agua dentro de un tiempo de 30 min o menos?
No de Mezcla					
1	<i>Aceptable. Es posible fabricar la partícula, pero tiende a desintegrarse</i>	<i>400 °C, 25 minutos</i>	<i>Las partículas se expanden durante la calcinación, cerrando canales entre estas.</i>	<i>Aceptable</i>	<i>No</i>
2	<i>Mediana. La partícula se puede formar pero tiende a deformarse por sí misma con el tiempo</i>	<i>370 °C, 25 minutos</i>	<i>Se presenta una expansión mayor, eliminando los espacios entre partículas.</i>	<i>Aceptable</i>	<i>No</i>
3	<i>Mediana-Alta. La partícula mantiene su forma, por su contenido de sal.</i>	<i>370 °C, 20-25 minutos</i>	<i>Expansión moderada.</i>	<i>Aceptable, aunque presenta pérdida del contenido de mezcla</i>	<i>Sí</i>
4	<i>Alta. Las partículas se fabrican fácilmente y mantienen su forma</i>	<i>370 °C, 20-25 minutos</i>	<i>Sin expansión por tratamiento de reducción de humedad anterior</i>	<i>Alta Resistencia a la compresión y la abrasión</i>	<i>Sí</i>
5	<i>Muy alta. Las partículas se fabrican con facilidad, manteniendo su forma</i>	<i>370 °C, 20-25 minutos</i>	<i>Sin expansión por tratamiento de reducción de humedad anterior</i>	<i>Alta Resistencia a la compresión y la abrasión</i>	<i>Sí</i>

Tabla 3.1. 1 Resultados del análisis de mezclas para la elaboración de preformas.

Como se puede observar de la tabla, las mezclas 4 y 5 presentaron los mejores resultados en cuanto capacidad de conformado, resistencia a la compresión y la abrasión generadas por la presión unitaria y la fricción del flujo de metal, respectivamente, y con una rapidez de disolución elevada. Esto se debe a que estas mezclas fueron obtenidas del perfeccionamiento de las composiciones anteriores. Por su parte, en la tabla se señala para estas mezclas que la expansión presentada por las partículas fue nula debido a la aplicación del tratamiento para eliminación de humedad, manteniéndose sin obstrucción todos los canales entre las partículas. En los casos donde se presentó la expansión de las partículas después del tratamiento de calcinación, se determinó que la causa pudo ser la humedad remanente en estas, ya que el vapor de agua -al fluir hacia el exterior- incremento el volumen de estas. Por lo tanto, para el procesamiento de la mezcla no. 4, se planteó realizar el tratamiento adicional de eliminación de humedad, quedando como parte del procedimiento de fabricación.

Por su parte, las mezclas 4 y 5 también presentaron una elevada rapidez de disolución en agua. Esto a causa de su mayor contenido de sal; mismo que también contribuyo al incremento de su resistencia mecánica y tribológica. La sal (cloruro de sodio) es un elemento más soluble en el agua que el conjunto de componentes orgánicos de la harina, por lo que su presencia en mayor cantidad incrementará la solubilidad del compuesto.

Efectividad del método de peletización o de generación de partículas.

Este análisis, como ya se ha mencionado en el capítulo 2, consistió en la medición del diámetro de las partículas de cada una de las series de espumas fabricadas. En la tabla 3.1.2 se presentan los valores de diámetro promedio, obtenidos para cada uno de los tipos de partículas.



Preforma 1. Partículas con morfología semi-esférica. Tamaño promedio 5mm.

Tamaño promedio medido: 4.998 mm

Desviación estándar: 0.474 mm



Preforma 2. Partículas con morfología en su mayoría semi-esférica y un porcentaje reducido de tipo cilíndrica. Tamaño promedio 3mm.

Tamaño promedio medido: 2.714 mm

Desviación estándar: 0.368 mm



Preforma 3. Partículas con morfología tipo poligonal. Tamaño promedio 2mm.

Tamaño promedio medido: 2.257 mm

Desviación estándar: 0.205 mm

Tabla 3.1. 2 Evaluación de tamaño promedio (con análisis de microscopia) y variación de los 3 tipos de partículas producidos.

Correspondiendo estos valores a la distancia entre las líneas paralelas a los extremos más lejanos de la partícula, pudiendo considerar esta distancia como un valor promedio de diámetro, comparable con los valores obtenidos de las celdas para cada una de las espumas. Estos datos, fueron utilizados para generar una distribución normal para mostrar la dispersión existente para cada serie de partículas. Este análisis se presenta más adelante, en la sección de evaluación de tamaño de celda, para el estudio de homogeneidad.

Desempeño del crisol.

En la tabla 3.1.3 se muestra los parámetros de desempeño con los que fue evaluado el crisol de infiltración. Esta evaluación consistió de un análisis cualitativo, principalmente; sin embargo, proporcionó los elementos necesarios para determinar la efectividad del crisol de infiltración. No se añaden parámetros cuantitativos debido a la falta de equipo para evaluarlo; además de disco análisis escapa a los objetivos del presente trabajo.

Aspecto funcional	Resultado
Resistencia a la presión unitaria ejercida por el gas argón inyectado y el flujo de aluminio a través de la preforma.	La resistencia del material se comportó conforme a lo esperado. Se revisaron las dimensiones de los componentes después de cada proceso de infiltración. No se observó ningún cambio de consideración o algún componente con deformación plástica.
Resistencia a la corrosión (Tapas y cara externa)	Se presenta un cambio de color debido a las elevadas temperaturas del proceso. No obstante no se presenta algún indicio de picaduras o daño a la estructura del crisol
Resistencia a la corrosión (Sección interna)	El recubrimiento de la sección interna con una capa de nitruro de boro disminuye drásticamente los efectos de la alta reactividad del cromo y el aluminio a elevadas temperaturas. Sin embargo, llegan a presentarse algunos indicios de corrosión por picaduras. El crisol pudo reutilizarse. El acabado superficial, otro elemento clave para evitar corrosión excesiva por picaduras de la cámara.
Hermeticidad	El sistema de sellos de grafito y el sistema de sujeción implementado, permitieron generar vacío dentro de la cámara del cilindro. Sin embargo, se requirió de gran cantidad de tiempo para lograr esta condición, aunque equiparable con el requerido por otros equipos.
Control y estabilidad de la temperatura.	Mantiene el calor concentrado en la cámara del crisol. Permite alcanzar una temperatura homogénea en todos los puntos de la superficie, manteniendo concentrado el calor aún al desconectar el suministro de energía. El material actúa de manera similar a un material refractario [31].
Desempeño durante la infiltración. (Comportamiento de la cámara)	La distribución de temperatura conseguida en la cámara, permite que el frente de infiltración se mantenga con la temperatura necesaria durante todo el proceso.
Sistema de válvulas	Permite hacer los cambios en la dirección del flujo sin tener que desmontar algún elemento del sistema. El diámetro del tubo de escape permite que estos salgan a elevada velocidad.
Sistema de cierre por pernos	Su construcción en acero de bajo carbono provocó baja resistencia a las altas temperaturas, presentando deformación plástica. Se requirió de un elevado torque de apriete para poder realizar el sellado de la cámara, lo que dificulta su operación.

Tabla 3.1. 3 Cuadro-resumen con evaluación de desempeño del crisol.

Proceso de infiltración

De manera análoga al estudio de resultados mostrado en la sección anterior, a continuación se presenta el análisis para cada elemento y etapa del proceso de infiltración propuesto.

Elemento/Etapa del proceso	Resultado
Preforma	<p>La preforma resiste la presión unitaria y la fricción ocasionada por el flujo de metal; tras ser sometida a un tratamiento de calcinación. Antes del tratamiento, es altamente conformable y permite generar partículas con distintas morfologías.</p> <p>Se presentan cambios en el tamaño de celda respecto al de la partícula por efectos de la contracción durante la calcinación. No obstante, el control del tamaño de celda obtenido es alto, ya que la variación entre el tamaño de celda promedio y el tamaño promedio de partícula fue del orden de sólo un 5%, con un gradiente de tamaño sumamente reducido. Este dato se sustenta con el estudio de la siguiente sección</p> <p>La disolución de la mezcla requirió de varios procesos de enjuague y decapado para su remoción, en vez de un único enjuague. Esto incrementa los pasos para realizar este proceso; disminuyendo su simplicidad.</p>
Parámetros de la etapa de fundición.	<p>La elevada tasa de calentamiento (25 °C/min) permite alcanzar la temperatura de fundición en todo el crisol en un lapso de tiempo corto. El periodo a temperatura constante permite homogenizar está en todas zonas del crisol, transfiriendo calor a la preforma ya colocada. La temperatura casi-homogénea en la preforma y el metal disminuyó posibles semi-solidificaciones del frente de infiltración, dando como resultado un llenado adecuado de todos los espacios de la preforma.</p>
Presión de infiltración.	<p>Generando vacío y empleando una presión de inyección de baja magnitud (2 Kg/cm², 196.14 KPa) [9,16] para la infiltración, se obtienen los efectos de un proceso de infiltración con inyección a alta presión [16]. El flujo de metal llegó rápidamente (prácticamente en un tiempo de 15 min) distribuyéndose por todos los espacios de la preforma. Un proceso de infiltración de baja presión siempre es menos costoso que uno de alta presión.</p>

Tabla 3.1. 4 Cuadro resumen con evaluación de desempeño del proceso de infiltración propuesto.

Del cuadro resumen anterior, destaca el resultado de la presión de infiltración. Como se ha mencionado, el uso de generación de vacío combinado con la inyección de un gas a presión durante la infiltración es una de las principales innovaciones del método aquí propuesto. El hecho de observar una infiltración total del aluminio en todos los espacios de la preforma y llenando todos los canales de ésta (Figura 3.1.1) tal cual como ocurre en los procesos a alta presión, es sumamente de interés. Lo anterior, en un lapso de tiempo reducido (15 minutos, determinados por el tiempo que tardo un termopar conectado al fondo del crisol, en mostrar lecturas de una rápida reducción de temperatura). Lo anterior, debido a que los procesos de baja presión son más factibles comercialmente debido a su menor costo. Sin embargo, dado que las propiedades de las espumas son sumamente sensibles a la

estructura celular macroscópica, muchas veces los procesos de infiltración de baja presión (LPI, por sus siglas en inglés) son descartados, ya que una baja presión de infiltración puede no ser suficiente para llenar todos los espacios entre partículas de la preforma, lo que dificulta el control de las características de la estructura celular [16]. Por lo tanto, un método de baja presión que permita obtener un elevado control de la estructura celular es de gran interés, ya que incrementa de manera contundente su implementación comercial al ser de bajo costo y de alta calidad. Para sustentar lo anterior, en la figura 3.1.1 se presenta una comparación entre los especímenes fabricados y los obtenidos por otros estudios [16, 32]. Visualmente, se observan características muy similares en la distribución de las celdas (poros) así como en los bordes y paredes (caras) tanto inmediatamente después de procesarlo, como en las probetas obtenidas. En la siguiente sección, se realiza un análisis de la estructura obtenida, comparando las características de la estructura celular de las series aquí procesadas, con la de otros estudios.

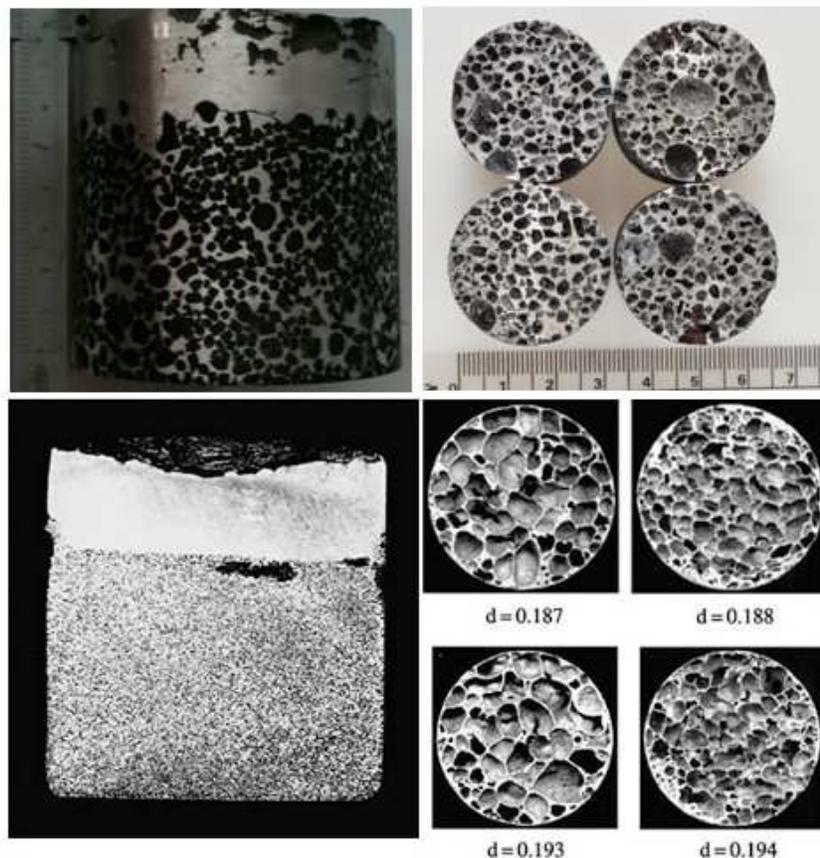


Figura 3.1. 1 Comparación de los especímenes obtenidos (serie 2) bajo el proceso propuesto y otros obtenidos en diversos estudios [14, 32]

Evaluación de especímenes obtenidos, caracterización estructural y de propiedades mecánicas.

Evaluación estructural.

Morfología, tipo de celda y estructura.

En la figura 3.2.1 se presentan las principales vistas de las espumas fabricadas, obtenidas mediante el análisis de microscopía estereoscópica. En este, se pueden apreciar las características de las celdas obtenidas, tales como su morfología, tipo de celda e interconectividad, características de los bordes y paredes de celda, así como la presencia de defectos como bordes perdidos o fracturados, protuberancias, impurezas de gran tamaño o porosidad no deseada [19]. Las características para cada serie se detallan en el siguiente cuadro resumen.

Espuma	Morfología de la celda/ Poro	Tipo de celda	Características de los bordes y caras de las celdas.	Defectos estructurales.
Serie 1	<i>Poligonal, irregular</i>	<i>Abierta, existen espacios interconectado, más se presentaron algunas celdas cerradas en las caras laterales.</i>	<i>Algunos bordes presentan un espesor considerable (al menos de la mitad del tamaño de celda). La existencia de caras es reducida.</i>	<i>Presenta gran cantidad de bordes perdidos (Figura 3.2.1 b) así como protuberancias [9] y residuos de la preforma en los bordes</i>
Serie 2	<i>Equiaxiada regular, tendencia esférica, algunas partículas alargadas.</i>	<i>Cerrada, algunas celdas, interconectividad mínima entre celdas</i>	<i>Bordes y caras claramente definidos y continuos. Las paredes presentan un espesor constante.</i>	<i>Se presentan algunos indicios de porosidad no controlada, pero esta es debida al decapado. Se perciben zonas con mayor espesor entre celdas, pero estas corresponden a las paredes de otras celdas internas -Figura 3.2.1 e)-</i>
Serie 3	<i>Equiaxiada regular, algunas partículas alargadas</i>	<i>Abierta, existe mayor interconectividad entre las celdas.</i>	<i>Estructura altamente celular, con bordes de y celdas claramente definidos, espesor constante. Para las celdas donde se presenta la formación de una pared, se observa en estas la disminución del espesor al centro de la cara, lo que indica una distribución de sólido típica de una espuma.</i>	<i>Presenta algunos bordes perdidos, pero originados posiblemente por el proceso de maquinado o falta de flujo de aluminio en la zona, al momento de realizar la infiltración. -Figura 3.2.1 h) e i-. Presenta protuberancias (o “dedos metálicos”) solo en los extremos del espécimen, más no dentro de las celdas.</i>

Tabla 3.2. 1 Cuadro-resumen de las características estructurales de las espumas fabricadas.

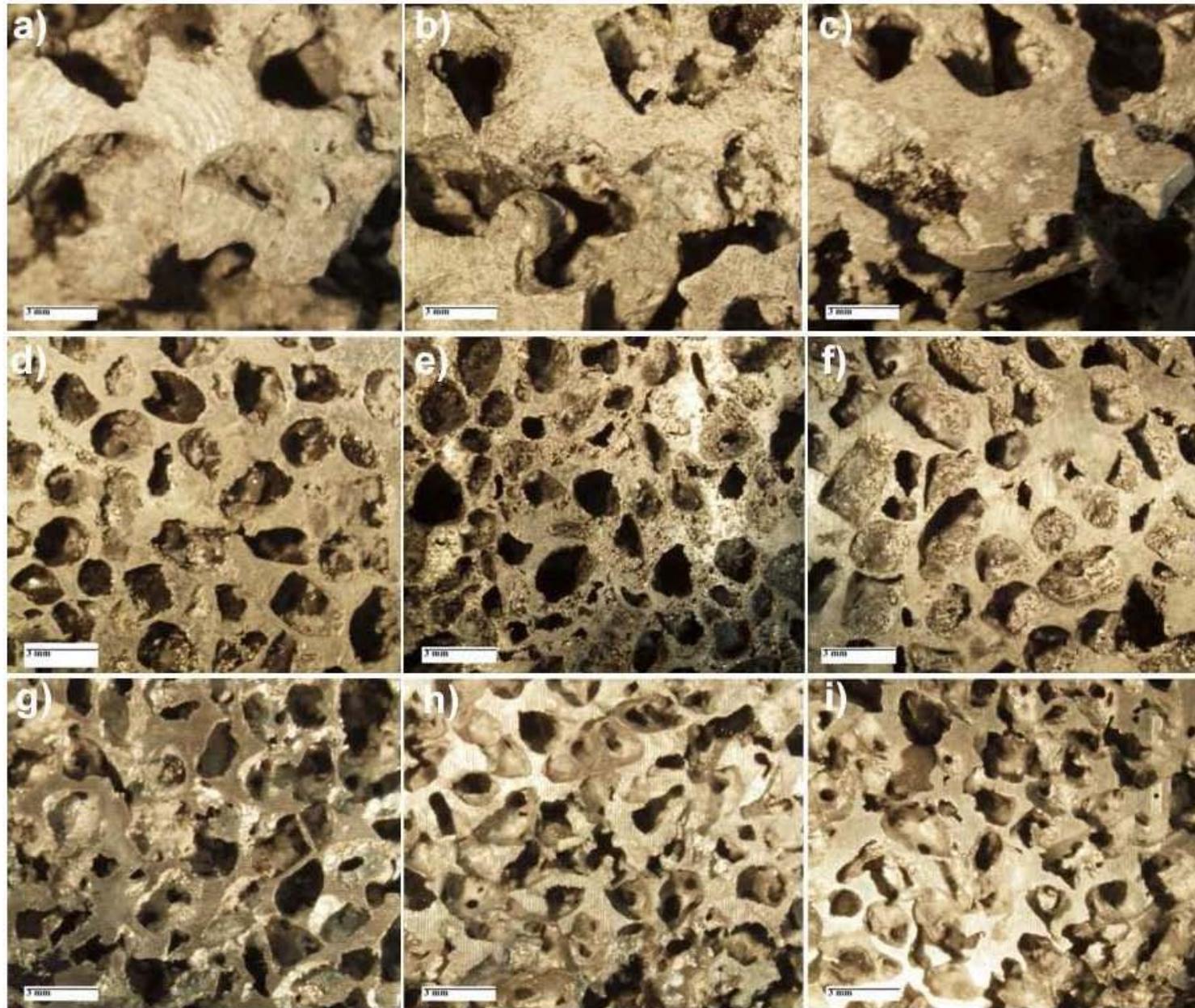


Figura 3.2. 1 Comparativa de estructuras de las 3 series de espumas fabricadas

Las variaciones estructurales señaladas en la tabla anterior, se deben a diversos factores. El primero de ellos, el tipo de preforma, una preforma con partículas equiaxiadas y con tamaño homogéneo genera una espuma con tamaño de celda más homogéneo (esto se comprueba más adelante en el análisis de mediciones de tamaño) mientras que los cambios en el espesor de los bordes, paredes de celda, así como la presencia de defectos estructurales como bordes o paredes de celda no interconectados (ó “perdidos”) y protuberancias en las caras se deben principalmente a efectos de la presión de infiltración, la carga inicial de metal infiltrado, la temperatura de infiltración y a la compactación de las partículas durante la elaboración de la preforma; aunque se considera a la presión de infiltración como el principal agente que modifica a la densidad relativa en una celda [9]. En el caso de las espumas de la serie 1, la presencia de algunas celdas con bordes no conectados y protuberancias en el interior, así como los bordes y caras de gran espesor son características de una presión de infiltración elevada, similar a lo que reporta Despois [9] en su estudio. Por su parte, para las series 2 y 3, la presencia de bordes suavemente interconectados y continuos (principalmente serie 3) además de la presencia de celdas sin protuberancias, sugiere que la presión de infiltración aplicada actuó como de moderada magnitud [9]. La presencia de algunos bordes no conectados en las espumas de las serie 3 son consecuencia del maquinado de las mismas, no del proceso de infiltración.

De lo anterior, resalta el hecho de encontrar efectos de distintas presiones de infiltración aun habiéndose empleado los mismos parámetros para la producción de las espumas. La explicación puede realizarse tomando como base la ecuación de Young-Laplace, para el umbral de presión de infiltración [9,13] $P \approx 2\sigma_{LV}\cos\theta/r$, donde σ_{LV} es la tensión superficial para el aluminio líquido (valor de 1 J/m^2) y r el espacio entre partículas efectivo, mismo que es directamente proporcional al diámetro de las mismas [13]. Esta ecuación, es útil para aproximar el valor de presión requerido para superar el umbral y poder infiltrar una serie de partículas. Si bien ésta no considera otros efectos que afectan en la infiltración como la fricción generada por la rugosidad de las partículas, y se emplea principalmente para la infiltración de espumas con poros en el orden de los micrometros (contempla efectos capilares) permite entender que para partículas de mayor tamaño se requieren presiones de infiltración menores que para partículas de menor tamaño – Despois [9]-. Extrapolando esta interpretación a los especímenes realizados (y considerando que el vacío pudo ocasionar efectos capilares durante la infiltración) el valor de presión empleado y de igual magnitud para las 3 series provocó los distintos efectos mencionados por la variación en el diámetro de las partículas; lo que sugiere para futuros usos de este proceso, variar sensiblemente la presión en función del tamaño.

No obstante, lo anterior no debe dar lugar para interpretar que la fabricación de espumas con partículas con orden de magnitud en milímetros ocurrirá con presiones bajas. En el presente estudio, se hace esta interpretación debido a que se asumen efectos similares a la capilaridad por presencia del vacío, más sin embargo en otros estudios como el de Liquin [16] se refleja la necesidad de incrementar la presión de infiltración en la fabricación de espumas con diámetros de celda en mm, ya que no se presentan efectos capilares (sin uso de vacío). Por lo tanto, sigue destacando el hecho de que con valores de presión sumamente bajos ($2 \text{ kg/cm}^2 = 196.14 \text{ KPa}$) contra lo reportado (4, 12 ó hasta 460 MPa) [9,16] se logre la infiltración de partículas con mayor tamaño; lo cual representa una ventaja importante para poder implementar este método a nivel industrial, ya que disminuye el costo de producción.

Morfología de la celda. Las celdas –en los 3 casos- tomaron, a lo largo de todo el espécimen, la morfología de las partículas de la preforma. Las diferencias que existen entre los poros y la forma original de la preforma, en algunas regiones, se deben principalmente a las aberturas o zonas de sólido remanente generadas por la falta (por espacio reducido entre partículas) o exceso de flujo de metal durante la infiltración. No obstante el método, en cuanto a este rubro, permite obtener una estructura celular y con morfologías de partícula altamente similares a las reportadas por otros métodos con preformas constituidas por NaCl u otros elementos [4], como ya se ha señalado anteriormente, por lo que el proceso propuesto se considera como adecuado.

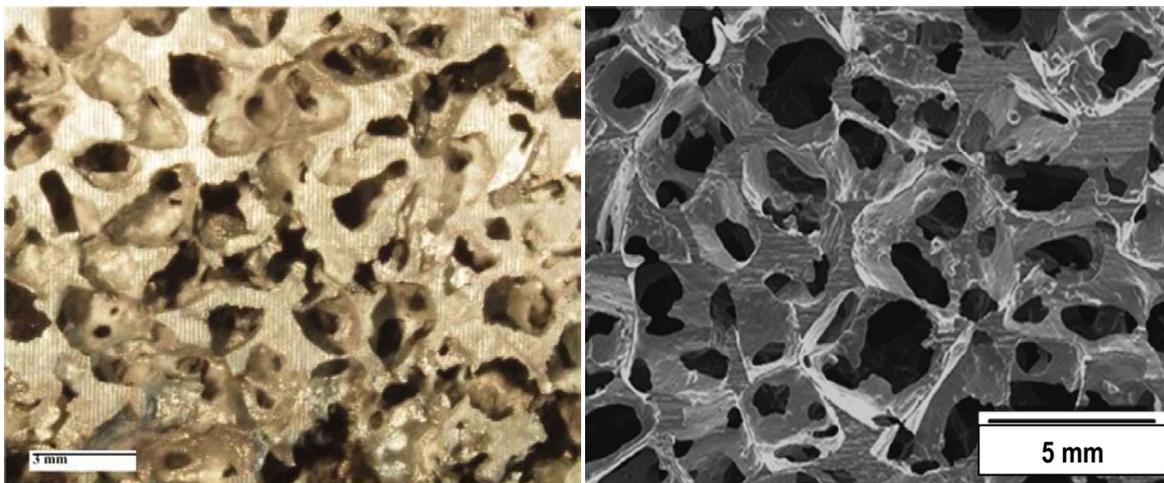


Figura 3.2. 2 Comparación entre la microestructura de la espuma serie 3 con otra obtenida a partir de una preforma de NaCl [4].

Tamaño de celda promedio y distribución de tamaño de celda.

Tamaño de celda promedio. Los tamaños calculados con base a las fotografías obtenidas con el microscopio estereoscópico se presentan en la tabla 3.2.2. En la cual, se presentan el tamaño promedio de celda para cada una de las probetas medidas; correspondiendo dos de ellas a un mismo espécimen, pero en dos secciones diferentes.

<i>Numero de probeta y sección</i>	<i>Serie 1</i>		<i>Serie 2</i>		<i>Serie 3</i>	
	<i>Promedio</i>	<i>Desv est</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desv est</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desv est</i>
<i>Lateral 1</i>	4.503	0.626	2.444	0.361	2.134	0.370
<i>Cara 1</i>	4.218	0.705	2.572	0.400	2.100	0.433
<i>Lateral 2</i>	4.164	0.789	2.372	0.444	2.220	0.325
<i>Cara 2</i>	4.294	0.881	2.678	0.435	2.115	0.241
<i>Lateral 3</i>	4.681	0.904	2.535	0.502	2.073	0.389
<i>Cara 3</i>	5.634	0.815	2.517	0.618	2.225	0.449
<i>Lateral 4</i>	4.880	1.804	2.528	0.617	2.114	0.287
<i>Cara 4</i>	4.469	1.085	2.541	0.534	2.117	0.337

Tabla 3.2. 2 Datos de tamaño de celda promedio para los especímenes de cada serie.

	<i>Serie 1</i>		<i>Serie 2</i>		<i>Serie 3</i>	
	<i>Promedio</i>	<i>Desv est</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desv est</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desv est</i>
<i>Global por serie</i>	4.605	0.951	2.523	0.489	2.137	0.354

Tabla 3.2. 3 Tamaño de celda promedio y desviación estándar global para cada una de las series fabricadas.

En el gráfico de la figura 3.2.3, se presentan las distribuciones normales correspondientes a la variación del tamaño de celda (diámetro) para cada una de las espumas obtenidas. De estas, se puede observar que las correspondientes a las espumas de las series 2 y 3 presentan una menor desviación; lo cual se interpreta como una mayor homogeneidad en el tamaño de celda en comparación con la correspondiente a la serie 1, que presenta una desviación de mayor amplitud y por ende, señala la existencia de un gradiente de tamaño mayor (hasta 0.5 mm vs 0.3 mm). Cabe mencionar, que dado se empleó para la medición una muestra del mismo tamaño para todas las series, los gráficos de distribuciones si representan una información útil para determinar los gradientes de tamaño, por que indica claramente (por medio del dato de densidad) que porcentaje de la muestra se encuentra en un tamaño con mínima variación respecto al valor promedio.

Este último rubro de homogeneidad de los especímenes fabricados también se corroboró mediante probabilidad de presencia de celdas con diferencia en tamaño no mayor a un 10%. Realizando este cálculo a partir de sus distribuciones normales (con ayuda del programa Minitab 16) se obtuvo para la serie 1 una probabilidad de 32% de presencia de celdas con variación de tamaño no mayor a 10%. Para el caso de la serie 2, este valor fue de 47%, mientras que para la serie 3 fue de hasta 60%. Es decir, el gradiente de tamaño para las espumas de las series 2 y 3 disminuye, debido a la mayor cantidad de celdas con un mínima variación en tamaño (Figura 3.2.3, a, b, c). La serie 3 es, por tanto, la más homogénea en tamaño.

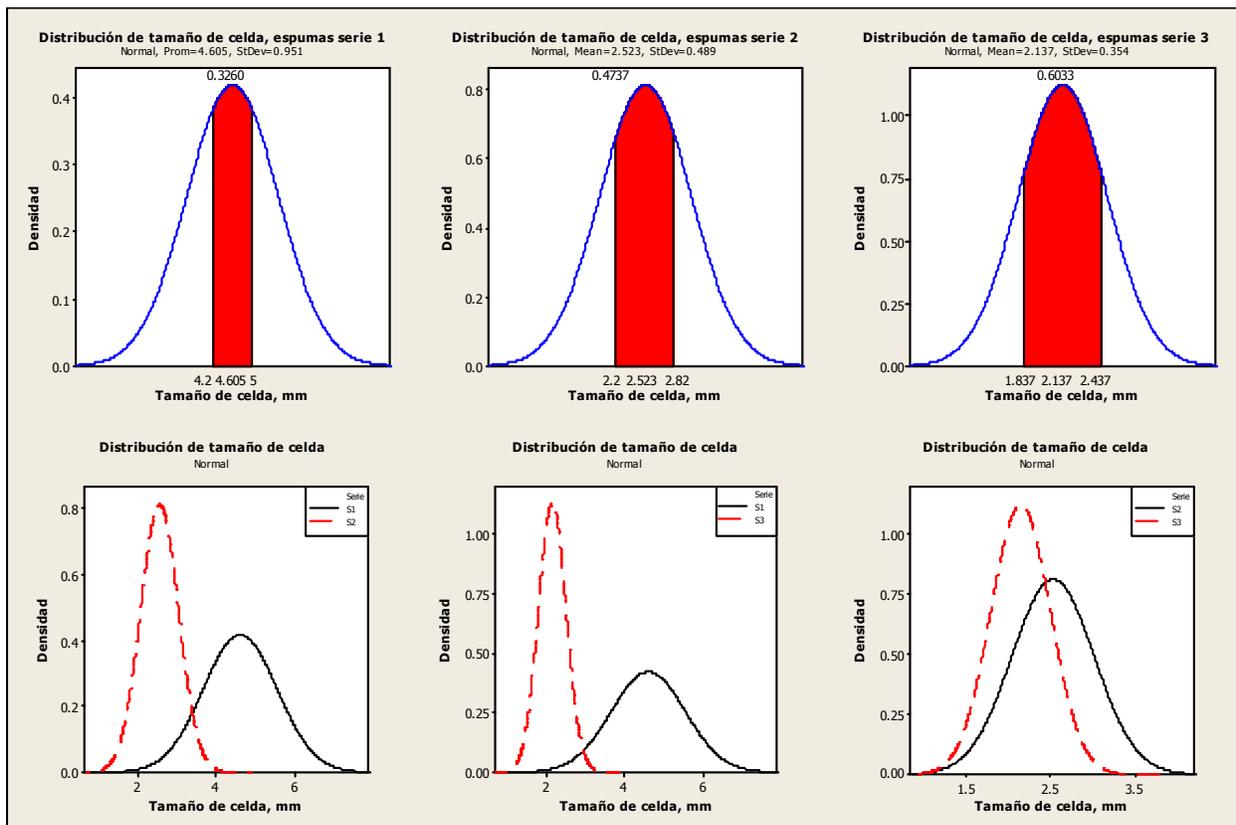


Figura 3.2. 3 Distribuciones normales del tamaño de celda en las espumas trabajadas.

La variación en cuanto a homogeneidad y dispersión de tamaño de celda es un factor importante, ya que todas las espumas fueron fabricadas empleando el mismo método y parámetros. Para determinar esta causa, así como el grado de control del tamaño de celda obtenido mediante la fabricación de la preforma, se realizó el mismo cálculo de probabilidad, pero con las distribuciones normales creadas con las mediciones de tamaño de partícula. Nuevamente, definiendo una variación

no mayor a 10% en tamaño, se realizó el cálculo de probabilidad de existencia de partículas en el rango determinado, siendo este de 60% para las partículas de la preforma 1, 67% en la preforma 2 y 78% en la preforma 3. Naturalmente, existen variaciones entre este porcentaje y el obtenido para el tamaño de celda por la contracción de las partículas durante la calcinación, sin embargo mantiene la misma tendencia que en el caso de las espumas, existiendo una mayor variación para la preforma 1 (usada en la serie 1) y la menor para la preforma 3 (usada para la serie 3 de espumas). Por lo tanto, se deduce que este método permite el control del tamaño de celda mediante la adecuada selección, clasificación y compresión de partículas durante la fabricación de las preformas; donde los efectos de la presión de infiltración y temperatura de procesamiento se verán reflejados en el espesor de los bordes y paredes, así como algunos defectos estructurales; más no en el tamaño de celda. Generando una importante ventaja de este método propuesto.

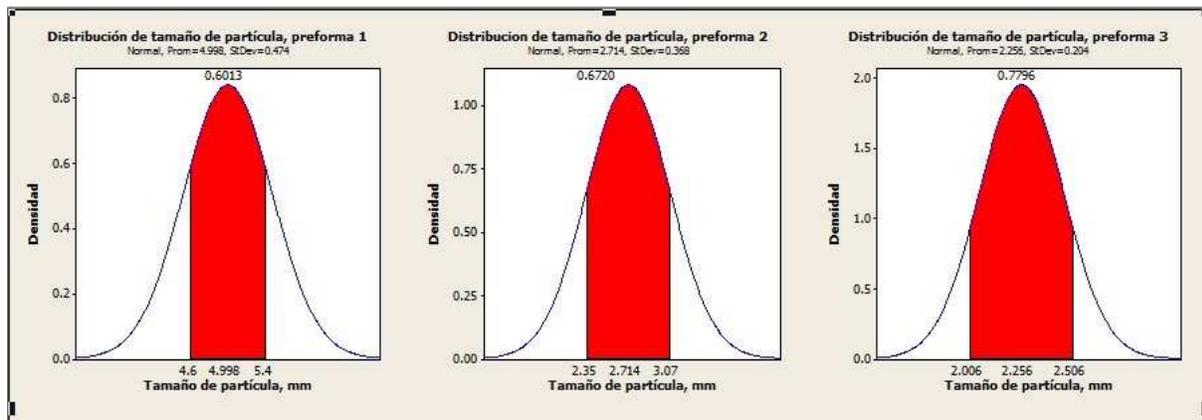


Figura 3.2. 4 Distribuciones normales de tamaño correspondientes a las partículas de las preformas empleadas

Densidad relativa y porosidad.

En la siguiente tabla, se presentan los parámetros de densidad relativa y porosidad de las 5 principales muestras de cada serie fabricada. Esto a partir del análisis de porcentaje de masa y volumen.

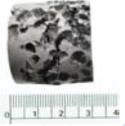
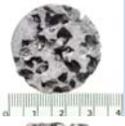
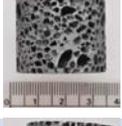
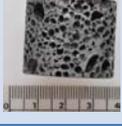
<i>Espumas serie 1</i>			<i>Espumas serie 2</i>			<i>Espumas serie 3</i>		
<i>Probeta</i>	<i>Densidad relativa %</i>	<i>Porosidad %</i>	<i>Probeta</i>	<i>Densidad relativa %</i>	<i>Porosidad %</i>	<i>Probeta</i>	<i>Densidad relativa %</i>	<i>Porosidad %</i>
	67.540	32.460		63.536	36.464		43.286	56.714
	57.596	42.403		61.473	38.527		50.399	49.601
	48.326	51.674		63.949	36.051		50.754	49.246
	71.077	28.923		63.330	36.670		50.382	49.618

Tabla 3.2. 4 Valores de densidad relativa y porosidad de los especímenes fabricados, correspondientes a cada serie.

De la tabla 3.2.4, se observa que los especímenes analizados presentaron un valor de densidad relativa (y por lo tanto porosidad) constantes, con diferencias de hasta un 6%; salvo en la serie 1, donde sí se presentó un espécimen (probeta 3) con hasta 20% de diferencia; lo cual es congruente con la dispersión presentada por esta serie de espumas, donde las celdas medidas con mayor tamaño se deben a las regiones sin bordes, altamente porosas. En otros especímenes de esta serie, la porosidad es menor debido a la remanencia de secciones con gran cantidad de aluminio sólido y – salvo en la probeta 3- una cantidad considerable de residuos remanentes de la preforma, mismo que no pudieron solubilizarse debido a la presencia de algunas celdas de tipo cerrado o con muy baja interconectividad. La presencia de estos residuos, se comprobó después de realizados los ensayos a compresión, como se puede observar en la figura 3.2.5.



Figura 3.2. 5 Probeta fracturada con gran cantidad de residuos de preforma.

Para la serie 2, el valor de densidad relativa se mantuvo constante y homogéneo; sin embargo y pese a la cantidad de poros que pueden observarse sobre la superficie de la celda, la densidad relativa es alta (por tanto, la porosidad baja) en comparación de espumas de aluminio con tipo de celda abierta y cerrada evaluadas en otros estudios [20, 22] donde dicho valor se sitúa en un promedio de entre 0.20 y 0.45. Naturalmente, un factor para el incremento de la densidad relativa es una interconectividad baja y la presencia de celdas prácticamente todas de tipo cerrado (o con aberturas muy reducidas) lo que incrementa la calidad de sólido en el espécimen. No obstante, este valor es alto, lo cual indica que además del aluminio sólido dispuesto en las paredes de las celdas, también – al igual que en la serie anterior- permanecieron en la estructura una gran cantidad de residuos de la preforma; los cuales no pudieron eliminarse durante el enjuague debido a la baja interconectividad de sus celdas (Figura 3.2.6).

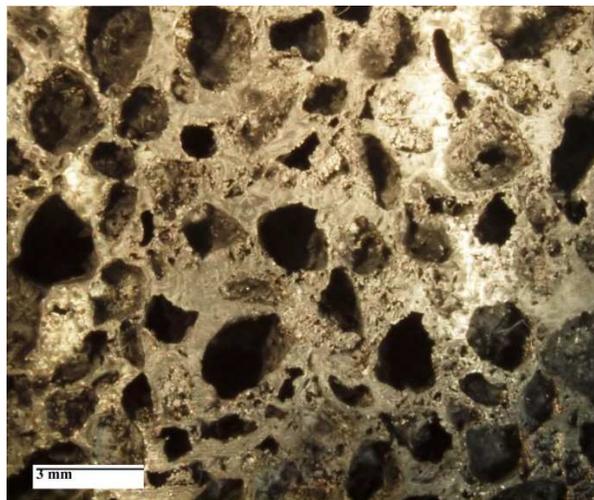


Figura 3.2. 6 Estructura de una probeta de la serie 2, con gran cantidad de celdas de tipo cerrado o con mínima interconectividad.

En las espumas de la serie 3, la densidad relativa se redujo en comparación con las otras series, mientras que la porosidad aumento; situándose esta última en un promedio de 50%. Esta reducción se debe a la mayor interconectividad de estas espumas, dado que presentan una gran cantidad de celdas de tipo abierto, algunas incluso con únicamente bordes de celda (Figura 3.2.7 celdas) y una estructura altamente celular [1]. Sin embargo, pese a la gran cantidad de porosidad sobre la superficie (como puede observarse en la tabla y en la sección anterior de análisis estructural) se presenta un fenómeno similar a la serie 2, con un valor por debajo de lo reportado para espumas de aluminio de celda abierta, aunque más aproximado. Entonces, se deduce que para esta serie algunas paredes semi-abiertas atraparon gran parte de residuos de la preforma, incrementando la densidad del espécimen. Esto, nuevamente se comprobó después de realizar los ensayos de compresión, donde pudo observarse gran cantidad de polvo correspondiente a la preforma.

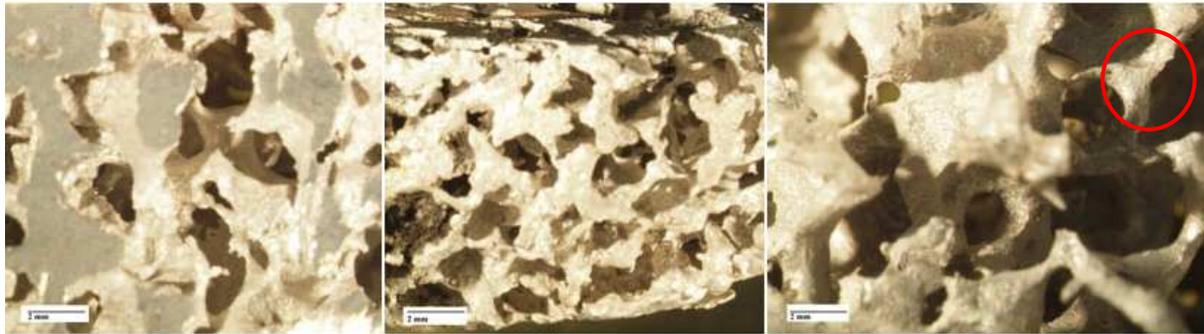


Figura 3.2. 7 Estructura de una probeta de la serie 3, con alto grado de interconectividad y celdas de tipo abierto, se observan los bordes de celda.

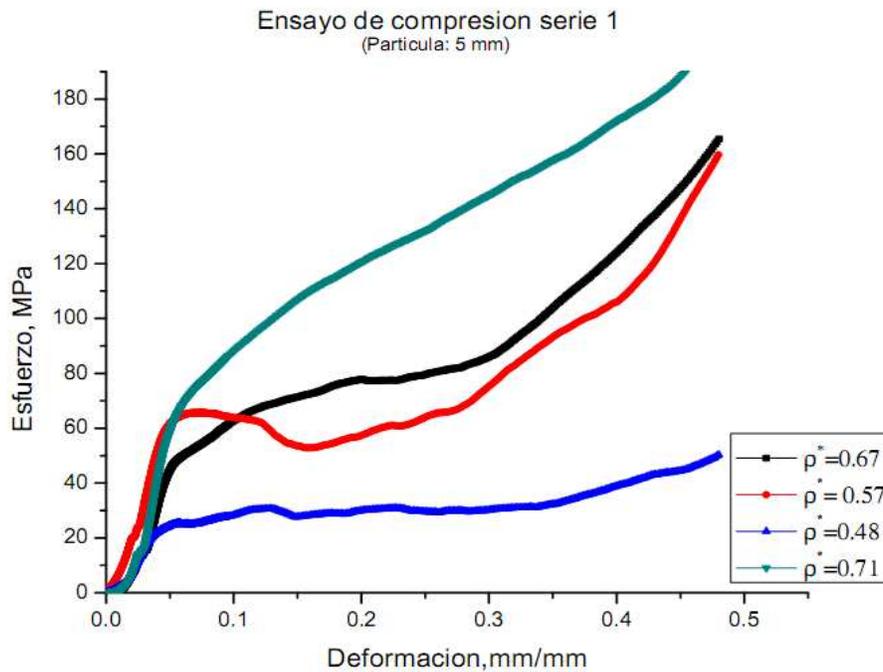
Por lo tanto, estos resultados sugieren el uso de una mezcla más soluble en agua (para mejorar la disolución a través de todo el espécimen) recomendándose el cambio del método de evaluación de solubilidad de la preforma, empleando especímenes fabricados en vez de solo preformas fabricadas; lo que permitirá definir con mayor exactitud los parámetros de mezcla para una preforma altamente soluble. Adicionalmente, es necesario modificar la compresión de la preforma o emplear una carga menor de aluminio sólido; lo que ayudará a incrementar la conectividad y, con ello, la solubilidad de la preforma.

Evaluación de propiedades mecánicas

Determinación de las 3 regiones de comportamiento mecánico de una espuma metálica a compresión.

En las siguientes tablas, se encuentran los gráficos obtenidos del ensayo de compresión para cada probeta de las series fabricadas, con la identificación de las regiones de comportamiento mecánico mediante el indexado de sus valores.

Espumas de la serie 1.



Densidad relativa de la probeta ρ^* / ρ_s	Esfuerzo de colapso plástico (Régimen de colapso a esfuerzo constante "Plateau")	Zona de densificación	Módulo elástico, MPa	Energía absorbida / MJ/m ³
Probeta 1, 0.67	$\sigma_p = 48.81$ MPa $\epsilon_p = 0.056$	$\sigma_D = 97.57$ MPa $\epsilon_D = 0.335$	1584.4	20.94
Probeta 2, 0.57	$\sigma_p = 65.60$ MPa $\epsilon_p = 0.072$	$\sigma_D = 67.84$ MPa $\epsilon_D = 0.27$	1491.28	12.69
Probeta 3, 0.48	$\sigma_p = 25.38$ MPa $\epsilon_p = 0.058$	$\sigma_D = 32.72$ MPa $\epsilon_D = 0.3556$	796.54	8.84
Probeta 4, 0.71	$\sigma_p = 71.33$ MPa $\epsilon_p = 0.064$	$\sigma_D \approx 160$ MPa* $\epsilon_D \approx 0.4$ *	1746.55	42.94

Tabla 3.2. 5 Principales propiedades mecánicas a compresión de las espumas de la serie 1.

Módulo elástico. Se presenta una variación del módulo elástico en función de la densidad relativa de cada espécimen; lo cual cumple con la estimación realizada por Ashby-Gibson [1] donde se sostiene que el módulo elástico relativo (proporcional al módulo elástico de cada espuma) está en función de la densidad relativa de cada espuma. En la tabla 3.2.5, se observa que el módulo es el más alto para el espécimen con densidad relativa de 0.71, mientras que el correspondiente a la probeta con densidad relativa de 0.41, fue el más bajo.

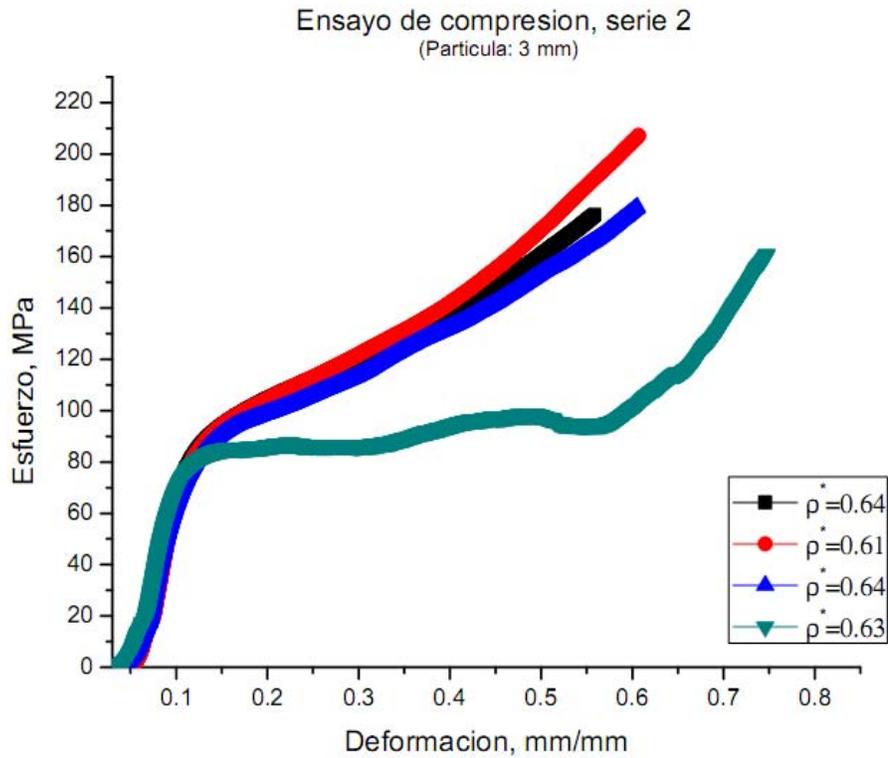
Esfuerzo de colapso plástico y densificación. Por su parte, el esfuerzo de colapso plástico y el esfuerzo de densificación no presentaron un comportamiento en función de la densidad relativa. Por ejemplo, para la probeta 2, con densidad relativa de 0.57, se presentó un esfuerzo de colapso plástico mayor al de la probeta 1 (65.60 vs 48.81 MPa) con mayor densidad relativa. Lo anterior, pudo deberse a que el esfuerzo de colapso plástico se presenta a una deformación más elevada, dada su estructura mayoritariamente celular. Esto es, en una probeta con una región considerable de metal sólido (como el caso de la 1) y aplicando un mismo esfuerzo, la concentración de esfuerzo será mayor en los bordes de las celdas; por lo que estas colapsaran prematuramente respecto a una espuma compuesta (con todo su volumen constituido por una estructura celular homogénea) ocasionando esta falla la transición en el comportamiento mecánico [20, 21, 35]. Para el resto de las probetas, los esfuerzos de colapso elástico son proporcionales a la densidad relativa, coincidiendo con el comportamiento pre-establecido por el modelo de Ashby-Gibson, para esta propiedad [1].

Comportamiento de la espuma y absorción de energía. Las tres regiones (región elástica lineal, de colapso plástico a esfuerzo constante y densificación) típicas del comportamiento de una espuma metálica se presentaron en 3 todos los especímenes correspondientes a esta serie, pero con diferencias en el régimen de colapso plástico. Estas pueden observarse claramente para las curvas de las probetas 2 y 3, donde el colapso plástico ocurre prácticamente a esfuerzo constante. Para el caso de la probeta 1, el incremento del esfuerzo durante el colapso plástico es reducido; por lo que también se considera presentó un régimen de colapso cuasi-estático. Para esta y las probetas de menor densidad, debido a que el colapso –por su menor densidad- ocurre por bandas de celdas, la fractura independiente de estas produce el régimen de esfuerzo constante observado [1]. Por otro lado, para la probeta 4, su elevada densidad relativa (debida a la gran cantidad de sólido presente en la misma) produce un colapso plástico con un incremento constante del esfuerzo de compresión, debido a la resistencia de las paredes con alto espesor, generando un efecto de densificación antes de colapsar cada celda por completo y asemejándose su comportamiento al de un metal sólido

convencional. Sin embargo, el incremento del esfuerzo de compresión durante el colapso plástico no descarta a un espécimen como espuma, ya que este comportamiento tiende a presentarse en espumas de alta densidad, como lo indican en sus estudios diversos autores [20,22, 35, 36].

Lo anterior, se encuentra relacionado con la capacidad de absorción de energía calculada para cada probeta. Este presenta una relación con la densidad relativa; la cual es debida a la magnitud del esfuerzo de compresión alcanzado durante el colapso plástico –como lo señala Michailidis en su estudio [35]- así como a los efectos estructurales de las espumas de alta densidad como resistencia de los bordes y caras, además la fricción generada por la mayor cantidad de sólido [1, 35]. De este modo, la probeta 4 es la que presenta una energía absorbida por volumen mayor respecto al resto de los especímenes. Sin embargo, como ya se ha mencionado en el capítulo 1, un requerimiento importante para una espuma metálica como elemento para absorción de impactos es el proporcionar una elevada capacidad de absorción de energía a un régimen de esfuerzo cuasi-estacionario. Este puede presentar un gradiente (similar al que presentan los paneles compuestos) siempre y cuando no induzca la fractura frágil del componente [2]. Se requiere de ensayos a distintas rapidezces de deformación para generar diagramas de absorción de energía y determinar cuál de los especímenes producidos será el ideal para la construcción de componentes para absorción de energía, mismos que escapan a los fines del presente trabajo. Por el momento, el cálculo del valor solo se realiza para validar el comportamiento con la densidad y el proceso de fabricación propuesto.

Espumas de la serie 2.



Densidad relativa de la probeta ρ^*/ρ_s	Esfuerzo de colapso plástico (Régimen de colapso a esfuerzo constante "Plateau")	Zona de densificación	Módulo elástico/MPa	Energía absorbida/MJ/m ³
Probeta 1, 0.64	$\sigma_p = 94.38$ MPa $\epsilon_p = 0.148$	$\sigma_D = 140.3$ MPa $\epsilon_D = 0.41$	1530.17	30.85
Probeta 2, 0.61	$\sigma_p = 94.17$ MPa $\epsilon_p = 0.150$	$\sigma_D = 141.93$ MPa $\epsilon_D = 0.40$	1493	29.75
Probeta 3, 0.64	$\sigma_p = 93.29$ MPa $\epsilon_p = 0.155$	$\sigma_D = 134.13$ MPa $\epsilon_D = 0.41$	1497.33	29.32
Probeta 4, 0.63	$\sigma_p = 84.50$ MPa $\epsilon_p = 0.146$	$\sigma_D = 94.75$ MPa $\epsilon_D = 0.570$	1492.91	36.84

Tabla 3.2. 6 Propiedades mecánicas a compresión de las espumas de la serie 2.

Módulo elástico. Dado que la densidad relativa fue prácticamente constante para todos los especímenes de esta serie, la variación presentada por los módulos elásticos entre esta serie reducida. Por lo tanto, se puede considerar a esta propiedad como constante para las probetas de esta serie. No obstante, el valor es sensiblemente mayor para las probetas con densidad relativa de 0.64 (la más alta registrada) por lo que cumplen también con el comportamiento predicho por la ecuación de Ashby-Gibson, aunque este es más notorio comparando su módulo con los especímenes de menor densidad relativa (serie 1). Lo anterior, se debe a la uniformidad de la estructura celular y de la distribución de tamaño de celda (y por tanto, uniformidad de espesores de pared y bordes) en comparación con la serie anterior. Por lo tanto, es posible controlar la consistencia del módulo elástico – a través de toda la espuma producida- controlando adecuadamente los parámetros y características de la preforma durante la fabricación con el método de infiltración propuesto.

Esfuerzo de colapso plástico y densificación. Al igual que el módulo elástico, el esfuerzo de colapso plástico se mantiene constante, salvo para la probeta número 4 de esta serie, donde dicho valor de esfuerzo fue menor. La variación, se origina en parte por la diferencia en el régimen de colapso plástico de esta, con esfuerzo de compresión prácticamente constante durante la deformación; comportamiento totalmente diferente al de las otras 3, las cuales registraron un incremento del esfuerzo de compresión durante la deformación, como se puede apreciar en el gráfico. El comportamiento de esta probeta es destacable dado su alto valor de densidad relativa, ya que la mayoría de las espumas con densidad relativa de 0.60 tienden a presentar un incremento del esfuerzo de compresión en el régimen elástico, como se ha visto en los especímenes de la serie 1, los otros 3 de esta serie (ver gráfico de la tabla 3.2.6) así como otros estudiados por Cao y Michailidis [20, 35].

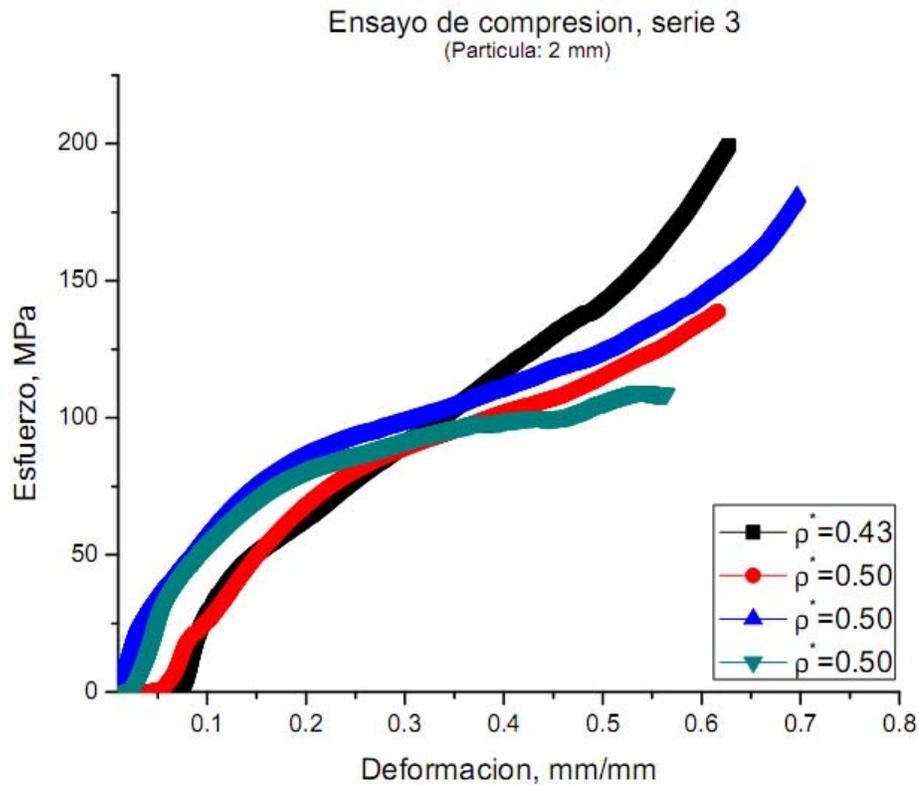
Las diferencias entre los especímenes de esta serie, pese a poseer características estructurales prácticamente, pudieron ser ocasionadas por la presencia de residuos de la preforma dentro de la celda. En la sección de análisis estructural, se determinó que esta serie de espumas presentó celdas de tipo prácticamente cerrado, manteniendo una considerable cantidad de residuos de la preforma dentro de sus celdas. Dado que en estas probetas el grado de apertura fue distinto (siendo esta mayor para la probeta 4) cada probeta tuvo una remoción de residuos interna distinta. De acuerdo a un estudio realizado por Kishimoto B. [36] la presencia de *composites* incrementa el esfuerzo de compresión durante los distintos regímenes; por lo tanto, el incremento observado para las probetas 1, 2 y 3 de esta serie pudo ser ocasionado por la contribución de los residuos de la preforma

internamente alojados; ocasionando el incremento del esfuerzo durante el colapso plástico. Por lo tanto, teniendo una remoción más efectiva de la preforma, todos estos especímenes pudieron haber presentado un comportamiento un régimen de colapso elástico cuasi-estático (como el de la probeta 4).

Comportamiento de la espuma y absorción de energía. En general, pese al incremento del esfuerzo de compresión observado para 3 de las 4 probetas, se pueden identificar las 3 regiones del comportamiento de una espuma, siendo la más notable la probeta 4, que registro una deformación prácticamente a esfuerzo constante, como lo predice la teoría de sólidos celulares [1]. Para el caso de los otros 3 especímenes, se considera que presentan las 3 regiones de comportamiento debido a que este –a pesar de existir un incremento del esfuerzo de compresión durante el colapso plástico– presentan el comportamiento de una espuma metálica de aluminio con alta densidad relativa, como la reportadas por otros autores [20, 35, 36] mismo que también es considerado como de tipo celular, ya que se presentan los mecanismos de deformación correspondientes a cada etapa.

Por su parte, la cantidad de energía absorbida fue constante para los especímenes y hasta un 50 % mayor (salvo contra el espécimen de la serie 1 con densidad relativa de 0.71) respecto a los especímenes de la serie 1. Esto debido a la magnitud más elevada del esfuerzo de colapso plástico y también a su mayor rango de deformación. Nuevamente destaca el comportamiento de la probeta No. 4, en el cual se pueden apreciar claramente los efectos del colapso plástico a esfuerzo constante vs el colapso con incremento del esfuerzo. En el régimen constante, la espuma pudo absorber más energía, pese a presentar un esfuerzo de colapso plástico menor respecto a las otras, por la mayor deformación alcanzada. En el caso del régimen no constante, el incremento del esfuerzo acelera la densificación, disminuyendo la cantidad de deformación. Este punto es –como se ha mencionado– sumamente importante para aplicaciones de absorción de energía, ya que el régimen a esfuerzo constante permite alcanzar mayores deformaciones, absorbiendo más energía y retrasando la densificación y –con ello– el punto de ruptura del material.

Espumas serie 3.



Densidad relativa de la probeta ρ^*/ρ_s	Esfuerzo de colapso plástico (Régimen de colapso a esfuerzo constante "Plateau")	Zona de densificación	Módulo elástico/MPa	Energía absorbida/MJ/m ³
Probeta 1, 0.43	$\sigma_p = 50.4$ MPa $\epsilon_p = 0.150$	$\sigma_D = 138.87$ MPa $\epsilon_D = 0.49$	823.27	32.57
Probeta 2, 0.50	$\sigma_p = 75.22$ MPa $\epsilon_p = 0.225$	$\sigma_D = 108.35$ MPa $\epsilon_D = 0.460$	849.28	22.07
Probeta 3, 0.50	$\sigma_p = 82.35$ MPa $\epsilon_p = 0.18$	$\sigma_D = 124.73$ MPa $\epsilon_D = 0.50$	907.49	33.10
Probeta 4, 0.50	$\sigma_p = 75.11$ MPa $\epsilon_p = 0.17$	$\sigma_D = 101$ MPa $\epsilon_D = 0.47$	894.39	27.54

Tabla 3.2. 7 Principales propiedades mecánicas a compresión para las espumas de la serie 3.

Módulo elástico. Se observó un valor constante para todos los especímenes, pero con una magnitud en promedio 40% menor con respecto a la serie 2 dada la densidad relativa más baja de estos especímenes; manteniendo coherencia con la ecuación de Ashby-Gibson. Estos valores, fueron también coincidente con lo obtenidos para el espécimen de la serie 1 con densidad relativa de 0.48.

Por lo tanto, no se observó un efecto significativo del tamaño de celda en el módulo elástico, dependiendo este básicamente de la densidad relativa. Esto es coincidente con lo señalado en la teoría de Ashby [1] mas no con lo encontrado por Cao [20] para dicha propiedad.

Esfuerzo de colapso plástico y densificación. En general, el esfuerzo de colapso plástico es constante (salvo para la probeta 1) en todos los especímenes. Su magnitud (en las 3 probetas) es en promedio 20% menor que el obtenido por las espumas de la serie 2, lo cual puede deberse a la menor densidad relativa de estos especímenes.

A diferencia del módulo elástico, por la comparación de los valores entre los especímenes de esta serie y la probeta 3 de la serie 1 (de similar densidad relativa) puede decirse que el esfuerzo de colapso plástico si presentó relación con el tamaño de celda, coincidente con la teoría de Onck [24]. Para el caso de la probeta de la serie 1, la relación L/d (considerando al tamaño de celda d con 5mm) es de 5, mientras que para las espumas de la serie 3 fue de 12.5 (considerando al tamaño ideal de 2 mm). Como ya se explicó en el capítulo 1, Onck señala que los efectos de las celdas en la parte externa, no afectadas por las cargas de compresión, son mayores cuando la relación L/d es menor a 8, originando un esfuerzo de compresión de menor magnitud. Por lo tanto, dado el valor de la relación L/d para el espécimen de la serie 1, se entiende que esta haya presentado un esfuerzo de colapso plástico menor, pese a tener prácticamente la misma densidad relativa de las probetas de la serie 3; además de los efectos que pudieran haber ocasionado las diferencias estructurales (tipo de celda, forma de los bordes, caras) entre estas espumas.

Comportamiento de la espuma y absorción de energía. Presentan un comportamiento de 3 regiones similar al de los 3 primeros especímenes de la serie 2, con un incremento continuo y moderado del esfuerzo de compresión, durante la etapa de colapso plástico [20, 35, 38]. Para este caso – y pese a poseer una menor densidad relativa y menor cantidad de residuos de preforma- ningún espécimen presentó un colapso plástico a esfuerzo constante, observándose solo un incremento más acentuado del esfuerzo de compresión al comenzar el régimen de densificación. El comportamiento corresponde a lo reportado en la literatura para espumas de esta densidad, donde el sólido de algunas caras de la celda (por la resistencia adicional que ejerce su estiramiento durante la deformación) pudo contribuir al incremento del esfuerzo durante el colapso plástico, aunque no se descarta un posible efecto de remanentes de la preforma dentro de las celdas [35, 38].

En cuanto a la absorción de energía, se observa un valor constante para los especímenes, salvo para la probeta 2, la cual –de acuerdo al gráfico- presentó una menor deformación durante el colapso plástico. Esta diferencia, más que por alguna cuestión estructural de la espuma, pudo ser ocasionada por el equipo de prueba, ya que no es claramente distinguible el esfuerzo de colapso plástico, lo cual hace modificar el valor de deformación plástica inicial. Sin embargo, estos especímenes presentaron un rango de deformación un 15% mayor que las espumas de la serie 2, permitiéndoles alcanzar valores muy similares en cuanto a la cantidad de energía absorbida. Nuevamente, para aplicaciones estructurales, esta condición es de relevancia, ya que indica que mediante modificaciones estructurales –logradas al emplear otra preforma- es posible obtener propiedades de absorción similares a espumas de mayor densidad relativa con espumas de menor densidad; lo cual sin duda contribuye a la reducción de pesos.

Se requiere de otro tipo de análisis como radiografía y tomografía por Rayos X, mediciones acústicas, análisis vibracional, así como diferentes pruebas mecánicas para determinar la efectividad de las espumas fabricadas por este método como componentes para absorción de impactos, intercambiadores de calor, amortiguadores de ruido, etcétera [2]. Sin embargo, por el análisis mecánico realizado, se entiende que el método es viable para la fabricación de espumas metálicas, con gran capacidad para cambiar las propiedades de los especímenes obtenidos modificando parámetros altamente controlables como la estructura de la preforma o los parámetros de inyección; abriendo las posibilidades del uso del método propuesto para la fabricación de estos materiales.

Fin del capítulo

Conclusiones

Se realizó la fabricación exitosa de 3 series de espumas de aluminio con distinta densidad relativa y tamaño de celda. En general, por los resultados del análisis estructural y de comportamiento mecánico, es posible afirmar que la variante propuesta del método de infiltración, con baja presión de inyección de gas y vacío, permite la obtención de espumas celulares con las características de un método de alta presión de inyección. Lo anterior, abre las posibilidades del uso de este método como una opción viable y de bajo costo para la producción de espumas metálicas.

De los puntos a evaluar mencionados para este trabajo, se obtuvo lo siguiente:

- El crisol diseñado resistió las condiciones de operación del proceso de infiltración realizado; sin observarse indicios de deterioro excesivo. A su vez, el diseño permitió alcanzar de manera adecuada las condiciones para garantizar el flujo de metal a través de toda la preforma. Aspecto crucial en un proceso de infiltración. Por último, el sistema de válvulas y accesorios permitieron lograr el manejo adecuado de los gases durante las distintas etapas de vacío e infiltración. No obstante, pueden hacerse distintas mejoras de diseño y accesorios para optimizar su desempeño.
- De acuerdo a las pruebas de conformabilidad, resistencia y rapidez de disolución hechas a las distintas mezclas realizadas con base al diagrama ternario agua-sal-harina, se eligieron 2 mezclas con alto contenido de sal. Estas mezclas permitieron generar fácilmente partículas conformables, pero resistentes al calor y al flujo de metal una vez sinterizadas. Sin embargo, es necesario incrementar la solubilidad.
- Del análisis estructural y de comportamiento mecánico, se obtuvo que las espumas fabricadas de las 3 series presentaron una estructura de tipo celular, pero con distintas características de geometría y tipo de celda, siendo más regular y uniforme para las espumas de las series 2 y 3. En general, puede decirse que la morfología de las celdas correspondió a la de las partículas de cada preforma. Siendo también altamente similar a las estructuras de espumas de aluminio obtenidas por otros estudios [4, 14, 32]. Destaca la capacidad del

proceso para lograr efectos de alta presión empleando valores sumamente bajos (196.14 KPa, vs 4, 12 o hasta 460 MPa). La distribución del tamaño de celda, puede considerarse como controlable con la preforma, lo mismo que la densidad relativa.

- En cuanto al comportamiento mecánico, en todas las series el modulo elástico presento una variación en función de la densidad relativa. Por lo que se asume los especímenes tuvieron un comportamiento correspondiente al señalado por la ecuación de Ashby-Gibson [1]. Las 3 series de espumas presentaron las tres regiones típicas del comportamiento de una espuma metálica (región elástica lineal, de colapso plástico a esfuerzo constante y densificación) aunque con diferencias en el comportamiento del régimen de colapso plástico. Por su parte, la magnitud de la energía absorbida también se encontró en función de la densidad relativa, presentándose resultados de interés para futuros estudios de aplicación.

La caracterización y análisis realizado, aunque limitado, permitió determinar método es viable para la fabricación de espumas metálicas, con gran capacidad para cambiar las propiedades de los especímenes modificando parámetros totalmente controlables como la estructura de la preforma o los parámetros de inyección; ampliando las posibilidades del uso del método propuesto para la fabricación de estos materiales.

Bibliografía

- [1] Ashby M, Gibson L (1997). ***Cellular solids, structure and properties***. Cambridge solid state science series, segunda edición. Inglaterra
- [2] Banhart J. ***Manufacture, characterisation and application of celular metals and metal foams***. Progress in Materials Science 2001; 46: 559-632.
- [3] Cambronero L, Ruiz-Roman, J (et. al). ***Manufacturing of Al-Mg-Si alloy foam using calcium carbonate as foaming agent***. Journal of materials processing technology 2009; 209: 1803-1809.
- [4] Gergely V, Curran D. Manufacture, ***The FOAMCARP process: foaming of aluminium MMCs by the chalk-aluminium reaction in precursors***. Composites Science and Technology 2003; 63: 2301-2310.
- [5] Goodall R, Mortensen A (et. al). ***Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties***. Materials Science and Engineering 2007; A 465: 124-135.
- [6] Goodall R, Mortensen A (et. al). ***Microcellular Aluminium?-Child's Playj***. Advanced engineering materials 2007; 11: 951-954.
- [7] Goodall R, Mortensen A, Salvo L (et. al). ***The effect of preform processing on replicated aluminium foam structure and mechanical properties***. Scripta Materialia 2006; 54: 2069-2073.
- [8] Diologent F, Combaz E, Goodall R. ***Processing of Ag-Cu alloy foam by the replication process***. Scripta Materialia. 2009; 61: 351-354.
- [9] Despois J, Marmottant A, Mortensen A. ***Influence of the infiltration pressure on the structure and properties of replicated aluminium foams***. Materials Science and Engineering A 2007; A 462: 68-75.
- [10] Deng-wei H, Juan Y (et.al). ***Preparation of open-celled aluminum foams by counter-gravity infiltration casting***. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 2012; 22: 85-89.
- [11] Eardley E.S, Flower H.M. ***Infiltration and solidification of commercial purity aluminium matrix composites***. Materials Science and Engineering A 2003; A359: 303-312.

- [12] Rohatgi P.K (et. al). **Compressive characteristics of A356/fly ash cenosphere composites synthesized by pressure infiltration technique**. Composites Part A. 2006; 37: 430-437.
- [13] Rohatgi P.K, Guo R.Q (et. al). **Pressure infiltration technique for synthesis of aluminum-fly ash particulate composite**. Materials Science and Engineering A 1998; A244: 22-30.
- [14] Palmer R.A, Gao K (et. al). **Pressure infiltrated syntactic foams-Process development and mechanical properties**. Materials Science and Engineering A 2007; 464: 85-92.
- [15] Berchem K, Mohr U (et. al). **Controlling the degree of pore opening of metal sponges, prepared by the infiltration preparation method**. Materials Science and Engineering A 2003; 323: 52-57.
- [16] Ma L, Song Z. **Cellular structure controllable aluminium foams produced by high pressure infiltration process**. Scripta Materialia 1999; 41: 785-789.
- [17] Castrodeza E, Mapelli C. **Processing of brass open-cell foam by silica-gel beads replication**. Journal of materials processing technology 2009; 209: 4958-4962.
- [18] Wichianrat E. (et.al). **Microstructural examination and mechanical properties of replicated aluminium composite foams**. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 2012; 22: 1674-1679.
- [19] Ramamurty U, Paul A. **Variability in mechanical properties of a metal foam**. Acta Materialia 2004; 52: 869-876.
- [20] Cao X (Et al). **Effects of cell size on compressive properties of aluminum foam**. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 2006; 16: 351-356.
- [21] Xu Z, Fu J (et.al). **Effects of cell size on quasi-static compressive properties of Mg alloy foams**. Materials and Design 2012; 34: 40-44.
- [22] Markaki A, Clyne T. Z. **The effect of cell wall microstructure on the deformation and fracture of aluminium-based foams**. Acta Materialia 2001; 49: 1677-1686.
- [23] Kim A, Hasan M. **Evaluation of compressive mechanical properties of Al-foams using electrical conductivity**. Composite structures 2005; 71: 191-198.
- [24] Onck P, Andrews E, Ginson L. **Size effects in ductile cellular solids. Part 1: modeling**. International Journal of mechanical sciences 2001; 43: 681-699.
- [25] Onck P, Andrews E, Ginson L. **Size effects in ductile cellular solids. Part 2: experimental results**. International Journal of mechanical sciences 2001; 43: 701-713.

- [26] Gong L (et.al). **Compressive response of open-cell foams. Part I: Morphology and elastic properties.** International Journal of solid and structures 2005; 42: 1355-1379.
- [27] Konstantinidis I (et.al). **Analytical models for the mechanical behavior of closed and open-cell Al foams.** Theoretical and applied fracture mechanics 2009; 51: 48-56.
- [28] Wei X, Chen J, Dai L. **Energy absorption mechanism of open-cell Zr-based bulk metallic glass foam.** Scripta Materialia 2012; 66: 721-724.
- [29] San Marchi C, Mortensen A. **Deformation of open-cell aluminum foam.** Acta Materialia 2001; 49: 3959-3969.
- [30] Zhang Chun-ji (et. al). **Mechanical properties and energy absorption properties of aluminum foam-filled square tubes.** Transactions of nonferrous metals society of China 2010; 20: 1380-1386.
- [31] McGuire, Michael (2008). **Stainless steels for design engineers.** ASM International. USA.
- [32] Koza E, Leonowicz M. **Compressive strength of aluminium foams.** Materials Letters. 2003; 58: 132-135.
- [33] Jeenager V.K, Pancholi V. **Influence of the cell wall microstructure on the energy absorption capability of aluminium foam.** Materials & Design. 2014; 59: 454-459.
- [34] Kanahashi H, Mukai T. **Experimental study for the improvement of crashworthiness in AZ91 magnesium foam controlling its microstructure.** Materials science & engineering. 2001; A308: 283-287.
- [35] Michailidis N, Stergioudi F. **Deformation and energy absorption properties of powder-metallurgy produced Al-foams.** Materials science & engineering. 2011; A528: 7222-7227.
- [36] Kishimoto S, Wang Q. **Compressive mechanical properties of closed cell aluminum foam-polymer composites.** Composites: Part B. 2014; 64: 43-49.
- [37] Liu J (et al). **Deformation and energy absorption characteristic of Al₂O_{3f} /Zn-Al composite foams during compression.** Journall of alloys and compounds. 2010; 506 : 620-625.
- [38] Vesenjok M (et.al). **Characterization of irregular open-cell cellular structure with silicone pore filler.** Polymer testing. 2013; 32: 1538-1544.

