



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRODUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ESPUMAS DE MG PURO CON POROSIDAD
INTERCONECTADA

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

PRESENTA:
JORGE OMAR OSORIO HERNÁNDEZ

TUTOR PRINCIPAL
DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR
DR. HERIBERTO PFEIFFER PEREA
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES
DR. ARTURO BARBA PINGARRÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA

MÉXICO, D.F., NOVIEMBRE 2015



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

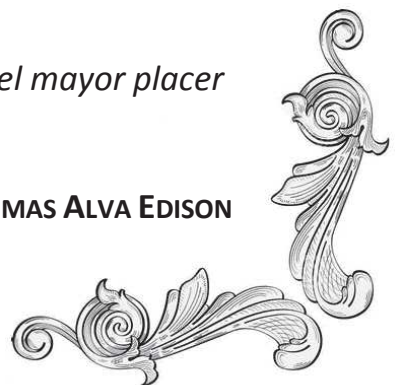
Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

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.



“Quien no se resuelve a cultivar el hábito de pensar, se pierde el mayor placer de la vida”

THOMAS ALVA EDISON





Agradecimientos

A Dios por ser tan generoso conmigo.

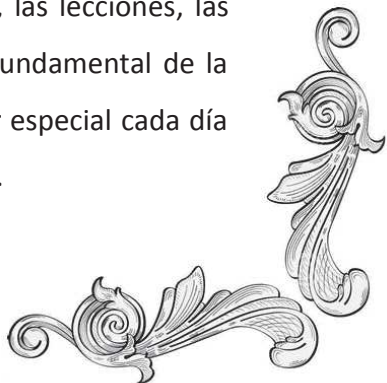
A la Virgen de Guadalupe por protegerme siempre.

A mis padres por estar siempre a mi lado, apoyándome incondicionalmente a lograr todas y cada una de mis metas y hacer realidad cada sueño que he tenido desde el primer instante de mi vida. Gracias por alentarme a encontrar mi camino, mostrándome el valor del sacrificio y la satisfacción de llegar al final. Por levantarme cuando caí e impulsarme cuando estuve a punto de darme por vencido, pero sobre todo por celebrar a mi lado mis logros y ser parte de ellos. Jamás alcanzarán las palabras para agradecer todo lo que han hecho por mí, ni para expresar el inmenso orgullo que siento de ser hijo suyo. Gracias por amarme incondicionalmente y por tantos sacrificios realizados.

A mis hermanos.

Rafael y Rosalia, por jamás separarse de mí, por apoyarme cada segundo de mi vida, definitivamente no estaría donde estoy de no haber sido por su respaldo. Gracias por compartir tantos momentos increíbles, pero sobre todo por darle chispa y alegría a mi vida. Gracias por el cariño y la comprensión, por la paciencia y las locuras, por los regaños y los abrazos. Gracias por enseñarme y alentarme a luchar por lo que deseo, a defender mis ideales, por mostrarme el lado divertido y feliz de la vida. Es imposible agradecer con palabras los grandes momentos juntos.

Luis Armando por existir, por ser mi mejor amigo y mi confidente, pero siempre siendo un hermano grandioso. Gracias por motivarme a cada segundo y por respaldar cada decisión que he tomado. Por ser el motor principal de todos mis proyectos y de mi vida. Gracias por los momentos felices, las locuras, las risas, los juegos, las pláticas, las lecciones, las lágrimas... Por tenerme siempre presente en tu vida y ser una parte fundamental de la mía. Gracias por sorprenderme diariamente, por tu fortaleza, por hacer especial cada día de mi vida. Por el cariño, la complicidad, el respaldo y el reconocimiento.





Agradecimientos

A estas cinco increíbles personas, por que sin ellos yo no sería quien soy y no estaría donde estoy. Por protegerme siempre pero enseñándome poderosas lecciones al mismo tiempo. Por todas las preocupaciones, tristezas y alegrías. Nunca terminare de agradecerles. Los amo.

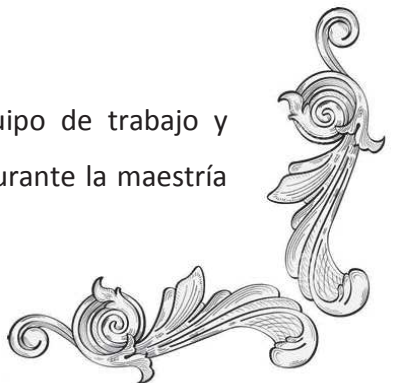
A Sara por dejarme formar parte de su vida y agrandar la familia. Por apoyarme en todo lo que he emprendido y escucharme siempre que lo he necesitado. Gracias por todos los momentos que hemos compartido y hacerlos únicos. Por las bromas, las películas, las risas, por apoyarme como una hermana, pero sobre todo gracias por estar al lado de Rafa.

A Ariana por estar presente en mi vida. Gracias por todo el apoyo y la comprensión que siempre me has brindado. Por los buenos momentos, por la diversión, por todas las risas. Pero sobre todo por estar al lado de Luis y apoyarlo en todo. Gracias porque al igual que todas las personas nombradas aquí has hecho que mi vida está llena de alegría y risas.

A mis Abuelitos (Alfonso, Fausta y Amalia) porque nunca han dejado de preocuparse por mí, de apoyarme y de amarme. Por haber estado presentes toda mi vida, por todas las lecciones, los consejos, las pláticas y las anécdotas. Por hacer de mi niñez una aventura increíble, por brindarme tanta felicidad y momentos inolvidables. Porque siempre han estado a mi lado en todos los momentos importantes de mi vida, compartiendo la felicidad de todos y cada uno de mis logros. Porque nunca han dejado de rezar por mí. Los amo.

A mis tíos y tías por el apoyo incondicional que me han mostrado, por tenerme siempre presente y preocuparse por mí. Por estar conmigo en las buenas pero sobre todo en las malas. Por la alegría sincera de cada encuentro. Por todos los momentos que han de quedar fijados en mi memoria por el resto de mi vida.

Al Doctor Ignacio Figueroa, por la oportunidad de unirme a su equipo de trabajo y desarrollar este magnífico trabajo. Por todo el apoyo que me brindo durante la maestría





Agradecimientos

siendo, más que un tutor, un amigo. Gracias por todas las lecciones, por la empatía y por la paciencia.

A Miguel Suarez, por toda la paciencia durante esta investigación, por el apoyo, el respaldo y la comprensión. Gracias por compartir sus conocimientos conmigo ayudándome a crecer como profesional y como persona. Porque definitivamente fue una pieza clave en la realización de este trabajo. Gracias por la amistad.

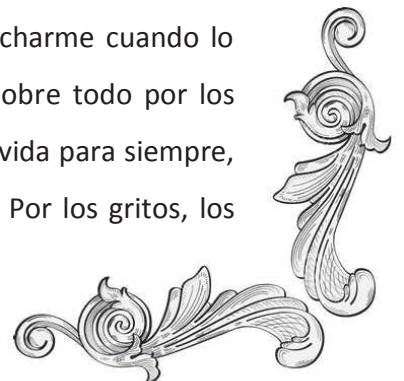
A la Doctora Aida Gutiérrez, a quien admiro y respeto ampliamente, por sus valiosos comentarios a este trabajo que lo han enriquecido ampliamente. Por escucharme cuando lo he necesitado, teniendo una palabra de aliento y un sabio consejo. Por estar siempre dispuesta a ofrecer su ayuda incondicional. Gracias por su valiosa amistad.

A los Doctores Jorge Verduzco, Ismeli Alfonso y al Maestro Sergio García por sus valiosos comentarios que ayudaron a mejorar el presente trabajo de investigación.

Al Doctor Russell Goodal por la oportunidad de integrarme a su equipo de trabajo en la realización de una estancia corta de investigación en la Universidad de Sheffield, lo cual contribuyó decisivamente en la realización del presente trabajo. Por ofrecerme su valiosa amistad y apoyarme completamente durante mi estancia.

A Erardo y Everth por todo el apoyo en la realización de este trabajo. Por brindarme su amistad y por toda la ayuda ofrecida durante mi estancia en Sheffield. Por hacerme sentir como en casa.

A mis grandes amigos Adrián, Nayeli, Susana y Tania, simplemente por ser mis amigos. Gracias por estar a mi lado cuando más los he necesitado. Por enseñarme que la amistad no tienen límites, que va más allá del tiempo y del espacio. Por escucharme cuando lo necesite, por prestarme su hombro en los momentos difíciles, pero sobre todo por los increíbles recuerdos que he construido a su lado, que han marcado mi vida para siempre, como lo han hecho ustedes. Por la histeria, la locura y la bipolaridad. Por los gritos, los





Agradecimientos

dramas, las risas y las lágrimas. Los amo y es imposible expresar la felicidad y la gratitud que siento al poder llamarme amigo suyo. Son geniales ☺.

A mi eterno equipo Chio, Gaby, Raúl y Oswaldo por la gran amistad que hemos forjado a través de los años. Por tantas lecciones aprendidas hombro a hombro. Porque a pesar de que hemos seguido caminos un poco alejados siempre estaremos ahí para nosotros y sabemos que contamos con el otro incondicionalmente. Por el privilegio de OLLIN.

A mis amigas de toda la vida Areli y Yane, por tantos años de una de las amistades más hermosas que me haya brindado alguien, una amistad incondicional y sincera. Por mostrarme apoyo y preocupación sinceras e incondicionales. Porque no solo marcaron mi paso por la preparatorio haciéndola simplemente inolvidable sino que siguen haciéndolo cada día a pesar de la distancia. Gracias por todo el cariño.

A Denisse por una amistad tan larga y sincera. Por todo el apoyo y tantos consejos. Por tantas locura y momentos divertidos. Por escucharme y apoyarme en los momentos complicados.

Agradezco a CONACYT por el apoyo económico otorgado durante mis estudios de maestría, en los cuatro semestres comprendidos del periodo 2013-1 al 2015-1. También agradezco al proyecto SEP-CONACYT “178289” por el apoyo económico para la realización del presente proyecto.

Quiero expresar mi agradecimiento a todas las personas del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la parte experimental de mi trabajo, sin algún orden en particular los menciono a continuación: Dr. Gabriel A. Lara Rodríguez, Dr. Omar Novelo, M. en C. Adriana Tejeda Cruz, Ing. F. Silvar, F. García, C. Delgado, M García León, G. Arambururu y J. Romero por su apoyo y Colaboración Técnica.





ÍNDICE



Índices

**ÍNDICE**

<u>RESUMEN</u>	i
<u>INTRODUCCIÓN</u>	iv
<u>CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO</u>	1
1.1 Materiales celulares: espumas metálicas	2
1.2 Métodos de producción de materiales celulares metálicos	5
1.2.1 Espumas producidas a partir de polvos metálicos.	6
1.2.1.1 Sinterizado de fibras y polvos metálicos.	7
1.2.1.2 Técnica de gas atrapado.	7
1.2.1.3 Espumado de suspensiones (pastas o lodos “slurries”).	8
1.2.1.4 Metales celulares basados en materiales de sacrificio.	8
1.2.1.5 Estructuras de esferas metálicas vacías.	10
1.2.2 Técnica de electrodeposición.	12
1.2.3 Depósito de vapor.	13
1.2.4 Espumas producidas a partir de metales fundidos.	13
1.2.4.1 Espumado directo.	13
1.2.4.2 Solidificación eutéctica sólido-gas (Gasars)	17
1.2.4.3 Técnica de fundido de polvos compactos	18



1.2.4.4 Colada de precisión con espumas poliméricas	19
1.2.4.5 Formado por aspersion (Proceso "Osprey").	20
1.2.4.6 Colada alrededor de material de relleno (Método de infiltración).	21
1.3 Caracterización de espumas metálicas	23
1.3.1 Métodos no destructivos de caracterización	25
1.3.1.1 Determinación de la densidad y la porosidad de la muestra.	26
1.3.1.2 Tomografía computarizada de rayos X	26
1.3.1.3 Microscopía Electrónica	27
1.3.1.4 Corriente de Foucault	28
1.3.1.5 Mediciones acústicas	29
1.3.1.6 Análisis vibracional	29
1.3.1.7 Porosidad	30
1.3.2 Métodos destructivos de caracterización	32
1.3.2.1 Análisis de imagen óptica	32
1.3.2.2 Propiedades mecánicas	33
1.4 Propiedades de las espumas metálicas	43
1.5 Aplicaciones de las espumas metálicas	48
1.5.1 Industria automotriz.	49



1.5.2 Construcciones ligeras.	51
1.5.3 Absorción de energía.	51
1.5.4 Control acústico.	52
1.6 Espumas metálicas de Mg	53
<u>CAPÍTULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL</u>	56
2.1. Producción de espumas de Mg	57
2.1.1. Equipo y dispositivo de Infiltración	57
2.1.2. Materiales necesarios y parámetros	58
2.1.3. Preforma	60
2.1.4. Preparación del crisol y del dispositivo	61
2.1.5. Curvas de temperatura y presión	62
2.1.6. Proceso de espumado	63
2.2. Lixiviado de la sal	65
2.2.1. Pruebas de corrosión en polvos de Mg	71
2.2.2. Pruebas de velocidad de disolución con DMSO	72
2.3. Caracterización	73
2.3.1. Determinación de densidad y porosidad	73
2.3.2. Prueba de caída de presión	74
2.4 Propiedades Mecánicas	75



<u>CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</u>	78
3.1. Proceso de infiltración	79
3.2. Pruebas de disolución de NaCl	83
3.2.1. Estudio de la corrosión en polvos Mg	83
3.2.2. Pruebas de velocidad de disolución con DMSO	96
3.2.3. Pruebas de lixiviado de NaCl en muestras de espumas sin geometría definida con tamaño reducido	99
3.2.4. Pruebas de lixiviado de NaCl en muestras de espumas sin geometría definida mayor tamaño	102
3.2.4.1 Resumen del proceso de lixiviado en las espumas producidas	105
3.2.6. Lixiviado de NaCl en espumas con geometría y dimensiones definidas	109
3.4. Caracterización	110
3.4.1. Densidad y Porosidad	110
3.4.2. Caída de presión	114
3.4.3 Estructura de la celda	116
3.4.4 Propiedades Mecánicas	118
<u>CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES</u>	125
<u>BIBLIOGRAFÍA</u>	128

**ÍNDICE DE FIGURAS**

Figura 1.1 Métodos de producción de materiales celulares metálicos [1].	6
Figura 1.2 Técnica de gas atrapado para la producción de espumas metálicas [2].	8
Figura 1.3 Técnica de procesado de espumas, basada en materiales de sacrificio [2]	9
Figura 1.4 Creación de esferas vacías metálicas por la ruta <i>Georgia Tech</i> y su consolidación para crear una espuma con porosidad de celdas abiertas y cerradas [5]	10
Figura 1.5 Proceso de recubrimiento de esferas de espumas de poliestireno para la producción de estructuras de esferas vacías [2, 6]	11
Figura 1.6 Técnica de electrodeposición para la producción de metales celulares [2].	12
Figura 1.7 Ilustración esquemática de la producción de espumas metálicas mediante el método de inyección de gas (proceso HYDRO y CYMAT para espumas de aluminio) [5]	14
Figura 1.8 Esquematización del proceso de manufactura de metales celulares mediante la adición de agentes espumantes (proceso Alporas) [5].	16
Figura 1.9 Diagrama binario de fase Metal-Hidrógeno y esquematización del proceso de producción de espumas metálicas vía solidificación eutéctica sólido-gas (GASAR) [5].	18
Figura 1.10 Procedimiento para la producción de espumas metálicas mediante la técnica de fundido de polvos compactos [5].	19
Figura 1.11 Producción de metales celulares mediante la colada de precisión con espumas poliméricas [2].	20
Figura 1.12 Producción de materiales metálicos celulares utilizando material de relleno [2].	22
Figura 1.13 Métodos de caracterización de materiales celulares.	25



Figura 1.14 a) Esquematación del método de tomografía computarizada de rayos X y b) Imagen 3D de alta resolución de una espuma de zinc obtenida a partir de una tomografía computarizada [2].	27
Figura 1.15 Mediciones de caída de presión en varios materiales con celdas abiertas [2].	31
Figura 1.16 a) micrografía óptica de una sección pulida de una espuma, b) micrografía SEM de una espuma y c) tomografía de rayos X de una espuma [2].	32
Figura 1.17 Diferentes tipos de esfuerzos aplicados a una muestra: a) tensión, b) flexión, c) compresión y d) cortante o de cizallamiento [37].	34
Figura 1.18 Gráficas esfuerzo-deformación para un a) material elástico y b) material no lineal [37].	34
Figura 1.19 Dependencia del módulo de Young en la densidad de la espuma para diferentes tipos de espumas de aluminio [6].	37
Figura 1.20 Curva esfuerzo-deformación para pruebas de tensión y compresión, y determinación del módulo de Young (del módulo sin carga) para espumas de aluminio Alporas [6].	38
Figura 1.21 Curva típica esfuerzo-deformación de una espuma y las regiones que la describen: deformación elástica lineal, meseta de esfuerzo y régimen de densificación o deformación plástica [38].	40
Figura 1.22 Curva esfuerzo-deformación en compresión para una espuma dúctil de aluminio y una espuma quebradiza de alúmina [6].	41
Figura 1.23 Curvas esfuerzo-deformación para el ensayo de compresión de espumas de aluminio (Alulight) con diferentes densidades [6].	42
Figura 1.24 Eficiencia de la absorción de energía η	46
Figura 1.25 Aplicaciones de metales celulares, agrupadas de acuerdo al grado de “apertura” necesaria y en base a si la aplicación es “estructural” o “funcional” [2, 6].	49
Figura 1.26 Principales campos de aplicación automotriz de las espumas metálicas.	50



[2]

Figura 2.1 Dispositivo de infiltración utilizado en la producción de espumas de Mg	58
Figura 2.2 Tamaños del material de sacrificio	61
Figura 2.3 Perfiles de temperatura y presión de gas utilizados durante el proceso de espumado de Mg	63
Figura 2.4 Proceso de infiltración de magnesio.	64
Figura 2.5 Diagrama potencial-pH (Pourbaix) para el sistema magnesio-agua a 25°C, que muestra el dominio teórico de la corrosión, inmunidad y pasivación [16].	66
Figura 2.6 Preparación de la solución usada en el proceso de lixiviado	70
Figura 2.7 Proceso de lixiviado en la espuma	70
Figura 2.8 Dispositivo utilizado en la prueba de caída de presión.	74
Figura 2.9 Torno y maquinado de probetas de compresión.	75
Figura 2.10 Máquina universal de pruebas de compresión, Instron 5500R.	76
Figura 2.11 Probeta maquinada cargada en el equipo de ensayos de compresión.	77
Figura 3.1 Perfiles de temperatura y presión de gas para el proceso de espumado de magnesio después de las modificaciones	81
Figura 3.2 Espuma de magnesio obtenida después del proceso de espumado	82
Figura 3.3 Espuma de magnesio después de ser maquinada	82
Figura 3.4 Espuma de magnesio después de un exitoso proceso de lixiviado del NaCl	83
Figura 3.5 Vaso de precipitados número 1, sal y polvo de magnesio en agua a temperatura ambiente	84
Figura 3.6 Vaso de precipitados número 1 después del incremento en la cantidad de los reactivos (NaCl y Mg en polvo)	85
Figura 3.7 Vaso de precipitados número 2, mezcla de NaCl y polvo de Mg antes de ser disuelta	85
Figura 3.8 Vaso de precipitados número 2 una vez comenzada la reacción	86



Figura 3.9 Vaso de precipitados número 3, NaCl y polvo de Mg en la solución de NaOH con pH de 13	87
Figura 3.10 Vaso de precipitados número 4, polvo de Mg en agua a temperatura ambiente	88
Figura 3.11 Vaso número 1 a) 19 minutos and b) 23 minutos después comenzada la prueba	89
Figura 3.12 Vaso numero 2 a) 19 minutos después de comenzada la prueba y b) después de la liberación del gas (23 minutos después de comenzada la prueba)	89
Figura 3.13 Vaso número 3, 29 minutos después de comenzada la prueba	90
Figura 3.14 Vaso número 4, 15 minutos después de comenzada la prueba	90
Figura 3.15 Vasos a) número 1, 48 minutos b) número 2, 60 minutos c) número 3, 54 minutos y c) número 4, 23 minutos después de comenzada la prueba	91
Figura 3.16 Vaso número 1 a) vista frontal y b) vista superior, un día después de la reacción	92
Figura 3.17 Vaso número 2 un día después de la reacción	93
Figura 3.18 Vaso número 3 a) vista frontal y b) vista superior después de un día de reacción. c) indicador de pH mostrando el pH de la solución después de la reacción.	94
Figura 3.19 Vaso número 4 a) vista frontal y b) vista superior, un día después	94
Figura 3.20 Solución de NaOH saturada con NaCl y el polvo de Mg, al comienzo de la prueba	95
Figura 3.21 Solución de hidróxido de sodio saturada con sal y el polvo de magnesio, al final de la prueba (1 día después) e indicador de pH	96
Figura 3.22 a) espumas de Mg después del proceso de lixiviad y b) espuma cortada por la mitad después de la eliminación del NaCl	101
Figura 3.23 Espuma de mayor tamaño, después del proceso de lixiviado	103
Figura 3.24 Espuma de magnesio completamente libre de material de sacrificio	104



Figura 3.25 Resultados del proceso de lixiviado en a) espuma 3, b) y c) espuma 4 y d) espumas 5	107
Figura 3.26 Resultados del proceso de lixiviado en a) y b) espuma 6, c) espuma 7 y d) espuma 8	108
Figura 3.27 Resultados del proceso de lixiviado en a) espuma 9, b) espuma 10 y c) espuma 11	109
Figura 3.28 Espumas maquinadas y disueltas para medición de densidad y porosidad	110
Figura 3.29 Curvas ΔP /longitud para la prueba de caída de presión	116
Figura 3.30 Probetas cilíndricas de las espumas de magnesio con diferente tamaño de poro: a) (A) 1mm, b) (B) 1.4 mm, c) (C) 1.7 mm y d) (D) 2 mm.	117
Figura 3.31 Estéreo-micrografías de las espumas de magnesio con diferente tamaño de poro: a) (A) 1mm, b) (B) 1.4 mm, c) (C) 1.7 mm y d) (D) 2 mm.	118
Figura 3.32 Curvas esfuerzo-deformación para las espumas de Mg.	119
Figura 3.33 Relación entre la densidad relativa ρ_{Rel} y: a) Módulo de Young E y b) límite de fluencia, σ_{pl} .	122
Figura 3.34 Capacidad de absorción de energía para espumas de magnesio de celda abierta.	123

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Potencial de reposo de electrodos de magnesio en varias soluciones acuosas [16]	67
Tabla 2.2 Vasos de precipitados preparados para las pruebas de corrosión de Mg	71
Tabla 2.3 Evaluación de la cantidad de sal disuelta en presencia de NaOH/DMSO	72
Tabla 2.3 Evaluación de la velocidad de disolución en presencia de NaOH/DMSO	73
Tabla 3.1 Parámetros utilizados en la primera espuma fabricada	79
Tabla 3.2 Parámetros utilizados en la última espuma fabricada	80
Tabla 3.3 Resultados de la evaluación de la cantidad de sal que puede ser disuelta por la solución de hidróxido de sodio cuando se le agrega DMSO.	97
Tabla 3.4 Resultados de la prueba de velocidad de disolución	98
Tabla 3.5 Resumen de las espumas fabricadas	105
Tabla 3.6 Parámetros constantes en la fabricación de espumas	106
Tabla 3.7 Resultados de Densidad y Porosidad	111
Tabla 3.8 Datos experimentales de densidad y porcentaje de porosidad de las probetas de las espumas de magnesio.	113
Tabla 3.9 Resultados de la prueba de caída de presión	115
Tabla 3.10 Propiedades mecánicas experimentales y capacidad de absorción de energía de las espumas de magnesio de poro abierto.	119



RESUMEN



RESUMEN

Resumen



RESUMEN

El presente trabajo tuvo como objetivo la producción y caracterización mecánica de espumas metálicas de magnesio (Mg), con pureza mayor al 99.5%. El proceso de fabricación utilizado fue el método de infiltración, empleando NaCl en pellets esféricos como material de sacrificio.

El método de infiltración consistió en utilizar un material de sacrificio, el cual servirá para dar forma a los poros internos de la espuma. El metal base, magnesio en este caso, fue fundido sobre el material de sacrificio, para después, por una diferencia de presión, ser infiltrado entre el espacio que generó el material de sacrificio. Dicho material fue finalmente removido, a través de un proceso de lixiviado, para dar lugar a la espuma de Mg. Con el objetivo de encontrar las condiciones idóneas para el método de infiltración para el sistema Mg-NaCl, se realizaron varias pruebas variando tiempo de proceso y presión de infiltración. Sin embargo, el parámetro optimizado, en este trabajo, fue la reducción en el tiempo de proceso. Después de todas las optimizaciones realizadas sobre el proceso se lograron producir suficientes espumas con una porosidad máxima de 75%; estas espumas fueron maquinadas, permitiendo desarrollar todas las pruebas de caracterización necesarias.

La eliminación del material de sacrificio es un proceso crítico en la producción de espumas, especialmente cuando el material utilizado es Mg. En este caso se utilizó el método de lixiviación con H₂O, ya que este solvente puede disolver NaCl en cantidades considerables. Sin embargo, debido al proceso corrosivo que presentó el medio acuoso salino con el Mg, se evaluó el proceso de lixiviación en presencia de hidróxido de sodio (NaOH), con el fin de proteger al metal de la corrosión. Se encontró que un ambiente básico en el proceso de lixiviado de NaCl para espumas de Mg es adecuado para proteger al metal de la corrosión.



Para la caracterización de las espumas se realizaron pruebas de caída de presión, se determinó la densidad y porosidad, se estudió la estructura de la celda y se evaluaron las propiedades mecánicas. La caída de presión se realizó sobre espumas de tamaño irregular. La determinación de la densidad y el porcentaje de porosidad se realizó en dos condiciones: la primera sobre muestras de un tamaño relativamente grande y de dimensiones no uniformes, mientras que la segunda se llevó a cabo sobre muestras de menor tamaño y en forma cilíndrica con dimensiones estandarizadas para cada muestra. Las dimensiones estándar de dichas muestras, para realizar pruebas de compresión, fueron según la norma ASTM sobre métodos de prueba estándar para ensayos de compresión de materiales metálicos a temperatura ambiente. La caracterización estructural de los especímenes se realizó sobre las espumas con poro abierto con ayuda de un microscopio óptico. Las propiedades mecánicas, así como el porcentaje de porosidad y la distribución de poros son los que se esperan según la literatura, con lo cual se concluye que el proceso de infiltración para la producción de espumas metálicas es adecuado.



INTRODUCCIÓN



Introducción



INTRODUCCIÓN

Los materiales celulares son un arreglo de celdas, cuyo interés se centra en conglomerados de las mismas, siendo esto conocido como sólidos celulares. Este tipo de materiales son muy comunes en nuestra vida diaria, los cuales pueden ser naturales, frecuentemente con propósitos funcionales o de construcción (algunos ejemplos de materiales celulares naturales son la madera, el corcho o los huesos trabeculares entre otros), o preparados de manera artificial, existiendo diferentes métodos de producción, además de abarcar un amplio rango de materiales base que determinan las aplicaciones que se le dará al material [2].

A pesar de ser relativamente poco conocidos en la actualidad, los metales y aleaciones pueden producir materiales celulares o espumas que tienen muchas propiedades interesantes, ya que son materiales con bajas densidades que exhiben nuevas propiedades físicas, mecánicas, térmicas, eléctricas y acústicas. Estas espumas ofrecen el potencial para estructuras ligeras, absorción de energía, control térmico, permeabilidad para aire y agua, blindaje electromagnético, amortiguador de vibraciones, etc. [5, 8, 9, 10, 11]. En este sentido, los metales celulares han sido reconocidos como materiales multifuncionales, debido a que cubren una serie de características necesarias en diferentes aplicaciones, las cuales varían según el proceso de producción empleado [12]. Es por esto que las espumas metálicas cobran un gran interés, ya que muchas propiedades ingenieriles de estos materiales son superiores a las de los polímeros [5, 6].

Una espuma metálica es un material poroso creado por el hombre, que tiene una matriz sólida de metal, con huecos vacíos o llenos de algún fluido (o material de desecho). Si los huecos están conectados por poros abiertos, la espuma es descrita como "de celda abierta", pero si los poros no están conectados por canales abiertos y están separados por paredes sólidas, la espuma es referida como "de celda cerrada". La relación de espacios vacíos con el volumen total de la pieza de espuma es llamada "porosidad" o "porcentaje de porosidad", y una alta porosidad hace que estos materiales sean muy ligeros (este



hecho las hace extremadamente atractivas como tecnología industrial para aplicaciones donde el peso es la principal restricción) [7].

Debido a todas las propiedades que se han mencionado, comparados con materiales estructurales de bulto, los metales celulares poseen un conjunto de propiedades excepcionales: son altamente deformables, exhiben un meseta de esfuerzo si se comprimen, muestran un cambio en el coeficiente de Poisson cuando son deformadas, etc. Muchas de las propiedades mecánicas de las espumas pueden ser logradas con otros materiales, incluso de una manera más efectiva, sin embargo, las espumas pueden ofrecer una combinación única de muchas (aparentemente contradictorias) propiedades que no pueden ser obtenidas en un material convencional al mismo tiempo, como ultra-baja densidad combinada con alta resistencia y buena amortiguamiento de vibraciones, o buenas características de absorción de energía [5, 6, 10].

Existen diferentes métodos para producir materiales metálicos celulares; algunos de estos métodos son similares a las técnicas utilizadas para espumas de polímeros líquidos o acuosos, mientras que otros están especialmente diseñados considerando las ventajas de las propiedades características de los metales, como su facilidad para ser sinterizados o el hecho de que pueden ser eléctricamente depositados [1]. Los métodos utilizados para producir los metales celulares dependen del estado en el que el metal es procesado.

- 1. Espumas producidas a partir de polvos metálicos.** Metales sólidos en forma de polvos pueden ser utilizados para producir estructuras metálicas celulares. El polvo permanece sólido durante el proceso completo y finalmente es sometido a un tratamiento de sinterización u otro proceso en estado sólido [1, 6, 9, 12].
- 2. Técnica de electrodeposición.** Esta técnica comienza a partir del estado iónico de los metales, es decir, una solución de iones en un electrolito. El metal es eléctricamente depositado en una espuma de polímero de celdas abiertas, que es después removida, es decir, el polímero es reemplazado por un metal durante el proceso. [1, 5, 8, 9].



3. **Deposición de vapor.** Las espumas metálicas pueden ser también realizadas a partir de metales o compuestos metálicos en fase gaseosa (vapor de metal). Se requiere una estructura sólida precursora, que define la geometría de la espuma que será producida. El metal condensado recubre la superficie del precursor polimérico y forma una película de cierto espesor, caracterizado por la densidad del vapor y el tiempo de exposición [1, 5].
4. **Espumas producidas a partir de metales fundidos.** Las técnicas que utilizan metales fundidos, es decir, en estado líquido. En este caso, se parte del metal fundido, el cual será convertido en un material poroso.

Además de los métodos listados, existe otro procedimiento dentro de las espumas producidas a partir de metales fundidos, el método de infiltración, que es el método más interesante para efectos del presente trabajo de investigación. Esta técnica nos permite producir metales porosos fundiendo un metal alrededor de gránulos o esferas vacías de baja densidad. Los gránulos del material de sacrificio, que pueden ser de diferentes materiales (vermiculita, arcilla, vidrio o aluminio por ejemplo) se sinterizan y se dejan enfriar, dando lugar a un molde con poros interconectados. Sin embargo, cuando se utiliza NaCl para elaborar la preforma, la sinterización no es un paso necesario. Los gránulos son removidos por un proceso de lixiviación (extracción sólido-líquido) en un solvente o ácido adecuado, o mediante un tratamiento térmico. La eliminación de este material puede ser realizada exitosamente si el contenido de dicho material es lo suficientemente alto para que los gránulos queden interconectados.

Una vez que el metal se solidifica es necesario remover el material de sacrificio. Si el material utilizado es una sal, esta puede ser removida mediante un lixiviado con agua. Si se utilizan pellets de arena, estos pueden ser retirados fácilmente si el aglutinante se descompone bajo la influencia del calor, mientras que las esferas de polímeros son removidas mediante una pirólisis térmica.



Un amplio intervalo de metales puede ser procesado por este método, incluyendo aluminio, magnesio, zinc, plomo, estaño, etc. También pueden fabricarse partes con forma predefinida, a través del diseño de un molde con la geometría deseada. Una de las ventajas del uso de gránulos o pellets de material de relleno es que se puede tener un muy buen control de la distribución del tamaño de poro, que está dada por la distribución del tamaño de partícula de los gránulos del material de relleno. Por otro lado, las máximas porosidades que se pueden alcanzar con este método están limitadas a valores menores al 80% [1, 2, 5, 6, 8- 12].

Existen parámetros que nos pueden ayudar a caracterizar el material como un material celular; una de las principales características de los materiales celulares, como se mencionó antes, es su densidad, ya sea en unidades absolutas o relativas. La densidad de este tipo de materiales depende de la fracción de volumen de metal y de gas, en consecuencia, los materiales celulares están caracterizados por su densidad comparada con la densidad del metal base, es decir, por su densidad relativa. La distribución local de los componentes celulares puede ser determinada mediante una radiografía de rayos X o una tomografía computarizada (XCT); esta última técnica nos permite también estudiar la estructura y los defectos de la celda.

Además de la densidad, la arquitectura celular (análisis estructural) de este tipo de materiales es una propiedad fundamental en la caracterización de un material celular, ya que es bien sabido que la estructura celular de este tipo de materiales es el factor clave que determina sus propiedades, y para este propósito es importante realizar un análisis de las celdas que constituyen al material completo. En este sentido, un material celular no tiene celdas ideales, sin embargo, el análisis de celdas ideales es de mucha ayuda al momento de describir la arquitectura de una espuma metálica. Para llevar a cabo la descripción de las celdas es necesario tener información de ciertos parámetros como la forma y el tamaño de la celda, la topología, geometría de las paredes de la celda y su relación con las celdas vecinas. Algunos métodos ordinarios como la microscopía óptica y



un análisis cuantitativo de imagen proporcionan este tipo de información [6]. El objetivo principal al realizar la caracterización de un material celular es definir cuáles son los parámetros estructurales del material y entender qué influencia tienen dichos parámetros en las propiedades del material celular [6]. Existen diferentes métodos para caracterizar un material celular, los cuales pueden ser clasificados dentro de dos grandes grupos, en base al grado de daño que pueda recibir la muestra que se esté analizando, es decir: Métodos no destructivos de caracterización y Métodos destructivos de caracterización.

Las características de una espuma se resumen mejor mediante la descripción del material del cual están hecho, su densidad relativa (la densidad de la espuma dividida por la densidad del sólido) y sabiendo si la espuma es de poro abierto o cerrado. Más allá de eso, las propiedades de una espuma están influenciadas por la estructura, particularmente por la anisotropía y por los defectos. Esto es debido a que el espumado amplía dramáticamente el intervalo de propiedades de los metales [5, 6]. Sin embargo, hay propiedades que no cambian, por ejemplo, la estructura cristalina, el coeficiente de expansión térmica y la temperatura de fusión y, por otro lado, otras propiedades físicas, como la capacidad calorífica, son funciones típicamente lineales de la densidad. Finalmente, hay muchas propiedades que dependen de la densidad (o porosidad) pero no de una manera lineal. Estas propiedades están influenciadas por la estructura geométrica o de la micro-arquitectura de la estructura celular, como: la resistencia mecánica, la conductividad térmica y eléctrica, así como las propiedades acústicas.

Todas estas características han ido ayudando a las espumas metálicas a ir encontrando lugar en una creciente gama de aplicaciones, y es difícil listar todas sus aplicaciones presentes y potenciales, sin embargo, es posible identificar algunas para indicar el amplio intervalo de circunstancias en las cuales pueden ser utilizadas las espumas metálicas. La elección de un metal poroso o una espuma metálica, para resolver un problema dado, depende de varias condiciones como la morfología del material, el estado



microestructural del metal o aleación requerida, el tratamiento utilizado y el aspecto económico.

Por otro lado, también es necesario considerar la cuestión de si el metal o la aleación, para un tipo dado de estructura celular, puede ser fabricado. Las partes estructurales de soporte de carga deben ser ligeras, ya que de lo contrario podrían ser fabricadas a partir de metales o aleaciones sólidos. En este sentido, las espumas de aluminio, magnesio y titanio son preferidas para estas aplicaciones. Para aplicaciones médicas es preferido el titanio, debido a su compatibilidad con los tejidos. Aplicaciones potenciales también existen en la industria automotriz, la construcción naval, industria aeroespacial e ingeniería civil [1, 6, 8, 10].

Los materiales celulares de aluminio y sus aleaciones han atraído gran atención en aplicaciones automotrices y aeroespaciales desde el punto de vista de energía y preservación del ambiente. Sin embargo, mucha menos atención se ha prestado al desarrollo de materiales celulares de magnesio y sus aleaciones, que se espera que mantengan esa multifuncionalidad de las estructuras celulares, pero con un peso reducido. Varios métodos han sido considerados para la fabricación de estructuras celulares de magnesio, tales como la metalurgia de polvos, espumado en estado sólido, colada (moldeo) a alta presión, espumado en vacío y el método GASARS; sin embargo, se ha demostrado que estos métodos son relativamente caros y los procedimientos de fabricación son algo complicados. No obstante, estudios de las propiedades mecánicas de los materiales celulares de Mg están aún limitados, sin embargo, los estudios realizados hasta ahora implican que las espumas de magnesio deberían tener un futuro en las aplicaciones prácticas de ingeniería [18].

Finalmente, uno de los principales problemas al trabajar con NaCl como material de relleno, es que el solvente más sencillo de utilizar en la remoción de la preforma es el agua, esto no representaría ningún problema de no ser por el hecho de que estamos trabajando con magnesio, el cual presenta un alto índice de corrosión al entrar en



INTRODUCCIÓN



contacto con el agua. Dicho proceso de corrosión se ve incrementado si además en el agua se encuentran disueltas sales como el cloruro de sodio. Por esto, es sumamente necesario considerar la actividad del magnesio y su corrosión, ya que un correcto entendimiento del mecanismo de corrosión es importante para minimizarla o prevenirla. Ante este problema, se ha encontrado que a valores de pH por encima de 11.5 se puede formar una capa protectora de $Mg(OH)_2$ cuyas cualidades protectoras dominan el comportamiento de corrosión estableciendo una zona de pasivación.



MARCO TEÓRICO

Marco Teórico



CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO

1.1 Materiales celulares: espumas metálicas

En nuestra vida diaria utilizamos comúnmente materiales celulares, ya sean naturales o preparados de manera artificial, siendo, en el segundo caso, producidos en varias formas y el material base depende de las aplicaciones que se le dará al material [1].

Los materiales celulares son un arreglo de celdas, cuya palabra, “celda” deriva del latín *cella*: un pequeño compartimento o espacio cerrado. Sin embargo, el interés de estos materiales se centra en conglomerados de celdas, es decir, materiales celulares. Estos materiales son muy comunes en la naturaleza, frecuentemente con propósitos funcionales o de construcción. A pesar de que la ingeniería se ha centrado en eliminar porosidades de metales fundidos, partes realizadas mediante metalurgia de polvos, juntas de soldadura o revestimientos (ya que se piensa que partes libres de defectos son aquellas que se encuentran libres de poros), en la actualidad existen materiales porosos formando grandes estructuras, demostrando cómo la evolución ha generado estructuras celulares que optimizan las propiedades mecánicas y la función estructural con un peso mínimo [6]. Algunos ejemplos de materiales celulares naturales son la madera, el corcho o los huesos trabeculares entre otros. La humanidad ha utilizado estos materiales por milenios, en las pirámides de Egipto se han encontrado artefactos de madera con una antigüedad de 5000 años, mientras que el corcho ha sido utilizado como tapón para botellas o en las suelas de los zapatos desde el Imperio Romano.

Actualmente, la estructura de materiales celulares, encontrados en la naturaleza, es imitada en ingeniería de panal (engineering honeycomb) y espumas, que son utilizados en muchos sectores industriales, desde paneles estructurales ligeros, hasta almohadillas para absorción de energía o aislantes térmicos [3, 4, 6].

El término “espuma” a veces no es correctamente utilizado, por lo que es necesario definirlo: las espumas son una dispersión uniforme de una fase gaseosa, ya sea en un



líquido o en un sólido. Las inclusiones simples de gas son separadas unas de otras, por porciones de líquido o sólido respectivamente. Así, las celdas son enteramente encerradas por el líquido o el sólido y no están interconectadas. Sin embargo, la morfología de estas espumas puede conservarse permitiendo que el líquido se solidifique, obteniendo así lo que es llamado “espumas sólida”. Las espumas sólidas son un caso especial de lo que es comúnmente llamado “sólidos celulares”. Estos sólidos celulares, no necesariamente fueron producidos a partir del estado líquido y pueden, por lo tanto, tener casi cualquier morfología.

Las espumas y otros materiales altamente porosos, con estructura celular tienen muchas combinaciones interesantes de propiedades físicas y mecánicas. Como alta rigidez junto con un muy bajo peso específico, o alta permeabilidad de gases con alta conductividad térmica. Entre los materiales celulares fabricados por el hombre, las espumas poliméricas son actualmente las más importantes, con amplias aplicaciones en casi cada sector tecnológico. Sin embargo y a pesar de que es menos conocido, los metales y aleaciones pueden producir también materiales celulares o espumas que tienen muchas propiedades interesantes, ya que son materiales con bajas densidades y nuevas propiedades físicas, mecánicas, térmicas, eléctricas y acústicas; estas espumas ofrecen el potencial para estructuras ligeras, absorción de energía, control térmico, permeabilidad para aire y agua, blindaje electromagnético, amortiguador de vibraciones, etc. [5, 8, 9-11]. En este sentido, los metales celulares han sido reconocidos como materiales multifuncionales, debido a que cubren una serie de características necesarias en diferentes aplicaciones, las cuales varían según el proceso de producción empleado [12]. Aunque las espumas poliméricas son los materiales más utilizados en la actualidad, parecen ser insuficientemente rígidas y, por otro lado, las cerámicas son muy frágiles. Es por esto que las espumas metálicas cobran un gran interés, ya que muchas propiedades ingenieriles de estos materiales son superiores a las de los polímeros: son más rígidas por un orden de magnitud, son estables a elevadas temperaturas, poseen una superior resistencia al fuego y no producen humos tóxicos en presencia de fuego. Por otro lado, estos materiales son completamente



reciclables con ningún problema de contaminación o de residuos, siendo esto último de gran importancia ya que los nuevos materiales a menudo presentan un impacto ambiental negativo [5, 6].

Cuando hablamos de una espuma metálica, generalmente nos referimos a una espuma sólida; las espumas metálicas líquidas son solamente una etapa que ocurre durante la fabricación del material [2]. Una espuma metálica es un material poroso creado por el hombre, que tiene una matriz sólida de metal, con huecos vacíos o llenos de algún fluido (o material de desecho). Si los huecos están conectados por poros abiertos, la espuma es descrita como “de celda abierta”, pero si los poros no están conectados por canales abiertos y están separados por paredes sólidas, la espuma es referida como “de celda cerrada”. El número de poros por pulgada lineal (ppi, por sus siglas en inglés), actualmente se encuentra en un intervalo entre 5 y 100. La relación de espacios vacíos con el volumen total de la pieza de espuma es llamada “porosidad” o “porcentaje de porosidad”, las espumas metálicas pueden tener porosidades muy elevadas, de hasta 0.98 % ó 0.99%. La alta porosidad hace que estos materiales sean muy ligeros (este hecho las hace extremadamente atractivas como tecnología industrial para aplicaciones donde el peso es la principal restricción) [7].

Debido a todas las propiedades que se han mencionado, comparados con materiales estructurales de bulto, los metales celulares poseen un conjunto de propiedades excepcionales: son altamente deformables, exhiben un meseta de esfuerzo si se comprimen, muestran un cambio en el coeficiente de Poisson cuando son deformadas, etc . Muchas de las propiedades mecánicas de las espumas pueden ser logradas con otros materiales, incluso de una manera más efectiva, sin embargo, las espumas pueden ofrecer una combinación única de muchas (aparentemente contradictorias) propiedades que no pueden ser obtenidas en un material convencional al mismo tiempo, como ultra-baja densidad, combinada con alta resistencia y buen amortiguamiento de vibraciones o buenas características de absorción de energía [5, 6, 10].



A pesar de que las espumas metálicas son menos conocidas, han existido por muchas décadas. El interés en las espumas metálicas data de la década de 1940, cuando Sosnick presentó una patente de un método de producción que involucraba la vaporización de constituyentes con bajo punto de fusión de aleaciones metálicas. Otras publicaciones y patentes continuaron en las dos décadas subsecuentes, desde finales de los 50's hasta los 70's, que abarca conceptos tales como la inyección de metal dentro de los intersticios alrededor de partículas de "espacios vacíos" ("space holder" particles), las cuales son removidas después, y la dispersión de partículas que liberaran gas por medio de una reacción química o descomposición térmica [6, 10]. Aunque a finales de los 80's comenzó una nueva era para las espumas con las actividades del Fraunhofer Institute for Advance Materials in Bremen (IFAM), no fue sino hasta la década de los 90's cuando se dio un aumento notable en la investigación y desarrollo de estos materiales, que condujo al establecimiento de dos conferencias bienales: MetFoam y CellMat [7]. Desde entonces se ha continuado con una extensa investigación en el campo de estos materiales, desarrollando nuevos métodos de manufactura o utilizando diferentes metales y aleaciones, con el fin de explotar las aplicaciones que pueden ofrecer los diferentes metales al combinarlos con las características de los materiales celulares.

1.2 Métodos de producción de materiales celulares metálicos

Existen diferentes métodos para producir materiales metálicos celulares; algunos de estos métodos son similares a las técnicas utilizadas para espumas de polímeros líquidos o acuosos, mientras que otros están especialmente diseñados considerando las ventajas de las propiedades características de los metales, como su facilidad para ser sinterizados o el hecho de que pueden ser eléctricamente depositados [2]. Los primeros intentos se concentraron en técnicas de espumado similares a las utilizadas para los plásticos, con gases como agentes espumantes. Otro método produce una estructura celular interconectada utilizando gránulos, los cuales pueden ser incorporados dentro del metal fundido o introducidos en un molde de fundición. Las espumas metálicas también pueden



ser producidas por depositación metálica en sustratos de uretano reticulado. Algunas técnicas de metalurgia de polvos incluyen pastas espumosas (slurry foaming), sinterizado de polvos metálicos y metalurgia de fibras. También la depositación catódica ha sido utilizada para producir espumas metálicas. [8]

Los métodos utilizados para producir los metales celulares dependen del estado en el que el metal es procesado, de esta manera se pueden hacer cuatro clasificaciones, como se puede observar en la figura 1.1.

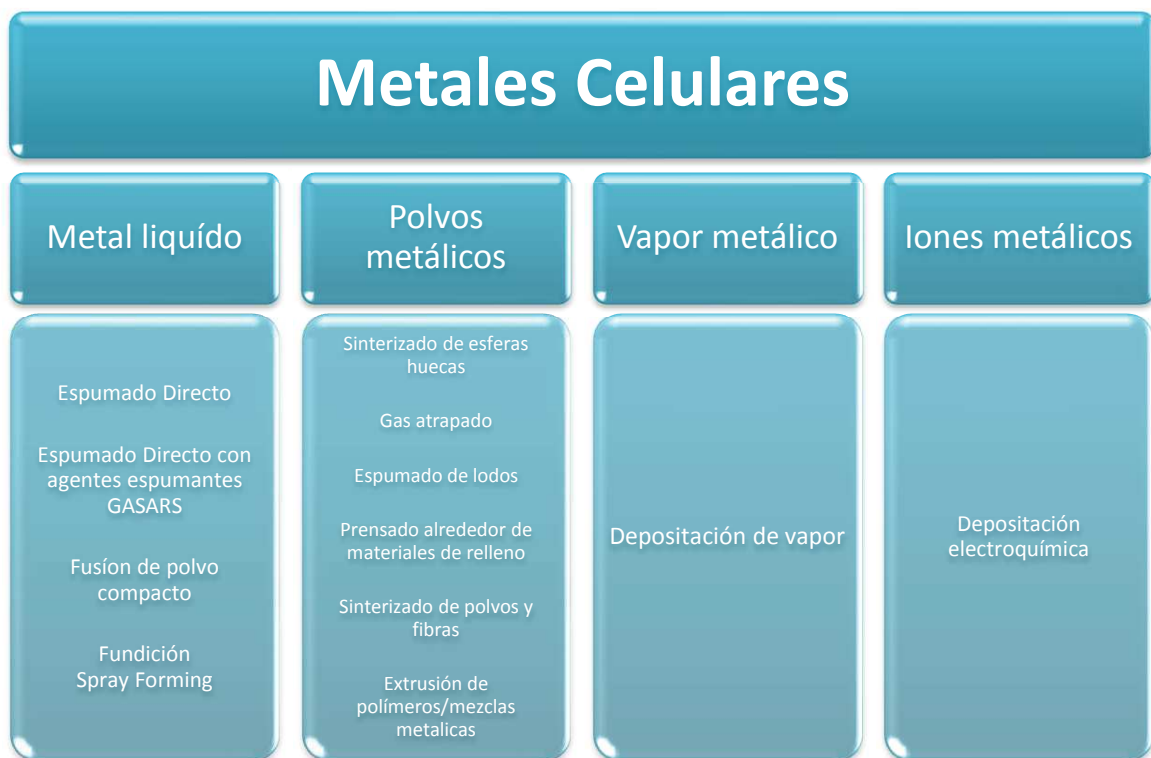


Figura 1.1 Métodos de producción de materiales celulares metálicos [2].

1.2.1 Espumas producidas a partir de polvos metálicos.

Metales sólidos en forma de polvos pueden ser utilizados para producir estructuras metálicas celulares. El polvo permanece sólido durante el proceso completo y finalmente



es sometido a un tratamiento de sinterización u otro proceso en estado sólido. Existen diferentes métodos que pueden ser aplicados.

1.2.1.1 Sinterizado de fibras y polvos metálicos.

En este método pueden utilizarse una gran variedad de metales, incluyendo titanio y superaleaciones. En general, el procedimiento consiste de los siguientes pasos: preparación de los polvos, compactación o moldeado y sinterizado. Las temperaturas de sinterizado están alrededor de 820°C y se pueden alcanzar porosidades entre 20 y 60%, mientras que la resistencia es comparativamente baja. [2].

1.2.1.2 Técnica de gas atrapado.

Esta técnica utiliza la ventaja que ofrece la baja solubilidad de los gases inertes, como argón por ejemplo, en metales. El método consiste en compactar polvos del material metálico, que será un precursor denso. El aire que se encuentra entre el metal compacto es evacuado mediante un sistema de vacío, para ser posteriormente reemplazado por el gas inerte, que quedará atrapado entre las partículas del material metálico. El siguiente paso es calentar el precursor metal-gas, de tal manera que el material se expanda debido a la presión interna que se crea por el incremento del volumen del gas al incrementar su temperatura. Este proceso ha sido diseñado principalmente para hacer estructuras porosas de titanio [2, 6, 9]. La figura 1.2 esquematiza el proceso de manufactura de espumas por la técnica de gas atrapado.

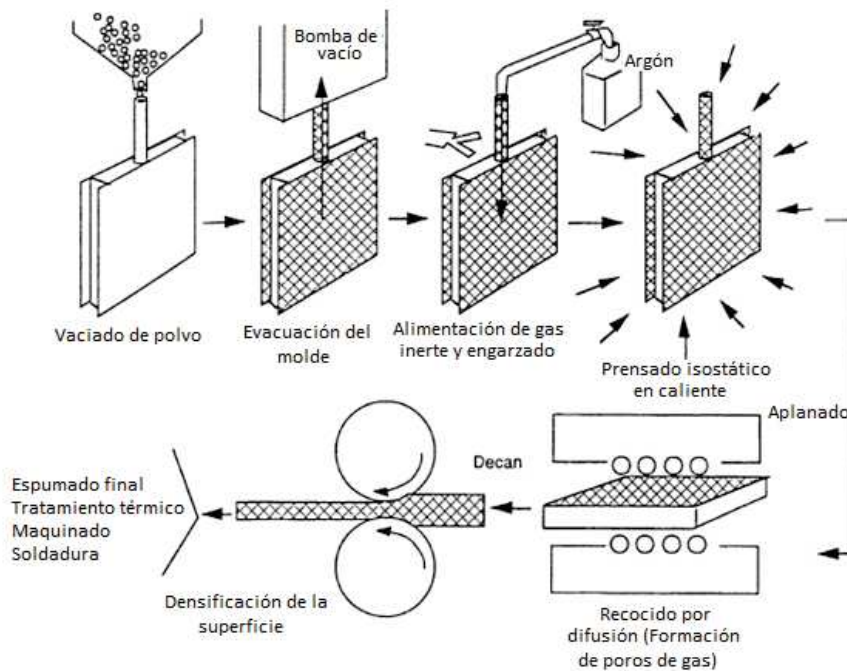


Figura 1.2 Técnica de gas atrapado para la producción de espumas metálicas [2].

1.2.1.3 Espumado de suspensiones (pastas o lodos “slurries”).

Las espumas metálicas también pueden ser producidas a partir de una pasta o lodo, el cual consiste en el mezclado de polvo fino del metal y un agente espumante dispersados en un vehículo orgánico. El lodo, después de ser bien mezclado, es vertido en molde, donde se seca a temperaturas elevadas, volviéndose más viscoso. La espuma comienza a formarse a medida que el agente espumante produce gas. Finalmente, el lodo expandido se seca completamente y se obtiene la espuma metálica [2, 8, 9].

1.2.1.4 Metales celulares basados en materiales de sacrificio.

Otra forma de obtener materiales tipo esponja, es utilizando materiales de relleno y metales en forma de polvo. El polvo del metal es mezclado con el material de relleno seco, o bien se puede utilizar un solvente adecuado o incluso un aglutinante. Como material de relleno pueden utilizarse esferas vacías o partículas de cerámica, granos o esferas vacías



de polímero, sales o incluso metales. El material precursor (polvo de metal-material de relleno) es simplemente compactado a temperatura ambiente o, si el material de relleno es resistente al calor, se presiona a altas temperaturas para mejorar la compactación. El paso siguiente es el proceso de sinterizado entre las partículas del polvo metálico. En ambos casos se obtiene un compuesto que consiste de una matriz metálica con gránulos de relleno embebidos. El material de relleno puede ser removido por un tratamiento térmico, lixiviación o utilizando un solvente acuoso. La remoción del material de relleno dependerá fuertemente de la interconexión de los poros [2]. La figura 1.3 esquematiza este procedimiento.

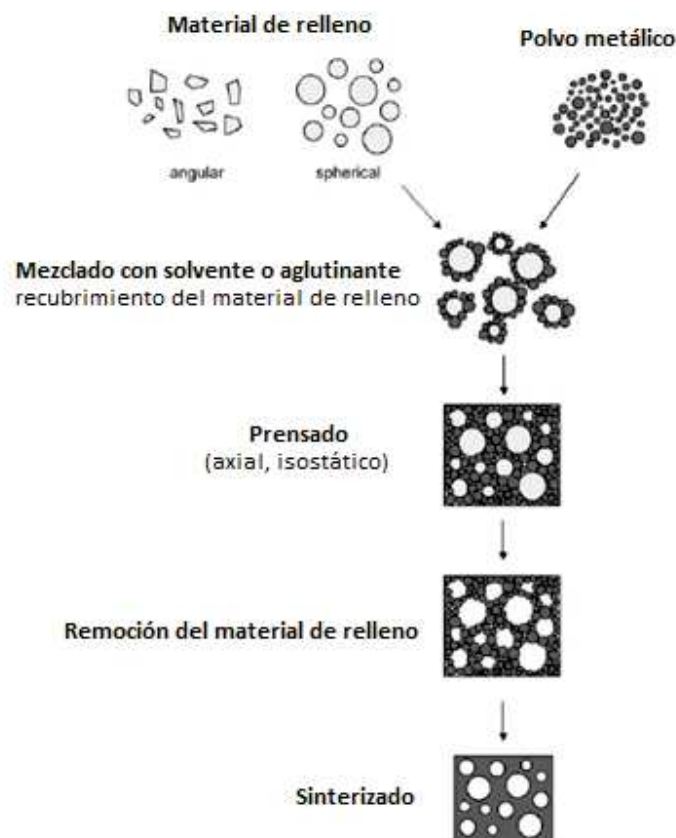


Figura 1.3 Técnica de procesamiento de espumas, basada en materiales de sacrificio [2]



1.2.1.5 Estructuras de esferas metálicas vacías.

Otra forma para crear una estructura altamente porosa es mediante el uso de esferas vacías hechas de cobre, níquel, acero o titanio, las cuales son unidas entre sí mediante sinterización. Dichas esferas metálicas pueden ser producidas de varias maneras, por ejemplo, combinando depositación química y eléctrica del metal sobre esferas de un polímero, que luego será removido, o los métodos descritos en las figuras 1.4 y 1.5.

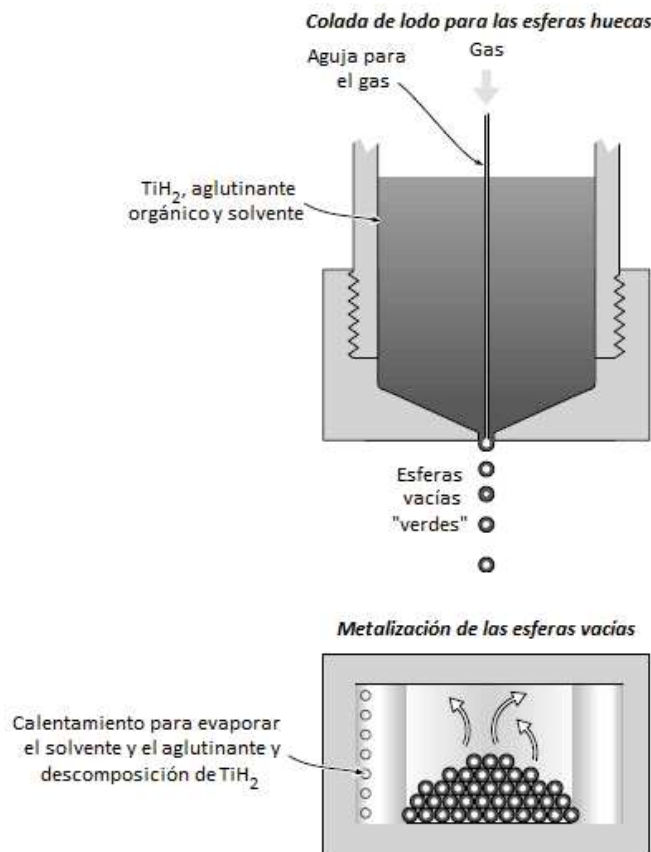


Figura 1.4 Creación de esferas vacías metálicas por la ruta *Georgia Tech* y su consolidación para crear una espuma con porosidad de celdas abiertas y cerradas [5]

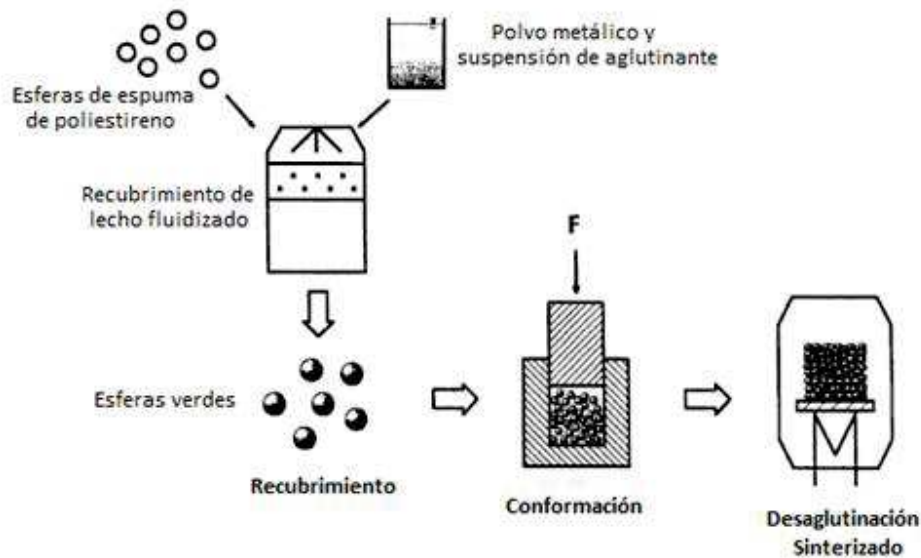


Figura 1.5 Proceso de recubrimiento de esferas de espumas de poliestireno para la producción de estructuras de esferas vacías [2, 6]

Usualmente el diámetro de las esferas se encuentra ente 0.8 y 8 mm, con un espesor en las paredes de 10 a 100 μm . Una de las ventajas de este método es que la distribución del tamaño de poro no es aleatoria como en otros métodos, sino que puede ser controlada mediante una elección adecuada de las esferas vacías; por lo tanto, las propiedades mecánicas y físicas de las espumas obtenidas por este método pueden ser más predecibles que en el caso de espumas obtenidas por otros métodos, con distribución de poros al azar. Otra ventaja de este método es que, en principio, todo el intervalo de materiales disponibles en metalurgia de polvos puede ser utilizado en este proceso, por lo tanto, las estructuras de esferas huecas pueden ser usadas en aplicaciones de altas temperaturas. Se pueden obtener densidades relativas tan bajas como 0.05 con tamaños de poro desde 100 micrómetros hasta varios milímetros [2, 5].



1.2.2 Técnica de electrodeposición.

Esta técnica comienza a partir del estado iónico de los metales, es decir, una solución de iones en un electrolito. El metal es eléctricamente depositado en una espuma de polímero de celdas abiertas, que es después removida, es decir, el polímero es reemplazado por un metal durante el proceso.

Para realizar un procedimiento de electrodeposición, es necesario que la espuma polimérica presente cierta conductividad eléctrica, lo cual es complicado ya que es de naturaleza polimérica; sin embargo, esta propiedad eléctrica puede ser conferida al polímero si éste es sumergido en una pasta o lodo que es eléctricamente conductor, basado en grafito por ejemplo, o recubriéndolo con una capa delgada conductora, ver figura 1.6.

Las espumas metálicas producidas por esta técnica se caracterizan por su excepcional uniformidad y alto grado de porosidad [2, 5, 8, 9].

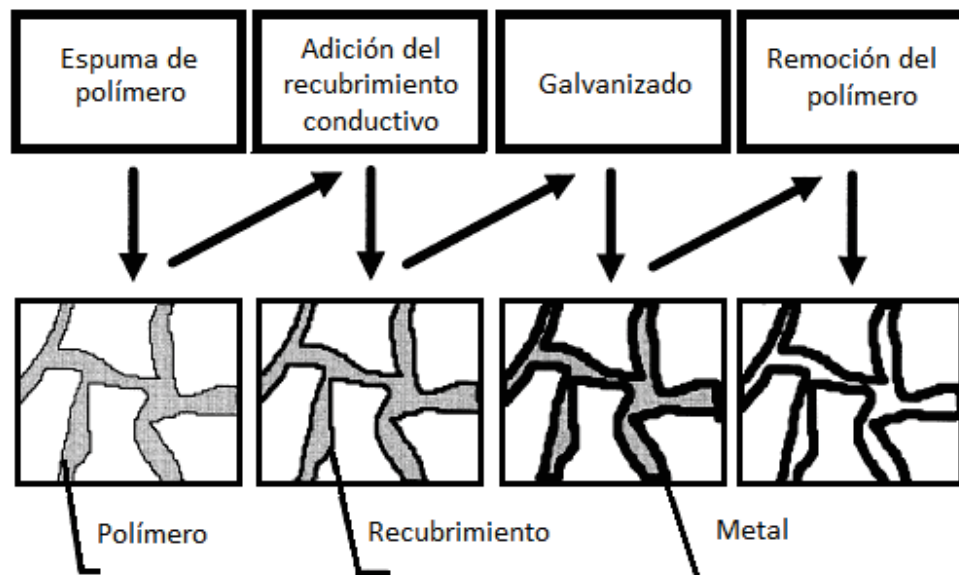


Figura 1.6 Técnica de electrodeposición para la producción de metales celulares [2].



1.2.3 Depósito de vapor.

Las espumas metálicas pueden ser también realizadas a partir de metales o compuestos metálicos en fase gaseosa (vapor de metal). Se requiere una estructura sólida precursora, que define la geometría de la espuma que será producida, por ejemplo, una espuma de poliuretano reticulado. El vapor metálico puede ser producido en una cámara de vacío y entonces es condensado sobre el precursor frío. El metal condensado recubre la superficie del precursor polimérico y forma una película de cierto espesor, caracterizado por la densidad del vapor y el tiempo de exposición [2, 5]. Esta técnica es muy parecida a la descrita en 1.2.2.

1.2.4 Espumas producidas a partir de metales fundidos.

Las técnicas que utilizan metales fundidos, es decir, en estado líquido. Conforman la cuarta categoría de métodos de producción de metales celulares. En este caso, se parte del metal fundido, el cual será convertido en un material poroso por cualquiera de las técnicas que se mencionan a continuación.

1.2.4.1 Espumado directo.

Actualmente existen dos métodos para manufacturar espumas metálicas directamente, el primero es mediante la inyección de gas en el metal fundido y el segundo es a través de la formación de gas in-situ en el líquido, agregando agentes espumantes que liberan gas en el metal fundido al ser sometidos a las temperaturas elevadas de fusión del metal.

En el primer caso, con el metal ya en estado líquido, el gas es inyectado utilizando un sistema de impulsadores giratorios (propelas) o inyectores vibrantes, con el objetivo de crear burbujas muy finas dentro del líquido y distribuir las de manera uniforme, este procedimiento se esquematiza en la figura 1.7. Debido a las fuerzas de flotabilidad en el líquido, las burbujas del gas tienden a subir rápidamente a la superficie, sin embargo, la flotabilidad de las burbujas puede ser disminuida al incrementar la viscosidad del líquido,



lo cual puede ser logrado al agregar partículas pequeñas insolubles o poco insolubles en el metal líquido. Algunos ejemplos de estos materiales, que son agregados típicamente entre 10-30% en volumen, son el óxido de calcio, óxido de calcio-aluminio, carburo de silicio entre otros; estos materiales, que tienen un tamaño de partícula de 1-30 μm , también actúan como estabilizadores de la espuma.

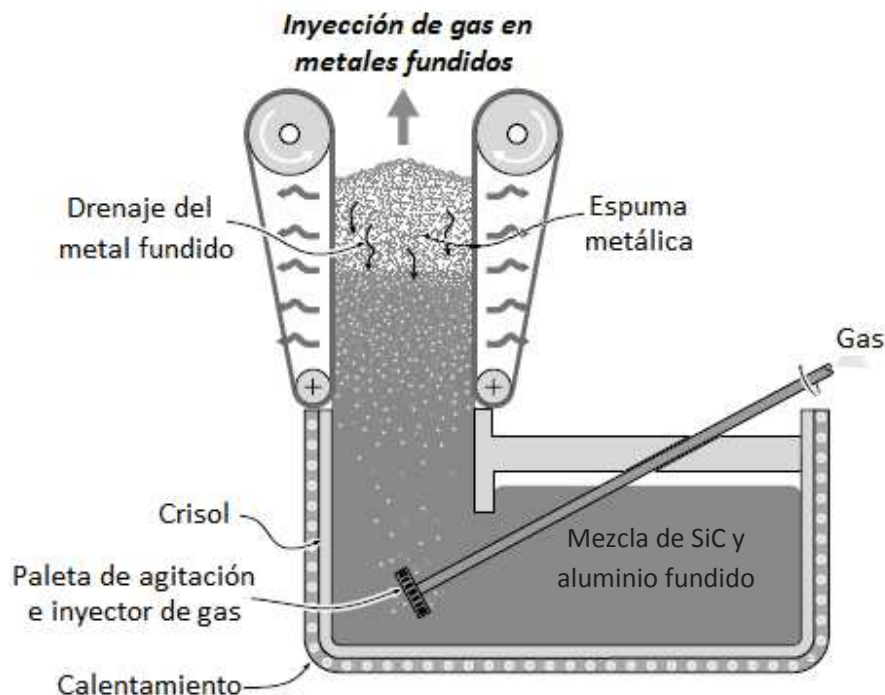


Figura 1.7 Ilustración esquemática de la producción de espumas metálicas mediante el método de inyección de gas (proceso HYDRO y CYMAT para espumas de aluminio) [5]

Una gran variedad de gases puede ser utilizados para generar las burbujas, siendo el aire el más utilizado, aunque también dióxido de carbono, oxígeno, gases inertes o incluso agua pueden ser inyectados para genera las burbujas. La espuma producida por este método flota en la superficie del metal fundido, debido a una diferencia de densidad, donde es recogida y se deja enfriar para obtener la espuma sólida. Con un cuidadoso control del proceso de inyección de gas y de la velocidad de enfriamiento, se pueden obtener espumas de celda cerrada con baja densidad relativa. Una de las ventajas de este



método es la capacidad de una producción continua de un gran volumen de espuma, ya que es un proceso continuo, además de las bajas densidades que pueden ser alcanzadas y el buen control que se puede tener sobre este parámetro. Sin embargo, no se puede tener un buen control en el tamaño del poro que, por lo general, es demasiado grande e irregular. Se ha reportado que el porcentaje de porosidad de este tipo de espumas está entre 80-98% y el tamaño de poro entre 3 y 25 mm, siendo posible obtener valores de densidad entre 0.05-0.55 g/cm³ [2, 5, 9-12].

El segundo método consiste en el espumado de metales mediante la adición de agentes espumantes en lugar de burbujear gas dentro del líquido, ver figura 1.8. El calor causa la descomposición del agente espumante y libera gas, impulsando el proceso de espumado, de esta manera el metal fundido comienza a expandirse lentamente y llena el recipiente que lo contiene. El agente espumante más utilizado es TiH₂ que se agrega, típicamente, en un 1.6% en peso, el cual libera hidrógeno cuando se superan los 465° C (generalmente tarda diez minutos en descomponerse por completo). En este método, también es necesario agregar un agente que ayude a incrementar la viscosidad del metal fundido, estos agentes pueden ser sólidos, líquidos o gaseosos, por ejemplo 1.5% en peso de calcio. Durante la expansión de la espuma, ésta se mantiene dentro de una cámara a presión constante, lo cual genera espumas con estructura de celda homogénea. Cuando el espumado se ha completado el metal se enfría hasta que solidifique la espuma antes de que el hidrógeno escape y las burbujas se unan y colapsen, obteniendo así un sólido espumado. La cantidad del agente espumante y del material utilizado para incrementar la viscosidad determinan la densidad relativa de la espuma y, junto con las condiciones de espumado y enfriado, el tamaño de celda, que puede variar de 0.5 a 5 mm. Se ha observado, sin excepción, que mientras más uniforme es la mezcla ha espumar, mejor será la espuma obtenida. Se ha reportado que las espumas obtenidas por este método presentan porosidades entre 84-95%, densidades entre 0.18-0.24 g/cm³ y una estructura altamente isotrópica y homogénea.



Actualmente, solo aleaciones de aluminio son procesadas por esta vía ya que el hidrógeno fragiliza muchos metales. Se han realizado investigaciones utilizando agentes espumantes alternativos (carbonatos, nitratos, entre otros) con temperaturas de descomposición más elevadas, que ofrecen la posibilidad de utilizar este método de espumado en hierro, aceros y aleaciones de níquel [2, 5, 8, 9, 11, 12].

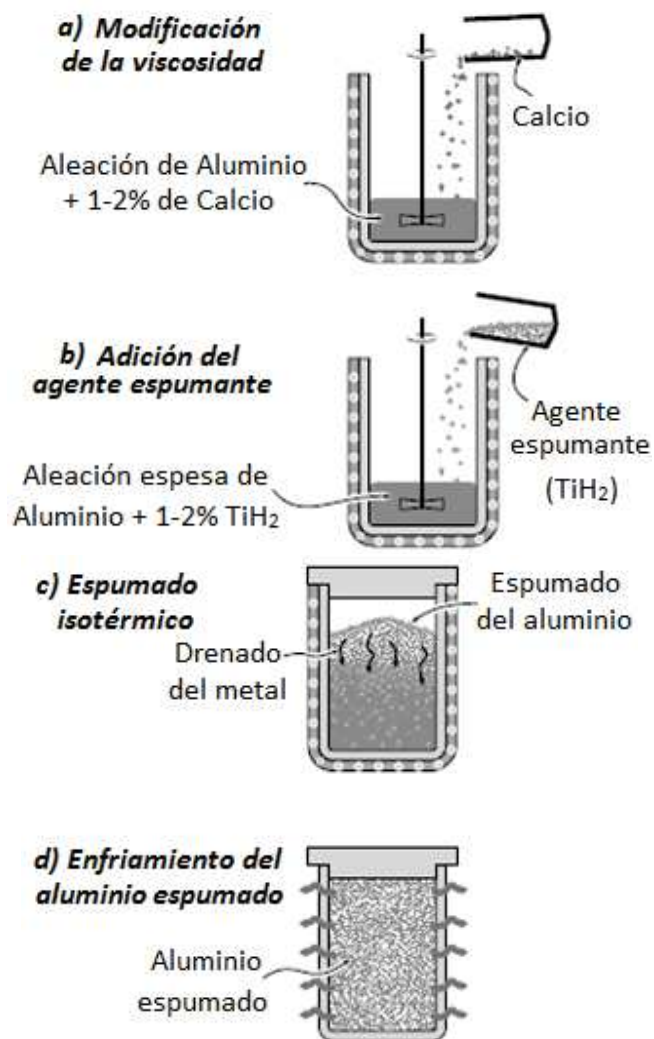


Figura 1.8 Esquematización del proceso de manufactura de metales celulares mediante la adición de agentes espumantes (proceso Alporas) [5].



1.2.4.2 Solidificación eutéctica sólido-gas (Gasars)

Este método, explota el hecho de que algunos metales como Al, Be, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn y Ni, exhiben puntos eutécticos en combinación con el hidrógeno. Aquí, el metal es fundido y saturado con hidrógeno bajo presión. Cuando se disuelve el hidrógeno en uno de estos metales a una presión elevada (típicamente > 50 atm) se obtiene un metal fundido libre de poros pero con hidrógeno completamente disuelto en él. Si se disminuyen la presión y la temperatura, la mezcla es sometida a una transición eutéctica y pasa a un sistema heterogéneo de dos fases que, debajo de la temperatura eutéctica, corresponde a un sólido más gas. Si los parámetros del proceso (velocidad de enfriamiento y perfil de presión) son elegidos apropiadamente, se formarán pequeñas burbujas y quedarán atrapadas en el sólido, dando pie a la formación de la espuma. Cuando el material fundido solidifica, el gas escapa debido a su baja solubilidad en el metal sólido, dando lugar a un material poroso anisotrópico, con poros cuasi-cilíndricos orientados en la dirección de la solidificación, ver figura 1.9. Los parámetros de operación de este método deben ser elegidos de tal manera que las burbujas formadas permanezcan en el líquido y no floten a la superficie y desaparezcan. La morfología de poro resultante es determinada en gran medida por el contenido de hidrógeno, la presión sobre el metal fundido, la dirección y velocidad de remoción de calor y por la composición química del metal fundido. Este método permite obtener diámetros de entre $10\ \mu\text{m}$ y $10\ \text{mm}$, longitudes de poros entre $100\ \mu\text{m}$ y $300\ \text{mm}$ y porosidades entre 5% y 75% [2, 5, 9, 11, 12].

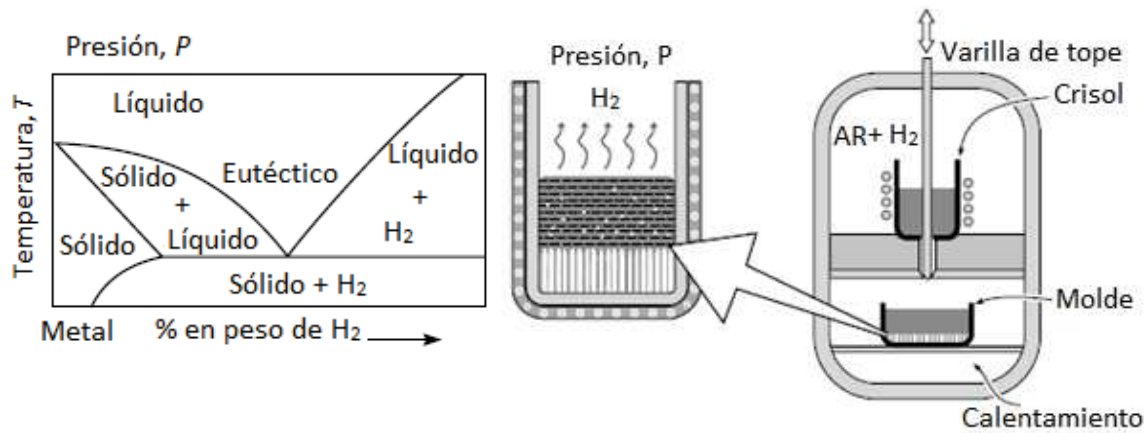


Figura 1.9 Diagrama binario de fase Metal-Hidrógeno y esquematización del proceso de producción de espumas metálicas vía solidificación eutéctica sólido-gas (GASAR) [5].

1.2.4.3 Técnica de fundido de polvos compactos

El método de producción comienza con una mezcla de metales en polvo (metales puros, aleaciones o mezclas de metales) y un agente espumante, esta mezcla es compactada para obtener un producto denso semi-terminado. La compactación puede ser realizada por cualquier técnica, siempre y cuando el agente espumante quede bien embebido dentro de la matriz metálica. El siguiente paso es un tratamiento térmico a una temperatura cercana al punto de fusión del metal. El agente espumante, que se encuentra homogéneamente distribuido dentro de la matriz metálica densa, se descompone liberando gas, que fuerza a dicha matriz a expandirse, formando así una estructura altamente porosa. El tiempo necesario para obtener una expansión total depende de la temperatura y del tamaño del precursor, y puede tardar desde unos pocos segundos hasta varios minutos. Con la elección del agente espumante y los parámetros de proceso apropiados, metales como estaño, zinc, latón, plomo, oro y algunos otros metales y aleaciones pueden ser espumados por esta vía. Si la pieza del precursor es espumada en un horno el resultado será una pieza (lingote) de metal espumado con una forma no definida, a menos que la forma en la que expandirá el precursor sea definida mediante la



inserción de éste en un molde predeterminado, para lo cual primero se le extruye, como se muestra en la figura 1.10 [2, 5, 11].

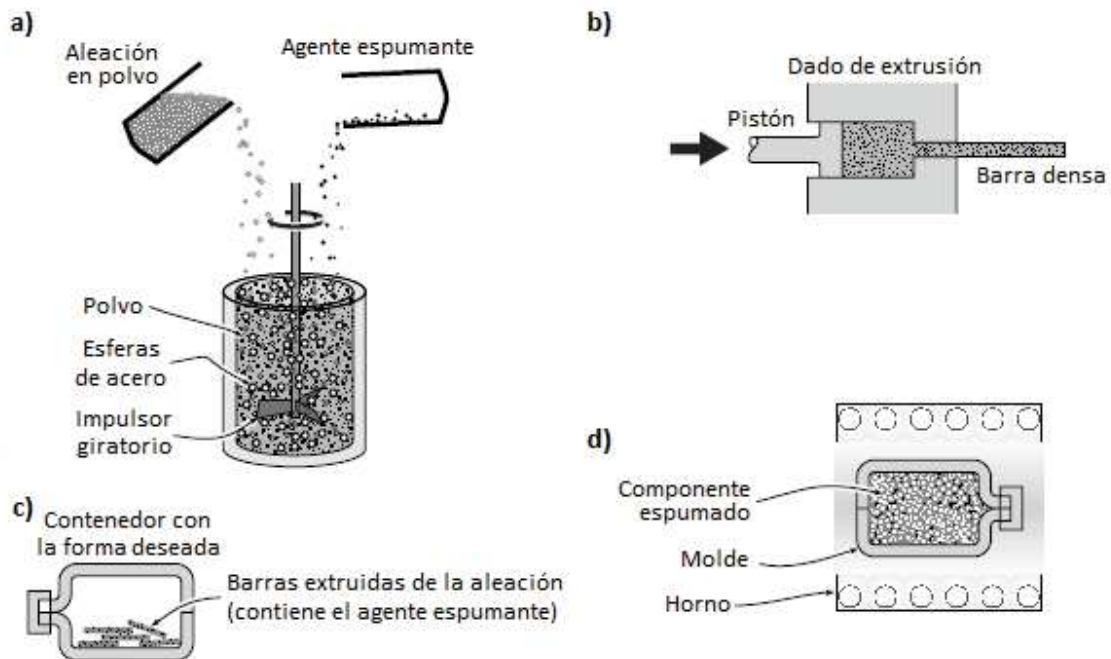


Figura 1.10 Procedimiento para la producción de espumas metálicas mediante la técnica de fundido de polvos compactos [5].

1.2.4.4 Colada de precisión con espumas poliméricas

Las espumas pueden ser producidas a partir de metales fundidos sin espumar directamente el metal. En este caso se utiliza una espuma polimérica con el tamaño de celda y densidad relativa deseados como punto de partida, por ejemplo una espuma de poliuretano. Si la espuma polimérica es de poro cerrado es necesario transformarla en espuma de poro abierto por un tratamiento de reticulación. Una vez que la espuma ya es de poro abierto, es rellena con el lodo líquido de un material que sea suficientemente resistente al calor (material refractario), por ejemplo mullita, una mezcla de resina fenólica, carbonato de calcio o yeso; después de que este material se haya endurecido la espuma polimérica es removida por un tratamiento térmico y el metal fundido es vaciado dentro de los huecos



abiertos resultantes, los cuales replican exactamente la estructura de la espuma polimérica. Si las cavidades estrechas no son llenadas por simple acción de la gravedad, será necesario aplicar calor y presión para que el metal llene por completo la estructura. Finalmente se remueve el material del molde y se obtiene la espuma metálica. Este método da como resultado espumas de celda abierta con tamaños de poro de 1-5 mm, con porosidades entre 80-98% y densidades relativas tan bajas como 0.05. Casi cualquier metal puede ser espumado a través de este método [2, 6, 8, 9, 12].

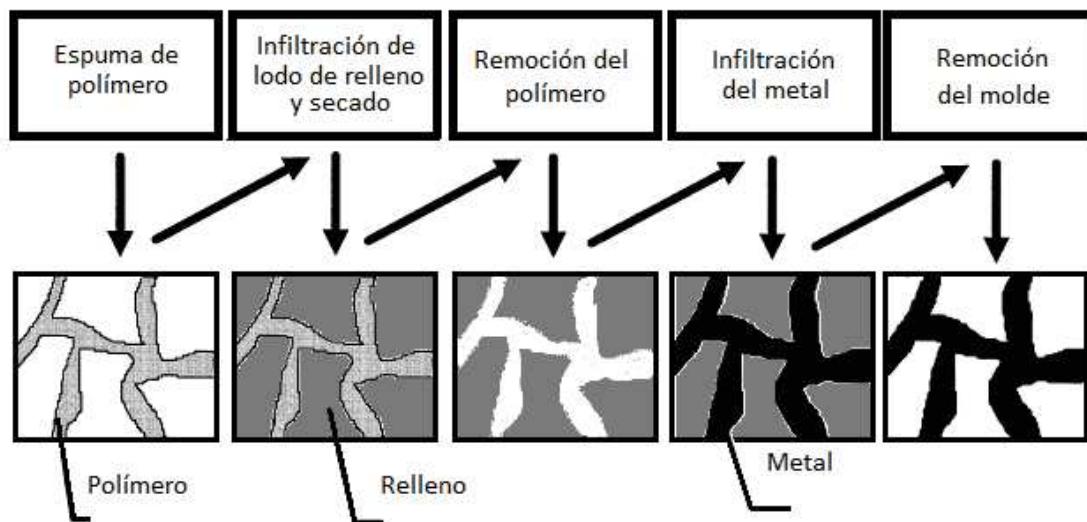


Figura 1.11 Producción de metales celulares mediante la colada de precisión con espumas poliméricas [2].

1.2.4.5 Formado por aspersión (Proceso "Osprey").

Este es un método que permite el procesamiento de una gran variedad de metales y aleaciones diferentes. El metal fundido es continuamente atomizado y se crea un rocío de pequeñas gotas metálicas que vuelan velozmente. Las gotas son recolectadas en un sustrato donde se acumulan y crecen hasta formar un depósito denso de la forma deseada. Las características de los materiales formados por esta técnica incluyen: un bajo contenido de óxido, tamaño de granos fino y un alto contenido de fases metaestables.



Una característica que hace este proceso especialmente atractivo es la posibilidad de modificar las propiedades del depósito inyectando polvos, por ejemplo, óxidos, carburos o metales puros en el rocío (spray) y permitiéndoles reaccionar con las gotas de metal líquido y así ser incorporadas en el metal a medida que este es depositado en el sustrato. Si los polvos inyectados son sustancias que se descomponen al entrar en contacto con el metal fundido y liberan gas, se pueden generar poros en el depósito [2, 12].

1.2.4.6 Colada alrededor de material de relleno (Método de infiltración).

Se pueden producir metales porosos fundiendo un metal alrededor de gránulos o esferas vacías de baja densidad, o introduciendo dichos materiales en un metal fundido. El material de relleno o sacrificio puede ser de naturaleza inorgánica, por ejemplo, vermiculita, pellets de arcilla cocida, sales solubles, bultos sueltos de arcilla expandida, pellets de arena, esferas de vidrio o de óxido de aluminio. Los gránulos del material de sacrificio se sinterizan y se dejan enfriar, dando lugar a un molde con poros interconectados. Sin embargo, cuando se utiliza sal para elaborar la preforma, la sinterización no es un paso necesario. Los gránulos pueden permanecer en el producto metálico después de la colada (produciendo lo que se conoce como “material compuesto”), o pueden ser removidos por un proceso de lixiviación (extracción sólido-líquido) en un solvente o ácido adecuado, o mediante un tratamiento térmico. Es importante mencionar que estos gránulos de material de sacrificio deben ser resistentes a las temperaturas de fundición del metal. La eliminación de este material puede ser realizada exitosamente si el contenido de dicho material es lo suficientemente alto para que los gránulos queden interconectados.

Usualmente es necesario precalentar el material de relleno, con el objetivo de evitar la solidificación prematura del metal fundido, especialmente cuando la capacidad calorífica del bulto es alta o la presión de infiltración es baja. Debido a la alta tensión superficial de los metales en estado líquido, la “humectación” de los gránulos del material de sacrificio puede causar un problema, ya que, en general, los intersticios entre los gránulos no se



llenarán completamente. Por lo tanto, para el método de infiltración es un requisito importante crear vacío entre los gránulos de sacrificio o presionar el metal en estado líquido.

Una vez que el metal se solidifica es necesario remover el material de sacrificio. Si el material utilizado es una sal, ésta puede ser removida mediante un lixiviado con agua. Si se utilizan pellets de arena, estos pueden ser retirados fácilmente si el aglutinante se descompone bajo la influencia del calor, mientras que las esferas de polímeros son removidas mediante una pirolisis térmica. La figura 1.12 muestra gráficamente y resumidamente este método.

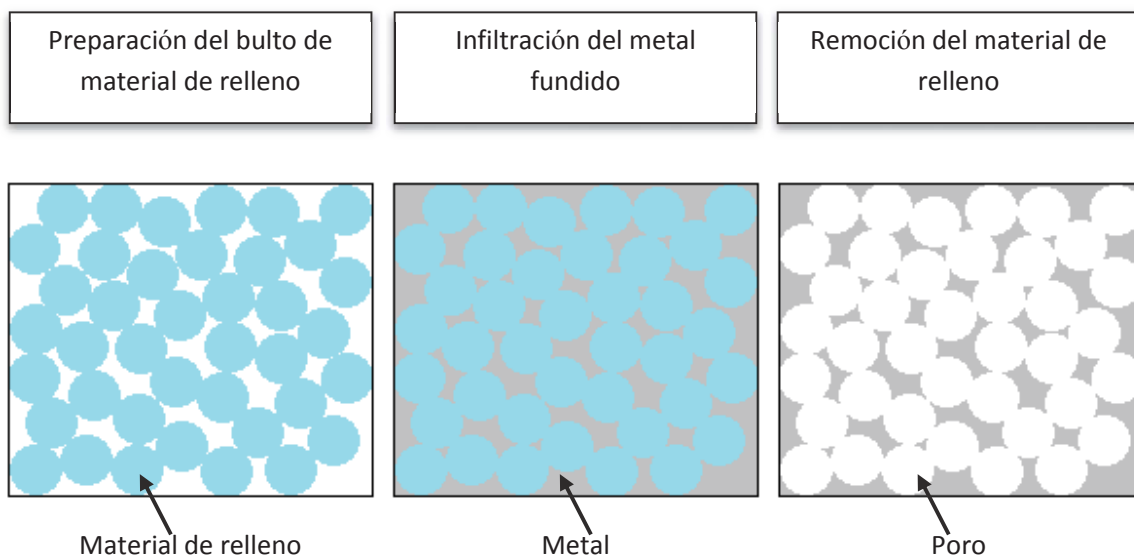


Figura 1.12 Producción de materiales metálicos celulares utilizando material de relleno [2].

Un amplio intervalo de metales puede ser procesado por este método, incluyendo aluminio, magnesio, zinc, plomo, estaño, etc. También pueden fabricarse partes con forma predefinida, a través del diseño de un molde con la geometría deseada.



Una de las ventajas del uso de gránulos o pellets de material de relleno es que se puede tener un muy buen control de la distribución del tamaño de poro, que está dada por la distribución del tamaño de partícula de los gránulos del material de relleno. Por otro lado, las máximas porosidades que se pueden alcanzar con este método están limitadas a valores menores al 80%. [1, 2, 5, 6, 8- 12].

1.3 Caracterización de espumas metálicas

Parte de la información necesaria para analizar las propiedades de los materiales celulares se encuentra en las propiedades mismas del material con el cual fueron hecho, en la densidad relativa (o porosidad) de la espuma, el estado en el que se encuentran las celdas que los constituyen (celdas abiertas o cerradas) y el diámetro promedio de celda [4]. Estos son algunos de los parámetros que sirven para caracterizar las espumas metálicas. Una espuma metálica puede ser caracterizada de diversas maneras, sin embargo, el objetivo siempre es el mismo: obtener datos acerca de las características físicas o mecánicas de dichos materiales [2].

Cuando se estudia un material celular producido por el hombre se puede reconocer rápidamente que el método de producción utilizado conduce a diferentes estructuras, es decir, las estructuras celulares están determinadas por el proceso por el cual fueron producidos dichos materiales, al igual que los materiales celulares encontrados en la naturaleza.

Por un lado puede realizarse un análisis de la matriz metálica de la espuma, la cual consiste en granos, precipitados, dendritas, o diferentes fases pueden ser observadas, es decir podemos analizar la microestructura del metal base, aunque esto no nos proporcione la información necesaria para caracterizar el material propiamente como un material celular. Por otro lado, existen parámetros o datos que nos pueden ayudar a caracterizar el material como un material celular; una de las principales características de los materiales celulares, como se mencionó antes, es su densidad, ya sea en unidades



absolutas o relativas. La densidad de este tipo de materiales depende de la fracción de volumen de metal y de gas, en consecuencia, los materiales celulares están caracterizados por su densidad comparada con la densidad del metal base (por su densidad relativa). Una estimación burda de la densidad del material puede ser conseguida pesando una muestra de volumen conocido, sin embargo un resultado más exacto puede ser obtenido mediante el principio de Arquímedes; desafortunadamente no todos los componentes tienen la superficie cerrada, de tal manera que la penetración del líquido de prueba debe ser prevenida, de lo contrario esto podría invalidar la prueba. La distribución local de los componentes celulares puede ser determinada mediante una radiografía de rayos X o una tomografía computarizada (XCT); esta última técnica nos permite también estudiar la estructura y los defectos de la celda.

Además de la densidad, la arquitectura celular (análisis estructural) de este tipo de materiales es una propiedad fundamental en la caracterización de un material celular, ya que es bien sabido que la estructura celular de este tipo de materiales es el factor clave que determina sus propiedades, y para este propósito es importante realizar un análisis de las celdas que constituyen al material completo. En este sentido, un material celular no tiene celdas ideales, sin embargo, el análisis de celdas ideales es de mucha ayuda al momento de describir la arquitectura de una espuma metálica. Por otro lado, como ya se mencionó antes, las celdas dentro de un metal celular pueden estar abiertas o cerradas, sin embargo en la mayoría de los casos se tiene una mezcla de ambos tipos de celdas. En resumen, para llevar a cabo la descripción de las celdas es necesario tener información de ciertos parámetros como la forma y el tamaño de la celda, la topología, geometría de las paredes de la celda y su relación con las celdas vecinas. Algunos métodos comunes, como la microscopía óptica y un análisis cuantitativo de imagen, proporcionan este tipo de información [6]. La figura 1.13 muestra dicha clasificación de los métodos utilizados en la caracterización de las espumas metálicas.

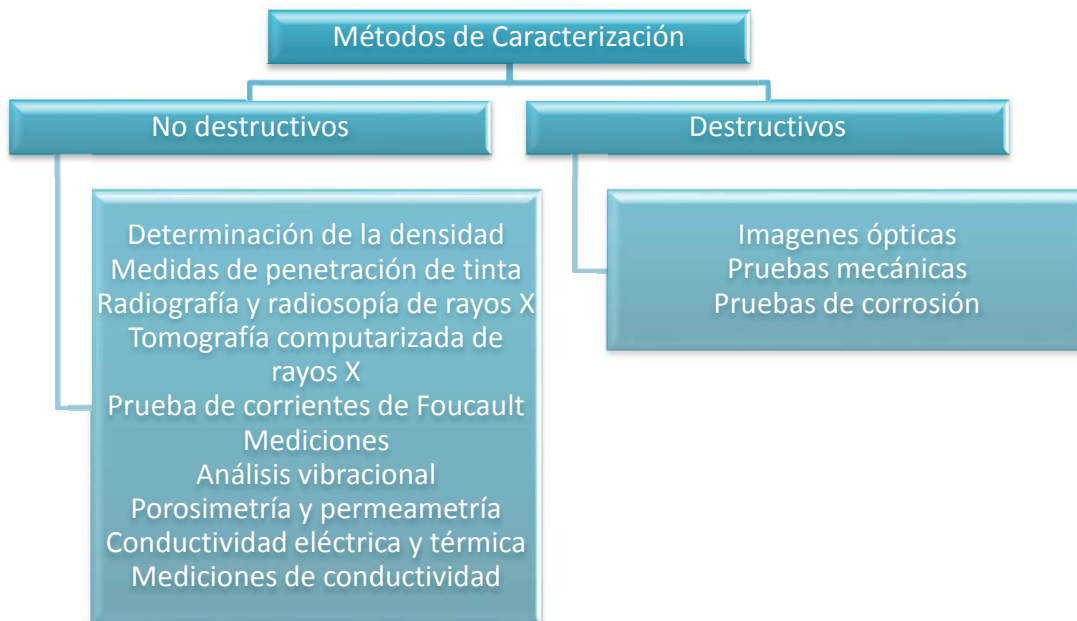


Figura 1.13 Métodos de caracterización de materiales celulares.

El objetivo principal al realizar la caracterización de un material celular es definir cuáles son los parámetros estructurales del material y entender que influencia tienen dichos parámetros en las propiedades del material celular [6]. Existen diferentes métodos para caracterizar un material celular, los cuales pueden ser clasificados dentro de dos grandes grupos, en base al grado de daño que pueda recibir la muestra que se esté analizando, es decir, si la espuma es deformada irreversiblemente o si permanece sin cambios durante el proceso de caracterización.

1.3.1 Métodos no destructivos de caracterización

Existe un amplio intervalo de métodos de caracterización de metales celulares que no implican la destrucción o alteración del material celular. A continuación se enumeran y discuten este tipo de métodos.



1.3.1.1 Determinación de la densidad y la porosidad de la muestra.

Como ya se mencionó antes, la densidad de los materiales celulares es un parámetro muy importante en la caracterización de dichos materiales, también se mencionó que la manera de determinar este valor es mediante el pesaje de la muestra y la determinación del volumen de la misma, que puede ser mediante el Principio de Arquímedes (a través de la medición de la flotabilidad de la muestra en un líquido de densidad conocida). Sin embargo, si la muestra no tiene una piel externa completamente cerrada existe el riesgo de que el líquido penetre dentro de los poros, esto puede ser prevenido, recubriendo la superficie externa de la muestra con una película polimérica. Otra forma para determinar el volumen de la muestra, es mediante el maquinado de la espuma, para obtener muestras con una forma geométrica determinada y con dimensiones conocidas, de esta manera el volumen puede ser calculado con las diferentes fórmulas de determinación del mismo.

La distribución de la densidad de un material celular real está influenciada por muchas características estructurales como las características de los poros (tamaño, forma, fracción de poros, entre otras) y la arquitectura o esqueleto celular. Por ejemplo, mientras mayor sea la fracción de volumen de los poros en un material celular, menor será la densidad del material. [2, 6].

1.3.1.2 Tomografía computarizada de rayos X

La tomografía computarizada de rayos X, XCT, por sus siglas en inglés, proporciona imágenes de a diferentes grados de magnificación de los planos dentro de la espuma, que pueden ser ensamblados en una imagen de tres dimensiones, permitiendo conocer la distribución de la densidad de la espuma precisamente en tres dimensiones. Las imágenes de las muestras son tomadas desde un gran número de direcciones, usualmente mediante la rotación y traslación de la fuente y el detector alrededor de la muestra. A partir de las diversas imágenes obtenidas, se puede hacer una reconstrucción matemática de la



atenuación de los rayos en cualquier punto y por lo tanto la densidad local. Este método permite la examinación del interior de una espuma, y es suficientemente rápido que la distorsión de la celda puede ser estudiada a través de imágenes sucesivas a medida que la muestra se deforma. La figura 1.14 esquematiza el funcionamiento de un dispositivo de rayos X, así como un ejemplo de una imagen 3D obtenida por este método, mientras que la figura 1.16 presenta una comparación de imágenes obtenidas por esta técnica, por SEM y por microscopía óptica [2, 5, 6].

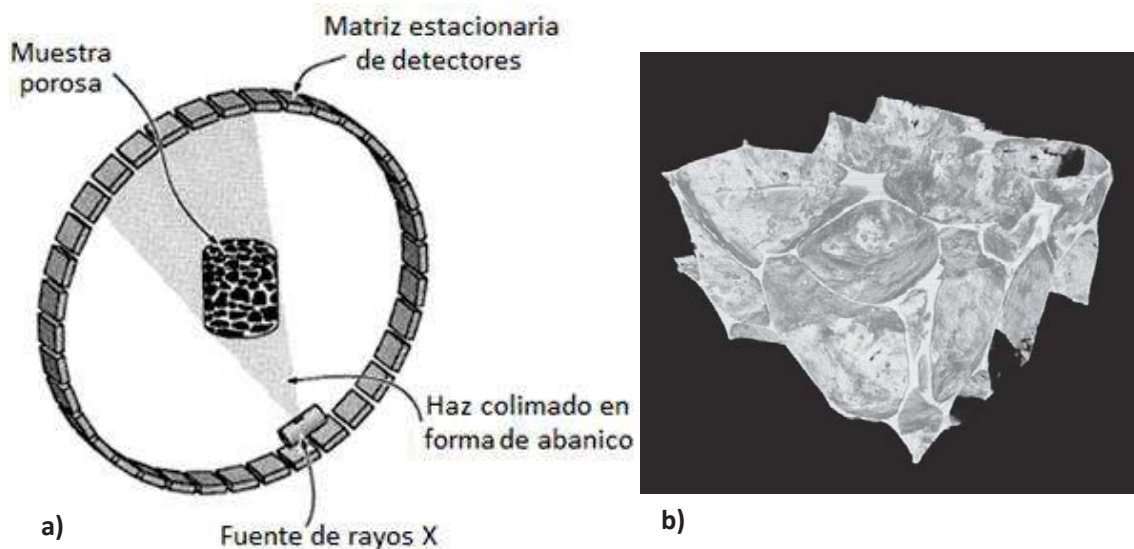


Figura 1.14 a) Esquematización del método de tomografía computarizada de rayos X y b) Imagen 3D de alta resolución de una espuma de zinc obtenida a partir de una tomografía computarizada [2].

1.3.1.3 Microscopía Electrónica

Básicamente, un microscopio es un sistema óptico que permite observar objetos que son demasiado pequeños para observarlos a simple vista, obteniendo una imagen del objeto y magnificándola para observar sus detalles característicos.

Existen varios tipos de microscopios, siendo el microscopio óptico el más común, el cual utiliza luz y tiene una resolución del orden de micrómetros. Otro tipo es el microscopio



electrónico, que tiene grandes aplicaciones dentro de la investigación por las ventajas que ofrece sobre el microscopio óptico; éste utiliza un haz de electrones. Existen dos tipos principales de microscopios electrónicos: microscopio electrónico de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) y el microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en inglés). El primero nos permite observar la estructura interna y detalles estructurales de una muestra (hasta resoluciones de angstroms), mientras que el segundo nos da información sobre la morfología y características de la superficie [36].

Esta técnica es sencilla, la única precaución necesaria está relacionada con la preparación de la muestra. Además de resultar muy informativa para espumas de celda abierta. En el caso de espumas con celdas cerradas, a menudo presentan imágenes confusas de las que no se puede extraer fácilmente información acerca del tamaño y la forma, en este caso es mejor utilizar microscopía óptica [5].

1.3.1.4 Corriente de Foucault

La densidad relativa y el tamaño de poro son datos muy importantes en la caracterización de las espumas metálicas, estos parámetros pueden ser determinados a través de la medición de la impedancia eléctrica de multifrecuencias. Este análisis se logra mediante el uso de una bobina de excitación que produce un campo magnético alternante. La inducción causa corrientes parásitas o corrientes de Foucault y un campo magnético correspondiente alrededor de la muestra, el cual puede ser recogido después con una bobina secundaria. Las corrientes parásitas no solo dependen de algunos factores geométricos y de la frecuencia, sino también de las propiedades de la espuma; se puede demostrar que la porosidad tiene un marcado efecto en la señal de salida, por lo tanto, este método puede ser usado en la medición de densidades locales y otros parámetros del poro de la muestra, después de una calibración apropiada [2].



1.3.1.5 Mediciones acústicas

La propiedad de absorber sonido de los medios porosos es usualmente medida en un tubo de impedancia, que permite realizar mediciones rápidas y precisas. Tan solo con la incidencia perpendicular de la onda de sonido en la muestra, ésta puede ser caracterizada. El tubo de impedancia contiene la muestra en forma de disco cerca de uno de los extremos y a una distancia variable de la pared posterior, y un emisor de sonido y un detector en el extremo puesto. Para un intervalo usual de frecuencias acústicas, se utilizan tubos con un largo de aproximadamente 60 cm y un diámetro de 30 y 100 mm para altas (≥ 0.8 kHz) y bajas (≤ 1.6 kHz) frecuencias, respectivamente. Normalmente se mide la atenuación como una función de la frecuencia. Si la cavidad que existe entre la muestra y la pared trasera también es variada, se pueden obtener una serie de funciones $\alpha(v)$: coeficiente de absorción contra frecuencia; si la muestra tiene poros interconectados, las curvas de absorción son desplazadas a bajas frecuencias cuando aumenta la cavidad. En caso contrario, para muestras densas y muestras con poros cerrados, se tiene la misma curva de absorción independiente de la cavidad debido a que el sonido no puede penetrar en la muestra y entonces la absorción se lleva a cabo en la superficie. Es necesario realizar mediciones en más de una muestra y es muy útil realizar dos mediciones por cada muestra, una por cada orientación posible, ya que la superficie de la muestra es claramente diferente en cada orientación, mientras que el volumen permanece sin cambio si la muestra es girada [2].

1.3.1.6 Análisis vibracional

Este tipo de análisis nos permite determinar el módulo de Young y el factor de pérdida de un material. En la técnica más simple, en la cual una barra larga con sección rectangular o redonda o una placa cuadrada delgada hecha del material a analizar es sometida a vibraciones y se pueden crear excitaciones longitudinales, transversas o torsionales. La muestra puede ser sujeta por uno o dos extremos, o ser soportada o suspendida por cables delgados; y puede ser excitada por un campo magnético y las vibraciones



resultantes pueden ser recogidas por una bobina de impedancia, otra posibilidad es fijar la muestra directamente a un vibrador electromagnético [2].

1.3.1.7 Porosidad

Cuando se trata de materiales metálicos celulares con poros abiertos, existe el interés en determinar parámetros relacionados con la estructura interna del material, tales como el área superficial específica, distribución del tamaño de poro y de las interconexiones (canales). Actualmente existen varios métodos utilizados para este fin.

- a) Porosimetría de mercurio. Esta técnica está basada en la intrusión y extrusión de mercurio dentro del volumen de los poros con ayuda de presión. Los valores de presión y volumen introducido están relacionados con el tamaño de las celdas.
- b) Técnicas de adsorción de gas (BET). Estas técnicas permiten una determinación del área superficial interna total de un material celular. Aún poros muy pequeños, de la escala atómica, pueden ser detectados.
- c) Permeametría. Esta técnica está basada en el flujo de un gas o un líquido a través de un medio poroso, en la cual se mide la pérdida de presión Δp a lo largo de una columna de espuma de longitud conocida como una función de la velocidad media del fluido. Se encuentra que, para aquellos fluidos cuya flujo es lento, es decir a bajas velocidades (denominados fluidos por fuerza viscosa), se tiene una relación lineal, dominada por la Ley de Darcy, mientras que para aquellos fluidos que viajan a altas velocidades la dependencia es cuadrática, representados por la Ley de Forchheimer, para este tipo de fluidos las pérdidas de energía debido a la inercia del flujo del fluido son importantes. Asumiendo que la fricción está relacionada con el área superficial interna, se puede obtener un estimado del área superficial específica. Sin embargo, los valores obtenidos mediante esta técnica son menores a los obtenidos por la técnica de BET ya que solo una parte de superficie interna interactúa con el fluido. La figura 1.15 muestra el comportamiento que presenta la



caída de presión, por unidad de longitud, a través de diferentes materiales porosos.

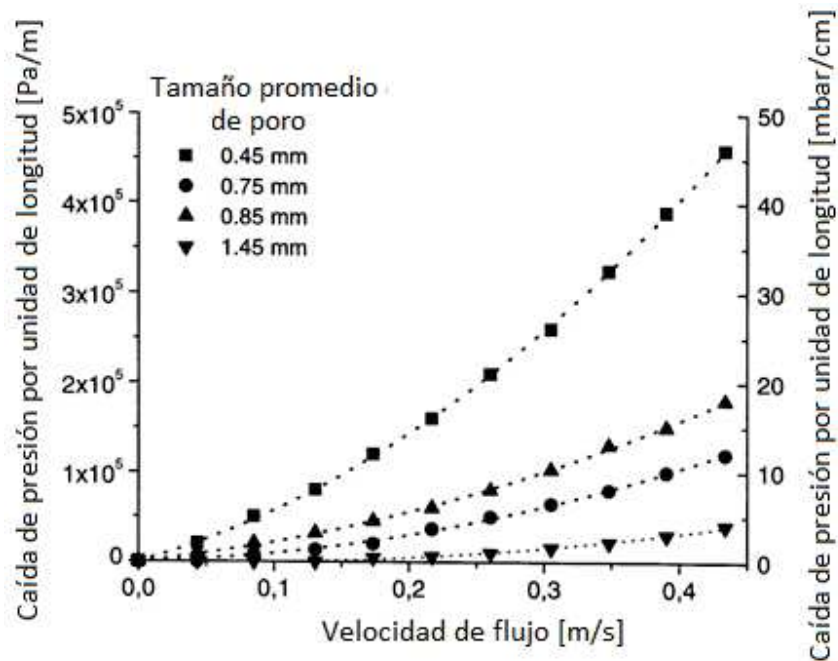


Figura 1.15 Mediciones de caída de presión en varios materiales con celdas abiertas [2].

d) Método del punto de burbuja. En esta técnica, en primer lugar el volumen de poros es llenado con un fluido y después se aplica un incremento monótono de la presión externa. A cierto valor de presión, la fuerza capilar del líquido es superada y el líquido es expulsado de la muestra dando lugar a una disminución en la resistencia, cuando la presión aplicada es incrementada, los poros continúan siendo vaciados, en orden de tamaño, de tal manera que también los poros más pequeños se vacían hasta que finalmente la muestra queda seca. Esta técnica puede proporcionarnos información acerca la distribución del tamaño de poro, mediante la comparación de la velocidad de flujo como función de la caída de presión con la correspondiente curva de la muestra seca [2].



1.3.2 Métodos destructivos de caracterización

1.3.2.1 Análisis de imagen óptica

La morfología y la estructura de un material celular pueden ser analizadas mediante observaciones ópticas a varias magnificaciones. Aunque este análisis no es destructivo, la preparación de la muestra usualmente requiere de cortes o de pulido del material, por lo tanto esta técnica de caracterización es considerada destructiva.

Se puede determinar la distribución de celdas o de tamaño de poro, o realizar un análisis de forma de las celdas mediante el uso de programas comerciales de análisis de imagen, dichos programas identifican las celdas individuales en el plano de preparación. Sin embargo, no es fácil obtener resultados significativos, además de que se requiere una preparación muy cuidadosa del material. La distribución de poro determinada por esta técnica no es la verdadera, debido a que las intersecciones a través de las celdas individuales están orientadas al azar en el espacio, por lo tanto, los resultados requieren de una interpretación. La figura 1.16 muestra las imágenes de un material poroso con diferentes técnicas, la cual nos permite observar las ventajas entre dichas técnicas [2].

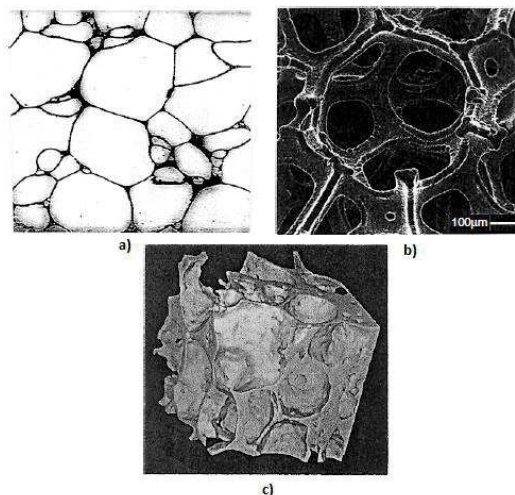


Figura 1.16 a) Micrografía óptica de una sección pulida de una espuma, b) Micrografía SEM de una espuma y c) Tomografía de rayos X de una espuma [2].



1.3.2.2 Propiedades mecánicas

En muchas de las aplicaciones tecnológicas actuales, se hace hincapié en las propiedades mecánicas de los materiales utilizados. Por ejemplo, en la fabricación de aviones, los materiales de construcción deben ser ligeros y deben resistir cargas mecánicas cíclicas durante un periodo largo de tiempo; o una fibra óptica debe tener cierto grado de resistencia para tolerar los esfuerzos que se encuentre durante su aplicación. Por otro lado, muchos de los componentes diseñados con plásticos, metales y cerámicos, no sólo deben tener la tenacidad y resistencia suficientes a temperatura ambiente, sino también a temperaturas relativamente altas y bajas. Por esta razón, los análisis de pruebas mecánicas de los metales celulares son un prerrequisito para cualquier aplicación estructural. Los resultados de estas pruebas proporcionan datos necesarios para la evaluación de aplicaciones específicas y también pueden ayudar a construir una base de datos, que es necesaria para el modelado de materiales celulares o componentes que contengan dichos materiales. Los métodos de caracterización son, en principio, los mismos que para los materiales no celulares, sin embargo, algunas veces son necesarias ciertas modificaciones a los procedimientos debido a la naturaleza específica del material celular [2].

Cuando se habla de propiedades mecánicas existen dos términos muy importantes: esfuerzo y deformación. En general, se define al esfuerzo como una fuerza que actúa sobre el área unitaria en la que se aplica. La figura 1.17 muestra los diferentes esfuerzos que pueden ser aplicadas a una muestra. La deformación unitaria se define como el cambio de dimensión por unidad de longitud. Al describir el esfuerzo y la deformación unitaria, es útil imaginar que el esfuerzo es la causa y la deformación el efecto. El esfuerzo suele ser expresado en Pa (pascales), mientras que la deformación unitaria no tiene dimensiones y con frecuencia se expresa en %.

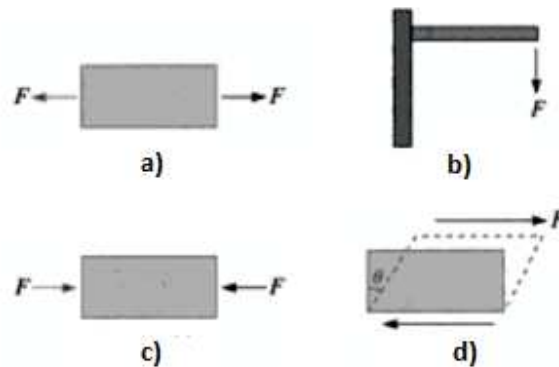


Figura 1.17 Diferentes tipos de esfuerzos aplicados a una muestra: a) tensión, b) flexión, c) compresión y d) cortante o de cizallamiento [37].

Un tipo particular de deformación es la deformación unitaria elástica, la cual se define como una deformación restaurable debido a un esfuerzo aplicado. Una deformación es elástica si se desarrolla en forma instantánea, es decir, se presenta tan pronto como se presenta la fuerza, permanece mientras se aplica el esfuerzo y desaparece tan pronto se retira la fuerza, por eso se dice que es restaurable. Por lo tanto, un material sujeto a deformación elástica no muestra deformación permanente, por lo que una vez que el esfuerzo es retirado regresa a su forma original. En muchos materiales el esfuerzo y la deformación elástica, presentan una relación lineal, como se muestra en la figura 1.18.

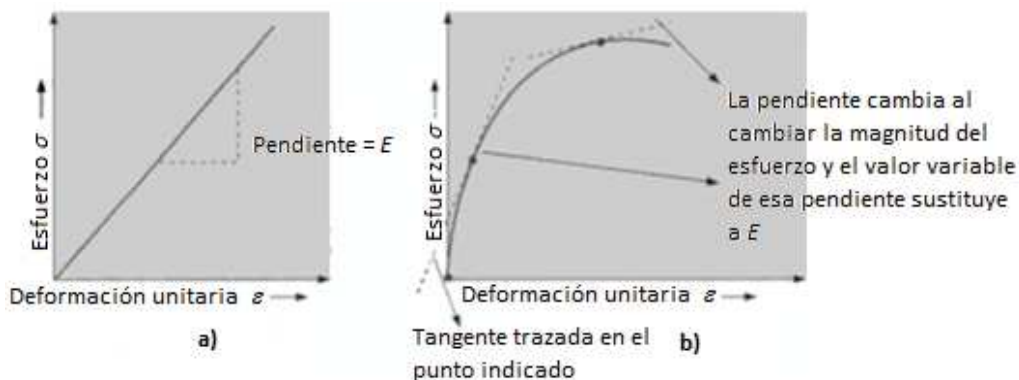


Figura 1.18 Gráficas esfuerzo-deformación para un a) material elástico y b) material no lineal [37].



La pendiente en la porción lineal de la curva esfuerzo-deformación y define el módulo de Young o módulo de elasticidad (E) de un material, figura 1.18 a), cuyas unidades son las mismas unidades del esfuerzo. Un ejemplo de materiales no lineales son los elastómeros, como el hule natural o siliconas, los cuales se encuentran formados por largas cadenas de polímeros, que se estiran y contraen de una manera semejante a resortes, lo cual explica la enorme deformación elástica que presentan dichos materiales. Continuando con la definición del módulo de Young, es importante mencionar que el inverso de este módulo es denominado flexibilidad o capacidad elástica de deformación del material.

La contraparte de la deformación elástica es la deformación plástica, la cual es permanente. En este caso, cuando se quita el esfuerzo, el material no regresa a su forma original. La deformación plástica no hace referencia a materiales plásticos o poliméricos, sino que se puede presentar en cualquier material, por ejemplo la abolladura en un auto. En el caso de materiales celulares, la deformación plástica también es conocida como etapa de densificación, más adelante se explicarán las etapas que están involucradas en las pruebas de compresión de los materiales celulares.

Otro parámetro importante, desde la perspectiva de las pruebas mecánicas, es la velocidad con la que se desarrolla la deformación de un material y es definida como velocidad de deformación, cuyas unidades son s^{-1} . Muchos materiales que son considerados dúctiles se comportan como sólidos frágiles cuando son sometidos a velocidades de deformación altas, bajo estas condiciones, la carga utilizada es denominada carga dinámica o de impacto [37].

Cuando hablamos de materiales estructurales, una de las propiedades más importantes es precisamente su comportamiento elástico lineal, el cual está descrito, para un material isotrópico, además del módulo de Young, por el módulo de cizalla o de corte, G . En la actualidad, los materiales celulares metálicos han cobrado gran interés como materiales estructurales, sin embargo, algunas espumas no presentan un comportamiento isotrópico



debido al proceso utilizado para su manufactura, por lo que serán necesarios más de dos módulos para describir su comportamiento elástico.

Los materiales celulares, debido a su naturaleza, presentan una serie de características que tienen cierta influencia sobre el módulo de Young como son:

- Estructura de la espuma. El mecanismo de deformación de las celdas dependerá del tipo de estructura que se tenga. Si es de poro abierto, el principal mecanismo de deformación es la flexión de los bordes de la celda; y si la estructura es de poro cerrado, el mecanismo principal es tensión y compresión de los bordes de la celda y los esfuerzos en las membranas en las paredes de la celda juegan también un papel importante en el mecanismo de deformación. Por otro lado, la presencia de imperfecciones pueden tener un gran impacto en el módulo de Young de la espuma si dichas imperfecciones son de gran extensión. Finalmente, otros parámetros estructurales como el tamaño y forma de la celda tienen una menor influencia en “E”.
- Densidad de la espuma. La figura 1.19 muestra gráficamente que, en general, la tendencia que existe entre la densidad relativa de la espuma y el módulo de Young es directamente proporcional, es decir, a medida que aumenta la densidad de la espumas el módulo de Young será mayor.

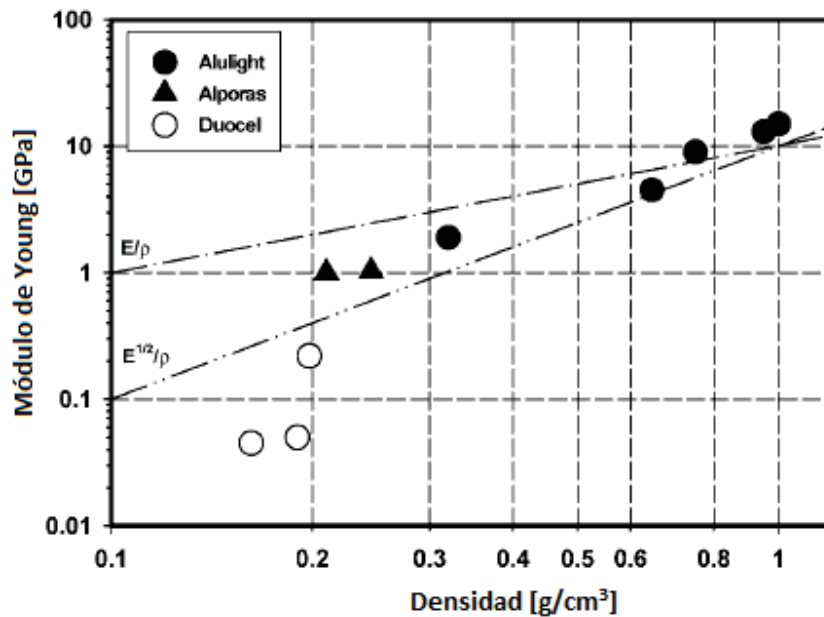


Figura 1.19 Dependencia del módulo de Young en la densidad de la espuma para diferentes tipos de espumas de aluminio [6].

- Deformación de la espuma. A medida que la espuma es deformada, la estructura de ésta se ve modificada por los diferentes mecanismos de deformación. Por lo tanto, el Módulo de Young cambiará con respecto a la deformación. Es por lo anterior que se vuelve muy importante especificar a qué valor de deformación se determina el módulo de Young, ya que éste cambia a medida que se incrementa la deformación, como se puede ver en la figura 1.20.

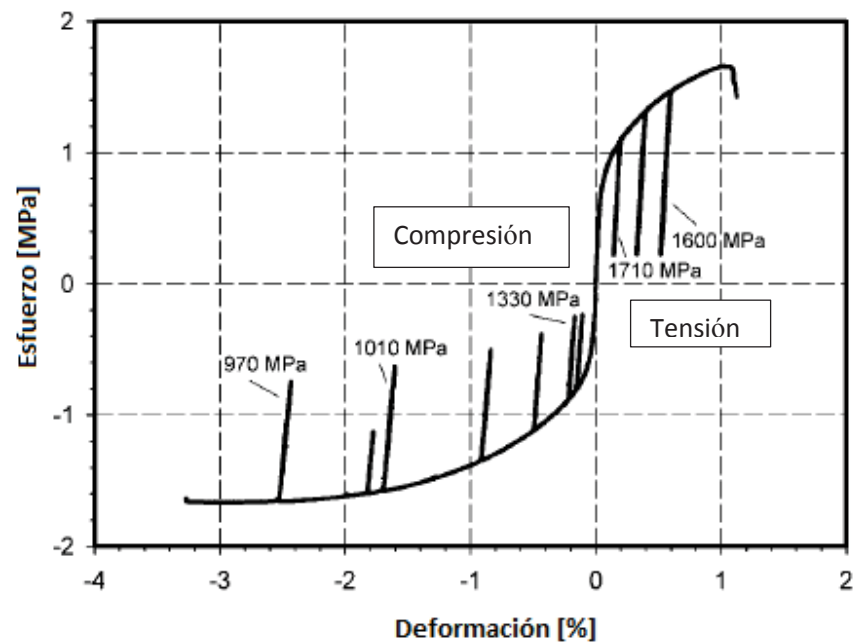


Figura 1.20 Curva esfuerzo-deformación para pruebas de tensión y compresión, y determinación del módulo de Young (del módulo sin carga) para espumas de aluminio Alporas [6].

En la figura anterior podemos observar que, a medida que se incrementa la deformación, el módulo disminuye más rápido en compresión que en tensión, pero en general la tendencia es que el módulo disminuye a medida que la espuma es deformada [6].

Para determinar el módulo de corte se utiliza una probeta similar a la utilizada en las pruebas de tensión, la cual es sometida a un esfuerzo de torsión; al igual que las demás pruebas, los parámetros utilizados durante el desarrollo de esta prueba, debe cumplir con las especificaciones de las normas ASTM. El torque se determina a partir de la celda cargada. El módulo de corte es determinado de la misma manera que el módulo de Young, a partir de la porción lineal de la curva esfuerzo-tensión y el estrés máximo es tomado como la resistencia al corte o cizallamiento [5].



Las diferentes pruebas mecánicas pueden ser agrupadas de la siguiente manera:

- De acuerdo al tipo de tensión aplicada: uniaxial, biaxial, multiaxial o hidrostático. La prueba de tensión uniaxial puede ser desarrollada en muestras cilíndricas que presentan un diámetro menor en el centro de la probeta, denominada “cintura”. Ésta debe ser maquinada para tener una forma especificada de acuerdo a una norma ASTM. Las dimensiones mínimas de la muestra deben ser por lo menos siete veces el tamaño de la celda. El módulo de Young es medido a partir de la porción cargada de la curva esfuerzo-tensión, mientras que la resistencia a la tracción es tomada como el estrés máximo. [5]
- De acuerdo al modo de carga o tipo de esfuerzo aplicado: compresión, tensión, cizalla, flexión o torsión. La prueba de compresión uniaxial se desarrolla de una mejor manera sobre muestras prismáticas o cilíndricas de la espuma, cuya relación altura-grosor excede una relación de 1.5. De igual manera que para las pruebas de tensión, las dimensiones de la muestra deben ser al menos siete veces el tamaño de la celda [5].

Durante el ensayo de compresión se aplica un esfuerzo sobre la muestra, que dará como resultado la deformación de la misma. Estos dos parámetros al ser graficados dan como resultado una curva esfuerzo-deformación, cuya forma típica para espumas metálicas se muestra en la figura 1.21.

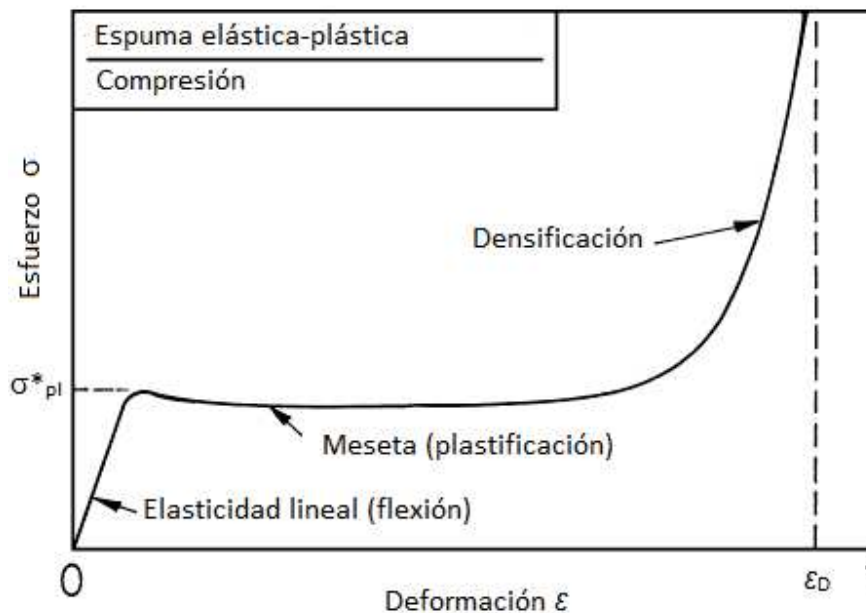


Figura 1.21 Curva típica esfuerzo-deformación de una espuma y las regiones que la describen: deformación elástica lineal, meseta de esfuerzo y régimen de densificación o deformación plástica [38].

La figura 1.21 muestra que, el ensayo de compresión de metales celulares da como resultado una curva esfuerzo-deformación única compuesta por tres regiones. La primera de ellas corresponde a la región elástica del material, en la cual la deformación es controlada por la flexión tanto de los bordes como de las paredes de la celda; como ya se mencionó antes, esta región lineal está caracterizada por el módulo de Young. La segunda región corresponde a la meseta de compresión (plateau), la cual responde al progresivo colapso de las celdas. La tercera y última región, es aquella en la cual no hay más espacio para que las celdas puedan colapsar, dando lugar a la densificación del material [1]. La meseta de compresión es una región en la cual el esfuerzo es casi constante sobre un amplio intervalo de deformación. Es este comportamiento el que hace a los metales celulares interesantes para aplicaciones de absorción de energía donde, a un esfuerzo constante relativamente bajo, se puede absorber una gran cantidad de deformación. Los mecanismos de deformación presentes en un ensayo de compresión dependen del



material del cual está hecha la espuma, sin embargo, usualmente, las espumas muestran un comportamiento considerablemente dúctil. Dependiendo de la estructura celular y de las propiedades del material con que están hechas, la región de meseta de la curva esfuerzo-deformación puede no ser plana, sino que muestra una ligera pendiente o incluso puede presentar ondas, como se muestra en la figura 1.22 [6].

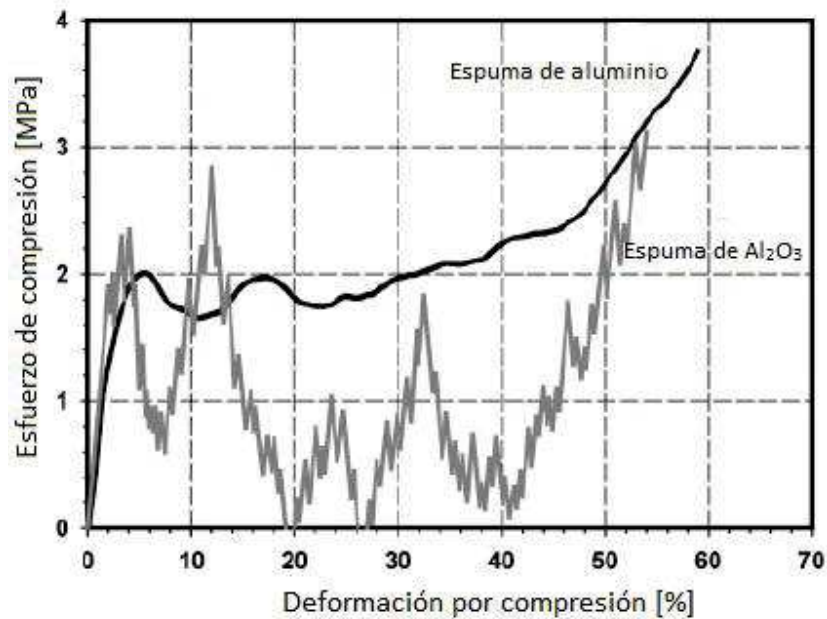


Figura 1.22 Curva esfuerzo-deformación en compresión para una espuma dúctil de aluminio y una espuma quebradiza de alúmina [6].

Las propiedades mecánicas de las espumas, como la meseta de esfuerzo σ_{pl} y el módulo de Young E , dependientes solamente de la densidad de la espuma, ρ^* , pueden ser estimadas utilizando el modelo de Gibson y Ashby, quienes utilizaron un modelo simple de una celda cúbica. Dicho modelo propone una relación simple entre la densidad relativa ρ^*/ρ_{sMg} y el módulo de Young, E , y la meseta de esfuerzo σ_{pl} , para espumas con celdas abiertas, como sigue:



$$\frac{E}{E_{sMg}} = A \left(\frac{\rho^*}{\rho_{sMg}} \right)^2 \quad \text{Ec. 1.1}$$

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_{ys}} = C \left(\frac{\rho^*}{\rho_{sMg}} \right)^{3/2} \quad \text{Ec. 1.2}$$

En la ecuación (1) E_{sMg} es el módulo de Young del material del borde sólido de la celda (que para el magnesio es 40 GPa) [39], “A” es una constante que está relacionada con la geometría de la celda, con un valor de 1. En la ecuación (2) σ_{ys} , que en este caso es 21 MPa [39]. A partir de datos de espumas de poliuretano y varios metales celulares, se sugiere que la constante C de la ecuación (2) tenga un valor de 0.3, aunque en la práctica las constantes A y C varían en un amplio intervalo, dependiendo del tipo de espuma [6, 40]. La figura 1.23 muestra la relación que existe entre E, σ_{pl} y la densidad relativa, ρ^*/ρ_{sMg} , a través de las curvas esfuerzo-deformación en compresión de espumas de aluminio (Alulight) con diferentes densidades.

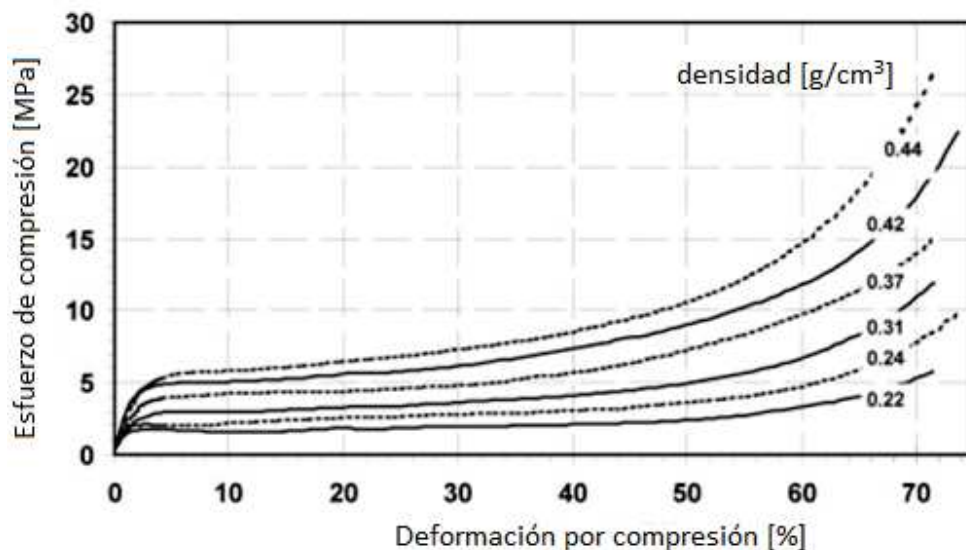


Figura 1.23 Curvas esfuerzo-deformación para el ensayo de compresión de espumas de aluminio (Alulight) con diferentes densidades [6].



El incremento de la meseta de esfuerzo a medida que la densidad de la espuma aumenta es muy evidente. Existen diferentes métodos para determinar la meseta de esfuerzo dependiendo del camino que sigue la curva. Si existe un pico de esfuerzo al principio de la meseta, este pico o una sección claramente plana de esfuerzo será tomada como el valor de la meseta de esfuerzo. Si no existe un pico de esfuerzo, la región de meseta será extrapolada a menores deformaciones y la intersección con la línea elástica inicial o la ordenada R_{pe} indica la meseta de esfuerzo. Esta meseta juega un papel muy importante en la caracterización del comportamiento de absorción de energía de la espuma, además de ser una propiedad del material que nos proporciona información acerca del rendimiento en los ensayos de compresión de la espuma. [6]

Otras pruebas mecánicas incluyen mediciones de resistencia a la fractura en muestras con muescas y pruebas de indentación con varias formas de indentador [2]. Para obtener datos reproducibles de la dureza de las espumas, es necesario que el indentador (una esfera, por ejemplo) tenga un diámetro D tal que sea grande comparado con el tamaño de la celda. Los efectos de borde se evitan si las indentaciones están por lo menos a un diámetro de indentador lejos de los bordes de la placa. Ya que las espumas son compresibles, su resistencia a la indentación es solo ligeramente mayor que su resistencia a la compresión uniaxial [5].

1.4 Propiedades de las espumas metálicas

Como ya se mencionó antes, las características de una espuma se resumen mejor mediante la descripción de los materiales de los cuales está hecha, su densidad relativa (ρ/ρ_s , la densidad de la espuma dividida por la densidad del sólido) y sabiendo si la espuma es de poro abierto o cerrado. Más allá de eso, las propiedades de una espuma están influenciadas por la estructura, particularmente por la anisotropía y por los defectos. Esto es debido a que el espumado amplía dramáticamente el intervalo de propiedades de los metales [5, 6]. Sin embargo, hay propiedades que no cambian, por ejemplo, la estructura cristalina, el coeficiente de expansión térmica y la temperatura de



fusión. Por otro lado, otras propiedades físicas, como la capacidad calorífica, son funciones típicamente lineales de la densidad. Finalmente, hay muchas propiedades que dependen de la densidad (o porosidad) pero no de una manera lineal. Estas propiedades están influenciadas por la estructura geométrica o de la micro-arquitectura de la estructura celular como: la resistencia mecánica, la conductividad térmica y eléctrica, así como las propiedades acústicas.

Los parámetros que influyen en las propiedades de los metales celulares, en orden de importancia son [6]:

- Propiedades intrínsecas (propiedades de la pared celular).
- Densidad relativa.
- Tipo de estructura celular (celdas abiertas o cerradas).
- En una espuma con celdas cerradas, la fracción del sólido que se encuentra contenido en los nodos, bordes o las caras de la de celda.
- La irregularidad o los gradientes en la distribución de la masa.
- El tamaño de la celda y la distribución de tamaño.
- La forma de la celda y su anisotropía.
- Conectividad de los bordes de las celdas.
- Los defectos, es decir, paredes de la celda dobladas o fracturadas.

Como se mencionó previamente, el método de producción de espumas metálicas es determinante en las características de dicha espuma; que incluyen el tipo, forma, tamaño, número (porcentaje de volumen), uniformidad y área superficial de los poros. Esta diferencia en las características de las espumas resulta, por lo tanto, en propiedades diferentes, por ejemplo, los poros son esencialmente esféricos y cerrados en las espumas producidas por vía líquida, conduciendo a un alto grado de absorción de energía, mientras que los poros abiertos interconectados forman un laberinto que es altamente útil para materiales que requieren características de permeabilidad [8].



Las diferentes propiedades que se pueden encontrar en los metales celulares se muestran a continuación:

- **Propiedades mecánicas:** las propiedades mecánicas de las espumas metálicas son en gran parte, determinadas mediante su densidad, sin embargo, el tamaño y estructura del poro, así como su distribución son también parámetros importantes en la determinación de dichas propiedades. Como una regla general, existe una estrecha relación entre la densidad y las propiedades mecánicas, como la resistencia a la compresión [8]. Una de las propiedades más importantes de un material estructural es el comportamiento lineal elástico, el cual está descrito, como ya se ha mencionado, para materiales isotrópicos por el módulo de Young (E) y el módulo de corte (G). Sin embargo, algunas espumas no tienen un carácter isotrópico debido al método de producción, que como ya se mencionó, la forma en la que son producidas las espumas metálicas afecta su estructura y sus propiedades, por lo tanto, para describir su comportamiento lineal elástico son necesarios más de dos módulos.

Por otro lado, las espumas metálicas, en compresión, muestran una respuesta única de esfuerzo-deformación, con una región de meseta (plateau), en la cual el esfuerzo es casi constante sobre un amplio intervalo de deformaciones. Es este comportamiento el que hace interesantes a las espumas metálicas para aplicaciones de absorción de energía. El comportamiento de estas espumas es muy parecido al de las espumas de polímeros, por lo tanto el mecanismo básico de deformación y la respuesta esfuerzo-deformación son bastante conocidos [6].

- **Características de absorción de energía:** un buen material absorbente de energía debe soportar grandes deformaciones a relativamente bajos niveles de esfuerzo constante. Debido a su comportamiento en ensayos de compresión, los metales celulares (especialmente las espumas) son especialmente adecuadas para aplicaciones de absorción de energía. La capacidad de absorber energía (la energía



absorbida por unidad de volumen) está dada por el área bajo la curva esfuerzo-deformación, es decir, por el comportamiento que presentan ante la compresión. En este sentido, los metales celulares deben su buena capacidad y eficiencia de absorción de energía (la cual está definida como la relación entre la energía absorbida por el material E_V y la energía absorbida por un material plástico ideal $E_{V,ideal}$ en un cierto rango de deformación, ver figura 1.24) a su extenso régimen de meseta. Por otra parte, la resistencia a la deformación puede ser incrementada entre cinco y seis veces su valor original mediante la selección de un material de relleno con el tamaño de grano apropiado o mediante el uso de una aleación adecuada [8]. Las ventajas de las espumas metálicas, para esta aplicación, son su densidad relativa baja, su nivel ajustable de meseta de esfuerzo y buena resistencia a la temperatura [6].

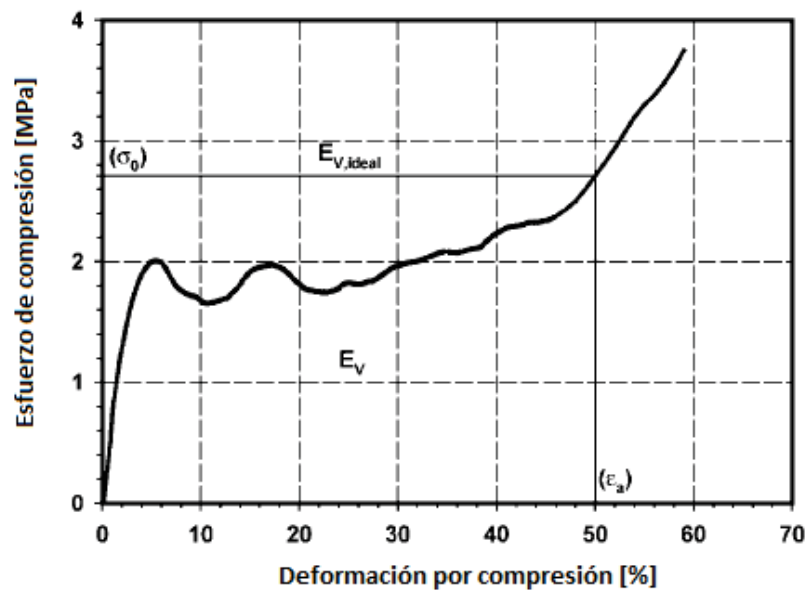


Figura 1.24 Eficiencia de la absorción de energía η

- Permeabilidad: la permeabilidad es la propiedad clave de los materiales con alta porosidad para una variedad de propósitos, tales como filtración, separación



líquido-líquido, atenuación del sonido, etc. La permeabilidad generalmente incrementa a medida que el tamaño de poro es incrementado, esta propiedad se ve también afectada por la rugosidad de los poros, y es ampliamente influenciada por el número de poros cerrados dentro de la espuma. Solamente las espumas metálicas con poros abiertos poseen una alta permeabilidad. La permeabilidad a los fluidos de un material metálico puede ser determinada experimentalmente mediante la medición de la caída de presión y la velocidad de flujo volumétrico; cuando un fluido de prueba, de viscosidad y densidad conocidas, es hecho pasar a través de la espuma; así, el coeficiente de permeabilidad puede ser calculado utilizando la ecuación de Darcy:

$$\frac{\Delta P}{t} = \frac{Q\mu}{A\psi_v} \quad \text{Ec. 1.3}$$

Donde Δp es la caída de presión en $[\text{N mm}^{-2}]$, t es el espesor de la pieza de prueba en $[\text{m}]$, A es el área transversal en $[\text{m}^2]$, μ es la viscosidad dinámica absoluta del fluido de prueba en $[\text{N sec m}^{-2}]$, Q es la velocidad de flujo volumétrico del fluido en $[\text{m}^3\text{sec}^{-1}]$ y ψ_v es el coeficiente de permeabilidad viscoso en m^2 .

Generalmente, los materiales permeables son clasificados en base al coeficiente de permeabilidad, aunque también pueden ser clasificados de acuerdo su tamaño de poro o al poro promedio o al máximo.

En filtros, una alta permeabilidad y una buena retención de partículas son mutuamente incompatibles, ya que mientras menor sea la permeabilidad, menor será el tamaño de partículas retenidas por el filtro. La permeabilidad puede ser disminuida a cifras específicas mediante la compresión de la espuma, sin embargo, al mismo tiempo, el coeficiente de resistencia hidráulica incrementa [8].



- Propiedades acústicas: las características de los poros en las espumas metálicas afectan la absorción de sonido en diferentes frecuencias. En la mayoría de los casos, la espuma se comporta mejor si los poros están abiertos. El tamaño de poro afecta la eficiencia de la absorción de sonido de las espumas en todas las frecuencias, mientras más pequeños son los poros, mayor será la eficiencia de la absorción.

1.5 Aplicaciones de las espumas metálicas

Las espumas metálicas están encontrando lugar en una creciente gama de aplicaciones, y es difícil listar todas sus aplicaciones presentes y potenciales, sin embargo, es posible identificar algunas para indicar el amplio rango de circunstancias en las cuales pueden ser utilizadas las espumas metálicas. La elección de un metal poroso o una espuma metálica, para resolver un problema dado, depende de varias condiciones:

- i. Morfología: tipo y cantidad de porosidad necesaria (abierta contra cerrada), área superficial total interna requerida. La relación entre el tipo de porosidad y la aplicación se muestran en la figura 1.25.
- ii. Metalurgia: estado microestructural del metal o aleación requerida.
- iii. Tratamiento: posibilidad para la conformación de la espuma o del sólido celular o para la fabricación de compuestos entre la espuma y hojas o perfiles convencionales.
- iv. Economía: cuestiones de costos, adecuación para la producción a gran volumen.

El primer punto en particular es crucial en la evaluación de una espuma metálica, ya que ciertas aplicaciones requieren que un medio, ya sea líquido o gaseoso sea capaz de pasar a través del material celular. La siguiente figura muestra los tipos de porosidad en base a diferentes campos de aplicación. Normalmente, se hace una diferencia dependiendo de si una aplicación es “funcional” o “estructural”.

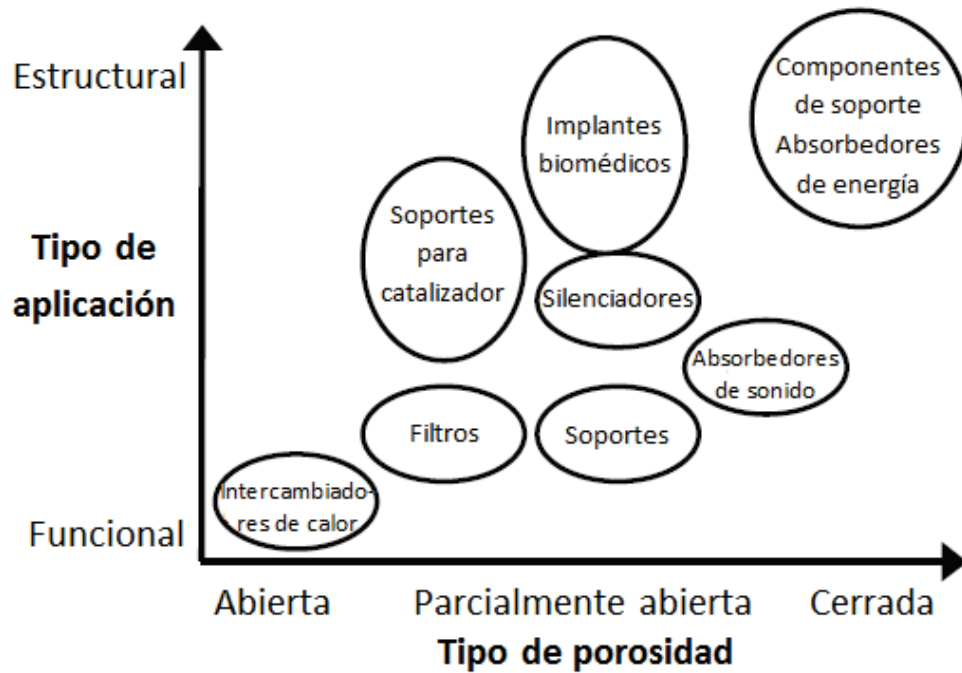


Figura 1.25 Aplicaciones de metales celulares, agrupadas de acuerdo al grado de “apertura” necesaria y en base a si la aplicación es “estructural” o “funcional” [2, 6].

Por otro lado, también es necesario considerar la cuestión de si el tipo de metales o aleaciones, de un tipo dado de estructura celular, puede ser fabricado. Las partes estructurales de soporte de carga deben ser ligeras, ya que de lo contrario podrían ser fabricadas a partir de metales o aleaciones sólidos. En este sentido, las espumas de aluminio, magnesio y titanio son preferidas para estas aplicaciones. Para aplicaciones médicas es preferido el titanio, debido a su compatibilidad con los tejidos. Por otro lado y tomando en cuenta lo discutido previamente, las espumas metálicas tienen propiedades que las hacen adecuadas para la industria automotriz. Aplicaciones potenciales también existen en la construcción naval, industria aeroespacial e ingeniería civil [2, 6, 8, 10].

1.5.1 Industria automotriz.

La creciente demanda de seguridad en los automóviles ha conducido a un mayor peso del vehículo en varios casos, este conflicto junto con demandas adicionales en el consumo de



combustible requiere de medidas adicionales para la reducción de peso. Sin embargo, la reducción en el peso del vehículo no debe afectar el tamaño de los compartimientos para los pasajeros, por lo tanto los intentos están encaminados a introducir nuevos motores compactos o reducir otras estructuras con el objetivo de mantener la comodidad de los pasajeros. Esto crea nuevos problemas en cuanto a la disipación de calor en el compartimiento del motor, ya que todos los componentes se encuentran estrechamente espaciados. Por otro lado, la necesidad de reducir las emisiones acústicas provenientes de los coches ha llevado a la demanda de nuevos absorbedores de sonido.

Las espumas metálicas ofrecen una posible solución para este problema, la figura 1.26 muestra los tres campos de aplicación para las espumas metálicas en la industria automotriz, los círculos muestran los tres principales campos presentes en la industria, mientras que los tres recuadros exteriores muestran las propiedades de las espumas que representan la ventaja en el campo dado. Como podemos observar en la figura, una aplicación ideal sería aquella que cayera en la intersección de los tres círculos, es decir, que cumpla con los tres campos [2,6].

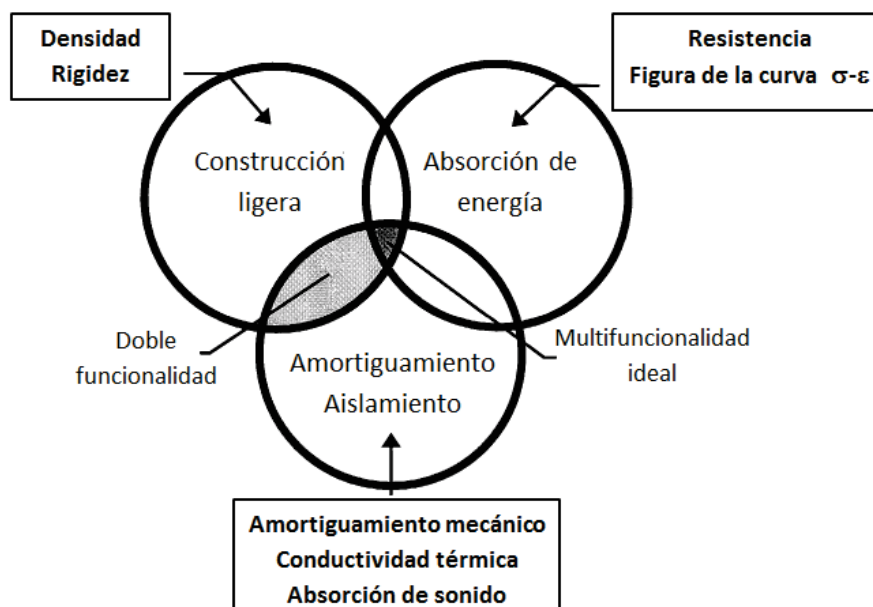


Figura 1.26 Principales campos de aplicación automotriz de las espumas metálicas. [2]



1.5.2 Construcciones ligeras.

En materia de construcciones ligeras elaboradas a partir de espumas metálicas, éstas dependen de dos propiedades, que dichos materiales celulares pueden ofrecer. La primera de ellas es que exhiben un intervalo casi reversible de deformación cuasielástica y la segunda, una muy buena relación rigidez-masa.

Las estructuras basadas en espumas son preferibles por algunas razones, como las siguientes:

- i. Pueden ser fabricadas de una manera más sencilla en una geometría dada complicada.
- ii. Pueden ser más robustas, más tolerantes a ser dañadas y tienen un comportamiento menos catastrófico ante la falla.
- iii. Pueden exhibir propiedades adicionales que son útiles, por ejemplo, resistencia al calor o propiedades acústicas.

Las espumas de aluminio pueden ser utilizadas para optimizar la rigidez a la flexión de componentes de ingeniería [10]. Utilizando estructuras rígidas tipo sándwich con hojas sólidas de metales, se pueden introducir nuevos principios estructurales para la carrocería de vehículos, por ejemplo. Una consecuencia del uso de estos materiales es que el número de componentes necesarios en el automóvil puede ser significativamente reducido si se aplica la tecnología de sándwiches de aluminio [2, 6].

1.5.3 Absorción de energía.

Las aplicaciones en sistemas de absorción de impactos ofrecen el mayor potencial de aplicación de las espumas metálicas. Cuando se trata de este tipo de aplicaciones, la característica que se explota, de los materiales en general, es el régimen de deformación plástica e irreversible. En este sentido, muchos materiales celulares son excelentes absorbedores de energía debido a su deformación a un nivel de esfuerzo casi constante



sobre una amplia gama de deformación. Las espumas metálicas superan a las espumas convencionales, debido a que presentan mayores resistencias. Por lo tanto, un campo importante de aplicación para los metales celulares es en la absorción de energía [2].

En la industria automotriz, la protección necesaria está determinada en base diferentes parámetros del desempeño de un automóvil, por ejemplo la velocidad a la que viaja o la situación del impacto. Para cada situación, un absorbedor de energía debe comportarse de diferente manera.

Debido a su alta porosidad, las espumas homogéneas de aluminio pueden absorber una gran cantidad de energía mecánica cuando son deformadas, mientras que las tensiones están limitadas a la fuerza de compresión del material. Las espumas pueden, por lo tanto, actuar como absorbedores de energía de impacto, los cuales limitan la aceleración en situaciones de choque. Por otro lado, la absorción de energía es bastante anisotrópica, sin embargo, la mayoría de los estudios de aplicación se centran en metales celulares rodeados de una capa densa de metal, esto porque, además de mejorar la resistencia a la corrosión, puede mejorar las características de absorción de las espumas [2, 6].

1.5.4 Control acústico.

El sonido es causado por vibraciones en un medio elástico, por ejemplo, en aire, a nivel del mar, viaja a una velocidad de 343 m/s, pero su velocidad se incrementa en materiales sólidos, por ejemplo, en metales como en aluminio, viaja a una velocidad de 5000 m/s [5]. Existen varias maneras en las cuales las espumas de aluminio pueden ayudar a reducir el ruido, sin embargo, se debe tener cuidado de no confundir las diferentes maneras de lograr dicho efecto. En primer lugar, hay un problema de vibraciones no deseadas en la construcción, de una máquina o un vehículo, por ejemplo, lo cual puede causar daños o conducir a la emisión de ondas de sonido (ruido). Debido a que el módulo de Young de las espumas metálicas es menor comparado con el de un metal sólido ordinario, la frecuencia de resonancia de la estructura de una espuma metálica generalmente será desplazada



hacia menores frecuencias, comparadas con las de la construcción convencional. Además, el factor de pérdida de las espumas es mayor que en el caso de los metales ordinarios, por una factor por lo menos de diez. De aquí que las vibraciones serán amortiguadas de una manera más eficiente. Por lo tanto, las espumas ofrecen la posibilidad de evitar problemas de sonido [2].

Una onda de sonido que cae dentro de un material poroso es parcialmente reflejada y parcialmente entra en la estructura, una parte de la onda entrante es absorbida y la otra parte transmitida, esta parte reflejada de la onda es atenuada debido a la interferencia destructiva, siempre que la superficie de la espuma no esté completamente cerrada y, especialmente si los poros se encuentran interconectados por canales pequeños. Con todos los mecanismos de absorción actuando, las espumas pueden alcanzar niveles de absorción de 99% para ciertas frecuencias (usualmente en el intervalo de 1-5 Hz).

Todas estas características, que hacen de las espumas materiales potenciales en diversas aplicaciones, permiten que sean realmente competitivas en diferentes sectores de la industria, por ejemplo en la industria aeroespacial, construcción naval, industria ferrocarrilera, industria de la construcción, construcción de máquinas, industria biomédica, construcción de maquinaria, equipo de soporte, etc. [2, 5, 6, 7, 8].

1.6 Espumas metálicas de Mg

A la fecha se han desarrollado varios métodos para producir espumas metálicas con estructuras de poro cerrado. En particular, materiales celulares de aluminio y sus aleaciones han atraído gran atención en aplicaciones automotrices y aeroespaciales desde el punto de vista de energía y preservación del ambiente. Sin embargo, mucha menos atención se ha prestado al desarrollo de materiales celulares de magnesio y sus aleaciones, que se espera que mantengan esa multifuncionalidad de las estructuras celulares, pero con un peso reducido. Varios métodos han sido considerados para la fabricación de estructuras celulares de magnesio, tales como la metalurgia de polvos,



espumado en estado sólido, colada (moldeo) a alta presión, espumado en vacío y el método GASARS. Sin embargo, se ha demostrado que estos métodos son relativamente caros y los procedimientos de fabricación son algo complicados. Además, estudios de las propiedades mecánicas de los materiales celulares de magnesio están aún limitados [18].

En la literatura hay algunos trabajos a cerca de espumas Al-Mg y Mg. Koichi Kitazono et al produjeron espumas de poro cerrado de una aleación aluminio-magnesio a través del proceso "accumulative roll-bonding (ARB)". La placa de preforma, que contiene partículas uniformes de hidruro de titanio (TiH_2), fue fabricada después de seis ciclos ARB, cada ciclo es realizado a 573 K y la unión de las hojas es calentada a 623 K por 10 minutos con el objetivo de mejorar la fuerza de la unión. Los mismos autores realizaron pruebas de espumado a diferentes temperaturas y obtuvieron un máximo de porosidad de 47% en las condiciones de calentamiento infrarrojo a 913 K. Ellos también realizaron pruebas de compresión en las condiciones de los diferentes ejes de carga: dirección norma (ND), de enrollado (RD) y transversa (TD). En estas pruebas encontraron que el límite elástico de compresión en la dirección normal de carga fue menor que en las otras dos direcciones. La explicación a este comportamiento se dio en función a la morfología anisotrópica de la celda, que fue introducida durante el proceso[19].

Yang Dong-Hui y colaboradores fabricaron exitosamente espumas de magnesio con celdas cerradas mediante el método de espumado de metal fundido utilizando $CaCO_3$ como agente espumante y partículas de Ca como agente espesante. En este trabajo se enlistaron los pasos para hacer espumas de magnesio utilizando este método. Encontraron que el gas involucrado en el proceso no es CO_2 sino CO, la temperatura favorable para espumar el magnesio fundido en una buena estructura celular es entre $690^\circ C$ y $720^\circ C$ [9]. En un trabajo posterior también utilizaron $CaCO_3$ como agente espumante y partículas de Ca como agente espesante y fabricaron espumas de magnesio puro con una estructura porosa homogénea utilizando este método. Las espumas obtenidas mostraron una porosidad de 53.0-71.1% y un tamaño de poro de alrededor de



2.2 mm. En estas espumas encontraron que, comparando con espumas a base de aluminio, las espumas de magnesio exhiben una excelente resistencia con peso reducido y particularmente poseen una resistencia específica superior. Aunque las propiedades de absorción de energía de las espumas de magnesio no son mejores que en el caso de las espumas de aluminio, la capacidad específica de absorción de energía aún posee valores comparables con las espumas de aluminio reforzadas. Todas estas conclusiones implican que las espumas de magnesio deberían tener un futuro en las aplicaciones prácticas de ingeniería [18].



DESARROLLO Experimental



CAPÍTULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Este capítulo resume el método experimental desarrollado para lograr los objetivos del presente trabajo de investigación. Dicho método es utilizado por el Instituto de Investigación en Materiales para la producción de espumas de Al y ha sido modificado para la producción de espumas de Mg.

2.1. Producción de espumas de Mg

2.1.1. Equipo y dispositivo de Infiltración

La figura 2.1 muestra el dispositivo de infiltración, mientras que la lista explica los componentes del dispositivo, los cuales son necesarios para la operación de este dispositivo:

- a) *Horno*. Es donde el magnesio es fundido y el proceso de infiltración es llevado a cabo. Es un horno de caja vertical, ya que permite la colocación del crisol y la manipulación del sistema de válvulas de una manera sencilla.
- b) *Sistema de válvulas y tubería*. Este sistema conecta el crisol con la bomba de vacío y el cilindro de gas y controla la alimentación al crisol, es decir, la aplicación de vacío o el gas de infiltración. Este componente es muy importante para el proceso de infiltración.
- c) *Bomba de vacío y medidor de presión*. La bomba de vacío es utilizada para la remoción del aire del interior de la cámara, y el medidor permite la verificación de los sellos, para asegurarse que no haya fugas.
- d) *Cilindro de gas y regulador*. El gas es muy importante ya que sirve de protección para el magnesio, que es muy reactivo con aire a altas temperaturas. El regulador controla la presión aplicada a la cámara.
- e) *Crisol*. Es donde el proceso de espumado es llevado a cabo. La cámara debe ser cerrada muy cuidadosamente, de lo contrario pueden ocurrir fugas de metal fundido.

f) *Bloque de cobre*. Este bloque permite un enfriamiento más rápido de la cámara.

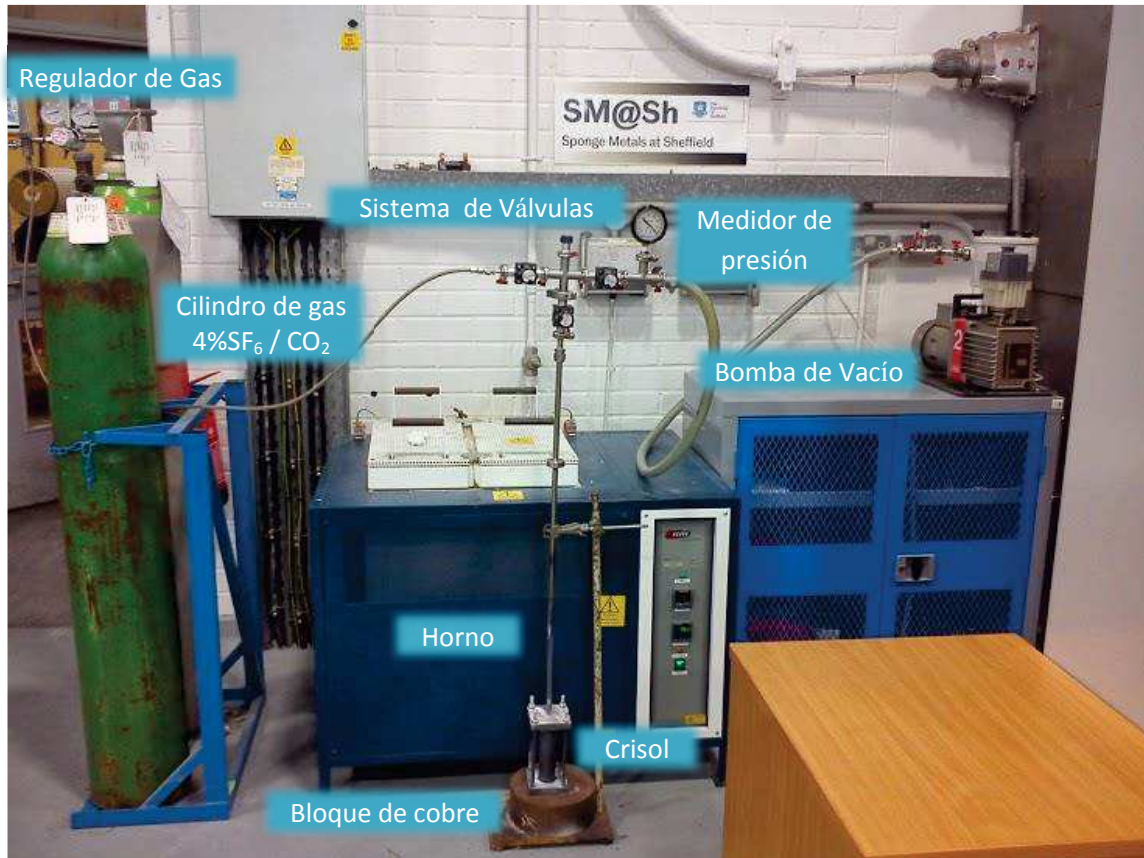


Figura 2.1 Dispositivo de infiltración utilizado en la producción de espumas de Mg

2.1.2. Materiales necesarios y parámetros

La siguiente lista muestra los materiales necesarios para el método de infiltración:

- Nitruro de Boro en spray
- NaCl (materia de sacrificio)
- Hojas de grafito (anillos de grafito), compás y navaja
- Tuercas, rondanas y llaves
- Magnesio cortado en trozos pequeños



La siguiente lista muestra todas las variables involucradas en el proceso:

- a) *Material de sacrificio y su tamaño.* Es muy importante encontrar el material espaciante adecuado que pueda resistir la temperatura del proceso. La preforma es el patrón negativo de la espuma y éste define la porosidad de la espuma y el proceso de lixiviado.
- b) *Intervalo de temperaturas.* Es uno de los parámetros más importantes para el proceso de infiltración ya que define las propiedades del metal fundido.
- c) *Velocidad de calentamiento.* Es un parámetro no muy importante ya que solamente determina el tiempo en que el horno alcanzará la temperatura máxima.
- d) *Vacío.* Nos ayuda a identificar si la cámara ha sido bien sellada, es decir, si existe la presencia de fugas.
- e) *Tiempo de vacío.* Es el tiempo que le toma a la bomba de vacío retirar el aire de la cámara.
- f) *Presión de gas de la atmósfera protectora.* Este parámetro es muy importante en nuestro caso, ya que el magnesio fundido es muy reactivo, especialmente si la fundición se realiza en presencia del oxígeno del aire, de tal manera que es necesario asegurarse que el magnesio fundido no pueda reaccionar. Este parámetro ha sido definido como 0.05 MPa, esta presión ha de ser mantenida durante el tiempo de fundido del metal. El gas utilizado fue 4% SF₆/CO₂. Este gas es utilizado ya que el SF₆ es capaz de crear una capa protectora que previene la corrosión del magnesio, por otro lado, se pueden utilizar diferentes gases portadores para este último, como aire, argón o CO₂. El Mg a elevadas temperaturas en presencia de aire es corroído severamente y en presencia de argón puede gasificarse y depositarse en las paredes de las tuberías, sin embargo, en presencia de CO₂ no presenta mayor problema, de tal manera que se pueden aprovechar las propiedades protectoras del SF₆ sin proporcionar un problema adicional con el gas portador.



- g) *Tiempo de fusión.* Es el tiempo que el crisol, con la preforma y la carga de metal, permanece dentro del horno a la temperatura establecida antes de la infiltración. Este tiempo debe ser suficiente para permitir que el metal se funda completamente.
- h) *Nivel de presión de infiltración.* Al igual que la temperatura, este parámetro es muy importante para el proceso ya que la infiltración depende de la selección de este parámetro correctamente, porque es esta presión la que presionará el metal fundido a través de la preforma.
- i) *Tiempo de infiltración.* Es el tiempo que, mientras el crisol permanece dentro del horno, la presión es incrementada, presionando el metal fundido a través de la preforma, hasta que el metal llega al fondo de la preforma y se obtiene así una infiltración completa.
- j) *Cantidad de NaCl.* La cantidad de material que se agregue depende del tamaño del crisol y es proporcional a la cantidad del metal utilizada.
- k) *Cantidad de magnesio.* Al igual que la anterior, el magnesio utilizado depende del tamaño del crisol, y debe ser suficiente para llenar todos los espacios alrededor del material de sacrificio.
- l) *Tiempo de enfriamiento con presión de infiltración.* Es el tiempo que el crisol permanece fuera del horno, sobre el bloque de cobre, manteniendo la presión de infiltración.

2.1.3. Preforma

Como se explicó anteriormente, en este método es necesario el uso de materiales espaciadores de sacrificio, los cuales serán el patrón negativo de la espuma. El material de sacrificio utilizado en la presente investigación es sal común (NaCl) con varios tamaños de grano, desde 500 micrómetros hasta 2 milímetros. Para este proceso el NaCl es adecuado debido a que su punto de fusión es de 805°C, muy por encima del punto de fusión del Mg, que es de 650°C, y esto nos permite trabajar en un amplio rango de temperaturas, desde



650°C hasta 780°C, aproximadamente 20°C por debajo del punto de fusión del NaCl. Esto es importante ya que debemos asegurarnos de que el NaCl está siempre en estado sólido. La figura 2.2 muestra los diferentes tamaños de partícula del material de sacrificio que fueron utilizados en el presente trabajo de investigación.



Figura 2.2 Tamaños de partícula del material de sacrificio.

Sin embargo, el uso de NaCl en el proceso tiene su inconveniente ya que hace muy difícil evitar la corrosión del magnesio cuando la preforma, en este caso el NaCl, es removida de la espuma.

2.1.4. Preparación del crisol y del dispositivo

Con el objetivo de preparar el crisol para el proceso, primero es necesario asegurarse que éste está limpio, de lo contrario puede ser limpiado utilizando un cepillo y papel de lija, lo mismo para las tapas superior e inferior. Cuando todo se encuentre limpio, es necesario aplicar una capa de nitruro de boro en la pared interna del crisol y en la tapa inferior, con el objetivo de proteger el crisol y facilitar la remoción de la espuma. Una vez que la capa protectora de nitruro de boro está seca, el crisol está listo para el siguiente paso.

Con ayuda de un compás y de una navaja, se cortan dos anillos de grafito flexible para ser colocadas en las tapas (inferior y superior), estos anillos deben encajar ranuras de cada



una de las tapas. Cuando los anillos de grafito están colocados en cada tapa, el molde es colocado en la tapa inferior y presionado desde la parte superior hasta que encaje bien en la ranura y conseguir un sello seguro. Ahora es necesario cortar el magnesio en pequeñas piezas, de tal manera que puedan ser colocadas fácilmente dentro del crisol, y pesar la sal que será utilizada como preforma.

Finalmente la sal es colocada dentro de la cámara, seguida de las pequeñas piezas de magnesio y entonces la tapa superior (con el tubo de entrada de gas conectado) es asegurada a la parte superior del crisol. Se coloca una rondana en cada en cada uno de los tornillos, seguidas por las tuercas. Entonces el crisol es asegurado en el tornillo de la mesa de banco y se aprietan las tuercas con ayuda de una llave. Es muy importante asegurarse que las tuercas son apretadas en un patrón diagonal y repetir varias veces el proceso hasta estar seguros de que las tuercas están muy apretadas. Si las tuercas no se aprietan debidamente, o el molde no es ajustado bien en el plato inferior pueden ocurrir fugas y esto es muy peligroso debido a la reactividad del magnesio en presencia de aire a altas temperaturas.

2.1.5. Curvas de temperatura y presión

La figura 2.3 muestra las curvas tiempo-temperatura y tiempo-presión para el espumado de magnesio. Cuando la cámara esta lista para el proceso, se aplica vacío durante 10 minutos para remover el aire (oxígeno) de la cámara y verificar que el sellado sea correcto; luego se aplica el gas de infiltración con una presión de 50 kPa, que es mantenida durante el fundido del metal (2 horas) con el objetivo de proteger el magnesio del oxígeno y también para proteger el sistema de válvulas del riesgo que implica trabajar con magnesio a altas temperaturas (a altas temperaturas y en presencia de vacío, el magnesio puede evaporarse y solidificar en las paredes de las tuberías o incluso en las válvulas).

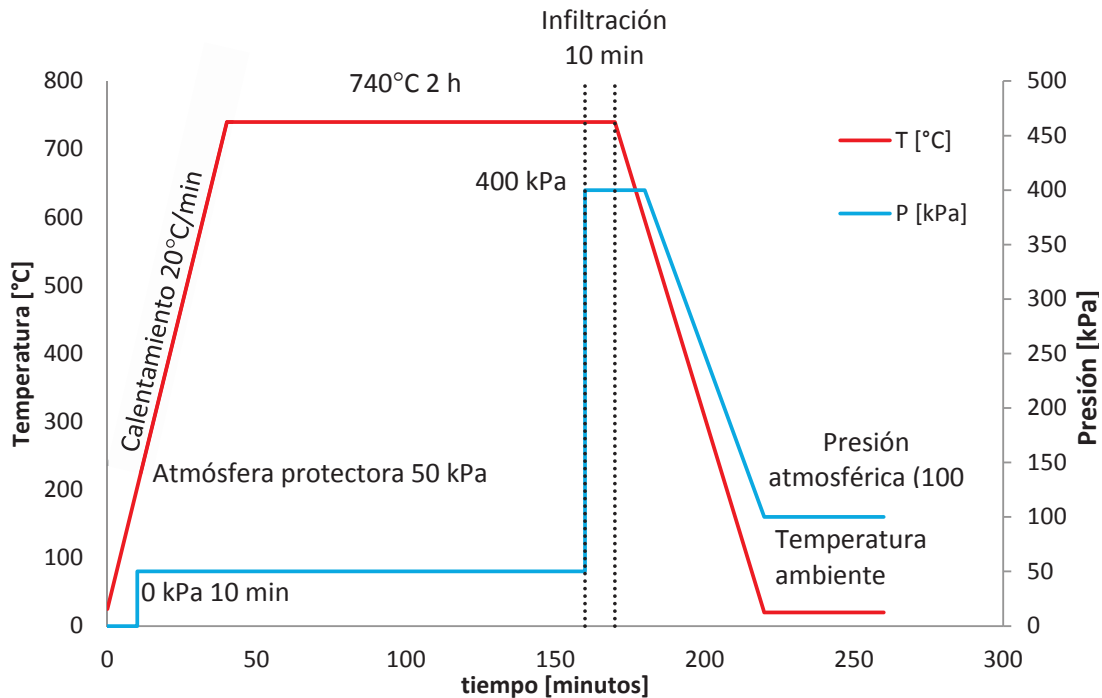


Figura 2.3 Perfiles de temperatura y presión de gas utilizados durante el proceso de espumado de Mg de la primera espuma

Cuando el Mg está completamente fundido, la presión es incrementada hasta 400 kPa para el proceso de infiltración, que dura 10 minutos, y después de que el metal se ha infiltrado, esta presión es conservada 10 minutos más, cuando el crisol ya se encuentra fuera del horno para su enfriamiento.

Una vez que la cámara se encuentra fuera del horno, su temperatura disminuye muy rápidamente. Finalmente, ya que el crisol se encuentra a temperatura ambiente, la espuma, aún con el NaCl dentro, es removida del molde y está lista para ser maquinada, con el objetivo de quitar la “piel” externa de magnesio que se formó y el Mg sobrante, para el siguiente paso: el lixiviado de dicho material.

2.1.6. Proceso de espumados

La figura 2.4 muestra el crisol después de la preparación y lo que sucede dentro del mismo durante el proceso de espumado, paso a paso.

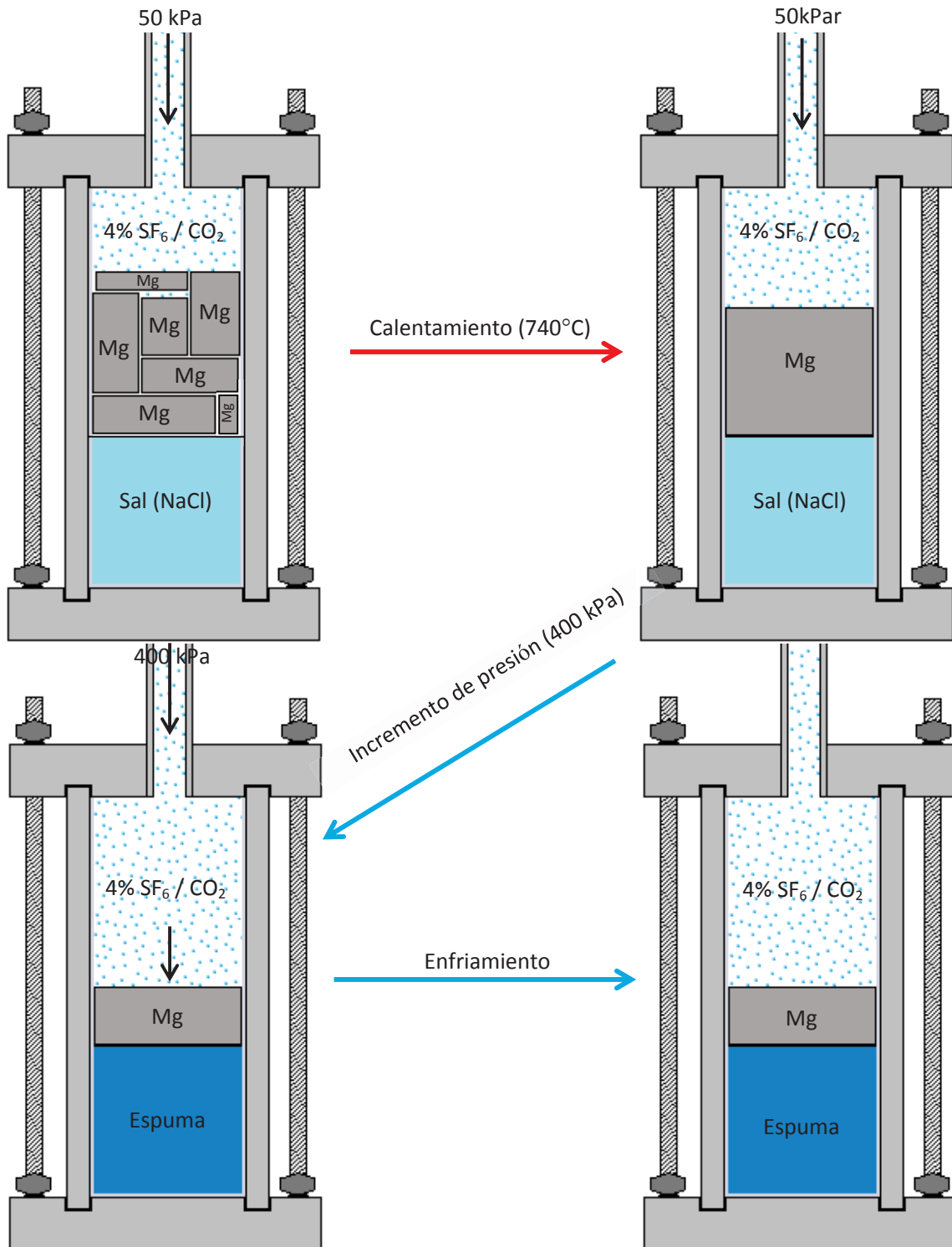


Figura 2.4 Proceso de infiltración de magnesio.



En primer lugar tenemos el crisol antes de ser colocado dentro del horno, con los anillos de grafito colocados en ambas tapas (superior e inferior), el recubrimiento de nitruro de boro en la pared interior del crisol, la preforma (NaCl), los pequeños trozos de Mg colocadas y la atmósfera protectora de 50 kPa. Una vez que el crisol está dentro del horno a 740°C, aún con la atmósfera protectora, el Mg es fundido y está listo para el siguiente paso que es la infiltración. La presión es incrementada y parte del metal fundido se infiltra a través de la preforma. Finalmente el crisol es removido del horno para permitir su enfriamiento.

2.2. Lixiviado de la sal

Después de asegurarnos de que la espuma está abierta, es decir, que la capa exterior de magnesio ha sido removida y que los poros están totalmente expuestos, el paso final en la producción de espumas de magnesio por el método de infiltración es la remoción de la sal. Uno de los principales problemas al trabajar con sal (NaCl) como material de relleno, es que el solvente más sencillo de utilizar, en la remoción de la preforma, es el agua, esto no representaría ningún problema de no ser por el hecho de que estamos trabajando con magnesio, que además del problema que representa trabajar con este material a altas temperaturas, presenta un alto índice de corrosión al entrar en contacto con el agua. Dicho proceso de corrosión se ve incrementado si además en el agua se encuentran disueltas sales como el cloruro de sodio. Por esto, es sumamente necesario considerar la actividad del magnesio y su corrosión, ya que un correcto entendimiento del mecanismo de corrosión es importante para minimizar o prevenir la corrosión.

Cuando una superficie recién preparada de magnesio es expuesta a la atmósfera a temperatura ambiente, la primera reacción es la formación del óxido de magnesio y, si hay humedad presente, el óxido de magnesio es convertido en hidróxido de magnesio. Esta superficie de hidróxido de magnesio, a pesar de ser estable en presencia de muchas bases, se rompe rápidamente en presencia de ácidos. La figura 2.5 muestra el diagrama de Pourbaix para el sistema magnesio-agua.

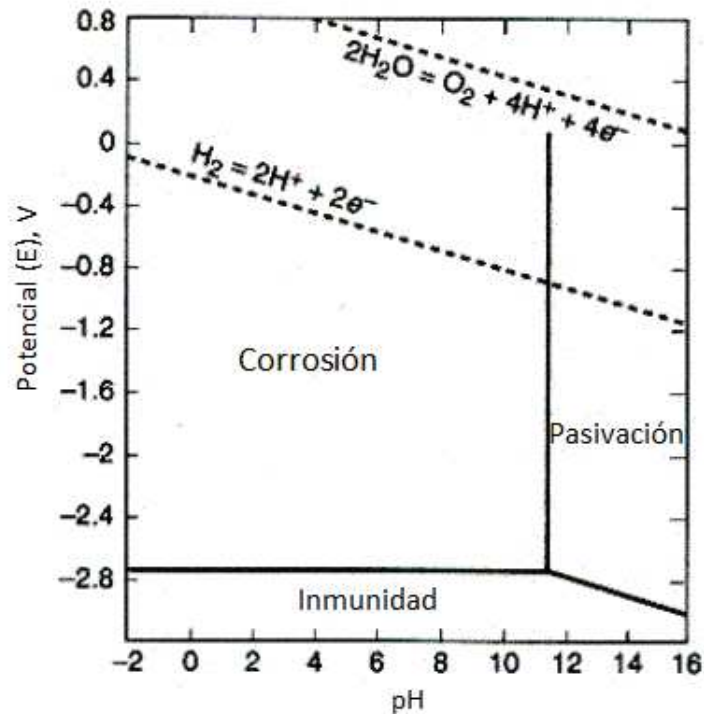
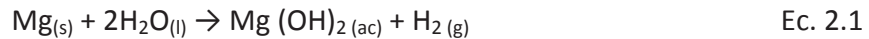


Figura 2.5 Diagrama potencial-pH (Pourbaix) para el sistema magnesio-agua a 25°C, que muestra el dominio teórico de la corrosión, inmunidad y pasivación [16].

En la figura 2.5 podemos observar que a valores de pH por encima de 8.5 y hasta 11.5 se puede formar una capa más o menos protectora de óxido o hidróxido de magnesio, y por encima de 11.5 las cualidades protectoras de la capa de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dominan el comportamiento de corrosión estableciendo una zona de pasivación. Las capas que se forman sobre el magnesio son ligeramente solubles en agua y no proveen protección por largos periodos. Además, estas capas se rompen bajo la presencia de ciertos iones como cloruro, bromuro, sulfato y clorato o en agua expuesta a gases ácidos como CO_2 . Por otro lado, si la temperatura es incrementada, también se incrementa la velocidad de corrosión del magnesio.



La siguiente ecuación muestra como procede usualmente la disolución de magnesio en ambientes acuosos, con la formación de hidróxido de magnesio y la liberación de hidrógeno gaseoso.



El potencial estándar de corrosión del magnesio es -2.37 V NHE (en solución ácida) o -2.69 V (en solución alcalina) y a altos potenciales, el magnesio es corroído rápidamente.

Tabla 2.1 Potencial de reposo de electrodos de magnesio en varias soluciones acuosas

[16]

Electrolito	E_R (vs NHE)
<i>N</i> NaCl	-1.72
<i>N</i> Na ₂ SO ₄	-1.75
<i>N</i> Na ₂ CrO ₄	-0.96
<i>N</i> HCl	-1.68
<i>N</i> HNO ₃	-1.49
<i>N</i> NaOH	-1.47
<i>N</i> NH ₃	-1.43
Ca(OH) ₂ saturado	-0.95
Ba(OH) ₂ saturado	-0.88

N: normal

Como podemos ver en la tabla 2.1, el potencial de corrosión en soluciones acuosas es usualmente alrededor de 1 V más positivo que el potencial estándar, pero como muestra el diagrama de Pourbaix y como lo mencioné, si se incrementa el pH por encima de 11.5 se forma la capa estable de Mg(OH)₂ y ésta puede proveer protección contra la corrosión adicional. El incremento del pH puede ser realizado mediante la adición de hidróxido de



sodio, como se hizo en este caso [5, 10]. El incremento del pH fue realizado de acuerdo al siguiente algoritmo de cálculo:

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+] \quad \text{Ec. 2.2}$$

$$\text{pOH} = -\log[\text{OH}^-] \quad \text{Ec. 2.3}$$

$$14 = \text{pH} + \text{pOH} \quad \text{Ec. 2.4}$$

Despejando $[\text{OH}^-]$ de la Ec 1.2 obtenemos:

$$14 - \text{pH} = -\log[\text{OH}^-]$$

$$14 - 13 = -\log[\text{OH}^-]$$

$$-1 = \log[\text{OH}^-]$$

$$10^{-1} = [\text{OH}^-]$$

$$0.1 \text{ M} = [\text{OH}^-] \quad \text{Ec. 2.5}$$

Sustituyendo la definición de Molaridad (moles/volumen) 1.5 obtenemos :

$$[\text{OH}^-] = \frac{n}{v} = \frac{n}{0.5 \text{ L}} \quad \text{Ec. 2.6}$$

Despejando el Número de moles:

$$n = [\text{OH}^-] * v$$

$$n = (0.1 \text{ M}) * (0.5 \text{ L})$$

$$n = 0.05 \text{ moles} \quad \text{Ec. 2.7}$$



Transformando el número de moles a gramos:

$$0.05 \text{ moles NaOH} \left(\frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol NaOH}} \right) = 2 \text{ g NaOH} \quad \text{Ec. 2.8}$$

De estos cálculos se obtiene que es necesario disolver 2 gramos de hidróxido de sodio en 500 ml de agua para obtener una solución de hidróxido de sodio con un pH de 13.

Pero aún utilizando la solución con pH de 13, en este caso solución de hidróxido de sodio, el proceso de lixiviado de la sal produce corrosión por picadura debido a los iones cloro y sodio en la solución; la corrosión por picadura es un tipo de corrosión extremadamente localizado, que lleva a la creación de pequeños hoyos en el metal. La fuerza motriz de la corrosión por picadura es la despasivación de una pequeña área que se convierte en ánodo, mientras que una desconocida pero vasta área se convierte en catódica; conduciendo a una corrosión galvánica muy localizada. La corrosión penetra la masa del metal con una limitada difusión de iones. La presencia de cloruros agrava significativamente las condiciones de formación y crecimiento de los hoyos a través de un proceso autocatalítico [17].

Para el proceso de lixiviación del NaCl se preparó una solución de hidróxido de sodio, para lo cual se pesaron dos gramos de hidróxido de sodio y se disolvieron en 500 mililitros de agua (medidos con un vaso de precipitados) con ayuda de un agitador magnético hasta que las grageas de hidróxido de sodio se disolvieron por completo. Finalmente, con ayuda de tiras de papel indicador de pH, se verificó que el pH fuera el necesario, ver figura 2.6.

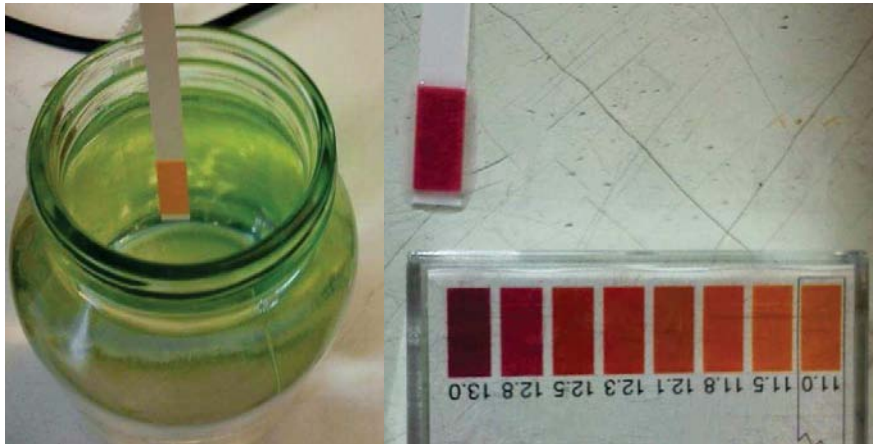


Figura 2.6 Preparación de la solución usada en el proceso de lixiviado

La solución es colocada en un vaso de precipitados con capacidad suficiente para tener la mayor cantidad posible de solución, con el objetivo de evitar la rápida saturación de la solución con NaCl (lo cual propicia las corrosión de la espuma). El agitador magnético es colocado en el vaso de precipitado y éste a su vez en el dispositivo de agitación, como se muestra en la figura 2.7.



Figura 2.7 Proceso de lixiviado en la espuma



Cuando la solución está en agitación, la espuma es sumergida en la solución y la disolución de sal comienza. Una vez que la solución comienza a tornarse opaca, es el momento para reemplazarla por solución que no contenga NaCl disuelta, y cuando ésta vuelve a tornarse opaca, debe ser reemplazada de nuevo, repitiendo este proceso hasta que la espuma quede completamente libre de sal, es decir, cuando la solución deje de tornarse opaca. Además, es posible saber si el lixiviado se ha completado “escuchando” la espuma, ya que, como se mencionó antes, cuando la espuma es sometida al proceso de lixiviación de la sal, se presenta una reacción química de corrosión en el magnesio que tiene como resultado la liberación de gas (hidrógeno), la cual puede ser detectada al acercar la espuma al oído y escuchar el burbujeo de dicho gas.

2.2.1. Pruebas de corrosión en polvos de Mg

Estas pruebas son desarrolladas con el objetivo de verificar la rápida corrosión del magnesio en agua y el efecto de la presencia de sal (NaCl) en la solución para el lixiviado, así como para evaluar el efecto pasivante cuando el pH de la solución es incrementado.

La tabla 2.2 muestra el procedimiento utilizado para la realización de estas pruebas.

Tabla 2.2 Vasos de precipitados preparados para las pruebas de corrosión de Mg

Vaso	Solución
1	Se disolvió NaCl en agua a temperatura ambiente y se agregó el polvo de Mg
2	Se preparó una mezcla de NaCl y polvo de Mg, aproximadamente en la misma cantidad y fue disuelta en agua caliente
3	Se utilizó una mezcla como la del vaso 2, pero en este caso el solvente utilizado fue hidróxido de sodio con pH de 13 a temperatura ambiente
4	Polvo de magnesio fue agregado a agua a temperatura ambiente

En todos los casos se utilizó un dedo de guante de látex para cubrir cada uno de los vasos.



Para realizar estas evaluaciones se utilizó polvo de Mg, NaCl en polvo, cuatro vasos de precipitados y los dedos de un guante de látex que serán utilizados para cubrir cada uno de los vasos de precipitados.

2.2.2. Pruebas de velocidad de disolución con DMSO

También se llevaron a cabo pruebas de disolución utilizando dimetilsulfoxido para evaluar la velocidad de disolución con y sin este compuesto, ya que es sabido que este compuesto es utilizado en la disolución de sal debido a que mejora dicho proceso; y para evaluar la cantidad de sal que puede ser disuelta por la solución de hidróxido de sodio con y sin este compuesto.

Para evaluar este compuesto en la disolución de sal, la primera prueba realizada fue para conocer la manera en la que la adición de dimetilsulfoxido afecta la cantidad de sal que puede ser disuelta. Con este propósito se prepararon tres vasos de precipitado como se muestra en la tabla 2.2.

Tabla 2.3 Evaluación de la cantidad de sal disuelta en presencia de NaOH/DMSO

vaso	Solución
1	80 ml de la solución de hidróxido de sodio, pH=13
2	10.05 g de dimetilsulfoxido + la cantidad necesaria de solución de hidróxido de sodio con pH=13 para completar 80 ml
3	21.09 de dimetilsulfoxido + la cantidad necesaria de solución de hidróxido de sodio con pH=13 para completar 80 ml

En otros tres vasos de precipitados se pesaron 40 g de NaCl en cada vaso, después el vaso con NaCl fue pesado, para determinar fácilmente la cantidad de sal agregada a cada uno de los vasos el final de la prueba. El NaCl fue agregado poco a poco a cada solución y se utilizó un agitador magnético para ayudar a la disolución. Después de cada adición de sal, la solución fue dejada en agitación hasta que todo el sólido fue completamente disuelto y



la solución recuperó su transparencia. La prueba en cada vaso finalizó cuando la solución no fue capaz de disolver más sal.

La segunda prueba con DMSO es acerca de cómo este compuesto afecta la velocidad de disolución de la sal en la solución de hidróxido de sodio. De la misma manera que en la prueba anterior, se prepararon tres vasos de precipitados, pero esta vez de la manera como se muestra en la tabla 2.4.

Tabla 2.4 Evaluación de la velocidad de disolución en presencia de NaOH/DMSO

Vaso	Solución
1	80 ml de la solución de hidróxido de sodio, pH=13
2	10.55 g de dimetilsulfoxido + la cantidad necesaria de solución de hidróxido de sodio con pH=13 para completar 80 ml
3	80 ml de la solución de hidróxido de sodio con pH de 13 y un par de gotas de DMSO

En otros tres vasos de precipitados se pesaron 15 g de sal en cada uno. El vaso con la solución es colocado en un agitador magnético a 500 rpm, el NaCl es agregada de una sola vez y se toma el tiempo en que quede completamente disuelto, es decir, hasta que la solución recupere su transparencia.

2.3. Caracterización

2.3.1. Determinación de densidad y porosidad

Uno de los parámetros más importantes en la caracterización de una espuma es la densidad y la porosidad. La primera es determinada con ayuda del volumen y la masa de la espuma, el volumen es calculado utilizando la fórmula para el volumen de un cilindro:

Donde π es una constante, r es el radio de la base circular y h es la altura del cilindro. Para determinar el radio y la altura de la espuma, estos fueron medidos en varias ocasiones con



la ayuda de un vernier. Mientras que para la determinación del peso de la espuma se utilizó una balanza.

La porosidad de la espuma fue calculada con la ayuda de la siguiente fórmula.

$$\text{Porosidad} = P_a(\%) = 100 * \left(1 - \frac{\rho_f}{\rho_{Mg}} \right) \quad \text{Ec. 2.9}$$

Donde ρ_f es la densidad de la espuma de magnesio y ρ_{Mg} es la densidad del magnesio (1.738 g/cm³)

2.3.2. Prueba de caída de presión

Otra prueba de caracterización es la caída de presión a través de la espuma. Esta prueba es relativamente sencilla, un flujo de aire se hace pasar a través de la espuma y se mide la presión antes y después de la espuma. El dispositivo utilizado es el mostrado en la figura 2.8.

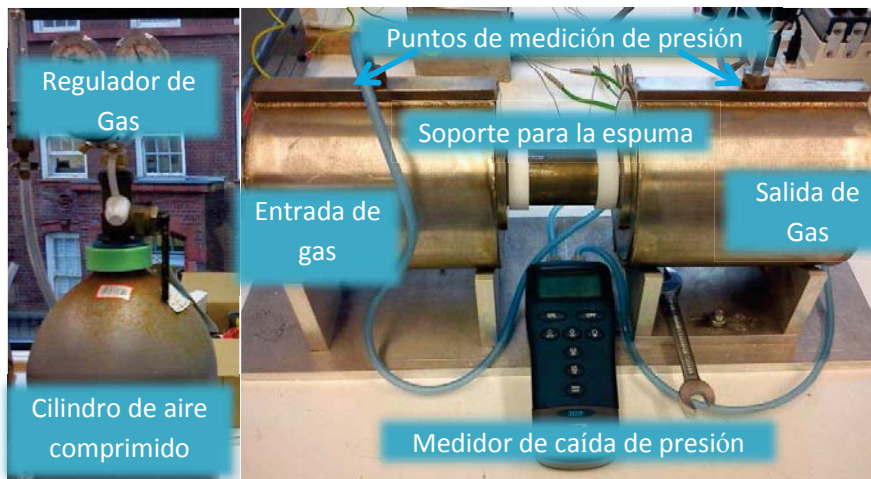


Figura 2.8 Dispositivo utilizado en la prueba de caída de presión.

La espuma es colocada en el soporte y entonces un flujo de aire es hecho pasar a través de la espuma y, con el medidor de caída de presión se determina la diferencia de presión entre los puntos de medición de presión, antes y después de la espuma.



La presión de gas utilizada fue de 200 kPa y cuatro flujos distintos se hicieron pasar a través de cada espuma: 10, 20, 30 y 40 l/min.

2.4 Propiedades Mecánicas.

El producto obtenido del proceso de infiltración es un compuesto, es decir un material que consta de dos compuestos, en este caso, el metal (Mg) y el material de sacrificio (NaCl).

Para realizar el ensayo de pruebas mecánicas, es necesario maquinar muestras con la forma y tamaño especificadas por la norma ASTM sobre métodos de prueba estándar para ensayos de compresión de materiales metálicos a temperatura ambiente [35]. Las probetas fueron cilíndricas con un diámetro de 2.5 cm (1 in) y una altura de 2 centímetros, de tal manera que se respete la relación D/L (diámetro/longitud) que marca la norma para probetas cortas, que en este caso fue de 0.8. Para esto se utilizó un torno y se desbasto la muestra a las dimensiones requeridas como se muestra en la figura 2.9.



Figura 2.9 Torno y maquinado de probetas de compresión.

Una vez que el maquinado de las espumas termina aún son compósitos, es decir, se tienen esferas de NaCl en una matriz metálica, por lo tanto, es necesario eliminar el NaCl para obtener la espuma y poder desarrollar el ensayo de compresión. El paso de lixiviado se describió anteriormente.



Las pruebas de compresión se desarrollaron a temperatura ambiente utilizando una máquina universal de pruebas, Instron 5500R, con una velocidad del cabezal de 0.5 mm/s, que corresponde a una velocidad de deformación nominal de $2.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. La máquina de pruebas se muestra en la figura 2.10.



Figura 2.10 Máquina universal de pruebas de compresión, Instron 5500R.

La probeta es cargada en la máquina, en el centro de las platinas como se muestra en la figura 2.11, los parámetros de operación son cargados en el software del programa y el ensayo comienza.



Figura 2.11 Probeta maquinada cargada en el equipo de ensayos de compresión.



Resultados y Discusión



CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se concentran todos los resultados obtenidos a partir del desarrollo experimental.

3.1. Proceso de infiltración

La tabla 3.1 muestra los parámetros utilizados en la producción de la primera espuma realizada, estos parámetros fueron elegidos de acuerdo al proceso (infiltración) y a los materiales utilizados (Mg y NaCl). Con el objetivo de optimizar el proceso, dichos parámetros fueron modificados con cada espuma manufacturada (en las espumas 1, 2, 3, 4 y 5), dando como resultado los valores mostrados en la tabla 3.2 los cuales fueron utilizados en la producción de las última espumas (de la espumas 6 en adelante). Los parámetros fueron modificados después de la preparación de las primeras dos espumas. Haciendo pruebas en estas espumas se pudo determinar que una disminución en los tiempos de fusión e infiltración no afecta el proceso dado que el material es infiltrado correctamente.

Tabla 3.1 Parámetros utilizados en la primera espuma fabricada

Parámetros	Valor
Temperatura	740 °C
Presión de Infiltración	4 Bar
Presión de la atmósfera protectora	0.5 Bar
Tiempo de fusión	2:00 horas
Tiempo de infiltración	10 minutos
Presión de vacío y tiempo	0 Torr - 10 minutos
Velocidad de calentamiento	20 °C/min
Tamaño de NaCl	≥ 500 micrómetros
Cantidad de NaCl	30 g
Cantidad de magnesio	-
Gas utilizado	4% SF ₆ /CO ₂
Tiempo de enfriamiento con presión	-



Cabe mencionar que las espumas 6, 7, 8, 9 10 y 11 se utilizaron para hacer pruebas y evaluar el método de lixiviado, mientras que el resto de las espumas (de la 12 en adelante se destinaron a pruebas de caracterización (las cuales fueron producidas con todas las mejoras resultantes del as 11 espumas previas).

Comparando las tablas 3.1 y 3.2, se puede observar que la evolución en el proceso de infiltración es evidente. El tiempo de fundición del metal se redujo en más de la mitad, así como el tiempo de infiltración. La disminución en el tiempo del proceso puede beneficiar el volumen de producción de espumas por día, sin embargo, existen otros parámetros que afectan este punto. Debido a que la cámara ha sido expuesta a altas temperaturas y después a una disminución abrupta de la temperatura, el metal experimenta cambios dimensionales importantes por lo que el sello entre el cilindro y las tapas (superior e inferior) se ve afectado, de tal manera que el metal fundido puede fugarse, con sus correspondientes consecuencias.

Tabla 3.2 Parámetros utilizados en la última espuma fabricada

Parámetros	Valor
Temperatura	740 °C
Presión de Infiltración	4 Bar
Presión de la atmósfera protectora	0.5 Bar
Tiempo de fusión	45 minutos
Tiempo de infiltración	5 minutos
Presión de vacío y tiempo	0 Torr - 5 minutos
Velocidad de calentamiento	20 °C/min
Tamaño de NaCl	1.4 mm ≤ x < 1.7 mm
Cantidad de NaCl	73 g
Cantidad de magnesio	62.19 g
Gas utilizado	4% SF ₆ /CO ₂
Tiempo de enfriamiento con presión	5 minutos



Después de todas las modificaciones realizadas al proceso, las nuevas curvas tiempo-temperatura y presión-temperatura quedan como se muestra en la figura 3.1.

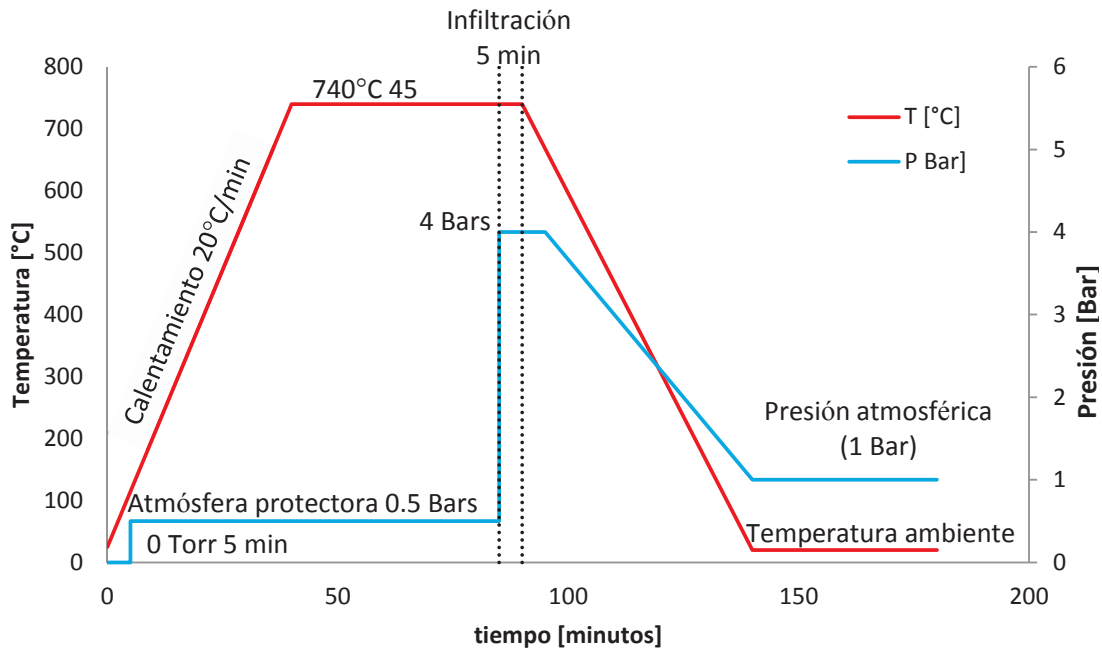


Figura 3.1 Perfiles de temperatura y presión de gas para el proceso de espumado de Mg después de las modificaciones

Durante el proceso de espumado por el método de infiltración pueden identificarse cuatro etapas principales. La primera abarca el acondicionamiento del crisol para el proceso, la preparación del dispositivo y el proceso de infiltración que fue descrito en la sección del desarrollo experimental.

La segunda etapa consiste en la remoción de la espuma, una vez que ésta se ha enfriado. La figura 3.2 muestra la espuma después de ser retirada de la cámara una vez fría. Podemos observar que en la parte superior de la espuma (parte izquierda de la imagen) se presentan señales de corrosión, ya que en esta parte el magnesio se tornó de color negro. Este efecto se presentó en todas las espumas producidas, independientemente de si el enfriamiento se realizó manteniendo la presión de infiltración o no. Sin embargo, dado



que esta “zona afectada” no forma parte de la espuma (es metal sólido) no se dio mayor importancia a tal efecto.

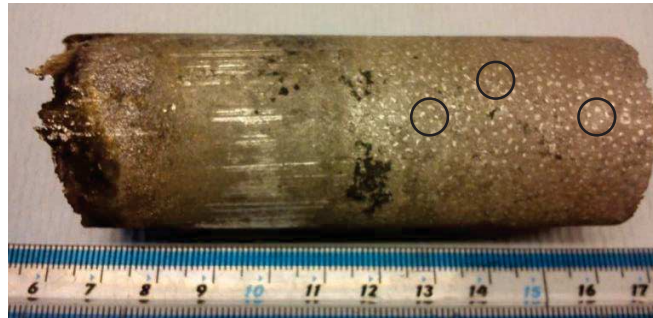


Figura 3.2 Espuma de magnesio obtenida después del proceso de espumado

La tercera etapa es el maquinado de la espuma. En la figura 3.2 se pueden observar señales de porosidad: una serie de puntos regulares de diferente color en la mitad inferior de la espuma (marcados por los círculos de color negro en la imagen 3.2). Estos poros se encuentran ocupados por los gránulos de NaCl dentro del material compuesto, sin embargo, también es muy evidente que los poros están cubiertos por una delgada capa de magnesio que envuelve completamente a la espuma. Para remover la “piel” externa de la espuma y así exponer los poros, la parte sólida de Mg en la parte superior y una delgada sección de la parte inferior de la espuma son cortadas, mientras que la piel de Mg alrededor de la espuma es lijada, obteniendo un aspecto final como el que se muestra en la figura 3.3.



Figura 3.3 Espuma de magnesio después de ser maquinada



Es muy importante mencionar la importancia del maquinado de la espuma. Si la piel externa no se remueve apropiadamente el acceso a los poros se ve obstruido, afectando el proceso de remoción del material de sacrificio, que constituye la cuarta etapa del proceso. El proceso de lixiviado del NaCl es un paso fundamental dada la complejidad del sistema Mg-NaCl, debido a la reactividad del metal. Si este proceso se ve afectado, el Mg puede ser corroído severamente, lo cual que puede eventualmente destruir la espuma.

Finalmente, cuando el NaCl ha sido retirado completamente del interior del material compuesto, se obtiene una espuma como se observa en la figura 3.4, la cual está completamente libre de NaCl y el Mg exhibe su característico brillo metálico.



Figura 3.4 Espuma de magnesio después de un exitoso proceso de lixiviado del NaCl

3.2. Pruebas de disolución de NaCl

3.2.1. Estudio de la corrosión en polvos de Mg

De acuerdo a la sección de desarrollo experimental, la eliminación del NaCl es un proceso crítico en la producción de espumas metálicas de Mg-NaCl, ya que las espumas pueden ser completamente destruidas si este paso no se ejecuta con el cuidado necesario. Para comprender mejor la complejidad del proceso de lixiviado se realizaron las pruebas que se



analizan en este apartado. Para estas pruebas se prepararon cuatro vasos de precipitados y los resultados se presentan a continuación.

1. En este vaso, que se puede observar en la figura 3.5, una pequeña cantidad de NaCl fue disuelta en agua a temperatura ambiente y entonces se agregó el polvo de magnesio. En un principio no se observó nada, la solución y el polvo de magnesio permanecieron sin cambio aparente, sin embargo, después de unos pocos minutos se observó una reacción, ya que el polvo de magnesio comenzó moverse lentamente en el interior de la solución.



Figura 3.5 Vaso de precipitados número 1, NaCl y polvo de Mg en agua a temperatura ambiente

Ya que la cantidad de NaCl agregada en este primer vaso fue pequeña no se pudo observar claramente la reacción que se estaba llevando a cabo. Con el objetivo de hacer más evidente la reacción, se agregó una mayor cantidad tanto de NaCl como de polvo de Mg y se cubrió el vaso con el dedo de un guante de látex para sellar el vaso, impidiendo que el gas producido en la reacción escapara. Después de estos cambios, la mezcla dentro del vaso permaneció, como en el primer intento, sin cambio aparente durante un par de minutos y moviéndose lentamente. Algunos minutos después la reacción se hizo mucho más evidente, la solución se tornó de color blanco opaco y la velocidad de movimiento de magnesio dentro de la



solución se incrementó, sin embargo, el tapón de látex no mostró un cambio evidente, como podemos observar en la figura 3.6.



Figura 3.6 Vaso de precipitados número 1 después del incremento en la cantidad de los reactivos (NaCl y Mg en polvo)

2. En este caso se hizo una mezcla de NaCl y polvo de magnesio, como se muestra en la figura 3.7, la cual fue disuelta en agua caliente.



Figura 3.7 Vaso de precipitados número 2, mezcla de NaCl y polvo de Mg antes de ser disuelta



Inicialmente la mezcla dentro del vaso permaneció sin cambio, sin embargo, pocos minutos después (menos tiempo que en el primer vaso) la reacción comenzó. La solución se tornó blanca y opaca rápidamente debido a la formación de un precipitado de este color (igual que en el primer vaso) y el polvo de Mg dentro de la solución comenzó a moverse con gran rapidez. También se observó la liberación de gas, que fue muy evidente gracias al tapón de látex colocado en la boca del vaso, el cual incrementó su tamaño como se puede observar en la figura 3.8.



Figura 3.8 Vaso de precipitados número 2 una vez comenzada la reacción

3. En este caso se preparó la misma mezcla de NaCl y polvo de Mg que para el vaso anterior, pero esta vez la mezcla fue disuelta en la solución de NaOH con pH de 13. También se utilizó el dedo de un guante de látex para cubrir el vaso, como muestra la figura 3.9.



Figura 3.9 Vaso de precipitados número 3, NaCl y polvo de Mg en la solución de NaOH con pH de 13

Del mismo modo que en los vasos anteriores, el Mg permaneció en el fondo del vaso sin movimiento evidente. Después de unos minutos comenzó a moverse muy lentamente, la solución conservó su transparencia y el guante de látex no mostró signos de cambio. Toda esta aparente falta de actividad dentro del vaso muestra que la reacción es muy lenta y quizá podría pensarse que no hay reacción, sin embargo, como se explicó antes, el magnesio es muy reactivo en agua y aún más reactivo si se encuentra en presencia de NaCl. Por otro lado, cuando el pH del solvente (H_2O) es incrementado (por encima de 11.5) se forma una capa estable de $Mg(OH)_2$ que puede proveer al Mg protección contra la corrosión.

Con esta prueba dicho efecto protector quedó evidenciado, ya que el magnesio no fue corroído, por lo menos no tan fácil y rápidamente como en los casos anteriores, donde se utilizó H_2O en su estado natural como solvente.

4. Finalmente, en el cuarto vaso, solamente se agregó polvo de magnesio en agua a temperatura ambiente con el objetivo de tener una referencia para estas pruebas de corrosión, y como en todos los casos anteriores se utilizó un dedo de guante de



látex para sellar el vaso de precipitados, que podemos observar en la figura 3.10. El comportamiento en este caso fue el mismo que en el tercer vaso, es decir, el polvo de magnesio permaneció en el fondo del vaso y ni el solvente ni el tapón de látex mostraron cambios.



Figura 3.10 Vaso de precipitados número 4, polvo de Mg en agua a temperatura ambiente

Todas las descripciones anteriores fueron al comienzo de las pruebas. Después de un tiempo los cuatro vasos fueron observados nuevamente con el objetivo de documentar los cambios tanto en el Mg como en la solución, dichos cambios se mencionan a continuación.

1. La reacción es ahora (20 minutos después) más evidente, la solución se convirtió completamente blanca opaca (ver figura 3.11) y el Mg se mueve con mayor rapidez que al comienzo; sin embargo, la reacción es lenta si se compara con el segundo vaso, ya que el sello de látex apenas comenzó a incrementar su tamaño lentamente (más lento que en el segundo vaso).

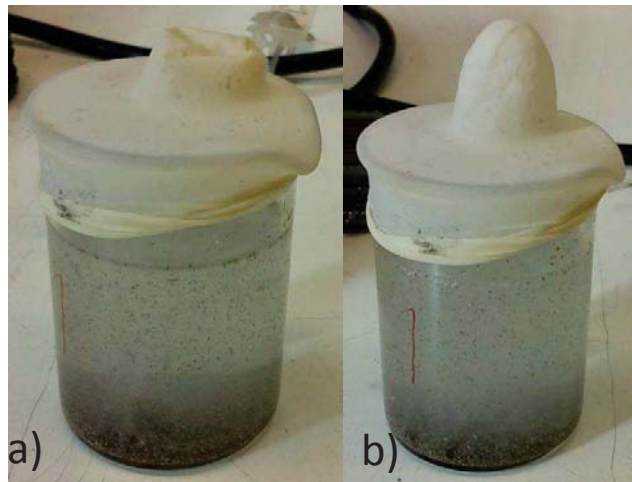


Figura 3.11 Vaso número 1 a) 19 minutos y b) 23 minutos después comenzada la prueba

2. La reacción continua desarrollándose con la misma intensidad que al principio de la prueba y el polvo de Mg dentro de la solución continúa moviéndose con gran rapidez. Como se puede observar en la figura 3.12, la solución se tornó completamente opaca y el sello de látex incrementó demasiado su volumen que el gas, de tal manera que tuvo que ser liberado.

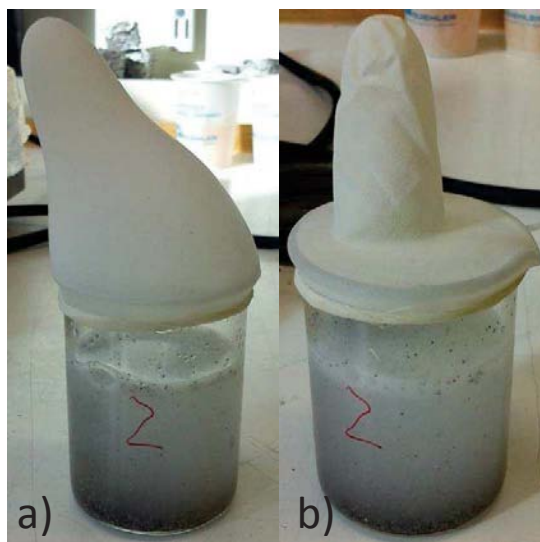


Figura 3.12 Vaso número 2 a) 19 minutos después de comenzada la prueba y b) después de la liberación del gas (23 minutos después de comenzada la prueba)



3. El movimiento del magnesio dentro de la solución permaneció como en el principio del experimento. La figura 3.13 muestra que la solución continuó siendo transparente y el sello de látex permaneció sin cambios.



Figura 3.13 Vaso número 3, 29 minutos después de comenzada la prueba

4. Observando la figura 3.14 se puede apreciar que el movimiento del polvo de Mg y el sello de látex permanecieron prácticamente igual que al principio de la prueba. Es importante mencionar que el movimiento del polvo de Mg dentro de la solución se realiza con mayor rapidez que en el vaso número 3.



Figura 3.14 Vaso número 4, 15 minutos después de comenzada la prueba



Cabe mencionar que el comportamiento en cada vaso continuó siendo el mismo durante el resto del día, como se muestra en las imágenes de la figura 3.15.

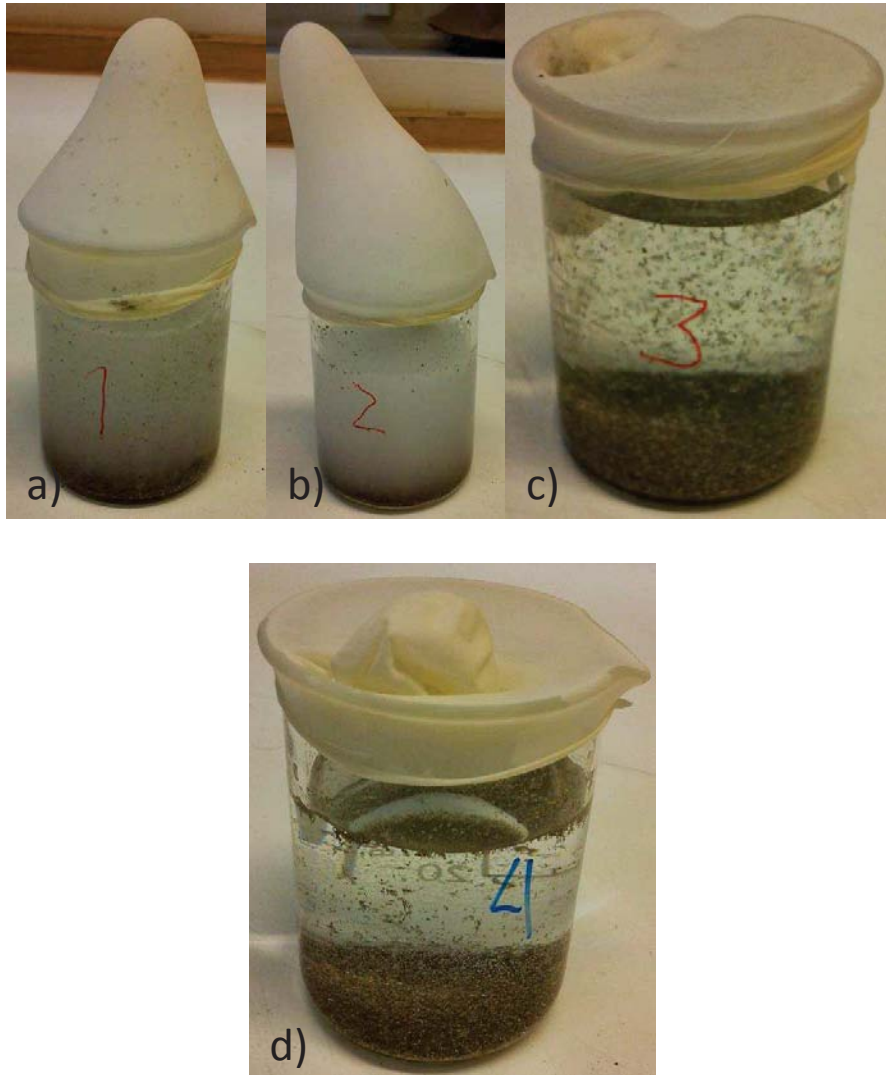


Figura 3.15 Vasos a) número 1, 48 minutos b) número 2, 60 minutos c) número 3, 54 minutos y c) número 4, 23 minutos después de comenzada la prueba

La reacción se dejó desarrollar durante la noche y al día siguiente los resultados fueron los siguientes.



1. La figura 3.16 muestra el vaso número 1 al final del experimento. Podemos observar que el movimiento del Mg en la solución se detuvo completamente, lo que indica que la reacción química ha terminado. Todo el Mg se tornó negro y permaneció en el fondo del vaso junto con el precipitado blanco que se formó durante la reacción y la solución siguió siendo de un color blanco opaco. Cuando el contenido dentro del vaso fue agitado se formó una mezcla homogénea entre la solución y el precipitado con el magnesio corroído flotando antes de regresar al fondo del vaso nuevamente.

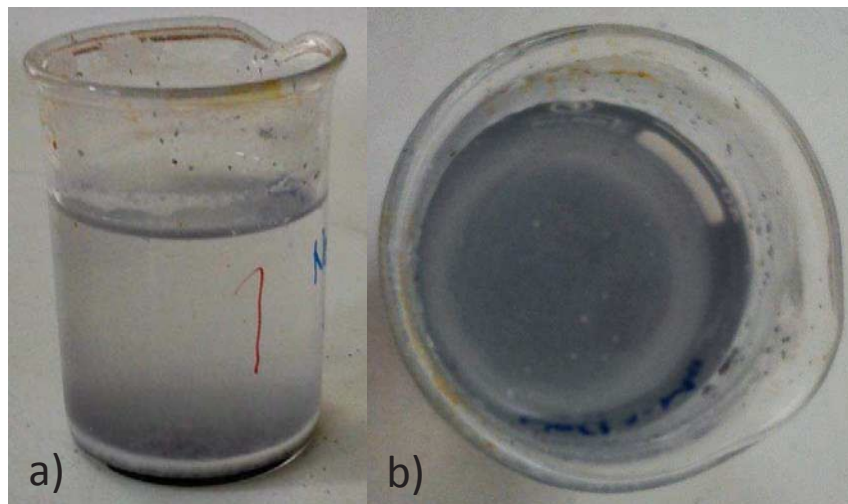


Figura 3.16 Vaso número 1 a) vista frontal y b) vista superior, un día después de la reacción

2. La apariencia del vaso de precipitados número 2 es muy similar a la del vaso anterior, ver figura 3.17. El Mg, ahora negro, se encuentra en el fondo del vaso mezclado con el precipitado blanco, pero en este caso la cantidad de precipitado fue mayor que en el primer vaso.



Figura 3.17 Vaso número 2 un día después de la reacción

A diferencia del caso anterior, cuando la solución fue agitada, no todo el precipitado se homogeneizó en la solución, una pequeña cantidad permaneció en el fondo del vaso. Una vez que la solución se dejó reposar, el precipitado mezclado en la solución regresó al fondo del vaso rápidamente.

3. En la figura 3.18 se puede observar que la reacción en este tercer vaso terminó también. El magnesio perdió un poco su color característico, tornándose opaco pero no negro como en los vasos anteriores. La solución quedó completamente transparente como al principio del experimento, el sello de látex no mostró un cambio significativo (aún después de un día de reacción) y finalmente el pH de la solución se mantuvo en 13. Estos resultados nos arrojan dos posibilidades: la reacción de oxidación del Mg en estas condiciones es muy corta o muy lenta, sin embargo, para efectos del proceso de lixiviado del material de sacrificio en el presente trabajo, los resultados obtenidos en este experimento son satisfactorios y no es importante saber si la reacción es lenta o corta.

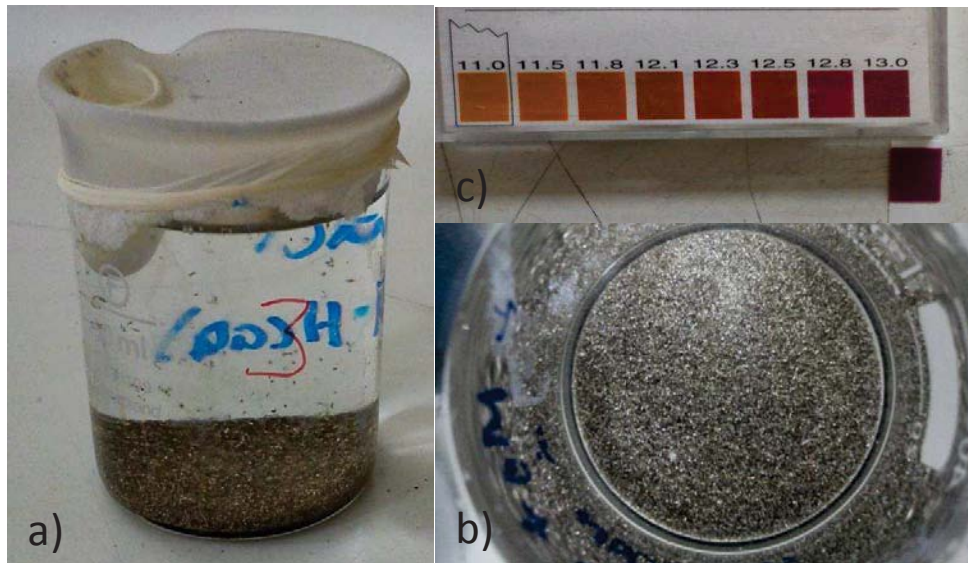


Figura 3.18 Vaso número 3 a) vista frontal y b) vista superior después de un día de reacción, c) pH de la solución después de la reacción.

4. En el último vaso, que se muestra en la figura 3.19, la corrosión del magnesio es más evidente que en el tercero, el magnesio se tornó más oscuro que en el vaso anterior, pero menos que en los dos primeros, a pesar de que el sello de látex no presentó un incremento importante en su volumen y la solución permaneció transparente.

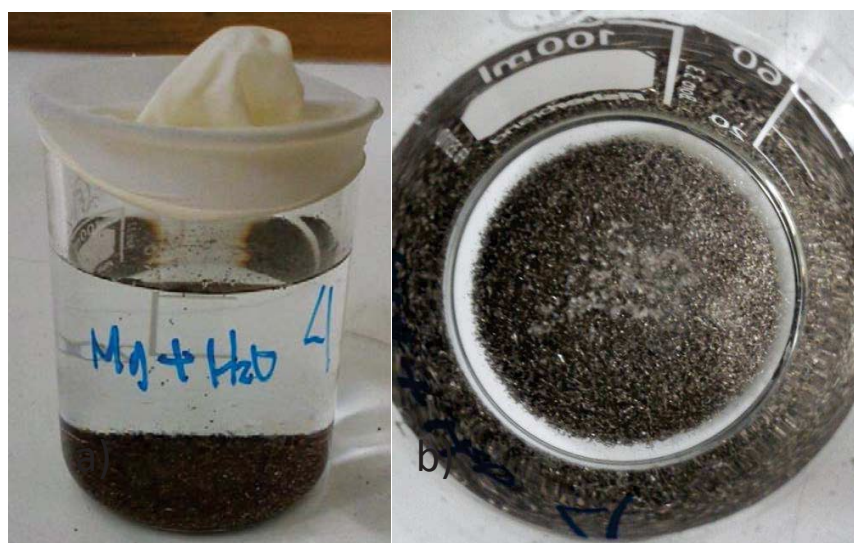


Figura 3.19 Vaso número 4 a) vista frontal y b) vista superior, un día después



Todos estos experimentos nos ayudan a evidenciar que incrementando del pH en la solución, el Mg es protegido contra la corrosión. Sin embargo, es necesario evaluar si la capa de $Mg(OH)_2$ protege al Mg contra la corrosión en un ambiente muy concentrado de NaCl, para lo cual se realizó un análisis adicional.

En un vaso de precipitados con capacidad suficiente se colocaron 80 mililitros de la solución de NaOH con pH de 13, la cual fue saturada con NaCl y se le agregó el polvo de Mg. La mezcla fue agitada durante algunos minutos antes de dejarla reposar para evaluar los efectos de la reacción de corrosión (ver imagen 3.20).

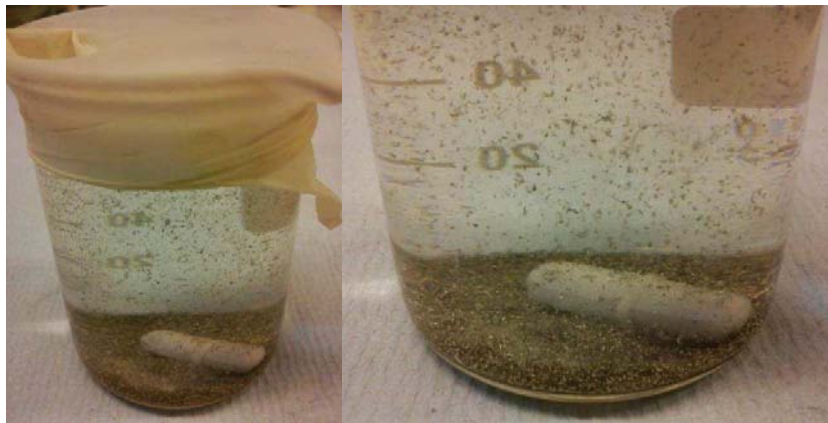


Figura 3.20 Solución de NaOH saturada con NaCl y el polvo de Mg, al comienzo de la prueba

Después de la prueba, el pH de la solución permaneció en 13. Como se puede ver en la figura 3.21, el magnesio apenas mostró un pequeño cambio en su color característico, además de que el sello de látex no mostró un cambio significativo y la solución permaneció translúcida como al principio de la prueba. Todo esto muestra que la capa protectora de hidróxido de magnesio es formada y protege al Mg contra la corrosión, incluso en ambientes muy concentrados con NaCl.



Figura 3.21 Solución de hidróxido de sodio saturada con NaCl y el polvo de Mg, al final de la prueba (1 día después) e indicador de pH

Estas primeras pruebas nos permiten concluir que la solución de NaOH con un pH de 13 permite crear una capa de $Mg(OH)_2$ que provee al Mg de protección contra el ambiente altamente corrosivo que implica el sistema Mg-NaCl en presencia de H_2O . Aunque es muy importante mencionar que estas pruebas fueron realizadas en polvos de Mg.

3.2.2. Prueba de velocidad de disolución con DMSO




En la literatura se ha encontrado que el dimetil sulfóxido (DMSO) es utilizado en la disolución de NaCl ya que incrementa su velocidad de disolución. Con el propósito de evaluar esta hipótesis se realizaron estas pruebas.

Como podemos observar en la tabla 3.3, a medida que la cantidad de DMSO es incrementada, disminuye la cantidad de NaCl que puede ser disuelta por la solución. En el primer vaso de precipitados (sin DMSO) la solución puede disolver 28.82 g de NaCl, mientras que en el último vaso, que contenía 21.09 g de DMSO, sólo se disolvieron 17.57 gramos, es decir, solo el 61%. Estos resultados muestran que la adición de DMSO a la solución de NaOH no ofrece resultados tan prometedores como se hubiera esperado, ya



que la cantidad de NaCl que se puede disolver decrece a medida que se incrementa la cantidad de DMSO.




Tabla 3.3 Resultados de la evaluación de la cantidad de NaCl que puede ser disuelta por la solución de hidróxido de sodio cuando se le agrega DMSO

Vaso	Cantidad de DMSO	Cantidad de NaCl disuelta	Figura
1	0 g	$72.04 \text{ g} - 43.22 \text{ g} = 28.82 \text{ g}$	
2	10.05 g	$72.40 \text{ g} - 49.83 \text{ g} = 22.57 \text{ g}$	
3	21.09 g	$72.59 \text{ g} - 55.02 \text{ g} = 17.57 \text{ g}$	



Otro factor importante en el proceso de lixiviado es la velocidad de disolución, mientras el NaCl sea disuelto con mayor rapidez, menor será el riesgo de corrosión del Mg. Para este propósito se realizó una prueba de velocidad de disolución. El tiempo que la solución toma para disolver una cantidad conocida de NaCl, con y sin DMSO, fue medida. Los resultados se muestran en la tabla 3.4.

Tabla 3.4 Resultados de la prueba de velocidad de disolución

Vaso	Cantidad de DMSO	Tiempo de disolución	Figura
1	0 g	2 minutos y 52 segundos	
2	10.55 g	4 minutos y 16 segundos	
3	21.09 g	2 minutos y 25 segundos	



Los resultados de la tabla anterior ponen en evidencia que la velocidad de disolución se ve influenciada por la adición de DMSO. Cuando se agrega una gran cantidad de este compuesto la solución tarda más tiempo para disolver cierta cantidad de NaCl, mientras que cuando se agrega una cantidad pequeña de DMSO, como un par de gotas por ejemplo, la solución requiere menos tiempo para disolver el NaCl. Por otro lado, también podemos ver en la tabla 3.4 que la diferencia en el tiempo de disolución entre el primer y tercer vaso de precipitados (casi 27 segundos) no es muy significativa, lo que nos permite concluir que la adición de DMSO a la solución de lixiviación no muestra los resultados que estábamos esperando y, aun cuando se observa una pequeña disminución en el tiempo de disolución del NaCl, el proceso de eliminación del material de sacrificio es prácticamente el mismo sin agregar DMSO.

3.2.3 Pruebas de lixiviado de NaCl en muestras de espumas sin geometría definida con tamaño reducido.

Después de comprobar el efecto protector que proporciona al Mg el incremento del pH en la solución de lixiviado, y descartar el uso del DMSO en el proceso de lixiviado, es preciso realizar pruebas de eliminación del material de sacrificio sobre muestras de espumas, y evaluar si el incremento en el pH de la solución confiere la misma protección al Mg en un sistema más complicado como lo es el cuerpo poroso de una espuma.

Con este propósito pequeñas muestras de las espumas fueron sometidas al proceso de lixiviado utilizando la solución de hidróxido de sodio con pH de 13. Se utilizó un vaso de precipitados con capacidad de un litro, una plancha con agitador magnético y una barra magnética de agitación. En contraste con las pruebas realizadas con los polvos de Mg, las muestras comenzaron a reaccionar instantáneamente, liberando gas desde el momento en que tocaron el disolvente. La solución se volvió rápidamente turbia, en parte por la formación del hidróxido de magnesio, pero en mayor medida por la formación de burbujas muy pequeñas que se dispersan homogéneamente en la solución debido a la agitación. Cuando el solvente (solución de NaOH) se tornó demasiado turbio (indicación



de que se estaba saturando de $Mg(OH)_2$) fue reemplazada con el objetivo de beneficiar la capacidad de disolución del solvente. Este proceso se realizó en tres ocasiones, observándose el mismo comportamiento en cada reemplazo de la solución. Después de repetir el proceso de disolución en varias ocasiones se observó que la liberación de gas por parte de las muestras cesó prácticamente por completo y la solución permaneció sin cambios evidentes, indicando que el material de sacrificio fue disuelto y que los poros internos se encuentran ahora vacíos, sin embargo, esto es sólo una especulación que se ha de confirmar. Otra manera de evaluar el estado de eliminación del NaCl de las muestras es “escuchando” la espuma. Como se ha mencionado en varias ocasiones, la reacción $NaCl + H_2O + Mg$, aún en la solución de hidróxido de sodio, libera gas como producto de reacción que incluso fuera de la solución es un proceso muy evidente. En este sentido, si acercamos suficientemente la espuma a nuestro oído podremos escuchar el burbujeo que indica la producción y liberación de gas dentro de la espuma, indicando que se está llevando a cabo la reacción química.

Con el objetivo de eliminar toda el agua posible y detener así la reacción de corrosión, las espumas fueron removidas de la solución y se colocaron en otro vaso de precipitados con isopropanol. Nuevamente se utilizó el agitador magnético para remover de la espuma cualquier resto de los productos de la reacción; además se utilizó un dispositivo de ultrasonido con el objetivo de optimizar la limpieza de la espuma. El isopropanol, al igual que la solución de hidróxido de sodio, se tornó turbia, de tal manera que fue necesario reemplazar el isopropanol tantas veces como fuera necesario hasta que las espumas quedaron limpias y el isopropanol translucido como al principio. Cuando las espumas estuvieron completamente secas (para el secado se utilizó una pistola de aire), una de ellas fue cortada por la mitad para evaluar si el proceso de lixiviado, utilizando la solución de hidróxido de sodio, fue suficiente para eliminar el material de sacrificio del interior de la espuma, ver la figura 3.22.



Figura 3.22 a) espumas de Mg después del proceso de lixiviado y b) espuma cortada por la mitad después de la eliminación del NaCl

Sobre el plano de corte de la figura 3.22 b) se puede observar que el Mg no tiene un color metálico y brillante, por el contrario, se le observa opaco y más bien con un tono blanquecino indicando que el material de sacrificio no fue completamente eliminado del interior de la espuma y por lo tanto hay señales de corrosión (el hidróxido de magnesio, producto de la corrosión del magnesio, es de color blanco).

El efecto negativo observado en estas pequeñas muestras puede ser originado por las dimensiones de las muestras. Dado que las muestras tienen un tamaño demasiado reducido, son muy livianas (poco densas), por lo tanto flotan en el líquido y son arrastradas en el vórtice creado por el agitador magnético. Las muestras se mueven como si fueran parte del fluido creando un estado estacionario localizado, que impide el flujo del solvente alrededor y dentro de la espuma. Este estado estacionario es completamente contrario al objetivo perseguido por el proceso de agitación. En este caso, la eliminación del NaCl se efectúa simplemente por un gradiente de concentración. Sin embargo, el NaCl dentro de los poros ya ha entrado en contacto con la solución por lo que la reacción de corrosión da comienzo y ésta se ve favorecida por el exceso de NaCl dentro de los poros.

En conclusión, debemos asegurarnos de que la espuma permanezca estática dentro del recipiente mientras el proceso de agitación crea turbulencias alrededor de la espumas y dentro de la misma, dependiendo del tamaño del poro. De esta manera nos aseguramos que el flujo turbulento alrededor de la espuma beneficia el proceso de disolución del NaCl



y no se efectúa solamente por un gradiente de presión, que además es un proceso muy lento.

3.2.4 Pruebas de lixiviado de NaCl en muestras de espumas sin geometría definida de mayor tamaño.

Después de la discusión anterior y teniendo en cuenta el origen del problema, se continúa con la evaluación del proceso de lixiviado sobre una espuma de mayor tamaño pero aun sin geometría ni dimensiones definidas. Esta espuma fue colocada en un vaso de precipitados con la solución de NaOH y se disolvió con ayuda de la agitación creada por el dispositivo magnético. De la misma manera que con las espumas pequeñas, la reacción comenzó rápidamente y la solución se volvió opaca a medida que el gas y el hidróxido de magnesio (producto de la reacción de oxidación) eran formados. A pesar de que la solución fue reemplazada en varias ocasiones (tomando como referencia la opacidad de la misma), el proceso de lixiviado no fue realizado con éxito. Cuando la espuma estuvo seca se podían observar pequeñas zonas blanquecinas en el exterior de la misma. Con el objetivo de evaluar el daño interno en estos “puntos de corrosión” se incidió sobre ellos con ayuda de un punzón metálico. Al introducir la punta del punzón sobre los puntos de corrosión fue evidente el grado de daño; la mayor parte del Mg reaccionó para convertirse en hidróxido de magnesio, que es un polvo blanco e insoluble en agua (la sobreproducción de $Mg(OH)_2$ se debe a que los reactivos, NaCl, H_2O y Mg, se encuentra en exceso, sobre todo el NaCl). Cuando el polvo fue removido completamente la espuma lució como se muestra en la figura 3.23.



Figura 3.23 Espuma de mayor tamaño, después del proceso de lixiviado

En este caso la espuma permaneció en el fondo del vaso al principio, debido al peso total del material compuesto, sin embargo, a medida que el NaCl se iba disolviendo el peso de la espuma comenzó a disminuir. A medida que la espuma se va haciendo más liviana comenzó a ser arrastrada por el vórtice creado por el agitador magnético, ocasionando exactamente los mismos problemas que se observaron en las espumas de menor tamaño.

En general podemos dividir el proceso de lixiviado en tres etapas, la primera de ellas es el principio del proceso, cuando la espuma entra en contacto con el líquido. Esta es la etapa más crítica de todas, ya que es el momento más vulnerable para la espuma de Mg debido a que la concentración de NaCl dentro de los poros es muy elevada e incrementa rápidamente en la solución. De acuerdo a la ecuación que describe reacción química, mientras mayor sea la concentración de NaCl en el disolvente, mayor será la corrosión. Este efecto negativo obliga a reemplazar el disolvente mucho más rápido en esta etapa que en las dos subsecuentes.

La siguiente etapa comprende el resto del proceso de eliminación del NaCl del interior de la espuma. Este paso puede ser considerado crítico, ya que en el interior de la espuma aún tenemos presencia de NaCl, sin embargo, si la primera etapa de lixiviación se realizó



adecuadamente, la cantidad de NaCl remanente en este punto debe ser considerablemente baja que no representa un riesgo mayor para la espuma.

La etapa final es la limpieza de la espuma con alcohol isopropílico para eliminar el resto de NaCl y todos los residuos de la reacción, esto también ayuda para detener la reacción química si aún existen residuos de H₂O en el interior de los poros. Adicional a la limpieza con alcohol se puede utilizar un sistema de ultrasonido que ayudará a despegar el resto de los reactivos y productos de la reacción de corrosión.

El proceso de lixiviado realizado en estas muestras nos ayuda a saber que incluso cuando se utiliza la solución de NaOH como solvente para eliminar el NaCl del interior del compuesto, es necesario ser altamente cuidadosos durante el proceso de disolución: el proceso lixiviación debe ser tan rápido como sea posible, y se debe reemplazar la solución de hidróxido de sodio apenas se torne opaca.

Cuando el proceso de lixiviado se realiza adecuadamente y la espuma queda completamente libre de NaCl, el Mg conserva su color metálico característico y se ve como lo muestra la figura 3.24.



Figura 3.24 Espuma de magnesio completamente libre de material de sacrificio



3.2.4.1 Resumen del proceso de lixiviado en las espumas producidas.

En la tabla 3.5, que muestra los parámetros utilizados en el proceso de manufactura de las espumas.

Tabla 3.5 Resumen de las espumas fabricadas

Espuma	Tiempo de fundido	Tamaño de NaCl	Cantidad de NaCl	Cantidad de Mg
1	2:00 horas	$\geq 500 \mu\text{m}$	-	-
2	1:30 horas	$\geq 500 \mu\text{m}$	50 g	66.70 g
3	1:30 horas	250-500 μm	50 g	77.60 g
4	1:30 horas	250 - 500 μm	50 g	78.02 g
5	1:25 horas	$\geq 500 \mu\text{m}$	50 g	70.46 g
6	1:15 horas	$2 \text{ mm} \leq x < 2.36 \text{ mm}$	50 g	71.14 g
7	1:00 horas	$1 \text{ mm} \leq x < 1.40 \text{ mm}$	50 g	61.84 g
8	1:00 horas	$1.4 \text{ mm} \leq x < 1.7 \text{ mm}$	50 g	67.13 g
9	1:00 horas	$1.7 \text{ mm} \leq x < 2 \text{ mm}$	50 g	64.01 g
10	1:00 horas	710 μm	50 g	63.85 g
11	1:00 horas	$2 \text{ mm} \leq x < 2.36 \text{ mm}$	50 g	63.92 g
12	1:00 horas	$710 \mu\text{m} \leq x < 1 \text{ mm} +$ $2 \text{ mm} \leq x < 2.36 \text{ mm}$	35 g + 15 g 50 g	66.38 g
13	1:00 horas	$1.4 \text{ mm} \leq x < 1.7 \text{ mm}$	50 g	75.06 g
14	45 minutos	$1.7 \text{ mm} \leq x < 2.0 \text{ mm}$	50 g	62.60 g
15	45 minutos	$1.0 \text{ mm} \leq x < 1.4 \text{ mm}$	75 g	62.22 g
16	45 minutos	$2.0 \text{ mm} \leq x < 2.36 \text{ mm}$	72 g	69.04 g
17	45 minutos	$1.0 \text{ mm} \leq x < 1.4 \text{ mm}$	73 g	68.09 g
18	45 minutos	$2.0 \text{ mm} \leq x < 2.36 \text{ mm}$	73 g	61.20 g
19	45 minutos	$1.4 \text{ mm} \leq x < 1.7 \text{ mm}$	73 g	62.19 g
20	45 minutos	$1.7 \text{ mm} \leq x < 2.0 \text{ mm}$	73 g	68.70 g



En la tabla 3.5 podemos observar la evolución en el tiempo de fundido del metal, el cual es muy importante ya que, como se mencionó antes, esto permite optimizar el proceso de espumado y, si los materiales necesarios (otra cámara, por ejemplo) están disponibles, es posible producir más de una espuma por día.

La tabla 3.6 muestra los parámetros que permanecieron constantes durante la producción de todas las espumas, sin embargo, muestra también las excepciones, es decir los parámetros que se vieron modificados en la producción de alguna espuma en específico.

Tabla 3.6 parámetros constantes en la fabricación de espumas

Parámetro	Valor
Temperatura	740°C
Presión de Infiltración	4 Bars
Presión de la atmósfera protectora	0.5 Bars
Velocidad de calentamiento	20 °C/ min
Gas utilizado	4% SF ₆ /CO ₂
Tiempo de Infiltración	5 minutos *
Presión y tiempo de vacío	0 Torr-5 minutos **
Tiempo de enfriamiento con presión	5 minutos ***

*	excepto en la primera espuma, que fue de 10 minutos
**	excepto en la primera espuma, que fue de 10 minutos y en la segunda donde el vacío fue utilizado solamente para verificar los sellos y asegurarnos de que no hubiera fugas
***	excepto en las primeras tres espumas donde la presión fue liberada de la cámara después de que ésta fuera removida del horno y en la espuma 15, donde el proceso de enfriado está descrito en “proceso de espumado” de esta sección

A continuación se presenta un resumen de las espumas producidas a lo largo de la presente investigación.



Las espumas 1, 2, 3, 4 y 5 desafortunadamente fueron prácticamente destruidas. En todas estas espumas se presentaron los problemas observados en las primeras pruebas de lixiviación. Las espumas fueron arrastradas por el vórtice en la solución creado por el agitador magnético. Sin embargo esto nos ayudó a perfeccionar el procedimiento de lixiviado. Las figuras 3.22 y 3.23 muestran el estado de las primeras dos espumas, mientras que las imágenes siguientes (Figura 3.25: a espuma 3, b y c espumas 4 y d espumas 5) muestran el estado en que quedaron las espumas después de este primer intento de lixiviado.

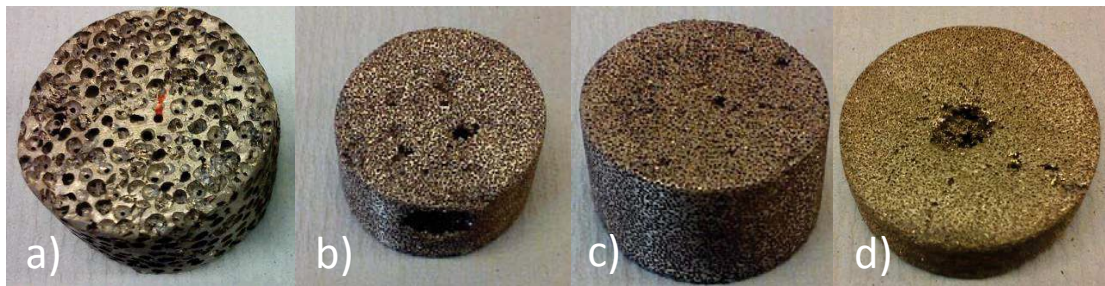


Figura 3.25 Resultados del proceso de lixiviado en a) espuma 3, b) y c) espuma 4 y d) espumas 5

Se trató de disolver la tercera espuma en una sola pieza, sin embargo como se puede observar en la imagen fue severamente dañada y corroída, se partió por la mitad y el interior presentó el mismo aspecto. Al observar este efecto, las espumas 4 y 5 se cortaron por la mitad antes de ser disueltas. La primera mitad de la espuma 4 fue afectada un poco en el interior, sin embargo, la otra mitad fue disuelta de una manera bastante aceptable, no presenta signos de corrosión y está libre de NaCl en el interior. Finalmente la espuma 5 fue disuelta completamente, presenta el color típico metálico del Mg y es muy liviana.

Después de estas primeras pruebas, se sometieron al lixiviado las espumas 6, 7 y 8 pero de una sola pieza. La imagen 3.26 muestra estas espumas después de la prueba de lixiviado.

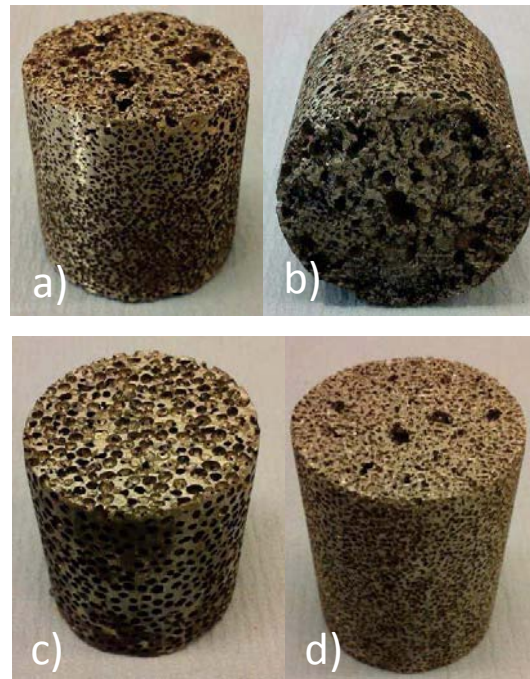


Figura 3.26 Resultados del proceso de lixiviado en a) y b) espuma 6, c) espuma 7 y d) espuma 8

Las figuras a y b muestran la espumas número 6, la cual fue cortada por la mitad para evaluar el daño ocasionado por el proceso, se puede observar que está bastante dañada en el plano de corte, sin embargo en los extremos se le puede observar brillante y libre de NaCl. La espuma 7 (figura c), a pesar de que quedó libre de NaCl en el interior, presenta corrosión en el exterior de la espuma. Finalmente la espuma 8 presenta un aspecto mucho mejor, aunque el metal se ve bastante opaco. Después de esta prueba se concluye que el reemplazo de la solución de lixiviado debe ser de una manera más periódica y el cambio debe ser muy rápido para evitar que la espuma este fuera de la solución. Cuando sacamos la muestra de la solución, ésta sigue reaccionando, sin embargo no hay más solución para reemplazar la que se ha saturado de NaCl, por lo tanto la espuma es bastante vulnerable.

Para las siguientes espumas se preparó una mayor cantidad de solución y se consiguieron más vasos de precipitado con el objetivo de facilitar el reemplazo de la solución y proteger



a la espuma. La figura 3.27 muestra las espumas 9, 10 y 11 después del proceso de lixiviado.

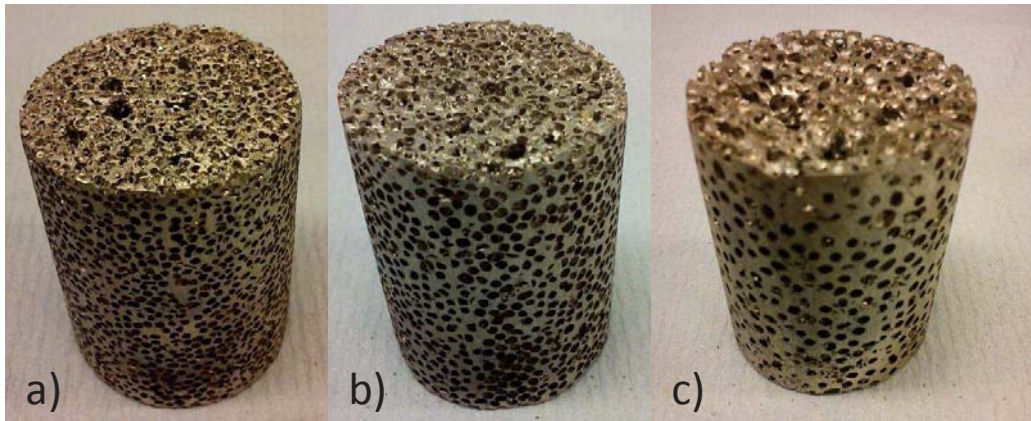


Figura 3.27 Resultados del proceso de lixiviado en a) espuma 9, b) espuma 10 y c) espuma 11

A pesar de que en las primeras dos espumas podemos observar algunos puntos más oscuros, las espumas fueron completamente disueltas en general, dando como resultado la optimización del proceso de lixiviado, logrando así una espuma con el aspecto que exhibe la imagen c.

En conclusión, si se tiene el suficiente cuidado al momento de la eliminación del NaCl, se pueden obtener espumas completamente libres del material de sacrificio y sin signos de corrosión.

3.2.6 Lixiviado de NaCl en espumas con geometría y dimensiones definidas.

Finalmente, en el proceso de manufactura de las espumas, se produjeron las ocho espumas (de la 12 a la 19), las cuales fueron maquinadas para obtener probetas para las pruebas de compresión, las cuales tienen geometría y dimensiones determinadas.



Después de todas las optimizaciones realizadas al proceso de lixiviado a partir de las pruebas realizadas en los polvos de Mg y las espumas sin dimensiones y geometría definidas, la eliminación del material de sacrificio en estas probetas fue mucho más sencillo. Todos los poros quedaron expuestos, el NaCl quedó completamente eliminado del interior de los poros y el metal conservó completamente su brillo metálico, como se muestra en la figura 3.28.



Figura 3.28 Espumas maquinadas y disueltas para medición de densidad y porosidad

3.4. Caracterización

3.4.1. Densidad y Porosidad

Como se mencionó, la densidad y la porosidad son parámetros muy importantes en la caracterización de una espuma. La tabla 3.7 muestra los resultados de porosidad y densidad de cada espuma, así como todos los datos utilizados en los cálculos. Los datos de peso y volumen de las espumas son el promedio de varias mediciones realizadas.



Tabla 3.7 Resultados de Densidad y Porosidad

Espuma	Tamaño de NaCl	Diámetro [mm]	Altura [mm]	Volumen [cm ³]	Peso [g]	Densidad [g/cm ³]	Porosidad [%]
3 a)	2mm<x<2.36mm	31.8	18.44	14.64	7.33	0.5	71.2
3 b)	2mm<x<2.36mm	31.74	16.4	12.97	7.39	0.57	67.23
5	250 μm<x<500 μm	31.96	12.22	9.8	4.2	0.43	75.34
7	1.7mm<x<2mm	32	33.16	26.66	14.46	0.54	68.79
9	1mm<x<1.4mm	32.14	40.59	32.93	17.19	0.52	69.96
10	1.4mm<x<1.7mm	31.88	39.4	31.44	12.94	0.41	76.32
11	2mm<x<2.36mm	32.16	40.02	32.5	13.24	0.41	76.56
Aluminio	2.0 mm<x<2.36 mm	50.78	25.32	51.28	38.93	0.76	71.87

En la tabla anterior podemos observar que el comportamiento tanto de la densidad como de la porosidad presenta un carácter ascendente con el número de espuma. Esto es completamente esperado ya que conforme el número de identificación de la espuma aumenta, el proceso de lixiviado fue mejorando; en otras palabras, el cálculo de la porosidad nos ayuda a corroborar la evolución en el proceso de eliminación del material de sacrificio. Sin embargo, si analizamos la espuma número 3 a y b, podemos observar una diferencia muy marcada en la porosidad (y por lo tanto en la densidad). Esta espuma fue bastante corroída (fue uno de los primeros intentos de lixiviado) por lo tanto no podemos esperar un valor alto o uniforme para la porosidad. Por otro lado, la espuma 5 exhibe un valor de porosidad bastante aceptable, sin embargo, si analizamos la imagen 3.25 d, observamos que tiene un “poro” de gran tamaño en el centro el cual, cabe mencionar, no es producto de la corrosión, sino que en este punto el metal no infiltró completamente. Estas últimas dos espumas (3 y 5) son agregadas a los cálculos simplemente para evaluar las características de espumas que no fueron disueltas completamente, que presentan signos de corrosión o que no fueron infiltradas apropiadamente.



Analizando las espumas que fueron producidas correctamente (espumas 7, 9, 10 y 11, estas espumas fueron elegidas para tener muestras representativas de cada uno de los tamaños de material de sacrificios utilizados), se puede observar que la porosidad está en un rango de 69% a 76.5% estos valores de porosidad son bastante prometedores de acuerdo a lo reportado en la literatura. A excepción de la espuma 7, conforme el tamaño de poro incrementa, la porosidad de la espumas incrementa también; el problema observado en la espuma 7 puede deberse a problemas presentados durante el proceso de lixiviado, pero que no fueron identificados. Esto nos permite establecer una tendencia entre el tamaño de poro y la porosidad de la muestra.

Finalmente, es muy interesante analizar las dos últimas espumas en la tabla 3.7 (la espuma número 10 y la espuma de aluminio), la espuma de aluminio fue realizada por E. Elizondo [46], quien para su trabajo utilizó una cámara diferente (de mayor tamaño), distinto gas de infiltración (argón) y una presión de infiltración diferente (3.5 Bars), pero el cálculo de la densidad y la porosidad fue realizado exactamente de la misma manera que en el presente trabajo (con las espumas de magnesio). Es importante recordar que la densidad del aluminio (2.6984 g/cm^3) es diferente a la del magnesio (1.738 g/cm^3). Como se puede observar en la tabla 3.7, los valores de densidad y la porosidad son distintos entre ambas espumas: la espuma de Mg tiene una menor densidad y por lo tanto una porosidad mayor que la espuma de Al, esto implica que la primera es más ligera que su homóloga de Al. Este comportamiento coincide con lo que aparece en la literatura: debido a que la densidad del Al es mayor que la del Mg se espera que las espumas de Mg mantengan la multifuncionalidad de las estructuras celulares pero con un peso reducido [7].

El porcentaje de porosidad, $Pr(\%)$, de las espumas, fue calculado utilizando la densidad relativa, ρ_{Re} (definida como la densidad de las espumas ρ^* dividida por la densidad del metal matriz $\rho_{sMg}=1738 \text{ Kg/m}^3$), en la siguiente expresión:



$$\text{Pr}(\%) = \left(1 - \frac{\rho^*}{\rho_{sMg}} \right) \quad \text{Ec. 3.1}$$

Con el objetivo de corroborar los datos que se obtuvieron a partir de las espumas sin geometría y dimensiones definidas, se realizó la determinación de densidad y el cálculo de la porosidad con las probetas de compresión. La densidad de las espumas fue calculada como se describió en el capítulo de desarrollo experimental, a partir de la masa y el volumen de las probetas de compresión (la cuales tienen una geometría cilíndrica con un diámetro de 2.5 cm y una altura de 2 cm). La tabla 3.8 resume los parámetros experimentales obtenidos de las probetas de compresión de las espumas de Mg, con los cuales se determinó el porcentaje de porosidad Pr(%). Esta tabla muestra que, cuando el tamaño de poro disminuye, de la muestra (D) 2mm a la muestra (A) 1mm, tanto la densidad de las espumas como las densidades relativas incrementan. Por otro lado, el porcentaje de porosidad Pr(%) incrementa a medida que se incrementa el tamaño de poro, alcanzando un valor de 77% para la muestra (D) con un tamaño de poro de 2mm. Con esta última determinación se confirma la tendencia propuesta a partir de la tabla 3.8: a medida que se incrementa el tamaño de poro, la densidad de la espuma disminuye y por lo tanto la porosidad se ve incrementada.

Tabla 3.8 Datos experimentales de densidad y porcentaje de porosidad de las probetas de las espumas de magnesio.

Muestra	Densidad de las probetas ρ^* (kg/m ³)	Densidad relativa ρ^*/ρ_{sMg}	Pr (%)
(A)1mm	572.5	0.33	67
(B)1.4mm	463.4	0.27	73
(C)1.7mm	414.6	0.23	76
(D)2mm	385.1	0.21	77



Por otro lado, al comparar los datos mostrados en la tabla 3.8 (obtenidos a partir de las probetas de compresión) y los que aparecen en la tabla 3.7 (obtenidos a partir de muestras de espuma sin dimensiones definidas), podemos observar que los valores para cada tamaño de poro son muy similares (con excepción de la espuma con tamaño de poro de 2 mm, por los problemas mencionados antes), por ejemplo, para la espuma cuyo tamaño de poro es de 1 mm se obtuvo una porosidad de 69.96% para la espuma sin dimensiones específicas, mientras que la porosidad para la probeta de compresión fue de 67%, o la espuma con el mayor tamaño de poro, en el primer caso se obtuvo 76.56% mientras que con la probeta se obtuvo un valor de 77%. Estos resultados nos ayudan a demostrar que las determinaciones son veraces, además de que sirven como soporte para asegurar que el proceso de lixiviado se realizó completamente.

3.4.2. Caída de presión

Esta prueba es relativamente sencilla de realizar, sin embargo, se presentaron un par de complicaciones:

- Soporte: el soporte del dispositivo está diseñado para muestras con un tamaño y forma determinada, que no coinciden con las dimensiones de las muestras obtenidas
- Longitud: no todas las espumas tienen la misma longitud, por lo que se presentó un espacio vacío dentro del cilindro.

Aun con las complicaciones se realizó la prueba y los resultados de esta prueba se encuentran concentrados en la tabla 3.9. Podemos encontrar el ΔP para cada espuma, el tamaño de poro, la longitud de la espuma y finalmente ΔP /longitud. Este último valor se determinó con el objetivo de ser capaces de comparar la caída de presión de todas las espumas ya que cada una tiene una longitud diferente. Los resultados expuestos en esta tabla son solamente para las espumas 9, 10 y 11, las cuales han mostrado (de acuerdo a las mediciones de densidad y porosidad) que han sido disueltas apropiadamente y nos



permiten establecer una tendencia. La espuma 7 ya no es considerada debido a que queda fuera de la tendencia de acuerdo a su valor de porosidad.

Tabla 3.9 Resultados de la prueba de caída de presión

Espuma	9		10		11	
	1mm<x<1.4mm		1.4mm<x<1.7mm		2mm<x<2.36mm	
Longitud [mm]	40.594		39.402		40.017	
Flujo [l/min]	ΔP [mbar]	ΔP / longitud	ΔP [mbar]	ΔP /longitud	ΔP [mbar]	ΔP / longitud
10	1.00	0.02	0.40	0.01	0.00	0.00
20	3.70	0.09	1.40	0.04	0.90	0.02
30	7.90	0.19	3.10	0.08	2.20	0.05
40	17.20	0.42	7.70	0.20	5.90	0.15

En la tabla 3.9 se puede observar claramente que a medida que el flujo de aire se incrementa la diferencia de presión incrementa; además de que a medida que se incrementa el tamaño de poro el ΔP /longitud disminuye. Sin embargo, en la tabla no se puede observar claramente la tendencia, de tal manera que, con estos datos, se construyó la figura 3.29.

Se espera que el comportamiento de las curvas este determinado por el tamaño de poro (tamaño del material de sacrificio), de tal manera que mientras menor sea el tamaño de poro, mayor será la caída de presión.



Prueba de Caída de Presión

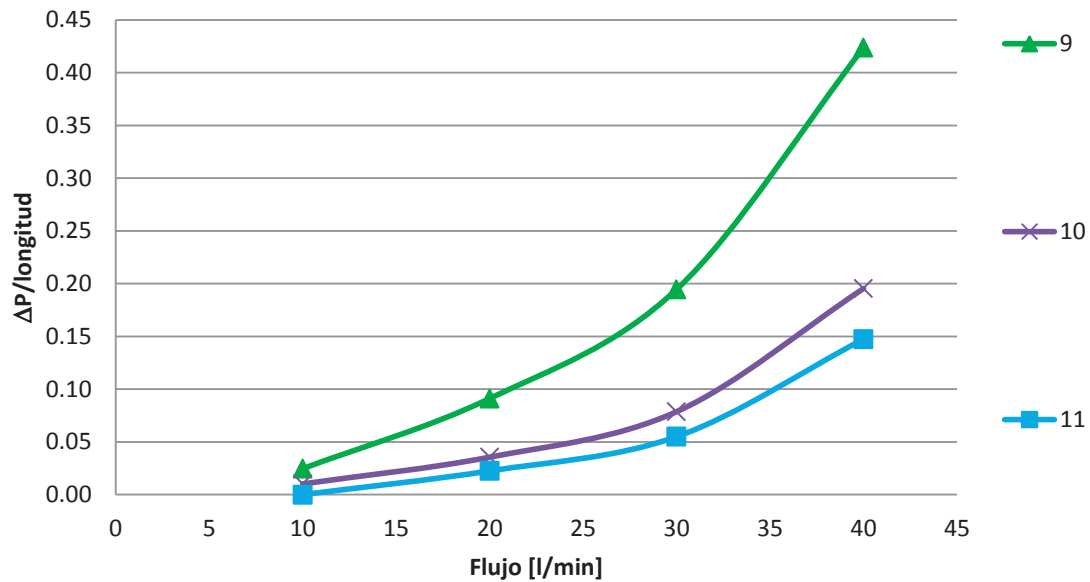


Figura 3.29 Curvas $\Delta P/\text{longitud}$ para la prueba de caída de presión

En la figura 3.20 podemos observar con mayor claridad la dependencia entre la caída de presión y el tamaño de poro. La espuma numero 11 es la que tiene poros de mayor tamaño y presenta la menor caída de presión, lo cual indica que un fluido que se hizo pasar a través de esta espuma, presentará la menor resistencia. Siguiendo la tendencia, la espuma 9 es la que presenta la mayor caída de presión, coincidiendo con ser la que tiene el menor tamaño de poro.

3.4.3 Estructura de la celda

Las muestras representativas cilíndricas de las espumas de magnesio de celdas abiertas, con diferente tamaño de poros se muestran en la figura 3.30.

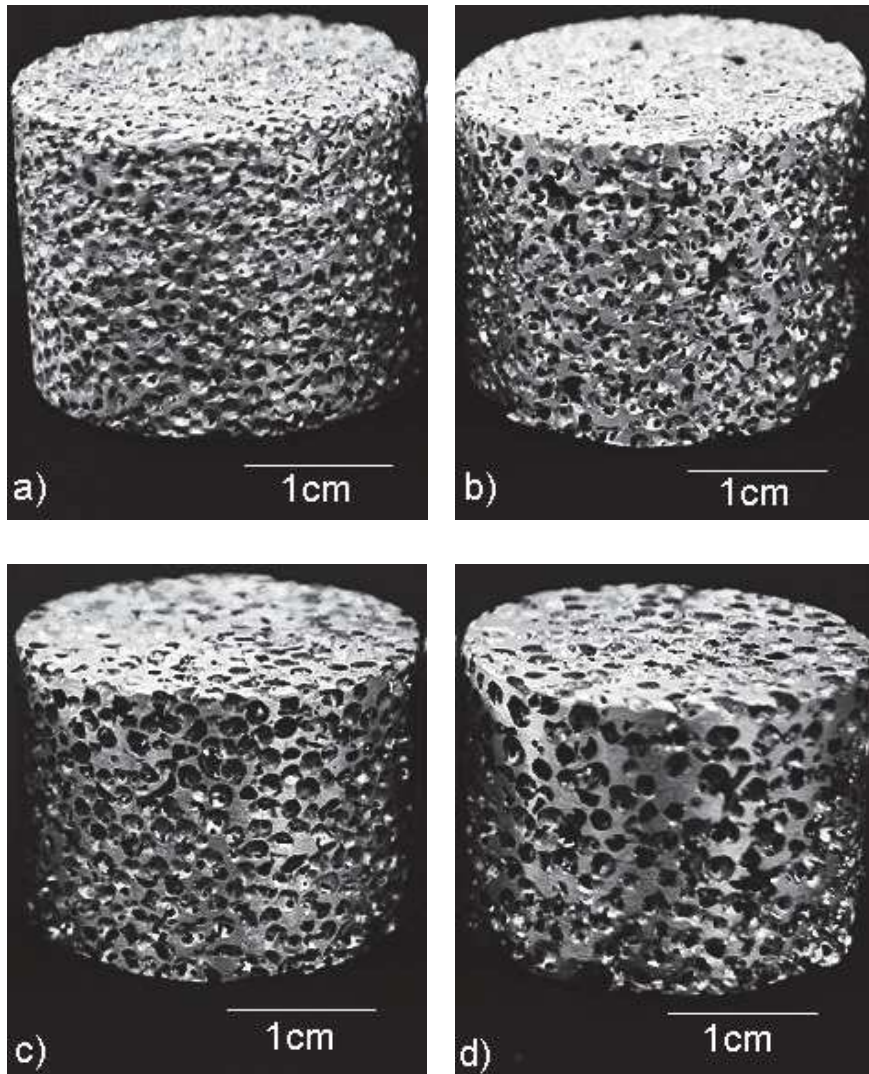


Figura 3.30 Probetas cilíndricas de las espumas de magnesio con diferente tamaño de poro: a) (A) 1mm, b) (B) 1.4 mm, c) (C) 1.7 mm y d) (D) 2 mm.

En estas imágenes puede observarse que todas las muestras tienen una distribución homogénea de poros esféricos con un tamaño de poro equivalente al de las partículas de NaCl. Los correspondientes estéreo-micrografías se muestran en la figura 3.31, en las cuales se observa que todas las muestras tienen estructuras de poro abierto con interconexiones entre ellos.

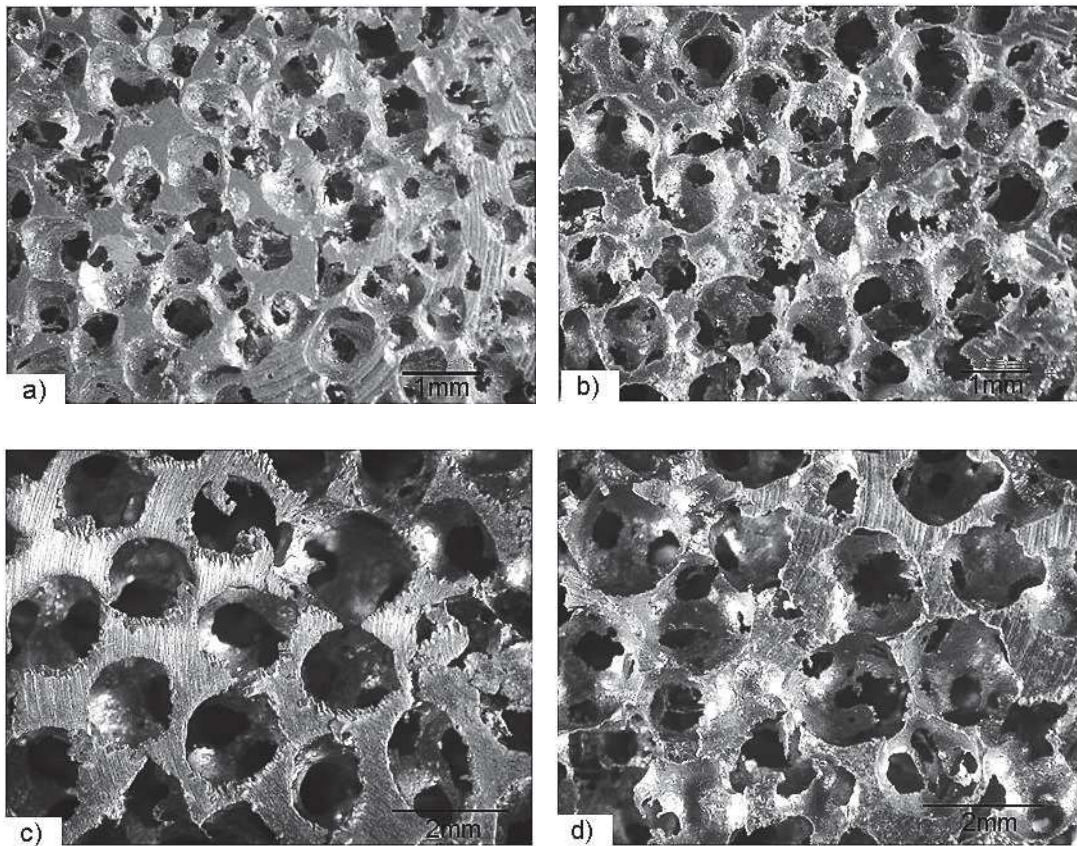


Figura 3.31 Estéreo-micrografías de las espumas de magnesio con diferente tamaño de poro: a) (A) 1mm, b) (B) 1.4 mm, c) (C) 1.7 mm y d) (D) 2 mm.

3.4.4 Propiedades Mecánicas

Las propiedades mecánicas de las espumas de magnesio de poro abierto fueron ensayadas en una prueba de compresión. Las curvas esfuerzo-deformación de compresión de las probetas con diferentes tamaños de poro se muestran en la figura 3.32.

En todos los casos, las curvas exhiben el comportamiento característico de las espumas de poro abierto, mostrando tres distintas regiones: I) región elástica lineal inicial a muy baja deformación (menores a 0.05) sin la presencia de picos de esfuerzo, II) una región de meseta extendida a un nivel relativamente constante de esfuerzo, el cual incrementa lentamente a medida que la celda es deformada plásticamente. Las curvas son suaves en



la región de meseta sin la presencia de oscilaciones, comúnmente observadas en las espumas de poro abierto; y III) zona de densificación, registrada alrededor de 0.5-0.6% de deformación, donde las celdas colapsadas son compactadas. Las propiedades mecánicas experimentales obtenidas de las curvas esfuerzo-deformación del ensayo de compresión están resumidas en la tabla 3.10.

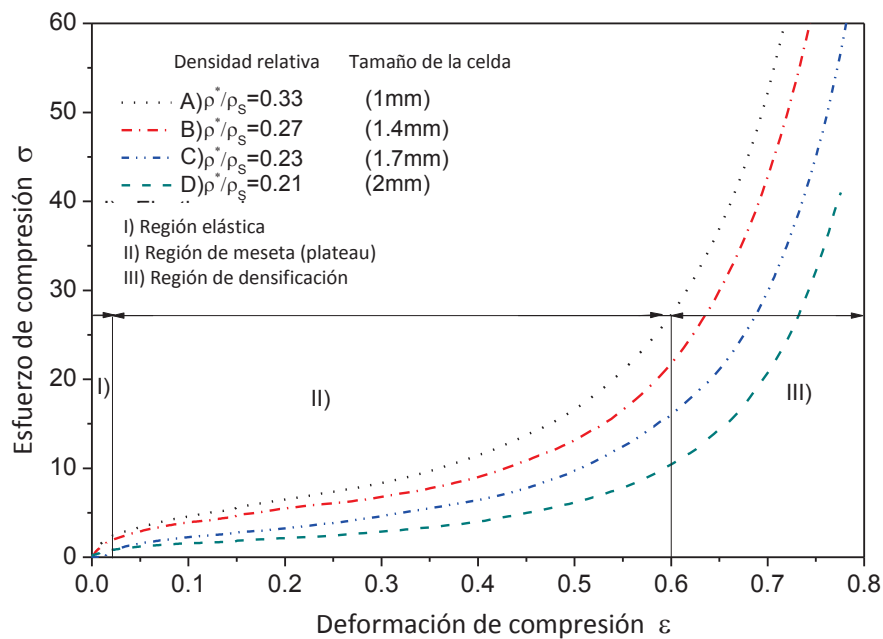


Figura 3.32 Curvas esfuerzo-deformación para las espumas de Mg.

Tabla 3.10 Propiedades mecánicas experimentales y capacidad de absorción de energía de las espumas de magnesio de poro abierto.

Muestra	Límite de fluencia σ_y^* (MPa)	Módulo de Young E (GPa)	Meseta promedio de esfuerzo σ_{pl} (MPa)	Absorción de Energía W (MJ/m ³)
(A)1mm	2.5	0.72	8.1	5.5
(B)1.4mm	1.9	0.69	7.5	4.6
(C)1.7mm	1.5	0.65	6.4	3.1
(D)2mm	1.2	0.61	5.2	1.9



En la tabla 3.10 se puede observar que todos los parámetros mecánicos: límite de fluencia σ_y^* , meseta de esfuerzo σ_{pl} y módulo de Young E , muestran una tendencia creciente a medida que el porcentaje de porosidad $Pr(\%)$ disminuye o cuando la densidad relativa incrementa, como era de esperarse. Sin embargo, en las muestras también se modifica el tamaño de poro y la disminución en el tamaño de poro coincide con la mejora en las propiedades.

El límite de fluencia σ_y^* (se utilizó el criterio de compensación del 0.2 % para identificar el comportamiento elástico lineal inicial y el límite de fluencia) se incrementa en 1.2 MPa para porosidades de 77% a 2.5 MPa para porosidades de 67%. El menor valor del límite de fluencia puede ser atribuido al alto porcentaje de porosidad y a las paredes delgadas de las celdas de las espumas de Mg.

Con respecto al módulo de Young E , éste incrementa de 0.61 GPa para la muestra D con un tamaño de poro de 2 mm y una porosidad de 77%, hasta 0.72 GPa para la muestra A con un tamaño de poro de 1 mm con una porosidad del 67%.

EL modelo de Gibson-Ashby [14] es ampliamente utilizado para predecir las propiedades mecánicas de las espumas (principalmente σ_{pl} y E) como una función de densidad relativa ρ_{Rel} . A partir de un tratamiento analítico para una estructura porosa simplificada, el modelo propone una simple relación entre la densidad relativa (ρ^*/ρ_{sMg}) y el módulo de Young E (Ec. 3.2) y (Ec. 3.3) la meseta de esfuerzo (σ_{pl}), como se muestra a continuación:

$$\frac{E}{E_{sMg}} = A \left(\frac{\rho^*}{\rho_{sMg}} \right)^2 \quad \text{Ec. 3.2}$$

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_{ys}} = C \left(\frac{\rho^*}{\rho_{sMg}} \right)^{3/2} \quad \text{Ec. 3.3}$$



En la ecuación 3.2 E_{sMg} es el módulo de Young del material del borde de la celda sólida (que es 40 GPa para magnesio), A es una constante relacionada con la geometría de la celda, con un valor de 1. En la ecuación 3.3 σ_{YS} es límite de fluencia del material de borde de la celda (21 MPa) [16]. Los datos de espumas del poliuretano y varios metales celulares sugieren que $C=3$, aunque en la práctica el valor de las constantes A y C varían sobre un amplio intervalo dependiendo del tipo de espumas.

La relación entre E, σ_{pl} y la densidad relativa ρ_{Rel} para una espuma de magnesio de poro abierto se muestra gráficamente en la figura 3.44 a) y b). Siguiendo el razonamiento discutido con anterioridad se asume que el tamaño de poro no afecta los resultados de las propiedades mecánicas. Se puede observar que los resultados del módulo de Young experimental E no están muy cerca a lo predicho, figura 3.44 a). Sin embargo, como se señaló anteriormente, la constante A toma diferentes valores para diferentes tipos de espumas, de tal manera que la tendencia con respecto a la densidad es una comparación más importante. Como se puede observar, los datos graficados en la figura 3.44 a) pueden ser ajustados a una línea recta con una pendiente cercana a 0.35, mientras que la pendiente predicha por Gibson-Ashby es de 2, el cual parece no ser una buena predicción. Esta gran discrepancia entre el valor predicho por el modelo y el obtenido experimentalmente puede ser atribuida a los efectos del cambio estructural provocado por los diferentes tamaños de poros.

El valor experimental de la meseta de esfuerzo, σ_{pl} , es alto comparado con los predicho por el modelo de Gibson-Ashby, figura 3.44 b), pero el mismo factor del valor de la variable C se aplica en este caso. Una vez más, la observación importante se centra en el exponente, y se observa que existe una buena correspondencia entre los datos experimentales y los predichos por el modelo.

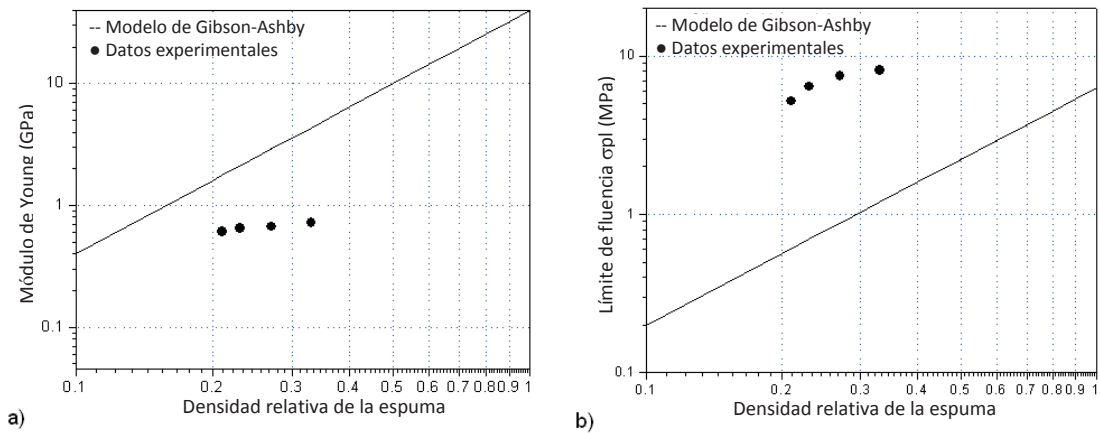


Figura 3.44 Relación entre la densidad relativa ρ_{Rel} y: a) Módulo de Young E y b) límite de fluencia, σ_{pl} .

Los resultados experimentales son también similares a los obtenidos para espumas de magnesio puro con poro abierto, producidas mediante el proceso de infiltración, con densidades relativas equivalentes en un rango entre 0.22 y 0.33 [18]. Cuando el porcentaje de porosidad es alto (70-80%), las paredes que componen la estructura celular de las espumas tienden a ser más delgadas, por lo tanto, se espera que las propiedades mecánicas puedan ser similares a las obtenidas con espumas de poro cerrado.

Desde un punto de vista práctico, los valores del límite de fluencia σ_{ys} obtenidos en el presente estudio son similares a los que se obtiene con huesos trabeculares, cuyos valores de resistencia oscilan entre 1.5 y 5.3 MPa [41]. Por otro lado, el módulo de Young E de las espumas producidas en el presente trabajo son similares a los valores que presentan los huesos esponjosos (entre 0.01 y 2 GPa) [42, 43]. Así, se puede concluir que la técnica de infiltración puede ser utilizada para producir espumas de magnesio de poro abierto para aplicaciones en andamios, con la posibilidad de controlar las propiedades mecánicas mediante el tamaño de poro, la porosidad y la densidad relativa. Si se requiere de mejores propiedades que las mostradas por la mejor espumada del presente trabajo (módulo de Young $E=0.72$ GPa y límite de fluencia $\sigma_{ys}=2.5$ MPa para la muestra A con un tamaño de poro de 1 mm), estas pueden ser logradas a expensas de un densidad mayor.



La meseta de esfuerzo, σ_{pl} , (calculada promediando los valores de esfuerzo obtenidos entre las regiones elástica y de densificación) incrementó de 5.2 MPa (en la muestra D con un tamaño de poro de 2 mm) a 8.1 MPa (para la muestra A con 1 mm de tamaño de poro).

La capacidad de absorción de energía, W , se obtuvo a partir de las curvas esfuerzo-deformación, calculando el área bajo la región de meseta (también definida como la energía cinética total absorbida por la espuma durante la prueba de compresión), antes de llegar a la zona de densificación, de acuerdo con la siguiente expresión [44].

$$W = \int_0^\epsilon \sigma d\epsilon \tag{Ec. 3.4}$$

Donde σ y ϵ son esfuerzo y deformación compresivos, respectivamente. La capacidad de absorción de energía de las espumas de magnesio de poro abierto, con diferente tamaño de poro se calculó en un rango de deformación entre 0.05 y 0.6 y los resultados se muestran en la tabla 3.10 la figura 3.34.

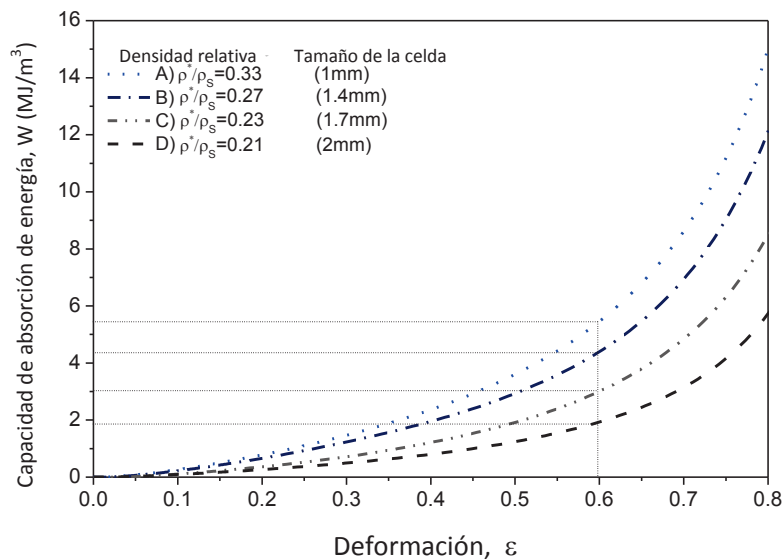


Figura 3.34 Capacidad de absorción de energía para espumas de magnesio de celda abierta.



En la tabla 3.10 se puede observar que la absorción de energía incrementa a medida que disminuye el tamaño de poro y el porcentaje de porosidad, $Pr(\%)$. Como se mencionó anteriormente el límite de fluencia se incrementa a medida que disminuye el tamaño de poro, por lo tanto, el área bajo la curva esfuerzo-deformación también se ve incrementada.

Se han reportado resultados similares en un estudio previo sobre espumas de poro abierto preparadas con la aleación ZA22, desarrollado por Sirong Yu y colaboradores [45]. Encontraron que espumas con una densidad relativa mayor pueden disipar mejor la energía que aquellas menores densidades, durante las pruebas de compresión, lo cual es consistente con los resultados que se muestran en la figura 3.34.

Aunque las espumas de poro cerrado presentan una mayor capacidad de absorción de energía que aquellas con poro abierto, los valores experimentales obtenidos son comparables con los resultados reportados para espumas de poro cerrado con los mismos niveles de porosidad (67-78%) [18].



CONCLUSIONES



CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES

La primera espuma se produjo utilizando los parámetros elegidos para el sistema Mg-NaCl en base a lo reportado en la literatura, mediante el proceso de infiltración. Estos parámetros fueron el punto de partida para las optimizaciones que se realizaron durante la manufactura del resto de las espumas, las cuales se vieron reflejadas en la disminución del tiempo de proceso.

El proceso de eliminación del material de sacrificio, NaCl en este caso, representa un gran reto para el presente trabajo de investigación ya que el solvente lógico es agua. Es bien sabido que el Mg es altamente corroído por el agua y que el efecto corrosivo se ve potenciado por la presencia de NaCl. Mediante pruebas en polvos de Mg se encontró que la solución de NaOH con un pH de 13 confiere protección a dicho metal contra la dicha corrosión aun en un ambiente saturado con NaCl. Por otro lado, la adición de DMSO en la solución de lixiviado no ayudó significativamente en la disolución de la NaCl, lo cual indicó que no es necesario su uso. A pesar del uso de la solución de NaOH, el proceso de eliminación de NaCl en las espumas debe ser desarrollado muy cuidadosamente, ya que el magnesio puede ser corroído dentro de la espuma debido a la geometría más compleja que representa los poros internos de la espuma.

Se logró producir materiales compuestos y eliminar el material de sacrificio para la obtención de espumas, las cuales mostraron un rango de porosidad entre 67% y 77%. Los valores de densidad porosidad muestran un comportamiento congruente con el tamaño de poro. A medida que el tamaño de poro se ve incrementado, la densidad de las espumas disminuye, mientras que la porosidad se ve incrementada. Por otro lado, la densidad de la espuma de Mg es menor que el valor obtenido por una espuma de Al, producida mediante el mismo método y con el mismo tamaño de poro y, por lo tanto, su porosidad es mayor.

El $\frac{P}{L}$ longitud fue calculado con el objetivo de ser capaces de comparar la caída de presión entre todas las espumas realizadas, ya que cada espuma tiene una longitud



diferente. En todas las espumas se observó que, mientras mayor fue el flujo de aire hecho pasar a través de la espuma, mayor fue la caída de presión. Una vez más, la caída de presión presenta una tendencia con respecto al tamaño de poro (tamaño de pellets de NaCl utilizado). A medida que el tamaño de poro se incrementa, el valor de caída de presión disminuye.

Con todas la mejoras realizadas durante la producción de las primeras espumas, se fabricaron espumas de magnesio de poro abierto con tamaños de poro en un rango entre 1 mm y 2 mm, con una estructura homogénea, mediante el método de infiltración utilizando preformas constituidas por partículas esféricas de NaCl, las cuales se utilizaron para maquinar probetas y estudiar las propiedades mecánicas de las espumas de Mg producidas mediante este método.

El efecto del tamaño de poro y la densidad relativa sobre las propiedades mecánicas y la absorción de energía fueron investigadas en las muestras bajo las presentes condiciones de trabajo (es decir, después de las optimizaciones). La muestra con el menor tamaño de poro (1mm) y que presentó el menor porcentaje de porosidad, mostró las mejores propiedades mecánicas: módulo de Young de 0.72 GPa, límite de fluencia de 2.5 MPa y una capacidad de absorción de energía de 5.5 MJ/m³.

Se encontró una correlación entre las propiedades estudiadas para la caracterización de estas espumas y el tamaño de poro.



Bibliografía

**BIBLIOGRAFÍA**

- [1] Abd-Elmouneïm Belhadj, Sid-Ali Kaoua, Mohammed Azzaz, Jean Dominique Bartout, Yves Bienvenu. Elaboration and characterization of metallic foams based on tin–lead. *Materials Science and Engineering A* 494 (2008) 425–428.
- [2] John Banhart. Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams. *Progress in Materials Science*. 46 (2001) 559-632.
- [3] Lorna J. Gibson, Michael F. Ashby and Brendan A. Harley. *Cellular Materials in Nature and Medicine*. United Kingdom at the University Press, Cambridge. Primera Edición. 2010.
- [4] Lorna J. Gibson, Michael F. Ashby. *Cellular Solids Structure and Properties*. Cambridge Solid State Science Series. United Kingdom at the Cambridge University Press. Segunda Edición. 1997.
- [5] Michael F. Ashby, Anthony Evans, Norman A. Fleck, Lorna J. Gibson, John W. Hutchinson, Haydn N. G. Wadley. *Metal Foams A Design Guide*. Butterworth-Heinemann. Elsevier Science. Oxford, Inglaterra. 2000.
- [6] Hans-Peter Degischer, Brigitte Kriszt. *Handbook of Cellular Metals Production, Processing, Applications*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Alemania. 2002.
- [7] Nihad Dukhan. *Metal Foams: Fundamentals and Applications*. DEStech Publication, Inc. USA. 2013.
- [8] G.J. Davies, Shu Zhen. Review Metallic foams: their production, properties and applications. *Journal of Materials Science*. Reino Unido. 1983.
- [9] J. Banhart, J. Baumeister. *Production methods for metallic foams*. Materials Research Society. 1998.



- [10] John Banhart. Metal Foams-from Fundamental Research to Applications. Frontiers in the design of materials, Baldev Raj, S Ranganathan, K Bhanu Sankara Rao, M D Matthew, P Shankar (Eds), Universities Press (India) Limited, India, 2007.
- [11] John Banhart. Manufacturing Routes for Metallic Foams., Volume 52, Issue 12, pp 22-27, December 2000.
- [12] P. Fernández, L. J. Cruz, J. Coletto. Procesos de fabricación de metales celulares. Parte I: Procesos por vía líquida. REVISTA DE METALURGIA, 44 (6), 2008.
- [13] Porous and Cellular Materials for Structural Applications. Materials Research Society Symposium Proceedings Volume 521. Symposium held April 13-15, 1998, San Francisco, California, USA. Materials Research Society.
- [14] Louis Phillippe Lefebvre, John Banhart, David C. Dunand. MetFoam 2007: Porous Metals and Metallic Foams. DEStech Publications, Inc.
- [15] Ignacio Alejandro Irausquin Castro. Caracterización Mecánica de Espumas Metálicas y su Aplicación en Sistemas de Absorción de Energía. Universidad Carlos III de Madrid. Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras. Tesis Doctoral. Leganés, Febrero 2012.
- [16] Magnesium and Magnesium Alloys. ASM Special Handbook. Edited by Michael M. Avedesian and Hugh Baker. ASM International. USA. 1999.
- [17] Iñigo Marco Pelegrin. Development of biodegradable magnesium scaffolds by replication casting. Escuela Politécnica Superior de Mondragon Unibertsitatea. Final degree Project presented for obtaining the degree of Industrial Engineering. 2011-2012.
- [18] Yang Dong-Hui, Yang Shang-Run, Wang Hui, Ma Ai-Bin, Jiang Jing-Hua, Chen Juan-Qing, Wnag Ding-Lie. Compressive properties of cellular Mf foams fabricated by melt-foaming method. Materials Science and Engineering A 527 (2010) 5405-5409.



- [19] Koichi Kitazono, Yusuke Kikuchi, Eiichi Sato, Kazuhiko Kuribayashi. Anisotropic compressive behaviour of Al-Mg alloy foams manufactured through accumulative roll-bonding process. *Materials Letters* 61 (2007) 1771-1774.
- [20] F. Czerwinski. The oxidation behavior of an AZ91D magnesium alloy at high temperatures. *Acta Materialia* 50 (2002) 2639-2654.
- [21] F. Czerwinski. Factors affecting the oxidation nature of magnesium alloys. Research Summary. *Magnesium*. 2004 May. JOM.
- [22] F. Czerwinski. The oxidation of magnesium alloys in solid and semisolid states. *Magnesium Technology 2003*. Edited by Howard I. Kaplan. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2003
- [23] K. Nishita, K. Saiki, A. Koma. Initial oxidation process of Mg film characterized by AES, EELS, and UPS. *Applied Surface Science* 169-170 (2001) 180-183.
- [24] Dong Bok Lee. High temperature oxidation of AZ31 + 0.3 wt% Ca and AZ31 + 0.3 wt% CaO magnesium alloys. *Corrosion Science* 70 (2013) 243-251.
- [25] F. Czerwinski. Oxidation Characteristics of Magnesium Alloys. *JOM*, Vol. 64, No. 12, 2012
- [26] F. Czerwinski. The early stage oxidation and evaporation of Mg-9%Al-1%Zn alloy. *Corrosion Science* 46, (2004) 377-386.
- [27] Chunshan Song. Global challenges and strategies for control, conversion and utilization of CO₂ for sustainable development involving energy, catalysis adsorption and chemical processing. *Catalysis Today* 115 (2006) 2-32.
- [28] Ch. Garnier, G. Finqueneisel, T. Zimny, Z. Pokryszka, S. Lafortune, P. D. C. Défossez, E. C. Gaucher. Selection of coals of different maturities for CO₂ Storage by modelling of CH₄ and CO₂ adsorption isotherms. *International Journal of Coal Geology* 87 (2011) 80-86.



- [29] Zhijuan Zhang, Mingyao Xu, Haihui Wang, Ahong Li. Enhancement of CO₂ adsorption on high surface area activated carbon modified by N₂, H₂ and ammonia. *Chemical Engineering Journal* 160 (2010) 571-57.
- [30] Marta León, Eva Díaz, Aurelio Vega, Salvador Ordóñez. A kinetic study of CO₂ desorption from basic materials correlation with adsorption properties. *Chemical Engineering Journal* 175 (2011) 341-348.
- [31] Gerhard D. Pirngruber, F. Guillou, A. Gomez, M. Clause. A theoretical analysis of the energy consumption of post-combustion CO₂ capture process by temperature swing adsorption using solid sorbents. *International Journal of greenhouse Gas Control* 14 (2013) 74-83.
- [32] Huiling Zha, Wei Yan, Zijun Bian, Jun Hu, Honglai Liu. Investigation of Mg modified mesoporous silicas and the CO₂ adsorption capacities. *Solid State Science* 14 (2012) 250-257.
- [33] Margandan Bhagiyalakshmi, Pushparaj Hemalatha, Mani Ganesh, Peng Mei Mei, Hyun Tae Jang. A direct synthesis of mesoporous carbon supported MgO sorbent for CO₂ capture. *Fuel* 90 (2011) 1662-1667.
- [34] Daniela A. Torres-Rodríguez, Heriberto Pfeiffer. Thermokinetic analysis of the MgO surface carbonation process in the presence of water vapour. *Thermochimica Acta* 516 (2011) 74-78.
- [35] Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. Designation: E9-89a (Reapproved 1995).
- [36] Jorge Omar Osorio Hernández. Catalizadores de hidrotratamiento NiMoP/TiO₂ preparados con heteropolicompuestos reducidos. Tesis de licenciatura. Facultad de Química. Ciudad Universitaria. Universidad Nacional Autónoma de México. México, D.F. 2011.
- [37] Ciencia e Ingeniería de los Materiales. Donald R. Askeland, Pradeep P. Phulé. Editorial Thomson. Cuarta Edición. México 2004.



- [38] Mechanical behavior of metallic foams. L. J. Gibson. *Annu. Rev. Mater. Sci.* 2000. 30:191-227.
- [39] Avedesian MM, Baker H. Magnesium and magnesium alloys. Materials Park, OH: ASM International. ASM specialty handbook; 1999. p10.
- [40] J.O. Osorio-Hernández, M.A. Suarez, R. Goodall, G.A. Lara-Rodriguez, I. Alfonso, I.A. Figueroa. Manufacturing of open-cell Mg foams by replication process and mechanical properties. *Materials and Design* 64 (2014) 136–141.
- [41] Keaveny TM. In: Black J, Hasting G, editors. *Handbook of biomaterials properties*. London: Chapman and Hall; 1998. A2.
- [42] Gibson LJ. The mechanical behaviour of cancellous bone. *J Biomech* 1985;18(5):317–28.
- [43] Wen CE, Yamada Y, Shimojima K, Chino Y, Hosokawa H, Mabuchi M. Compressibility of porous magnesium foam: dependency on porosity and pore size. *Mater Lett* 2004;58:357–60.
- [44] Mukai T, Kanahashi H, Miyoshi T. Experimental study of energy absorption in a closed-celled aluminum foam under dynamic loading. *Scripta Mater* 1999;40:921–7.
- [45] Sirong Yu, Liu Jiaan, Wei Ming, Luo Yanru, Zhu Xianyong, Liu Yaohui. Compressive property and energy absorption characteristic of open-cell ZA22 foams. *Mater Des* 2009;30:87–90.
- [46] Elizondo Luna, E. M., Barari, F., Woolley, R., Goodall, R. Casting Protocols for the Production of Open Cell Aluminum Foams by the Replication Technique and the Effect on Porosity. *J. Vis. Exp.* (94), e52268, doi: 10.3791/52268 (2014).