



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO**  
**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**  
**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES**

**“ESTUDIO DE LA FORMACIÓN DE LA POROSIDAD EN ESPUMAS METÁLICAS  
DE Al, Cu y Fe POR LA RUTA IN-SITU”**

**TESIS**  
**QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:**  
**DOCTOR EN CIENCIAS E INGENIERÍA DE MATERIALES**

**PRESENTA:**  
**M. C. JAVIER HERMENEGILDO CADENA FRANCO**

**TUTOR**  
**Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas**  
**IIM-UNAM**

**COMITÉ TUTOR**  
**Dr. Gabriel Torres Villaseñor**  
**IIM-UNAM**  
**Dr. Arturo Barba Pingarrón**  
**FI-UNAM**

**CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX., MARZO 2018**



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).

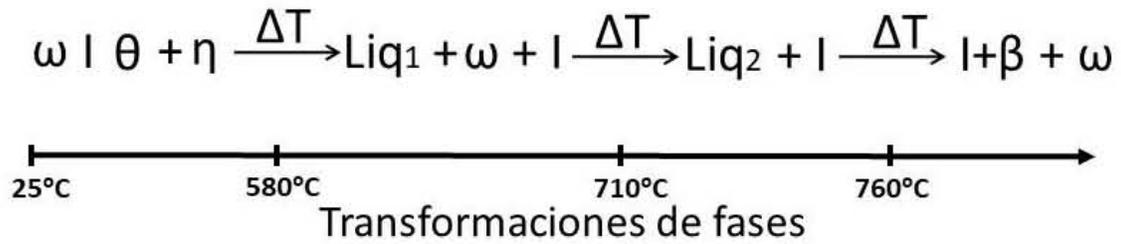
El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición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

**ABSTRACT**

The present work reports and discusses the porosity formation mechanism for the Al-Cu-Fe system. According to the works reported in the literature and in order to study the Al-Cu ratio, the following alloys were chosen for this study:  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  and  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ . The alloys were prepared from Al, Cu and Fe of high purity. They were weighed out using an analytical balance to get a 300 g sample. Immediately after the 300 g load was adjusted, it was melted by means of an induction furnace, using a boron nitride coated graphite crucible. The obtained ingots were immediately cleaned, segmented and evaluated for their elemental chemical analysis, by XRF. This was carried out in order to corroborate that the nominal and experimental compositions were similar. Through differential thermal analysis (DTA), three zones were found to be optimal for the heat treatments, i.e. at 700 °C, 800 °C and 900 °C. Prior to each heat treatment, the distribution, shape and size of the different phases were characterized by means of XRD, OM and SEM. The same procedure was performed to those samples subjected to the heat treatments, this, with the aim of comparing the aforementioned structural properties in both conditions.

The results showed that the both compositions i.e. nominal and experimental alloys were rather similar. The phases found by means of XRD for the  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  and  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  alloys were: I-Icosahedral,  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  and Al. These phases were also corroborated by punctual and elemental chemical mapping (SEM- EDS). On the other hand, for the  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  alloy, the I-Icosahedral,  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\eta$ -AlCu and  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  phases were observed. However, they showed a different geometrical shape with respect to the other alloys in the study. The heat treatments carried out at 700 °C did not show a notable change in any alloys. At 800 °C, a considerable change in the structure of the  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  and  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  alloys was observed. However, the  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  alloy showed high percentage of porosity within the sample. It is worth mentioning that all alloys were fully melted when the heat treatment was carried out at 900 °C. For the  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  alloy, after the characterization of the heat treatment samples, it was found that the structure and phase transformation played a crucial role in the porosity formation for this alloy. As a

summary and based on these results, the following mechanism for the formation of porosity in the Al-Cu-Fe system is then, proposed:



**RESUMEN**

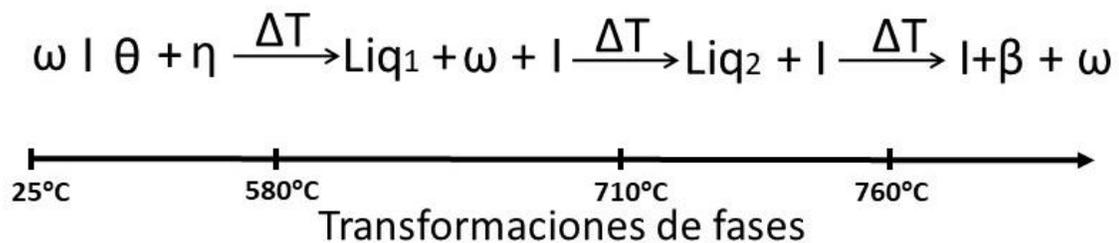
El presente trabajo reporta la preparación de las aleaciones  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ ,  $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ ,  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$  y  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ , mediante un horno de inducción. Posteriormente, estas aleaciones fueron tratadas térmicamente a diferentes temperaturas con el fin de promover la generación de porosidad dentro de su estructura.

Las aleaciones fueron preparadas a partir de Al, Cu y Fe de alta pureza, los cuales fueron pesados en una balanza analítica con la finalidad de conformar una carga de 300 g. Al ser ajustada la carga, se fundió mediante un horno de inducción, usando un crisol de grafito recubierto con nitruro de boro. Los lingotes obtenidos fueron limpiados inmediatamente para ser segmentados y así, evaluar su composición química mediante Fluorescencia de rayos X (FRX). Lo anterior con la finalidad de corroborar que las fundiciones realizadas corresponden con las composiciones propuestas.

Mediante el análisis térmico diferencial (ATD) se encontraron tres zonas para la realización de los tratamientos térmicos. De estas zonas se tomaron las siguientes temperaturas: 700 °C, 800 °C y 900 °C. Previo a cada tratamiento térmico se caracterizó mediante DRX, MO y MEB, con el fin de determinar la distribución, forma y tamaño de las diferentes fases. Lo anterior se realizó de igual manera a cada aleación posterior a los tratamientos térmicos, con el objeto de comparar los resultados en ambas condiciones.

Los resultados obtenidos muestran que las aleaciones producidas corresponden a las propuestas teóricamente. Las fases encontradas mediante DRX para las aleaciones  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ ,  $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$  y  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ , son las siguientes: I-Icosahedral,  $\omega$ - $Al_7Cu_2Fe$ ,  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ - $Al_2Cu$  y Al. Éstas fueron corroboradas mediante los análisis de mapeo químico elemental y puntual por EDS. Por otro lado, la aleación  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$  presentó las siguientes fases: I-Icosahedral,  $\omega$ - $Al_7Cu_2Fe$ ,  $\eta$ -AlCu y  $\theta$ - $Al_2Cu$ . Sin embargo, mostraron diferentes formas geométricas con respecto a las demás aleaciones estudiadas.

Los tratamientos térmicos realizados a 700 °C, no presentaron cambios en ninguna aleación. A 800 °C, si existieron cambios notables en la estructura de las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>. Sin embargo, fue en la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> donde se formó la porosidad. Con respecto a los tratamientos térmicos a 900 °C, todas las aleaciones se fundieron en su totalidad. Para la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub>, la caracterización a posteriori del tratamiento térmico se determinó que los cambios en la estructura, así como las transformaciones de fases presentes, propiciaron la formación de la porosidad. Por lo tanto, a partir de los resultados obtenidos se proponen el siguiente mecanismo de formación de la porosidad en el sistema Al-Cu-Fe:



## AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional Autónoma de México.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.

Al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales del IIM.

Al CONACyT por la beca 255442 otorgada para realizar mis estudios de doctorado.

Al comité tutor:

Dr. Gabriel Ángel Torres Villaseñor.  
Dr. Arturo Barba Pingarrón.  
Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas.

Al jurado revisor:

Dr. Abel Camacho Galván  
Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas  
Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez  
Dra. Alba Covelo Villar  
Dr. Manuel García Hipólito

Quiero agradecer a los técnicos del IIM-UNAM que brindaron su apoyo durante la parte experimental del presente trabajo, sin algún orden particular los menciono a continuación: G. L. Lara, O. novelo, A. Tejeda, A. López, C. Ramos, R. Reyes, F. García, J. Romero, F. Silvar, J. M. García y E. Hernández.

Agradezco al proyecto UNAM-DGAPA-PAPIIT “IN101016” por el financiamiento otorgado para la realización del presente trabajo.

A mis amigos y familia: Cesar Cornejo, Susel Franco, Blanca Vega, Cesar Aubert, Eliezer Hernández, Leonardo Lara, Octavio Cadena, Francisco Morelos y Miguel Suarez.

## **DEDICATORIA**

Soledad, Aurora e Isabel

## ÍNDICE

	Pág.
PORTADA	i
ABSTRACT	ii
RESUMEN	iv
AGRADECIMIENTOS	vi
ABREVIATURAS Y SIMBOLOGÍA	xx
INTRODUCCIÓN	21
OBJETIVOS	23
CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO	24
1.1 Espumas metálicas “Métodos de obtención, propiedades, aplicaciones”	24
1.2 Propiedades de materiales porosos	25
1.3 Aplicaciones de materiales porosos	26
1.4 Métodos de obtención	28
<i>1.4.1 Sinterización de polvos o fibras metálicas</i>	30
<i>1.4.2 Gas atrapado</i>	31
<i>1.4.3 Espumas por lechada</i>	32
<i>1.4.4 Metales celulares usando preforma de material de sacrificio</i>	32
<i>1.4.5 Espumas usando metal con forma esférica hueca</i>	34
<i>1.4.6 Método de polvo metal-aglutinante</i>	34
<i>1.4.7 Reacción de sinterización</i>	35

<i>1.4.8 Espumado directo de metales</i>	35
<i>1.4.9 Espumado por inyección de gas</i>	35
<i>1.4.10 Formación de espumas mediante agente espumante</i>	36
<i>1.4.11 Solidificación eutéctica gas-sólido (gasars)</i>	38
<i>1.4.12 Fusión de compactos</i>	38
<i>1.4.13 Inmersión en espumas poliméricas</i>	39
<i>1.4.14 Estructura prefabricada</i>	40
<i>1.4.15 Fundición sobre agentes espaciantes</i>	41
<i>1.4.16 Formación por rocío</i>	42
<i>1.4.17 Electrodepósito</i>	43
<i>1.4.18 Deposito por vapor</i>	44
1.5 Métodos de caracterización	44
<i>1.5.1 Medición de la densidad</i>	46
<i>1.5.2 Radioscopia y radiografias de rayos X</i>	46
<i>1.5.3 Tomografía de rayos X por computadora</i>	46
<i>1.5.4 Porosimetría</i>	47
<i>1.5.5 BET</i>	47
<i>1.5.6 Permeametría</i>	47
<i>1.5.7 Análisis de imagen óptica</i>	48
<i>1.5.8 Ensayos mecánicos</i>	48
1.6 Cuasicristales	49

1.7 Difusión líquida	51
1.8 Porosidad In-Situ	52
CAPÍTULO II: DESARROLLO EXPERIMENTAL	54
2.1 Composiciones de estudio	54
2.2 Pesaje	56
2.3 Carga	57
2.4 Fundición	58
2.5 Limpieza y análisis químico de los lingotes	59
2.6 Preparación de muestras	60
2.7 Análisis térmico	60
2.8 Difracción de rayos X	61
2.9 Análisis microestructural	62
2.10 Cálculo de la porosidad y densidad	64
2.11 Tratamiento térmico	65
CAPÍTULO III: CARACTERIZACIÓN DE LAS ALEACIONES $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ , $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ , $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ y $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ EN CONDICIONES DE COLADA	68
3.1 Fundición	68
3.2 Segmentación y preparación de muestras	70
3.3 Composición química	71
3.4 Difracción de rayos X	72

3.5 Análisis térmico	78
3.6 Análisis microestructural	81
3.6.1 Microscopía óptica	81
3.6.2 MEB	84
3.6.2.1 Microestructura	84
3.6.2.2 Mapeo químico elemental	89
3.6.2.3 Isoestructura	94
CAPÍTULO IV: FORMACIÓN DE POROSIDAD IN-SITU EN LAS ALEACIONES $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ , $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ , $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ y $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$	103
4.1 Tratamiento térmico	103
4.2 Composición química	107
4.3 Difracción de rayos X	108
4.4 Análisis microestructural	111
4.5 Mecanismo de formación de la porosidad	117
CONCLUSIONES	120
TRABAJO FUTURO	122
BIBLIOGRAFÍA	123
PRODUCCIÓN CIENTÍFICA	129
ANEXO	

**ÍNDICE DE ESQUEMAS**

Esquema		Pág.
1.1	Los tres grupos principales en los que se pueden clasificar las aplicaciones de materiales porosos.	28
1.2	Familias en las que se pueden clasificar los materiales metálicos porosos, así como las diferentes técnicas de producción.	39
1.3	Muestra la clasificación y las diferentes técnicas de caracterización de materiales porosos. [4]	45
2.1	Metodología implementada para la obtención de espuma metálicas.	67

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla		Pág.
2.1	Aleaciones de estudio, así como las fases presentes en cada una.	56
2.2	Datos de temperatura y tiempos de los tratamientos térmicos.	66
3.1	Peso teórico para cada una de las composiciones de estudio.	71
3.2	Resultados de análisis de Fluorescencia de Rayos X, que determina la calidad del proceso de fundición de las diferentes aleaciones de estudio.	72
3.3	Resultados obtenidos del análisis de DRX, donde se presentan la intensidad y ubicación de los picos encontrados para cada fase.	77
4.1	Resultados de análisis de FRX, después del tratamiento térmico a 800 °C.	108

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Pág.
1.1	Aplicaciones de materiales porosos agrupados de acuerdo al grado de porosidad necesaria para el tipo de aplicación. <i>Modificada de referencia [4]</i>	27
1.2	Forma de producción de espumas metálicas mediante la técnica de gas atrapado. <i>Modificado de referencia [4]</i>	31
1.3	Representación esquemática de método de obtener espumas metálicas mediante el uso de agentes espaciantes. <i>Modificada de referencia [4]</i>	33
1.4	Obtención de espumas metálicas mediante la técnica de inyección de gas <i>Modificado de referencia [4]</i>	36
1.5	Técnica para la producción de espumas metálicas mediante el uso de agentes espumantes. <i>Modificado de referencia [4]</i>	37
1.6	Etapas del proceso de obtención de espumas metálicas mediante fundición por inmersión. <i>Modificado de referencia [4]</i>	40
1.7	Pasos para la obtención de espumas metálicas mediante el uso de agentes espaciante. <i>Modificado de referencia [4]</i>	42
1.8	Forma en que se obtienen espumas metálicas mediante la formación con rocío. <i>Modificado de referencia [4]</i>	42
1.9	Pasos para la obtención de espumas metálicas mediante la técnica de electrodeposición. <i>Modificado de referencia [4]</i>	43
2.1	Diagrama de fases del sistema Al-Cu-Fe en condiciones de equilibrio. Donde color negro indica zonas de una sola fase, zona gris con dos bases y zona blanca	55

tres zonas. Igualmente se señala en un recuadro la zona de estudio en el presente trabajo.

2.2	Diagrama de fases del sistema Al-Cu-Fe a una temperatura de 800 °C. Donde se ubican las diferentes composiciones de estudio, ★ -Al73Cu20Fe7, □ -Al64Cu29Fe7, -Al61Cu32Fe7 y -Al54Cu39Fe7.	56
2.3	Material y balanza analítica. <b>a)</b> Forma y tamaño de los materiales utilizados para la conformación de la aleación, Al (aluminio), Cu (Cobre) y Fe (Hierro). <b>b)</b> Balanza analítica, marca VELAB, Modelo VE-300. Con capacidad hasta 300 g. Utilizada en el pesaje de metales, lingotes, piezas y espumas metálicas.	57
2.4	<b>a)</b> Crisol de grafito cargado con Al-Cu-Fe, empotrado con fibra de vidrio dentro del horno de inducción previo a la fundición. <b>b)</b> Imagen del horno de inducción, marca Edmun-Buhler, modelo HU 264, utilizado para realizar la función de los metales y obtener las aleaciones deseadas.	58
2.5	<b>a)</b> Lingote obtenido después del proceso de fundición. <b>b)</b> Lingote de la aleación obtenido después del proceso de limpieza, presentando una estructura homogénea. <b>c)</b> Equipo para análisis químico elemental de Fluorescencia de rayos X. Marca: Bruker, modelo: TITAN S1.	59
2.6	Equipo de corte de alta precisión marca: Allied, modelo: Techcut 4. Utilizada para la segmentación de muestras con las dimensiones necesarias para los diferentes análisis.	60
2.7	Calorímetro marca TA instruments, modelo Q600, con el cual se detectaron las diferentes transformaciones en las fases en función de la temperatura.	61
2.8	Difractor de rayos X, marca Bruker, modelo: D8 advance. Con el cual se conocen las fases presentes en cada aleación.	62
2.9	Pulidora automática, marca: PRESI, modelo: Mecapol P 230. Utilizada para el desbaste, pulido y acabado espejo de las superficies de las muestras. Las cuales fueron analizadas mediante microscopía óptica y electrónica.	63

2.10	a) Microscopio óptico, con el cual se obtienen imágenes superficiales a bajos aumentos, incluye cámara digital con software para análisis fotográfico. b) MEB, usado para la obtención de fotomicrografías, análisis EDS y Mapeos.	64
2.11	Horno mufla marca thermolyne, modelo 46100, utilizada para llevar a cabo los tratamientos térmicos.	65
3.1	Lingotes obtenidos mediante fundición en horno de inducción. a) Lingote después del proceso de fundición. b) Lingote después de ser limpiado superficialmente.	70
3.2	Corte de los lingotes para su análisis. a) Corte en superficies a los lingotes. b) Cortes verticales al lingote, donde los círculos muestran los puntos donde se realizó el análisis de FRX.	70
3.3	Representación gráfica de la sección elegida para obtener las muestras de trabajo de cada lingote.	71
3.4	Difractograma de rayos X para la composición $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ antes del tratamiento térmico.	73
3.5	Difractograma de rayos X para la composición $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ antes del tratamiento térmico.	74
3.6	Difractograma de rayos X para la composición $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ antes del tratamiento térmico.	75
3.7	Difractograma de rayos X para la composición $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ antes del tratamiento térmico.	76
3.8	Comportamiento térmico de las aleaciones $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ , $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ , $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ y $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ .	80
3.9	Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ . a) 5x, b) 10x y c) 20x.	81

3.10	Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ . a) 5x, b) 10x y c) 20x.	82
3.11	Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ . a) 5x, b) 10x y c) 20x.	82
3.12	Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ . a) 5x, b) 10x y c) 20x.	83
3.13	Micrografías obtenidas para la aleación $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ mediante microscopía electrónica de barrido a 10kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 27x, b) 50x, c) 100x y d) 500x.	85
3.14	Micrografías obtenidas para la aleación $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ mediante microscopía electrónica de barrido a 10kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 27x, b) 50x, c) 100x y d) 500x.	86
3.15	Micrografías obtenidas para la aleación $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ mediante microscopía electrónica de barrido a 10kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 24x, b) 50x, c) 100x y d) 500x.	87
3.16	Micrografías obtenidas para la aleación $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ mediante microscopía electrónica de barrido a 10kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 24x, b) 50x, c) 100x y d) 500x.	88
3.17	Mapeo químico elemental para la aleación $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ , obtenido mediante MEB. a) micrografía del área de estudio, b) análisis para Cu, c) análisis para Al y d) análisis para Fe.	90
3.18	Mapeo químico elemental para la aleación $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ , obtenido mediante MEB. a) micrografía del área de estudio, b) análisis para Fe, c) análisis para Cu y d) análisis para Al.	91
3.19	Mapeo químico elemental para la aleación $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ , obtenido mediante MEB. a) micrografía del área de estudio, b) análisis para Fe, c) análisis para Al y d) análisis para Cu.	92
3.20	Mapeo químico elemental para la aleación $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ , obtenido mediante MEB. a) micrografía del área de estudio, b) análisis para Fe, c) análisis para Al y d) análisis para Cu.	93
3.21	Fotomicrografía de la aleación $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ que fue analizada para obtener la composición química de cada fase. En la parte inferior se muestra los resultados	96

	de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.	
3.22	Fotomicrografía de la aleación $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ que fue analizada para obtener la composición química de cada fase. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.	98
3.23	Fotomicrografía de la aleación $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ que fue analizada para obtener la composición química de cada fase. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.	100
3.24	Fotomicrografía de la aleación $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ que fue analizada para obtener la composición química de cada estructura. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.	102
4.1	Comportamiento térmico de las aleaciones $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ , $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ , $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ y $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ .	104
4.2	Geometría antes y después de llevar a cabo el tratamiento térmico a las diferentes aleaciones a 700 °C y 900 °C.	105
4.3	Geometría antes y después de llevar a cabo el tratamiento térmico para la aleación $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ .	106
4.4	Forma como se conoció la porosidad para la aleación $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ . a) Muestra segmentada y tratada superficialmente para ser analizada. b) Resultado del análisis de imagen mediante software.	107
4.5	Difractograma de rayos X para la composición $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ , $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ , $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ y $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ después del tratamiento térmico.	110
4.6	Difractograma de rayos X para la composición $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ antes y después del tratamiento térmico.	111
4.7	Imágenes tomadas mediante microscopía óptica para la composición $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ . a) antes TT y b) después TT.	112

4.8	Imágenes tomadas mediante microscopía electrónica de barrido para la composición $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$ . a) Antes TT y b) Después TT. En la parte inferior se muestra los resultados de los valores del análisis químico realizado mediante MEB.	113
4.9	Imagen tomada mediante microscopía óptica para la composición $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ . a) antes TT y b) después TT	114
4.10	Imagen tomada mediante microscopía óptica para la composición $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ . a) antes TT y b) después TT. c) Micrografía obtenida de la misma composición después de TT.	115
4.11	Imágenes tomadas mediante microscopía óptica para la aleación $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ posterior al granallado.	112
4.12	Mecanismo propuesto para la formación de porosidad para el sistema Al-Cu-Fe.	119

**ABREVIATURAS Y SÍMBOLOGIA**

°C	Grados centígrados
A	Amperios
Al	Aluminio
BET	Brunauer-Emmett-Teller (Técnica de absorción de gases)
cm	Centímetros
CONACYT	Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología
Cu	Cobre
EDS	Espectroscopía de Dispersión de Energía
Fe	Hierro
g	Gramo
hrs	Horas
IIM	Instituto de Investigaciones en Materiales
keV	Kilo electrón Voltio
MEB	Microscopio Electrónico de Barrido
mm	Milímetro
mm	Micrómetro
MO	Microscopía óptica
MPa	Mega Pascales
UNAM	Universidad Nacional Autónoma de México
$\rho$	Densidad
s	Segundos

## INTRODUCCIÓN

La producción de materiales metálicos porosos en México es nula, lo cual, va de la mano con la poca investigación sobre el tema. Sin embargo, sus buenas propiedades mecánicas a la compresión y el bajo peso que poseen este tipo de materiales, los hacen competentes para aplicarlos como implantes biomédicos, filtros, intercambiadores de calor, en piezas aeroespaciales, ferroviarias y navales. Por otro lado, si se analizan las investigaciones en materiales metálicos porosos a nivel mundial, éstas van encaminadas principalmente a la optimización de los procesos industriales de materiales porosos y mejorar las propiedades de los materiales de acuerdo con sus aplicaciones finales. Considerando que el proceso sea económicamente rentable, de fácil control y guarde relación con el cuidado al medio ambiente. Por ello, de las diferentes técnicas de producción de materiales porosos, la ruta líquida es la más atractiva, debido a que pueden cumplir los requerimientos mencionados anteriormente. Por ejemplo, las técnicas Alporas o Gasar [1] han sido estudiadas ampliamente y utilizadas para producir materiales porosos a nivel industrial, tomando como principio la inyección de gas que genera la porosidad dentro del metal líquido o el uso de agentes espumantes que a ciertas condiciones generan porosidad.

Una forma reciente de producción de espumas metálicas base aluminio, fue reportada en el 2014 por el grupo del Dr. Figueroa en aleaciones AlCuFe [2]. A esta ruta se le llamó “In-Situ”, ya que no requiere de material de sacrificio, ni de agentes espumantes para la fabricación de un material con porosidades superiores al 50 %. Cabe mencionar que este fue el primer reporte de su tipo donde se propuso la posibilidad de formar espumas metálicas en el sistema AlCuFe. Sin embargo, el mecanismo de formación de la porosidad en este material aún no está claro. También se desconocen las temperaturas y tiempos de tratamientos térmicos óptimos para obtener el mayor porcentaje de porosidad en este sistema de aleación. Es por ello, que el presente proyecto tiene como objetivo encontrar las condiciones óptimas de composición, temperatura y tiempo de tratamiento térmico para obtener el mayor porcentaje de porosidad en el sistema AlCuFe. Finalmente se espera que con los datos

obtenidos en el laboratorio se pueda elucidar el mecanismo de la formación porosa en este sistema de aleaciones.

Como contribución en la parte científica, la meta principal será la explicación del mecanismo de formación de la porosidad en la aleación AlCuFe, ya que este mecanismo no ha sido analizado a detalle. Por lo que es idóneo un estudio amplio sobre el tema. Finalmente, con el mecanismo de formación de la porosidad entendido, se podría proponer una nueva ruta en la producción de espumas metálicas en el sistema de aleación AlCuFe.

## OBJETIVOS

### GENERAL

Producción mediante fusión por inducción y caracterización de espumas metálicas base Al-Cu-Fe por la técnica “In-Situ”, con interconexión cerrada y alta porosidad. Con la finalidad de explicar el mecanismo de formación de la porosidad en el sistema AlCuFe.

### PARTICULARES

- Producción de las aleaciones de estudio mediante fundición en horno de inducción.
- Caracterizar mediante:
  - MO y MEB: Para conocer el tamaño, forma, tipo de interconexión y distribución de los poros. Así como, determinar la ubicación y forma de cada fase dentro de la estructura de las diferentes muestras.
  - DRX: Para encontrar las fases presentes en cada muestra.
  - ATD: Para determinar las transformaciones de fases con respecto a la temperatura.
- Determinar el mecanismo de formación de la porosidad en el sistema AlCuFe.

# Capítulo I

## MARCO TEÓRICO

### 1.1 Espumas metálicas “Métodos de obtención, propiedades, aplicaciones”

En los últimos años, las espumas metálicas han abierto una nueva línea de investigación en el área de los materiales debido a las propiedades inigualables que poseen: bajo peso y buenas propiedades mecánicas. Dichas cualidades derivan de la unión de las propiedades de un material estructural y el comportamiento metálico [1]. Los primeros materiales porosos aparecieron en la década de los años 50's del siglo pasado [3]. A pesar de ello, no fueron tomados en cuenta por el sector industrial hasta inicios de la década de los 80's donde se propusieron y optimizaron nuevos métodos de producción de espumas metálicas.

Este tipo de materiales se pueden clasificar de muchas maneras, dependiendo del estado del metal durante el procesamiento, es decir: sólido, líquido y gas. Otra clasificación puede ser si tiene una aplicación industrial o también por el tipo de interconexión entre poros, entre otras. Sin embargo, la clasificación que tiene más aceptación es la propuesta por J. Banhart, donde [4]:

*Metales celulares:* Se refiere a cuerpos metálicos donde el gas queda atrapado entre paredes metálicas con interconexión cerrada.

*Metales porosos:* Materiales metálicos donde el tipo de poro debe ser redondo y aislado uno de otro.

*Espumas metálicas:* Son materiales obtenidas mediante metal-líquido, teniendo una morfología característica, como: poros cerrados, redondos y están separados uno de otro mediante una capa delgada.

*Espojas metálicas:* Poseen cuerpos metálicos con interconexión entre las paredes de los poros.

De acuerdo con lo anterior, el tipo de interconexión entre poros es de suma importancia ya que tienen una estrecha relación con las propiedades de las espumas metálicas. Por lo tanto, existe la posibilidad de clasificar a los materiales porosos en función del tipo de interconexión que presenten, ya sea: abierta, cerrada o mixta. En la primera, los poros cuentan con comunicación entre ellos. Mientras que los poros cerrados no presentan dicha interconexión, encontrándose aislados uno de los otros. Pese a ello, poseen valores más altos de módulo de Young, resistencia máxima y adsorción de energía al impacto con respecto al tipo de poro abierto. Finalmente, la tercera clasificación es una combinación de ambas.

## **1.2 Propiedades de materiales porosos**

La importancia del uso de materiales metálicos porosos se debe a las propiedades que poseen, las cuales son: buena absorción de energía, permeabilidad de gases y líquidos, interesantes propiedades acústicas, excelentes propiedades mecánicas a compresión, entre otras. Las cuales se definen en función de la forma, tamaño, tipo, número, uniformidad y área superficial de los poros. Lo anterior está determinado en el tipo de estructura porosa que se presenta. Por ello, en caso de que la porosidad sea abierta, se podrán aplicar como filtros, separadores, intercambiadores de masa o energía, absorbentes de energía y sonido [5]. Por otro lado, en caso de poseer interconexión cerrada, éstos presentaran propiedades funcionales, como: absorción energía al impacto, absorción del sonido, resistencia al fuego y calor.

### 1.3 Aplicaciones de materiales porosos

Los materiales porosos abarcan una amplia gama de aplicación. No obstante, se deben considerar los siguientes factores [6]:

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

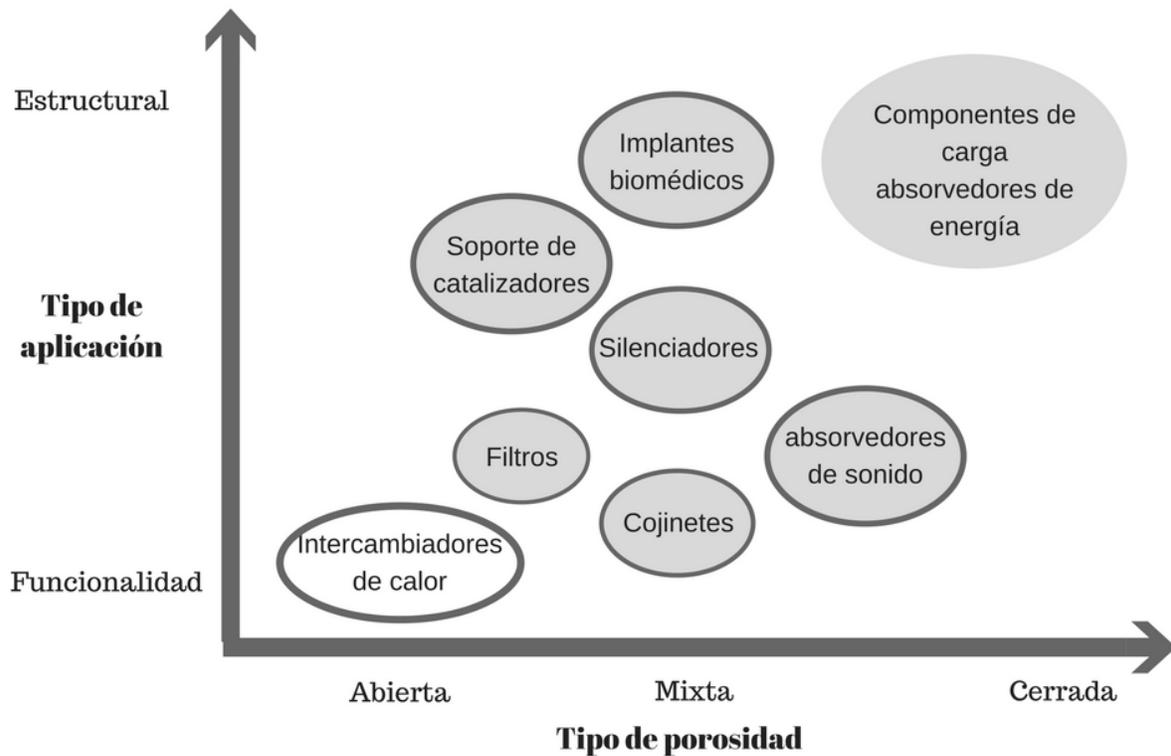
*Metalúrgico:* Estado de la microestructura, puede ser un metal (Al, Cu y Fe por ejemplo) o una aleación.

*Procesamiento:* Posibilidad de formar espumas o producir compositos.

*Económico:* Costos accesibles y disponibilidad para producción a gran escala.

Para determinar el tipo de aplicación se debe considerar si es más importante la estructura que la funcionabilidad del componente a diseñar, más el tipo de porosidad que se desee, como se observa en la **Figura 1.1**. Donde debido a las múltiples aplicaciones existentes se pueden clasificar en tres grupos principales: funcionales, estructurales y arte-decoración, las cuales toman como base que fin van a tener cada espuma (**Esquema 1.1**). De igual forma se pueden clasificar por el tipo de interconexión entre los poros ya sea abiertas o cerradas. La diferencia es que aquí se toma la estructura del material en vez del estado del metal durante el procesamiento, es decir: líquido, sólido o gas.

## Aplicaciones de materiales porosos



**Figura 1.1** Aplicaciones de materiales porosos agrupados de acuerdo con el grado de porosidad necesaria para el tipo de aplicación. *Modificada de referencia [4]*

- Almacenamiento
- Transportación de líquido
- Apagallamas
- Soporte para catalizador
- Aplicaciones electroquímicas
- Electroodos de batería
- Silenciadores
- Filtración y separación
- Intercambiadores de calor
- Aparatos de refrigeración

- Industria automotriz
- Contrucción naval
- Industria espacial
- Adsorción de energía
- Control de ruido
- Industria ferrocarril
- Industria biomedica
- Equipamiento deportivo

- Interiores
- Estructuras para escultruras



A. Funcionales

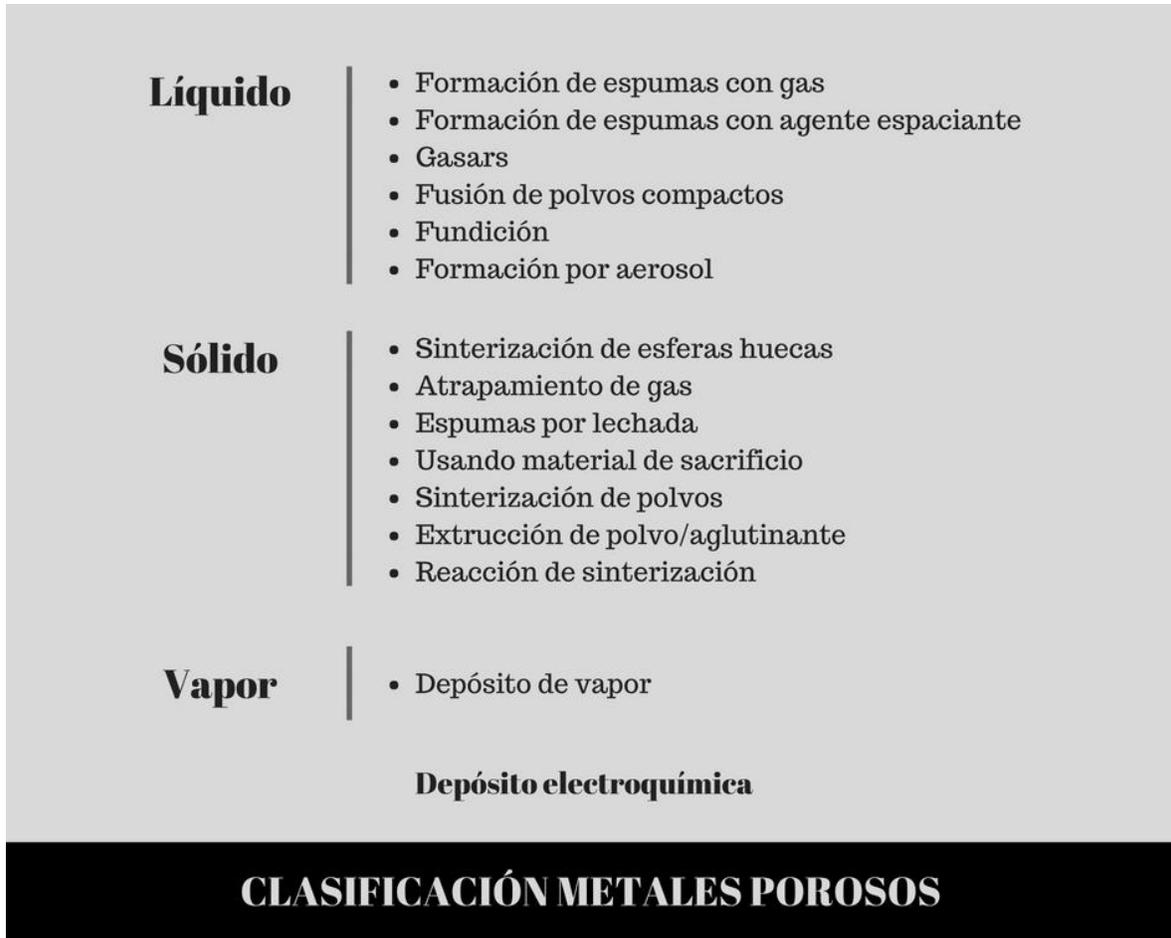
A. estructurales

A. en arte y decoración

**Esquema 1.1** Los tres grupos principales en los que se pueden clasificar las aplicaciones de materiales porosos.

#### 1.4 Métodos de obtención

Existe una infinidad de métodos de obtención de espumas metálicas, de los cuales se deben agregar sus variantes [7], éstos se agrupan en las siguientes técnicas (**Esquema 1.2**): [8] *I*) Técnica líquida, *II*) Técnica sólida, *III*) Técnica de vapor, *IV*) Técnica de solución de iones metálicos.



**Esquema 1.2** Familias en las que se pueden clasificar los materiales metálicos porosos, así como las diferentes técnicas de producción.

En las técnicas en estado sólido, el polvo metálico permanece en estado sólido durante todo el proceso en donde es sometido a un tratamiento térmico mediante sinterización, produciendo generalmente porosidades esféricas y abiertas con partículas metálicas interconectadas mediante cuellos. Las ventajas de esta técnica son: fácil y rápida obtención de metales porosos y proporcionar muchas facilidades para obtener de una forma estable espumas metálicas a nivel industrial. Por otro lado, los procesos por ruta líquida se caracterizan porque el metal estará en estado líquido durante el procesamiento de la espuma. Existen dos vertientes para formar materiales porosos: el uso de un agente espumante

mediante la inyección de gas o el uso de un agente espaciante. A continuación, se describen las técnicas más conocidas para la obtención de materiales porosos.

#### *1.4.1 Sinterización de polvos o fibras metálicas*

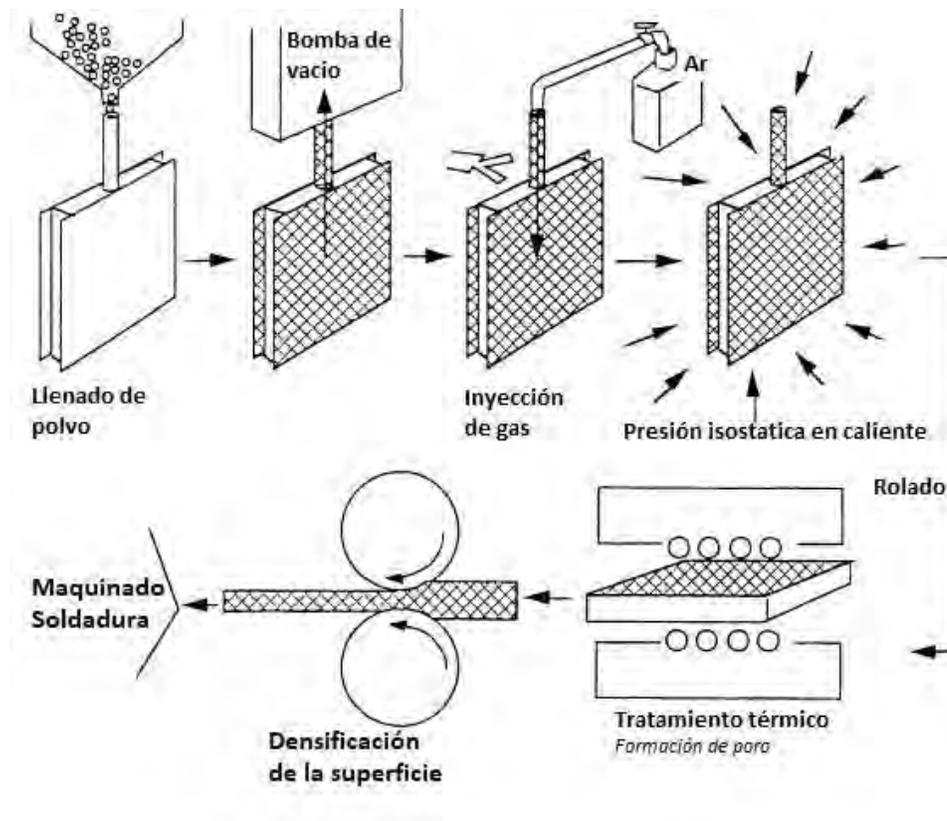
Este método consiste en varios pasos: preparación de los polvos, compactación o moldeo y sinterización [8]. Para esta técnica la compactación axial se realiza en un dado, a presión isostática o mediante rolado de polvos antes de la sinterización. Lo anterior, se lleva a cabo con la finalidad de aumentar la resistencia del compacto en verde, debido a la unión en frío de las partículas que están en contacto. Posteriormente en la sinterización se incrementa aún más la densidad y la resistencia. Aquí, se pueden obtener piezas con alta y fina porosidad [5].

La obtención de metales porosos a partir de polvos de aluminio (Al) y sus aleaciones, es más difícil en comparación con otros metales, ya que el Al usualmente está cubierto por una densa capa de óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) que evita que las partículas sintericen. Para evitar este problema, se puede romper la capa de óxido mediante la aplicación de presión creando la unión metálica entre partículas. Alternativamente, la sinterización permite el empleo de polvos de cobre, silicio y magnesio que forman una aleación eutéctica de bajo punto de fusión entre 595-625 °C.

Una alternativa a lo anterior es el remplazo de polvos por fibras metálicas, ya que existe una gran variedad de metales que pueden ser producidos, procesados y sinterizados como fibras [9] y que tienen una disponibilidad comercial.

1.4.2 Gas atrapado

La obtención de materiales porosos por esta ruta tiene dos ventajas en comparación con su similar por ruta líquida, la primera ventaja es que no usa material de sacrificio (que se define como el material en estado sólido, líquido o gas que genera la porosidad) y la segunda que no funde el metal. Para esto, polvos metálicos y un material precursor (material que posee la característica de fácil mezclado y disolución rápida) son comprimidos para formar un material muy denso, durante esta etapa el gas es atrapado dentro del compacto. El segundo paso es calentar el material precursor que conduce a la expansión del metal debido a la presión interna creada por el gas atrapado, por ello la expansión toma lugar en estado sólido (**Figura. 1.2**). Este método es aplicado para la producción de estructuras porosas de titanio (Ti) utilizadas para fabricar los aviones Boeing [10].



**Figura 1.2** Forma de producción de espumas metálicas mediante la técnica de gas atrapado.

*Modificado de referencia [4]*

### *1.4.3 Espumas por lechada*

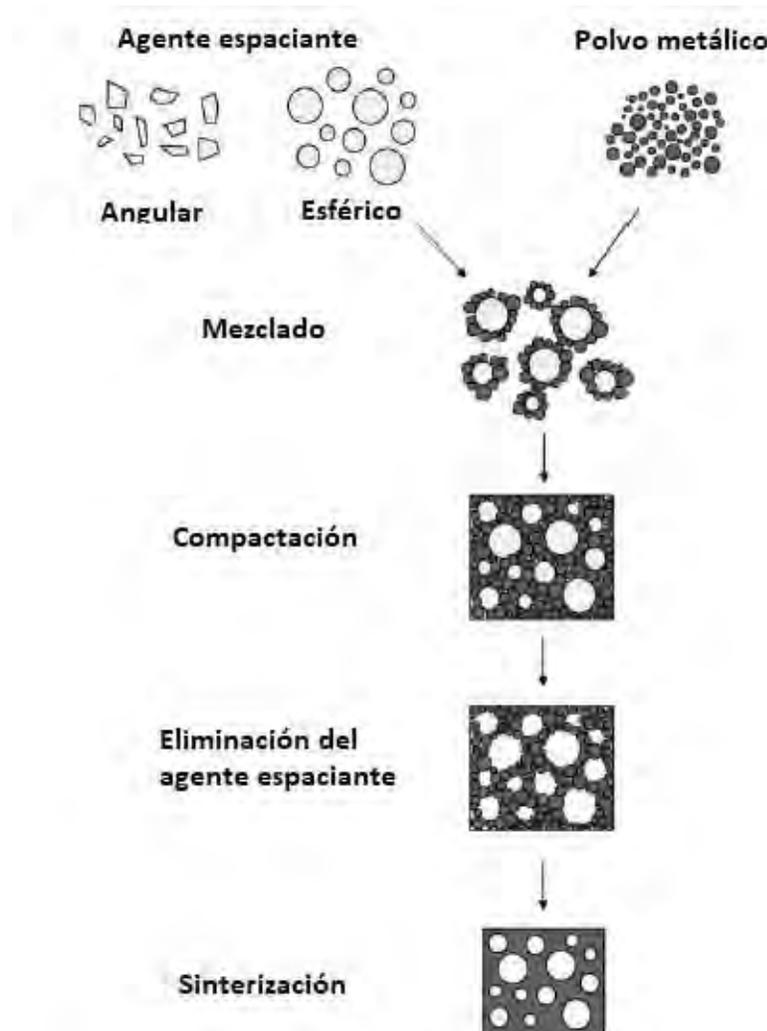
Mediante esta técnica se pueden producir espumas metálicas a partir de una suspensión conformada de polvos metálicos, agentes espumantes y algunos aditivos. Dicha suspensión después de ser mezclada, se coloca dentro de un molde y se deja allí elevando la temperatura. Cuando la suspensión está sobre la influencia de aditivos y agentes espumantes estos aumentan la viscosidad empezando la expansión de gas. Si existe suficiente control de la estabilidad del proceso, se puede preservar la expansión de la suspensión. Posteriormente, se seca y sinteriza produciendo espumas metálicas con muy buenas propiedades mecánicas.

Se pueden producir espumas, a partir de polvos de Al usando ácido ortofosfórico ( $H_3PO_4$ ) con hidróxido de aluminio ( $Al(OH)_3$ ) o ácido clorhídrico (HCl) como agente de expansión, se logran densidades relativas por debajo del 7%, aunque se han reportado esfuerzos mecánicos deficientes [11], lo que causa frecuentemente la fractura en el material. Sin embargo, se han producido mediante esta técnica espumas metálicas de poro abierto. En este caso, primero se crean espumas de polímeros con poro abierto a las cuales se les agrega una suspensión que contiene una mezcla polvos de plata [12], la pieza es secada y calentada sobre una temperatura donde el polímero se quema y se elimina del material, a la par, las partículas de polvos empiezan a sinterizar conjuntamente, obteniendo así la estructura porosa.

### *1.4.4 Metales celulares usando preforma de material de sacrificio*

Los materiales porosos pueden ser obtenidos usando materiales de soporte y polvo metálico. Se pueden usar disolventes [13] o aglutinantes inorgánicos [14], para hacer el material de sacrificio y mezclarlo con polvos metálicos, donde partículas o esferas huecas de cerámicos, granos o esferas huecas de polímero, sal o incluso metales pueden ser utilizados como material de sacrificio. Los polvos metálicos llenan los espacios de una preforma, similar al proceso de infiltración por ruta líquida, o simplemente se compacta a temperatura ambiente o si los materiales de sacrificio resisten el calor, se pueden compactar a temperaturas elevadas con el fin de mejorar la unión mecánica entre partículas y empezar el proceso de sinterización entre las partículas de polvo metálico, **Figura 1.3**. En ambos casos,

se obtienen composites que consisten en una matriz metálica con el material de la preforma. Para los casos cuando el contenido de metal es bajo, es posible remover el material de sacrificio por completo en un proceso posterior, debido a que la estructura formada por el material de soporte está interconectada. Esto puede ser hecho mediante tratamiento térmico, lixiviación (proceso de extracción de un material mediante un proceso de disolución líquida) o un disolvente acuoso.



**Figura 1.3** Representación esquemática de método de obtener espumas metálicas mediante el uso de agentes espaciadores. *Modificada de referencia [4]*

#### *1.4.5 Espumas usando metal con forma esférica hueca*

Por este método, esferas de cobre, níquel, acero y titanio, son usadas para crear estructuras altamente porosas, mediante la unión de las esferas entre sí por sinterización. Las esferas huecas de metal pueden ser hechas por varias rutas: ya sea por la combinación química y depósito electroquímico del metal correspondiente en esferas de polímeros que son eliminadas en un paso posterior [15], o por el recubrimiento de esferas de polímeros (poliestireno) con una suspensión entre polvos de metal-aglutinante, lo cual se sinteriza posteriormente para obtener cuerpos densos de metal mientras el poliestireno es eliminado [16]. Una posibilidad adicional es formar una suspensión con material de sacrificio, polvos de óxido metálico o polvos de hidruro de metal, donde se forman microesferas. Posterior a esto, se sinteriza produciendo las esferas deseadas. Finalmente, otra posibilidad es atomizar metal fundido y elegir los parámetros en el proceso donde se formen esferas huecas.

#### *1.4.6 Método de polvo metal-aglutinante*

Consiste en la mezcla de polvo metálico y polímeros aglomerantes, que son prensadas o extruidas, para ser tratadas térmicamente y producir materiales porosos o composites [17, 18], aunque no se usan preformas de algún material de sacrificio, se logran porosidades hasta del 50 %. Con algunas variaciones en el proceso, se pueden producir materiales con orientación de poros (sobre el eje vertical o horizontal) con un intervalo de diámetros que va de varios micrómetros a varios milímetros, lo cual depende del tipo de metales o aleaciones utilizadas [1]. Los pasos para dicho proceso son los siguientes:

*I.* Mezcla de aglutinante polimérico, material de sacrificio y polvo metálico.

*II.* Mediante compresión se obtiene una preforma cilíndrica en verde.

*III.* Se aplica un proceso de sinterización, se remueve el aglomerante y el material de sacrificio, consolidando el polvo metálico mediante la formación de la espuma metálica.

#### *1.4.7 Reacción de sinterización*

Tomando en cuenta los principios de sinterización, éstos se aplican a componentes de sistemas de aleaciones múltiples que están constituidos por metales con diferentes coeficientes de difusión, logrando que existan reacciones de sinterización In-Situ. Donde aleaciones de Ti + Al, Fe + Al o Ti + Si, son utilizadas para la producción de estructuras porosas [19, 20].

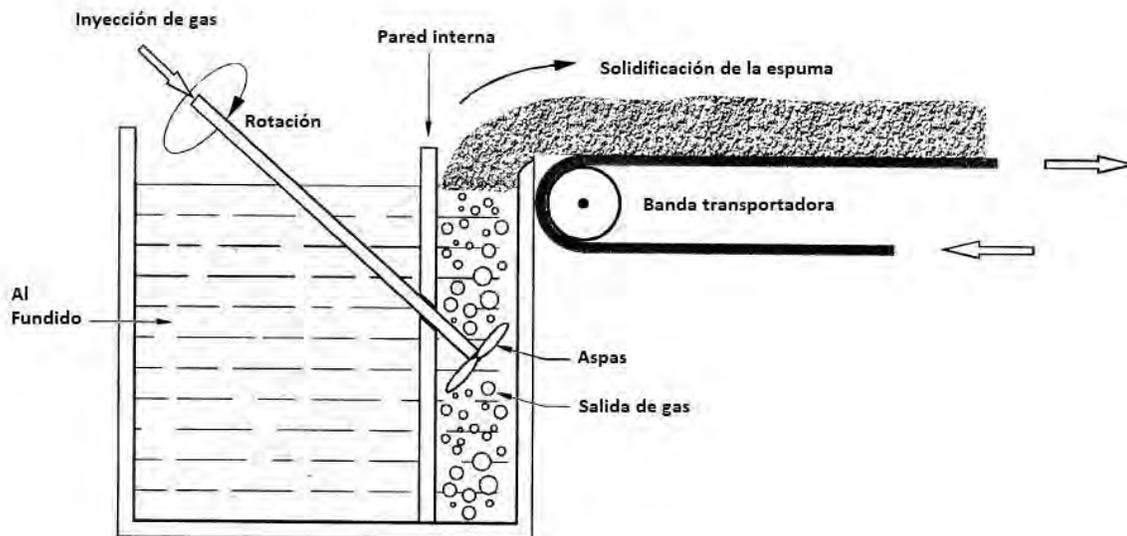
#### *1.4.8 Espumado directo de metales*

En dicho proceso se funde el metal y bajo ciertas condiciones se forman burbujas de gas dentro del metal líquido para consolidar la estructura porosa. Para ello, se debe evitar fuerzas de flotación altas que son causadas por altas densidades en el líquido. Esto puede evitarse con una obstaculización de la viscosidad del metal mediante la adición de polvos cerámicos o elementos que estabilicen la masa fundida. Por esta técnica se han producido materiales de aluminio, magnesio, zinc y sus aleaciones. A pesar de esto no se han encontrado aplicaciones industriales, debido a que los procesos de producción son inadecuados, pocos reproducibles y con elevados costos de producción. En la actualidad las rutas con mayores ventajas son dos: la inyección de gas introducido de manera externa dentro de un metal líquido y la formación de gas In-Situ dentro del líquido por la presencia de un agente espumante.

#### *1.4.9 Espumado por inyección de gas*

Mediante esta técnica los primeros materiales fueron producidos por la empresa Hydro-Aluminio en Noruega y Cymat en Canadá usando Al y sus aleaciones [8]. Para ello, primeramente, se prepara la mezcla de metal con algunos de los siguientes compuestos: carburo de silicio (SiC), oxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) o óxido de magnesio (MgO) para estabilizar la viscosidad de la fundición. Estos aditivos se utilizan para incrementar la viscosidad superficial y producen un retardo de drenado en la superficie. Estos deben

agregarse en una proporción de 10 al 20% en fracción en volumen y con un tamaño de partícula de 5 a 20 micras [21]. Durante el proceso de fundición, se realiza la inyección de gas mediante un sistema de hélices ya sea aire, nitrógeno o argón. La función de éstas es generar burbujas finas en la fundición y realizar una distribución uniforme (**Figura. 1.4**). La porosidad que presenta estos materiales va de 80 al 98%, con densidades de 0.069 y 0.54 g/cm<sup>3</sup>, el espesor de las paredes es de 50 a 85 µm.



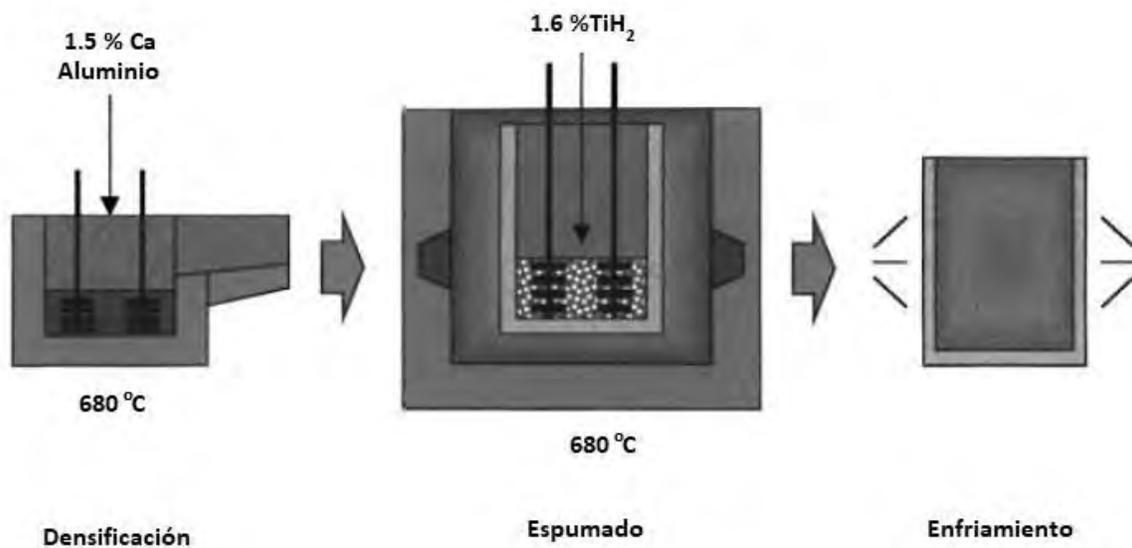
**Figura 1.4** Obtención de espumas metálicas mediante la técnica de inyección de gas. *Modificado de referencia [4]*

#### 1.4.10 Formación de espumas mediante agente espumante

Esta técnica es una segunda opción para obtener espumas metálicas mediante un agente espumante en vez de la inyección de gas [22]. El proceso se basa en el uso de agentes espumantes los cuales se descomponen mediante los efectos del calor, liberando gas en un líquido viscoso con objeto de formar los poros (**Figura. 1.5**). Esto se realiza al agregar un agente espumante al metal fundido donde se agita la masa metálica durante varios minutos

buscando el incremento de la viscosidad. Al existir una relación entre el diámetro de los poros y la viscosidad de la fundición se recomienda cuidar los ciclos de temperatura y la agitación mecánica, ya que se ha reportado la producción de óxidos e incluso intermetálicos. [23].

Se pueden utilizar como agentes espumantes calcio metálico (Ca), hidruro de titanio ( $TiH_2$ ), óxido de magnesio (MgO), entre otros. A la par se han presentado técnicas para evitar el uso de polvos de hidruros mediante preparación de una fundición eutéctica en ciertas aleaciones de Al-Mg. La ventaja de esta técnica es la obtención de espumas muy homogéneas en forma y tamaño de poro. Este tipo de materiales se han producido desde 1986 a pequeña escala y han llegado a la comercialización por Shinko Wire Amagasaki de Japón. Al proceso industrial se le conoce con el nombre de Alporas.



**Figura 1.5** Técnica para la producción de espumas metálicas mediante el uso de agentes espumantes. *Modificado de referencia [4]*

#### *1.4.11 Solidificación eutéctica gas-sólido (gasars)*

Una técnica más reciente es la fundición de un metal (Aceros, Cobalto, Cromo, Molibdeno, principalmente) o incluso cerámicas en una atmósfera de hidrógeno a altas presiones (alrededor de 50 atm) con el fin de obtener un sistema eutéctico [24]. Esto se busca ya que algunos metales al disminuir su temperatura entran en una transición eutéctica, formando un sistema de dos fases (sólido-gas). Debido a que el sistema se encuentra en una adecuada concentración eutéctica, podrá formar una reacción de segregación a cierta temperatura.

Una ventaja sobre otras técnicas es la facilidad del control de la solidificación direccional. Sin embargo, se recomienda un control sobre los parámetros de producción, en especial sobre los contenidos de hidrógeno los cuales si son altos evitan la formación de la porosidad. Con esta técnica, se pueden obtener poros de forma cónica o incluso ondulada, con un diámetro de 10  $\mu\text{m}$  hasta 10 mm con longitudes de 100  $\mu\text{m}$  hasta 300 mm y porosidades de 5 al 70 % [25]. A pesar de ello, se debe tener cuidado con el crecimiento excesivo de poros ya que en algunos casos pueden llegar a la colisión entre éstos.

#### *1.4.12 Fusión de compactos*

Este método fue desarrollado en el instituto de Fraunhofer en Berlín, Alemania. Inicia a partir de polvo metálico que es mezclado con los agentes espumantes, los cuales son compactados produciendo una pastilla en verde. La compactación puede ser uniaxial en caliente o compresión isostática, incluso extrucción de rodillos o rolado de polvos evitando la presencia de porosidad residual [26]. El siguiente paso consiste en aplicar un tratamiento térmico cerca de la temperatura de fusión del material matriz. En donde el agente espumante se descompone produciendo la liberación de gas el cual se expande formando una estructura con alta porosidad. El control de agente espaciante, así como la temperatura y la presión son factores que modifican la densidad y por lo tanto modifican la calidad de los poros. Se han producido materiales a partir de aleaciones de Zinc y Aluminio 2xxx y 6xxx con hidruro de titanio ( $\text{TiH}_2$ ) y zirconio ( $\text{ZrH}_2$ ) como agentes espumantes. También se puede utilizar Estaño,

Zinc, Latón, Plomo y Oro. La ventaja principal de este proceso es la producción de formas complicadas, siendo un proceso económicamente rentable [27].

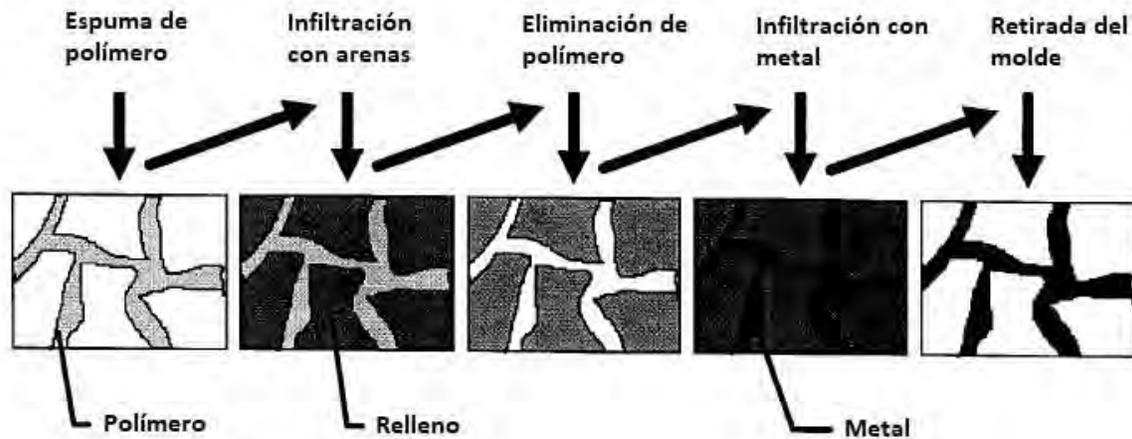
En la última década se han reportado “paneles sándwich” de acero o aluminio, que consisten en un centro metálico poroso y dos placas metálicas en los extremos [28]. Este tipo de materiales han sido desarrollados en Alemania y aplicados en prototipos de autos con la finalidad de dar a conocer sus excelentes propiedades estructurales. De igual forma, han reportado la producción de tubos, donde se debe introducir dentro del tubo el material precursor y después someterlo a calor. La única desventaja es la necesidad del uso de tubos con un alto punto de fusión. Este método es explotado a pequeña escala a nivel industrial, con el nombre comercial de “foaminal” y “alulingh”.

#### *1.4.13 Inmersión en espumas poliméricas*

Mediante esta técnica se producen espumas de metal fundido sin usar directamente un agente espaciante. Esta técnica parte de una espuma polimérica con porosidad abierta (poliuretano). Esta espuma es llenada con una sustancia “lechada” de un material con suficiente resistencia térmica, ejemplo: mezcla de mullita, resinas fenólicas y carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ). Después se extrae el polímero mediante un tratamiento térmico y finalmente, el metal fundido se vierte dentro de la estructura porosa, replicándose la estructura original del polímero. En caso de que las cavidades no se llenen por completo se deberá aplicar presión y calor. Después se retira el material del molde mediante presurización de agua, obteniendo una estructura metálica la cual es una réplica exacta de la espuma polimérica [29]. Las dificultades en esta técnica es lograr un llenado completo, control inusual de la dirección de solidificación y dificultad en la eliminación de material del molde sin dañar la estructura de la espuma (**Figura. 1.6**).

Por otro lado, se pueden obtener espumas de formas muy complejas, las cuales están en función de la preforma polimérica ya que ésta determina la densidad y la morfología de la espuma. Los materiales más utilizados para esta técnica son Al y sus aleaciones como 6160,

A356, Cu y Mg, entre otras. Este tipo de espumas se han comercializado por ERG en Oakland bajo la marca Duocel® [30], reportando una porosidad de 80 a 97%.



**Figura 1.6** Etapas del proceso de obtención de espumas metálicas mediante fundición por inmersión. *Modificado de referencia [4]*

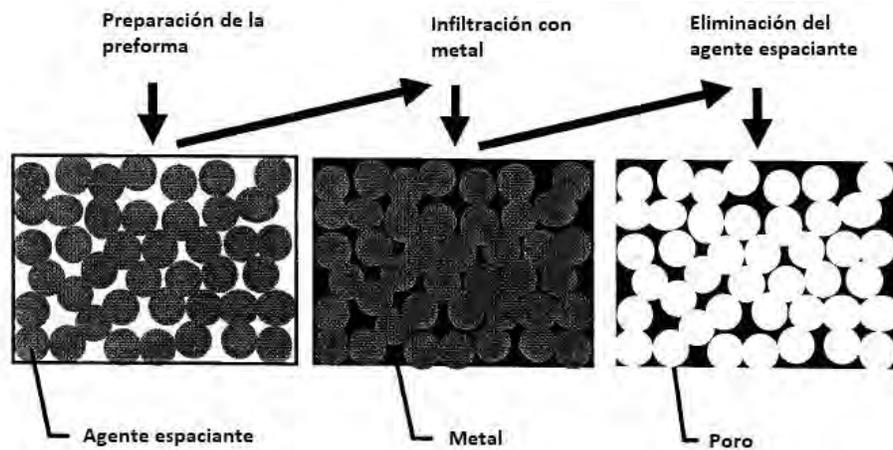
#### 1.4.14 Estructura prefabricada

Mediante esta técnica se pueden obtener materiales de alta porosidad y es conocida como LBMs® (Lattice Block Materials, por sus siglas en inglés) [31]. Teniendo como principio la fundición por inmersión, se logran obtener estructuras completamente regulares con vértices conectados. La forma de conseguir esto, es mediante la prefabricación de la estructura por inyección de algún polímero. Que son usadas como modelo para realizar una fundición por inversión y producir una representación exacta de la estructura polimérica. En principio, cualquier material puede ser usado, pero los más utilizados son Al A365 o aceros inoxidables [4]. Las principales ventajas de esta técnica son las propiedades mecánicas, que son muy cercanas a las reportadas teóricamente.

#### *1.4.15 Fundición sobre agentes espaciantes*

El principio de esta técnica se basa en la fundición de metal líquido sobre partículas orgánicas, inorgánicas o incluso esferas huecas, obteniéndose materiales porosos con bajo peso. Las partículas mencionadas denominadas como agentes espaciantes pueden permanecer dentro de la estructura aún después de la fundición, a lo cual se le conoce como espumas sintéticas o bien, se puede eliminar mediante un lavado con un solvente, ácidos o por un tratamiento térmico. Esto se logrará cuando el contenido de agente espaciante sea alto y pueda existir una interconexión dentro de la estructura. Pueden ser usados para dicho fin: vermiculita, harina, sal, óxido de aluminio, ya sea en pellets, gránulos o esferas. Incluso se han usado esferas poliméricas como agentes espaciantes orgánicos, para esto la fundición debe ser suficientemente rápida y lograr valores altos de presiones de infiltración [32]. Los agentes espaciantes pueden ser eliminados de diferentes maneras; por ejemplo, la sal por medio de la lixiviación con agua, la arena por descomposición mediante la influencia de calor, mientras que las esferas poliméricas mediante pirólisis térmica (**Figura. 1.7**).

Durante el proceso se recomienda un precalentamiento de la muestra para evitar prematuramente la solidificación, en especial cuando la capacidad calorífica del agente espaciante sea alta o la presión de infiltración es baja. Por otro lado, la alta tensión superficial del metal líquido puede generar una deficiencia de llenado, produciendo un vacío entre las partículas del agente espaciante. Con esta técnica, se han procesado una amplia gama de materiales como Al, Mg, Zn, Sn, Pb, entre otros [33]. En todos los casos la morfología lograda se clasifica como esponja metálica. Siendo una de sus principales ventajas un control del tamaño de poro y su distribución a lo largo de la pieza. Finalmente, por esta técnica se pueden reportar porcentajes de porosidad por debajo del 80%.

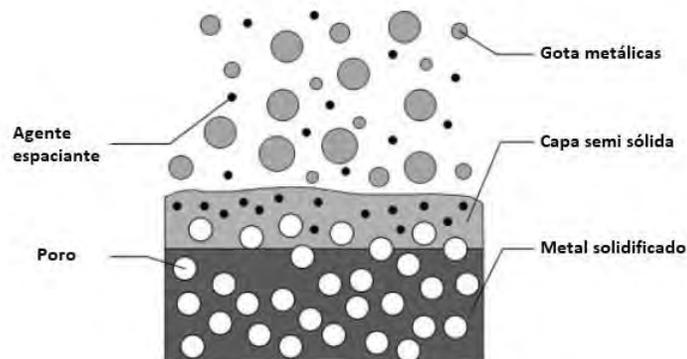


**Figura 1.7** Pasos para la obtención de espumas metálicas mediante el uso de agentes espaciantes.

*Modificado de referencia [4]*

#### 1.4.16 Formación por rocío

En esta técnica el metal en estado líquido es atomizado creando gotas que se depositan en un sustrato donde se promueve su crecimiento. Por medio de este proceso se pueden crear palanquillas, láminas o tubos. Cabe destacar que esta técnica tiene baja cantidad de óxidos, tamaño de grano fino y alto contenido de fases metaestable [34] (**Figura. 1.8**).



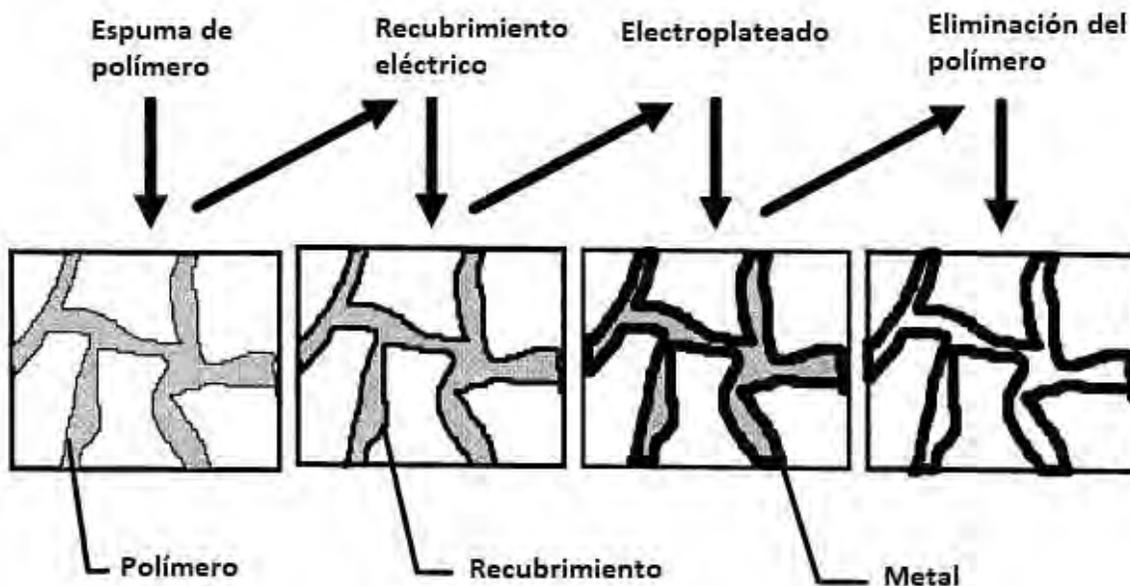
**Figura 1.8** Forma en que se obtienen espumas metálicas mediante la formación con rocío.

*Modificado de referencia [4]*

### 1.4.17 Electrodeposición

En esta técnica los metales se depositan eléctricamente sobre una espuma polimérica con interconexión abierta, donde el polímero es eliminado posteriormente por medio de un tratamiento térmico. Se debe tener presente que la espuma polimérica debe presentar conductividad eléctrica, esto se logra mediante una inmersión de la espuma polimérica en una solución electrolítica [35] (**Figura. 1.9**).

Mediante este proceso se obtienen espumas de 2.5 a 30 celdas por centímetro, el tamaño de la celda es de 3.2 a 0.5 mm. Se han reportado la producción comercial de hojas de 2 a 20 mm de espesor con densidades de 0.4 a 0.65 g/cm<sup>3</sup>. Los metales más usados son Níquel o aleaciones Níquel Cromo y hasta Cobre, llegando a comercializarse bajo el nombre de retimet® (*Dunpol*, GB), celmet® (*Sumitomo electric*, Japón) y recemat® (*seac*, Holanda) [36].



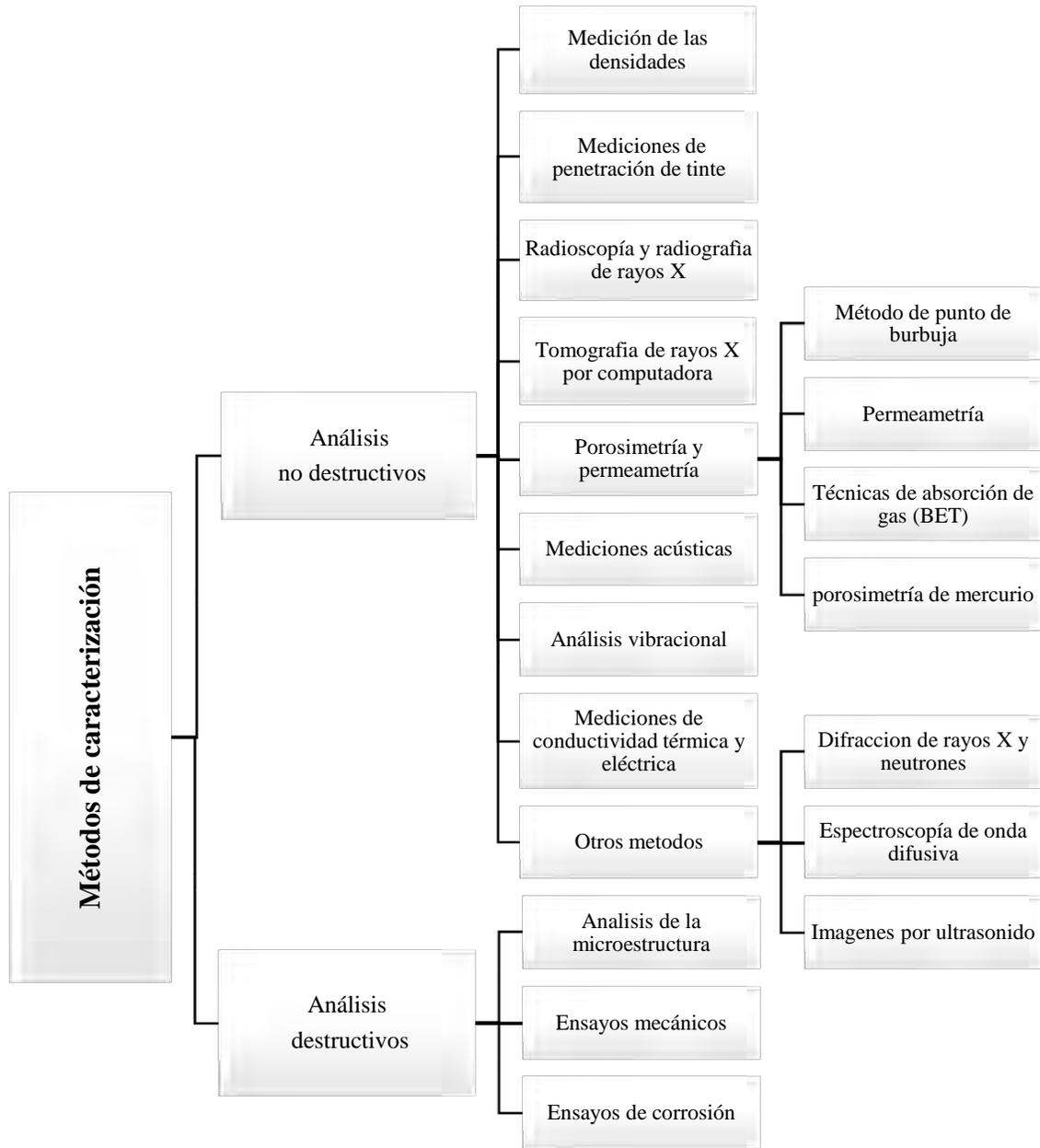
**Figura 1.9** Pasos para la obtención de espumas metálicas mediante la técnica de electrodeposición. *Modificado de referencia [4]*

#### *1.4.18 Deposito por vapor*

Las espumas son obtenidas a partir de metales gaseosos o compuesto de estos. Primero se requiere una estructura de un precursor sólido (poliuretano es el más utilizado). El metal gaseoso se produce en una cámara de vacío y el vapor, mediante condensación se fija en la estructura del precursor que se encuentra a temperatura ambiente. Se forma una película sobre la estructura con cierto espesor en función de la densidad de vapor y el tiempo de exposición [37]. Generalmente se utiliza Níquel, su distribución comercial está bajo el nombre de oncofoam® [38]. Las espumas que se obtienen poseen densidades de 0.2 a 0.6 g/cm<sup>3</sup>. Se han llegado a aplicar como soporte para los electrodos de baterías.

### **1.5 Métodos de caracterización**

Para los materiales metálicos porosos existen muchas formas y tipos de caracterización. En general se pueden dividir las técnicas en dos grupos destructivas y no destructivas [4]. El **esquema 1.3** muestra las diferentes técnicas de caracterización que existe en la actualidad para materiales porosos.



**Esquema 1.3** Muestra la clasificación y las diferentes técnicas de caracterización de materiales porosos. [4]

A continuación, se habla de ciertas técnicas de caracterización mencionadas en el esquema anterior [39].

### *1.5.1 Medición de la densidad*

Debido a que la densidad es un valor intrínseco de cada material. La manera general de obtenerla es a partir del peso y el volumen de la muestra en análisis. En cambio, en las espumas metálicas de poro abierto se puede determinar a partir del principio de Arquímedes, donde se pesa la muestra y posteriormente se mide su flotabilidad en un líquido de densidad conocida. Por otro lado, una manera más exacta de conocer dicha propiedad es mediante el uso de la picnometría en donde la muestra es colocada en una cámara de volumen conocido y posteriormente se inyecta gas a dicha cámara, a partir de la diferencia de presiones se calcula el volumen de la pieza y así conocer la densidad.

### *1.5.2 Radioscopía y radiografías de rayos X*

Las espumas metálicas pueden ser estudiadas por la técnica de absorción de rayos X (transmisión radiográfica). Esta técnica funciona mediante la aplicación directa de un haz de rayos X, donde la atenuación es medida en dos dimensiones.

Se recomienda en esta técnica que las paredes sólidas de material deben tener a lo máximo un espesor en el orden del diámetro del poro promedio, con la finalidad de poder mapear representativamente la morfología de los poros. En caso de que el espesor sea más grande que el poro, no se podrá obtener una medición confiable, debido a la superposición de los poros. Sin embargo, en la actualidad se pueden observar espumas con espesores de pared de 4 a 10 mm mediante el uso de un sincrotrón [40].

### *1.5.3 Tomografía de rayos X por computadora*

La macroestructura puede ser conocida medida la tomografía de rayos X. Dicha medición se realiza mediante la rotación y traslación de un emisor de haz y el detector alrededor de la muestra [41]. Lo cual logra la generación de varias imágenes obtenidas de la atenuación de los rayos X, con esto se reconstruye matemáticamente la estructura interna y

obtiene una representación gráfica del material poroso. Esta técnica se usa principalmente para conocer el proceso de deformación en las espumas.

#### *1.5.4 Porosimetría*

Porosimetría con mercurio: aquí se inyecta y se extrae mercurio a la estructura del material a una presión controlada. En donde el volumen inyectado y la presión tienen una relación con el tamaño de celda y con ello se puede conocer el volumen de la pieza. Sin embargo, los poros con tamaños pequeños cercanos a los cientos de micras son difíciles de detectar.

#### *1.5.5 BET*

Técnica de absorción de gas usada para determinar el área superficial interna de la espuma. Las siglas de esta técnica se basan en el nombre de sus creadores Brunauer, Emmet & Teller. Dicha técnica se basa en el principio de la adsorción física de gas inerte (nitrógeno, el más utilizado) a baja temperatura, mediante un análisis matemático se conoce el volumen de la pieza. Con lo que se puede determinar la distribución de la porosidad, conocer la distribución de tamaños de partícula en muestra sólidas y encontrar la superficie específica de sólidos [42].

#### *1.5.6 Permeimetría*

Esta técnica consiste en estudiar el paso de un flujo ya sea líquido o de un gas a lo largo del material poroso. Al conocer la viscosidad del fluido mediante análisis matemáticos se puede conocer la permeabilidad y el coeficiente de fricción del material [43]. En la técnica se deben evitar las porosidades cerradas ya que no se podrá interactuar con el área total de medición.

### 1.5.7 Análisis de imagen óptica

Mediante esta técnica se puede determinar el tamaño, distribución, forma de los poros. Dicha técnica consiste en un análisis superficial a magnificaciones variadas. Se considera destructivo porque se requiere una preparación de la superficie que enmarca el corte de muestra, lijado, pulido y ataque químico. De manera especial se recomienda tener cuidado especial con la selección de la zona de estudio, así como de preparación de la superficie a observar. Este tipo de técnicas es de suma importancia porque permite relacionar tanto la microestructura como la macroestructura [44].

### 1.5.8 Ensayos mecánicos

Cuando se desea utilizar espumas metálicas con fines estructurales un pre-requisito es la realización de las pruebas mecánicas. Ya que la información es utilizada para evaluar las aplicaciones específicas y mediante la base de datos generada, se puedan realizar modelos matemáticos para la predicción de la efectividad del material.

Las técnicas son las mismas que se utilizan para los materiales no porosos con algunas modificaciones [45]. Por ejemplo, en los materiales porosos existen ciertos parámetros ocultos: como la distribución de la masa, microestructura heterogénea, entre otros. Por lo que, se deberán realizar más análisis que un material denso (No poroso). De igual forma, las muestras serán de mayor tamaño, comparadas con las dimensiones de las muestras densas [46]. Los análisis mecánicos se pueden agrupar de la siguiente manera:

*Aplicación de fuerza:* Uniaxial, biaxial, multiaxial, hidrostática. Aunque el más usado es el análisis uniaxial.

*Modo de carga:* Compresión, tensión, cortante, flexión y torsión. Donde el análisis de compresión es el más utilizado, ya que no se requiere una forma de la muestra tan específica y sobre todo no es necesario una sujeción de la muestra.

*En función del tiempo y forma de carga a la muestra:* pueden ser constante, con incrementos pequeños (cuasiestático  $\epsilon \approx 10^{-3} s^{-1}$ ), dinámico y cíclico. La mayoría de los análisis se llevan a cabo sobre condiciones cuasiestática. Generalmente se realizan a compresión, donde la única dificultad es identificar el punto de fractura mediante esta técnica.

## 1.6 Cuasicristales

Los cuasicristales forman parte de un nuevo grupo de materiales, caracterizados por una complicada estructura atómica y propiedades singulares. Los cuales se definen como materiales sólidos compuestos por elementos metálicos con una singular regularidad atómica a larga distancia [47], presentando periodicidad en el arreglo atómico con simetría 5, 8, 10, 12, solamente [48], estas son conocidas como simetrías prohibidas. Por lo tanto, las unidades estructurales serán icosaedrales (periodicidad en 3 direcciones), octagonales, decagonales y dodecagonales (solo en dos direcciones) [49].

Los cuasicristales fueron descubiertos por el doctor Shechtman's y los primeros reportes sobre estos materiales surgieron a partir de 1984 [50]. Cabe destacar que hasta la fecha se han publicado alrededor de 100 sistemas de aleaciones diferentes para la formación de cuasicristales. Estos materiales son de sumo interés debido a que presentan baja conductividad térmica-eléctrica, propiedades ópticas inusuales, baja energía superficial, bajo coeficiente de fricción, resistencia a la oxidación, biocompatibilidad y alta dureza. Lo cual los hace que se pueden usar para la producción de películas, recubrimientos delgados, sinterizados y compositos para relleno, entre otros [51]. Los principales problemas que han presentado para su producción industrial son: complicada reproducibilidad durante el proceso, tiempo de vida cortos comparados con los solicitados para su aplicación industrial y costos de producción elevados, principalmente. A la par, muchos de los sistemas existentes presentan problemas de toxicidad, baja disponibilidad de metales y costos altos de producción. Sin embargo, la aleación AlCuFe es la excepción a los problemas mencionados anteriormente [52], en especial por los amplios conocimientos que se tienen en la fabricación de Aluminio.

Los cuasicristales son fáciles de obtener en el laboratorio, donde la mayoría presentan fases metaestables. Sin embargo, las composiciones que presentan un estado en equilibrio termodinámico pueden crecer a partir de zona líquidas mediante una fundición lenta. Estas fases son de gran interés desde el punto de vista de equilibrio termodinámico y son importantes ya que se pueden producir por técnicas de metalurgia convencionales. En donde la mayoría de las composiciones cuasicristalinas se forman mediante solidificación peritética, cuando a una temperatura elevada la fase cristalina reacciona con la fase líquida residual formando así una nueva fase. Por ende, durante este proceso cierta cantidad de cristales son retenidos fuera del equilibrio. Un fenómeno interesante que considerar es cuando las composiciones o el volumen atómico de los cuasicristales y los cristales exhiben una diferencia significativa. Esto producirá la formación de poros bien distribuidos y con tamaños no mayores a los micrómetros. Siendo este fenómeno no deseado en especial para las propiedades mecánicas. Existen varias técnicas cuya finalidad es disminuir la porosidad generada; un ejemplo es la técnica de tracción o crecimiento de flujo, donde en base a la manipulación del perfil de temperatura-tiempo se puede limitar la generación de poros.

Por otro lado, se ha realizado una sustitución parcial de componentes químicos con la finalidad de mejorar las propiedades de los cuasicristales. Un ejemplo es la adición de boro en un porcentaje atómico menor a 7%, que sustituye a átomos de Al en el sistema Al-Cu-Fe. Donde se ha presentado un aumento de tres veces el esfuerzo de cedencia, la dureza Hv incrementó significativamente de 700 a 800 Hv, manteniéndose el coeficiente de fricción en valores similares al del diamante. Por lo tanto, es mejor tener materiales cuaternarios que ternarios de acuerdo con sus propiedades tribológicas. Un ejemplo de esto es la composición Al-Co-Fe-Cr que es considerada para el diseño de revestimiento de paredes térmicas [53]. De igual forma la fase decagonal  $Al_4Co_2$  en la región  $Al_{71}Co_{13}Fe_8Cr_8$ , presenta una baja conductividad térmica, buena resistencia a la corrosión y un coeficiente de expansión térmica comparable al del material del sustrato. Esta tiene un punto de fusión muy cercano a 1170 °C, permitiendo utilizarse en máquinas de combustible y generadores de energía. Las aplicaciones de las aleaciones base aluminio son como: precursores de PVD (deposición en fase vapor, por sus siglas en inglés), objetivos de abrasión laser y contenedores de hidrógeno [54].

Las técnicas más comunes para producir este tipo de materiales son por fundición, solidificación rápida (melt spinning), atomización de gas, aleado mecánico, electrodeposición, depósito físico por gas, evaporación de gas, fusión superficial con láser o haz de electrones e irradiación de electrones [55]. Sin embargo, la ruta más común para la obtención de cuasicristales en el laboratorio es la fundición de los materiales bajo una atmósfera inerte. En el caso particular de la aleación AlCuFe las técnicas más comunes son la fundición por inducción, melt spinning, atomización de gas y aleado mecánico.

En la aleación AlCuFe los primeros cuasicristales que se reportaron presentaron la fase icosaédrica con la composición  $Al_{65}Cu_{22.5}Fe_{12.5}$ . Aquí se atribuye la formación icosaédrica a la reacción peritética entre la  $\beta$ -AlFe<sub>3</sub> y el remanente líquido. Sin embargo, al incrementar la temperatura se encontró que la fase icosaédrica se puede encontrar en un intervalo de composición de 20-28 % atómico de Cu y 10-14 % atómico de Fe [56]. Se sabe que la fase icosaédrica no solo depende de las condiciones de enfriamiento y de la temperatura, sino de las fases coexistentes que están en equilibrio con dicha estructura [57].

## 1.7 Difusión líquida

Técnica utilizada para unir materiales que da la posibilidad de obtener uniones que son químicamente idénticas al material base, evitando con esto una discrepancia microestructural a lo largo de la unión. Por ende, el proceso de difusión líquida se basa en una combinación de solidificaciones isotérmicas, al cual le sigue un tratamiento térmico de homogenización [58].

De manera más específica, este proceso de solidificación se conoce como solidificación isotérmica, en donde la fase líquida puede llegar a ser removida por completo, por ello el nombre de transición líquida. Dentro de los materiales más utilizados se encuentra el Níquel para este tipo de procesos. Sin embargo, se debe considerar que el material base debe tener la capacidad de difundir rápidamente en los espacios intersticiales del otro material. De igual forma, se puede agregar componentes extras que funcionen como agente que disminuya el

punto de fusión [59]. Esta técnica tiene la ventaja de ser práctica y tiene mejor efectividad con respecto a procesos de unión tradicional en materiales que se aplican a altas temperaturas.

A continuación, se mencionan las etapas de este proceso, en donde el material A se une mediante su superficie que se activa con la disminución del punto de fusión del material B. Esto se genera mediante 3 pasos: I) Disolución del material, II) Solidificación isotérmica y III) Sólido en estado homogenizado que puede ocurrir después de la fundición eutéctica del líquido [60].

En el primer paso se debe considerar composiciones que tenga un punto eutéctico. A la par, se recomienda un espacio entre superficie del material “A” y el material “B” de no más de 50 micras. Esta distancia máxima de trabajo está dada en función de la exposición térmica [61], sin embargo, en los casos donde se requiera el uso de uniones con espacios amplios se puede usar un compósito [62, 63]. De igual forma, se pueden usar cerámicas, sin embargo, el proceso de fusión es extremadamente lento [64]. La etapa de la solidificación deberá llevarse a cabo en una atmósfera a alto vacío con la finalidad de evitar la formación de óxidos entre las superficies. La unión de superficies se puede llevar de varias formas, por ejemplo: la fundición directa entre superficie, la generación de una superficie intermedia y la formación líquida In-Situ.

La aplicación más comercial es en la reparación de turbinas de súper aleaciones base níquel usadas en la industria aeroespacial y en la generación de energía. Se pueden aplicar para generar boquillas de pulverización de combustible para reactores, paneles y estructuras sólidas como marcos de motor.

### **1.8 Porosidad In-Situ**

J. Dubois y colaboradores [65] han reportado como defecto a determinada composición la presencia de porosidad, esto es, en aleaciones del sistema AlCuFe. Lo anterior da la posibilidad para proponer un material que combine las propiedades de los cuasicristales y los materiales porosos.

En la actualidad, no existen reportes sobre dicho tema, más que el publicado por Suarez y colaboradores [2], en donde se propone la ruta “In-Situ” para la formación de materiales porosos. En dicho trabajo se obtuvo un material metálico poroso a partir de la composición  $\text{Al}_{68}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{12}$ , sin el uso de agentes espaciadores. Sin embargo, aún falta optimizar las condiciones de producción para obtener materiales porosos, así como una explicación amplia del mecanismo de formación de la porosidad intrínseca.

Recientemente, en el trabajo de I. Alfonso y colaboradores [66], mediante la misma técnica se obtuvo porosidad en aleaciones cuaternarias Al-Si-Cu-Mg, con porosidad homogénea del 40% y tamaños de poros de 20 a 150  $\mu\text{m}$ . Los trabajos anteriores se han encaminado en la formación de poros. Sin embargo, existe una idea muy vaga del proceso de formación de poros, lo cual se centra como tema medular el presente trabajo.

## Capítulo II

# DESARROLLO EXPERIMENTAL

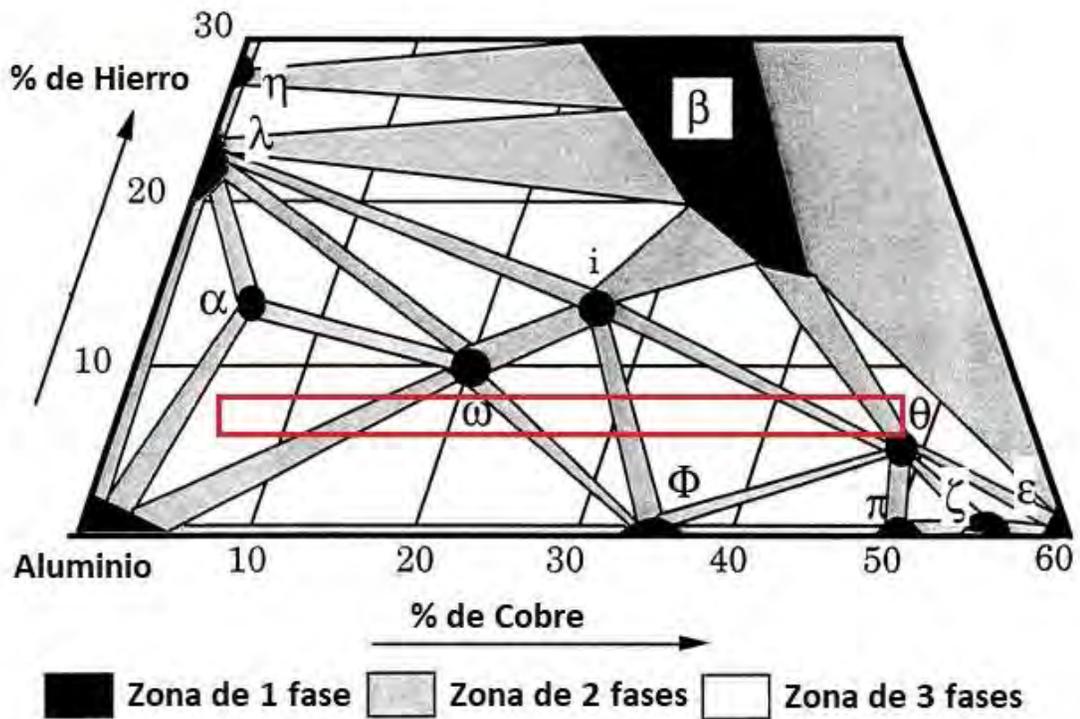
Se realizó la fundición de 4 composiciones del sistema AlCuFe las cuales fueron tratadas térmicamente, a las cuales se les caracterizo antes y después de dicho proceso. Lo anterior se describe a detalle en el presente capítulo.

### 2.1 Composiciones de estudio

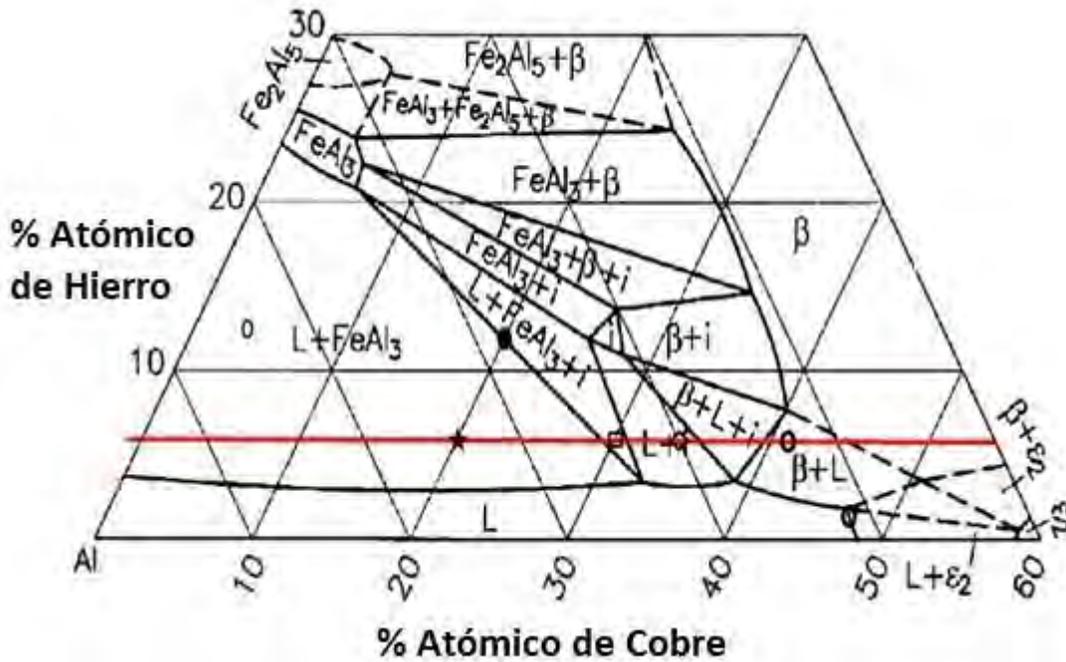
Del diagrama de fases ternario de la aleación AlCuFe se eligieron 4 composiciones (**Figura 2.1**). Las cuales se muestran en la **Tabla 2.1**, al igual que las fases presentes en cada composición a temperatura ambiente. Con la finalidad de establecer variables de estudio, el componente Fe se mantuvo fijo. Se determinó que fuera 7 % atómico, debido a que los únicos reportes de estos materiales son a 12 % atómico de contenido de Fe [2]. Lo anterior, se realizó con la finalidad de trabajar zonas cercanas a las reportadas con el fin tener un medio de comparación. Por otro lado, se seleccionaron composiciones con menor contenido de Fe debido a que el diagrama de fase a 800 °C de las mismas aleaciones AlCuFe, se encuentran la presencia de diferentes fases, las cuales serían importante estudiar su participación en la formación de poros. Al igual, que dichas fases no se presentan al aumentar la cantidad de Fe en el diagrama de fases (**Figura 2.2**) [67].

**Tabla 2.1** Aleaciones de estudio, así como las fases presentes en cada una.

Composición química	% en Masa			Número fases	Fases
	Al	Cu	Fe		
$Al_{73}Cu_{20}Fe_7$	55	35	9.3	2	L, $FeAl_3$
$Al_{64}Cu_{29}Fe_7$	44	49	8.4	3	L, $FeAl_3$ , I
$Al_{61}Cu_{32}Fe_7$	39	53	8.2	2	L, I
$Al_{54}Cu_{39}Fe_7$	33	60	7.7	2	$\beta$ , L



**Figura 2.1** Diagrama de fases del sistema Al-Cu-Fe en condiciones de equilibrio. Donde color negro indica zonas de una sola fase, zona gris con dos fases y zona blanca tres fases. Igualmente se señala en un recuadro la zona de estudio en el presente trabajo.

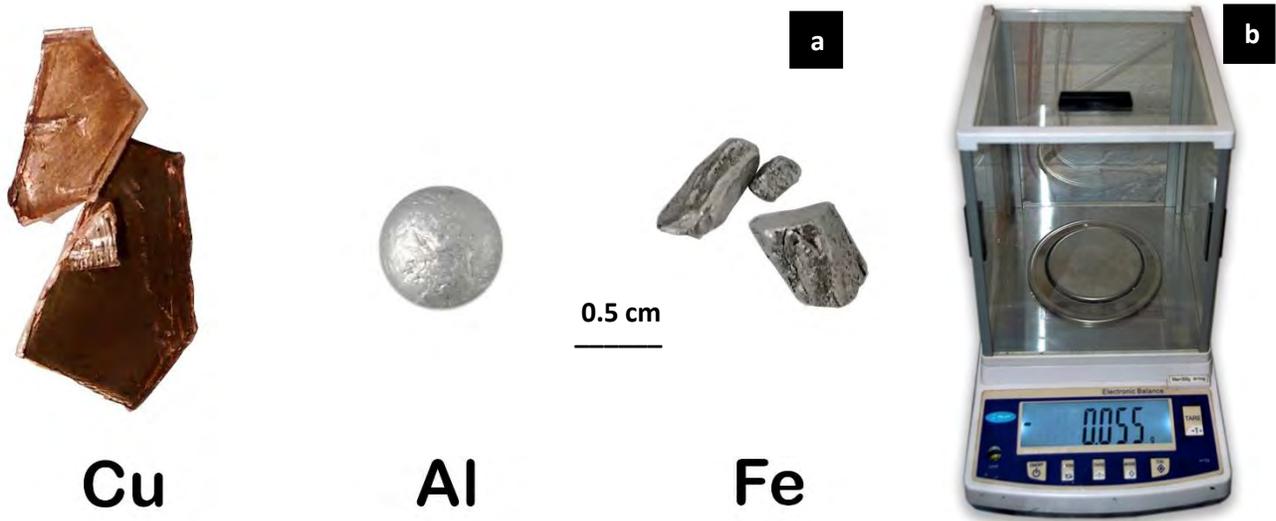


**Figura 2.2** Diagrama de fases del sistema Al-Cu-Fe a una temperatura de 800 °C. Donde se ubican las diferentes composiciones de estudio, ★-Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, □-Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, ◇-Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> y ○-Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>.

## 2.2 Pesaje

El proceso empieza con la conversión de % atómico (% at) a porcentaje en peso (% wt) mediante la ecuación 1. Con esta información se prepararon las cargas de fundición para la obtención de 300 g de cada aleación, tomando en cuenta la compensación de carga que fue de 2-3 % en peso, aproximadamente para cada elemento. Los elementos utilizados fueron Aluminio (Al), 99.9% pureza marca Alfa Aesar, Cobre (Cu), 99.9% de pureza marca Alfa Aesar y Hierro (Fe) 99.97% pureza de la marca Alfa Aesar (**Figura 2.3a**). Todos los materiales se pesaron en una balanza analítica con 3 cifras significativas, previamente calibrada y tarada entre cada medición (**Figura 2.3b**).

$$wt\%_A = \left[ \frac{At\%_A \cdot PA_A}{(At\%_A \cdot PA_A) + (At\%_B \cdot PA_B) + (At\%_C \cdot PA_C)} \right] * 100 \quad \text{Ec. (1)}$$



**Figura 2.3** Material y balanza analítica. **a)** Forma y tamaño de los materiales utilizados para la conformación de la aleación, Al (aluminio), Cu (Cobre) y Fe (Hierro). **b)** Balanza analítica, marca VELAB, Modelo VE-300. Con capacidad hasta 300 g. Utilizada en el pesaje de metales, lingotes, piezas y espumas metálicas.

### 2.3 Carga

Se utilizó un crisol de grafito isostático de 15 cm de diámetro por 30 cm de altura y 2.5 cm de espesor para realizar las fundiciones. El crisol siempre fue limpiado con acetona para su posterior recubrimiento con nitruro de boro, el cual fue secado durante 8 horas a una temperatura de 120 °C en un horno mufla con la finalidad de mejorar la unión grafito-nitruro y eliminar los posibles residuos de agua.

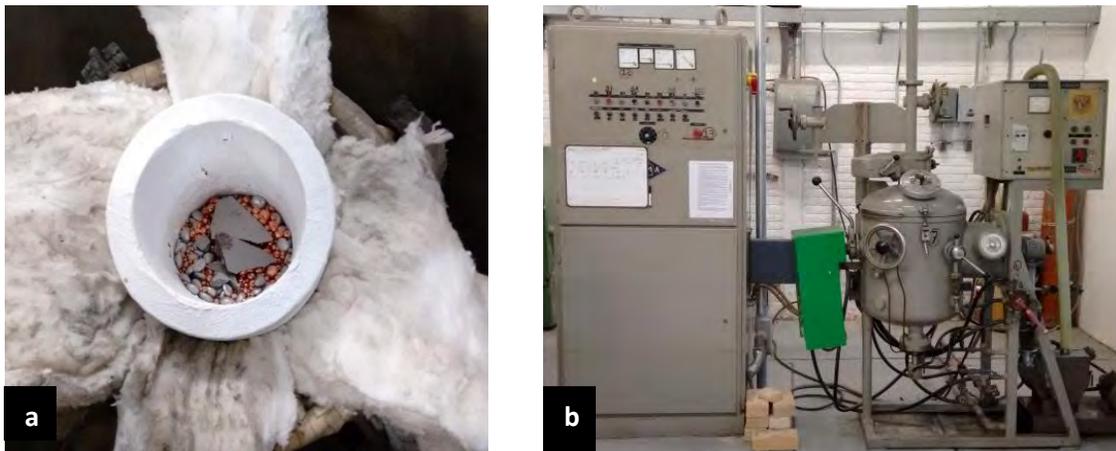
Con los materiales pesados y el crisol listo, se realizó la carga de fundición de la siguiente manera: *I)* se coloca Al en la parte inferior del crisol, posteriormente se *II)* agrega el Cu en la parte central y finalmente *III)* el Fe, evitando que el Fe quede cerca de las paredes del crisol. Cabe aclarar que en el caso de que el orden o la posición de los materiales cambien, se corre el riesgo de que la composición de la fundición sea heterogénea. A la par también se

puede presentar que las paredes del crisol se fundan con algún componente de la mezcla de fundición. Obteniendo grandes afectaciones en el crisol de fundición. En donde, la única forma de recuperar el crisol es mediante un procesamiento mecánico de limpieza de la superficie (careado).

## 2.4 Fundición

El proceso de fundición para cada aleación se realizó en un horno de inducción, donde el portacrisol es recubierto con fibra de vidrio hasta lograr una ajustada sujeción del crisol de grafito (**Figura 2.4a**).

El proceso de fundición inicia con la limpieza de la atmósfera dentro del horno de inducción, mediante la ejecución de tres purgas con gas argón (Ar) de uso industrial. Posteriormente, la fundición comienza bajo una atmósfera de Ar. Aplicándose una potencia de 14 kW durante 15 min. Finalmente, se deja la fundición dentro del horno de inducción mínimo 6 horas con la finalidad que generar un enfriamiento muy lento (**Figura 2.4b**).

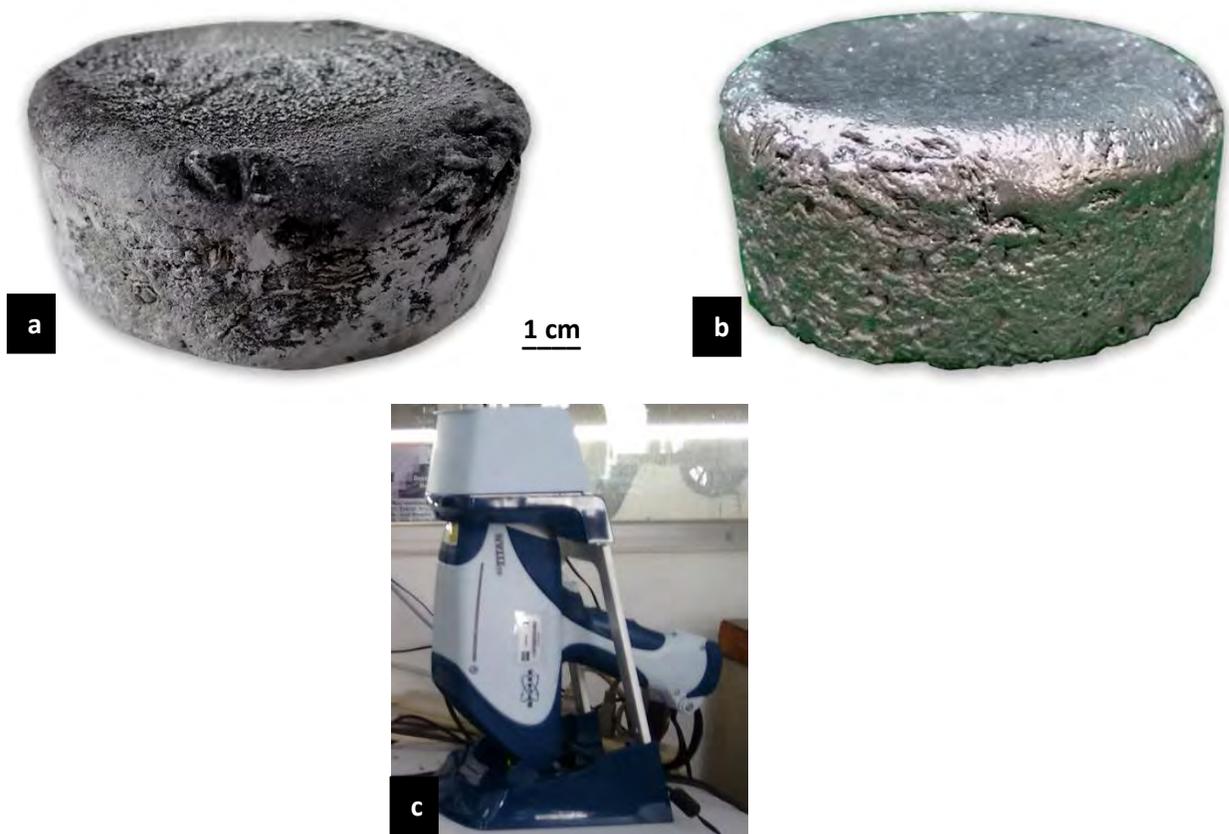


**Figura 2.4 a)** Crisol de grafito cargado con Al-Cu-Fe, empotrado con fibra de vidrio dentro del horno de inducción previo a la fundición. **b)** Imagen del horno de inducción, marca Edmun-Buhler, modelo HU 264, utilizado para realizar la función de los metales y obtener las aleaciones deseadas.

## 2.5 Limpieza y análisis químico de los lingotes

Los lingotes obtenidos de cada fundición presentaron una forma tipo “panqué” con dimensiones de 8 cm de diámetro y 3 centímetros de altura aproximadamente, ver **Figura 2.5a**. Estos lingotes fueron sometidos a un proceso de careado con el fin desprender la escoria de la fundición. Finalmente, las piezas fueron limpiadas con acetona o alcohol etílico (**Figura 2.5b**).

Con el objeto conocer la composición y la distribución de los diferentes componentes a lo largo de cada lingote, estos fueron analizados mediante fluorescencia de rayos X usando un equipo TITAN S1 (**Figura 2.5c**).



**Figura 2.5 a)** Lingote obtenido después del proceso de fundición. **b)** Lingote de la aleación obtenido después del proceso de limpieza, presentando una estructura homogénea. **c)** Equipo para análisis químico elemental de Fluorescencia de rayos X. Marca: Bruker, modelo: TITAN S1.

## 2.6 Preparación de muestras

Cada lingote fue segmentado en bloques de 1 cm<sup>3</sup> aproximadamente, para ello se utilizó una cortadora automática Allied Techcut 4, con un disco corte diamante el cual fue limpiado y afilado entre cada corte, este proceso se inició a 50 rpm hasta realizar una muesca en la pieza y posteriormente se aumentaba la velocidad de corte a 120 rpm hasta terminar la segmentación (**Figura 2.6**).



**Figura 2.6** Equipo de corte de alta precisión marca: Allied, modelo: Techcut 4. Utilizada para la segmentación de muestras con las dimensiones necesarias para los diferentes análisis.

## 2.7 Análisis térmico

A las aleaciones obtenidas se les realizaron estudios de análisis térmico diferencial (ADT) con el fin de conocer las diferentes transformaciones de fase presentes para cada aleación y tener un mayor panorama para elegir las temperaturas de tratamiento térmico. Para

ello, se empleó un calorímetro (SDT), marca TA instruments, modelo Q600 (**Figura 2.7**). A las siguientes condiciones de trabajo, de 100 a 1200 °C (con calentamiento 10 °C/min), con atmosfera controlada de Argón de alta pureza y se utilizaron crisoles de alúmina como porta muestras.



**Figura 2.7** Calorímetro marca TA instruments, modelo Q600, con el cual se detectaron las diferentes transformaciones en las fases en función de la temperatura.

## 2.8 Difracción de rayos X

Simultáneamente se realizaron análisis de difracción de rayos X con el fin de identificar las fases presentes en la aleación. Para ello se usó un difractómetro marca advance-Bruker, modelo D8, con lámpara de Cobalto para evitar la fluorescencia del elemento Hierro, ya que dicho elemento está presente en cada aleación (**Figura 2.8**). Las condiciones de los análisis fueron las siguientes: 20°-90° en 2 $\theta$ , tamaño de paso 0.02 grados y tiempo de paso 1 segundo. Las muestras antes de ser analizadas se cortaron a 1 cm de ancho, 2.5 cm de largo y mínimo 4 milímetros de espesor. Donde todas las superficies de análisis fueron preparadas mediante un desbaste mecánico con lija de carburo de silicio hasta la número 600. Posteriormente se limpió con acetona y fue sometida a un baño ultrasónico durante 5 minutos.



**Figura 2.8** Difractómetro de rayos X, marca Bruker, modelo: D8 advance. Con el cual se conocen las fases presentes en cada aleación.

## 2.9 Análisis microestructural

Este proceso inicio con la preparación de la muestra para dicho estudio. Primero se cortaron muestras de 1cm\*3cm\*0.8cm con la cortadora de disco diamante. Segundo, se llevó una preparación superficial mediante un desbaste mecánico con lijas de carburo de silicio. El desbaste inicia con la lija número 100 y termina con la lija número 4000. Posteriormente, se realizó un pulido de la superficie hasta obtener un acabado espejo usando una pulidora automática (**Figura 2.9**). En esta parte, se usó alúmina de 1 $\mu$ m de diámetro como agente de pulido. Finalmente, todas las muestras fueron atacadas con reactivo Keller durante 10 min con el fin de revelar la microestructura de cada espécimen [68]. La composición química de Keller es la siguiente:

COMPUESTO	CANTIDAD
ácido clorhídrico	3ml
ácido fluorhídrico	2ml
ácido nítrico	5ml
agua destilada	190ml



**Figura 2.9** Pulidora automática, marca: PRESI, modelo: Mecapol P 230. Utilizada para el desbaste, pulido y acabado espejo de las superficies de las muestras. Las cuales fueron analizadas mediante microscopía óptica y electrónica.

Con la superficie de las diferentes muestras revelada, se prosiguió a su observación en un microscopio óptico marca Olympus, modelo AHMT (**Figura 2.10a**), a 5, 10 y 20 aumentos con el fin de identificar la forma y distribución de las fases a lo largo de la estructura de cada aleación.

Posteriormente se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido, marca Jeol, modelo JSM 600 (**Figura 2.10b**). Usando detector de electrones secundarios y un voltaje de 15 KV. Con el cual, se realizó un análisis a fondo a la microestructura, mediante fotomicrografías, análisis químicos globales-puntuales y mapeos químicos elementales.



**Figura 2.10 a)** Microscopio óptico. Con el cual se obtienen imágenes superficiales a bajos aumentos, incluye cámara digital con software para análisis fotográfico. **b)** MEB, usado para la obtención de fotomicrografías, análisis EDS y Mapeos.

## 2.10 Calculo de la porosidad y densidad

La porosidad de cada muestra se obtuvo mediante el análisis de la superficie de varios segmentos a lo largo de toda la muestra, los cuales mediante una imagen fotográfica y un

software de análisis de imagen se contabilizó la parte sólida, con lo cual mediante un promedio estadístico se obtuvo la porosidad de cada muestra.

La densidad se determinó de la forma teórica donde es el resultado de la división del peso entre volumen. A la par se realizó el mismo cálculo, pero mediante el método de Arquímedes.

### 2.11 Tratamiento térmico

Con el fin de promover la formación de porosidad se realizaron distintos tratamientos térmicos; los cuales se muestran en la **Tabla 2.2**. Esto se determinó con base a los cortes isotérmicos y las curvas de calorimetría para cada aleación. Los tratamientos se realizaron en un horno tipo mufla (**Figura 2.11**). El procedimiento consistió en calentar a la temperatura deseada, dejando un tiempo de termalización. A lo que posteriormente se aplicó el tratamiento térmico a una atmosfera ambiente y finalmente se dejó enfriando la pieza a temperatura ambiente. A la par, con el fin de tener un mejor control de la temperatura, ésta se midió con un termopar tipo K, a escasos centímetros de la muestra. Después de los tratamientos térmicos, las muestras se analizaron mediante las técnicas de DRX y MEB para determinar los cambios microestructurales y estudiar la formación de la porosidad en las aleaciones de colada.

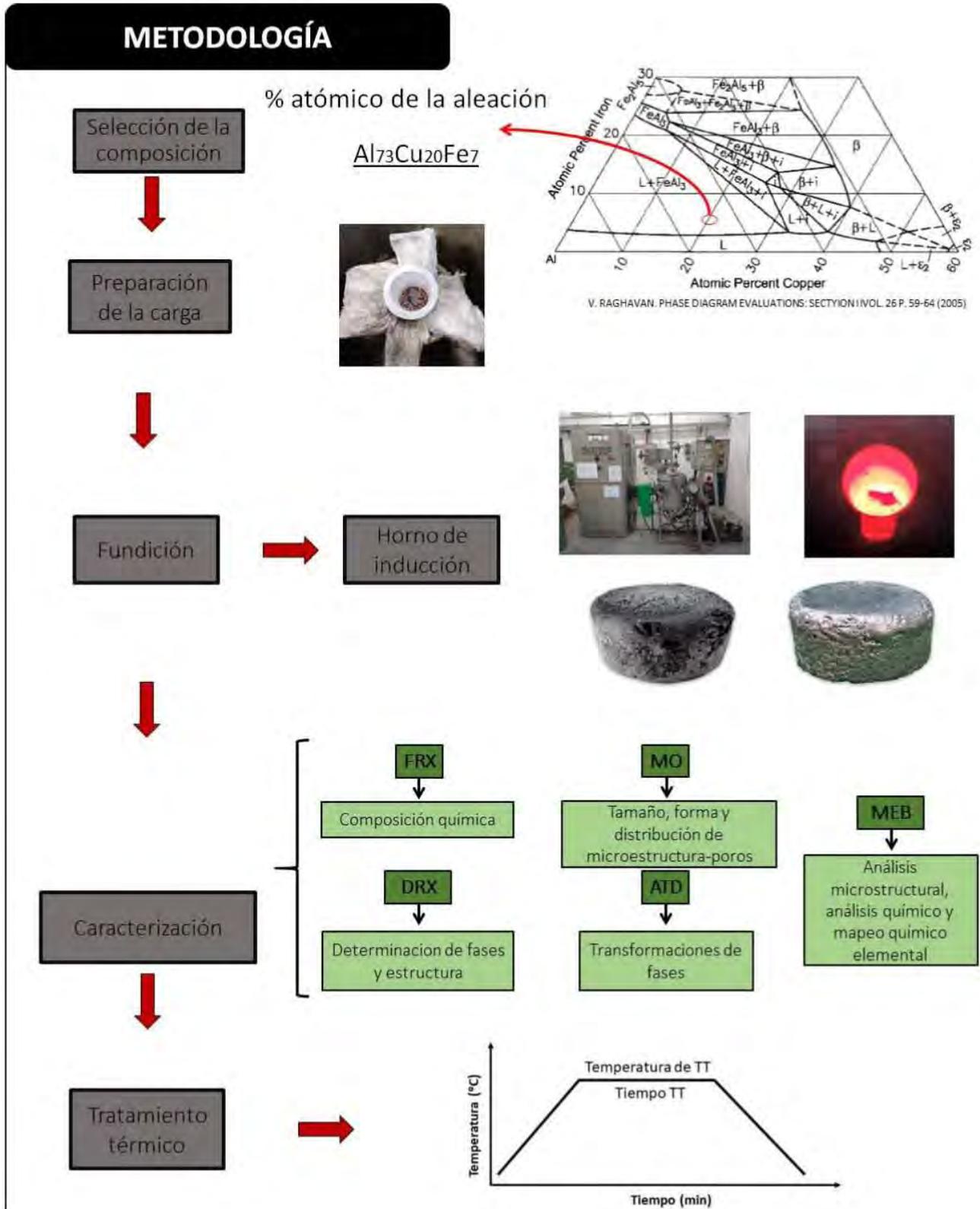


**Figura 2.11** Horno mufla marca thermolyne, modelo 46100, utilizada para llevar a cabo los tratamientos térmicos.

**Tabla 2.2** Datos de temperatura y tiempos de los tratamientos térmicos.

Análisis	Temperatura de tratamiento térmico (°C)	Tiempo de tratamiento térmico (min)
1	700	60
	800	60
	900	60
2	T <sub>optima</sub>	60
	T <sub>optima</sub>	180
	T <sub>optima</sub>	360

Lo anterior se resume en el **Esquema 2.1**, donde se muestra el desarrollo experimental del trabajo propuesto.



Esquema 2.1. Metodología implementada para la obtención de espuma metálicas.

## Capítulo III

# CARACTERIZACIÓN DE LAS ALEACIONES $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ , $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ , $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ y $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ EN CONDICIONES DE COLADA

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  en su estado de fundición (as-cast). Aquí se presentará y discutirá los resultados observados desde la elección de los elementos químicos utilizados (Al, Fe y Cu), así como la obtención de los lingotes y caracterización de los mismos.

### 3.1 Fundición

Los pesos para cada aleación se muestran en la **Tabla 3.1**. Donde los valores experimentales son muy similares con los teóricos. De igual forma, debido al proceso elegido para la fundición, se agregó de manera general a cada composición 3% peso de Al y 2% peso Cu, respectivamente. Lo anterior se debe a la evaporación observada durante el proceso de fundición en este tipo de aleaciones. Cabe mencionar que en todos los experimentos siempre se buscó, que la relación entre la composición química experimental y teórica, fuera muy

estrecha y sin cambios durante toda la investigación. Es decir, siempre tener un control muy estricto de la composición química.

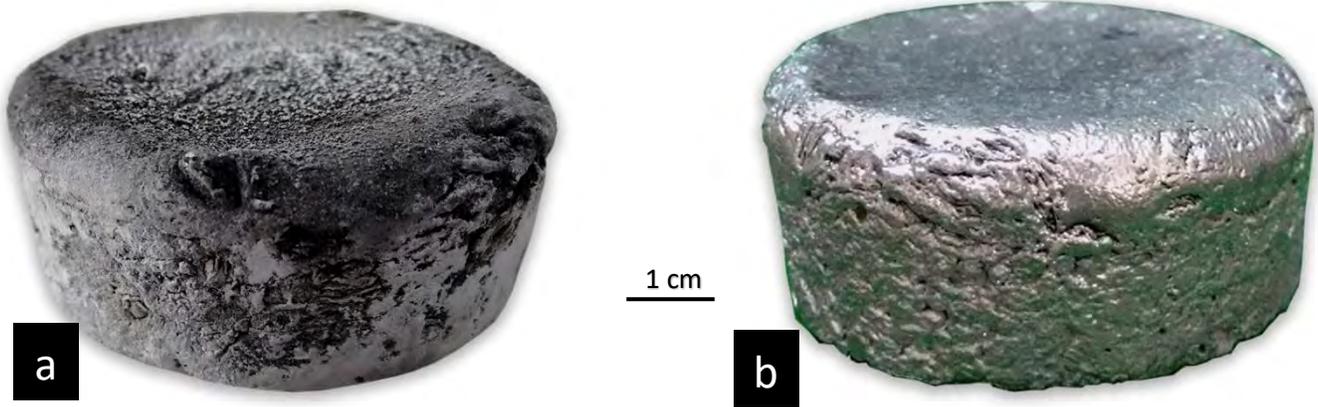
**Tabla 3.1** Peso teórico para cada una de las composiciones de estudio.

<i>Composición química</i>	<i>Peso teórico (g)</i>					
	Al	Adición Al	Cu	Adición de Cu	Fe	TOTAL
$Al_{73}Cu_{20}Fe_7$	162.7	4.9	105	2.1	32.3	307
$Al_{64}Cu_{39}Fe_7$	112.7	3.4	161.8	3.2	25.5	306.6
$Al_{61}Cu_{32}Fe_7$	121.3	3.6	149.9	3	28.8	306.6
$Al_{54}Cu_{39}Fe_7$	101	3.0	171.8	3.4	27.2	306.4

Al llevar a cabo la fundición se recomienda tener cuidado con los siguientes factores: tiempo (s) y corriente (A) aplicada al horno de inducción durante el proceso. Lo anterior, se menciona con el fin de evitar los siguientes problemas:

- i) Los elementos no fundan en su totalidad.
- ii) Fundición heterogénea.
- iii) Desprendimiento de recubrimiento del crisol.
- iv) Daño al crisol.

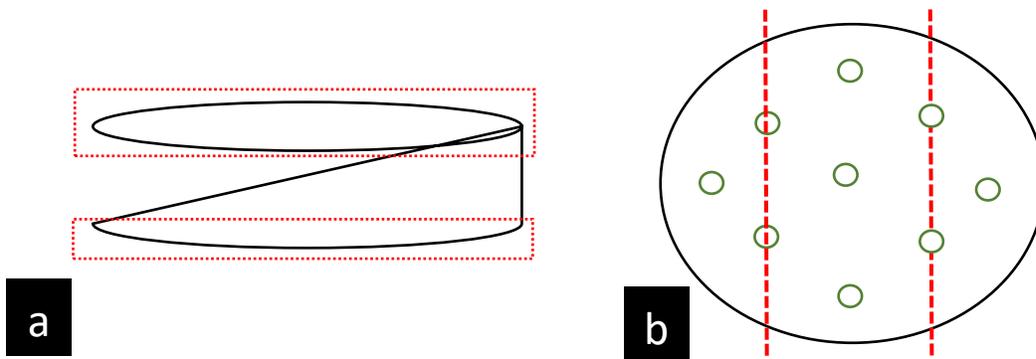
El cuidado de las variables mencionadas anteriormente es fundamental para la obtención de un lingote deseado, como se muestra en la **Figura 3.1**. Al salir de la etapa de fusión y después de ser sometido a un proceso de limpieza superficial, los lingotes obtenidos mostraron un peso aproximado de 299 gramos +/- 3 gramos, con dimensiones de 3 cm de altura y 8 cm de diámetro, aproximadamente. Como se puede observar de los resultados de la **Tabla 3.1** el porcentaje de pérdida en peso en las fundiciones fue de 2.5% aproximadamente.



**Figura 3.1** Lingotes obtenidos mediante fundición en horno de inducción. *a)* Lingote después del proceso de fundición. *b)* Lingote después de ser limpiado superficialmente.

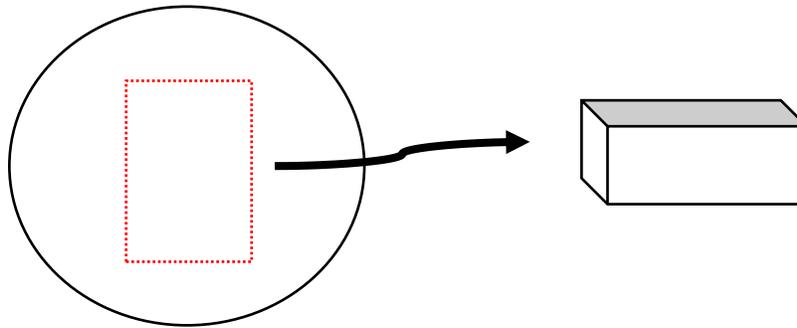
### 3.2 Segmentación y preparación de muestras

Cada lingote fue segmentado de acuerdo con la metodología descrita en el capítulo 2. Sin embargo, a continuación, se muestra el proceso de manera más ilustrativa. El primer corte tuvo como objetivo el lograr superficies para llevar a cabo la caracterización de la composición química mediante la técnica fluorescencia de rayos X. Para ello se hicieron cortes en la superficie superior e inferior de cada muestra. A lo que después, cada pieza se segmentó en tres partes, como se muestra en la **Figura 3.2**.



**Figura 3.2** Corte de los lingotes para su análisis. *a)* Corte en superficies a los lingotes. *b)* Cortes verticales al lingote, donde los círculos muestran los puntos donde se realizó el análisis de FRX.

El segundo corte se realizó con el fin de obtener la sección de trabajo, la cual consiste en tomar la zona central del lingote y de ahí tomar las diferentes muestras requeridas para cada técnica de caracterización (**Figura 3.3**). Cabe mencionar que para el análisis térmico se prepararon muestras de 3x3x3 mm, para MEB y para DRX de 6x7x20 mm, aproximadamente.



**Figura 3.3** Representación gráfica de la sección elegida para obtener las muestras de trabajo de cada lingote.

### 3.3 Composición química

La composición química de cada lingote se obtuvo mediante un promedio de puntos seleccionados para el análisis, éstos se muestran en la **Figura 3.2**. Los resultados obtenidos se presentan en la **Tabla 3.2**. Estos indican las composiciones nominales y las experimentales de cada aleación investigada.

Los resultados muestran que ambas composiciones la nominal y experimental, son muy similares. Esto es muy importante, ya que es fundamental tener la composición deseada para cumplir el objetivo del presente trabajo. Que es analizar las transformaciones de fases y su efecto sobre la formación de porosidad. Por lo tanto, si el proceso de fundición no se lleva a cabo correctamente, las composiciones seleccionadas podrían desplazarse fuera de la zona elegida para dicho estudio, dando resultados equivocados. De este modo, teniendo en cuenta la naturaleza semicuantitativa de la técnica de fluorescencia de rayos X, más los resultados

obtenidos, se puede confirmar que las aleaciones conformadas mediante fundición son químicamente confiables para el estudio propuesto.

**Tabla 3.2** Resultados de análisis de Fluorescencia de Rayos X, que determina la calidad del proceso de fundición de las diferentes aleaciones de estudio.

<b>Aleación</b>	<b>Elemento</b>	<b>Nominal (%peso)</b>	<b>Experimental FRX (%peso)</b>
Al <sub>73</sub> Cu <sub>20</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	54.3	<b>57.75</b>
	Cu	35	<b>34.35</b>
	Fe	10.8	<b>7.9</b>
Al <sub>64</sub> Cu <sub>29</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	43.6	<b>44.7</b>
	Cu	46.5	<b>46.7</b>
	Fe	9.9	<b>8.6</b>
Al <sub>61</sub> Cu <sub>32</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	40.4	<b>41.1</b>
	Cu	50	<b>50.8</b>
	Fe	9.6	<b>8.1</b>
Al <sub>54</sub> Cu <sub>39</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	33.7	<b>34.1</b>
	Cu	57.3	<b>57.6</b>
	Fe	9	<b>8.3</b>

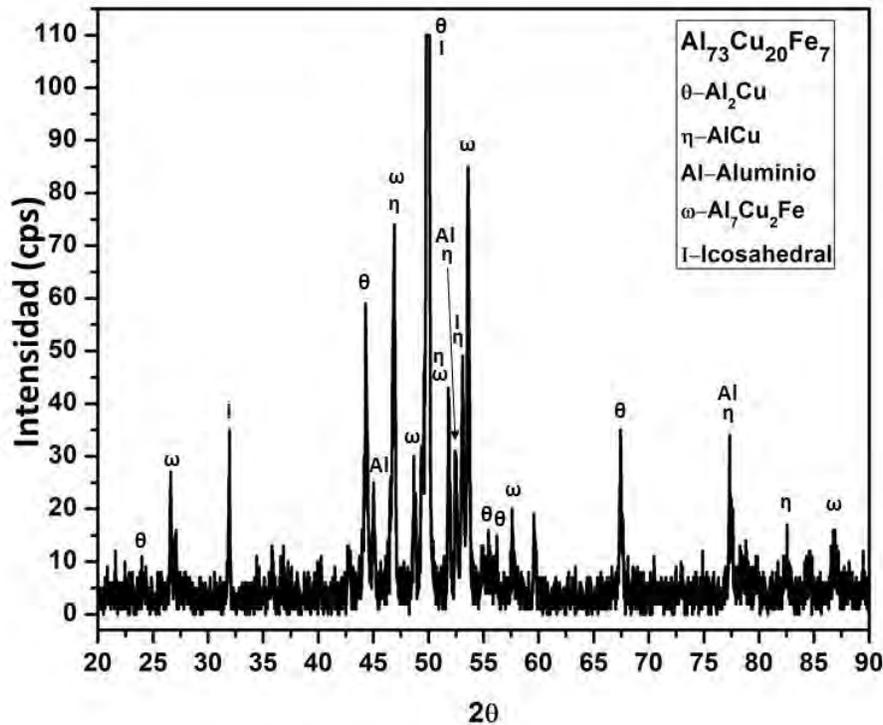
### 3.4 Difracción de rayos X

A continuación, con base a los trabajos científicos reportados por Suárez [2, 69], Tcherdyntsev [70] y Huttunen [71]. Más las fichas cristalográficas: 25-0012, 26-0016, 85-1327, 29-0042, 33-0020, 45-1040 y 65-6132, se describen los resultados obtenidos de la caracterización por difracción de rayos X a las aleaciones obtenidas del proceso de fundición. Donde se determinó la presencia de las siguientes fases: Al,  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe y I-cosaedral. Cabe destacar que la asignación de las bandas en cada patrón de difracción se realizó en base a una comparación entre los valores de las señales más intensas de los patrones obtenidos, con las señales más intensas de cada ficha cristalográfica. Siendo así, necesario la

detección como mínimo de tres de las bandas más intensas en cada ficha para considerar la presencia de la fase.

La **Figura 3.4** muestra el difractograma de rayos X para la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ , donde se muestra la presencia de varias fases del sistema AlCuFe. Los picos más intensos ubicados en 55 en el eje  $2\theta$  corresponden a las fases  $\theta\text{-CuAl}_2$  con estructura cristalina tetragonal y I-icosahedral. Además de estos picos dominantes, también se detectaron los picos relacionados con las fases  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  con estructura cristalina tetragonal,  $\eta\text{-AlCu}$  con estructura cristalina monoclinico y Al (Solución sólida) con estructura cristalina FCC.

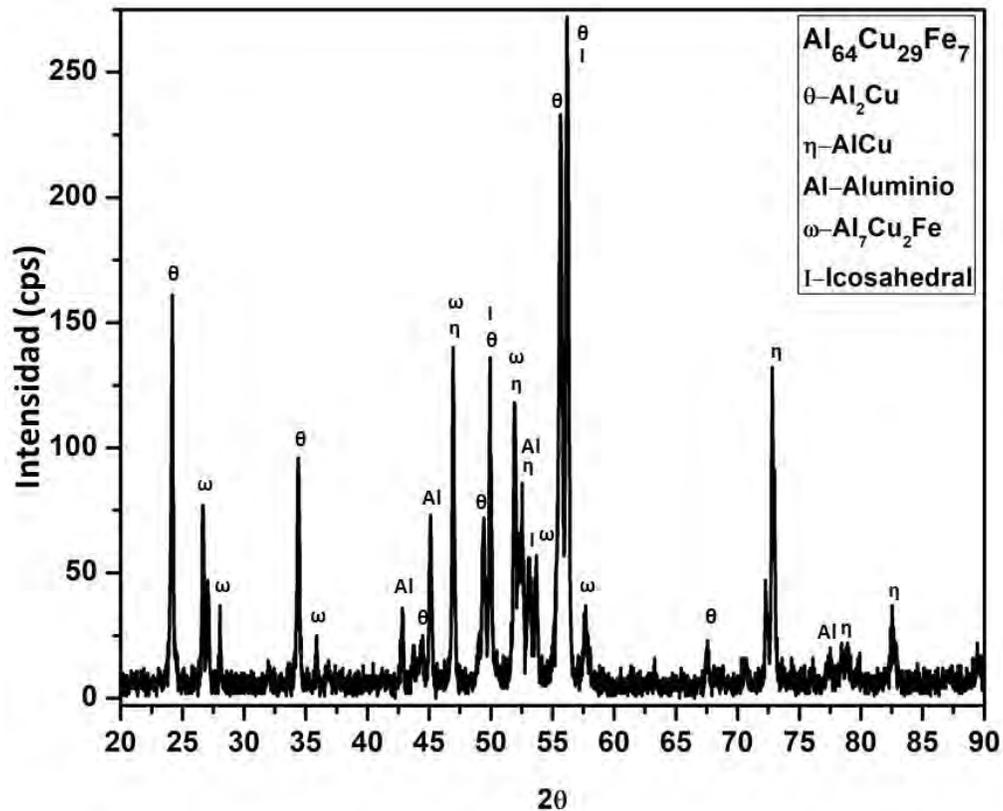
A la par se observa la presencia de tres zonas de picos de difracción. La primera ubicada entre  $20^\circ\text{-}35^\circ$  ( $2\theta$ ), donde aparecen los primeros picos de las fases  $\theta\text{-CuAl}_2$ ,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  e I-Icosahedral, la segunda zona presenta la mayor cantidad de picos entre  $43^\circ\text{-}58^\circ$  ( $2\theta$ ) que representan a las fases  $\theta\text{-CuAl}_2$ ,  $\eta\text{-AlCu}$ ,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  e I-Icosahedral. Finalmente, la tercera zona entre  $75^\circ\text{-}83^\circ$  ( $2\theta$ ) se presenta las fases  $\eta\text{-AlCu}$  y Al (Solución sólida).



**Figura 3.4** Difractograma de rayos X para la composición  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$  antes del tratamiento térmico.

Para la composición  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  el difractograma de rayos X muestra la presencia de varias fases (**Figura 3.5**). Aquí, los picos más intensos corresponden a la fase tetragonal  $\theta\text{-CuAl}_2$ . Además de estos picos dominantes, también se detectaron los picos relacionados con las fases  $\eta\text{-AlCu}$ , Al (Solución sólida), I-Icosahedral y  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ .

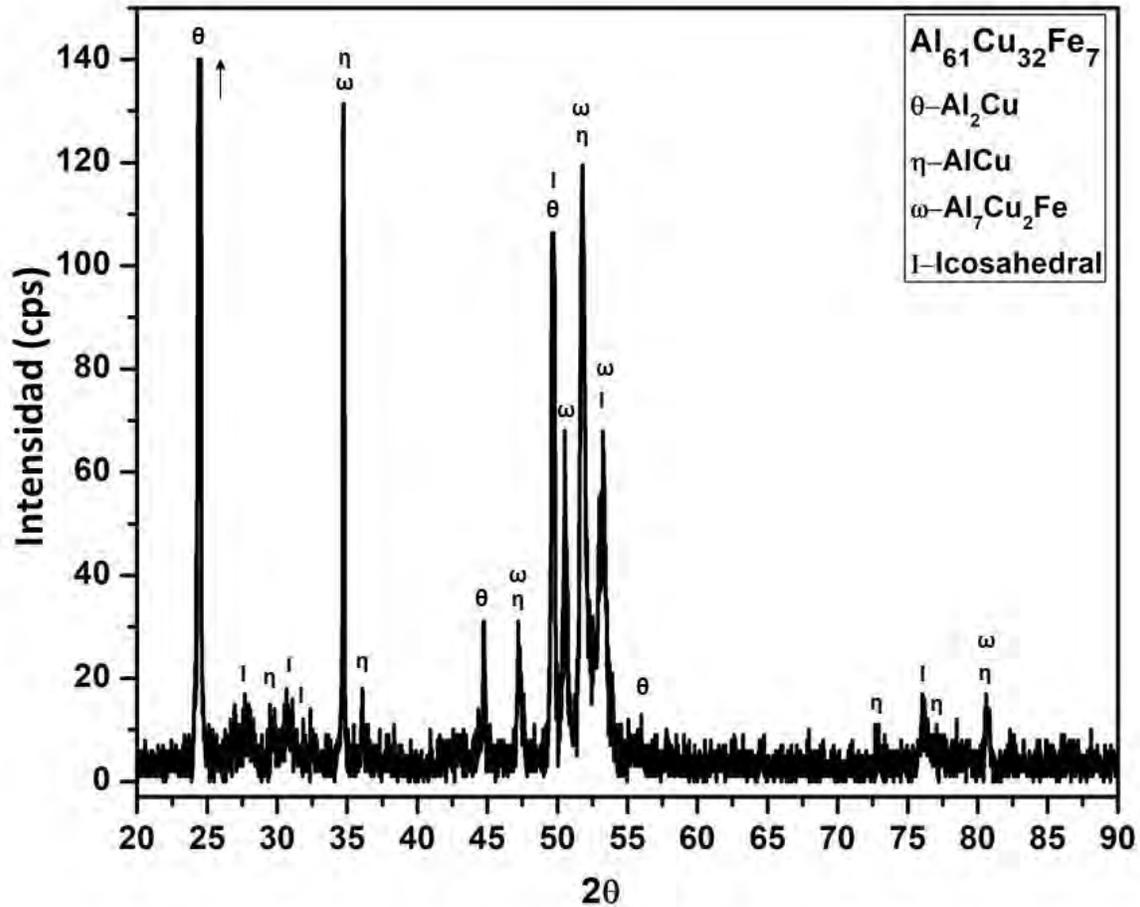
De igual manera se observa la presencia de una zona entre  $25^\circ\text{-}30^\circ$  ( $2\theta$ ), con varios picos de difracción que corresponden a la presencia de las fases  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y  $\theta\text{-CuAl}_2$ . Cabe destacar que la fase I-icosaédrica tiene presencia en esta composición. Esta fase es muy importante ya que se encuentra en gran cantidad en aleaciones formadoras de porosidad In-Situ [2].



**Figura 3.5** Difractograma de rayos X para la composición  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  antes del tratamiento térmico.

En la **Figura 3.6** se respecta el difractograma de rayos X de la composición  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  del sistema AlCuFe, donde se observa la presencia de varias fases. Aquí los picos más intensos

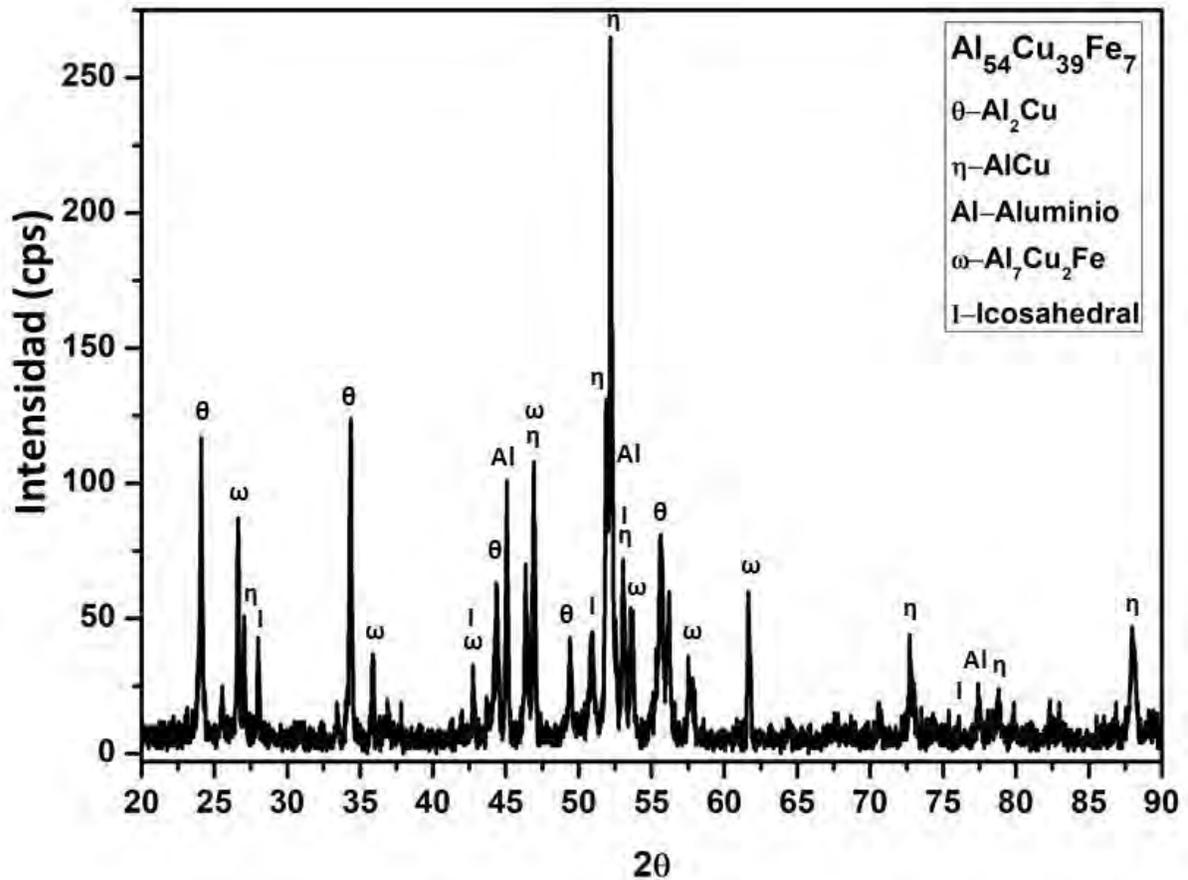
corresponden a la fase tetragonal  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>. Además de estos picos dominantes, también se detectaron los picos relacionados con las fases  $\eta$ -AlCu,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosahedral. De igual manera, se observa que en la zona ubicada entre 45°-56 ° (2 $\theta$ ), se presentan los picos característicos de las fases  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>, I-icosahedral y  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe.



**Figura 3.6** Difractograma de rayos X para la composición Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> antes del tratamiento térmico.

Para la composición Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>, el difractograma de rayos X muestra la presencia de varias fases (**Figura 3.7**). En donde, los picos más intensos corresponden a la fase  $\eta$ -AlCu. Además

de estos picos dominantes, también se detectaron los picos relacionados con las fases  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ , Al (Solución sólida) e I-Icosahedral.



**Figura 3.7** Difractograma de rayos X para la composición  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  antes del tratamiento térmico.

En base a los resultados obtenidos de DRX las fases identificadas en las diferentes composiciones son: Al,  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  e I-icosahedral, las cuales presentaron los picos característicos y de mayor intensidad para cada fase [2, 69, 72] (**Tabla 3.3**). Por otro lado, en las cuatro aleaciones de estudio se detecta la presencia de las fases  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  e I-icosahedral. Sin embargo, se observó que la fase Al solamente aparece en tres aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ . Cabe destacar que la fase Al no

se reporta en los trabajos donde se genera porosidad in-situ en aleaciones AlCuFe [2]. (Figura 3.7).

**Tabla 3.3** Resultados obtenidos del análisis de DRX, donde se presentan la intensidad y ubicación de los picos encontrados para cada fase.

FASE	2θ	i	h	k	l	Al <sub>73</sub> Cu <sub>20</sub> Fe <sub>7</sub>	Al <sub>64</sub> Cu <sub>29</sub> Fe <sub>7</sub>	Al <sub>61</sub> Cu <sub>32</sub> Fe <sub>7</sub>	Al <sub>54</sub> Cu <sub>39</sub> Fe <sub>7</sub>
η-AlCu	27.3	70	-1	1	0				*
	29.3	65	-1	1	1			*	
	34.9	65	-4	0	1			*	
	36.2	40	-3	1	1			*	
	47	65	-2	0	3	*	*	*	*
	51.7	80	0	2	0	*	*	*	*
	52.3	100	-5	1	1	*	*		*
	52.8	100	-3	1	3	*			
	55.2	20	0	2	1				*
	72.4	45	-2	2	3		*	*	*
	76.9	65	-6	2	2	*		*	
	78.3	60	0	0	4		*		
	80.3	40	-8	0	1			*	
	82.6	10	-1	3	0	*	*		
89	45	-8	0	5				*	
<b>Ficha cristalográfica: 00-026-0016, estructura cristalina: Monoclínica, calidad: indexada</b>									
θ-CuAl <sub>2</sub>	23.9	100	1	1	0	*	*	*	*
	34.2	35	2	0	0		*		*
	44.2	70	2	1	1	*		*	*
	49.2	35	2	2	0		*		*
	49.8	90	1	1	2	*	*	*	
	55.5	70	3	1	0	*	*		
	56.1	60	2	0	2	*	*	*	*
67.4	13	2	2	2	*				
<b>Ficha cristalográfica: 00-025-0012, est. cristalina: tetragonal centrada en cuerpo, calidad: indexada</b>									
Al	44.9	99	1	1	1	*	*		*
	52.4	45	2	0	0	*	*		*
	77.3	23	2	2	0	*	*		*
<b>Ficha cristalográfica: 01-085-1327, estructura cristalina: CCC, calidad: calculada</b>									

	27.5	20					*	*
	30.3	22					*	
	31.9	19			*		*	
I-	42.7	11						*
Icosahedral	50.1	86			*	*	*	*
	52.9	100			*	*	*	*
	56.6	3				*		
	75.9	11					*	*
<b>Ficha cristalográfica: 00-045-1040, estructura cristalina: ---, calidad: cuestionable</b>								
	26.4	61	1	0	3		*	*
	27.8	16	0	0	4			*
	35.7	15	2	0	2			*
	42.6	12	2	1	3			*
$\omega$ - Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	46.7	99	2	1	4	*	*	*
	48.7	3.9	1	1	6	*		
	51.7	86	2	1	5	*	*	*
	53.5	55	3	1	1	*	*	*
	57.5	18	0	0	8	*	*	*
<b>Ficha cristalográfica: 00-065-1685, estructura cristalina: tetragonal, calidad: calculada</b>								

### 3.5 Análisis térmico

Con la finalidad de conocer las diferentes transformaciones de fases para cada composición, se realizó el análisis térmico diferencial (ATD) a cada una de ellas. La **Figura 3.8** muestra las curvas del análisis térmico de las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>, obtenidas directamente de fundición. De manera general, se observa la presencia de picos endotérmicos para todas las composiciones [2, 69]. Donde, los picos representan los eventos de disolución o fusión de las fases para estas aleaciones. Particularmente, las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub> muestran 4 picos endotérmicos con un comportamiento térmico muy similar entre ambas composiciones. Las temperaturas de fusión citadas a continuación sean reportado experimentalmente en [72, 73].

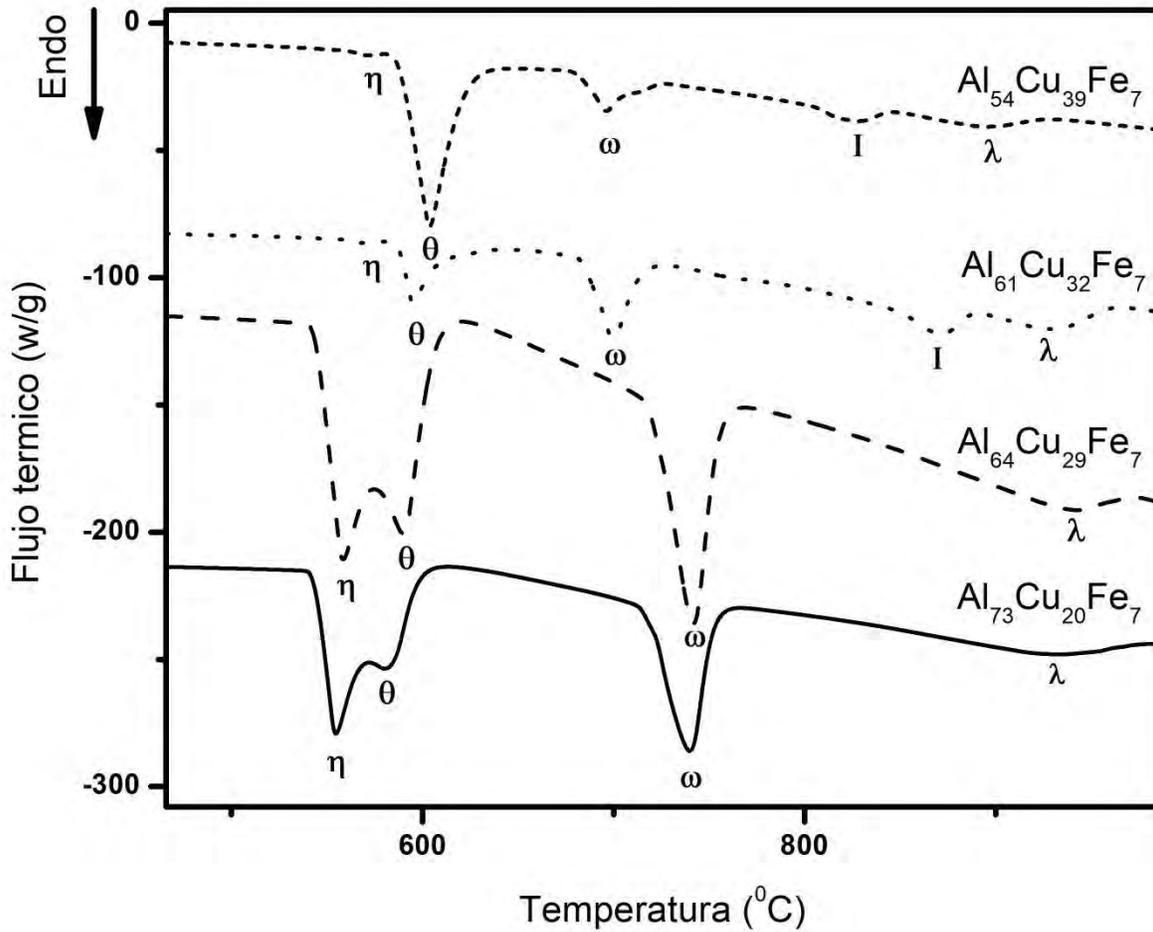
En todos los casos, los primeros dos picos endotérmicos en el intervalo de temperatura de 550 a 610 °C podrían ser asociados a la fusión de las fases ricas en cobre, ya que poseen el

menor punto de fusión de todas las fases encontradas. Donde alrededor de 563 °C podría asociarse al evento de la fusión de la fase monoclinica  $\eta$ -AlCu ( $T_f = 560$  °C). El segundo pico endotérmico que se observa a una temperatura de 592 °C, corresponde al punto de fusión de la fase tetragonal  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ( $T_f = 591$  °C).

Para las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, los terceros picos, los más intensos ubicados en 739 y 741 °C. Se relacionaron con la fusión de la fase tetragonal  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe ( $T_f = 740$  °C). Los últimos picos endotérmicos de la curva ADT se asociaron a la fusión de las fases ricas en Fe, en ambas aleaciones. Estos picos endotérmicos se localizaron a 935 y 942 °C, respectivamente, estando asociados al evento de fusión de la fase monoclinica  $\lambda$ -Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>, ya que la temperatura de fusión de dicha fase se reporta por encima de los 1000 °C y se descarta la relación con la fase I-icosahedral, la cual su temperatura de fusión se encuentra entre 800 °C - 850 °C [2].

Con respecto a la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> el tercer pico a 699 °C, es más intenso. Se relaciona con la fusión de la fase  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe tetragonal ( $T_f = 740$  °C). Los últimos dos picos endotérmicos de la curva ADT se asocian a la fusión de las fases ricas en contenidos de Fe. El pico endotérmico situado a 872 °C corresponde al evento de fusión de la fase I-icosaédrica. El último pico endotérmico que se ubica a 930 °C se asoció con la fusión de la fase monoclinica  $\lambda$ -Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> ya que la temperatura de fusión de dicha fase es >1000 °C, cuyo punto de fusión es el más alto de todas las fases antes mencionadas.

Para la aleación Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>, los primeros picos endotérmicos se observaron en intervalo de 570 y 604 °C, respectivamente. Estos picos son considerados en el proceso fusión de la fase monoclinica  $\eta$ -AlCu ( $T_f = 560$  °C) y a la fase tetragonal  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ( $T_f = 591$  °C). Mientras que el tercer pico el más intenso se ubica en 696 °C, Este se relaciona con la fusión de la fase tetragonal  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe ( $T_f = 740$  °C). Los últimos picos endotérmicos se asociaron a la fusión de las fases ricas en Fe, I-icosahedral y  $\lambda$ -Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> a 942 y 932 °C, respectivamente.



**Figura 3.8** Comportamiento térmico de las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ .

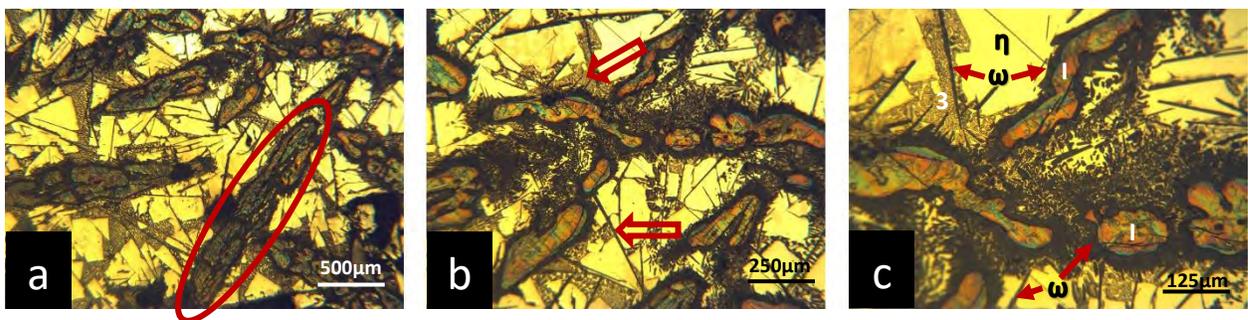
Los resultados obtenidos del análisis térmico muestran la presencia de fases encontradas en los estudios de DRX, las cuales son:  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe y I-icosaedral. A la par, con este estudio se logró proponer las temperaturas de los tratamientos térmicos, ver capítulo 4. Finalmente, para las composiciones  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  se detecta un corrimiento del pico característica del proceso de fundición de la fase  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, la cual se podría atribuir a la fase  $\tau$ -AlFe ( $T_f = 720$  °C), sin embargo, no fue detectada dicha fase en DRX ni por análisis químico.

### 3.6 Análisis microestructural

El estudio estructural se divide en dos partes, la primera en un análisis de la superficie macroscópica mediante microscopía óptica. El segundo, un análisis más detallado a mayores aumentos mediante microscopía electrónica barrido.

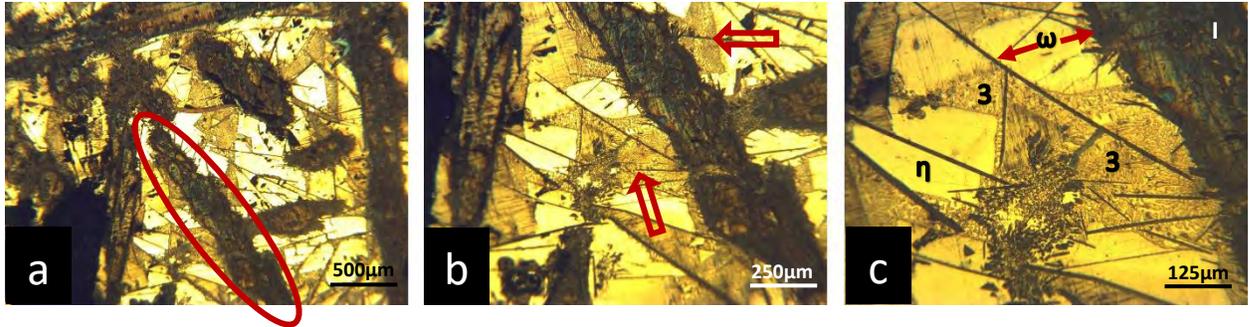
#### 3.6.1 Microscopía óptica

De manera general en todas las aleaciones se presentan dos zonas características, una zona gris con forma acicular y la segunda de aspecto brillante que envuelve la zona antes mencionada. En la **Figura 3.9a** se observa el análisis metalográfico para la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ . En donde se detecta la existencia de varias estructuras, sin embargo, solo se observa con claridad una estructura (dentro de elipse roja), que posee una forma acicular con dimensiones entre 0.1 a 1.2 mm, aproximadamente. Al aumentar las magnificaciones (**Figura 3.9b**) se aprecia de forma más clara la estructura o fases que componen la aleación en estudio (indicadas por flechas rojas). En cambio, en la **Figura 3.9c** se observa la formación de estructuras las cuales fueron identificadas en base a los análisis químicos realizados por MEB (presentados en secciones siguientes), correspondiendo estas estructuras corresponden a las fases I-Icosahedral,  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y  $\eta$ - $\text{AlCu}$ . A la par se detecta una estructura tipo eutéctica indicada con el número (3).



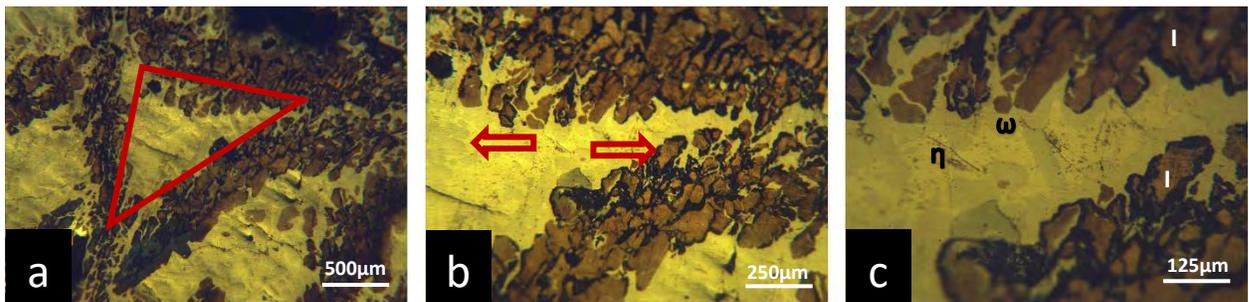
**Figura 3.9** Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ . a) 5X, b) 10X y c) 20X.

Con respecto a la aleación  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  en el análisis metalográfico (**Figura 3.10a-b**) se observa una estructura muy similar a la presentada en la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ . En la **Figura 3.10c**, es claramente la presencia de varias estructuras que corresponden a las fases I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y  $\eta\text{-AlCu}$ , lo cual se corroboró en los estudios de análisis químicos de cada fase (ver sección 3.6.2.3). Además, se nuevamente se presentó una estructura tipo eutéctica (3) que se observa en mayor cantidad en comparación con la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ .



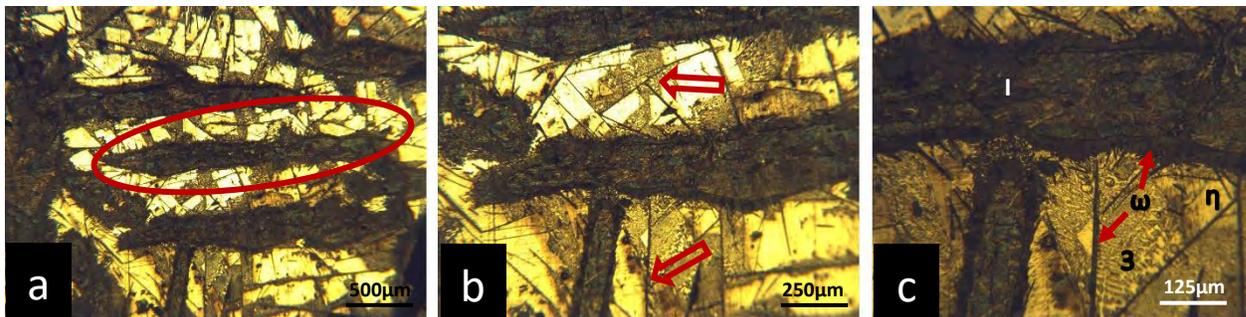
**Figura 3.10** Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ . a) 5X, b) 10X y c) 20X.

Para la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  el análisis metalográfico muestra crecimientos triangulares en la estructura (**Figura 3.11a**). A lo que al continuar el análisis se detecta la presencia de varias fases (indicadas por flechas rojas) **Figura 3.11b**. Estas fases son observadas en forma más clara en la **Figura 3.11c**, aquí se detectan las fases I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y  $\eta\text{-AlCu}$ , respectivamente. Que fueron detectadas en base a los análisis de composición química realizados por microscopio electrónica de barrido.



**Figura 3.11** Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ . a) 5X, b) 10X y c) 20X.

La **Figura 3.12a** muestra la estructura observada mediante microscopía óptica para la aleación  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , en donde se puede apreciar la existencia de varias fases (indicadas por flechas rojas) **Figura 3.12b**. Las estructuras presentes corresponden a las fases I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y  $\eta\text{-AlCu}$ . Además de éstas se detecta una estructura eutéctica (3). Cabe mencionar que las fases mencionadas fueron determinadas por MEB-EDS al mismo tiempo que se corroboró su presencia en los difractogramas de rayos X para cada aleación. Lo cual se detalla más adelante.



**Figura 3.12** Imágenes tomadas mediante microscopía óptica a diferentes aumentos para la composición  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ . a) 5X, b) 10X y c) 20X.

En forma general, se puede resumir que del análisis de microscopía óptica se determinó claramente la presencia de varias estructuras para cada aleación, correspondientes a las siguientes fases: I-Icosahedral,  $\eta\text{-AlCu}$  y  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ . Además de una estructura tipo eutéctica que está constituida por las fases  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  y Al, esto en base a los resultados químicos realizados en la sección 3.6.2.3.

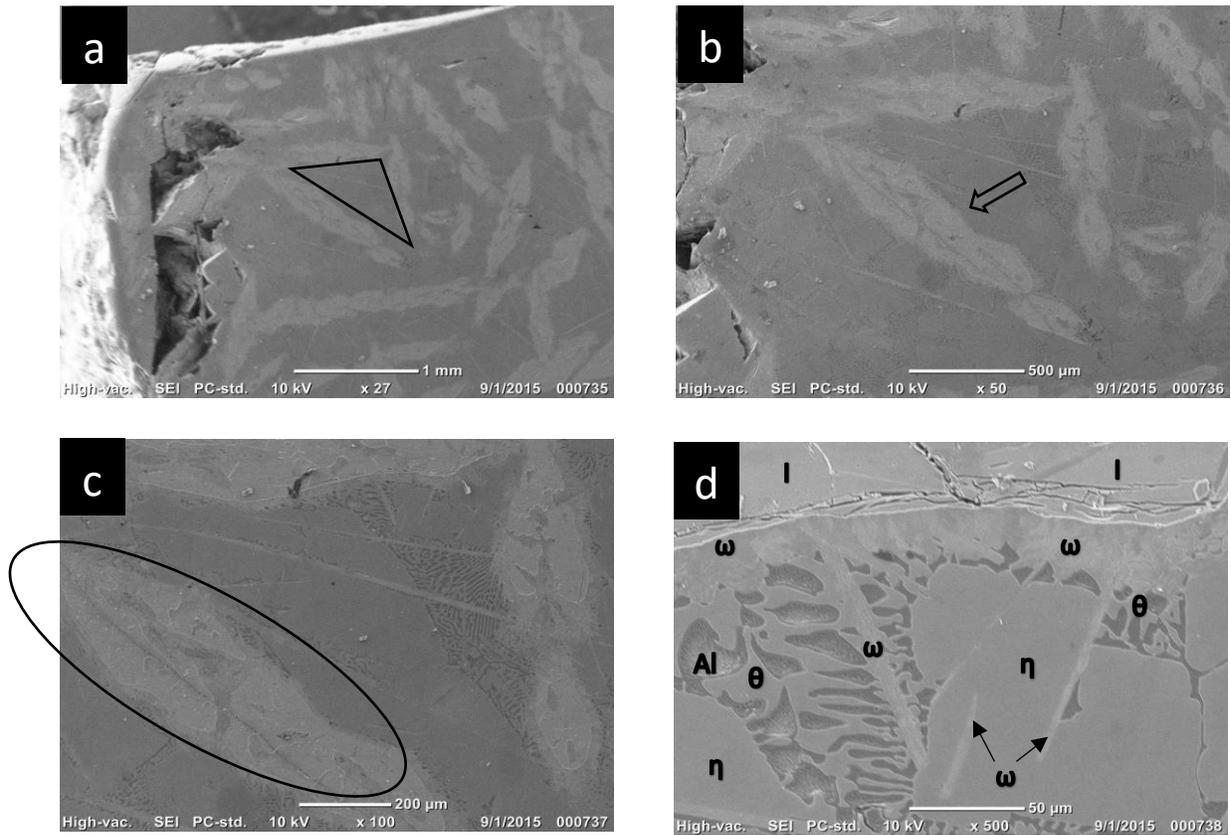
Similarmente, las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , mostraron la presencia de las mismas fases, con una distribución similar a lo largo de toda la microestructura observada. Es necesario mencionar que la única diferencia observable fue el incremento de la presencia de la estructura eutéctica, que se relacionó con el aumento de los contenidos de Cobre para cada aleación. Por otro lado, dichas aleaciones mencionadas contrastan con la

estructura de la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ , que es diferente a las demás composiciones. Tomando en cuenta el cambio notable en la microestructura y en base a las estructuras publicadas en trabajos previos [2]. Se puede proponer que la forma y distribución de las fases podrían desempeñar un papel importante en la formación de poros en el sistema  $\text{AlCuFe}$ .

### 3.6.2 MEB

#### 3.6.2.1 Microestructura

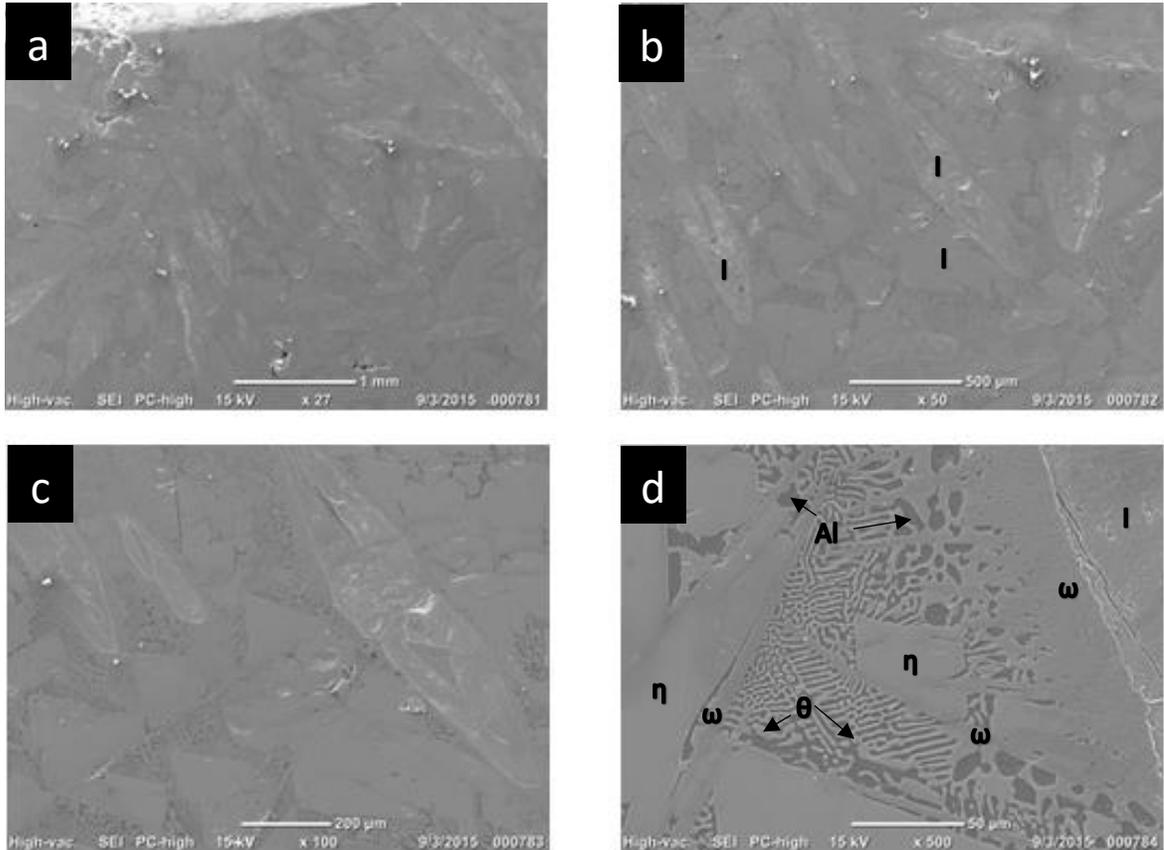
Para la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$  se identificaron en la **Figura 3.13a**, las mismas estructuras observadas mediante microscopía óptica. A la par, la técnica de MEB permitió un análisis más profundo y detallado de dichas estructuras. La **Figura 3.13b** muestra con mayor claridad las fases características para dicha aleación (indicadas por flechas). En la **Figura 3.13c** se pueden apreciar varias estructuras, en especial la fase I-Icosahedral (enmarcada en elipse), que presenta una forma acicular con tamaños de 1000 micras de largo y 200 micras de ancho. Por último, en la **Figura 3.13d** se observa la presencia de la fase  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  en dos estructuras diferentes. La primera, en círculos asimétricos ubicados alrededor de la estructura I-Icosahedral y la segunda en forma de agujas a lo largo de la estructura con espesores de 2 a 6 micras. Similarmente, se observan otras estructuras pertenecientes a las fases de  $\text{Al}$ ,  $\eta\text{-AlCu}$  y  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ .



**Figura 3.13** Fotomicrografías obtenidas para la aleación Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub> mediante microscopía electrónica de barrido a 10kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 27x, b) 50x, c) 100x y d) 500x.

Con la finalidad de continuar con el estudio de las estructuras localizadas mediante MO para la aleación Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, se presenta el estudio mediante MEB. Donde se analiza con detalle la microestructura observada en la **Figura 3.14a**. Dicha figura muestra una forma, tamaño y distribución de fases homogéneo a lo largo de la muestra. En la **Figura 3.14b**, se observa la presencia y distribución de la fase I-Icosahedral, así como otras estructuras las cuales no se aprecian con claridad. Por ende, la **Figura 3.14c** muestra a mayor detalle la zona de estudio, pero es la **Figura 3.14d** la que presenta claramente las distintas estructuras que corresponden

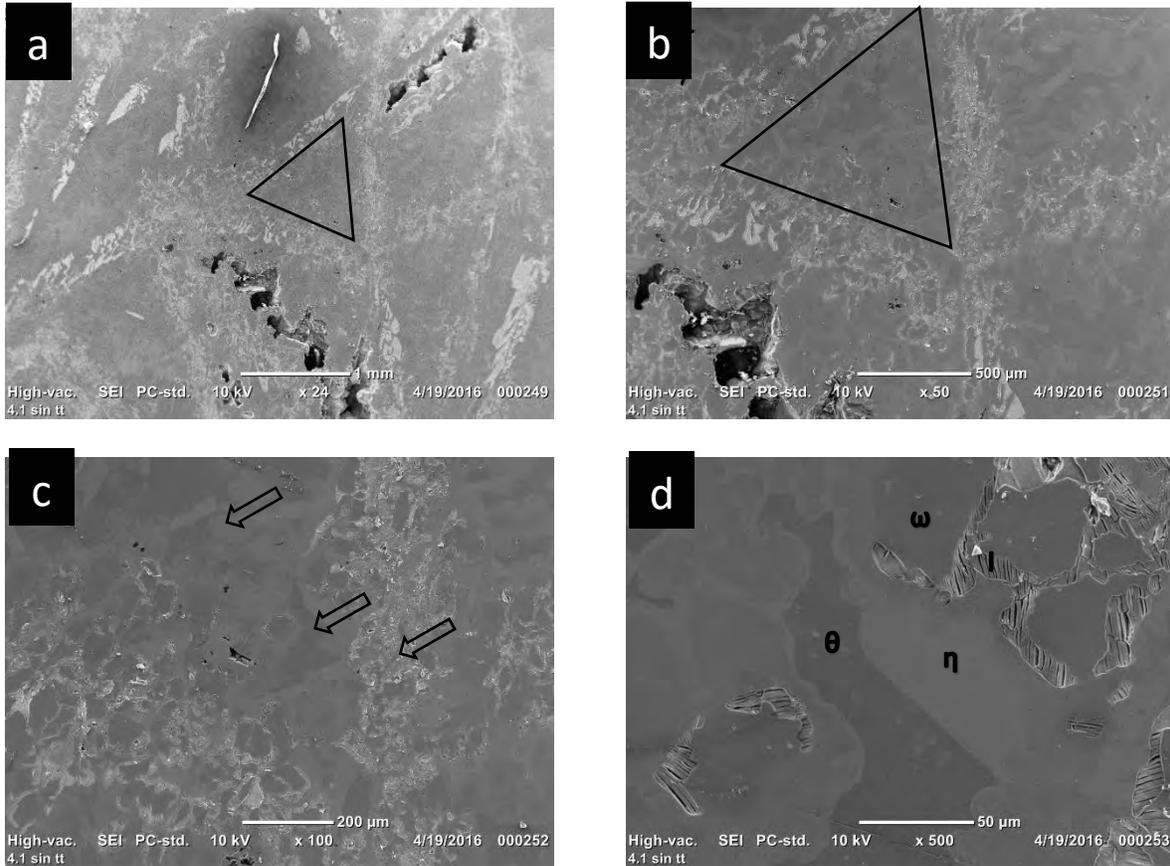
con las siguientes fases: I-Icosahedral,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al,  $\eta$ -AlCu y  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Las cuales fueron identificadas en base a los análisis de EDS-MEB presentados en la sección 3.6.2.3.



**Figura 3.14** Fotomicrografías obtenidas para la aleación Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub> mediante microscopía electrónica de barrido a 10 kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 27X, b) 50X, c) 100X y d) 500X.

Para la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> el análisis mediante MEB presenta una forma, tamaño y la distribución de fases homogéneas a lo largo de la microestructura de la aleación (**Figura 3.15a**). En la **Figura 3.15b** se aprecia que ciertas fases forman triángulos, contrastando con las composiciones anteriormente analizadas. Ciertas fases se detectan en la **Figura 3.15c** (señalizadas con flechas). Donde en la **Figura 3.15d** se aprecia con claridad cuatro

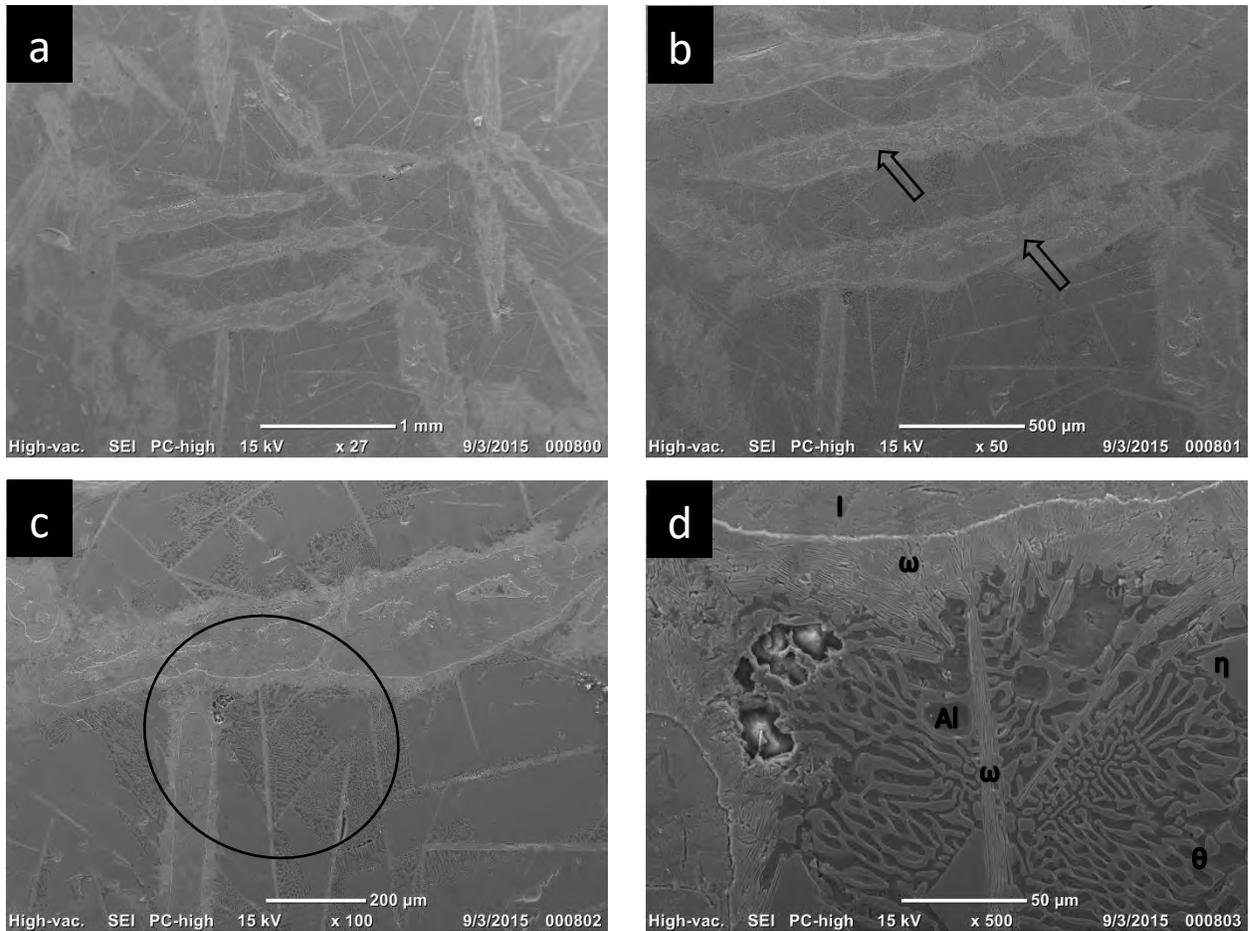
estructuras que corresponden a las fases: I-Icosahedral,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe,  $\eta$ -AlCu y  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu de acuerdo a los análisis realizados.



**Figura 3.15** Micrografías obtenidas para la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> mediante microscopía electrónica de barrido a 10 kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) 24X, b) 50X, c) 100X y d) 500X.

La **Figura 3.16** muestra las micrografías de la aleación Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>. Aquí se observa una distribución de fases a lo largo de la estructura en una forma muy homogénea (**Figura 3.16a**). En la **Figura 3.16b**, se detecta la presencia y distribución de la Fase I-Icosahedral (indicada por las flechas). Sin embargo, existen otras estructuras (señaladas en el círculo) las cuales no se aprecian con claridad (**Figura 3.16c**). Lo anterior es observado a detalle en la **Figura**

**3.16d**, donde se distinguen fácilmente las diversas estructuras que corresponden a las siguientes fases: I-Icosahedral,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al,  $\eta$ -AlCu y  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu.



**Figura 3.16** Micrografías obtenidas para la aleación Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub> mediante microscopía electrónica de barrido a 10 kV, con electrones secundarios a diferentes aumentos. a) a) 27X, b) 50X, c) 100X y d) 500X.

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) presenta varias estructuras que corresponden a las siguientes fases: I-Icosahedral,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe,  $\eta$ -AlCu,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu y Al. Lo anterior concuerda con lo observado mediante microscopía óptica. A la par, que la técnica

de barrido permitió detectar con mayor claridad la forma, el tamaño y la distribución de cada estructura.

Las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , presentan formas similares en sus estructuras, que corresponden a las fases: I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\eta\text{-AlCu}$ ,  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  y Al. Según los análisis de isoestructura, la distribución de las fases a lo largo de las muestras se puede atribuir a las temperaturas de transformación o puntos de fusión de cada fase, ver sección 3.5. Llevándose a cabo un proceso de solidificación donde en primer lugar lo hacen, las fases ricas en Fe, para posteriormente solidificar aquellas ricas en Cu. A la par, se confirmó que la estructura tipo eutéctica observada en MO y MEB, está conformada por las fases Al y  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ .

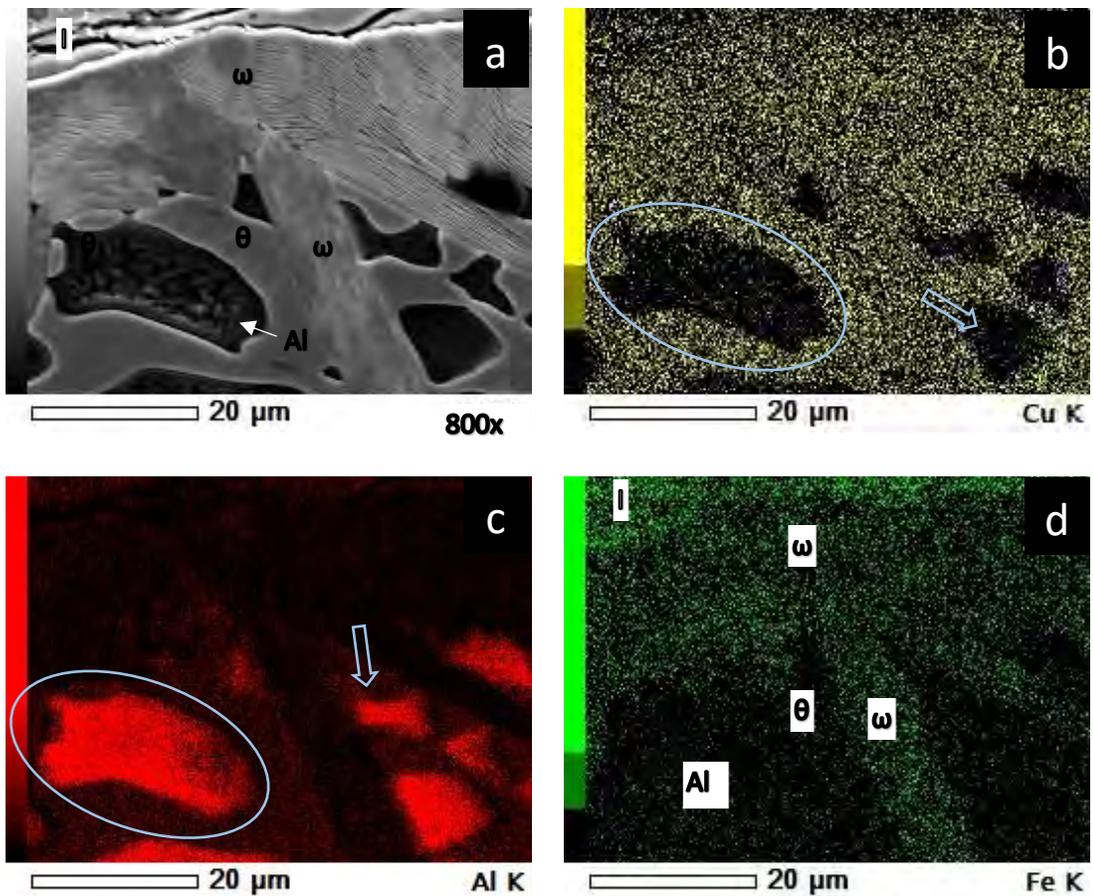
Con respecto a la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ , ésta presenta las fases I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\eta\text{-AlCu}$ ,  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ , siendo similares a las encontradas para las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ . Sin embargo, mostraron geometrías y tamaños diferentes de las fases. Estas estructuras detectadas también fueron observadas por Suarez y colaboradores [2]. Por lo tanto, esto hace suponer que la estructura y presencia de ciertas fases son elementales para la formación de porosidad intrínseca en aleaciones Al-Cu-Fe. Ya que ciertas fases reportadas en trabajos de formación de porosidad [66], son detectadas en el presente trabajo.

### 3.6.2.2 Mapeo químico elemental

Con la finalidad de conocer e identificar a mayor detalle las estructuras características de cada aleación. A continuación, se estudia la distribución de los elementos a lo largo de la estructura mediante la técnica de EDS realizando un mapeo químico elemental.

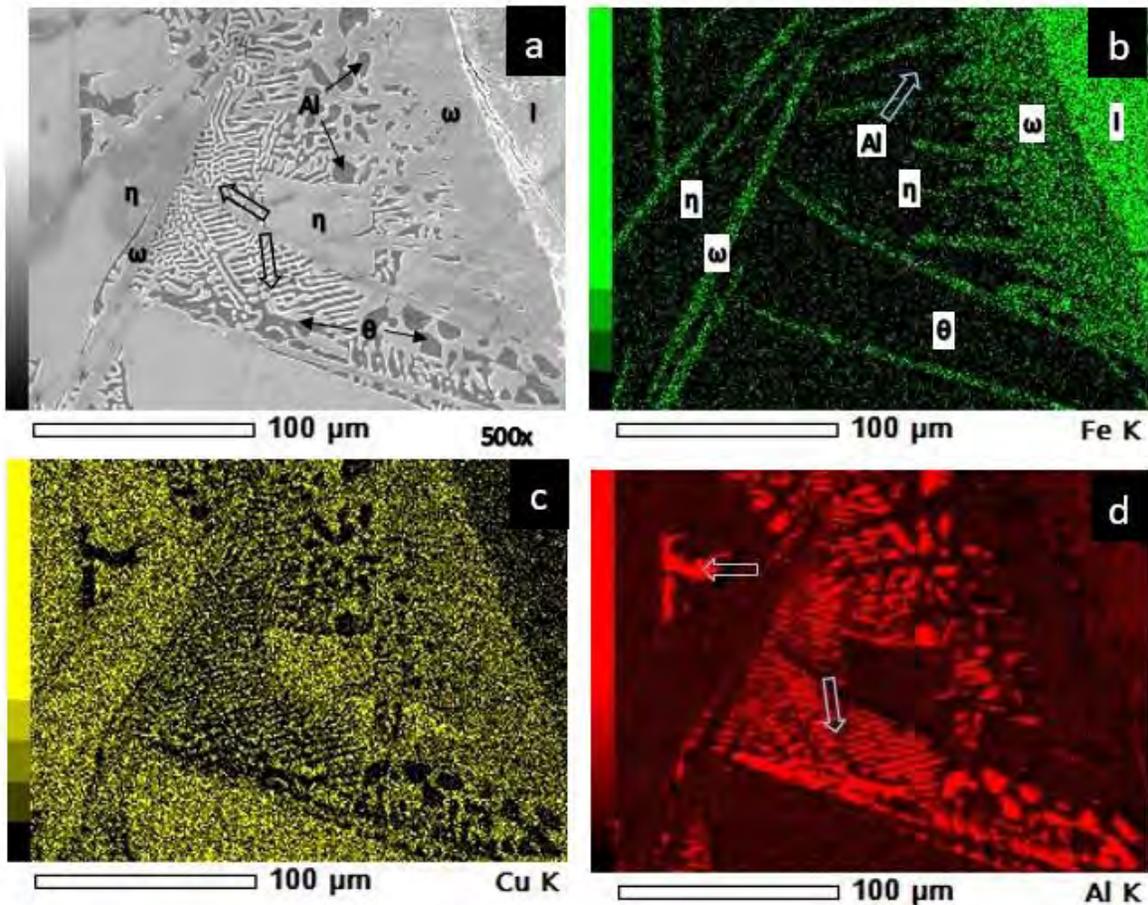
La **Figura 3.17a** muestra el área de estudio de la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ . Donde, se ha presenciado varias estructuras, las cuales se describieron anteriormente y corresponden a las fases I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\eta\text{-AlCu}$ ,  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  y Al. Con respecto a la distribución de Cu, éste se observa en la mayoría de las estructuras identificadas, con una mínima presencia

en la fase Al-solución sólida, señalada en la **Figura 3.17b** (mediante flechas y circulo). Por otro lado, es evidente que el Al se presenta en altos contenidos en las zonas indicadas con flechas y circulo en la **Figura 3.17c**, además el Al se encuentra en cantidad considerablemente alta en la ubicación de las fases  $\eta$ -AlCu y  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Finalmente, la **Figura 3.17d** muestra una distribución heterogénea de Fe a lo largo de la zona de estudio. Sin embargo, se aprecia ciertas zonas donde se concentran altos contenidos de Hierro que corresponden principalmente a las fases I-Icosahedral y  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe.



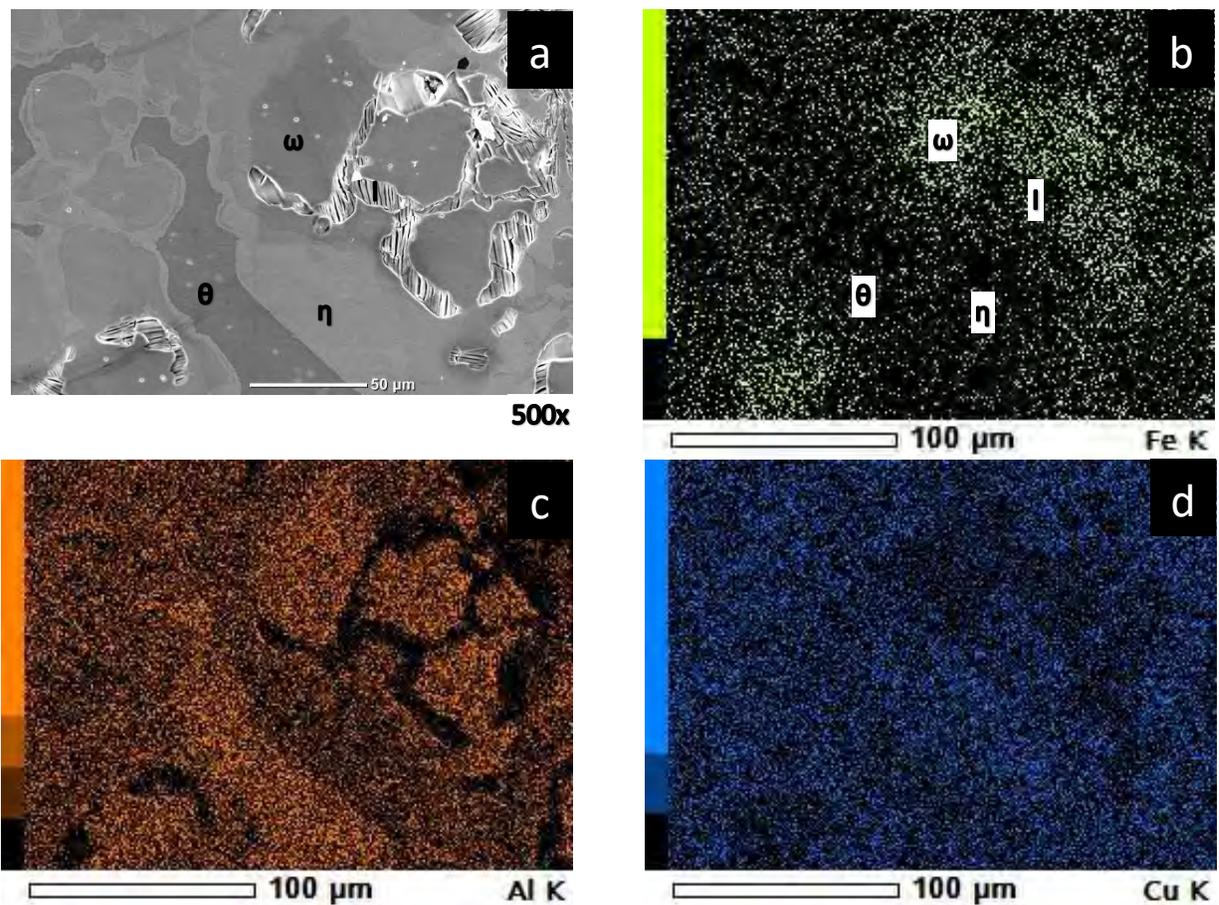
**Figura 3.17** Mapeo químico elemental para la aleación Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, obtenido mediante MEB. a) fotomicrografía del área de estudio, b) análisis para Cu, c) análisis para Al y d) análisis para Fe.

En relación con la aleación  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ , la **Figura 3.18a** muestra la zona donde se llevó a cabo el mapeo químico. Con respecto a la distribución de Fe, es evidente una repartición localizada que indica la presencia de las fases Icosahedral y  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  (**Figura 3.18b**). En esta figura se observa que las estructuras en forma agujas también presentan altos contenidos de Fe. La **Figura 3.18c** muestra la distribución del Cu en la zona donde se llevó a cabo el estudio. Aquí se observa una distribución totalmente inversa a la presentada en la **Figura 3.18b**. Esto quiere decir que la estructuras donde existe mayor contenido de Fe, el contenido de Cu en la mayoría de los casos es mínimo. Similarmente, donde no existe Fe el contenido de Cu es notablemente alto. Con respecto a la distribución del Al, su presencia es notoria en todas las fases, como se observa en la **Figura 3.18d**. Existiendo los mayores contenidos de Al en la ubicación de la fase Al que forma parte de la estructura eutéctica (señalada con flechas). Lo anterior ratifica los resultados de DRX, anteriormente presentados.



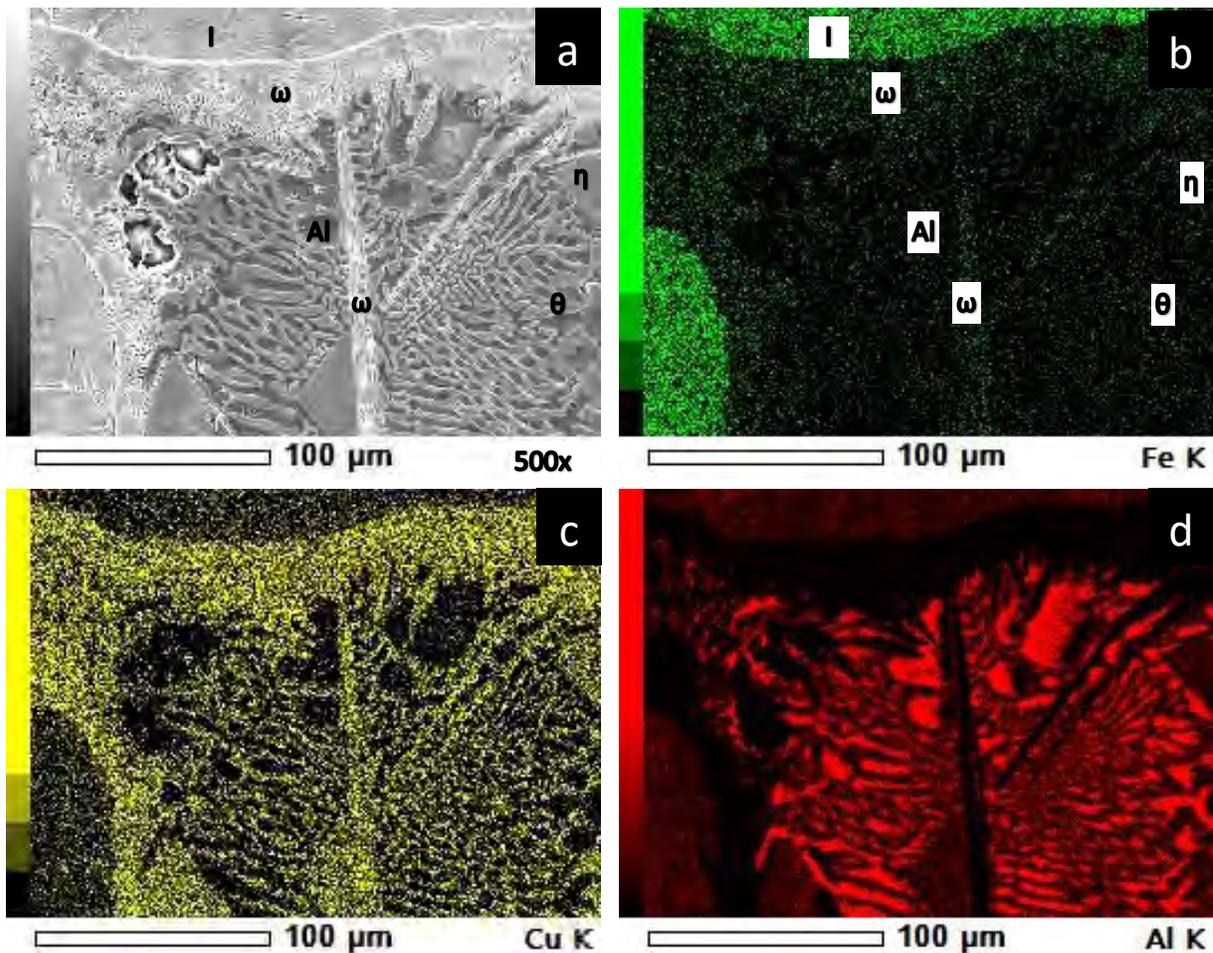
**Figura 3.18** Mapeo químico elemental para la aleación  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ , obtenido mediante MEB. a) fotomicrografía del área de estudio, b) análisis para Fe, c) análisis para Cu y d) análisis para Al.

Para la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ , la distribución del Fe se presenta más marcada en las zonas donde se encuentran las fases I-Icosahedral y  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ , como se puede observar en la **Figura 3.19b**. De igual manera, la **Figura 3.19c** muestra la distribución del Al, el cual está presente en todas las fases que componen la aleación en estudio. Finalmente, con respecto al Cu, de manera similar al Al, este se encuentra presente a lo largo de toda la muestra. Sin embargo, disminuye en las zonas ricas de Fe, como se observa en la **Figura 3.19d**. Lo anterior se debe al cambio de la composición química de las fases que componen la aleación.



**Figura 3.19** Mapeo químico elemental para la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ , obtenido mediante MEB. a) fotomicrografía del área de estudio, b) análisis para Fe, c) análisis para Al y d) análisis para Cu.

La **Figura 3.20** muestra la distribución del Al, Cu y Fe para la aleación  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , la cual es muy similar a las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ . No obstante, de manera particular se observa en la **Figura 3.20b** que la mayor cantidad de Fe se distribuye en las estructuras correspondientes a las fases I-Icosahedral y  $\omega$ - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ . Mientras, el Cu se presenta a lo largo de toda la estructura de la aleación como se observa en la **Figura 3.20c**. Por otro lado, en esta figura se aprecian diferentes intensidades en la concentración de Cu, las cuales revelan las fases  $\eta$ - $\text{AlCu}$ ,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  y Al, observadas mediante microscopía electrónica. Por otro lado, la distribución del Al es presentada en la **Figura 3.20d**, en donde se observa que dicho elemento, se presenta mayormente en la fase eutéctica lo cual también concuerda con lo reportado por rayos X.



**Figura 3.20** Mapeo químico elemental para la aleación  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , obtenido mediante MEB. a) fotomicrografía del área de estudio, b) análisis para Fe, c) análisis para Al y d) análisis para Cu.

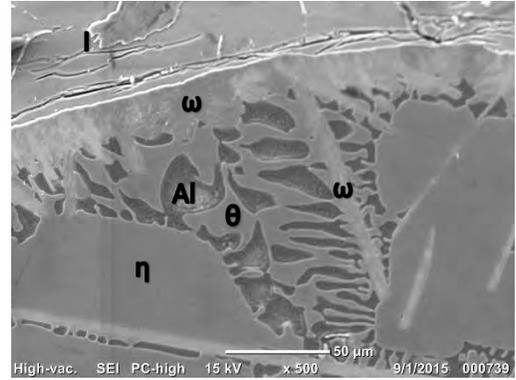
Mediante el análisis de mapeo químico elemental, se comprobó la presencia de las diferentes fases a lo largo de cada estructura para cada aleación, a la par, ayudo a localizar y delimitar las zonas de cada fase. De igual forma se determinó que las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , son muy similares tanto en forma y distribución de las fases. En cambio, existe una notable diferencia en la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ . Donde dicha diferencia se observa en el cambio de geometría o crecimiento de las fases I-Icosahedral,  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\eta\text{-AlCu}$  y  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ .

### 3.6.2.3 Isoestructura

A continuación, se explica la forma en que se analizó la superficie de cada aleación con el fin de identificar la forma y estructura de cada fase presente. Y con esto, encontrar la relación de los resultados de rayos X con los de microscopía óptica y electrónica. Para ellos se determinó la composición teórica en porcentaje en peso para cada fase detectada en los análisis de rayos X. Lo anterior, se comparó con los valores obtenidos en porcentaje en masa de los análisis puntuales y globales obtenidos mediante MEB-EDS. Con ello, se logró asignar y determinar las fases presentes en cada aleación, las cuales fueron:  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ , Al,  $\eta\text{-AlCu}$  e I-icosaédrica.

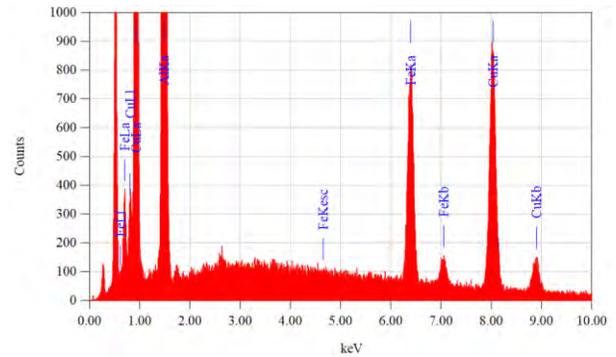
Para el caso particular de la aleación  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ , el análisis por MEB-EDS mostró la presencia de las siguientes fases: 1) I-icosaedral, 2)  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ , 3)  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ , 4) Al y 5)  $\eta\text{-AlCu}$ . Las fases antes mencionadas, su ubicación y análisis químico elemental se observa en la **Figura 3.21**. los pesos teóricos fueron calculados y comparados con lo reportado en la literatura [2].

	fase	% peso Teórico			% peso Obtenido		
		Al	Cu	Fe	Al	Cu	Fe
1	I-Icosahedral	40	44	16	41	43	16
2	$\omega$ -Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	45	41	14	46	38	16
3	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu	41	58	1	44	56	0
4	Al	100	0	0	92	8	0
5	$\eta$ -AlCu	26	73	1	28	69	3



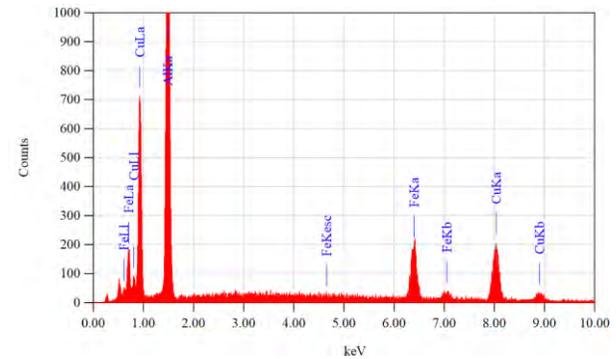
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.1517

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	41.12	0.18	61.33
Fe K	6.398	15.83	0.14	11.41
Cu K	8.040	43.05	0.37	27.27
Total		100.00		100.00



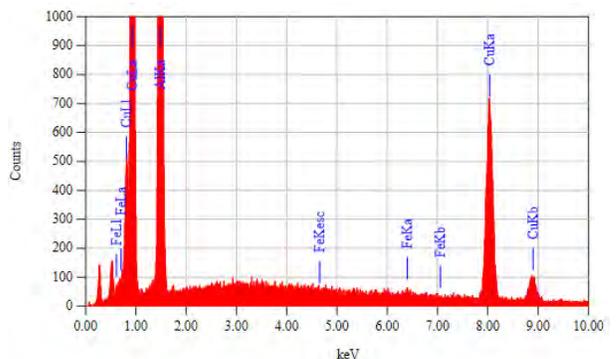
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.0857

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	46.22	0.38	66.03
Fe K	6.398	16.13	0.29	11.13
Cu K	8.040	37.65	0.69	22.84
Total		100.00		100.00



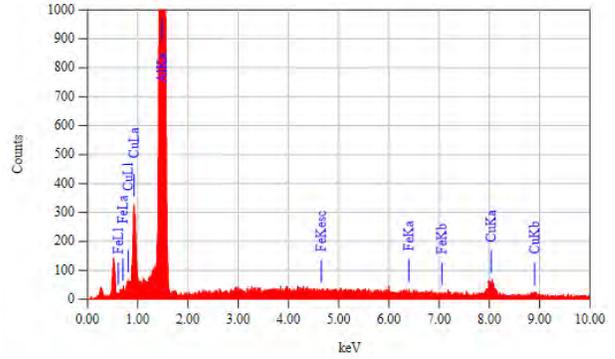
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.0691

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	43.74	0.25	64.66
Fe K	6.398	0.36	0.05	0.26
Cu K	8.040	55.90	0.52	35.09
Total		100.00		100.00



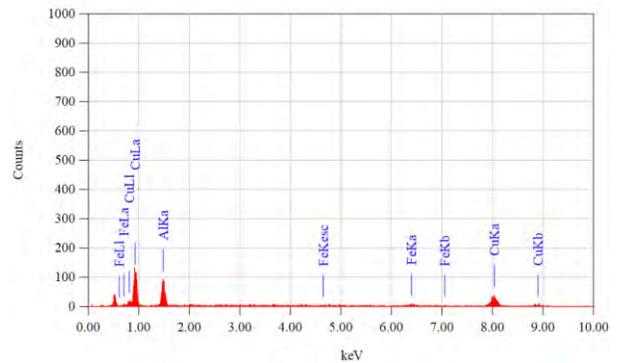
Al

```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0694
Element      (keV)   Mass%   Sigma   Atom%
Al K         1.486    92.39   0.32    96.62
Fe K         6.398    3.62    0.32    3.38
Cu K         8.040    7.61    0.32    3.38
Total                100.00                100.00
```



η

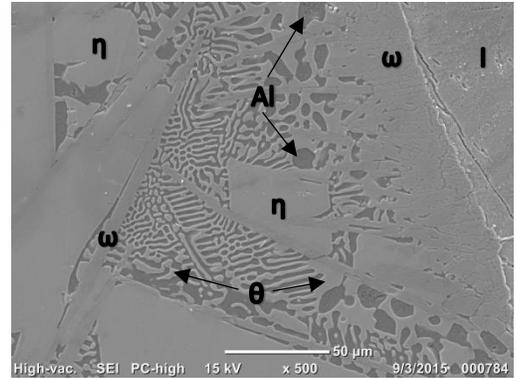
```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3641
Element      (keV)   Mass%   Sigma   Atom%
Al K         1.486    27.66   1.14    47.20
Fe K         6.398    3.62    0.52    2.98
Cu K         8.040    68.73   3.01    49.81
Total                100.00                100.00
```



**Figura 3.21** Fotomicrografía de la aleación  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$  que fue analizada para obtener la composición química de cada fase. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.

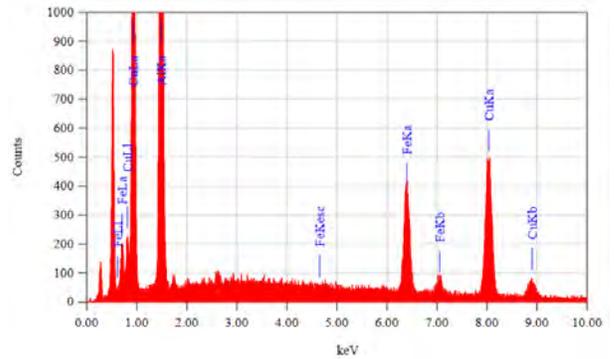
Con respecto a la composición  $Al_{64}Cu_{32}Fe_7$  la **Figura 3.22** muestra el área donde se llevó a cabo el análisis por MEB-EDS. Donde la estructura 1) corresponde a la fase Icosaedral, 2) a la fase  $\omega-Al_7Cu_2Fe$ , 3) a la fase  $\theta-Al_2Cu$ , 4) a la fase Al y 5) a la fase  $\eta-AlCu$ . Comprobando la gran similitud tanto en fases presentes, como en la geometría de éstas, entre las aleaciones  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$  y  $Al_{64}Cu_{32}Fe_7$ .

fase		% Peso Teórico			% Peso Obtenido		
		Al	Cu	Fe	Al	Cu	Fe
1	Icosaedral	40	44	16	36	49	15
2	$\omega$ -Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	45	41	14	43	41	16
3	$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu	41	58	1	46	53	1
4	Al	100	00	00	95	5	0
5	$\eta$ -AlCu	26	73	1	19	73	8



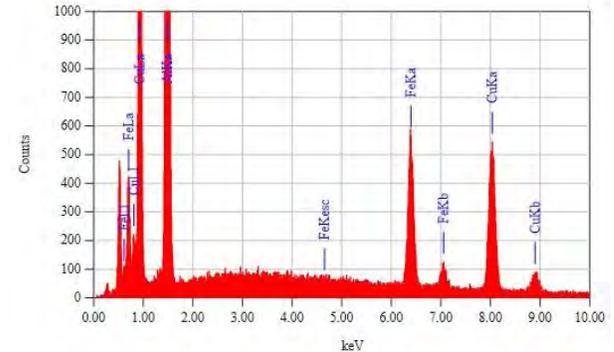
I

```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1840
Element      (keV)  Mass%   Sigma   Atom%
Al K         1.486   35.54   0.25    55.69
Fe K         6.398   15.45   0.20    11.69
Cu K         8.040   49.02   0.55    32.62
Total                               100.00  100.00
```



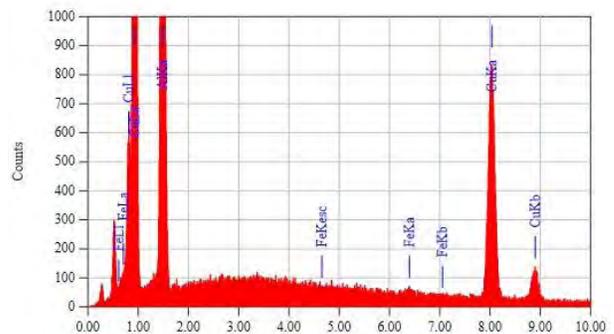
$\omega$

```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0954
Element      (keV)  Mass%   Sigma   Atom%
Al K         1.486   42.89   0.23    62.98
Fe K         6.398   16.36   0.19    11.60
Cu K         8.040   40.75   0.44    25.41
Total                               100.00  100.00
```



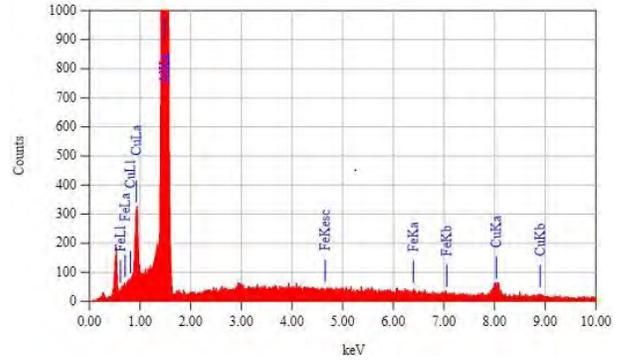
$\theta$

```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0703
Element      (keV)  Mass%   Sigma   Atom%
Al K         1.486   46.49   0.22    67.14
Fe K         6.398   0.50    0.03    0.35
Cu K         8.040   53.02   0.46    32.52
Total                               100.00  100.00
```



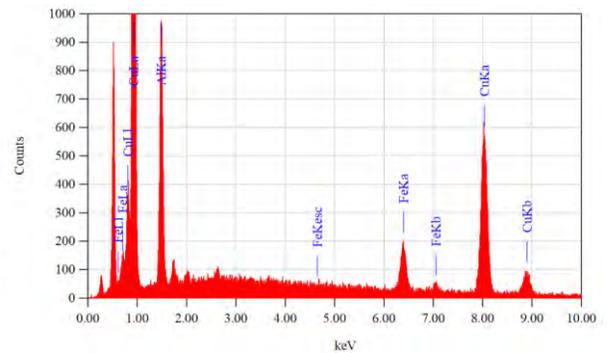
Al

```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0622
Element (keV) Mass% Sigma Atom%
Al K 1.486 94.86 0.26 87.75
Fe K 8.040 5.14 0.22 2.25
Cu K 8.040 5.14 0.22 2.25
Total 100.00 100.00
```



η

```
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1846
Element (keV) Mass% Sigma Atom%
Al K 1.486 19.22 0.24 35.60
Fe K 6.398 7.96 0.17 7.12
Cu K 8.040 72.82 0.74 57.28
Total 100.00 100.00
```



**Figura 3.22** Fotomicrografía de la aleación  $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$  que fue analizada para obtener la composición química de cada fase. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.

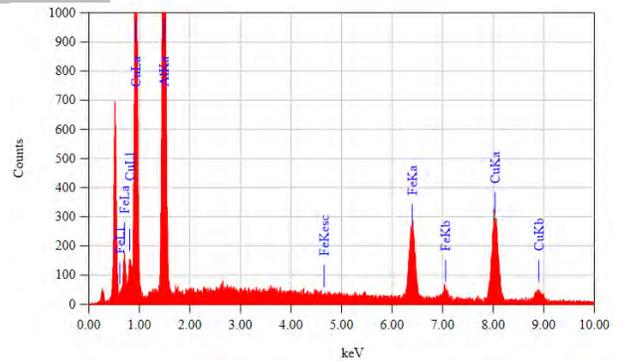
La **Figura 3.23** muestra la composición, las fases y la zona de estudio de la aleación  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ , realizado por MEB-EDS. Aquí, se determinaron las siguientes fases: 1) fase icosaedral, 2)  $\eta$ -AlCu, 3)  $\omega$ - $Al_7Cu_2Fe$  y 4)  $\theta$ - $Al_2Cu$ .

fase	% Peso Teórico			% Peso Obtenido		
	Al	Cu	Fe	Al	Cu	Fe
1 Icosaedral	40	44	16	38	46	16
2 $\omega$ -Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	45	41	14	47	38	15
3 $\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu	41	58	1	43	57	0
4 $\eta$ -AlCu	26	73	1	29	70	1



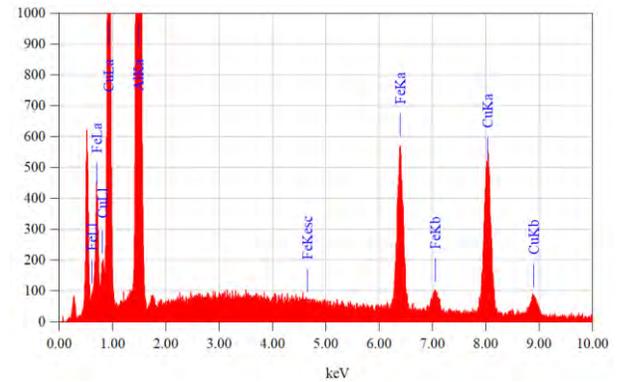
I

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.1822  
 Element (keV) Mass% Sigma Atom%  
 Al K 1.486 37.96 0.32 58.18  
 Fe K 6.398 16.17 0.25 11.97  
 Cu K 8.040 45.87 0.66 29.85  
 Total 100.00 100.00



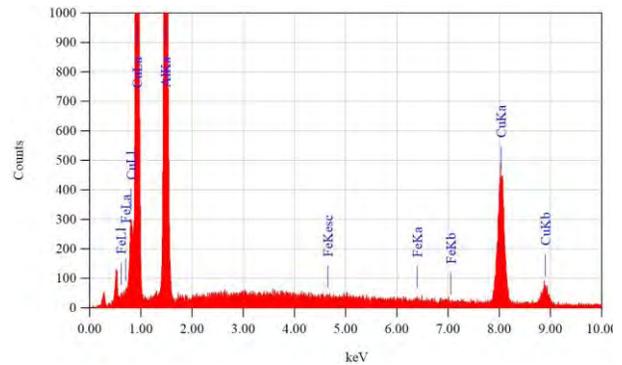
ω

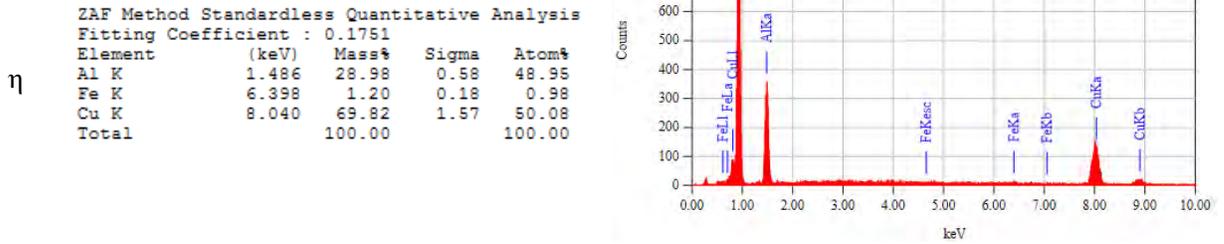
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.1077  
 Element (keV) Mass% Sigma Atom%  
 Al K 1.486 47.07 0.23 66.82  
 Fe K 6.398 15.28 0.17 10.48  
 Cu K 8.040 37.66 0.41 22.70  
 Total 100.00 100.00



θ

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.0737  
 Element (keV) Mass% Sigma Atom%  
 Al K 1.486 43.14 0.30 64.10  
 Fe K 6.398 0.33 0.06 0.24  
 Cu K 8.040 56.53 0.65 35.66  
 Total 100.00 100.00

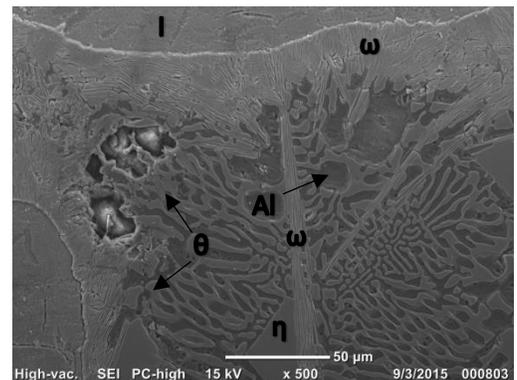




**Figura 3.23** Fotomicrografía de la aleación  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$  que fue analizada para obtener la composición química de cada fase. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.

Finalmente, el estudio de MEB-EDS para la aleación  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$  es presentado en la **Figura 3.24**. Donde se detectan las siguientes fases: 1) I-icosaedral, 2)  $\omega-Al_7Cu_2Fe$ , 3)  $\theta-Al_2Cu$ , 4) Al y finalmente 5)  $\eta-AlCu$ . Las fases encontradas concuerdan con los resultados obtenidos por DRX.

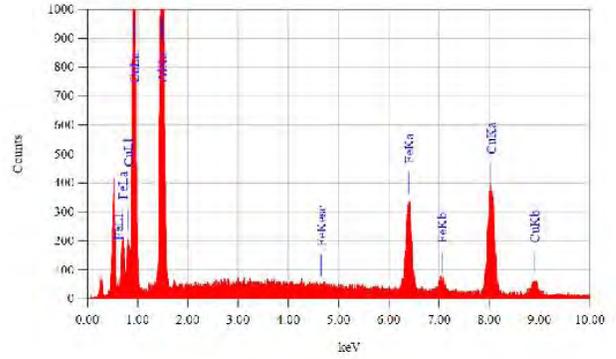
fase		% Peso Teórico			% Peso Obtenido		
		Al	Cu	Fe	Al	Cu	Fe
1	Icosaedral	40	44	16	35	48	17
2	$\omega-Al_7Cu_2Fe$	45	41	14	48	44	8
3	$\theta-Al_2Cu$	41	58	1	40	58	1
4	Al	100	00	00	90	10	0
5	$\eta-AlCu$	26	73	1	31	69	0



I

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.1222

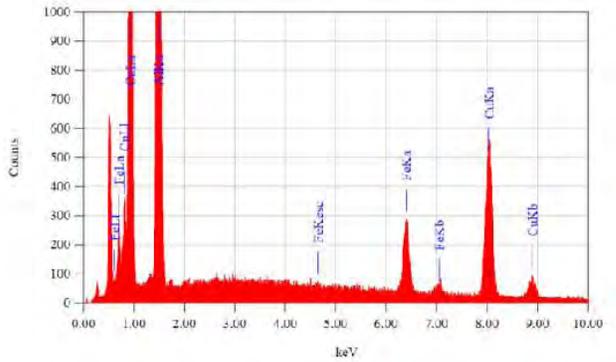
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	35.31	0.28	55.39
Fe K	6.398	16.55	0.23	12.54
Cu K	8.040	48.14	0.62	32.07
Total		100.00		100.00



Ω

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.1017

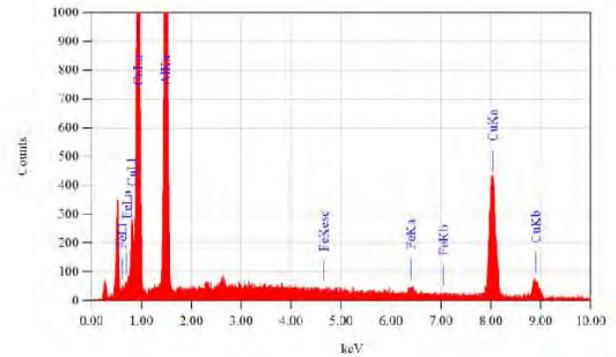
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	47.70	0.24	67.77
Fe K	6.398	8.04	0.13	5.52
Cu K	8.040	44.26	0.47	26.70
Total		100.00		100.00



θ

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.1057

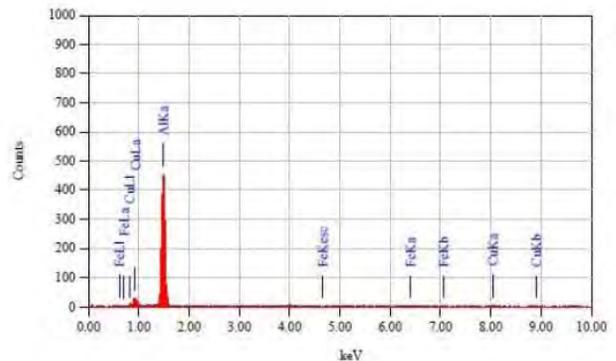
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	40.23	0.31	61.24
Fe K	6.398	1.33	0.09	0.97
Cu K	8.040	50.45	0.60	37.70
Total		100.00		100.00

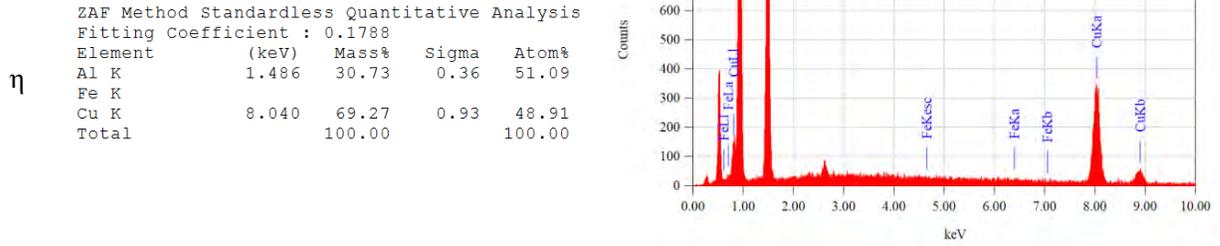


Al

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.2277

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%
Al K	1.486	90.40	1.88	95.68
Fe K	6.398	0.12	0.22	0.06
Cu K	8.040	9.48	1.60	4.26
Total		100.00		100.00





**Figura 3.24** Fotomicrografía de la aleación  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$  que fue analizada para obtener la composición química de cada estructura. En la parte inferior se muestra los resultados de los análisis químicos realizados mediante microscopio electrónica de Barrido.

Del análisis MEB-EDS se determinó la isoestructura de las aleaciones en estudio. De este análisis se encontraron las siguientes fases: I-Icosahedral,  $\omega-Al_7Cu_2Fe$ , Al,  $\eta-AlCu$  y  $\theta-Al_2Cu$ . A la par se corroboró que las aleaciones  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ ,  $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$  y  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$  presentan una gran similitud en su estructura cristalina, lo cual fue ratificado mediante otras técnicas de caracterización. Lo anterior indica que la generación de porosidad en la familia de la aleación Al-Cu-Fe, está ampliamente relacionado con las fases y su geometría.

## Capítulo IV

# FORMACIÓN DE POROSIDAD IN-SITU EN LAS ALEACIONES $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ , $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ , $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ y $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$

En el presente capítulo se muestran los resultados obtenidos después de llevar a cabo los tratamientos térmicos conforme lo planteado en el capítulo II del presente trabajo, a las aleaciones:  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ . Así como su caracterización química, física y estructural. A la par, se propone del mecanismo de formación de la porosidad en aleaciones AL-Cu-Fe.

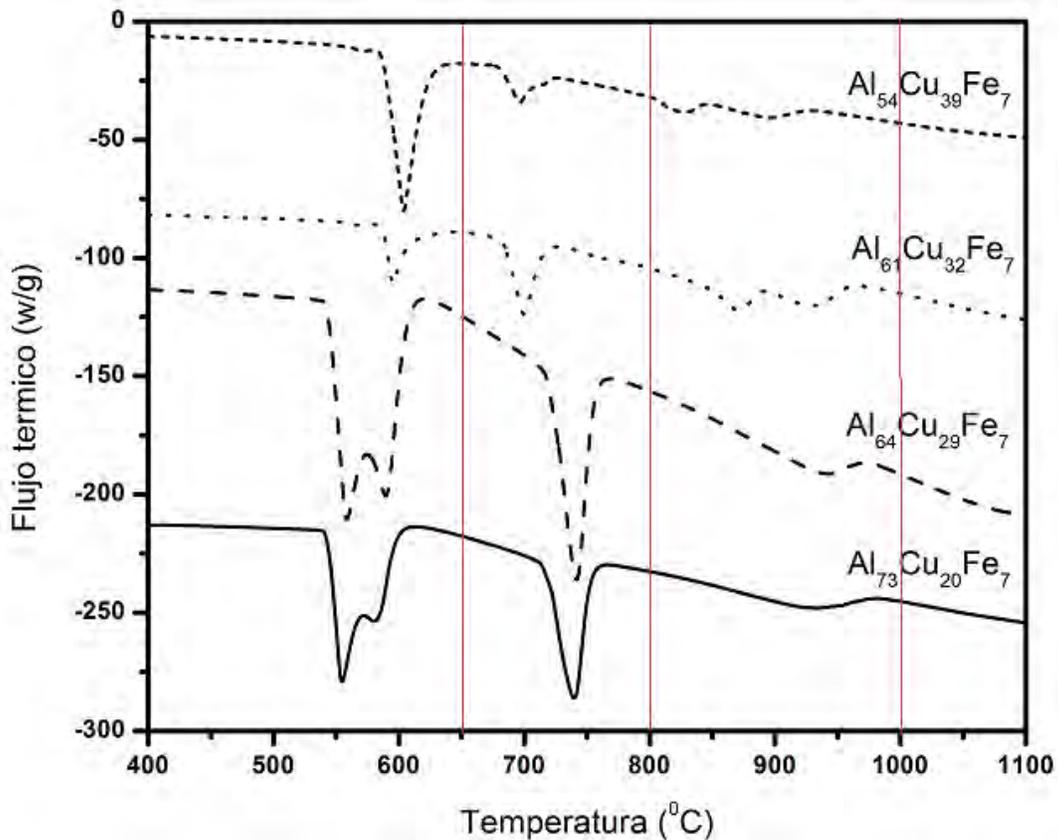
### 4.1 Tratamiento térmico

Se ha reportado en el trabajo de Suárez y colaboradores [2] que al realizar tratamientos térmicos en aleaciones Al-Cu-Fe, se logra la formación de poros dentro de una estructura que se encuentra en estado sólido. Por ende, con el fin de investigar las condiciones que favorecen la formación de la porosidad en este tipo de aleaciones, la segunda parte de la investigación consistió en realizar tratamientos térmicos a las aleaciones obtenidas de colada y caracterizarlas mediante varias técnicas.

La elección de las temperaturas de los tratamientos térmicos se definió a partir de los resultados del análisis térmico (**Figura 4.1**). En esta figura se aprecia que las transformaciones de fases son muy similares para las diferentes aleaciones en estudio. El

comportamiento térmico se logró dividir en tres zonas: *i*) de 400 a 650 °C, *ii*) 670 a 800 °C y *iii*) 800 a 900 °C.

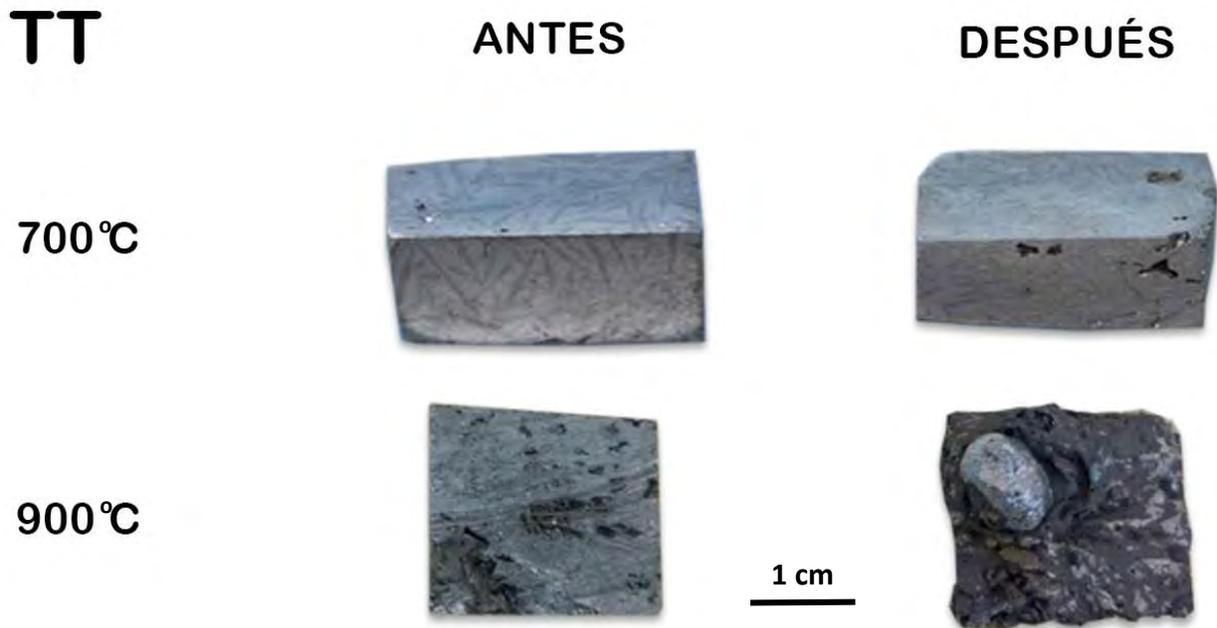
De lo anterior, se definieron tres temperaturas para llevar a cabo los tratamientos térmicos. La primera temperatura fue a 700 °C, con el fin de estudiar el efecto de las transformaciones de fases  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> y  $\eta$ -AlCu. La segunda temperatura fue a 800 °C con la idea de estudiar los efectos de promover la transformación de la fase  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe. Finalmente, la última temperatura de estudio fue a 900 °C con el objetivo de estudiar el efecto de las fases con alto punto de fusión, es decir, aquellas ricas en Fe (I-icosaédrica y  $\lambda$ -Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>). Sin embargo, se comprobó que a 900 °C se funde la totalidad del material.



**Figura 4.1** Comportamiento térmico de las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>.

Un aspecto importante en la comprensión de la formación de la porosidad es conocer las temperaturas de fusión de las diferentes fases, las cuales fueron obtenidas durante el análisis térmico en donde la fase monoclinica  $\eta$ -AlCu tiene una  $T_f = 560$  °C, la fase tetragonal  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu su  $T_f = 591$  °C, la fase tetragonal  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe presenta una  $T_f = 740$  °C. A 872 °C ocurre el proceso de fusión de la fase I-icosaédrica. La última fase monoclinica  $\lambda$ -Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub> corresponde a una  $T_f > 1000$  °C.

La **Figura 4.2** muestra los resultados de los tratamientos térmicos a 700 °C. En esta figura no se observaron cambios en la forma geométrica, tampoco en la distribución de fases, ni se detectó pérdida de peso, ni cambios en la densidad de todas las aleaciones tratadas. Por otro lado, para la temperatura de 900 °C, se encontró que todas las aleaciones tratadas térmicamente a dicha temperatura se fundieron en su totalidad, cambiando su composición química y su geometría inicial, como se puede observar en la **Figura 4.2**.



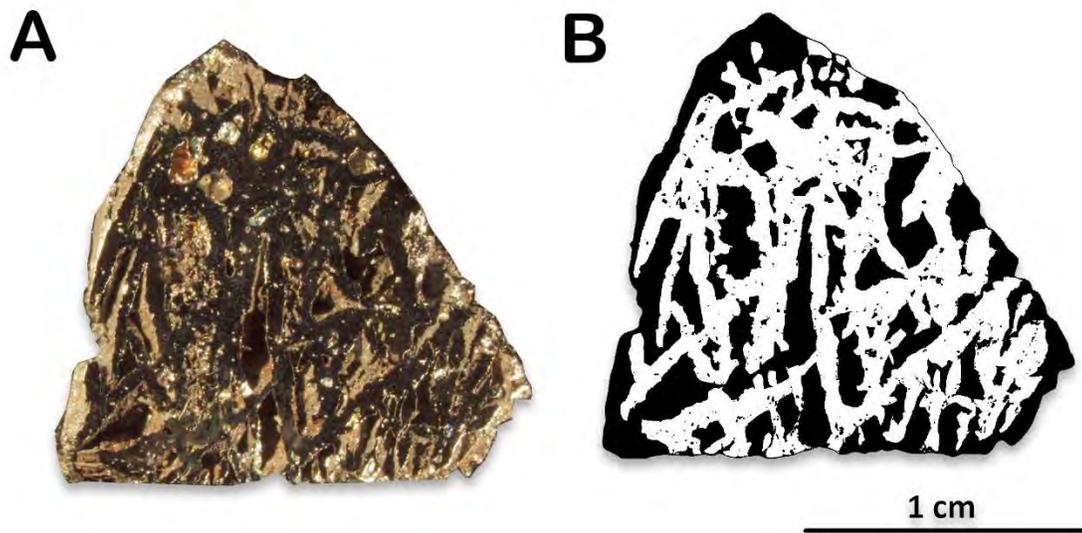
**Figura 4.2** Geometría antes y después de llevar a cabo el tratamiento térmico a las diferentes aleaciones a 700 °C y 900 °C.

Por otro lado, cuando se sometieron las muestras a 800 °C. Se encontraron cambios notables en la microestructura de las aleaciones  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ ,  $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$  y  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ , observando en algunos casos la presencia de microporosidad. Cabe destacar que la aleación  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$  a esta misma temperatura, si presentó la formación de porosidad en las diferentes piezas tratadas (**Figura 4.3**). Donde los poros revelaron formas triangulares con una amplia variabilidad de tamaño a lo largo de toda la estructura. Además, las aleaciones mostraron una densidad teórica de 4 y una densidad experimental de 3.55 aproximadamente. Dichos valores no presentaron cambios antes y después del tratamiento térmico. Adicional a esto, se estudió el tiempo del tratamiento térmico a 60, 180 y 360 minutos, ya que los trabajos previos reportan la temperatura de tratamiento a 60 min [2]. Lo anterior se realizó con la finalidad de promover la cantidad o el tamaño de poro al mantener más tiempo las condiciones de del tratamiento térmico. Sin embargo, no se observaron cambios sobresalientes en la porosidad al aumentar los tiempos antes mencionados. Por ende, se determinó que el proceso a 60 minutos es el óptimo para realizar el tratamiento térmico.



**Figura 4.3** Geometría antes y después de llevar a cabo el tratamiento térmico para la aleación  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ .

La porosidad obtenida es de aproximadamente 60%. Sin embargo, esto no pudo ser obtenido de la manera tradicional, la cual es mediante método de Arquímedes o el uso de un picnómetro, esto se debe a las características de los poros obtenidos. Por ende, se realizó la segmentación de la muestra cada 4 milímetros sobre su eje longitudinal **Figura 4.4**. Posteriormente, se preparó y estudió cada superficie mediante un software de análisis de imagen. Con esto, se obtuvo un promedio del área de los poros y así obtener la porosidad de cada muestra.



**Figura 4.4** Forma como se conoció la porosidad para la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ . a) Muestra segmentada y tratada superficialmente para ser analizada. b) Resultado del análisis de imagen mediante software.

## 4.2 Composición química

De la misma manera que se realizó en el proceso de obtención de lingotes, después de cada tratamiento térmico se analizó la composición química mediante la técnica de FRX a las diferentes muestras. Esto se hizo con el fin de corroborar la estequiometría de cada aleación de estudio. Para ello se obtuvo un promedio de 4 puntos seleccionados a lo largo de toda la pieza. Dichos resultados se presentan en la **Tabla 4.1** para todas las aleaciones tratadas

térmicamente a 800 °C. Aquí se observa que, para todas las muestras la composición química, antes y después del tratamiento térmico es muy similar. Confirmando que las aleaciones estudiadas no modificaron su composición química original durante el proceso del tratamiento térmico.

**Tabla 4.1** Resultados de análisis de FRX, antes y después del tratamiento térmico a 800 °C.

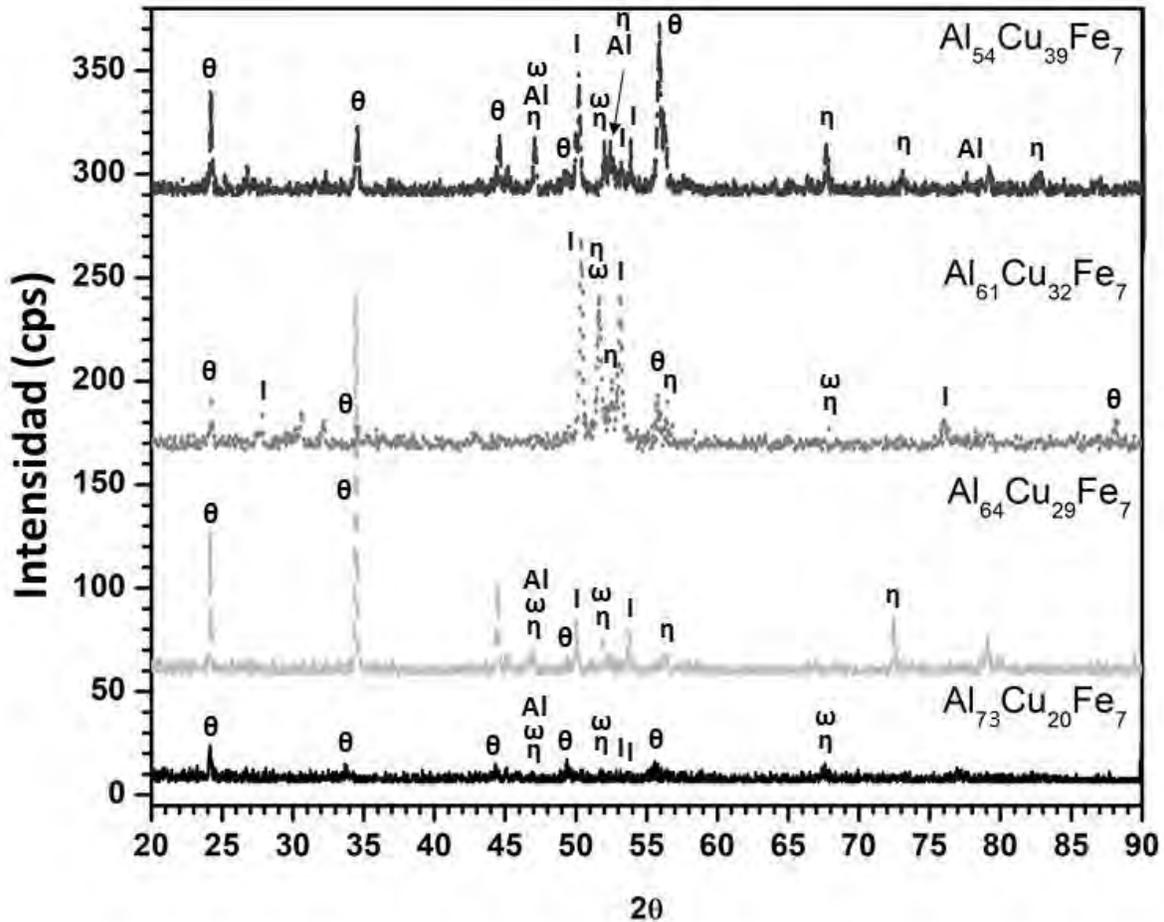
Aleación	Elemento	Antes TT (%peso)	Despues TT (%peso)
Al <sub>73</sub> Cu <sub>20</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	58.75	58.65
	Cu	34.65	34.85
	Fe	6.6	6.5
Al <sub>64</sub> Cu <sub>29</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	44.8	44.89
	Cu	46.8	46.9
	Fe	8.4	8.21
Al <sub>61</sub> Cu <sub>32</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	41.1	41.35
	Cu	50.8	50.6
	Fe	8.1	8.05
Al <sub>54</sub> Cu <sub>39</sub> Fe <sub>7</sub>	Al	34.1	34.52
	Cu	57.6	57.26
	Fe	8.3	8.22

### 4.3 Difracción de rayos X

Los resultados de difracción de rayos X después del tratamiento térmico a 800 °C, para las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub> son presentados en la **Figura 4.5**. Aquí se detectaron la presencia de las siguientes fases: η-AlCu, θ-CuAl<sub>2</sub>, ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-cosaédral. Por otro lado, en forma particular para la aleación Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, los picos más intensos correspondieron a la fase tetragonal θ-CuAl<sub>2</sub>. A la par, también fueron detectados los picos relacionados con las fases Al-aluminio, monoclinica η-AlCu, tetragonal ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-cosaédrica. Con respecto con la aleación Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, se presenta con mayor

intensidad la fase tetragonal  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>. Sin embargo, también se observó la presencia de las fases monoclinica  $\eta$ -AlCu, tetragonal  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosaédrica. Por otro lado, para la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub>, los picos más intensos correspondieron a las fases tetragonales  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosaédricas, de igual forma se detectan las fases tetragonal  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> y monoclinica  $\eta$ -AlCu. Con respecto a la aleación Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub> los picos más intensos corresponden a la fase tetragonal  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>. A la par se detectó la presencia de los picos relacionados con las fases I-icosaédrica, tetragonal  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al-Aluminio y tetragonal  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>.

Al comparar los resultados de rayos X para las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>, analizadas antes y después del tratamiento térmico, se puede observar que las fases  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>,  $\eta$ -AlCu,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosaédrica prevalecen después de la fundición y del tratamiento, con la diferencia en las intensidades de los picos de difracción. Con excepción de la fase “Al” que después del tratamiento térmico solo fue identificada para la composición Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub>. Esto se atribuye a que el tratamiento térmico generó las condiciones necesarias para que la fase sólida Al se transformará en las fases  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> y  $\eta$ -AlCu.



**Figura 4.5** Difractograma de rayos X para las composiciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub> después del tratamiento térmico.

Con respecto a la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub>, es notable la formación de poros después del tratamiento térmico. En el análisis de rayos X, se observan que las fases ricas en cobre disminuyen su intensidad y las fases ricas en hierro aumenta, como se observa en la **Figura 4.6**. Este resultado sugiere la existencia de transformaciones de fases entre las fases θ-CuAl<sub>2</sub>, η-AlCu y ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosaédral, con lo cual se puede explicar la presencia de los poros. Siendo de suma importancia la determinación de cómo se lleva a cabo dichas transformaciones.

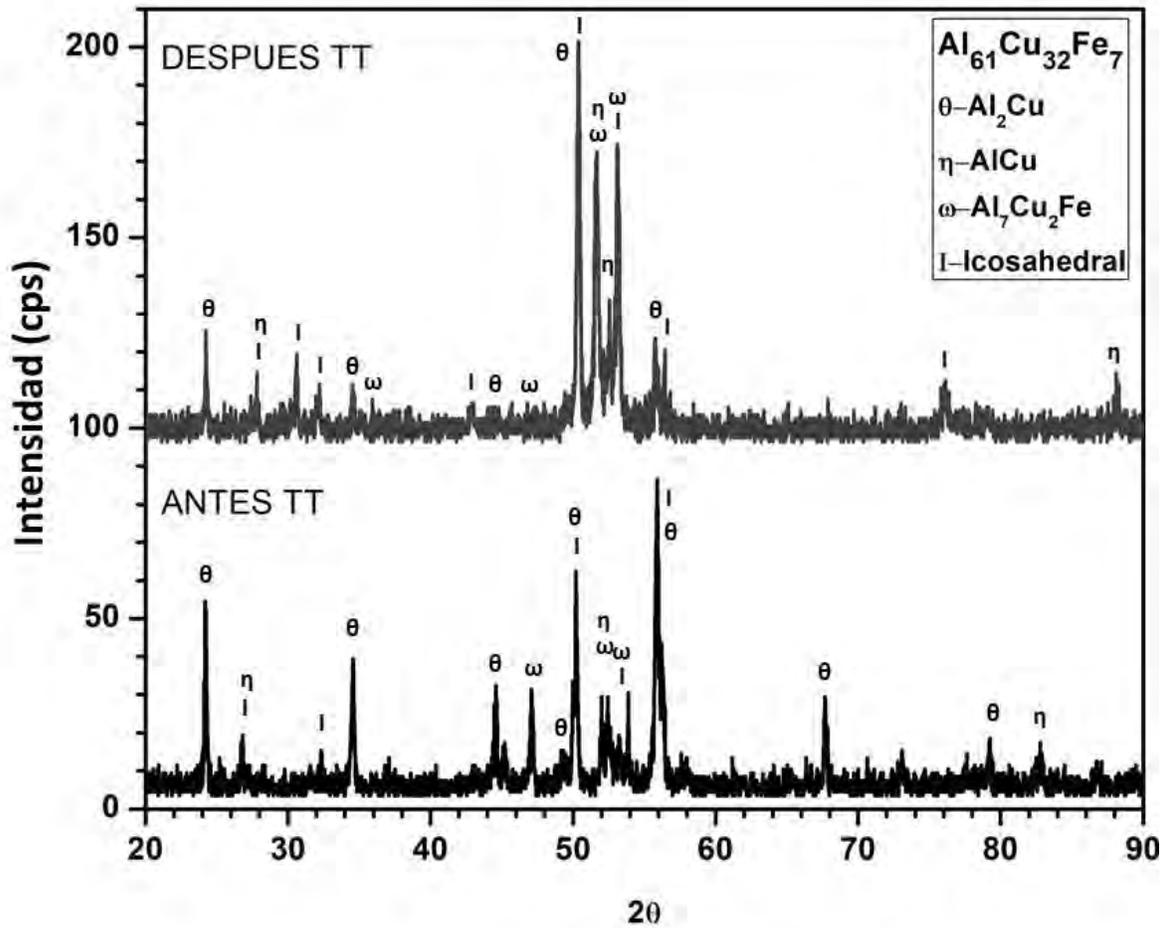
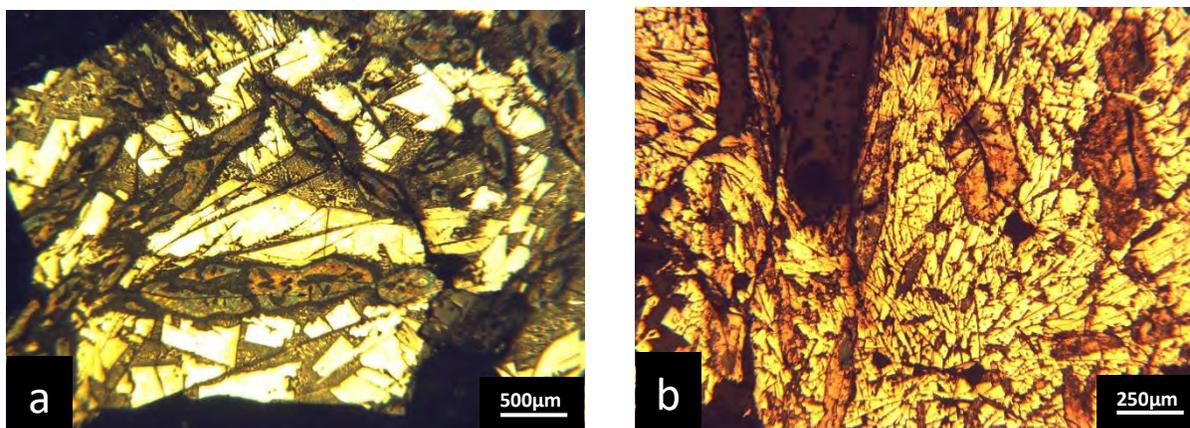


Figura 4.6 Difractograma de rayos X para la composición  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$  antes y después del tratamiento térmico.

#### 4.4 Análisis microestructural

A continuación, se muestran los resultados del análisis estructural de las diferentes aleaciones que fueron tratadas térmicamente a 800 °C. En donde se observó que las aleaciones no generaron la porosidad suficiente (mayor a 40%) para considerarlas como espumas metálicas. Esto se presentó de manera similar para las aleaciones  $Al_{73}Cu_{20}Fe_7$ ,  $Al_{64}Cu_{29}Fe_7$  y  $Al_{54}Cu_{39}Fe_7$ . Sin embargo, sí mostraron cambios en su estructura, como se observa en la **Figura 4.7**. En donde las fases  $\theta-CuAl_2$  y  $\eta-AlCu$  detectadas antes de tratamiento térmico presentaron una disminución de tamaño y un aumento en su distribución

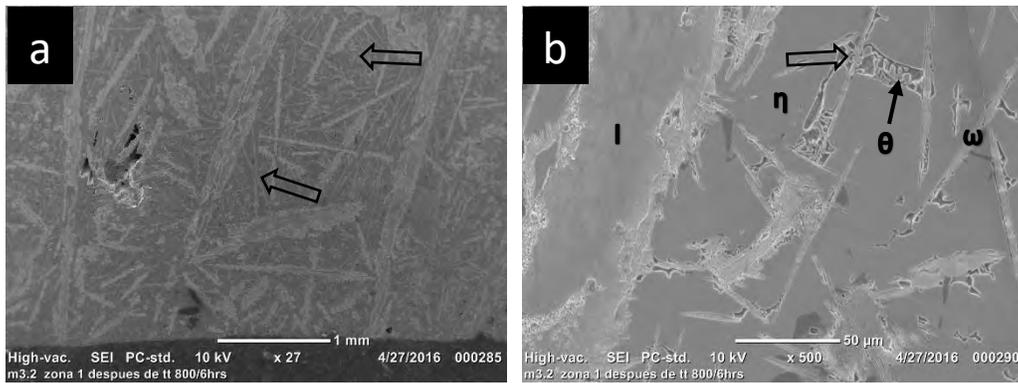
a lo largo de la muestra. Esto se podría atribuir a los efectos de la temperatura de tratamiento térmico. De manera particular, las fases ricas en Fe,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosaédral, fueron las únicas que no sufrieron cambio alguno. Lo cual se debe a que la temperatura de trabajo no promovía la transformación de dichas fases.



**Figura 4.7** Imagen tomadas mediante microscopía óptica para la composición Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>. **a)** antes TT y **b)** después TT.

El análisis de las aleaciones Al<sub>73</sub>Cu<sub>20</sub>Fe<sub>7</sub>, Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub> y Al<sub>54</sub>Cu<sub>39</sub>Fe<sub>7</sub> mediante microscopía electrónica de barrido se muestra en la **Figura 4.8**. En la figura **4.8a** se observa la presencia de varias fases, las que tienen forma de agujas corresponden a la fase tetragonal  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, las estructuras aciculares corresponden a las fases ricas en hierro. También se observó una zona donde hubo formación de porosidad, cabe mencionar que dicha porosidad tuvo un porcentaje muy bajo. De igual forma, la identificación de cada fase se basó en la determinación química de cada una de ellas mediante análisis químicos puntuales EDS-MEB, los resultados se muestran en la parte inferior de la **Figura 4.8**. Lo anterior se comparó con los resultados obtenidos en la sección 3.6.2.3 del capítulo III del presente trabajo. Por otro lado, al analizar las estructuras a mayor detalle (**Figura 4.8b**) se observa las transformaciones de fase entre las fases  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> y  $\eta$ -AlCu. Lo cual se presenta a lo largo de toda la estructura.

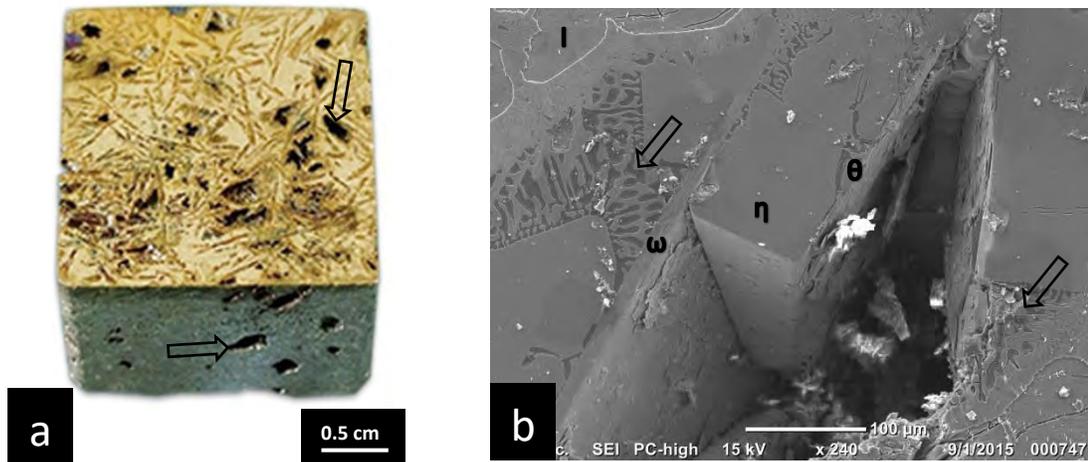
Sin embargo, quedaron cantidades mínimas de  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> que no transformaron. Por otro lado, las fases ricas en hierro,  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosadédral no mostraron cambios significativos en forma y tamaños de estructura. Es importante recalcar que la estructura tipo eutéctica se redujo en tamaño, pero aumentó su distribución a lo largo de toda la muestra (indicada con una flecha).



fase	% peso Teórico			% peso Obtenido		
	Al	Cu	Fe	Al	Cu	Fe
1 I-Icosahedral	40	44	16	40	41	19
2 $\omega$ -Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	45	41	14	36	56	8
3 $\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu	41	58	1	42	58	0
4 $\eta$ -AlCu	26	73	1	30	70	0

**Figura 4.8** Imagen tomadas mediante microscopía electrónica de barrido para la composición Al<sub>64</sub>Cu<sub>29</sub>Fe<sub>7</sub>. **a)** Antes TT y **b)** Después TT. En la parte inferior se muestra los resultados de los valores del análisis químico realizado mediante MEB.

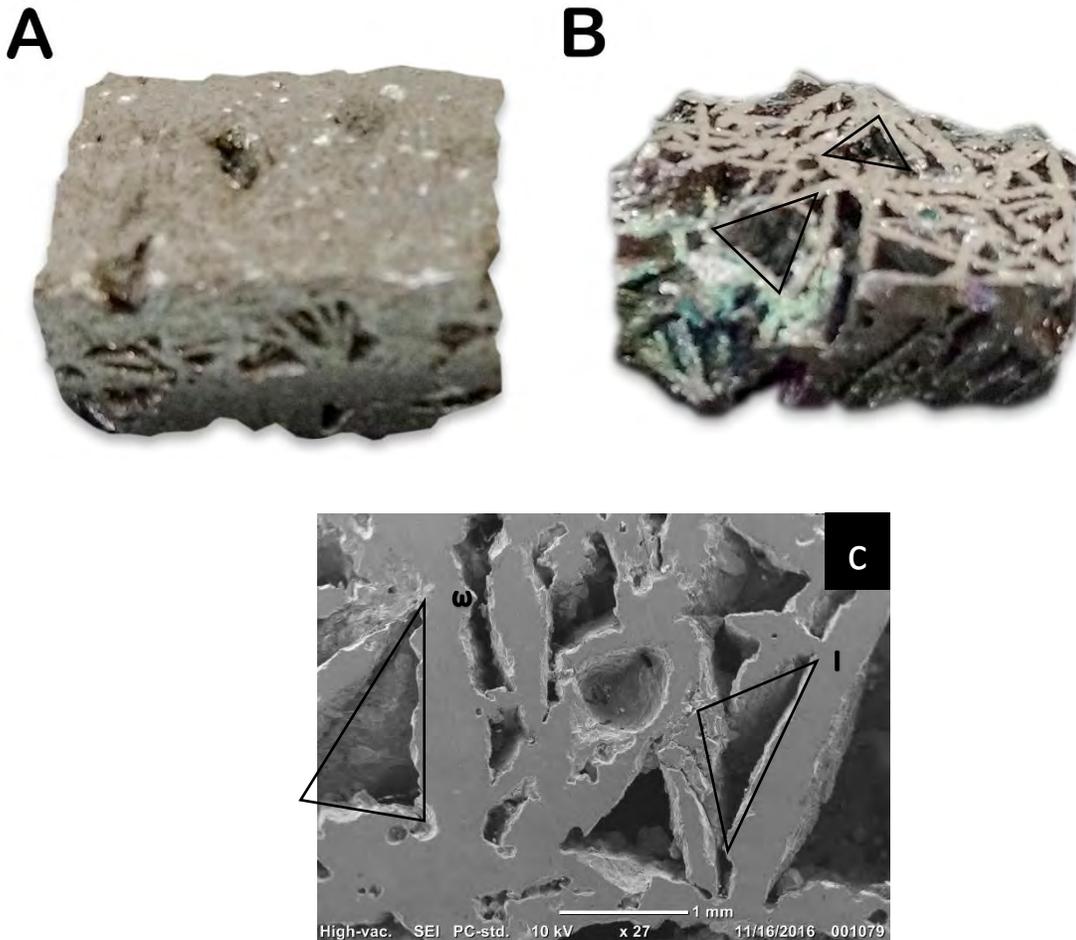
La **Figura 4.9a** muestra la aleación  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  después del tratamiento. En esta figura se observa a simple vista la presencia de algunos poros con geometrías triangulares (indicado con flechas). Por otro lado, al analizar la microestructura mediante microscopía electrónica de barrido (**Figura 4.9b**). Se detectaron las regiones de formación porosa en donde se encontraban las fases ricas en cobre:  $\theta\text{-CuAl}_2$  y  $\eta\text{-AlCu}$ , esto se determinó ya que se analizaron las mismas zonas antes y después del tratamiento térmico. Los poros detectados mostraron un crecimiento simétrico, lo que indica que la formación de porosidad se puede atribuir a ciertas transformaciones de fases. Por otro lado, es notable que las paredes de los poros están delimitadas por las fases ricas en hierro. Al igual que las estructuras eutécticas que inhiben el crecimiento de los poros.



**Figura 4.9** Imagen tomadas mediante microscopía óptica para la composición  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ , donde las flechas señalan la estructura tipo eutéctica. a) antes TT y b) después TT

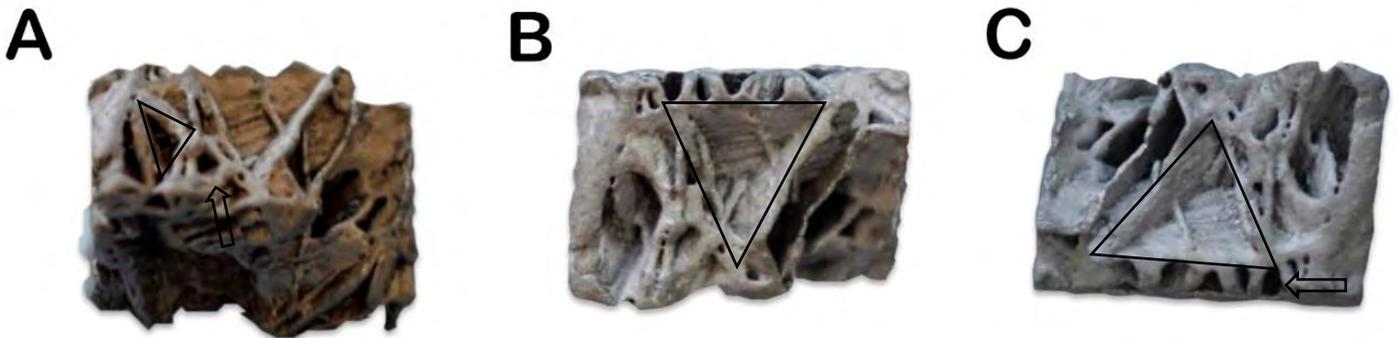
Después del tratamiento térmico la única aleación que presentó porosidad mayor al 50 % fue la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  (**Figura 4.10**). En dicha figura es notable la formación de la porosidad a lo largo de toda la estructura. Aquí los poros se caracterizan por tener una forma triangular y sus límites están constituidos por fases ricas en Fe, lo cual se detecta de lo observado en las micrografías del antes y después del tratamiento térmico, ya que siempre se

trató de analizar las mismas zonas. Lo anterior se presenta a detalle en la micrografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido, donde los poros y sus límites se observan claramente, prestando una heterogeneidad en los tamaños prismáticos del poro. Según el análisis microscópico, los tamaños de los poros van desde 0.01 milímetros hasta 4 milímetros por vértice (**Figura 4.10c**).



**Figura 4.10** Imagen tomadas mediante microscopía óptica para la composición  $Al_{61}Cu_{32}Fe_7$ . **a)** antes TT y **b)** después TT. **c)** Micrografía obtenida de la misma composición después de TT.

Con la finalidad de conocer el tipo de interconexión y determinar si la porosidad se presenta a lo largo de toda la estructura. Se tomaron varias muestras de la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  y se dispuso a realizar un desbaste por granallado, con la finalidad de erosionar la estructura de las piezas y analizar la forma de la estructura a diferentes profundidades de las muestras. Con esto se corroboró que la porosidad se mantenía a lo largo de toda la estructura, manteniendo las características típicas de los poros triangulares enmarcados en triángulos y existiendo una interconexión mixta-cerrada entre poros señalada con flechas, tal como se observa en la **Figura 4.11**.



**Figura 4.11** Imagen tomadas mediante microscopía óptica para la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  posterior al granallado.

En resumen, los resultados después del tratamiento térmico mostraron que las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  no formaron porosidad. Sin embargo, la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  presentó una clara formación de poros con forma triangular e interconexión mixta-cerrada. De lo anterior se determinó que la relación entre Al y Cu es elemental para la formación porosa en este tipo de aleaciones la cual debe ser  $\text{Al}/\text{Cu} \approx 2$ . De igual manera, se detectó que el inicio de la porosidad fue en la ubicación de las fases  $\theta\text{-CuAl}_2$ ,  $\eta\text{-AlCu}$  y las paredes de los poros fueron constituidas por las fases  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  e I-icosaédricas que se determinó en base a los resultados de la isoestructura del capítulo anterior. Esto se observó mediante MEB, donde las áreas con alto contenido de Fe se mantuvieron durante el

tratamiento térmico e incluso crecieron en tamaño y cantidad. El fenómeno anterior se produjo por la transformación entre las fases de cobre ( $\theta$ -CuAl<sub>2</sub>,  $\eta$ -AlCu) con las fases de Hierro ( $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e I-icosaédricas).

#### 4.5 Mecanismo de formación de la porosidad

La importancia de conocer el mecanismo de formación de la porosidad en las aleaciones Al-Cu-Fe, es fundamental si se quiere proponer el proceso "in-situ" como una ruta más para producir materiales porosos.

Previamente, se pensó que el mecanismo para la formación de poros se basaba en una reacción peritética entre las fases con alto contenido de Cobre y una fase líquida, obteniendo nuevas fases de alto contenido de hierro (fases  $\omega$ ,  $\lambda$  e icosaedral). Si se considera lo anterior, todas las aleaciones propuestas en este trabajo debieron formar porosidad (>50%). Sin embargo, este fenómeno solo se observó en la aleación Al<sub>61</sub>Cu<sub>32</sub>Fe<sub>7</sub>, indicando que el mecanismo de porosidad es más complejo. Y está vinculado con la relación entre las composiciones de Cobre y Aluminio.

Es por ello la importancia del presente trabajo, donde basándonos en los resultados obtenidos, el mecanismo de formación de la porosidad podría explicarse de la siguiente manera:

Primero, deben considerarse las cantidades de Al y Cu, ya que ambos elementos son esenciales en la formación de las fases de bajo punto de fusión (alrededor de 600 °C), estas fases participan en la primera transformación de fase ( $\eta$ -CuAl +  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> → liq<sub>1</sub>). Sin embargo, cuando el contenido de Al es alto, se forman las fases  $\eta$ -CuAl y  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> primeramente y queda Al remanente, esto quiere decir que:



Por lo que el Al remanente "envuelve" las fases ricas en cobre, formando una microestructura tipo eutéctica, evitando que las fases  $\eta$ -CuAl y  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> reaccionen para formar la fase líquida

anteriormente mencionada. Lo anterior explica la razón de la falta de formación de poros para las aleaciones  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$  (relación  $\text{Al}/\text{Cu}=3.65$ ),  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$  (relación  $\text{Al}/\text{Cu}=2.21$ ) y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$  (relación  $\text{Al}/\text{Cu}=1.38$ ). Por lo tanto, es de suma importancia tener composiciones con una relación  $\text{Al}/\text{Cu}\approx 2$ , para promover la transformación de fases con alto contenido de Fe ( $\text{liq}_1 + \omega \rightarrow \text{liq}_2$ ).

Con base en los resultados anteriores, el mecanismo de la formación porosa en la técnica “In-Situ” se puede explicar de la siguiente manera:

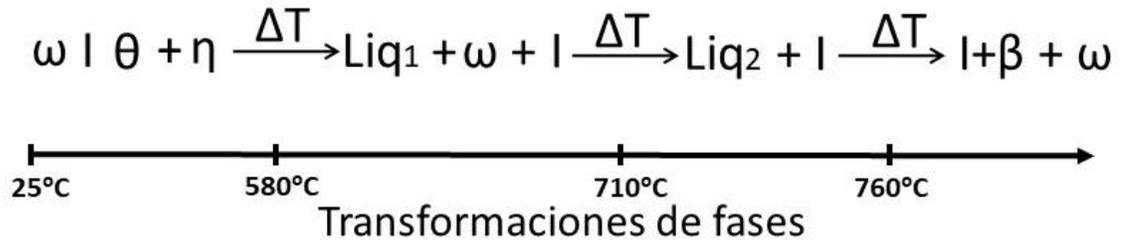
1. Buscar que la cantidad de Cu y Al en la aleación para que se promuevan la formación de únicamente las fases  $\eta\text{-CuAl}$  y  $\theta\text{-CuAl}_2$ . A la par, es importante evitar tanto los altos contenidos de Al en solución sólida como los de Cobre. La microestructura obtenida debe ser muy similar a la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ .

2. Si se obtiene la microestructura promotora de poros, el mecanismo para la formación de los mismos podría dividirse en tres etapas:

- a) La primera etapa ocurre a bajas temperaturas, donde la reacción entre dos fases sólidas ( $\eta$  y  $\theta$ ) a temperaturas próximas de  $580\text{ }^\circ\text{C}$  producirá la evolución a una fase líquida ( $\text{Liq}_1$ ).

- b) La segunda etapa se produce a temperaturas arriba de  $710\text{ }^\circ\text{C}$ , donde la fase líquida 1 reacciona con la fase sólida ( $\omega$ ) para producir una fase icosaédral y una segunda fase líquida ( $\text{Liq}_2$ ).

- c) La última etapa ocurre a altas temperaturas cercanas a ( $760\text{ }^\circ\text{C}$ ) donde la reacción entre las fases I y  $\text{Liq}_2$  da lugar a una nueva estructura, que consiste en fases con alto contenido de Fe ( $\omega + \beta + \text{I}$ ) y poros. La **Figura 4.12** muestra el mecanismo propuesto para la formación de poros con las fases implicadas y las temperaturas de transformación.



**Figura 4.12** Mecanismo propuesto para la formación de porosidad para el sistema Al-Cu-Fe.

## CONCLUSIONES

Se eligieron 4 composiciones del diagrama de fases del sistema Al-Cu-Fe, con el fin de estudiar la formación de poros en dicho sistema. Las aleaciones elegidas fueron  $\text{Al}_{73}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{29}\text{Fe}_7$ ,  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$  y  $\text{Al}_{54}\text{Cu}_{39}\text{Fe}_7$ , las cuales se produjeron mediante fundición en un horno de inducción. Posteriormente, estas aleaciones fueron caracterizadas, química, física y estructuralmente. Finalmente, fueron sometidas a varios tratamientos térmicos a las temperaturas de 700 °C, 800 °C y 900 °C, con el fin de promover la porosidad.

De las aleaciones estudiadas la única que presentó porosidad después del tratamiento fue la  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ , la cual fue tratada a 800 °C, los poros obtenidos presentaron forma triangular con gran variación de tamaños. La interconexión entre poros hallada fue del tipo mixta-cerrada. Con respecto a las demás temperaturas de tratamiento térmico, por debajo de la temperatura trabajo no se produce porosidad (700 °C) y por encima se funde en su totalidad la aleación (900 °C).

Con los resultados obtenidos se pueden proponer las condiciones necesarias para formar porosidad en el sistema Al-Cu-Fe. En donde primero se debe tener una aleación con una relación muy estrecha entre la cantidad de Al y Cu a utilizar. Posteriormente, se debe fundir buscando siempre obtener estructuras del tipo de la aleación  $\text{Al}_{61}\text{Cu}_{32}\text{Fe}_7$ . Lo anterior conduce a que se lleve a cabo la formación de poros de la siguiente manera:

- a) La primera etapa ocurre a temperaturas cercanas a (580 °C), donde la reacción entre dos fases sólidas  $\theta\text{-CuAl}_2$  y  $\eta\text{-AlCu}$  producirá una fase líquida (Liq1). Como consecuencia de la fusión de dichas fases a baja temperatura.
- b) La segunda etapa se produce a temperaturas superiores a 720 °C, donde la fase líquida 1 reacciona con la fase sólida  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  para producir una fase I-icosaédrica y una segunda fase líquida (Liq2).

c) La última etapa ocurre a temperaturas cercanas a ( $760^{\circ}\text{C}$ ) donde, la reacción entre las fases I y Liq2 da lugar a una nueva estructura, que consiste en fases con alto contenido de Fe ( $\omega + \text{I}$ ) y poros. Dichas fases ricas en Fe son  $\omega\text{-Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y I-icosaédrica.

## **TRABAJO FUTURO**

Estudiar a las condiciones óptimas encontradas en el presente trabajo, otras composiciones del diagrama de fases AL-Cu-Fe. Con el fin de corroborar si lo propuesto referente al mecanismo de formación de porosidad se cumple.

Diseño de un nuevo crisol con diámetro interno de 2.5 cm para realizar la fundición a las condiciones manejadas en el presente trabajo de investigación. Esto se basa en lo observado experimentalmente, donde a ciertas condiciones y proponiendo otras composiciones se puede realizar porosidad In-Situ sin necesidad de realizar tratamientos térmicos.

**BIBLIOGRAFÍA**

- [1] J. BANHART. OVERVIEW SOLIDIFICATION SCIENCE. VOL. 52, p 22-27. (2000)
- [2] M. SUAREZ, I. FIGUEROA, G. GONZALEZ, G. RODRIGUEZ, O. NOVELO I. ALFONSO AND I. CALVO. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS. VOL. 585, p 318-324. (2014)
- [3] A. SOSNIK, PATENTE EUA 4099. p 961. (1948)
- [4] J. BANHART. PROGRESS IN MATERIALS SCIENCE. VOL. 46, p 559–632. (2001)
- [5] M. EISENMANN. METAL POWDER TECHNOLOGIES AND APPLICATIONS. ASM HANDBOOK. VOL. 7, p 1025-1035. (1998)
- [6] O. ANDERSEN, G. STEPHANI. METAL POWDER REPORT. VOL. 54, p 30. (1999)
- [7] M. KEARNS, P. BLENKINSHOP, A. BARBER, T. FARTHING. INT JOURNAL POWDER METALLURGY. VOL.24, p 59. (1988)
- [8] L. GIBSON, M. ASHBY. CELLULAR SOLID. EDITORIAL CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS. INGLATERRA (1997)
- [9] O. ANDERSEN, G. STEPHANI. METAL POWDER REPORT. Vol. 54, p 30. (1999)
- [10] R. MARTIN. PATENTE EUA 5 564 064. (1996)
- [11] S. KULKAMI, P. RAMAKRISHNAN. INT JOURNAL POWDER METALLURGY. VOL.24, p 41. (1973)
- [12] F. ARRANCE. PATENTE EUA 3 287 166. (1966)
- [13] M. BRAM, C. STILLER, H. BUCHKREMER, D. STOVER Y H. BAUER. ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. VOL.2, p 196. (2000)
- [14] G. FISCHER PATENTE EUA 3 052 967. (1962)
- [15] M. JACKEL. PATENTE ALEMANIA 3 210 770. (1983)

- [16] O. ANDERSEN, U. WAAG, L. SCHNEIDER, G. STEPHANI, B. KIEBACK. ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. VOL. 2, p 192 (2000)
- [17] C. LUNDSAGER. PATENTE ALEMANIA 2 459 475. (1975)
- [18] A. ZHEVNOVATZY, G. SHENBERG. SOVIET POWDER METALLURGY METAL CERAMIC. VOL. 2, p 95 (1965)
- [19] Y. KUBO, H. IGARASHI. PATENTE EUA 4 331 477. (1991)
- [20] G. WANG, M. DAHMS. MATERIALS TRANSACTIONS. VOL. 24A, p 1517. (1993)
- [21] L. KENNY, M. THOMAS. PATENTE INTERNACIONAL WO 94/09931. (1994)
- [22] C. BERRY. PATENTE EUA 3 669 654. (1972)
- [23] A. SIMONE, L. GIBSON. ACTA MATERIALIA. VOL. 46, p 3109 (1998)
- [24] V. SHAPOVALOV. PATENTE EUA 5 181 549. (1991)
- [25] A. SIMONE, L. GIBSON. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE. VOL. 32, p 451 (1997)
- [26] J. BAUMEISTE, J. BANHART Y M. WEBER. PATENTE ALEMANIA DE 4 426 627. (1997)
- [27] C. PARK, S. NUTT. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING. VOL. A288, p 288 (2001)
- [28] D. SCHWINGEL, W. SEELIGER, C. VECCHIONACCI, D. ALWES Y J. DITTRICH. ACTA ASTRONAUTICA. VOL. 61, p 326 (2007)
- [29] Y. YAMADA, K. SHIMOJIMA, Y. SAKAGUCHI, M. MABUCHI, M. NAKAMURA, T. ASAHINA, T. MUKAI, H. KANAHASHI Y K. HIGASHI. ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. VOL. 2, p 184 (2000)
- [30] PRODUCT INFORMATION OF ‘‘DUOCEL ([URLHTTP://WWW.ERGAEROSPACE.COM](http://WWW.ERGAEROSPACE.COM)), ERG INC. OAKLAND, USA. (1996)

- [31] H. WADLEY, N. FLECK Y A. EVANS. COMPOSITES SCIENCE AND TECHNOLOGY. VOL. 63, p 2331 (2003)
- [32] J. OSORIO, M. SUAREZ, R. GOODALL, G. LARA, I. ALFONSO E I. FIGUEROA. MATERIALS & DESIGN. VOL. 64, p 136 (2014)
- [33] X. WANG, Z. LI, Y. HUANG, K. WANG, X. WANG Y F. HAN. MATERIALS & DESIGN. VOL. 64, p 324 (2014)
- [34] E. LAVERNIA Y N. GRANT. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING. VOL. 98, p 381 (1988)
- [35] L. COHEN, W. POWER Y D. FABEL. MATERIALS AND ENGINEERING. VOL. 67, p 44 (1968)
- [36] RECEMAT, URL [HTTP://WWW.SEAC.NL](http://www.seac.nl), SEAC INTERNATIONAL B. V. NETHERLANDS. (1998)
- [37] E. PONKHASOV. PATENTE EUA 5 011 638. (1991)
- [38] INCOFOAM, URL [HTTP://WWW.INCO.COM](http://www.inco.com). INCO LTD, CANADA. (1998)
- [39] C. BRUNDLE, C. EVANS Y S. WILSON. ENCYCLOPEDIA OF MATERIAL CHARACTERIZATION. BUTTERWORTH-HEINENMANN. EUA (1993)
- [40] J. BANHART, H. STANZICK, L. HELFEN Y T. BAUMBACH. APPLIED PHYSICS LETTERS. VOL. 78, p 1152 (2001)
- [41] A. SASSOV. ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. VOL. 2, p 466 (2000)
- [42] M. FARALDOS Y C. GOBERNA. TÉCNICAS DE ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES. VOL. 39. ESPAÑA. (2011)
- [43] J. ALBELLA, A. CINTAS, T. MIRANDA Y J. SERRATOSA. TÉCNICAS DE PRERARACIÓN DE MATERIALES. CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS. ESPAÑA. (1993)

- [44] Y. LENG. MATERIALS CHARACTERIZATION, INTRODUCTION TO MICROSCOPIC AND SPECTROSCOPIC METHODS. WILEY SEGUNDA EDICIÓN. ALEMANIA (2013)
- [45] D. PAPADOPOULOS, I. KONSTANTINIDIS, N. PAPANASTASIOU, S. SKOLIANOS, H. LEFAKIS Y D. TSIPAS. MATERIALS LETTERS. VOL. 58, p 2574 (2004)
- [46] E. ANDREWS, G. GIOUX, P. ONCK Y L. GIBSON. INTERNATIONAL JOURNAL OF MECHANICAL SCIENCES. VOL. 43, p 701 (2001)
- [47] G. BURNS, A. M. GLAZER. SPACE GROUPS FOR SOLID STATE SCIENTISTS. SECOND EDITION. ACADEMIC PRESS, INC. EUA (1990)
- [48] C. GIACOVAZZO, H. L. MONACO, D. VITERBO, F. SCORDARI, G. DILLI, G. ZANOTTI, M. CATTI. FUNDAMENTALS OF CRYSTALLOGRAPHY, UNIVERSITY PRESS, INGLATERRA. (1992)
- [49] E. HUTTUNEN-SAARIVIRTA. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, VOL. 363, P. 150 (2004)
- [50] D. SHECHTMAN, I. BLECH, D. GRATIAS Y J. CAHN. PHYSICAL REVIEW LETTERS. VOL. 53, p. 1951 (1984)
- [51] J. DUBOIS. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A. VOL. 294, p. 4 (1999)
- [52] L. LITYNSKA, J. DUTKIEWICZ, K. STAN, W. WAJDA, L. DEMBINSKI, C. LANGLADE Y C. CODDET. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS. VOL. 643, p. 115 (2015)
- [53] P. ARCHAMBAULT, P. PLAINDOUX, E. BELIN-FERRÉ Y J. DUBOIS, IN: J.M. DUBOIS. QUASICRYSTALS, MRS SYMPOSIUM PROCEEDINGS, VOL. 553, p. 409. (1999)
- [54] U. KÖSTER, D. ZANDER, J. MEINHARDT, N. ELIAZ Y D. ELIEZER. PROCEEDINGS OF THE SIXTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON QUASICRYSTALS. SINGAPORE, p. 313. (1997)
- [55] C. JANOT. QUASICRYSTALS A PRIMER. OXFORD UNIVERSITY PRESS. WILEY. INGLATERRA. (1992)

- [56] F. FAUDOT, A. QUIVY, Y. CALVAYRAC, D. GRATIAS, M. HARMELIN, MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING. VOL. A133, p. 382-387 (2001)
- [57] J. GUI, J. WANG, R. WANG, D. WANG, J. LIU, F. CHEN. JOURNAL MATERIALS RESEARCH. VOL. 16, p. 1037-1046 (2001)
- [58] W. GALE Y D. BUTTS. SCIENCE AND TECHNOLOGY OF WELDING AND JOINING. VOL. 9, p. 283. (2004)
- [59] T. ZORC. WELDING, BRAZING AND SOLDERING, ASM HANDBOOK. ASM INTERNATIONAL. VOL. 6. (2000)
- [60] G. COOK III Y C. SORENSEN. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE. VOL. 46, p. 5305. (2011)
- [61] R. JOHNSON. WELDING JOURNAL. VOL. 60, P. 185. (1981)
- [62] E. LUGSCHEIDER, T. SCHITTNY AND E. HALMOY. WELDING JOURNAL. VOL. 68, p. 9. (1989)
- [63] W. GALE, Y. XU, X. WEN Y Z. ABDO. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A. VOL. 30A, p. 2723. (1999)
- [64] M. SHALZ, B. DALGLEISH, A. TOMSIA Y A. GLAESER: JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE. VOL. 28, P. 1673. (1993)
- [65] D. SORDELET Y J. DUBIOS. MATERIALS RESEARCH SOCIETY BULLETIN. VOL. 11, p. 34. (1997)
- [66] I. ALFONSO, G. LARA, G. GONZÁLEZ, L. BÉJAR, C. AGUILAR, I.A. FIGUEROA. MATERIALS LETTERS VOL. 174, p. 6. (2016)
- [67] V. RAGHAVAN. PHASE DIAGRAM EVALUATIONS: SECTION II. VOL. 26, p. 59. (2005)
- [68] M. SALVADOR, V. AMIGÓ, L. REIG, C. BLOEM, M. CARSI Y G. CARUANA. REVISTA DE METALURGIA. VOL. 43, p. 424. (2007)

- [69] M. SUAREZ, R. ESQUIVEL, J. ALCANANRA, H. DORANTES Y J. CHAVEZ. MATERIALS CHARACTERIZATION. VOL. 62, p. 917. (2011)
- [70] V. TCHERDYNTSEV, S. KALOSHKIN, E. SHELOKHOV A. SALIMON, S. SARTORI Y G. PRINCIPI. INTERMETALLICS. VOL. 13, p. 841. (2005)
- [71] E. HUTTUNEN. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS. VOL. 365, p. 150. (2004)
- [72] G. SONG, M. LEE, W. KIM Y D.H. KIM. JOURNAL OF NON-CRYSTALLINE SOLIDS. VOL. 297, p. 254. (2002)
- [73] M. GOGEBAKAN, B. AVAR Y M. TARAKCI. JOURNAL OF ALLOUS AND COMPOUNDS. VOL. 509, p.316. (2011)

## PRODUCCIÓN CIENTÍFICA

1. Production of Al foams using the SDP method: processing parameters and introduction of a new sintering device.  
Status: publicado.  
Revista: Journal of Mining and Metallurgy.
2. Improvement fo FEA estimations for compression behavior of Mg foams based on experimental observations.  
Status: publicado.  
Revista: Computational Materials Science.

## **PRODUCTION OF Al FOAMS USING THE SDP METHOD: PROCESSING PARAMETERS AND INTRODUCTION OF A NEW SINTERING DEVICE**

**J. H. Cadena<sup>a</sup>, I. A. Figueroa<sup>a\*</sup>, M. A. Suarez<sup>a</sup>, O. Novelo-Peralta<sup>a</sup>, G. González<sup>a,b</sup>,  
G.A. Lara-Rodríguez<sup>a</sup>, I. Alfonso<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Investigaciones en Materiales, México

<sup>b</sup> Laboratoire Procédés et Ingénierie Mécanique et Matériaux ENSAM, Paris, France

*(Received 28 January 2015; accepted 01 September 2015)*

### **Abstract**

*The processing of aluminum (Al) foams with maximum porosity of around 70 %, regular pore size and interconnected pores were successfully produced by means of the powder metallurgy method of Sintering Dissolution Process (SDP). The metal powder used for the present study was Al powder with 99.5 % of purity and diameters between 75 μm and 200 μm. The chosen Space Holder Particles (SHP) were spherical carbamide CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O particles with diameters ranging from 1 to 2 mm. The optimum sinterization temperature was found at 620 °C, at this temperature, a number of necks between Al particles surfaces were observed; indicating a good cohesion between Al particles, while keeping the porous structure of the green compact. The level of porosity was dependent of the carbamide content and the voids formed within the Al particles after the sinterization process. The sample with 60 wt.% of carbamide showed the lowest yield stress value than those for the samples with 40 and 50 wt.%. The strain values significantly increased when the carbamide content increased from 40 to 60 wt.%. Finally, the results obtained from a new sintering device for producing metallic foams at temperatures below 900 °C are also discussed.*

**Keywords:** Aluminum foams; Cellular metals; Powder metallurgy; Sintering dissolution process

### **1. Introduction**

In recent years, the interest in metallic foams has widen for several industrial applications, as the properties obtained as a result of the combination of their cellular structure and metallic properties are found to be rather attractive [1]. The most common application, in particular for Al-foams, includes crash impact absorbers, noise reduction systems and lightweight panels for automotive industry; heaters and heat exchangers, fluid filters, catalysis supporters among others for functional industry and some application in aerospace and biomedical industries [1-3]. This range of applications of, in particular, Al-foams is obtained for its good mechanical properties combined with low weight [4].

There are a number of processing-routes developed to produce metallic foams, however, they can be grouped mainly in the following categories: 1) according to the nature of metal (liquid and solid), 2) melt-foaming agents, 3) powder-space holders, 4) investment casting and 5) melt infiltration [5- 6]. In order to produce open-cell structures is necessary the employ of internal removable patterns or space holders [5-11]. The application of materials with

sacrificial functions in other areas, such as surface engineering has been reported, here sacrificial coatings and its effect on the Al-Al<sub>3</sub>Ni ultrafine eutectic formation was investigated [12]. However, the present author have reported the formations of highly porous metallic foams without the use of such removable patterns or foaming agents, for alloys with specific characteristics [13].

In the powder method, called Sintering and Dissolution Process (SDP), metallic powder and a water-soluble phase are mixed and mechanically compacted to produce a double-connected structure of both phases (metal and space holder, SH). Then the compact is sintered at temperature close or above the melting point of the metallic phase to produce a net-shape structure with bonded particles. Finally, the water-soluble phase is removed by leaching the compact to produce open-cell metallic foams. The advantages of this process are that the porosity of final foam is closely fixed and can be modified by adjusting the water soluble/metallic particles volume ratio in the powder compact [1, 14]. In this process, there are a number of parameters that affect the final structure of the foam produced, which can be associated to: 1) materials (morphology, composition,

---

\* Corresponding author: [iafigueroa@unam.mx](mailto:iafigueroa@unam.mx)

etc.), 2) compaction process (pressure and time), and 3) sinterization conditions (time, temperature and atmosphere). From the above, an adequate control of such parameters is essential in order to obtain foams with the advantages that this process offers. From this, the aim of this work is to analyze the effect of SH diameter, SH concentration and the sintering temperature on the formation of Al foams, and their respective effect on the mechanical properties. The introduction of a sintering device for producing metallic foams at temperatures below 900 °C will be also presented.

## 2. Experimental

The materials employed for the processing of metallic foams were gas atomized Al powder with irregular shape, particle size in the range of 75–200  $\mu\text{m}$  (Figure 1a) and a purity of 99.5 %. For the space holder, spherical carbamide granulates provided by Sigma-Aldrich with 99 % of purity and particle sizes ranging from 1 to 2 mm were used (Figure 1b). To obtain the Al/carbamide green compact, these materials were mixed using a double cone mixer during 15 minutes. With the aim of ensuring good adhesion among Al powders and carbamide granulates, 2 vol.% of ethanol was sprayed onto the carbamide granulates before the mixing stage in order to obtain a sticky surface. Then, the mixture was poured into the steel mold and then, it was uniaxially compacted to produce cylindrical samples of around 13 mm in diameter and around 15 mm in length. The pressure used for the compaction stage of the Al/carbamide mixture was 300 MPa, for all samples. The carbamide content of the green compact was dissolved by immersion in a gently stirred water bath at 25 °C during two hours. It is worth mentioning that dissolution process was carried out before the sintering process.

For the sintering process, in this work we are proposing a new device that could be used for producing aluminum foams and other metals with sintering temperatures below 900 °C. With the use of this device, it is intended to get the maxima advantages that DSP provides. Figure 2 shows the home-manufactured device used for this research. This consists on the following parts: (a) stainless steel (*ss*) chamber rounded by an *ss* tube spiral, (b) a valve system for controlling the vacuum and gas injection, (c) a graphite flexible seal and (d) a heating system, which could be an electrical resistance furnace or a heating device with vertical chamber. The latter component could be part of the device or could be external.

The sample is located inside of the *ss* chamber, as shown in Figure 2. The bottom part of this chamber is attached to the top part, and sealed with the flexible

graphite seal. Once this process has been completed, the vacuum valve is opened until a pressure of  $6 \times 10^{-2}$  torr is reached. After this, five purges with high purity Ar are carried out. Then, a constantly controlled Ar flow is introduced through the *ss* spiral, being heated during its trajectory from the top of the device to the inlet, which is located at the bottom of the equipment. The combination of the Ar flow and the spiral setup not only minimizes the amount of oxygen inside the chamber, but also it keeps the sample at the desired temperature, and takes away all the fumes produced during the sintering process, leaving a clean and inert atmosphere surrounding the sample. Finally, the green compacts were sintered at temperatures from 600 °C to 660 °C (with increments of 20 °C in each experiment) in order to determine the optimum sinterization temperature,  $T_s$ . The process treatment at 660 °C was only taken for temperature control purposes.

The foam relative density,  $\rho$ , and its porosity,  $P_p$ , were determined through the equations (1) and (2) [14, 15], respectively.

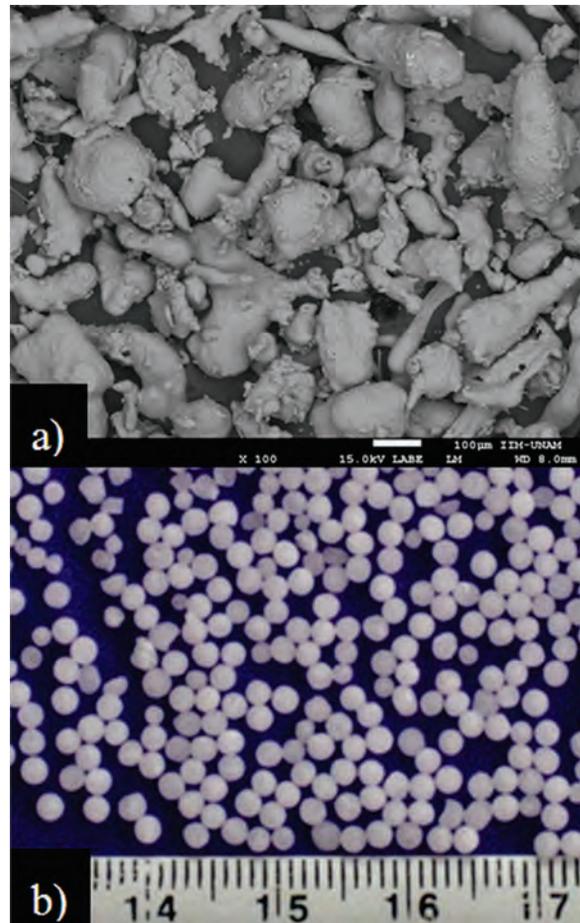


Figure 1. a) SEM micrographs of the Al powders and b) image of the carbamide

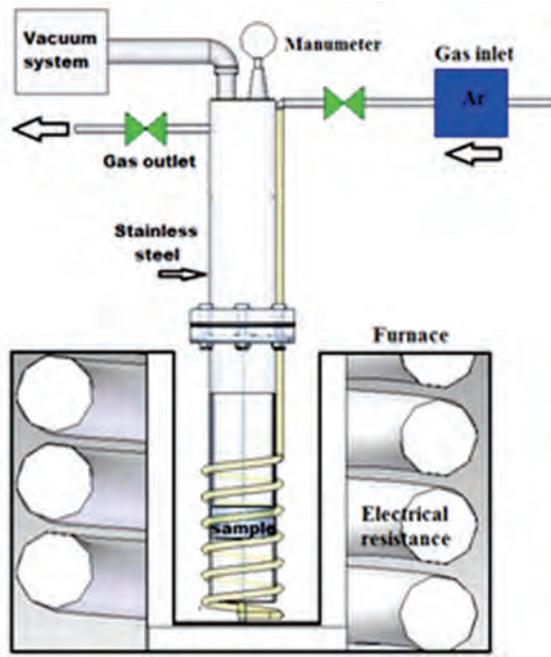


Figure 2. Proposed sintering device

$$\rho = \frac{V_{Al} \cdot \rho_{SH}}{V_{Al} \cdot \rho_{SH} + (1 - V_{Al}) \cdot \rho_{Al}} \quad (1)$$

$$P_f = (1 - (\rho_f / \rho_{Al})) \cdot 100 \quad (2)$$

Where,  $\rho$  is the theoretical relative density of the foam,  $\rho_{Al}$  is the Al density,  $V_{Al}$  is the Al volume fraction in the mixture,  $\rho_{SH}$  is the carbamide density and  $\rho_f$  is the foam density. The densities of green compact and foams were determined using the conventional equation  $\rho = m/V$  ( $m$ =mass,  $V$ =volume). The pore size and distribution of the Al-foams was analyzed using stereomicroscope Olympus SZX16. Field Emission Scanning Electron microscope Jeol JSM-7600F was used to observe the neck formation between Al particles and the pores interconnection. Finally, the mechanical properties of the specimens were measured by means of standard compression tests using an Instron 1125-5500R testing machine with a crosshead speed of 0.1 mm/min.

### 3. Results and discussion

#### 3.1. Analysis of the sintering temperature effect

As expected, at a sintered temperature of 660 °C the individual Al-particles melted down during the process, the structure of the foam completely collapsed, forming a solid ingot. When the sintering temperature was reduced down to 640 °C, the Al foam sample partially collapsed, as this temperature is rather close to the Al melting temperature. Here, the Al particles were mostly consolidated, forming much

larger particles or clusters and few necks between the initial Al particles were observed. This can be attributed to the sintering temperature, which softens the Al powders, given place to the formation of such clusters. It is worthy of note that the number of interparticles pores also dropped drastically (Figure 3a). The partly collapsed Al foam shown in Figure 3a corresponds to the sample with 60 wt.% of carbamide.

At 620 °C a number of necks between Al particles surfaces were observed, indicating a good cohesion between Al powders (Figure 3b). At this sintering temperature, the porous structure resembles that of the green compact. This fact can be observed in the resulting foam shown in Figure 3b. From these results, it can be suggested that 620 °C can be considered as the optimum sinterization temperature, for at least, the experimental conditions reported in this work. Finally when the sintering temperature was dropped down to 600 °C the cohesion between the Al powders was poor, as observed in Figure 3c, and the foam structure tended to crumble apart at low stresses (i.e. when handling the Al foam sample).

#### 3.2. Analysis of the space holder concentration

Figure 4a shows the structure of the Al foam with 40 wt.% of carbamide obtained using the optimum sintering temperature (620 °C). From this figure, the foam presented a deficient open interconnection between pores and the existence of blocking walls between pores, reducing the possibility to produce an open-cell foam structure. With the increment of the carbamide concentration, up to 50 wt.% (Figure 4b), the interconnection of the foam also increases (with four pores interconnected). Finally, the foam with 60 wt.% of carbamide (Figure 4c) presented the highest increment of the interconnection, practically, with all pores interconnected. For 50 wt.% and 60 wt.% an open-cell foam structure was obtained.

In terms of the microstructure, these results indicate that the optimal concentration of carbamide (for the present size) to produce open-cell metallic foams is 60 wt.%. Green compact samples with contents of 40 and 50 wt.% of carbamide are not suggested for the production of Al-foams with good interconnected pores, under the conditions proposed in this work. At lower carbamide contents than the reported here, the pores interconnections are totally blocked, and at higher carbamide contents, the network of metallic foams collapses during the dissolution process. On the other hand, the metallic particle sizes used in the manufacturing of Al-foams promotes the formation of micropores, which increased, slightly, the foam porosity (Figure 3b). The analysis of relative density (Absolute Density: expresses the magnitude of mass and volume of a

substance and Relative Density: is the ratio between the density and density of the other reference substance is a dimensionless number) is important in order to understand the lightweight properties. The values of relative density also give an idea of the foam porosity and the interconnection type between the Al particles. Figure 5a shows the behavior of relative density as function of Al concentration for two sizes of carbamide granulates and two different sintering temperatures. As it can be observed, the relative density decreases, as does the Al concentration, ensuring the formation of foams with an open pore structure. On the other hand, the observed decrement of the relative density could be associated to the large carbamide particles size, with respect to the size of Al powder, which promotes this level of porosity. The experimental relative density values are lower than theoretical ones; this is attributed to the size and shapes of Al particles, in addition to the bonding/union between them, during that sinterization step. Figure 5b shows that the experimental values of porosity, for all compositions, are higher when compared to the theoretical one. It is though, that this behavior is due to the sum of the porosity left by the space holder and the small amount of porosity caused

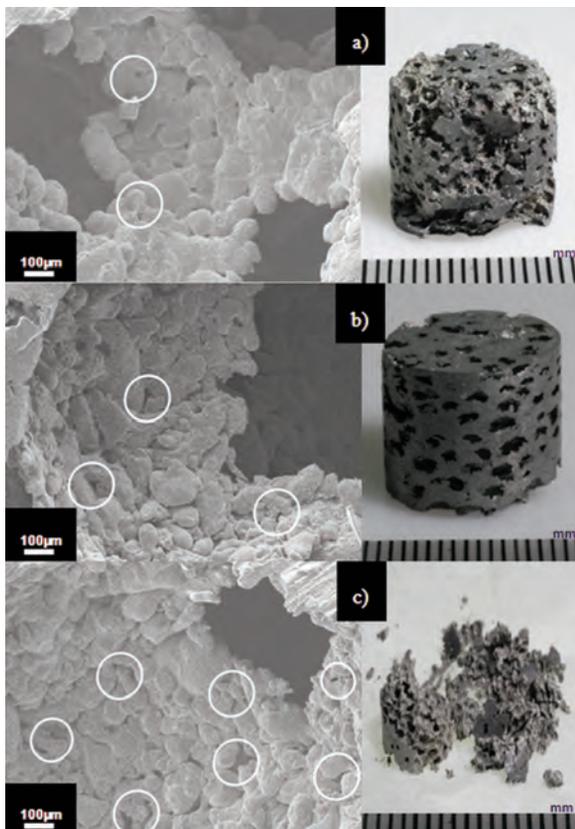


Figure 3. Al foam images a) sintered at 640°C, b) sintered at 620°C and c) sintered at 600°C

by the Al spheres/particles packing (space produced between Al particles during the compaction). Although the vast majority of the porosity produced was attributed to the carbamide particles.

From the above, it can be concluded that the foams manufactured with carbamide contents of 60 %, exhibited porosity about 70 % and the high  $P_f$  value is essentially caused by two contributions: a) The

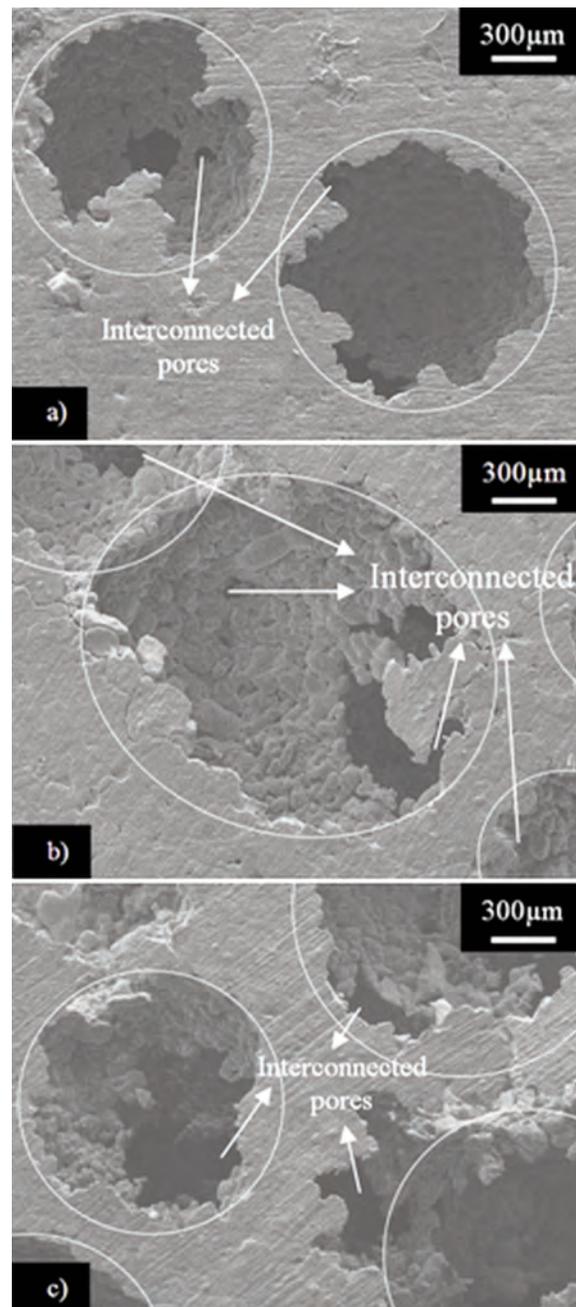


Figure 4. Scanning Electron Microscopy secondary electrons images of metallic foams series containing: a) 40 wt.%, b) 50 wt.% and c) 60 wt.% carbamide

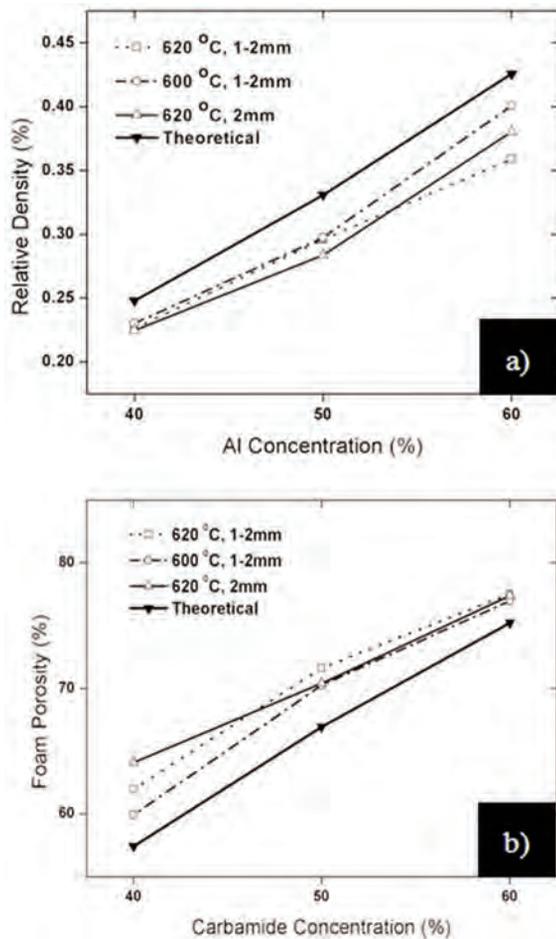


Figure 5. a) Relative density and b) porosity of Al foams after the sinterization process and cleaning, as a function of the Al concentration and carbamide content respectability

carbamide content, which generates the porosity after the dissolution, and b) The voids formed within the Al particles after the sinterization process due to the low packing efficiency of the such particles.

### 3.3. Mechanical behavior

Figure 6 shows the stress ( $\sigma$ ) strain ( $\epsilon$ ) curves for the foams containing 40, 50 and 60 wt.% of carbamide. For the foam of 60 wt.% the typical mechanical behavior of foamy metallic materials is observed, here three zones are clearly identified: Elastic deformation (Zone I); plateau (Zone II), where the cell edges are yielding plastically in bending; and densification (Zone III), where the structure compacts and stress rises. The behavior of the  $\sigma - \epsilon$  curves did change, depending on the carbamide content. In the case of the sample with the minimum amount of carbamide, the behavior of the  $\sigma - \epsilon$  curve is more closely related to that of solid aluminum, since the porous concentration is

not as high as the samples with carbamide content above 50 %. From this, the blocking walls are very large and the mechanical behavior in compression of aluminum predominates. As the concentration of carbamide increases, the slope of plateau decreases as a result of the plastic deformation of such blocking walls. Besides, the instability of serrated edges observed in zone II for all foams is also attributed to the continuous or progressing collapsed of the blocking walls.

From the same Figure 6, the compression stress for densification ( $\sigma_r$  in Zone III) increased slightly from  $\sigma_r = 22$  MPa to  $\sigma_r = 24$  MPa, for the samples with 40 and 50 wt.% of carbamide, respectively. The inverse behavior is shown when the carbamide content is increased up to 60 wt.%, where it drops down to 12 MPa. It is thought that the maximum  $\sigma_r$ , obtained for the sample with 50 % of carbamide, could be attributed to the combination of the blocking walls size and the good sinterization between Al particles. The strain values significantly increased when the carbamide content increased from 40 to 60 wt.%. Similar behavior was also observed in Zone II, where, if the stress is kept at certain value, the strain is drastically increased as the carbamide content increases. At 60 % of carbamide, the number of blocking walls increases leading an increment in the plastic behavior of the sample, but the blocking walls are too thin and easily break up. In contrast, in the sample with 40 % of carbamide, the blocking walls are much thicker, reducing the plastic deformation. As expected, the sample with 60 wt.% of carbamide showed a lower yield stress value than those for the samples with 40 and 50 wt.% (Zone I). A plausible explanation for

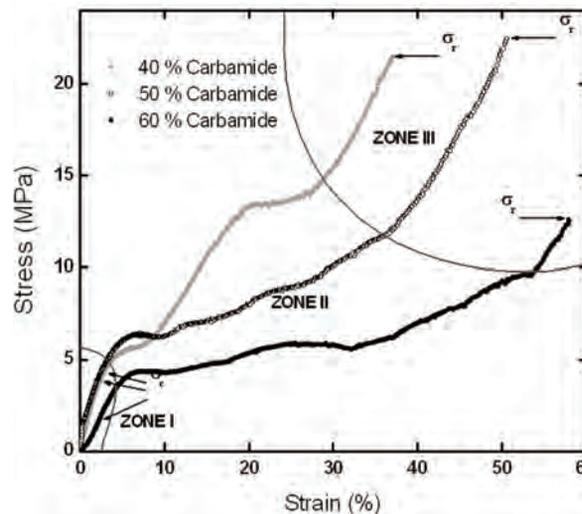


Figure 6. Stress vs strain plots for uniaxial compression tests for Al foams compacted at 300 MPa and sintered at 620 °C, containing from 40 to 60 wt.% of carbamide

this behavior could also be given in terms of the thickness of the walls formed during the sinterization, as mentioned above. However, on the other hand, the mechanical behavior could be improved with the small additions of Sn or Mg powders [17, 18].

#### 3.4. Effect of the proposed sintering device

The proposed sintering device probed to be rather effective for sintering, in this case, Al foams. It is thought that the highly controlled atmosphere that the design/introduction of such device does allow, prevented the oxidation of the metal powder in such fashion that even at high temperatures the resulting aluminum oxide of the Al foam came from the ROW material, although further investigation is required to confirm this assumption. It is believed that the purpose of adapting the ss tubing spiral to the main device, i.e. introducing Ar for bottom and taking it away from the top, did help to carry all the fumes and gases produced during the sintering process out of the device, preventing the contamination of the sample that is being sintered. Therefore, by using the proposed device, the sinterization process of the Al powders could be carried out under a fully controlled atmosphere.

#### 4. Conclusions

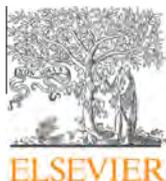
Metallic foams with SH concentrations between 40 and 60 wt.% of carbamide were successfully produced with the use of the proposed original device, through the powder metallurgy method known as sintering and dissolution process (SDP). The sinterization temperature of 620 °C was found to be the optimum process temperature to produce Al foams with good metallurgical bond among its constituent metallic particles. The foams manufactured with carbamide contents of 60 %, exhibited porosity  $\geq 70$  %. The high  $P_f$  value obtained was probably caused by the carbamide content and the voids formed within the Al particles after the sinterization process. The maximum,  $\sigma_f$ , values were obtained for the sample with 50 % of carbamide, this was attributed to the combination of the blocking walls size and the good sinterization between Al particles. The strain values significantly rises when the carbamide content increased from 40 to 60 wt.%. The sample with 60 wt.% of carbamide showed the lowest yield stress value of the Al foams produced. It is thought that this behavior is due to the thickness of the Al particles walls, which were produced during the sintering process. With the proposed sintering device it was possible to control, efficiently, the temperature and the atmosphere during the sintering stage.

#### Acknowledgements

The authors would like to acknowledge the financial support from SENER-CONACYT 151496 and SEP-CONACYT 178289 for funding the project. A. Tejada, J. J. Camacho, J. Morales-Rosales, E. Hernandez, M. Garcia de León, D. Cabrero, R. Reyes and C. Flores are also acknowledged for their technical support.

#### Reference

- [1] R. Surnace, L. A. C. De Filippis, A. D. Ludovico, G. Boghetich. *Mater Des.*, 30 (2009) 1878-1885.
- [2] G. J. Davies, S. Zhen. *J Mater Sci.*, 18(1983) 1889-1911.
- [3] J. Banhart. *Prog Mater Sci.*, 46 (2001) 559-632.
- [4] L. J. Gibson, M. F. Ashby. *Cellular solids: Structure and Properties*. Cambridge University Press, Cambridge, UK 1997 p 2-11. 283-306.
- [5] N. Michailidis, F. Stergioudi. *Mater Des.*, 32 (2011) 1559-1564.
- [6] J.O. Osorio-Hernández, M.A. Suarez, R. Goodall, G.A. Lara-Rodriguez, I. Alfonso and I.A. Figueroa. *Mater Des.*, 64 (2014) 136-141.
- [7] Y. Y. Zhao, T. Fung, L. P. Zhang, F. L. Zhang. *Scr Mater.*, 52 (2005) 295-298.
- [8] A. Irretier, J. Banhart. *ActaMater.*, 53 (2005) 4903-4917.
- [9] B. Matijasevic, J. Banhart. *Scr Mater.*, 54 (2006) 503-508.
- [10] S. Yu, J. Liu, M. Wei, Y. Luo, X. Zhu, L. Yaohui. *Mater Des.*, 30 (2009) 87-90.
- [11] M. F. Ashby, A. Evans, N. A. Fleck, L. J. Gibson, J. W. Hutchinson, H. N. G. Wadley. *Metal foams: a design guide*. Butterworth-Heinemann, USA 2000 p. 6-20. 40-60.
- [12] L. Čelko, L. Klakurková, B. Smetana, K. Slámečka, M. Žaludová, D. Huid, J. Švejcar. *J. Min. Metall. Sect. B-Metall.* 50 (1) B (2014) 31 - 36.
- [13] M. A. Suarez, I. A. Figueroa, G. Gonzalez, G. A. Lara-Rodriguez, O. Novelo-Peralta, I. Alfonso, I. J. Calvo. *J Alloycompd.*, 585 (2014) 318-324.
- [14] Y. Zhao, F. Han, T. Fung. *Mater Sci Eng.*, 364 A (2004) 117-125.
- [15] Y. Y. Zhao, D. X. Sun. *Scr Mater.*, 44 (2001) 105-110.
- [16] H. Bafti, A. Habibolahzadeh. *Mater Des.*, 31 (2010) 4122-4129.
- [17] A. Yan, L. Chen, H. S. Liu, F. F. Xiao, X. Q. Li. *J. Min. Metall. Sect. B-Metall.*, 51 (1) B (2015) 73-79.
- [18] I.A. Figueroa, O. Novelo-Peralta, M.A. Suárez, G.A. Lara-Rodríguez. *J. Min. Metall. Sect. B-Metall.* 49 (3) B (2013) 293 - 297



# Improvement of FEA estimations for compression behavior of Mg foams based on experimental observations



J.H. Cadena<sup>a</sup>, I. Alfonso<sup>a,\*</sup>, J.H. Ramírez<sup>b</sup>, V. Rodríguez-Iglesias<sup>b</sup>, I.A. Figueroa<sup>a</sup>, C. Aguilar<sup>c</sup>

<sup>a</sup> Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior SN, Cd. Universitaria, Del. Coyoacán, México D.F. C. P. 04510, Mexico

<sup>b</sup> Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma del Carmen, Campus III, Avenida Central S/N, Esq. con Fracc. Mundo Maya, Ciudad del Carmen, Campeche C. P. 24115, Mexico

<sup>c</sup> Departamento de Ingeniería Metalúrgica y Materiales, Universidad Técnica Federico Santa María, Av. España 1680, Casilla 110-V, Valparaíso, Chile

## ARTICLE INFO

### Article history:

Received 6 February 2014

Received in revised form 25 April 2014

Accepted 29 April 2014

Available online 24 May 2014

### Keywords:

Foam

Mg

FEA

Simulation

Compression

## ABSTRACT

This work reports the comparative compression behavior between Finite Element Analysis (FEA) estimations and experimental results, for Mg foams with regular pore size and porosities ranging from 25% to 45%, obtained by means of powder metallurgy. Results showed an important decrease in the Young's modulus as the porosity increases for both, the experimental results and FEA estimations. Due to the presence of interconnected pores and additional porosity for the manufactured foams, a correction equation was introduced to the predictions to avoid mismatched results originated from the differences between the foams and the FEA models. Estimations obtained using this equation were in good agreement with the experimental results, showing that the use of FEA is an interesting tool for predicting the mechanical properties of metallic foams before the design and fabrication, even when the modeled pore network presents important differences compared to the foam experimentally produced.

© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.

## 1. Introduction

In the last two decades metallic foams have been developed for use as new functional materials, since these materials present a unique combination of physical and chemical properties derived from their structure [1]. Metallic foams show increasing potential for applications in a wide range of structural and functional products, due to their exceptional mechanical, thermal, acoustic, electrical and chemical properties [2–4]. These materials can be manufactured by a wide variety of methods, including processes with the metal in solid, liquid and gaseous states. Commonly used methods based on the solid and liquid states involve the incorporation of a removable space holder phase. Two of the most important methods are the infiltration of liquid metal and conventional powder metallurgy (PM) [5,6]. Zhao and Sun [7] developed a technique for manufacturing open-cell foams at low cost using the PM route, known as the Sintering and Dissolution Process (SDP). The SDP has been used to date to obtain mainly aluminum (Al) foams, which show good properties and interconnected pores. It is worth noting that, at present, and due to the difficulty of working with Mg powders (such as their pyrophoric nature when small), only a few papers have reported the successful production of Mg foams

through such methods [8,9]. It is very important to have predictions of the foam mechanical behavior before their fabrication in order to optimize the design process depending on the desired properties and applications. The importance of these predictions is high for the analysis of new products, like Mg foams obtained by SDP. One of the methods used to predict foams properties is the Finite Elements Analysis (FEA), also used for the study of nano-structured materials, composites, granular materials, etc. FEA is very useful to analyze foams due to its modeling capability, being able to model different geometries and analyze their effect on the mechanical properties. Different reports [10–13] have used a wide variety of pore models for the analysis of the foams, mainly to study the compressive mechanical properties, showing that almost all models and simulations over-predict the foam strength for connected or interconnected pores. For foam models based on finite element analysis, the validity of the predictions depends on the proximity of the model to the real foam topology. This fact has led to investigate new models and modifications, in order to obtain results in better agreement with the experimental results than those obtained using conventional models. These new models have a good potential for designing and developing foams for practical engineering parts. In the present work, the SDP route is employed to obtain magnesium (Mg) foams with regular pore size using Mg powders and space holder diameter sizes much larger than those reported in the literature. It is important to predict the foams behavior before their manufacture, in order to obtain a better

\* Corresponding author. Tel.: +52 5556223857.

E-mail address: [ialfonso@unam.mx](mailto:ialfonso@unam.mx) (I. Alfonso).

approach to the microstructure and a good correlation porosity-properties. Based on the above, the objective of the present work is to analyze by FEA the effect of the porosity on the compressive behavior of Mg foams. The comparison of the obtained predictions with the experimental results for foams produced by the SDP route and the introduction of a correcting equation in order to obtain more accurate results will also be assessed.

## 2. Experiment and calculation

The FEA models used in this work for the analysis of Mg foams were led by the necessity of comparing the estimations and experimental results. Before the selection of the Mg foam models, in order to obtain a better prediction of the real microstructures, it is important to know about the characteristics of the manufacturing process. This process consisted on obtaining Mg foams with different porosities by means of powder metallurgy with a space holder. The metal powder used for processing the foams was Mg (99.5% purity, Alfa Aesar) with diameters ranging from 400  $\mu\text{m}$  to 500  $\mu\text{m}$ . Spherical carbamide ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ ) granules (99% purity, Sigma Aldrich) with diameters in the range from 1 mm to 2 mm were selected as the Space Holder Particles (SHP). With the aim of ensuring good adhesion of Mg powders, ethanol 2 vol.% was sprayed on carbamide particles before the mixing stage to obtain a sticky surface. Then, the mixture was introduced into a steel mold and uniaxially pressed to produce cylindrical compacts with  $13.0 \pm 1.0$  mm in diameter and  $15.0 \pm 1.0$  mm in length. The pressure used for the compaction stage was 300 MPa for all samples. The carbamide fraction of the green compact formed at this stage was dissolved by immersion in a water bath at 25  $^\circ\text{C}$  for 1 h, revealing the spherical pores. Finally, the sintering process was carried out at 620  $^\circ\text{C}$  under an Ar atmosphere. The microstructures of the obtained foams were characterized by Scanning Electron Microscopy (Jeol JSM 7600F, operated at 20 keV) to determinate the pore size, the quality of the metallurgical bond between the metallic powders and the interconnection of the pores. The Young's moduli of the specimens, measured by means of compression tests, were conducted on an Instron 1125-5500R materials testing machine with a crosshead speed of 0.1 mm/min, according to the ASTM E9-09. The porosities of the foams were designed to be 25%, 35% and 45%, obtained mixing Mg and carbamide in proportions of 80–20, 70–30 and 60–40 (in wt.%), respectively. The real foam porosity,  $P_f$ , was determined through the following equation [7]:

$$P_f = (1 - \rho_f) / \rho_{Mg} \quad (1)$$

where,  $\rho_{Mg}$  is the Mg density and  $\rho_f$  is the foam density. Carbamide and Mg densities are 1.34 and 1.74  $\text{g}/\text{cm}^3$ , respectively. The densities of the foams were determined using the conventional equation for density, while the volumes were measured by the Archimedes principle.

In order to generate FEA models that simulate the specimens used for the compression tests, the above manufacturing process was taken into account, and the models consisted on cylindrical specimens of 13 mm in diameter and 15 mm in length, with porosities of 25%, 35% and 45%. ANSYS 14.5 FEA software was employed for modeling and theoretical calculations. It is worth noting that the FEA model included spherical pores of 1.5 mm in diameter and homogeneously distributed as per the sample experimental condition. For the case of 45%, the model presented interconnected pores along the  $x$ - $y$  plane. The quantity of pores and the distance between them were determined according to the desired total porosity. Fig. 1a–c shows the modeled cylindrical foams with porosities from 25% to 45%.

The Young's moduli of the metallic foams with different porosities were uni-axially estimated when applying equivalent

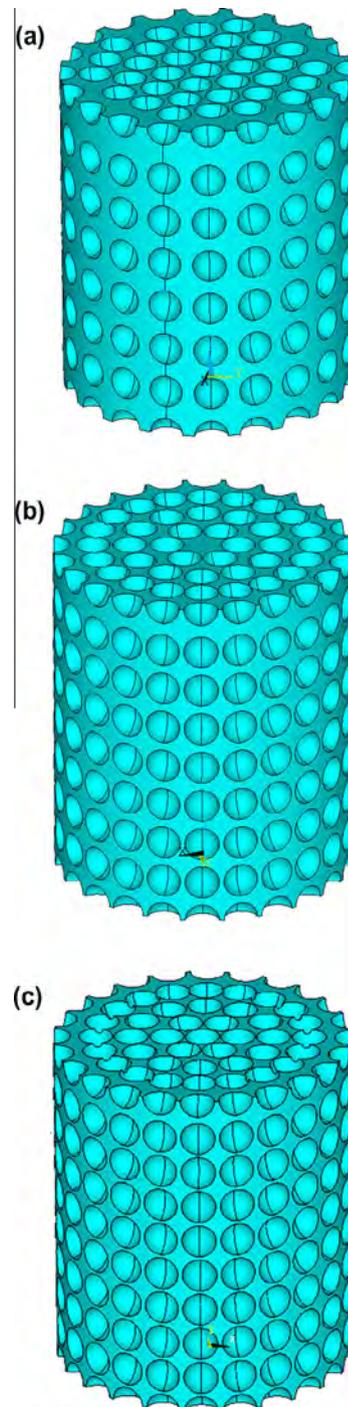


Fig. 1. Finite element models using ANSYS, for the Mg foams with porosities of (a) 25%, (b) 35% and (c) 45%.

compressive stresses on the upper end nodes of the cylindrical specimens. The simulated linearly elastic mechanical compressive testing was compared to experimental measurements. The SOLID187 3-D 10-node tetrahedral structural solid element was employed for meshing with an element size of 0.00025 mm. This element is well suited to modeling irregular meshes, such as those produced for porous materials. The coupled-node boundary condition (keeping the nodes in the same plane) was used for the upper face of the cylinder. This condition is applied, since the presence of pores particles provokes un-even surfaces, and therefore, the deformation measurement was difficult to define. Young's modulus can be

obtained from the response of the compression test, and along the z-axis ( $E_z$ ) it can be determined by:

$$E_z = \frac{\sigma_z}{\varepsilon_z} \quad (2)$$

where  $\sigma_z$  and  $\varepsilon_z$  are the stress and the strain in z-axis, respectively. The displacement of the cylinder in z-axis ( $u_z$ ) is measured from the FEA estimations, and used for the strain determination:

$$\varepsilon_z = \frac{u_z}{L_z} \quad (3)$$

where  $L_z$  is the original height of the cylindrical specimen. The Young's modulus (1.5 GPa) and Poisson's Ratio (0.29) used for simulations were obtained from the results of the compressive test of a specimen sintered without space holder particles.

### 3. Results and discussion

Fig. 2a–c shows SEM micrographs of the experimentally obtained foams with different porosities. As it can be observed, the foams present pores not only produced by the SHP (both connected and not connected pores) but also additional porosity associated to the sintering process of Mg particles (interparticle porosity). These additional pores increase the total porosity values of the foams. The regions enclosed by the black circles display the approximate dimensions of the spherical carbamide employed to produce the foams, matching with the pores size. Fig. 2a (80% Mg – 20% carbamide) and b (70% Mg – 30% carbamide) show separated cells with low pore interconnectivity, while Fig. 2c (60% Mg – 40% carbamide) shows a significant increase in pores interconnectivity. These results show that the modeled porosities are mismatched to the experimental results, fact that this could significantly modify the predictions obtained by the FEA models. The real porosities of the experimentally produced foams (obtained using Eq. (1)) were 31%, 42% and 51%, while their densities were 1.18, 1.07 and 0.94 g/cm<sup>3</sup>, respectively.

The graphical response of the models to the distributed applied loads for the foams with different porosities can be observed in Fig. 3a–c. This figure shows that total displacement is directly proportional to the porosity. Maxima displacements from the initial size increased from 1% to 1.7% when the porosity increased from 25% to 45%. These results were used to determine Young's moduli (Eqs. (2) and (3)).

The FEA estimated results and experimental values for the Young's moduli are compared in Table 1. The results for the specimen sintered without SHP are also shown. As observed, the Young's moduli significantly decreases when porosity increases in a similar way for both, predictions and experimental values. The Young's modulus for the experimental foam with a porosity of 25% is 0.79 GPa, decreased down to 0.29 GPa for the foam with a porosity of 45%. For the specimen without induced porosity (Mg particles without SHP), the estimation and experimental value were found to be very close, i.e. 1.57 and 1.50 GPa, respectively. The resulting small relative error (4.38%) could be attributed to the fact that the modeled topology is close to the real one, with no additional pores. Because of the presence of the above-mentioned additional pores, the relative errors between estimations and experimental values significantly increased for the foams with higher porosities. The maximum relative error (105.17%) was obtained for the foam with the highest porosity, showing that the selected models were not accurate enough, as the experimental porosities were slightly higher than the expected (modeled).

After the comparative analysis of the results obtained so far, a correction equation that minimizes the errors due to the presence of porosity higher than modeled was introduced. The proposed equation for correcting the estimated Young's modulus ( $E_f$ ) is

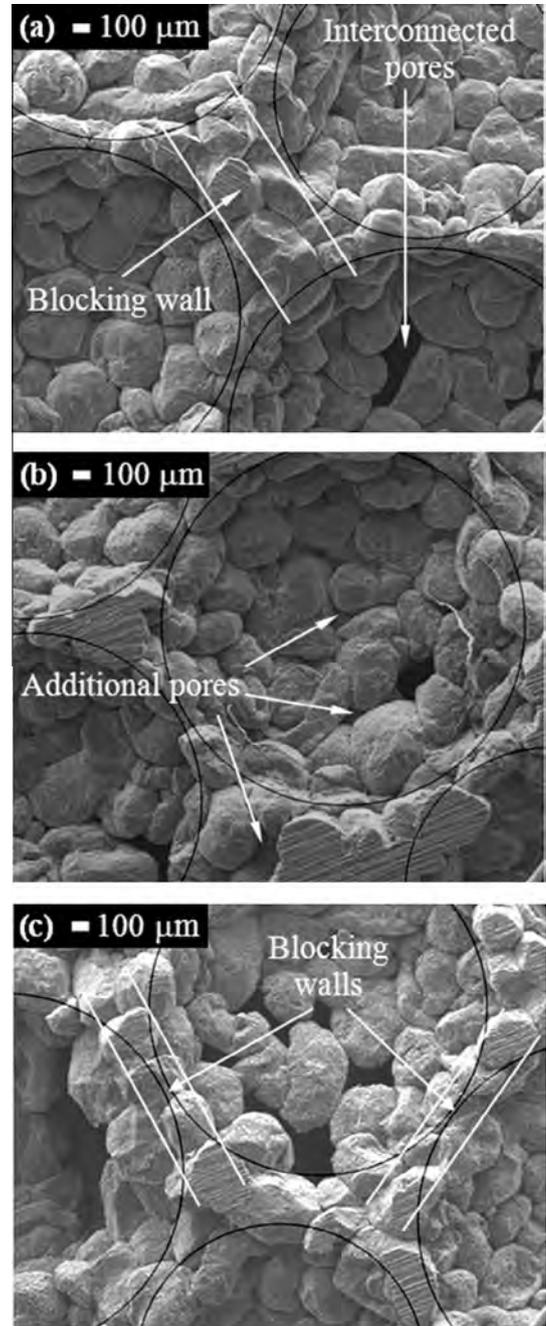


Fig. 2. Scanning Electron Microscopy images of the metallic foams obtained using different Mg- carbamide proportions (a) 80–20%, (b) 70–30% and (c) 60–40%.

shown below. This includes the Young's modulus estimated using FEA, and is dependent of the modeled porosity:

$$E_f = E_s \left( \frac{e}{\phi} \right)^{1/2} \quad (4)$$

where  $E_s$  is the Young's modulus estimated using FEA,  $e$  is the relative error between modeled and real porosities, and  $\phi$  is the porosity used in the FEA model. This equation was obtained using the trial and error method, taken into account that we observed that for all the studied foams the ratio between modeled and real porosities remained almost constant (0.8, approximately), decreasing their relative errors ( $e$ ) when the porosity ( $\phi$ ) increased. We also observed that relative errors for the Young's moduli estimated using FEA significantly increased for high porosities. That is why we

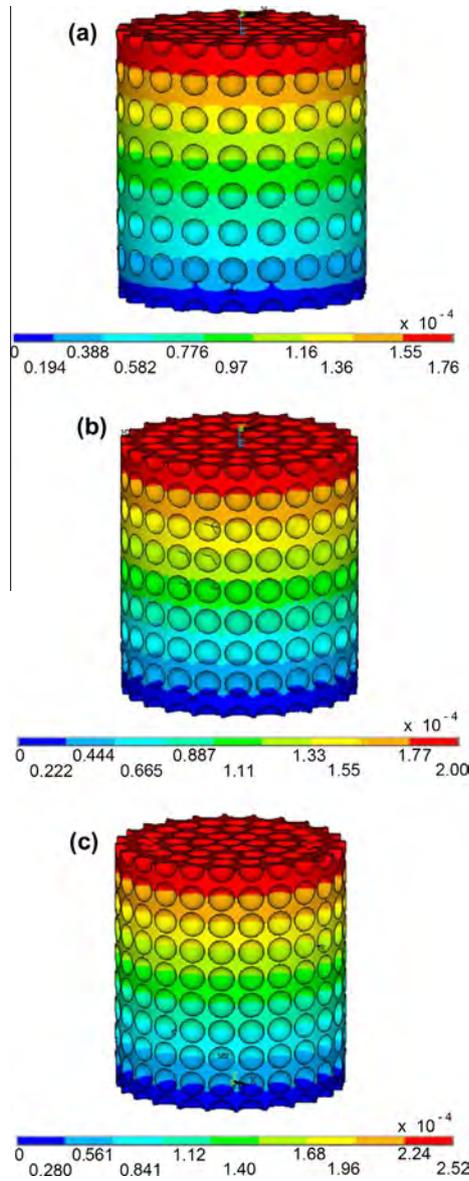


Fig. 3. Deformation (in m) of the Mg foam models under compression, with porosities of (a) 25%, (b) 35% and (c) 45%.

Table 1  
Estimated and experimental Young's moduli (in GPa) for the materials with different porosities.

	Foam porosity (%)			
	0 (without SHP)	25	35	45
E, FEA estimated	1.57	0.86	0.72	0.59
E, experimental	1.50	0.79	0.45	0.29
Relative error (%)	4.38	8.48	60.00	105.17

included these two parameters ( $e$  and  $\phi$ ) in the equation, and searched for a correction factor that matched estimated and experimental Young's moduli (this factor is the square root). With this formula, it was possible to significantly decrease the differences between the estimated and experimental values, as observed in Table 2. The highest resulting relative error using this correction was 10.41%, which is much smaller than obtained using only FEA estimations, showing that the effect of the additional porosity was drastically minimized. Future works will be focused on refining

Table 2  
Corrected FEA and experimental Young's moduli (in GPa) for the foams with different porosities.

	Foam porosity (%)		
	25	35	45
E, FEA corrected	0.76	0.50	0.30
E, experimental	0.79	0.45	0.29
Relative error (%)	4.22	10.41	4.59

Table 3  
Young's moduli (in GPa) obtained using different models and experimental results for the foams with different porosities.

	Foam porosity (%)		
	25	35	45
E, experimental	0.79	0.45	0.29
E, Zhu	0.76	0.66	0.55
Relative error (%)	4.27	46.97	90.31
E, experimental	0.79	0.45	0.29
Warren–Kraynik	0.63	0.55	0.46
Relative error (%)	20.31	22.12	58.08

the porosity model depending on the Mg/SHP proportions, the size of the Mg particles and the pressure used for the compaction stage.

In order to compare the effectiveness of our FEA corrected predictions, two reported models for calculating elastic modulus were used. The first was the model obtained by Zhu et al. [14]:

$$E_f = \frac{1.009E_s\rho^2}{1 + 1.514\rho} \quad (5)$$

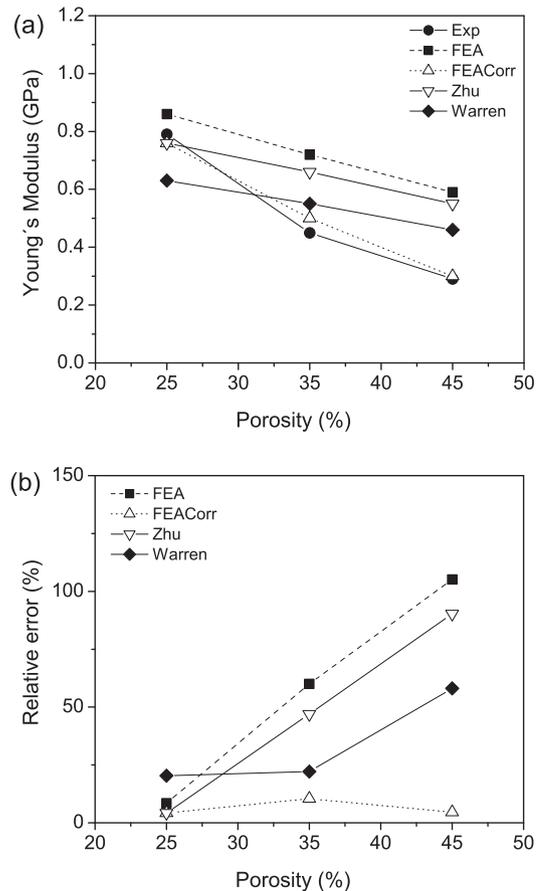


Fig. 4. (a) Compressive Young's modulus variation with porosity, and (b) their errors.

where  $E_s$  is the Young's modulus of the solid material and  $\rho$  is the relative density of the foam. The second model is the study by Warren and Kraynik [15], where:

$$E_f = \frac{E_s \rho^2 (11 + 4\rho)}{(10 + 31\rho + 4\rho^2)} \quad (6)$$

The estimations obtained using these models are listed in Table 3. As it can be observed, relative errors are rather high, especially at low densities, where high porosities and different topologies of the foams provoked important mismatches between experimental results and estimations, overpredicting the foam strength.

For a complete analysis of the results of the present work for Mg foams, Fig. 4a and b shows the Young's modulus variation vs porosity, and the relative errors of these values as a function of the experimental results. It can be clearly observed that the FEA corrected model estimations are very close to the experimental results, obtaining the lowest errors. These results show the importance of FEA for the study of foams, predicting in a rather accurate way their compressive behavior. The FEA modeling capability allowed to take into account not only the constituent material properties and the porosity percentage, but also the size and shape of the pores, and the strength of the bonding between the grains in the sintering process. This helped to obtain predictions closer to the experimental results than the models that only include the porosity or the density of the foams. The selection of the foam topology has demonstrated to be an essential variable for obtaining a correct estimation.

#### 4. Conclusions

In this work, three-dimensional models were used in order to predict the compressive behavior of Mg foams with porosities of 25%, 35% and 45%. Results showed that the porosities obtained for the experimental foams are significantly higher than expected/ modeled. This was provoked by the presence of interconnected pores and additional pores in the spaces between individual Mg particles. The estimated and experimental Young's moduli significantly decreased with porosity in a similar way. Nevertheless,

relative errors between estimations and experimental values were very high for the foams with high porosities. The introduction of a correction equation to the FEA predictions made possible an important decrease in the differences between the estimated and experimental values. Finally, the comparisons with the reported foam models showed that proposed FEA model predicted more accurately the compressive behavior of the experimentally produced foams.

#### Acknowledgements

The authors would like to acknowledge the financial support from SENER-CONACYT 151496 and UNAM PAPIIT TA100114 for funding the project. A. Tejada-Cruz, E. Ortiz, G.A. Lara-Rodríguez, J.J. Camacho, J. Morales-Rosales, C. Delgado, S. Báez, O. Novelo-Peralta, C. González and E. Sanchez are also acknowledged for their technical support.

#### References

- [1] G.J. Davies, S. Zhen, *J. Mater. Sci.* 18 (1983) 1899.
- [2] L.J. Gibson, M.F. Ashby, *Cellular Solids: Structure and Properties*, 2nd ed., Cambridge University Press, Cambridge UK, 1997.
- [3] J. Banhart, H. Eifert, *Metal Foams*, Verlag MIT Publishing, Bremen, 1997.
- [4] J. Banhart, M.F. Ashby, N.A. Fleck, *Metal Foams and Porous Metal Structures*, Verlag MIT Publishing, Bremen, 1997.
- [5] M.F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson, H.N.G. Wadley, *Metal Foams: A Design Guide*, Butterworth-Heinemann, USA, 2000.
- [6] J. Banhart, *Prog. Mater. Sci.* 46 (2001) 559.
- [7] Y.Y. Zhao, D.X. Sun, *Scr. Mater.* 144 (2000) 105.
- [8] C.E. Wen, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino, H. Hosokawa, M. Mabuchi, *Mater. Lett.* 58 (2004) 357.
- [9] C.E. Wen, M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino, T. Asahina, *Scr. Mater.* 45 (2001) 1147.
- [10] S. Kari, H. Berger, U. Gabbert, R. Guinovart-Díaz, J. Bravo-Castillero, R. Rodríguez-Ramos, *Compos. Sci. Technol.* 68 (2008) 684–691.
- [11] A. Hasan, An improved model for FE modeling and simulation of closed cell Al-alloy foams, *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2010 (2010) 12.
- [12] K.M. Ryu, J.Y. An, W.S. Cho, Y.C. Yoo, H.S. Kim, *Mater. Trans.* 46 (2005) 622–625.
- [13] M. Kirca, A. Gul, E. Ekinci, F. Yardim, A. Mugan, *Finite Elem. Anal. Des.* 44 (2007) 45–52.
- [14] H.X. Zhu, N.J. Mills, J.F. Knott, *J. Mech. Phys. Solids* 45 (1997) 1875–1904.
- [15] W.E. Warren, A.M. Kraynik, *ASME J. Appl. Mech.* 55 (1988) 341–346.

## **ANEXO**

AlCu  
Aluminum Copper

**Lattice :** Monoclinic  
**S.G. :** C2/m (12)

**a** = 12.06600  
**b** = 4.10500  
**c** = 6.91300  
**a/b** = 2.93934  
**c/b** = 1.68404

**beta** = 124.96  
**Z** = 10

**Mol. weight** = 90.53  
**Volume [CD]** = 280.62  
**Dx** = 5.357  
**Dm** = 5.290

**General comments:** Single-crystal data taken.  
**General comments:** Composition Cu51 Al49.  
**Sample preparation:** Powder sample held 39 minutes at 1590 C, water quenched.  
**Data collection flag:** Ambient.

El-Boragy et al., J. Less-Common Met., volume 29, page 133 (1972)

**Radiation :** Cu  
**Lambda :** 1.54056  
**SS/FOM :** F30= 10(0.0420,70)

**Filter :** Not specified  
**d-sp :** Guinier  
**Internal standard :** Si

2th	i	h	k	l
18.186	80	0	0	1
20.822	10	2	0	0
27.303	70	-1	1	0
29.357	65	-1	1	1
29.876	60	-2	0	2
34.935	65	-4	0	1
36.228	40	-3	0	1
36.811	20	-4	0	2
40.986	45	3	0	2
47.005	65	2	0	3
51.337	80	5	1	2
51.795	80	0	2	0
52.372	100	5	1	1
52.849	100	3	1	3
55.284	20	0	2	1
56.364	10	2	2	0
60.184	10	5	1	0
60.977	20	-2	2	2
62.228	10	-4	0	4
63.956	45	2	2	1
65.166	10	0	2	2
66.518	10	2	0	4
68.664	20	-7	1	2
69.262	20	5	1	4
72.429	45	-2	2	3
73.157	5	8	0	3
73.614	5	5	1	1
76.930	65	6	2	2
78.351	60	0	0	4
80.387	40	8	0	1
81.523	10	-6	0	5
82.621	10	-1	3	0
83.753	10	-1	3	1
85.159	10	-4	2	4
86.128	20	5	1	5
87.290	10	-3	3	1
88.143	10	8	2	0
89.016	45	8	0	5
89.909	10	3	1	5
91.760	20	6	1	2
92.623	40	8	0	0
95.963	40	4	0	3
97.142	20	-10	0	4
97.801	40	5	3	2
98.470	45	5	3	1
99.037	60	3	3	3
100.078	20	6	1	1
100.431	60	-10	0	2
101.267	20	-1	0	5

CuAl<sub>2</sub>  
Aluminum Copper  
Khatyrkite, syn

**Lattice** : Body-centered tetragonal  
**S.G.** : I4/mcm (140)

**a** = 6.06540

**c** = 4.87320

**Z** = 4

**Mol. weight** = 117.51  
**Volume [CD]** = 179.28  
**Dx** = 4.354

**Additional pattern**: To replace 00-002-1309.  
**Unit cell**: Reference reports: a=6.063, c=4.872.  
**General comments**: Cell parameters generated by least squares refinement.  
**Data collection flag**: Ambient.

Havinga, Philips Research Lab, Eindhoven, The Netherlands., Private Communication (1973)

**Radiation** : CuKα1  
**Lambda** : 1.54050  
**SS/FOM** : F30= 15(0.0480,43)

**Filter** : Not specified  
**d-sp** : Not given

2th	i	h	k	l
23.990	100	1	1	0
34.259	35	2	0	0
44.269	70	2	1	1
49.267	35	2	2	0
49.887	90	1	1	2
55.566	70	3	1	0
56.138	60	2	0	2
67.454	13	2	2	2
72.263	2	4	0	0
72.763	6	4	1	2
78.883	6	4	1	1
79.764	9	2	1	3
82.472	11	4	2	0
87.971	21	4	0	2
92.915	20	3	3	2
94.409	8	0	0	4
97.470	11	5	1	0
97.912	11	4	2	2
99.037	9	4	3	1
99.496	9	1	1	4
104.667	1	2	0	4
109.105	5	5	2	1
110.145	3	4	1	3
113.108	3	4	4	0
113.597	5	5	1	2
115.099	3	2	2	4
118.652	2	5	3	0
120.946	17	3	1	4
124.442	5	6	0	0
150.484	3	5	2	3
154.554	2	2	1	5
161.711	6	4	2	4
	6	6	2	2

Al

Aluminum  
Aluminum

2th	i	h	k	l
44.989	999	1	1	1
52.436	455	2	0	0
77.332	233	2	2	0
94.213	228	3	1	1
99.849	63	2	2	2

**Lattice** : Face-centered cubic

**S.G.** : Fm-3m (225)

**a** = 4.04940

**Z** = 4

**Mol. weight** = 26.98

**Volume [CD]** = 66.40

**Dx** = 2.699

**Dm** = 2.690

**l/lcor** = 4.10

**ICSD collection code**: 064700

**Remarks from ICSD/CSD**: REM M PDF 00-004-0787.

**Test from ICSD**: No R value given.

**Test from ICSD**: At least one TF missing.

**Additional pattern**: See PDF 00-004-0787, 01-089-2769, 01-089-2837, 01-089-3657, 03-065-2869 and 01-089-4037.

**Cancel**:

Data collection flag: Ambient.

Swanson, H.E., Tatge, E., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 359, page 1 (1953)  
Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)

**Radiation** : CuKα1

**Lambda** : 1.54060

**SS/FOM** : F5=1000(0.0000,5)

**Filter** : Not specified

**d-sp** : Calculated spacings

Entry # 00-065-1685

**Phase classification**

**Name** Aluminum Copper Iron  
**Formula** Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe  
**Pearson symbol** tP40  
**I/Ic** 2.02  
**Quality** C (calculated)

## Bibliographic data

**Publication**

**Reference** , Calculated from NIST using POWD-12++ 9, 911 (1956)

## Crystal structure

**Published crystallographic data**

**Space group** P4/mnc (128)  
**Crystal system** tetragonal  
**Cell parameters** a=6.336 Å c=14.87 Å  
**Cell volume** 596.95 Å<sup>3</sup>  
**Z** 4

## Diffraction data

**Published diffraction lines**

d [Å]	Int.	hkl	Remark
7.435	421	0 0 2	
5.82892	111	1 0 1	
4.48023	33	1 1 0	
3.90398	610	1 0 3	
3.83738	420	1 1 2	
3.7175	167	0 0 4	
3.168	6	2 0 0	
2.91446	155	2 0 2	
2.86089	15	1 1 4	
2.83355	101	2 1 0	
2.78346	21	2 1 1	
2.69218	3	1 0 5	
2.64778	4	2 1 2	
2.45996	129	2 1 3	
2.41122	76	2 0 4	
2.25355	999	2 1 4	
2.16864	39	1 1 6	
2.14488	282	2 2 2	

2.09101	5	3 0 1	
2.05148	869	2 1 5	
2.0141	223	1 0 7	
2.00362	444	3 1 0	
1.98567	551	3 1 1	
1.95199	16	2 0 6	
1.94297	51	3 0 3	
1.9346	37	3 1 2	
1.91869	3	2 2 4	
1.86547	119	2 1 6	
1.85875	187	0 0 8	Doubly indexed line.
1.85875	187	3 1 3	Doubly indexed line.
1.76375	4	3 1 4	
1.75729	9	3 2 0	
1.74515	1	3 2 1	
1.71686	29	1 1 8	
1.71017	17	3 2 2	
1.69968	1	2 1 7	
1.66169	7	2 2 6	Doubly indexed line.
1.66169	7	3 1 5	Doubly indexed line.
1.65628	31	3 2 3	
1.60318	36	2 0 8	
1.59876	20	1 0 9	
1.58873	5	3 2 4	
1.584	10	4 0 0	
1.5542	80	2 1 8	
1.54923	43	4 0 2	
1.53671	7	4 1 0	
1.52857	10	4 1 1	
1.51291	8	3 2 5	
1.5049	35	4 1 2	
1.49773	56	3 0 7	
1.49341	31	3 3 0	
1.487	51	0 0 10	
1.46778	43	4 1 3	
1.46417	23	3 3 2	
1.45757	36	3 1 7	Doubly indexed line.
1.45757	36	4 0 4	Doubly indexed line.
1.4335	5	3 2 6	
1.43044	20	2 2 8	
1.4273	14	2 1 9	
1.41677	111	4 2 0	
1.41039	93	1 1 10	Doubly indexed line.
1.41039	93	4 2 1	Doubly indexed line.
1.39173	1	4 2 2	
1.38577	19	3 3 4	
1.36267	20	3 1 8	Doubly indexed line.

1.36267	20	4 2 3	Doubly indexed line.
1.35404	52	3 2 7	
1.34609	3	2 0 10	
1.33468	14	4 0 6	
1.32389	7	4 2 4	
1.32206	3	1 0 11	
1.3167	9	2 1 10	
1.30602	36	4 1 6	
1.30133	19	3 0 9	
1.27913	16	3 3 6	Doubly indexed line.
1.27913	16	4 2 5	Doubly indexed line.
1.27472	89	3 1 9	
1.26262	1	5 0 1	
1.24919	12	4 3 2	
1.24508	60	4 1 7	
1.24259	31	5 1 0	
1.23889	23	2 2 10	Multiply indexed line.
1.23889	23	5 1 1	Multiply indexed line.
1.22998	8	4 2 6	
1.22771	28	5 0 3	
1.22559	26	5 1 2	
1.22008	11	2 1 11	
1.20561	4	4 0 8	Doubly indexed line.
1.20561	4	5 1 3	Doubly indexed line.
1.19943	74	4 3 4	
1.19433	39	1 1 12	Doubly indexed line.
1.19433	39	3 1 10	Doubly indexed line.
1.18436	2	4 1 8	
1.17868	5	4 2 7	Doubly indexed line.
1.17868	5	5 1 4	Doubly indexed line.
1.17657	3	5 2 0	
1.1729	4	5 2 1	
1.16578	143	5 0 5	
1.1621	82	5 2 2	
1.15403	24	2 0 12	
1.14654	4	5 1 5	
1.14476	8	5 2 3	
1.13856	6	3 0 11	
1.13535	24	2 1 12	Doubly indexed line.
1.13535	24	3 2 10	Doubly indexed line.
1.12827	55	4 3 6	
1.12678	19	4 2 8	
1.12565	40	1 0 13	Doubly indexed line.
1.12565	40	4 1 9	Doubly indexed line.
1.12061	51	3 1 11	Doubly indexed line.
1.12061	51	4 4 0	Doubly indexed line.
1.11079	4	5 1 6	

1.10756	18	4 4 2
1.09406	2	5 2 5
1.08828	9	5 0 7
1.08432	26	2 2 12 Multiply indexed line.
1.08432	26	5 3 1 Multiply indexed line.
1.07551	47	4 2 9 Doubly indexed line.
1.07551	47	5 3 2 Doubly indexed line.
1.07244	26	5 1 7 Doubly indexed line.
1.07244	26	4 4 4 Doubly indexed line.
1.06861	7	4 1 10
1.06287	21	5 2 6 Doubly indexed line.
1.06287	21	0 0 14 Doubly indexed line.
1.06141	8	5 3 3
1.06068	12	2 1 13
1.056	1	6 0 0
1.05373	9	3 1 12 Doubly indexed line.
1.05373	9	3 3 10 Doubly indexed line.
1.04703	8	4 3 8
1.04551	38	6 0 2
1.04297	21	5 3 4
1.03909	4	6 1 1
1.03302	11	1 1 14 Doubly indexed line.
1.03302	11	5 1 8 Doubly indexed line.
1.02924	19	5 2 7
1.02574	20	4 2 10
1.02062	4	4 4 6 Doubly indexed line.
1.02062	4	5 3 5 Doubly indexed line.
1.01937	1	6 1 3
1.01499	1	6 0 4 Doubly indexed line.
1.01499	1	4 1 11 Doubly indexed line.
1.01271	1	3 2 12
1.00705	3	2 0 14
1.00581	6	3 0 13 Multiply indexed line.
1.00581	6	4 3 9 Multiply indexed line.
1.003	7	6 1 4
1.00181	19	6 2 0
0.999544	19	6 2 1
0.994566	8	2 1 14 Multiply indexed line.
0.994566	8	5 2 8 Multiply indexed line.
0.993367	9	3 1 13 Multiply indexed line.
0.993367	9	6 2 2 Multiply indexed line.
0.989517	8	5 4 0
0.987333	4	5 4 1
0.983078	3	6 1 5
0.981954	3	6 2 3
0.980868	3	5 4 2
0.979418	4	1 0 15

0.978037	20	4 2 11
0.975995	14	4 0 12
0.971487	6	6 0 6
0.967399	7	5 3 7 Doubly indexed line.
0.967399	7	6 2 4 Doubly indexed line.
0.964618	4	4 1 12Doubly indexed line.
0.964618	4	4 3 10Doubly indexed line.
0.960265	4	6 1 6
0.95865	7	3 2 13Multiply indexed line.
0.95865	7	5 2 9 Multiply indexed line.
0.956222	5	5 4 4
0.95363	12	3 3 12Doubly indexed line.
0.95363	12	5 1 10Doubly indexed line.
0.944515	1	6 3 0
0.942616	1	6 3 1
0.93891	7	5 4 5 Doubly indexed line.
0.93891	7	3 1 14Doubly indexed line.
0.93572	23	2 1 15Doubly indexed line.
0.93572	23	6 1 7 Doubly indexed line.
0.932734	12	4 2 12
0.928797	3	0 0 16Doubly indexed line.
0.928797	3	6 2 6 Doubly indexed line.
0.92782	2	6 3 3
0.924514	5	5 0 11
0.922676	7	5 2 10
0.918976	5	5 4 6
0.91756	11	6 0 8 Doubly indexed line.
0.91756	11	4 1 13Doubly indexed line.
0.91543	17	6 3 4 Doubly indexed line.
0.91543	17	5 1 11Doubly indexed line.
0.910002	1	1 1 16
0.909002	1	3 2 14
0.907871	6	5 3 9
0.906103	3	6 2 7

### Experimental

#### *Physical Properties*

<b>Meas. density</b>	4.3 g/cm <sup>3</sup>
<b>Calc. density</b>	4.136 g/cm <sup>3</sup>

### Remarks

#### *Remarks*

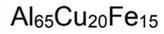
**NIST M&A collection code**

N AL3206 319

**Temperature factor**

IB=Al,Cu,Fe

Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)



Aluminum Copper Iron

2th	i	h	k	l
10.451	2			
11.457	5			
18.621	6			
27.591	20			
30.364	22			
31.969	19			
37.252	5			
42.711	11			
45.841	3			
49.907	10			
50.152	86			
52.929	100			
53.887	3			
56.608	3			
62.277	3			
75.915	11			
78.146	6			
92.321	31			

Lattice : Not assigned

Mol. weight = 3862.43

S.G. : (0)

**Sample preparation:** Annealed at 1073 K for 65 hours in vacuum and quenched.  
**General comments:** Icosahedral phase.  
**Reason 'O' quality was assigned:** O assigned because unindexed.  
**Data collection flag:** Ambient.

Ishimasa, T., Fukano, Y., Tsuchimori, M., Philos. Mag. Lett., volume 58, page 157 (1988)

Radiation : FeK $\alpha$

Lambda : 1.93730

Filter : Beta

d-sp : Diffractometer