



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS QUÍMICAS**

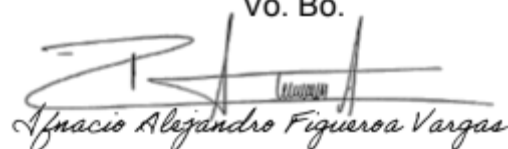
**EFFECTO DE LA PRECIPITACIÓN SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE
ESPUMAS METÁLICAS DE Al-7075**

**PROYECTO DE INVESTIGACIÓN
PARA OPTAR POR EL GRADO DE**

MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA

Q. JIMMY ANDRÉS ENRIQUEZ ALBÁN

Vo. Bo.

09/junio/2021

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM

CIUDAD DE MÉXICO, JUNIO 2021



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS QUÍMICAS

EFFECTO DE LA PRECIPITACIÓN SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE
ESPUMAS METÁLICAS DE Al-7075

PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

PARA OPTAR POR EL GRADO DE

MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA

Q. JIMMY ANDRÉS ENRIQUEZ ALBÁN

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM



Ciudad de México, Junio 2021

Agradecimientos

Se agradece a la Universidad Nacional Autónoma de México y al Programa de Posgrado de Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas por abrirme sus puertas para desarrollar nuevos conocimientos.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por brindarme el apoyo económico para poder realizar mis estudios (Nº de becario 958143)

Un especial agradecimiento al Dr. Ignacio Figueroa, por todas sus enseñanzas, apoyo y su profesionalismo como tutor durante mi periodo de maestría.

A mis compañeros de laboratorio, los cuales me guiaron en el mundo de los materiales, en especial a Farid por tener la paciencia de enseñarme todos sus conocimientos en el área de materiales metálicos.

Un reconocimiento a mis amigos Valentín Galicia, Samuel Pérez y Efraín Enriquez, por ser ese apoyo incondicional en los momentos más oscuros de esta pandemia mundial.

A mi familia y amigos de Ecuador que a pesar de la distancia supieron estar presentes en todo momento.

Este proyecto se desarrolló en el laboratorio de metales avanzados del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM. Agradezco al proyecto UNAM-DGAPA-PAPIIT "IN102319" por el financiamiento otorgado para la realización del presente proyecto. También quiero expresar mi más sincero agradecimiento a los técnicos del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la parte experimental del presente trabajo, sin un orden en particular los menciono a continuación: Gabriel Lara, Omar Novelo, Adriana Tejeda, Alberto López, Carlos Ramos, Raúl Reyes, Francisca García, Josué Romero, Fernando Silvar y A. Bobadilla.

“Un científico en su laboratorio no es sólo un técnico: es también un niño colocado ante fenómenos naturales que le impresionan como un cuento de hadas”

Marie Curie

ANTECEDENTES

El Al es uno de los metales más abundantes de la corteza terrestre, el cual tiene propiedades que lo vuelven un material útil para la industria como son la resistencia a la corrosión, excelente conductor térmico y eléctrico, baja densidad, además su costo de producción es mínimo a comparación de otros metales. A pesar de tener buenas características, este metal puede alearse con otros para aumentar sus propiedades mecánicas como la resistencia a la tensión, rigidez, maleabilidad o dureza.¹

Las aleaciones de aluminio se las puede dividir en dos categorías principales, aleaciones forjadas y fundidas, dependiendo de su método de fabricación. Una diferenciación adicional para cada categoría se basa en el mecanismo principal de desarrollo de la propiedad. Muchas aleaciones responden al tratamiento térmico basándose en solubilidades de fase, estos tratamientos incluyen endurecimiento por tratamiento térmico en solución, enfriamiento y precipitación, o por envejecimiento. Tanto para aleaciones fundidas como forjadas se describen como tratables térmicamente. Un gran número de otras composiciones forjadas se basan en cambio en el endurecimiento por trabajo mediante reducción mecánica, normalmente en combinación con varios procedimientos de recocido para el desarrollo de propiedades, estas aleaciones se conocen como endurecimiento por trabajo. Algunas aleaciones fundidas esencialmente no son tratables térmicamente y se utilizan solo en condiciones de fundición o modificadas térmicamente sin relación con los efectos de la solución o la precipitación.

Para poder identificar le tipo de aleación se utiliza comúnmente la nomenclatura de la “Aluminium Association System” de Estados Unidos.²

Definiciones

Aleaciones Forjadas: son aquellas que reciben su denominación por deformación plástica, es decir por su alta ductilidad, teniendo composiciones y microestructuras muy distintas a las aleaciones fundidas. Para poderlas denominar según la “Aluminium Association System” (Tabla 1) esta usa un código de cuatro dígitos, en el que para el grupo 1xxx los dos últimos dígitos indican el máximo porcentaje después del 99.00%, es decir, la aleación 1060 es $\geq 99.60\%$ de Al. En los grupos

2xxx al 7xxx los dos últimos dígitos no tienen significancia en la composición, pero sirven únicamente para identificar las aleaciones individuales en la serie. El segundo dígito indica la modificación de la aleación original. El prefijo X indica una aleación forjada experimental.

Tabla 1. Sistema de denominación para aleaciones forjadas³

Elemento aleante mayoritario	Designación
≥ 99.00% Al	1XXX
Cu	2XXX
Mn	3XXX
Si	4XXX
Mg	5XXX
Mg + Si	6XXX
Zn	7XXX
Otros aleantes	8XXX

Aleaciones Fundidas: para la denominación de este tipo de aleaciones se lo hace mediante un sistema de tres dígitos seguido de un valor decimal como se muestra en (Tabla 2). En el grupo 1xx.x el segundo y tercer término indica el mínimo porcentaje de aluminio sobre el 99.00%. En los grupos del 2xx.x al 9xx.x no tienen significancia composicional, pero sirve para identificar a las diferentes aleaciones entre el grupo. El dígito después del punto decimal indica la forma del producto: 0 para piezas fundidas; 1 y 2 para lingotes, 2 indica un rango de composición más estrecho dentro de los límites más amplios de la composición xxx.1. Una modificación de los límites originales de aleación o impurezas se indica mediante un prefijo de letra. (I, O, Q y X no pueden usarse como prefijo).³

Tabla 2. Sistema de denominación para aleaciones fundidas³

Elemento aleante mayoritario	Designación
Al puro o ≥ 99.00%	1XX.X
Cu	2XX.X
Si + Cu y/o Mg	3XX.X
Si	4XX.X
Mg	5XX.X
Zn	7XX.X
Sn	8XX.X

Endurecimiento: son tipos de tratamientos que se utilizan para endurecer el aluminio, el grado de endurecimiento está dado por la designación T o H, de dependiendo si la aleación es tratada térmicamente o endurecida por deformación, otras clasificaciones indican si la aleación es recocida (O), tratada por solución (W), o usada en su condición de fabricación² (Tabla 3).

Tabla 3. Designaciones de temple básicos³

Designación	Descripción
F	<i>Como fue fabricada</i> . Se aplica a los productos de procesos de modelado en los que las condiciones térmicas o el endurecimiento por deformación no están especialmente controlados. Para las aleaciones forjadas no existen límites de propiedades mecánicas.
O	<i>Recocido</i> . Se aplica a productos forjados recocidos al temple de menor resistencia y a productos fundidos recocidos para mejorar la ductilidad y la estabilidad dimensional. La O puede ir seguida de un dígito distinto de cero.
H	<i>Endurecimiento por deformación</i> (solo productos forjados). Se aplica a productos reforzados por endurecimiento por deformación, con o sin tratamiento térmico complementario para reducir la resistencia. La H siempre va seguida de dos o más dígitos.
W	<i>Solución tratada térmicamente</i> . Un temple inestable, se aplica solo a las aleaciones que envejecen espontáneamente a temperatura ambiente después del tratamiento térmico de la solución. La designación es específica solo cuando se indica el período de envejecimiento natural, por ejemplo, W 1/2 h.
T	<i>Tratado térmicamente</i> , temple estables distintos de F, O u H. Se aplica a productos tratados térmicamente, con o sin endurecimiento por deformación suplementario, para producir temple estables. La T siempre va seguida de uno o más dígitos.

Endurecimiento por deformación: El endurecimiento obtenido por deformación plástica en frío, produce un aumento de las características mecánicas y de la dureza del material. Se produce simultáneamente una disminución de su capacidad de deformación y una pérdida de maleabilidad. Este efecto es mucho más marcado cuanto mayor es la deformación sufrida o cuando más elevada es la tasa de acritud. También depende de la composición del metal⁴. Las designaciones H para temple de aleaciones no tratadas térmicamente se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Temples para aleaciones no tratables térmicamente^{3,4}

Designación	Descripción
H1	<i>Solo endurecido por deformación.</i> Se aplica a productos endurecidos por deformación a la resistencia deseada sin tratamiento térmico adicional. H12, H14, H16, H18. El grado de endurecimiento por deformación se indica mediante el segundo dígito y varía desde un cuarto de dureza (H12) hasta una dureza total (H18), que se produce con una reducción de aproximadamente 75% en el área.
H2	<i>Endurecido por deformación y parcialmente recocido.</i> Se aplica a productos endurecidos por deformación más que la cantidad final deseada y luego reducidos en resistencia al nivel deseado mediante recocido parcial. El número que sigue a esta designación indica el grado de endurecimiento por deformación que queda después del recocido parcial.
H3	<i>Endurecido por deformación y estabilizado.</i> Se aplica a productos endurecidos por deformación y estabilizados mediante tratamiento térmico a baja temperatura o calentamiento durante la fabricación. Esta designación es aplicable solo a aquellas aleaciones que, a menos que se estabilicen, envejecen gradualmente a temperatura ambiente. El número que sigue a esta designación indica el grado de endurecimiento por deformación que queda después de la estabilización.

Tratamiento térmico: se refiere a cualquier operación de calentamiento y enfriamiento que se realiza con el propósito de cambiar las propiedades mecánicas o estructura metalúrgica; el uso frecuente de este término para aleaciones de aluminio es restringido a las operaciones empleadas para incrementar la dureza y resistencia de las aleaciones⁵. La designación T, va seguida de un número del 1 al 10, cada número denota la secuencia específica del tratamiento básico (Tabla 5).

Tabla 5. Temple de aleaciones tratadas térmicamente³

Designación	Descripción
T1	Enfriado de un proceso de conformación a temperatura elevada y envejecido naturalmente a una condición sustancialmente estable.
T2	Enfriado de un proceso de moldeado a temperatura elevada, trabajado en frío y envejecido naturalmente a una condición sustancialmente estable.
T3	Solución tratada térmicamente, trabajada en frío y envejecida naturalmente a una condición sustancialmente estable.
T4	Solución tratada térmicamente y envejecida naturalmente a una condición sustancialmente estable.
T5	Enfriado a partir de un proceso de moldeado a temperatura elevada y envejecido artificialmente.
T6	Solución tratada térmicamente y envejecido artificialmente
T7	Solución tratada térmicamente y sobrevejecida / estabilizada. Se aplica a productos forjados envejecidos artificialmente después del tratamiento térmico en solución y llevados más allá de la resistencia máxima para controlar características distintas de las propiedades mecánicas.
T8	Solución tratada térmicamente, trabajada en frío y envejecida artificialmente.
T9	Solución tratada térmicamente, envejecida artificialmente y trabajada en frío.
T10	Enfriado a partir de un proceso de moldeado a temperatura elevada, trabajado en frío y envejecido artificialmente.

Endurecimiento por precipitación: involucra la formación de partículas finas (precipitados) que bloquean el movimiento de las dislocaciones y hacen más resistente al metal. El proceso de endurecimiento por precipitación requiere que la segunda fase sea lo suficientemente soluble como para permitir una disolución extensa a una temperatura elevada (la temperatura de tratamiento de la solución) y que la solubilidad se reduzca considerablemente a temperaturas más bajas (la temperatura de envejecimiento). Por lo tanto, la extensión de la precipitación depende del diagrama de fase de equilibrio para el sistema de aleación que controla la extensión de la disolución y la precipitación a la solución adecuada y las temperaturas de envejecimiento, por lo tanto, controla la fracción de volumen de partículas precipitadas finas que contribuyen al endurecimiento de la precipitación⁶ El endurecimiento por precipitación es un proceso que se lleva a cabo en tres pasos (Fig. 1):

- Tratamiento de solubilización: disolución de las fases solubles, hasta T_s (temperatura de solución)
- Enfriamiento rápido: crea una solución sólida sobresaturada, hasta T_a (temperatura ambiente)
- Envejecido: precipitación de los átomos del soluto, hasta T_e (Temperatura de envejecimiento)

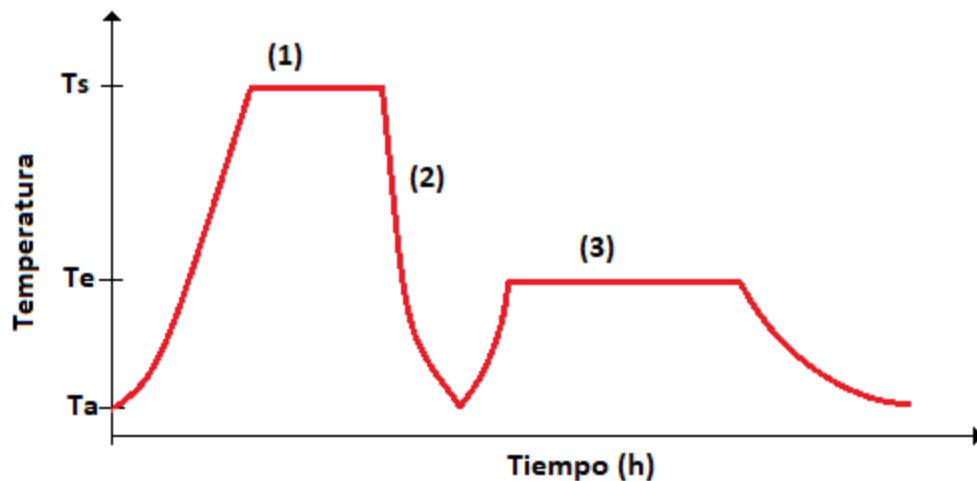


Figura 1. Tratamiento térmico de precipitación, (1) Tratamiento de solución, (2) enfriamiento rápido, (3) precipitación¹

Tratamiento de solubilización: la aleación se calienta a una temperatura arriba de la temperatura de solvus y se mantiene el tiempo requerido para obtener una solución sólida homogénea. Este paso disuelve el precipitado de fase y reduce cualquier segregación macroquímica presente en la aleación original.

Templado (Quenching): tomando como ejemplo el diagrama Al-Cu (fig. 2), después del tratamiento por solución, la aleación, que contiene solamente α , se enfría rápidamente, es decir, se temple. Los átomos no tienen tiempo para difundirse a potenciales sitios de formación de núcleos, de modo que θ no se forma. Después del templado, la estructura es una solución sólida sobresaturada α_{ss} que contiene exceso de cobre, y no es una estructura en equilibrio, es una estructura metaestable.

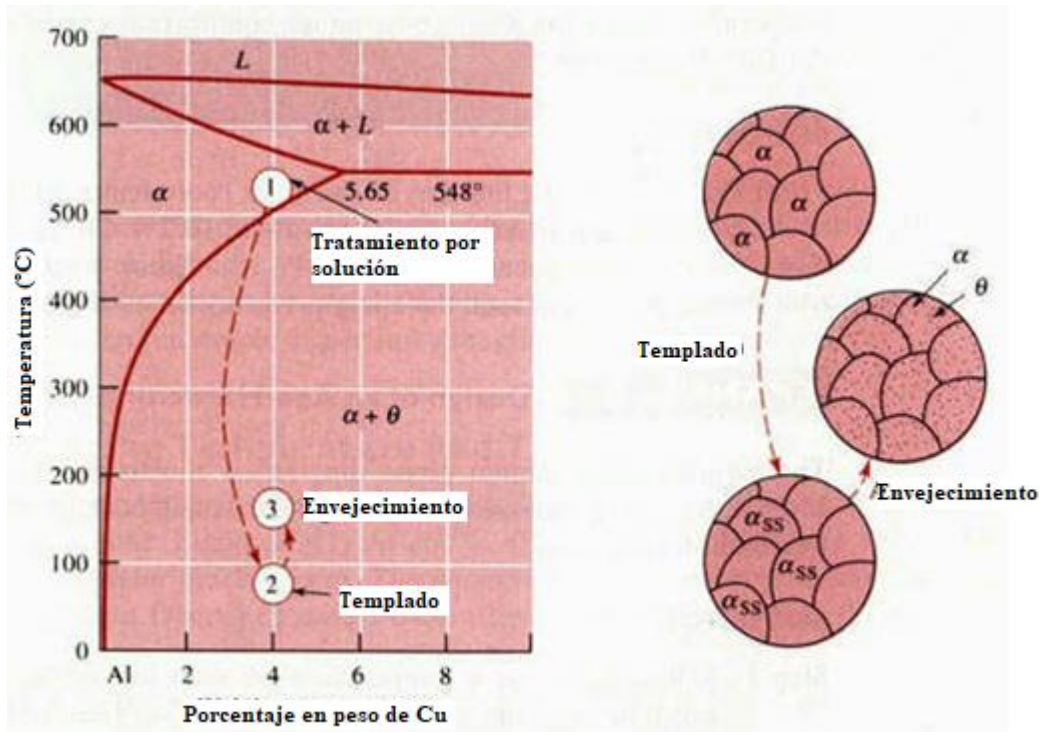


Figura 2. Diagrama de un extremo rico en aluminio de la fase Al-Cu, que muestra los tres pasos del tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento y las microestructuras que se producen.⁷

Envejecimiento: la fase α sobresaturada se calienta a una temperatura debajo de la temperatura de solvus. A esta temperatura de envejecimiento, los átomos se difunden solo en distancias cortas. Como α sobresaturada es metaestable, los átomos adicionales de Cu se difunden a numerosos sitios de formación de núcleos y los precipitados crecen. Al final, si se mantiene la aleación durante tiempo suficiente a la temperatura de envejecimiento, se produce una estructura de equilibrio $\alpha + \theta$. Al principio del envejecimiento, los átomos de cobre se concentran en planos $\{100\}$ en la matriz α y producen precipitados muy delgados llamados zonas de Guinier-Preston.⁷

Zona de Guinier-Preston: Una zona de Guinier-Preston, o zona GP, es un fenómeno metalúrgico a escala fina, que implica la precipitación en etapa temprana. Las zonas GP están asociadas con el fenómeno del endurecimiento por envejecimiento, por el cual las reacciones a temperatura ambiente continúan ocurriendo dentro de un material a través del tiempo, dando como resultado cambios en las propiedades físicas.

Físicamente, las zonas GP son regiones del material enriquecidas en solutos extremadamente finas (del orden de 3–10 nm de tamaño), que ofrecen obstrucciones físicas al movimiento de las dislocaciones, por encima de la solución sólida que fortalece los componentes del soluto.⁸

Aleaciones de Al tratables térmicamente

Las aleaciones de aluminio tratables térmicamente dependen de la precipitación de una solución sólida sobresaturada para desarrollar una alta resistencia. Los requisitos básicos para los elementos de aleación son alta solubilidad de sólidos a temperaturas elevadas, baja solubilidad a temperatura ambiente y temperatura moderada, y precipitados que deforman la red. La secuencia de precipitación típica es: solución sólida sobresaturada → zonas Guinier-Preston → fases metaestables → fases estables.

En la Tabla 6 se dan ejemplos de la secuencia para varios sistemas⁹⁻¹¹. Los principales sistemas comerciales de aleaciones tratables térmicamente son Al-Cu, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Si-Mg, Al-Si-Mg-Cu, Al-Mg-Si-Cu, Al-Mg-Si, Al-Zn-Mg y Al-Zn-Mg-Cu. Las aleaciones que contienen litio, que tiene un límite de solubilidad sólida del 4% en peso a 600 °C, han sido objeto de una extensa investigación y se han comercializado en aplicaciones limitadas.

Tabla 6. Secuencias de precipitación de aleaciones de aluminio⁹⁻¹¹

Aleacion	Secuencia de precipitación
Al-Cu	S.S. α →GP(1)→GP(2) o θ'' → θ' → θ (CuAl ₂)
Al-Si	S.S. α →Si
Al-Mg	S.S. α →Zonas G.P.→ β' → β (Mg ₃ Al ₂)
Al-Cu-Mg	S.S. α → Zonas G.P.→S' \rightarrow S (Al ₂ CuMg)
Al-Mg-Si	S.S. α → Zonas G.P.→ β' → β (Mg ₂ Si)
Al-Zn-Mg-Cu	S.S. α → Zonas G.P.→ η' → η (MgZn ₂)
	S.S. α → Zonas G.P.→ η' →T (Mg ₃ Zn ₃ Al ₂)
	S.S. α → Zonas G.P.→T' \rightarrow T (Mg ₃ Zn ₃ Al ₂)
Al-Li	S.S. α → δ' (Al ₃ Li)→ δ (AlLi)
Al-Li-Cu	S.S. α → Zonas G.P.→ θ'' → θ' → θ (CuAl ₂)→T ₁ (Al ₂ CuLi)
Al-Li-Mg	S.S. α → δ' (Al ₃ Li)→ Al ₂ LiMg

La resistencia puede aumentar a temperatura ambiente (envejecimiento natural) o a temperaturas moderadas (envejecimiento artificial o tratamiento térmico con precipitación).

La cinética de la secuencia de precipitación y la magnitud de los efectos sobre las propiedades están determinadas por la composición, la temperatura y la deformación. En la figura 3 se ilustra un efecto de la composición, en este caso el límite elástico, sobre el envejecimiento natural.

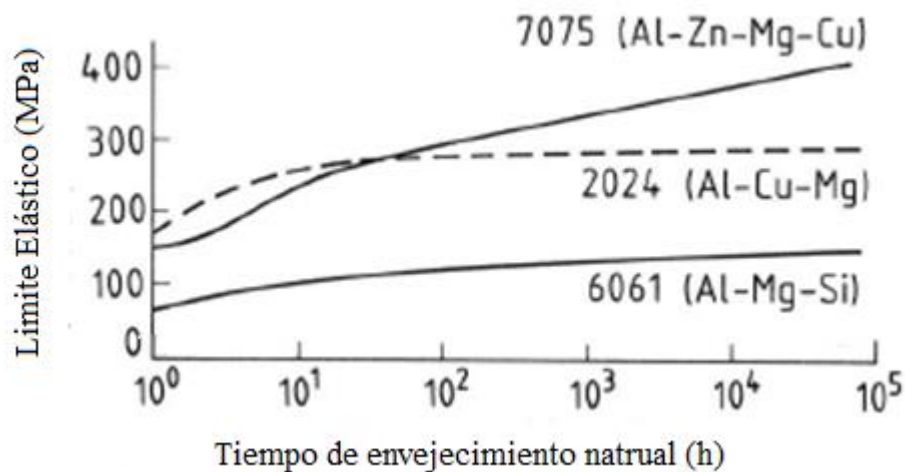


Figura 3. Efecto del tiempo de envejecimiento natural sobre el límite elástico de algunas aleaciones de aluminio³.

Tratamientos térmicos para aleación Al-7075

Según Viswakarma et al.¹², las condiciones ideales de tratamiento térmico en solución sólida para estructura no dendrítica de Al-7075 es de 450 °C durante 2 h, así como las condiciones para envejecimiento recomendadas es de 120 °C durante 72 h.

En el estudio de la evolución de las estructuras eutécticas, en las aleaciones de Al-Zn-Mg-Cu Fan et al.¹³, reportaron que varias fases intermetálicas gruesas como MgZn₂, Al₂Mg₃Zn₃, Al₂CuMg, Al₂Cu, Al₇Cu₂Fe, Al₁₃Fe₄ y Mg₂Si se pueden formar debajo de la línea sólida durante la solidificación de la serie 7000 de aleaciones de aluminio como resultado de la redistribución de los solutos.

Espuma metálica

Es un material poroso formado por una matriz sólida de metal, en el caso de esta investigación se preparan espumas de poro abierto mediante la infiltración de aleación de Al-7075 en una preforma sólida lixiviante conformada por granos de NaCl, bajo condiciones de atmósfera controlada¹⁴, como se muestra en la figura 4.

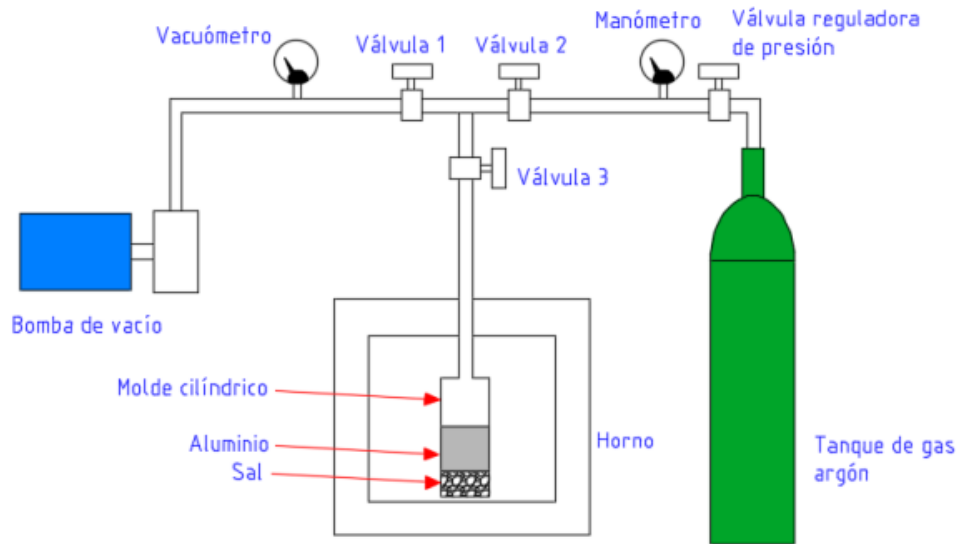


Figura 4 Esquema de los equipos y materiales utilizados para obtener espumas metálicas de poro abierto¹⁵

Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas describen el comportamiento de un material ante fuerzas de tracción, compresión o torsión que son aplicadas sobre el material poroso, dependiendo del metal o aleación y de sus parámetros estructurales, como el tamaño, espesor de pared de poro y su porosidad.

Compresión: La caracterización mecánica para materiales porosos generalmente se realiza mediante ensayos de compresión, generando una curva esfuerzo-deformación como se muestra en la figura 5.

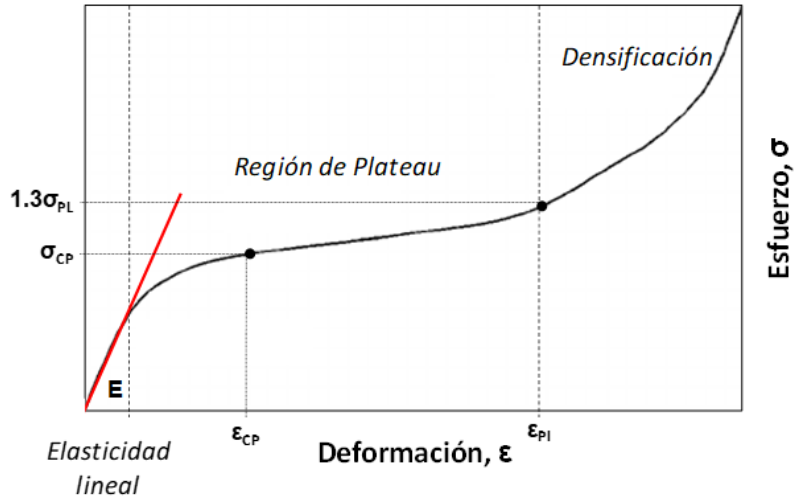


Figura 5 Curva esfuerzo-deformación de espumas metálicas¹⁴

En esta gráfica se muestran tres regiones definidas, que describen el comportamiento de la compresión en materiales porosos. La primera región es correspondiente a la elasticidad lineal del material, mostrada como una línea recta que muestra la proporcionalidad de la carga aplicada con la deformación producida. La segunda sección es la de Plateau o deformación cuasilineal. Esta es caracterizada por presentar una gran deformación con poca carga aplicada. Como tercera sección se produce la densificación del material, en la cual la estructura interna de la espuma ha colapsado y es necesario aplicar una gran carga para deformar el material. El mecanismo de deformación de las espumas metálicas es mostrado en la figura 6.

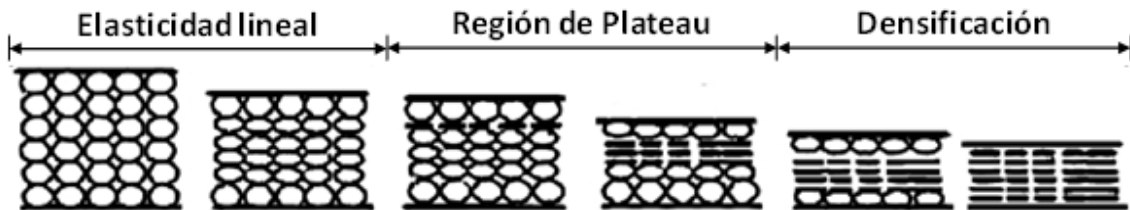


Figura 6 Mecanismo de deformación de espumas metálicas¹⁴

Dureza de vickers: es un método para medir la dureza de los materiales, es decir, la resistencia de un material al ser penetrado. El principio básico, como con todas

las medidas comunes de dureza, es observar la capacidad de un material para resistir la deformación plástica de una fuente estándar. La prueba de Vickers se puede utilizar para todos los metales y tiene una de las escalas más amplias entre las pruebas de dureza. La unidad de dureza dada por la prueba se conoce como Número de Pirámide de Vickers (HV) o Dureza de Pirámide de Diamante (DPH)¹⁶. Este método es utilizado para conocer la dureza de los precipitados y la aleación base en espumas metálicas, antes y después de un tratamiento térmico.

Esta investigación partió de una placa de una aleación comercial de Al-7075, la cual fue cortada en pequeñas secciones como objetivo de elaborar espumas metálicas mediante el método de infiltración.

OBJETIVO GENERAL

- Realizar tratamiento térmico T6 a espumas metálicas de Al-7075 para la formación de precipitados y estudiar los cambios en sus propiedades mecánicas

OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Elaborar espumas metálicas de Al-7075 de dos poros distintos y conocer las condiciones ideales para la elaboración de estas.
- Realizar tratamiento térmico T6 a las espumas de Al-7075 para la formación de precipitados
- Caracterizar las propiedades mecánicas de espumas de Al-7075 mediante SEM/EDS, ensayos de microdureza de vickers y ensayos de compresión, para verificar los cambios producidos debido a la formación de precipitados.

HIPOTESIS

- La formación de precipitados por tratamiento térmico T6 influye en las propiedades mecánicas de espumas de Al-7075.

RESULTADOS

Espumas Metálicas

Inicialmente se cortaron secciones de aproximadamente 900 gramos de aleación de Al-7075, los cuales fueron fundidos en atmósfera de Ar a una presión aproximada de 0.5 Kg/cm^2 , para evitar oxidación del magnesio, formando lingotes cilíndricos. Los lingotes se cortaron a una altura aproximada de 7 cm y un diámetro de 6.4 cm. Para la elaboración de las espumas, se tamizó NaCl de dos tamaños distintos, siendo para el poro más chico (Poro 1) gránulos de NaCl de tamaño entre 2 – 2.38 mm, para el poro más grande (Poro 2) gránulos de NaCl de tamaño entre 3.35 – 4.75 mm. Con el fin de usarlos como preforma lixiviante, se colocaron hasta una altura aproximada de 7 cm en el crisol sellado, es decir, en masa sería equivalente a 250 g de NaCl de cada uno de los tamaños de granulo.

Usando el esquema de la figura 4, se preparó un sistema para la elaboración de las espumas metálicas como muestra en la figura 7. Siendo “A” el tanque de argón, “B” el sistema de válvulas incorporado al sistema del crisol, “C” el sistema del crisol, “D” la bomba de vacío y “E” el horno.



Figura 7 Sistema para elaboración de espumas metálicas

Las condiciones necesarias para la elaboración de espumas varían entre los distintos tamaños de granulo de NaCl para la infiltración, las cuales son:

- *Poros 1:* se precalienta el horno a una temperatura de 780 °C, se introduce el crisol al horno y durante aproximadamente una hora, se deja fundir el metal. Durante 40 minutos se aumenta la presión del sistema a 3 Kg/cm², siendo infiltrado el metal en estado líquido en la preforma de NaCl. Después del tiempo de infiltración, se retira al crisol del horno siendo colocado en una placa de cobre para dispersar el calor, evitando que el rechupe quede en el centro de la espuma. Finalmente se deja enfriar a temperatura ambiente para posteriormente retirar del crisol la espuma.
- *Poros 2:* de la misma manera que para el Poros 1 se realiza exactamente los mismos pasos, solamente que la presión de infiltración ideal es de 2 Kg/cm² durante 45 a 50 minutos.

Como se observa en la figura 8 se elaboraron cuatro espumas de cada poro, las cuales fueron maquinadas para obtener probetas de 2 cm de altura y 2.5 cm de diámetro, como se muestra en la figura 9.



Figura 8 Espumas metálicas después de ser retiradas del sistema, siendo cuatro de cada poro.



Figura 9 Probetas maquinadas, abajo Poro 1, arriba Poro 2.

Cuando se tiene las probetas maquinadas, a estas se les retira el NaCl usando un baño de ultrasonido, además de un baño con agitación magnética.

Se toman nueve probetas de cada tamaño de poro para realizar las pruebas correspondientes. Siendo tres tal como salieron del horno, tres para tratamientos de solución sólida y tres para envejecimiento. De cada paso del tratamiento térmico se van a tomar dos muestras, que serán usadas para ensayos de compresión. Las restantes para determinar su composición mediante SEM/EDS y ensayos de microdureza.

Tratamiento térmico

Se utilizó un tratamiento térmico T6 para el estudio de la formación de precipitados de las espumas metálicas de Al-7074, el cual consiste de dos pasos, el primero es de solución sólida y el segundo un envejecimiento artificial.

Solución sólida: para la formación de precipitados mediante solución sólida las espumas fueron tratadas a 450 °C durante dos horas, luego fueron templadas en aceite de motor comercial, como se ve en la figura 10.



Figura 10 Templado en aceite de motor comercial de espumas metálicas después de solución sólida.

Envejecimiento artificial: para el envejecimiento, a las probetas que fueron tratadas en solución sólida, se las colocaron en una mufla a 120 °C durante 24 horas y se enfriaron a temperatura ambiente.

Caracterización

Previo a la caracterización estructural y mecánica, las probetas se pulieron hasta acabado espejo. Esto se realizó con la ayuda de una pulidora y lijas de distintos tamaños, desde P-220 hasta P-2000 según la norma europea (FEPA), para luego usar un paño suave con una suspensión de silica de tamaño de coloide de 0.3 μm , hasta obtener un acabado de espejo, como muestra la figura 11.



Figura 11 Probetas con acabado espejo.

SEM/EDS: los análisis fueron hechos en un equipo JEOL JED-2300. Se tomaron imágenes con el SEM de una zona de una probeta de solución sólida a 500X, observándose dos tipos de precipitados, uno homogéneo y alargado, y otro con apariencia esferoidal, alargado o no homogéneo (figura 12). Para determinar la composición de estos precipitados se le aplicó la técnica de EDS (figura 13).

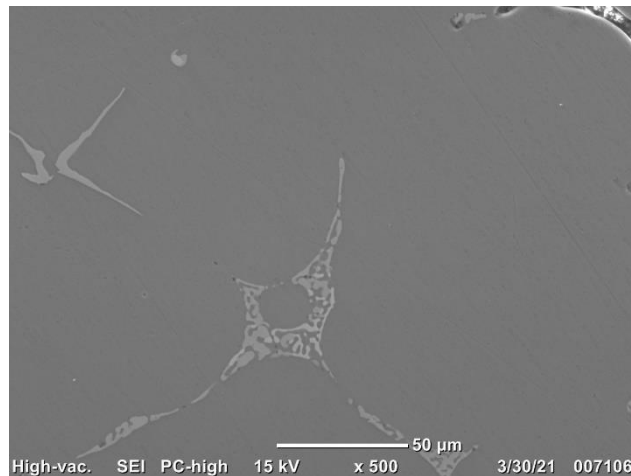


Figura 12 Imagen de dos precipitados presentes en la superficie de una probeta de solución sólida de Poro 1

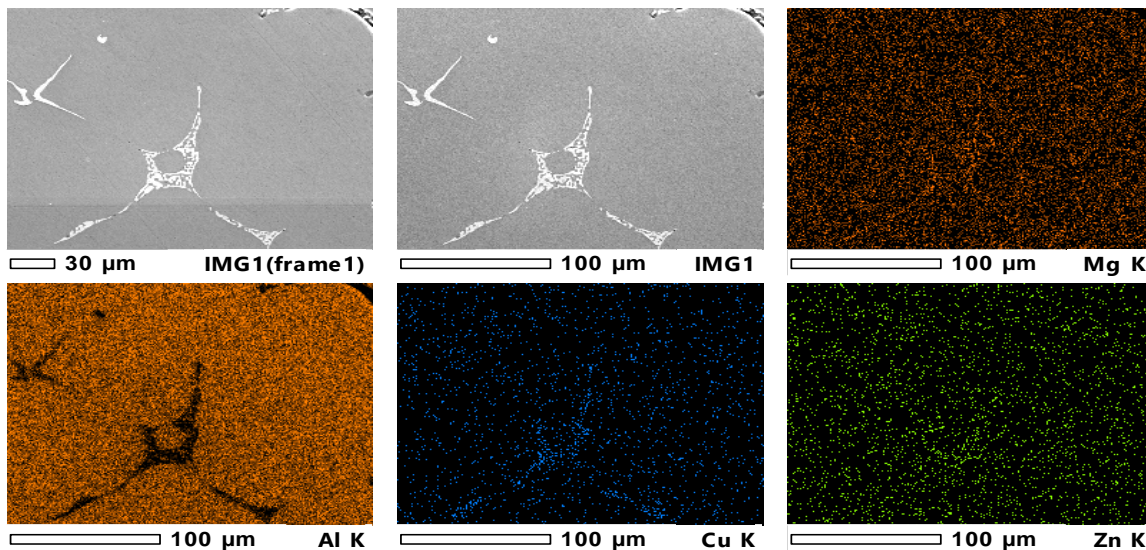


Figura 13 EDS de dos precipitados presentes en la superficie de una probeta tratada térmicamente por solución sólida.

Como se puede observar, uno de los intermetálicos presentes se presume que es Al_2CuMg por la presencia de estos componentes en la imagen de EDS, pero no se puede diferenciar bien el otro intermetálico (alargado y homogéneo), por lo que se

optó por realizar otro análisis de EDS incluyendo la impureza de Fe que se encuentra en trazas en la aleación (Figura 14).

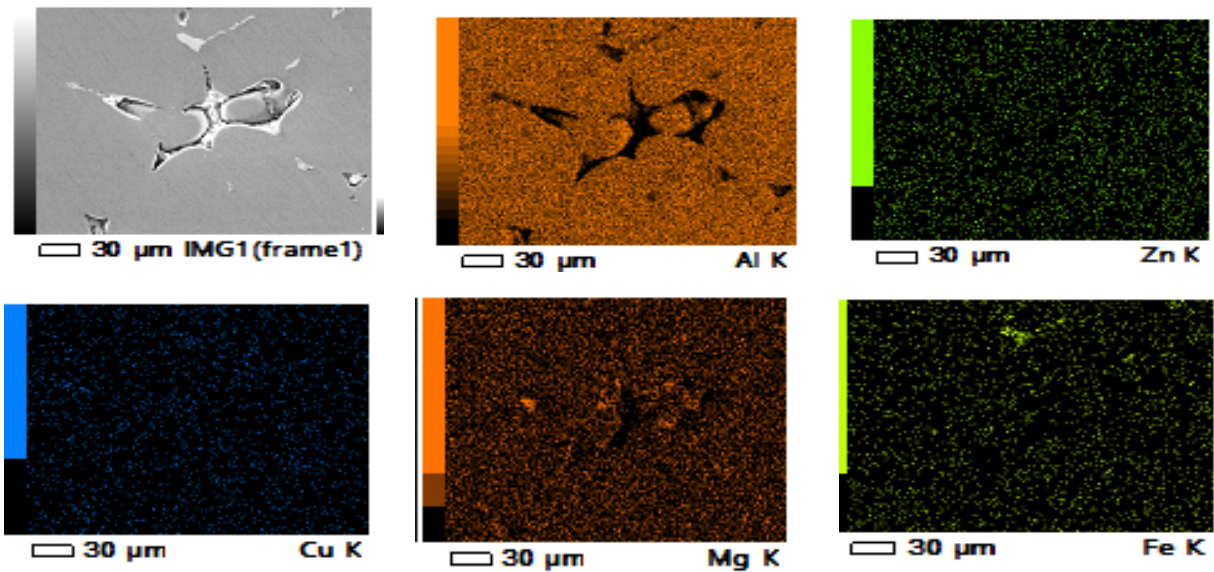


Figura 14 EDS de dos precipitados presentes en la superficie de una probeta tratada térmicamente por solución sólida.

En este análisis se puede observar la presencia de Fe en uno de los intermetálicos, por lo que se presume es $Al_{13}Fe_4$, pudiendo corroborar con un análisis puntual o un difractograma de rayos X, por lo que se obtuvo por el análisis puntual.

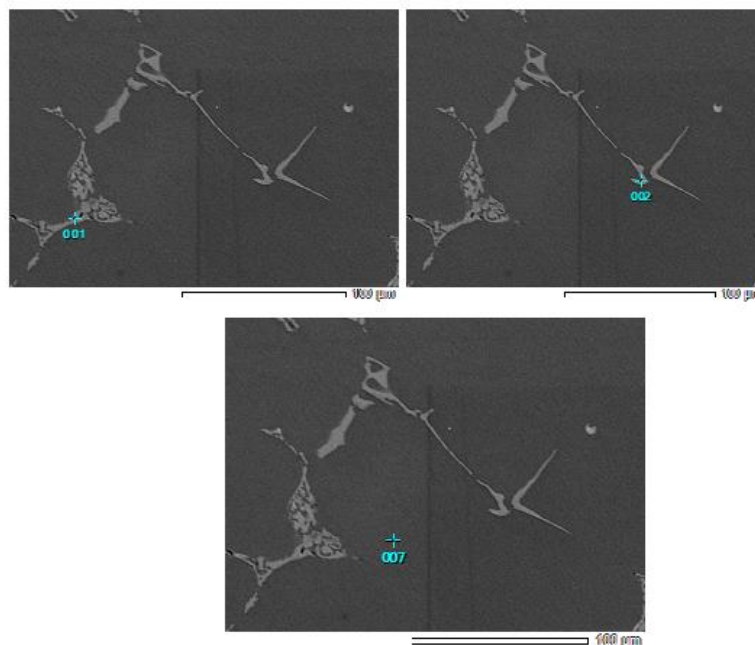


Figura 15 EDS de sitios puntuales, 001. Intermetálico esferoidal alargado, 002. Intermetálico homogéneo alargado, 007. Matriz

En cada uno de esos puntos se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 7. Composición puntual del punto 001

Element	(keV)	Mass%
Mg K	1.253	19.76
Al K	1.486	60.73
Fe K	6.398	0.27
Cu K	8.040	19.24
Zn K		
Total		100.00

Tabla 8 Composición punto 002

Element	(keV)	Mass%
Mg K	1.253	1.81
Al K	1.486	74.96
Fe K	6.398	17.85
Cu K	8.040	4.49
Zn K	8.630	0.89
Total		100.00

Tabla 9 composición punto 007

Element	(keV)	Mass%
Mg K	1.253	2.88
Al K	1.486	93.25
Fe K	6.398	0.20
Cu K		
Zn K	8.630	3.67
Total		100.00

Estos datos nos muestran que en los intermetálicos homogéneos alargados existe gran cantidad de Cu y Mg, mientras los esferoidales alargados existe una alta cantidad de Fe aparte de Cu y Mg, y en la matriz se encuentran en solución sólida (Mg y Zn). Pero estos no son resultados concluyentes ya que es necesario que sean comprobados por un análisis de rayos X.

Para la probeta de colada se logró obtener las imágenes mostradas en la figura 16.

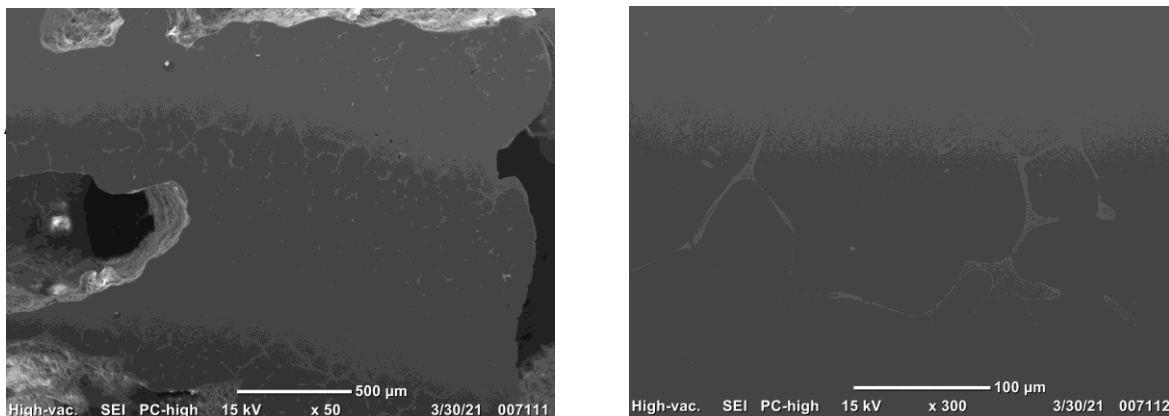


Figura 16 A la izquierda imagen de precipitados con un aumento de 50X, a la derecha precipitados a 300X

Aquí se pueden diferenciar estructuras similares a las de apariencia esferoidal alargadas no homogéneas, pero desafortunadamente por el tiempo de microscopía no se pudieron hacer mediciones puntuales para verificar la composición de estos intermetálicos.

Microdureza de vickers: los análisis de microdurezas se los realizaron para todos los tratamientos de Poro 1. Para la muestra de colada se obtuvieron los resultados que se muestran en las figuras 17 y 18.

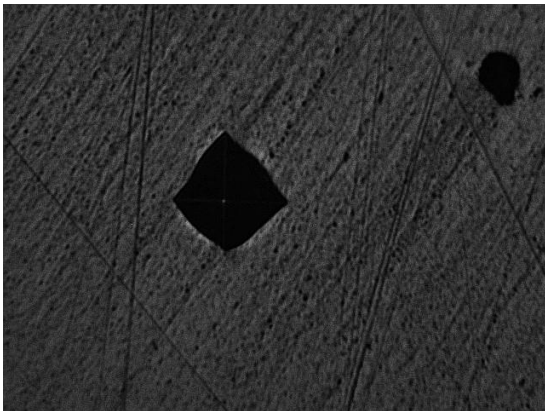


Figura 17 Identación de la matriz (40X)

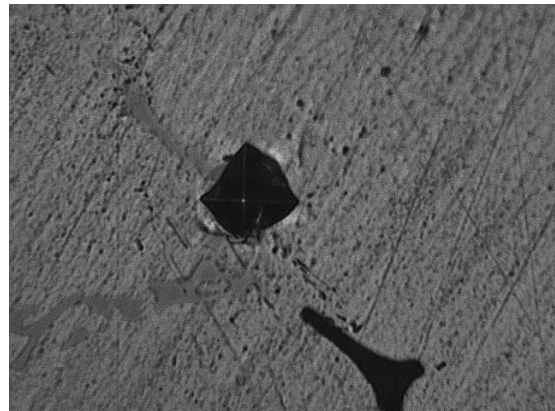


Figura 18 Identación en un intermetálico (40X)

En la figura 17 se observa la penetración en la matriz, en esta se obtuvieron valores entre 140-160 HV, mientras que en los intermetálicos se obtuvieron valores entre 170-190 HV, lo que nos dice que los intermetálicos son más duros que la matriz, siendo los responsables del incremento en la dureza de la espuma.

Para la muestra de solución sólida se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 19-21.

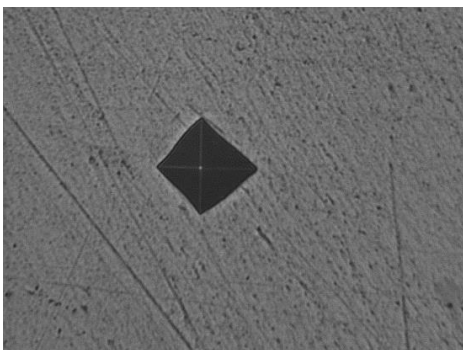


Figura 19 Penetración en la matriz (40X)

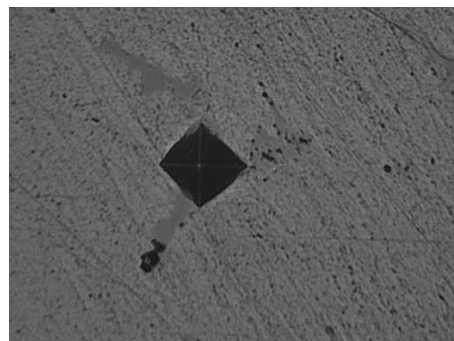


Figura 20 Penetración en intermetálico esferoidal alargado. (40X)

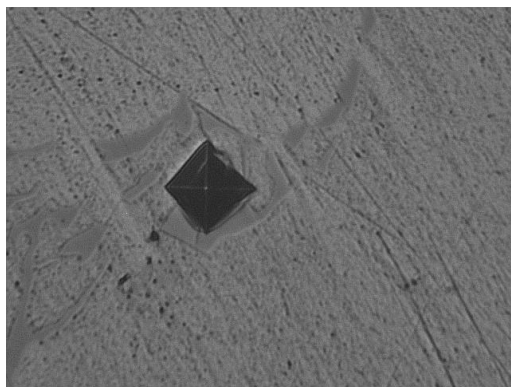


Figura 21 Penetración en intermetálicos homogéneo alargado (40X)

Los valores de dureza en la matriz oscilan entre 140-160 HV, mientras que los valores de dureza para los intermetálicos esferoidales alargados se encuentran entre valores de 165-180 HV y los intermetálicos homogéneos alargados llegan a tener valores entre 220-260 HV. Esto nos indica que los intermetálicos homogéneos alargados que estaban ricos en Fe son más duros, brindando mayor dureza a la espuma, lo que se podría comprobar con las pruebas de compresión. Para la muestra envejecida las huellas de micro dureza se muestran en las figuras 23-25.

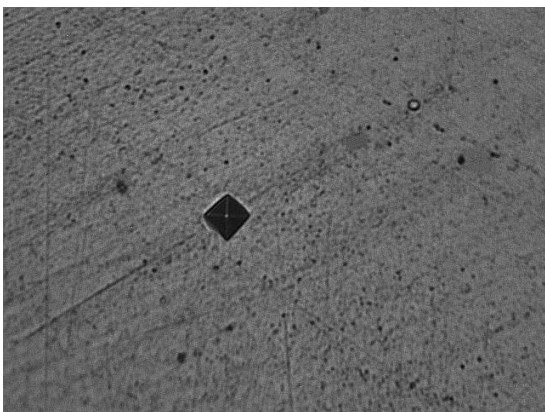


Figura 23 Penetración en matriz (40X)



Figura 24 Penetración en intermetálico no homogéneo (40X)

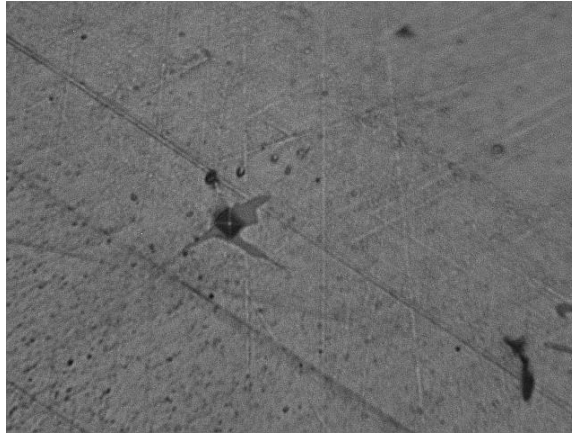


Figura 25 Penetración en intermetálico homogéneo (40X)

Aquí, la matriz presenta durezas entre 160-200 HV, mientras que en los intermetálicos esferoidales alargados no homogéneos los valores se encuentran entre 240-260 HV, y en los intermetálicos homogéneos alargados los valores aumentaron entre 400-420 HV, lo que nos hace deducir que por el envejecimiento toda la estructura se ha endurecido aún más.

Ensayos de compresión: se realizaron ensayos de compresión en el equipo INSTRON 5500 R para probetas pequeñas, para todos los tratamientos de cada poro, ya sean de colada, solución sólida y envejecimiento. Los resultados se muestran en las figuras 26-31.

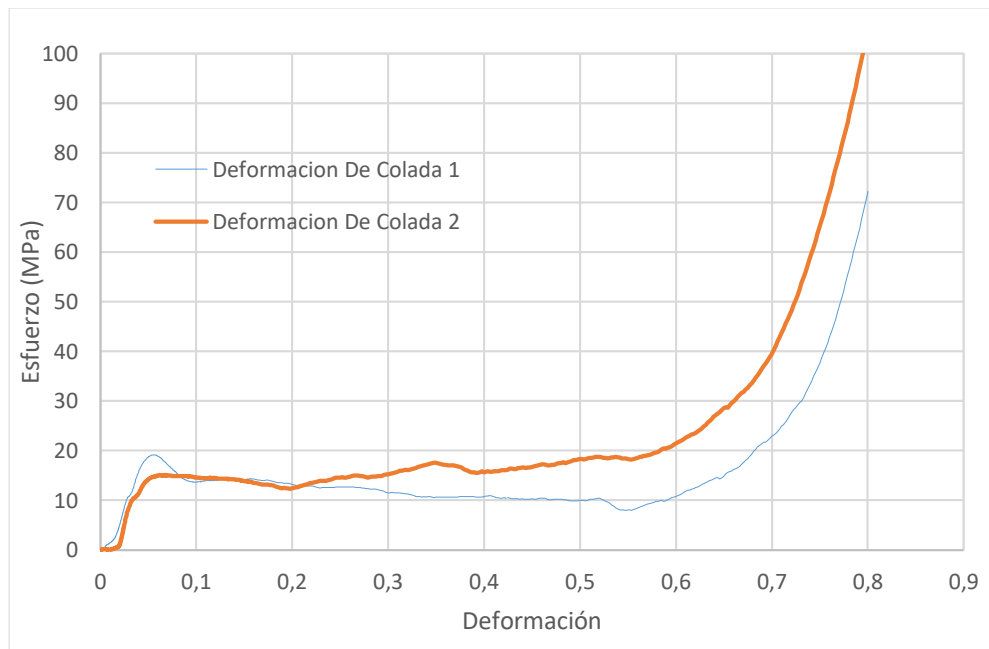


Figura 26 Esfuerzo vs Deformación De Colada Poro 1

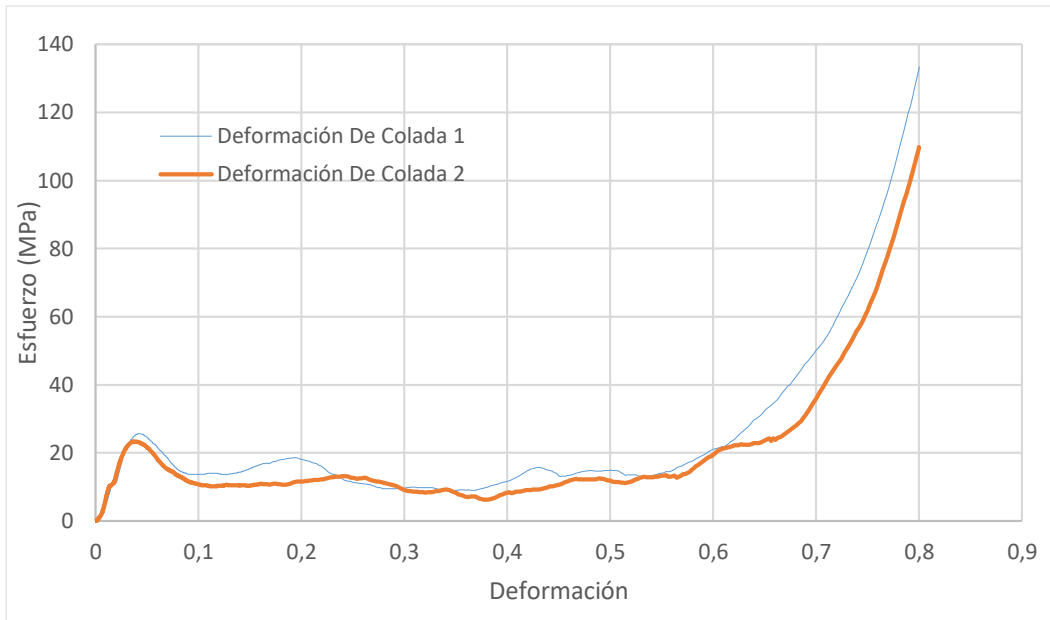


Figura 27 Esfuerzo Vs Deformación De Colada Poro 2

Como se puede comparar en las figuras de compresión, para el Poro 1, esta se mantiene relativamente uniforme sin fracturarse hasta aproximadamente el 35% de deformación, mientras que para el Poro 2 esta se fractura a partir del 20-25% de deformación.

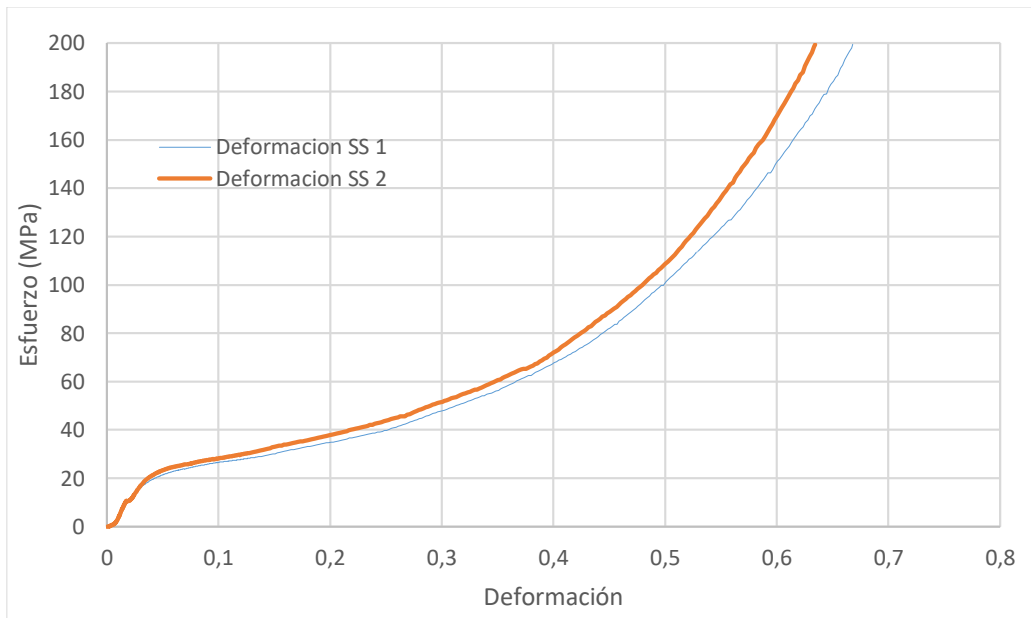


Figura 28 Esfuerzo vs Deformación SS Poro 1

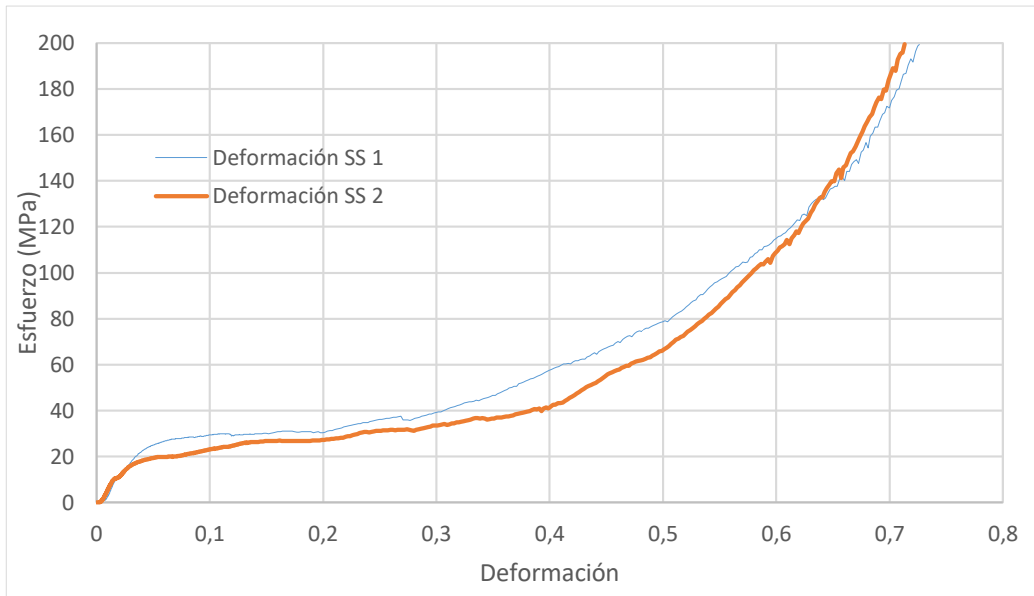


Figura 29 Esfuerzo vs Deformación SS Poro 2

En comparación de estas dos figuras, se puede observar mejor uniformidad para la espuma de Poro 1 que para el Poro 2. Llegando a deformarse, para la espuma de Poro 1, entre el 60-65% cuando se alcanza carga máxima programada en la máquina (200 MPa) sin existir alguna fractura. En cambio, para la espuma de Poro 2, a partir del 60% de deformación esta comienza a fracturarse, hasta llegar a la carga máxima programada.

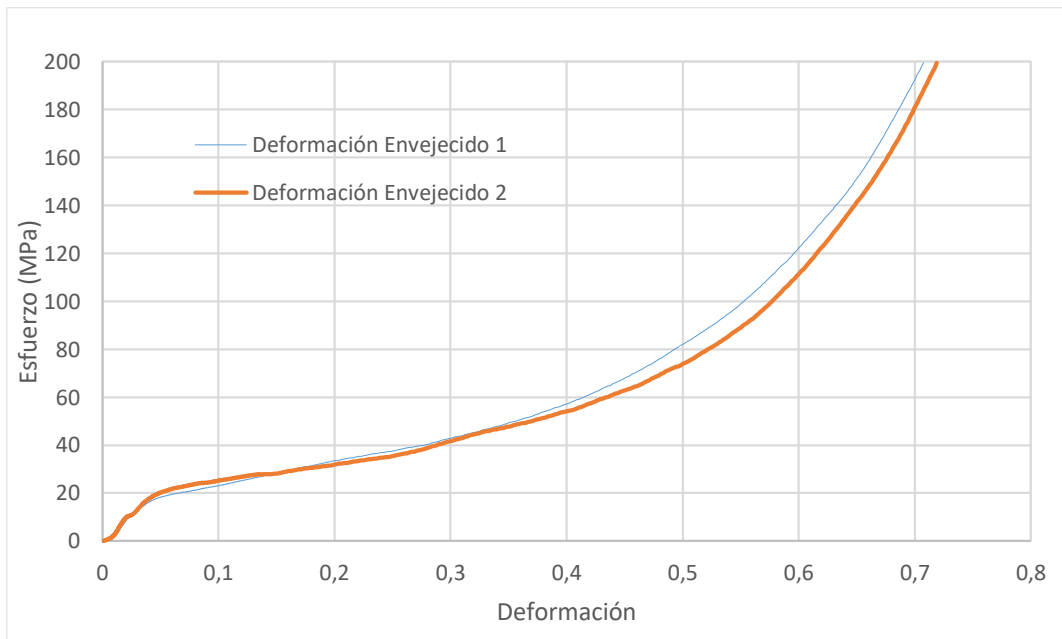


Figura 30 Esfuerzo vs Deformación de Envejecido Poro 1

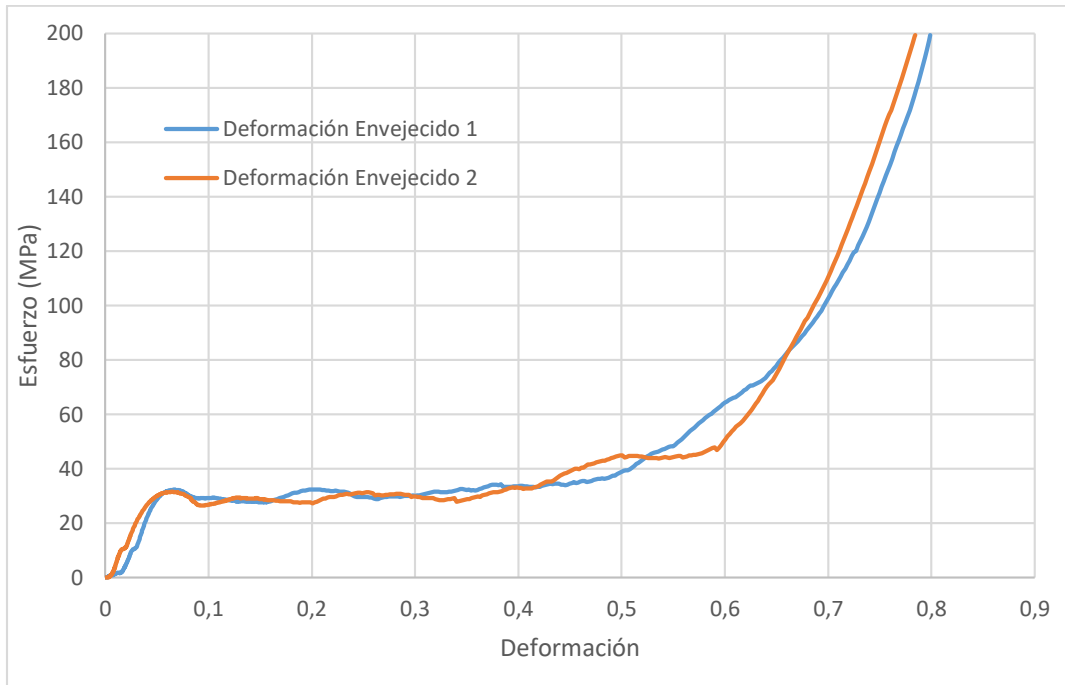


Figura 31 Esfuerzo vs Deformación de Envejecido Poro 2

En este caso se observa que en las muestras envejecidas de Poro 1 se mantienen uniformes con respecto a la carga de compresión, llegando a deformarse un poco más del 70% cuando la máquina de ensayos universales ha llegado a su carga máxima programada. En cambio, con las muestras envejecidas de Poro 2 se empiezan a fracturar a partir del 55% de deformación.

A partir de estas comparaciones, se deduce que, la formación de intermetálicos o precipitados se da a partir del tratamiento por solución sólida. Como se indican en las figuras 28 y 29, estos son los responsables del endurecimiento de las espumas, haciendo que su capacidad de deformación disminuya con respecto a esfuerzos aplicados. Pero también se puede diferenciar que, entre el tamaño de poro, las espumas de Poro 1 resisten de mejor manera la deformación que las de Poro 2, se presume que esto se debe a que existe una mayor difusión de los núcleos de precipitación en las espumas de poro grande que en las de poro chico, por la cantidad de precipitados encontrados por unidad de área en cada espuma. Otra comparación que se puede observar es que, después del envejecimiento las espumas se fragilizan un poco, debido a que los precipitados se van aglomerando mientras transcurre el tiempo¹⁷, y de igual manera el tamaño de poro influye en esto,

por lo anterior la espuma de Poro 2 se fracturó mientras que la de Poro 1 no, como se muestra en las figuras 30 y 31.

CONCLUSIONES

Se fabricaron espumas metálicas de tamaños de poros distintos a las cuales se les trataron térmicamente con un T6, y fueron sometidas a pruebas de compresión, microdureza, así como análisis en SEM/EDS. Teniendo en cuenta las gráficas de esfuerzo con respecto a deformación podemos decir que las muestras tratadas térmicamente de Poro 1 presentaron mejores propiedades mecánicas que las tratadas térmicamente de Poro 2. Esto podría atribuirse a que el tamaño de poro influye en la resistencia a la tracción, haciendo que las de poro más pequeño sean más resistentes. También hay que tomar en cuenta la aglomeración de precipitados, si el tiempo de envejecimiento aumenta, este puede aglomerarlos aún más, haciendo que el material se fragilice. Con esto podemos decir que las espumas de poro grande tienen más espacio para aglomerar precipitados, haciendo que estas se vuelvan más frágiles.

Perspectivas al proyecto

Debido a la situación de pandemia mundial, el trabajo realizado fue limitado y algunos equipos no funcionaban al 100% de su capacidad, como por ejemplo el SEM/EDS, ya que solo se pudo analizar las espumas de solución sólida de Poro 1, al igual que el microdurómetro que al final de las mediciones empezó a sufrir apagones repentinos, lo que truncó el análisis de los intermetálicos presentes en las espumas de Poro 2. Si se tuvieran esos equipos funcionando al 100% se hubiese podido determinar por qué las muestras de solución sólida de Poro 1 son las que mejores propiedades mecánicas presentaron, así como el uso de un difractómetro de rayos X para corroborar la presencia de los precipitados e intermetálicos encontrados en las muestras, y la influencia de estos en las propiedades mecánicas. Con todo lo anterior dicho se podría concluir de mejor manera si los tratamientos térmicos a los que se sometieron las espumas tienen una diferencia significativa a los mismos aplicados a las muestras en bulto. Pudiendo encontrar parámetros

específicos que sean solamente para espumas, los cuales no se encuentran reportados en la literatura.

REFERENCIAS

- ¹ Nañez, M. (junio de 1998). COMPORTAMIENTO DE UNA ALEACION DE ALUMINIO TRATADA TERMICAMENTE BAJO CARGA DE COMPRESION. San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México.
- ² ASM International. (1990). Introduction to Aluminum and Aluminum Alloys. En A. International, ASM Handbook Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials (Vol. II).
- ³ Lyle, J., Granger, D., & Sanders, R. (2007). Auminum Alloys. En Wiley-VCH, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (págs. 1070-1116). Weinheim: Wiley.
- ⁴ ASM International. (1984). WORK HARDENING, RECOVERY, RECRYSTALLIZATION, AND GRAIN GROWTH. En A. International, & J. E. Hatch (Ed.), Aluminum Properties and Physical Metallurgy (pág. 106).
- ⁵ Askeland, D., Fylay, P., & Wright, W. (2012). Aleaciones no ferrosas. En D. Askeland, P. Fylay, & W. Wright, Ciencia e ingeniería de materiales (págs. 541-545). Mexico D.F.: CENGAGE.
- ⁶ Gladman, T. (1999). Precipitation hardening in metals. Materials Science and Technology, 30-36.
- ⁷ Askeland, D., Fylay, P., & Wright, W. (2012). Endurecimiento por dispersion mediante transformaciones de fase y tratamiento térmico. En Ciencia e ingeniería de materiales (págs. 451-479). Mexico D.F.: Cengage.
- ⁸ Ringer, S., & Hono, K. (2000). Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies. Materials Characterization, 44, 101-131
- ⁹ Lorimer, G., Russell, K., Aaronson, H. (1978). Precipitation Processes in Solids, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, 87 – 119
- ¹⁰ Starke, E., Sanders, T. (1984). Aluminum-Lithium Alloys II, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale.
- ¹¹ Mondolpho, L. F. (1976). Aluminum Alloys: Structure and Properties, Butterworths, London – Boston.
- ¹² Viswakarma, P., Soni, S., & Mishra, P. M. (Diciembre de 2018). AN EFFECT OF REINFORCEMENT AND HEAT TREATMENT ON AA7075 METAL MATRIX COMPOSITE - A REVIEW. International Journal of Mechanical and Production Engineering Research and Development, 8(6), 275-288.
- ¹³ Fan X, Jiang D, Meng Q, Zhang B y Wang T. Evolución de estructuras eutécticas en aleaciones de Al-Zn-Mg-Cu durante el tratamiento térmico. Transacciones de la Sociedad de Metales No Ferrosos de China. 2006; 16: 577-81. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(06\)60101-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(06)60101-5)
- ¹⁴ Azamar, F. (Septiembre de 2019). ESTUDIO DE LA PERMEABILIDAD A ALTAS PRESIONES DE ESPUMAS DE ALUMINIO. Ciudad de Mexico, México
- ¹⁵ Abarca, P., Castillo, M., Bravo, D., & Sanchez, F. (Junio de 2018). Obtención de espumas metálicas de aluminio por el método de infiltración en preformas lixiviables. Ciencia Digital, 2(2), 348-360. doi:<https://doi.org/10.33262/cienciadigital.v2i2.104>
- ¹⁶ Smith, R. L., & Sandland, G. E. (1922). An Accurate Method of Determining the Hardness of Metals, with Particular Reference to Those of a High Degree of Hardness. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, 1, 623-641.
- ¹⁷ California State University Northridge. (24 de mayo de 2021). Manufacturing Systems Engineering Class 528. Obtenido de PRECIPITATION HARDENING IN 7075 ALUMINUM ALLOY: http://www.csun.edu/~bavarian/Courses/MSE%20528/Precipitation_Hardening_7075Al.pdf