



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Estudio de las propiedades
mecánicas de espumas de celda
abierta de Al-4.5Cu con
tratamiento térmico de
precipitación**

TESIS

Que para obtener el título de
Ingeniera Mecánica

P R E S E N T A

Brenda Julieta Hernández Cruz

DIRECTOR DE TESIS

Dr. Ignacio Alejandro Figueroa
Vargas



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 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.

Dedicatoria

A Angélica por su amor y apoyo incondicional, por creer en mí y tener siempre una sonrisa y palabras de aliento para iluminar mi camino.

A Mario por brindarme siempre todo lo necesario para crecer e inspirarme a soñar desde niña en ser ingeniera.

A Norma, Alejandra, Wendy y Ricardo, por aportarme cosas increíbles, por haberme enseñado con amor lo que han aprendido con dificultad en la vida y por apoyarme a cumplir mis sueños.

A Mónica por su amistad inspiradora, por ser una persona fuerte, emprendedora y cariñosa que ilumina la vida de los que le rodeamos.

A Alam y Jorge, por hacer los días de universidad divertidos, por mostrarme que el mundo es más grande de lo que había podido imaginar y por enseñarme a soñar más.

A Farid, por su ayuda imprescindible y su infinita paciencia para compartir su conocimiento y hacer crecer a las personas.

Agradecimientos

Agradezco enormemente 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: G.A. Lara, O. Novelo, A. Tejeda, A. López, A. Pompa, C. Ramos, R. Reyes, F. García, J. Romero y F. Silvar.

Resumen

Espumas de $Al - 4.5Cu$ de celda abierta fueron producidas en dos tamaños de poro para ser tratadas térmicamente y evaluar el cambio de sus propiedades mecánicas. La aleación fue hecha con Al y Cu de pureza comercial fundidos en horno de resistencias, se caracterizó químicamente con un equipo de fluorescencia de rayos X y térmicamente con un análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para garantizar la formación de precipitados. Las espumas fueron fabricadas infiltrando la aleación fundida en una preforma sólida de sacrificio, bajo condiciones de atmósfera controlada; la preforma consistió en granos irregulares de cloruro de sodio separados en los intervalos de tamaño definidos como poro P1 (2.00 a 2.38 mm) y P2 (3.35 a 4.75 mm). Las probetas obtenidas fueron caracterizadas físicamente con un picnómetro de He, con el fin de determinar la porosidad y densidad de las espumas. Las probetas se sometieron a tratamiento térmico de envejecimiento, que consiste en dos etapas: solubilización y precipitación. La microestructura de las muestras tratadas térmicamente fue observada con microscopía electrónica de barrido. Se hicieron ensayos de compresión a espumas de ambos poros en cada etapa de su historia térmica para poder obtener los parámetros principales que definen el comportamiento mecánico de los metales celulares: Módulo de Young, esfuerzo de Plateau y capacidad de absorción de energía a diferentes porcentajes de deformación. Los resultados indican que el tamaño de poro influye en el cambio de propiedades mecánicas de espumas tratadas térmicamente.

Índice general

Índice de tablas	VI
Índice de figuras	VII
1. Marco teórico	3
1.1. Sólidos celulares	3
1.2. Espumas metálicas	4
1.2.1. Procesos de fabricación	5
1.2.2. Propiedades físicas	8
1.2.3. Propiedades mecánicas	9
1.3. Aleaciones	12
1.3.1. Diagramas de fase	12
1.4. Sistema Al-Cu	13
1.4.1. Aluminio	13
1.4.2. Cobre	14
1.4.3. Aleaciones de <i>Al</i>	15
1.4.4. Aleaciones Al-Cu	17
1.4.5. Tratamiento térmico	18
1.5. Técnicas de caracterización	20
2. Desarrollo experimental	22

2.1. Aleación	22
2.2. Proceso de espumado	25
2.2.1. Ensamblado de crisoles	26
2.2.2. Purga	27
2.2.3. Infiltración	28
2.2.4. Obtención de probetas	29
2.3. Tratamiento térmico de envejecimiento	30
2.4. Caracterización	30
3. Resultados y discusión	34
3.1. Aleación	34
3.2. Espumas	38
4. Conclusiones	45
Bibliografía	47

Índice de tablas

1.1. Propiedades químicas y físicas del <i>Al</i> [11]	14
1.2. Propiedades químicas y físicas del <i>Cu</i> [11]	14
1.3. Propiedades cuantitativas de aleaciones <i>Al</i> [26]	16
1.4. Nomenclatura de aleaciones <i>Al</i> forjado y fundido [11]	16
1.5. Nomenclatura del templado para aleaciones de <i>Al</i> [11]	17
2.1. Balance de carga	23
2.2. Tamaños de poro y tamices empleados	26
2.3. Parámetros de proceso	28
2.4. Parámetros de tratamiento térmico	30
3.1. Masas finales de lingotes de aleación <i>Al – 4.5Cu</i>	35
3.2. Resultados análisis FRX	36
3.3. Resultados análisis EDS	36
3.4. Masa de probetas antes y después de disolver preforma	39
3.5. Valores teóricos y experimentales de espumas	40
3.6. Parámetros mecánicos	42

Índice de figuras

1.1. Espumas metálicas (a) poro cerrado, (b) poro abierto [24]	4
1.2. Métodos de producción de metales celulares [5, 25]	5
1.3. Proceso de infiltración [5]	6
1.4. Curva esfuerzo-deformación espumas metálicas [1]	10
1.5. Diagrama deformación de estructura de espumas metálicas	11
1.6. Diagrama de fases $Al - Cu$ wt% [6]	18
1.7. Secuencia de precipitación de aleaciones $Al - Cu$ [23, 6]	19
2.1. Diagrama de proceso para obtención de aleación	23
2.2. Lingotes maquinados de aleación $Al - 4.5Cu$	24
2.3. Zonas tomadas para análisis FRX	25
2.4. Diagrama crisol de acero para infiltración	27
2.5. Sistema de válvulas	28
2.6. Crisol en enfriamiento sobre placa de Cu	29
2.7. Lingote de aleación y preforma de $NaCl$ salido de crisol	29
2.8. Muestra de espuma de $Al - 4.5Cu$ de poro 1 pulida para observaciones por SEM	33
3.1. Curvas DSC aleación $Al-4.5Cu$. (a) Post-SSSS, (b) envejecida a $200^{\circ}C$ por 5hrs, (c) envejecida a $200^{\circ}C$ por 20hrs [6]	37
3.2. Análisis DSC de lingote de aleación $Al - 4.5Cu$	38

3.3. Probetas compresión (a) P1 (b) P2	38
3.4. Imagen de SEM de una espuma tratada térmicamente	40
3.5. Probetas (a) P1, (b) P2	41
3.6. Diagrama esfuerzo-deformación de espumas de fundición, solubilización y precipitación de P1 y P2	42
3.7. Absorción de energía	44

Introducción

El objeto de estudio de esta investigación son las espumas $Al-4.5Cu$ de celda abierta en dos tamaños de poro con tratamiento térmico de envejecimiento. Tomando como referencia el comportamiento de la aleación en bulto tratada térmicamente, se plantea la hipótesis de que, las propiedades mecánicas de las espumas incrementarán como consecuencia de la formación de precipitados de Al_2Cu en la matriz de Al , esperando también una variación de las propiedades mecánicas en función del tamaño de los poros.

Se encontrarán tres capítulos principales, que abordan el marco teórico, desarrollo experimental y la discusión de los resultados obtenidos, finalizando con las conclusiones de la investigación.

El capítulo 1 está dedicado a dar un panorama de los materiales porosos, sus métodos de producción, propiedades físicas y evaluaciones mecánicas. Posteriormente plantea los conceptos básicos de las aleaciones, centrándose en las aleaciones tratables térmicamente por envejecimiento.

En el capítulo 2 se presenta la metodología empleada para la producción y tratamiento térmico de las espumas, su evaluación microestructural y macroestructural, así como los equipos y técnicas empleados para analizar las muestras y la preparación de estas.

El capítulo 3 presenta los resultados obtenidos de cada paso descrito en el capítulo anterior y la comparación de las propiedades físicas, estructurales y mecánicas de las espumas evaluadas.

Objetivos

Objetivo general

Determinar el efecto del tratamiento térmico de envejecimiento a las propiedades mecánicas de espumas $Al - 4.5wt\%Cu$ de celda abierta en dos tamaños de poro.

Objetivos particulares

- Producir una aleación con 95.5 % en peso de aluminio y 4.5 % en peso de cobre.
- Producir espumas $Al - Cu$ de dos tamaño de poro.
- Determinar los parámetros físicos y estructurales de las espumas producidas.
- Tratar térmicamente las espumas producidas.
- Observar la formación de precipitados de las espumas tratadas térmicamente.
- Determinar las propiedades mecánicas de las espumas producidas mediante ensayos de compresión.
- Comparar las propiedades mecánicas de las espumas en las diferentes etapas de su historia térmica.

Capítulo 1

Marco teórico

En este primer capítulo se presentan los conceptos fundamentales necesarios para una adecuada comprensión de la investigación desarrollada. El capítulo inicia con una descripción general de los sólidos celulares, haciendo énfasis en el concepto de espuma metálica. Posteriormente se describen las propiedades físicas y mecánicas que caracterizan a este tipo de material, y se explican los procesos más importantes empleados para su producción. Se define el concepto de aleación y se presentan las características principales del *Al* y *Cu*, tanto de forma individual como aleados. Finalmente, se explica el concepto de tratamiento térmico y como es aplicable al sistema *Al – Cu* utilizado.

1.1. Sólidos celulares

Los sólidos celulares son una clase de material conformado por una fase sólida interconectada que forma celdas y otra líquida o gaseosa contenida en dichas celdas [10]. De acuerdo con su estructura hay espumas de poro abierto, cuando la fase gaseosa también está interconectada y de poro cerrado, cuando la fase sólida aísla por completo cada celda, ambos tipos de espuma se pueden observar en la figura 1.1 [10, 24].

Si bien los sólidos celulares han sido empleados durante siglos, su uso se limitaba

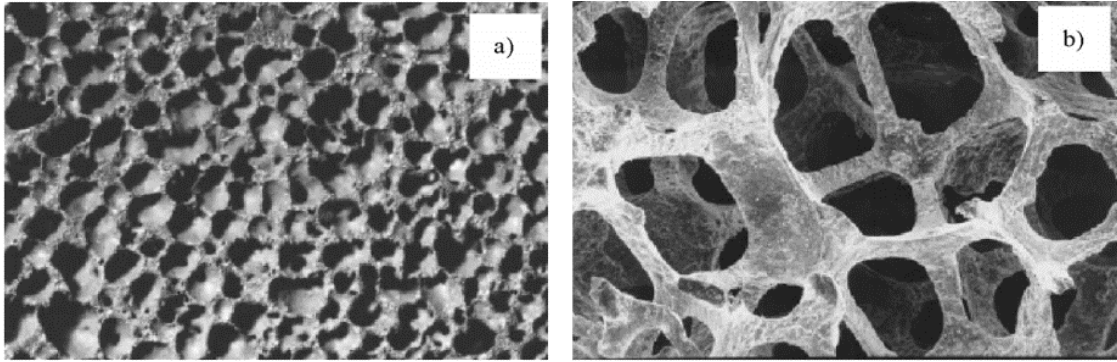


Figura 1.1. Espumas metálicas (a) poro cerrado, (b) poro abierto [24]

a las características ofrecidas por los materiales encontrados en la naturaleza: madera, huesos, corcho, esponjas de mar, entre otros. Debido a sus combinaciones peculiares de propiedades físicas y mecánicas (por ejemplo, alta rigidez acompañada de un bajo peso específico) los materiales celulares son atractivos para diferentes aplicaciones lo que ha impulsado el desarrollo de procesos para espumar polímeros, metales, cerámicos y materiales compuestos [5, 10].

1.2. Espumas metálicas

Las espumas metálicas son sólidos celulares cuya fase sólida es de metal. Son materiales relativamente nuevos que además de presentar las características típicas de los metales en bulto (alta conductividad eléctrica, ductilidad, etc.) poseen otras características útiles como baja densidad, gran área superficial, alta disipación térmica, buena absorción de energía, supresión de vibraciones y absorción de sonido [15]. Dichas propiedades dependen significativamente de la forma, tamaño y distribución de los poros, así como del metal empleado [10].

1.2.1. Procesos de fabricación

Las espumas metálicas se pueden producir mediante una amplia variedad de procesos; mientras que algunos están basados en las técnicas empleadas para espumar varios tipos de materiales, otros aprovechan características únicas de los metales [5]. Con cada proceso se obtienen diferentes rangos de propiedades físicas, como densidad, tamaño y distribución de los poros. La figura 1.2 agrupa los procesos de producción de espumas metálicas de acuerdo con el estado en el que se encuentra el metal durante la formación de los poros.

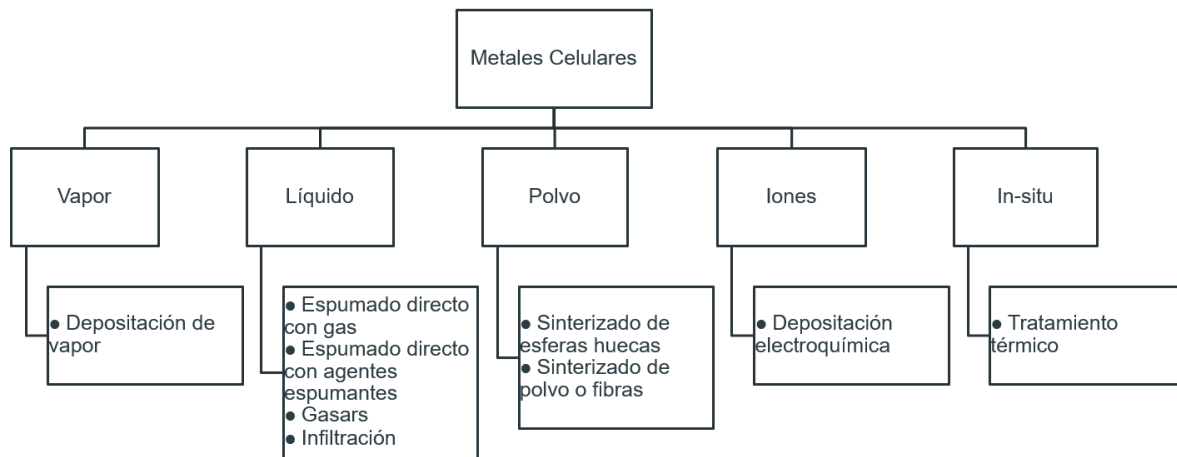


Figura 1.2. Métodos de producción de metales celulares [5, 25]

De los procesos de producción listados en la figura 1.2 se describen brevemente algunos de los más importantes.

Infiltración

Consiste en tres etapas que se pueden observar en la Figura 1.3. Primero se produce la preforma, para después infiltrar el metal líquido en los espacios vacíos, finalmente se retira la preforma, dando como resultado una espuma de poro abierto.

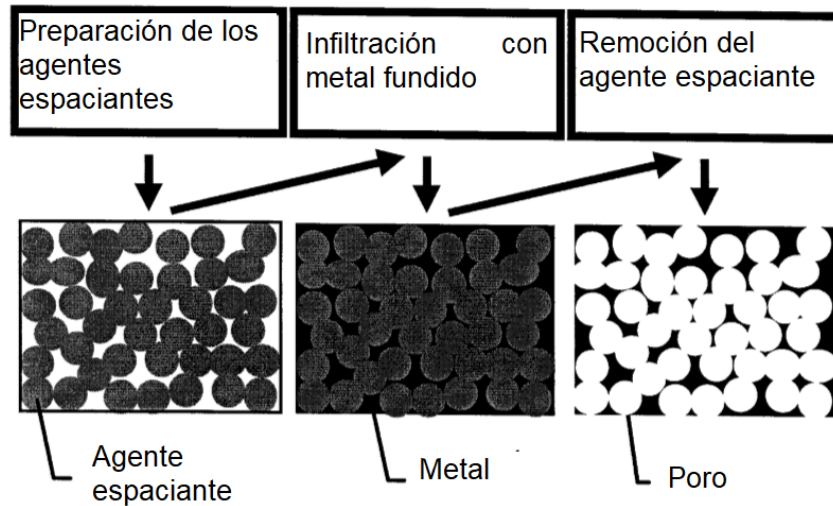


Figura 1.3. Proceso de infiltración [5]

Los materiales que pueden ser empleados como preformas son: sales solubles en forma irregular y esférica, partículas de sílice, esferas de polímero, además pastas compuestas por harina, sal y agua [24]. Durante la etapa de infiltración el metal fundido se filtra entre los granos de $NaCl$, existen cinco variables que intervienen en el proceso:

- Temperatura T , temperatura que se mantiene durante todo el proceso, debe permitir el cambio de estado de la aleación manteniendo sólida la preforma.
- Presión de fundición P_f , valor que se mantiene constante durante la fundición con ayuda del sistema de válvulas y el manómetro.
- Tiempo de fundición t_f , intervalo que se da para asegurar que el tocho se funda completamente.
- Presión de infiltración P_i , presión de Ar aplicada para que el metal fundido se infiltre por completo en la preforma de $NaCl$, sin que aisle los granos.
- Tiempo de infiltración t_i , intervalo en que se aplica la presión de infiltración.

Espumado directo con gas

El metal fundido es espumado directamente creando burbujas de gas en el líquido. Para espumar aluminio y aleaciones de aluminio usualmente se utiliza la inyección de gases como aire, *N* o *Ar* usando sistemas rotativos o boquillas con vibración para lograr una distribución uniforme de finas burbujas. El porcentaje de porosidad obtenido se encuentra en un intervalo del 80 – 98 % con tamaños de poro de 3 – 25mm. Con este proceso se pueden obtener grandes volúmenes de espuma a un precio bajo comparado con otras formas de espumar metales [5].

Solidificación direccionada (gasars)

Es uno de los métodos más recientes utilizado para espumar acero, *Co*, *Cr* y *Mo*. Se basa en formar sistemas eutécticos con la adición de gas en los metales fundidos, es decir, en sistemas con atmósfera de hidrógeno a altas presiones (mayores a 50atm) se obtienen fundiciones homogéneas cargadas de hidrógeno. Al realizar un enfriamiento direccionado la mezcla se posiciona bajo la transición eutéctica y se obtiene un sistema con dos fases: sólido y gas. Este proceso da como resultado poros alargados con diámetro de 10 μ m a 10mm y largo de 100 μ m a 300mm, el porcentaje de porosidad obtenido se encuentra en un intervalo del 5 – 75 % [5] [15].

Sinterización de polvos

La producción de espumas metálicas por este método se divide en tres etapas:

- Preparación de polvos, partículas esféricas o con geometrías irregulares de metal o aleación. Algunos de los metales espumados por este método son superaleaciones de titanio, bronce y aceros inoxidable.
- Compactación o moldeo, mediante la aplicación de una carga uniaxial para definir la forma que tendrá la espuma y mantener unidas las partículas utilizadas.

- Sinterizado, se lleva a cabo a temperaturas menores al punto de fusión del metal empleado, con el fin de unir las partículas y aumentar la densidad y resistencia de la espuma.

La porosidad alcanzada se encuentra en un intervalo del 20 – 50 % con poros de tamaño inferior a $0.3mm$ [5, 15].

Deposición electro-química

La técnica de deposición emplea un metal en estado iónico, es decir, una solución de iones del metal en un electrólito. El metal se deposita electroquímicamente en una preforma polimérica con celdas abiertas que posteriormente es removida. Los metales espumados con esta técnica son *Ni* y *Cr* [5] [15].

1.2.2. Propiedades físicas

Porcentaje de porosidad

La porosidad es el parámetro básico de los materiales celulares, se define como el volumen ocupado por los poros y generalmente se expresa como una cifra porcentual o bien como un decimal [15].

La porosidad es un factor determinante de las propiedades físicas y mecánicas del material, como conductividad térmica y eléctrica, propiedades ópticas y acústicas y resistencia a esfuerzos [15]. Basados en la definición, podemos calcular el porcentaje de porosidad con la ecuación 1.1, donde Φ es el porcentaje de porosidad, V_p el volumen total de la probeta y V_s es el volumen ocupado por la matriz sólida [4].

$$\Phi = \frac{V_p - V_s}{V_p} \cdot 100 \quad (1.1)$$

Podemos clasificar a las espumas como de alta porosidad si Φ tiene un valor igual o mayor a 50 % y baja cuando tiene un valor inferior [4].

Densidad relativa

La densidad es una propiedad que relaciona masa y volumen de un material. En el estudio de materiales porosos es importante conocer la relación entre la densidad de estos y la de su material base, para ello se emplea la ecuación 1.2.

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_p}{\rho_M} \quad (1.2)$$

Donde ρ_{rel} es la densidad relativa, ρ_p es la densidad del material poroso y ρ_M es la densidad del material base [15].

1.2.3. Propiedades mecánicas

Conocer las propiedades mecánicas de cualquier material antes de emplearlo en aplicaciones específicas es fundamental para garantizar su correcto funcionamiento sin presentar fallas. Las espumas metálicas son evaluadas mecánicamente con los mismos métodos que los materiales sólidos, empleando algunas modificaciones de acuerdo con la naturaleza de estos [5].

Las propiedades mecánicas de las espumas metálicas están determinadas tanto por su microestructura, como por su macroestructura. La aleación, condiciones de espumado, enfriamiento y tratamiento térmico son factores que modifican la microestructura. El tamaño y forma de poro y la densidad específica determinan la macroestructura.

Ensayo de compresión

Al someter una espuma metálica a ensayo de compresión uniaxial cuasiestática se pueden apreciar tres zonas [1, 4]:

- La primera región, corresponde a la elasticidad lineal del material, donde la carga aplicada es proporcional a la deformación producida y se muestra como una línea recta inicial.

- La segunda zona del diagrama es la región de "Plateau." de deformación cuasilineal, se caracteriza por presentar una gran deformación con poca carga aplicada.
- La última zona corresponde a la densificación del material, región en la cual la estructura interna de la espuma ha colapsado y es necesario aplicar mucha carga para deformarla.

La figura 1.4 muestra el diagrama esfuerzo-deformación típico obtenido al ensayar espumas metálicas y la figura 1.5 representa lo que ocurre con la estructura porosa de las espumas en el curso del mismo ensayo.

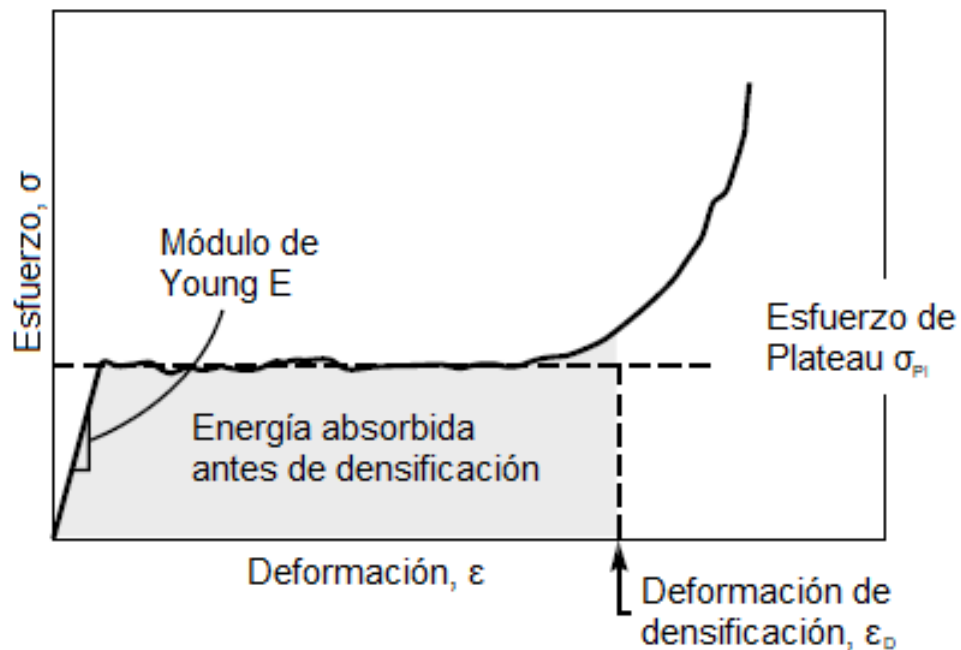


Figura 1.4. Curva esfuerzo-deformación espumas metálicas [1]

Las regiones más importantes de la curva esfuerzo-deformación para espumas metálicas son [4, 12]:

- Módulo de Young, es la razón del incremento del esfuerzo unitario al incremento de la deformación unitaria dentro del límite elástico; en el caso de las espumas metálicas corresponde a la pendiente de la región de elasticidad lineal.
- Esfuerzo de Plateau σ_{pl} , corresponde a la media aritmética del esfuerzo aplicado del 20 – 40 % de deformación.
- Fin de la región de Plateau e_{pl} , punto en la curva esfuerzo-deformación correspondiente a 1.3 veces el esfuerzo de Plateau, que marca el final de la zona de deformación cuasilineal y el inicio de la densificación del material.

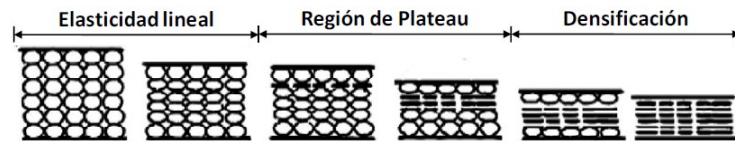


Figura 1.5. Diagrama deformación de estructura de espumas metálicas

Absorción de energía

La energía absorbida por unidad de volumen (W) de un metal corresponde al área bajo la curva de su diagrama esfuerzo-deformación en un intervalo de deformación determinado [4].

$$W = \int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_2} \sigma(\varepsilon) \cdot d\varepsilon \quad (1.3)$$

Se puede obtener un valor de W usando la ecuación 1.3, en donde σ es la variable dependiente que representa esfuerzo y ε es la variable independiente de deformación.

1.3. Aleaciones

Una aleación es una sustancia que tiene propiedades metálicas y está constituida por dos o más elementos químicos, de los cuales por lo menos uno es metal [3]. Para la mayoría de los elementos puros el término fase es sinónimo de estado; sin embargo, muchos metales son alotrópicos, lo que significa que en estado sólido tienen diferentes fases sólidas. Podemos entonces definir una fase como un estado de la materia separado e identificable en el cual una sustancia puede existir [23]. Cualquier estructura que sea visiblemente distinta, desde el punto de vista físico puede considerarse como una fase, por ejemplo, un cambio en la estructura cristalina [3]. Las aleaciones pueden ser homogéneas cuando están conformadas por una sola fase o mezclas cuando hay una combinación de varias fases [3].

1.3.1. Diagramas de fase

Para especificar por completo el estado de un sistema en equilibrio, es necesario especificar tres variables independientes que pueden controlarse externamente, estas son: temperatura, composición y presión. Los diagramas de fase indican los cambios estructurales debidos a la variación de la temperatura y composición en un sistema en equilibrio considerando la presión constante [3].

Idealmente, el diagrama muestra las relaciones entre las fases bajo condiciones de equilibrio, es decir, bajo condiciones en las cuales no habrá cambio con el tiempo [3]. Las condiciones de equilibrio pueden ser aproximadas por medio de calentamiento y enfriamiento extremadamente lentos, aunque en la práctica, los cambios de fase tienden a ocurrir a temperaturas ligeramente mayores o menores, dependiendo de la rapidez a la que la aleación se calienta o enfría [3].

1.4. Sistema Al-Cu

1.4.1. Aluminio

El aluminio (*Al*) es el elemento metálico más abundante en la corteza terrestre y es el metal no ferroso más utilizado. En la naturaleza no se puede encontrar *Al* en estado elemental, siempre se encuentra formando compuestos químicos como óxidos, hidróxidos y aluminosilicatos.

En 1807, el químico inglés Humphrey Davy trató sin éxito de extraer la parte metálica de la alumina. Fue hasta 1886 cuando de forma simultánea Charles Martin Hall en EEUU y Paul Héroult en Francia desarrollaron el método que continúa siendo la opción más económica para producir *Al* a escala comercial.

El mineral más importante para la extracción de *Al* primario es la bauxita, una mezcla de óxido de *Al* hidratado ($Al_2O_3 - H_2O$) y otros óxidos. El proceso se lleva a cabo en tres etapas:

1. Lavado y triturado del mineral para obtener polvos finos
2. Obtención de alumina mediante el proceso Bayer
3. Electrólisis para separar el Al_2O_3 en sus elementos constitutivos

Por otro lado, tenemos al *Al* secundario, obtenido a través de reciclaje. Su uso equivale aproximadamente a una tercera parte del *Al* consumido en el mundo, debido a que el proceso de reciclaje consume sólo el 5% de energía que se utiliza para producir *Al* primario [11].

El *Al* es un metal de baja densidad, dúctil y con buena conductividad eléctrica que además forma una delgada capa de óxido que lo protege de la corrosión. Sus características más importantes se muestran en la tabla 1.1.

Tabla 1.1. Propiedades químicas y físicas del *Al* [11]

Símbolo	<i>Al</i>
Número atómico	13
Estructura cristalina	FCC
Densidad	$2.7g/cm^3$
Temperatura de fusión	$660^\circ C$

1.4.2. Cobre

El cobre (*Cu*) es el tercer metal con mayor producción y consumo en el mundo, superado sólo por el *Fe* y *Al*. Históricamente ha tenido gran importancia para el ser humano ya que desde hace 10,000 años ha sido utilizado, primero en su forma nativa (*Cu* puro combinado con minerales de *Cu*) y posteriormente en fundición de piezas más complejas [9].

Sus propiedades de excelente conductividad térmica y eléctrica, alta resistencia a la corrosión, buena resistencia a esfuerzos y fatiga, lo hacen estar presente en cables eléctricos, intercambiadores de calor, válvulas de agua y muchos otros productos, tanto en su estado puro como en aleaciones con *Al*, *Ni*, *Si*, *Sn* y *Zn*. Las propiedades del *Cu* se muestran en la tabla 1.2.

Tabla 1.2. Propiedades químicas y físicas del *Cu* [11]

Símbolo	<i>Cu</i>
Número atómico	29
Estructura cristalina	FCC
Densidad	$8.96g/cm^3$
Temperatura de fusión	$1083^\circ C$

El 90 % del *Cu* primario se obtiene de minerales sulfurados, principalmente calcopirita, calcosina y bornita. Estos minerales, que contienen de 0.5 a 2 % de *Cu*, se muelen finamente y por flotación se forma un concentrado con 25 – 30 % de *Cu*, que se funde a temperaturas de 1250 – 2280°C para formar una mezcla líquida de 60 % *Cu* y sulfuro de hierro. Mediante un proceso de oxidación se elimina el hierro y azufre que contiene la mezcla, dejando *Cu* con una pureza cercana al 98 %. Finalmente se hace un refinado electrolítico que da como resultado una pureza de hasta 99.95 % [18].

El 10 % restante del *Cu* primario se obtiene de óxidos, silicatos y sulfatos, estos son molidos para pasar a un proceso de flotación y obtener un concentrado, que es posteriormente lixiviado con soluciones diluidas de ácido sulfúrico en tanques de agitación. Luego el *Cu* es concentrado con disolventes orgánicos. La disolución concentrada pasa por un proceso de electrólisis donde se obtiene *Cu* con alrededor de 99.9 % de pureza [17].

1.4.3. Aleaciones de *Al*

El *Al* puro tiene propiedades mecánicas relativamente bajas, sin embargo, al alearlo y tratarlo térmicamente adquiere propiedades que lo hacen estar presente en una amplia gama de aplicaciones, desde fabricación de papel *Al* para embalajes, hasta fuselajes en aeronaves [27]. Los elementos aleantes más utilizados son *Mg*, *Zn*, *Cu* y *Si* [26]. En la tabla 1.3 se muestra una comparación cualitativa de las propiedades de las diferentes aleaciones de *Al*; la escala refiere a 1 como bajo, 2 como promedio y 3 como alto.

Las propiedades de las aleaciones de *Al* dependen de una compleja interacción de la composición química y las características microestructurales desarrolladas durante la solidificación, los tratamientos térmicos y (para las aleaciones de *Al* para conformado) el proceso de deformación [3]. El sistema de nomenclatura para el *Al* es un código numérico de cuatro dígitos que se divide en aluminios para forja y aluminios fundidos. La diferencia es que para estos últimos se emplea un punto decimal después del tercer

Tabla 1.3. Propiedades cuantitativas de aleaciones Al [26]

Sistema	Resistencia	Formabilidad	Estabilidad térmica	Corrosión	Solubilidad
Al-Si	1	2	1	2	3
Al-Si-Mg	2	1-2	1	2	3
Al-Si-Cu	2	1-2	2	1	3
Al-Si-Cu-Mg	2-3	1	2	1	3
Al-Cu	3	3	3	1	1-2
Al-Mg	1-2	3	1	3	3
Al-Mg-Zn	2-3	2	1	3	2
Al-Zn-Mg-Cu	2-3	2	1	3	2

dígito. La tabla 1.4 muestra las designaciones mencionadas.

Tabla 1.4. Nomenclatura de aleaciones Al forjado y fundido [11]

Grupo de aleación	Código para forjado	Código para fundido
Aluminio, pureza de 99.0% o mayor	1XXX	1XX.X
Aleaciones de aluminio, por elemento (s) principal (es)		
Cobre	2XXX	2XX.X
Manganeso	3XXX	
Silicio + cobre o magnesio		3XX.X
Silicio	4XXX	4XX.X
Magnesio	5XXX	5XX.X
Magnesio y silicio	6XXX	
Zinc	7XXX	7XX.X
Estaño		8XX.X
Otros	8XXX	9XX.X

Como ya se mencionó, el endurecimiento por trabajado en frío y los tratamientos térmicos aplicados a las aleaciones de Al son fundamentales para definir las propiedades del material, por ello, además de la nomenclatura de composición se debe agregar la nomenclatura de tratamiento térmico-mecánico que se observa en la tabla 1.5.

Tabla 1.5. Nomenclatura del templado para aleaciones de *Al* [11]

Templado	Descripción
F	Sin tratamiento
H	Endurecido por deformación (aluminios forjados). La H va seguida de dos dígitos, el primero de los cuales indica un tratamiento térmico, si lo hubiera; y el segundo, el grado de endurecimiento por trabajo del 1 al 9
O	Recocido para liberar el endurecimiento por deformación y mejorar la ductilidad
T	<p>Tratamiento térmico para producir templados estables diferentes de F, H u O. Va seguido de un dígito para identificar un tratamiento específico</p> <p>T1= enfriado a partir de una temperatura elevada, envejecido en forma natural</p> <p>T2=enfriado desde una temperatura elevada, trabajado en frío, envejecido en forma natural</p> <p>T3= solución tratada térmicamente, trabajada en frío, envejecida de modo natural</p> <p>T4= solución tratada térmicamente y envejecida naturalmente</p> <p>T5= enfriado desde una temperatura alta, envejecido en forma artificial</p> <p>T6=solución tratada térmicamente y envejecida de forma artificial</p> <p>T7=solución tratada térmicamente y sobrevejecida o estabilizada</p> <p>T8=solución tratada térmicamente, trabajada en frío, envejecida de modo artificial</p> <p>T9=solución tratada térmicamente, envejecida artificialmente y trabajada en frío</p> <p>T10=enfriada desde una temperatura elevada, trabajada en frío y envejecida artificialmente</p>
W	Solución con tratamiento térmico, aplicada a aleaciones que se endurecen por el envejecimiento en su uso; es un templado inestable

1.4.4. Aleaciones Al-Cu

Las aleaciones binarias *Al-Cu* son de las más importantes aleaciones a base *Al* para fundición [6]. La figura 1.6 muestra el diagrama de fases *Al-Cu*. La máxima solubilidad del *Cu* en el *Al* es de $5.7wt\%$ ($2.5\%at$) a la temperatura eutéctica, $547^{\circ}C$. El punto eutéctico se encuentra a 33.2% en masa de *Cu* [26, 2]. El diagrama de fase nos muestra

una disminución de la solubilidad del Cu en la fase $\alpha - Al$ cuando la temperatura disminuye, característica que se puede aprovechar para endurecer la aleación con ayuda de tratamiento térmico de precipitación [6].

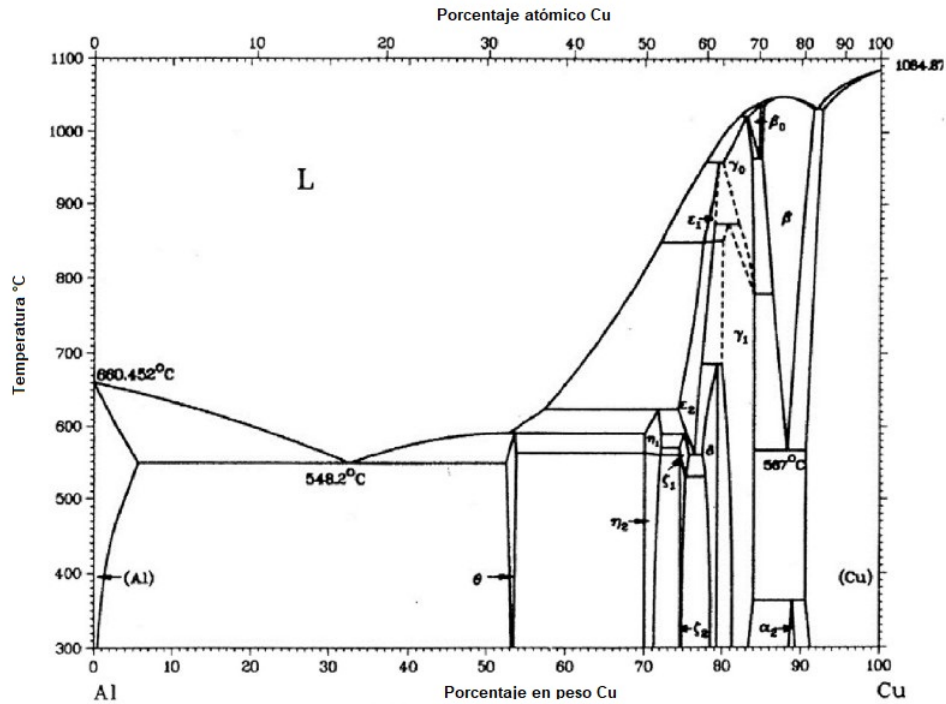


Figura 1.6. Diagrama de fases $Al - Cu$ wt% [6]

1.4.5. Tratamiento térmico

Un tratamiento térmico es un proceso que involucra el calentamiento de metales o aleaciones a temperaturas definidas por tiempos establecidos con enfriamientos a velocidades adecuadas para lograr un cambio microestructural, mismo que repercutirá en las propiedades físicas y mecánicas del material.

Las aleaciones $Al - Cu$ que contienen entre 2.5 y 5wt%Cu pueden ser endurecidas mediante un tratamiento de precipitación de fase conocido como envejecimiento

artificial [3], donde la fase Al_2Cu , conocida como θ , actúa como fase endurecedora, precipitándose en forma de pequeñas partículas esparcidas sobre la matriz de Al α . El tratamiento térmico de envejecimiento se lleva a cabo en las siguientes etapas:

1. Tratamiento térmico de solución, a temperatura T_s por un tiempo t_s para generar una solución sólida de los elementos aleados.
2. Temple a una velocidad de enfriamiento $(dT/dt)_q$ para obtener, a temperatura ambiente, una solución sólida sobresaturada.
3. Envejecimiento a temperatura T_a por un tiempo t_a para favorecer la formación de precipitados finamente dispersos en las regiones sobresaturadas como consecuencia de la difusión del Cu en la matriz de Al [1, 14].

La precipitación de aleaciones binarias $Al - Cu$ sometidas al tratamiento térmico descrito sigue la secuencia de mostrada en la figura 1.7.



Figura 1.7. Secuencia de precipitación de aleaciones $Al - Cu$ [23, 6]

En las zonas G.P. I se presentan discos de átomos de Cu segregados en la matriz de Al

, con diámetros de $8 - 10nm$ y un grosor de $0.4 - 0.6nm$. En las zonas G.P. II se forma un precipitado coherente con la matriz, conformado por una mezcla de Cu puro y Al_2Cu , estos precipitados también se representan como θ'' , tienen un diámetro de $150nm$ y un espesor de $10nm$. La estructura de transición θ' es tetragonal e incoherente con la matriz. La fase θ es la fase en equilibrio, presenta una estructura tetragonal,

es incoherente con la matriz y se obtiene a temperaturas altas y tiempos prolongados [6, 7, 8, 23].

1.5. Técnicas de caracterización

Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X

La fluorescencia de rayos X (FRX) es la técnica no destructiva empleada normalmente cuando se quiere conocer con rapidez la composición elemental de una sustancia, pues permite determinar todos los elementos de la tabla periódica desde el flúor hasta el uranio, en muestras sólidas, en polvo y líquidas [16].

La fluorescencia de rayos X (FRX) es una técnica espectroscópica que utiliza la emisión secundaria o fluorescente, generada al excitar una muestra con una fuente de radiación X. La radiación X (primaria) que incide sobre la muestra expulsa electrones de capas interiores del átomo, así los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes y la diferencia energética resultante de esta transición se disipa en forma de radiación X secundaria, con una longitud de onda característica que depende del gradiente de energía entre los orbitales electrónicos implicados y una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra [16].

El método FRX tiene como ventajas no ser destructivo, la fácil interpretación de los resultados y la versatilidad en cuanto al tamaño de muestras que pueden ser analizadas. Sin embargo, tiene una limitada detección de los elementos más ligeros.

Microscopía Electrónica de Barrido

Las imágenes de un microscopio electrónico se obtienen mediante la detección de las señales originadas por la interacción entre un haz de electrones y la muestra, que son procesadas y visualizadas en el sistema final de observación (monitor o pantalla de computadora). Dichas señales pueden proporcionar información sobre topografía,

composición y estructura cristalográfica de un material [13].

En un microscopio electrónico de barrido la imagen se va formando a medida que el haz de electrones se desplaza sobre una porción de superficie. Este barrido (scanning) se realiza línea por línea sobre una pequeña zona de forma rectangular. Los electrones captados se agrupan en retrodispersados y secundarios. Los primeros, dispersados en forma elástica por los átomos de la muestra permiten detectar variaciones de la composición. Los electrones secundarios son dispersados inelásticamente por el haz incidente en la muestra y permiten obtener las imágenes de máxima resolución [13].

Calorimetría Diferencial de Barrido

La calorimetría diferencial de barrido o DSC es una técnica experimental dinámica que permite determinar la cantidad de calor necesaria para incrementar la temperatura de una muestra y su referencia. Ambas se mantienen a la misma temperatura durante el análisis. Cuando la muestra pasa por una transformación física (transición de fase, cristalización u oxidación) el flujo de calor necesario para mantener a la muestra y a la referencia con la misma temperatura cambia [22].

Cuando hay una reacción exotérmica se requiere aplicar más calor a la referencia y cuando hay una reacción endotérmica menos. Ambas muestras son calentadas o enfriadas uniformemente mientras las diferencias en su flujo de calor son monitoreadas. La curva de calentamiento o enfriamiento resultante (flujo de calor/ temperatura o /tiempo) es usada para identificar los cambios de fase que se presentan en la muestra [22].

Capítulo 2

Desarrollo experimental

En el desarrollo de este capítulo se puede encontrar una descripción completa de las etapas, equipos y parámetros empleados para la producción de espumas metálicas de poro abierto de $Al - 4.5\%Cu$. El capítulo se aborda la descripción del proceso empezando con la preparación y caracterización de la aleación, la producción de las espumas por infiltración, el tratamiento térmico de precipitación, finalizando con la caracterización microestructural y macroestructural de las espumas.

2.1. Aleación

La aleación $95.5\%Al - 4.5\%Cu$ con la cual se trabajó durante este proyecto se obtuvo con el proceso descrito en la figura 2.1.

Balance de carga

Fueron producidos lingotes cilíndricos de la aleación para ser usados como metal base para las espumas. Se usaron lingotes de Al_{1100} y láminas de Cu de pureza comercial. Ambos metales se limpiaron con alcohol y lijaron para evitar contaminar la fundición con aceite u óxido. La tabla 2.1 nos muestra las masas de Al y Cu utilizadas para cada

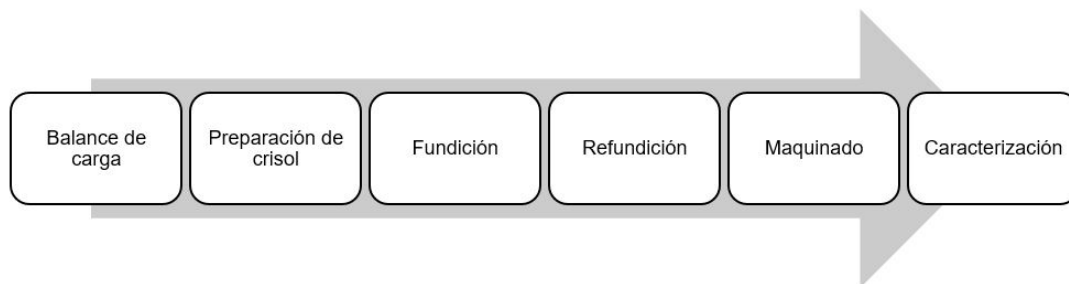


Figura 2.1. Diagrama de proceso para obtención de aleación

uno de los seis lingotes producidos. En todas las fundiciones se adicionaron de 20 – 30g de *Al* considerando las posibles pérdidas que implica el proceso.

Tabla 2.1. Balance de carga

Lingote	masa Al [g]	masa Cu [g]	%Al	%Cu
1	682.00	31.5	95.59	4.41
2	682.00	31.5	95.59	4.41
3	935.90	44.10	95.50	4.50
4	682.00	31.50	95.59	4.41
5	1030.00	47.20	95.62	4.38
6	1028.70	47.30	95.6	4.40

Preparación de crisol

Los lingotes 1, 2 y 3 se produjeron en crisoles cerámicos, mientras que el 4, 5 y 6 se fundieron en crisoles de acero inoxidable. Para ambos crisoles la preparación fue la misma. Se limpiaron, lijaron y lavaron, se colocaron en el secador por 20min a 120°C para retirar por completo la humedad, se cubrieron con dos capas de nitruro de boro y se metieron nuevamente por 30min para secar las capas. El *Cu* y *Al* también se

introdujeron al secador para evitar que contuvieran humedad. Después de este tiempo, se acomodó el *Al* al fondo de los crisoles y el *Cu* en la parte superior para ayudar a su difusión.

Fundición

Todas los crisoles estuvieron 1 hora con 30 minutos en el interior del horno de resistencias a 900°C con agitación cada 5min para asegurar la difusión homogénea del *Cu* en el *Al*.

Refundición

Algunos de los lingotes fuera del molde presentaron coloraciones cobrizas en la capa superior, motivo por el cual se decidió refundir todos los lingotes por 1 hora a 900°C . Después de este paso todos los lingotes tuvieron una coloración homogénea.

Maquinado

Finalmente, para retirar por completo la fina capa de nitruro que tenían los lingotes ya refundidos y dejarlos listos para espumar, se maquinó un milímetro a cada lado y se retiraron los rechupes generados.

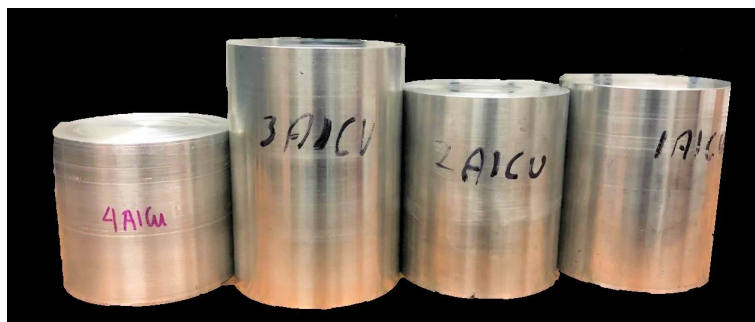


Figura 2.2. Lingotes maquinados de aleación *Al* – 4.5Cu

Caracterización

Se analizó la composición final de los lingotes con un equipo de fluorescencia de rayos X de la marca Bruker modelo Titan S1 para obtener los porcentajes en peso de los elementos que conforman la aleación. Se analizaron cuatro puntos de cada lingote maquinado como muestra la figura 2.3.

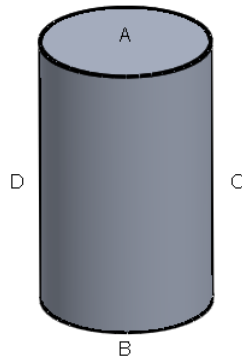


Figura 2.3. Zonas tomadas para análisis FRX

También se realizó un análisis EDS para confirmar la composición, con un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) modelo JEOL JSM-7600. Las muestras analizadas consistieron en trozos de tocho de $5 \times 5 \times 3 \text{ mm}$, planas.

El comportamiento térmico de la aleación se analizó con ayuda de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), se prepararon muestras de $3 \times 3 \times 1.5 \text{ mm}$ lijadas hasta ser completamente planas; se empleó un equipo DSC Q100 de TA Instruments, en un rango de temperatura de 0 a 450°C con una velocidad de 10°C por minuto.

2.2. Proceso de espumado

El proceso utilizado para espumar la aleación fue infiltración, que pertenece a los métodos para producir espumas con metal líquido. El proceso se divide en tres etapas:

Preparación de preforma

La preforma empleada consistió en granos de $NaCl$ con forma irregular. Los granos se separaron en dos rangos de tamaño diferentes con ayuda de tamices, de acuerdo a la norma ASTM E11-47, encargada de estandarizar la abertura de las mallas. En la tabla 2.2 se encuentra la denominación y tamaño de la abertura de los tamices empleados para separar los tamaños de poro nombrados como P1 y P2.

Tabla 2.2. Tamaños de poro y tamices empleados

Poro	Tamaño de abertura [mm]	Denominación
P1	2.00	10
	2.38	8
P2	3.35	6
	4.75	4

2.2.1. Ensamblado de crisoles

Para infiltrar las espumas se utilizaron crisoles de acero inoxidable con el diseño mostrado en la figura 2.4. Cada crisol consta de tres piezas que se ensamblan con ayuda de cuatro espárragos ajustados con las roscas del plato inferior y tuercas en la parte superior.

Cada crisol fue preparado limpiando, lijando y lavando las tres piezas que lo conforman para posteriormente recubrir con dos capas nitruro de boro y dejar secar a $120^{\circ}C$ por $30min$. Posteriormente se montó el plato inferior y el cuerpo del crisol, para introducir primero la preforma, seguida del lingote cilíndrico de aleación; por cada centímetro de metal se colocaron $0.92cm$ de $NaCl$ [4].

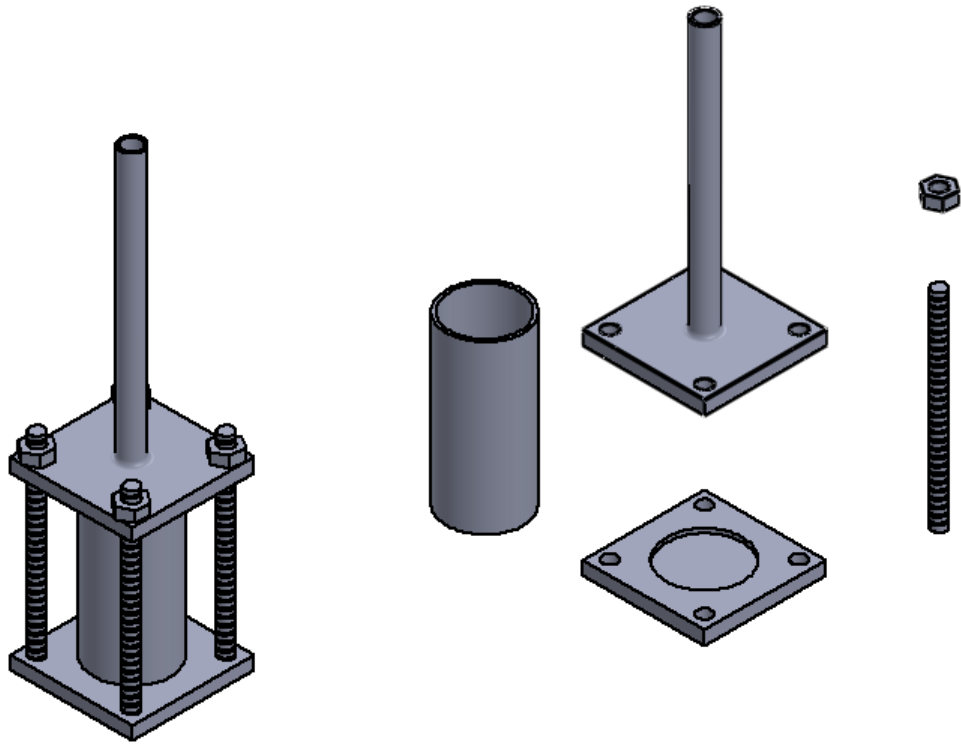


Figura 2.4. Diagrama crisol de acero para infiltración

2.2.2. Purga

La purga del sistema cumple la doble función de garantizar que se encuentre sellado de forma correcta y de eliminar el aire que se encuentra dentro para reemplazarlo con un gas inerte que inhiba la oxidación a altas temperaturas. Se realiza ensamblando el sistema de válvulas con manómetro al tubo del plato superior del crisol. Por un lado, se conecta el tanque de *Ar* y por el otro la bomba de vacío. Durante periodos de 2 minutos se succiona el aire del crisol y se llena de *Ar* a una presión de $2\text{kg}/\text{cm}^2$, repitiendo esta secuencia 3 veces.

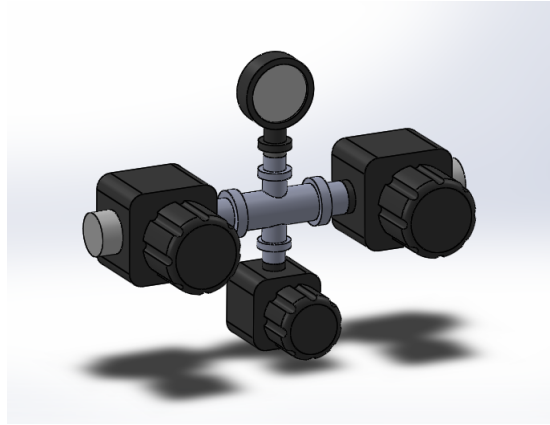


Figura 2.5. Sistema de válvulas

2.2.3. Infiltración

La tabla 2.3 muestra los valores de las variables utilizadas para infiltrar la aleación en las preformas P1 y P2.

Tabla 2.3. Parámetros de proceso

Poros	$T[^\circ C]$	$P_f[kg/cm^2]$	$t_f[min]$	$P_i[kg/cm^2]$	$t_i[min]$
P1	780	0.5	70	1.7	30
P2	780	0.50	70	1.3	30

Pasado el tiempo de infiltración (t_i) el sistema de válvulas se cierra y se extrae el crisol del horno. Para favorecer la solidificación de la parte infiltrada y la formación del rechupe en la parte superior, el crisol fue colocado en una placa de *Cu*. La figura 2.6 permite distinguir como la parte inferior del crisol muestra una coloración más opaca, indicando que está a menor temperatura.



Figura 2.6. Crisol en enfriamiento sobre placa de *Cu*

2.2.4. Obtención de probetas

Cuando el sistema alcanza la temperatura ambiente se desmontó el crisol y se extrajo el lingote de aleación infiltrada en la preforma de sacrificio. Este se maquinó en probetas para ensayo de compresión, con una relación longitud/diámetro de 0.8, para descartar el efecto de pandeo, con un diámetro asignado de 2.54cm y longitud de 2cm . La figura 2.7 muestra el lingote de material compuesto sin maquinar salido del crisol.



Figura 2.7. Lingote de aleación y preforma de *NaCl* salido de crisol

Por último, se colocaron las probetas en un vaso de precipitados con agua destilada en una tina de baño ultrasónico por 2 horas para retirar la preforma de *NaCl* comple-

tamente. El agua destilada se cambio cada 15 minutos la primer hora y cada 20 la hora restante. Para retirar la humedad fueron colocadas en el secador a $100^{\circ}C$ por $30min$.

2.3. Tratamiento térmico de envejecimiento

Las espumas se sometieron al tratamiento térmico de envejecimiento, que como se analizó en la sección 1.4.5, consiste en tres etapas principales: solución, temple y envejecimiento artificial. Las probetas de espuma se trataron térmicamente en la mufla BIOBASE MX8 12TP, con los parámetros mostrados en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4. Parámetros de tratamiento térmico

$T_s[^{\circ}C]$	$t_s[min]$	$T_q[^{\circ}C]$	$T_a[^{\circ}C]$	$t_a[min]$
550	330	20	170	480

El temple se realizó en agua a temperatura ambiente inmediatamente después de sacar las probetas de la mufla. Antes de someter las probetas a envejecimiento artificial se secaron a $100^{\circ}C$ por $20min$.

2.4. Caracterización

Las probetas producidas fueron caracterizadas macro y microestructuralmente para poder relacionar las propiedades mecánicas obtenidas con las características registradas.

Dentro de la caracterización macroestructural se obtuvieron la porosidad y densidad relativa experimentales y teóricas. Para la caracterización microestructural se observaron las probetas tratadas térmicamente con microscopía electrónica de barrido. Finalmente se hicieron ensayos mecánicos de compresión.

Porosidad

La porosidad de cada uno de las probetas fue experimentalmente determinada, ya que al provenir de distintas corridas de infiltración era necesario garantizar la repetibilidad del proceso y la uniformidad de valores para hacer comparables las probetas. La porosidad se obtuvo de forma teórica midiendo la masa de las probetas (m_p) y calculando el volumen ocupado por la aleación a partir de la fórmula de densidad, como se muestra en la ecuación 2.2. El valor teórico de la aleación se obtuvo con la ecuación 2.1 [21], donde se colocaron los valores usados para producir 100[g] de aleación. La ecuación 2.3 se usó para calcular el volumen de la probeta, con diámetro asignado de 2.54cm y su altura de 2.00cm. La ecuación 2.4 sirve para determinar la porosidad efectiva en porcentaje.

$$\rho_{Al-4.5Cu} = \frac{m_{Al} + m_{Cu}}{m_{Al}/\rho_{Al} + m_{Cu}/\rho_{Cu}} \quad (2.1)$$

$$V_{Al-4.5Cu} = \frac{m_{pr+}}{\rho_{Al-4.5Cu}} \quad (2.2)$$

$$V_p = \pi \cdot r_p^2 \cdot h_p \quad (2.3)$$

$$\Phi_{ef} = \frac{V_p - V_{Al-4.5Cu}}{V_{pr}} \cdot 100 \quad (2.4)$$

Se obtuvo experimentalmente la porosidad de las probetas por medio de un picnómetro de helio Ultrapyc 1200e. Este equipo calcula el volumen de piezas con geometría irregular midiendo el volumen de gas desplazado y el cambio de presión asociado a partir del Principio de Arquimides y la ley de Boyle [20]. El picnómetro fue calibrado a una presión de 19 psi y se utilizó la celda mediana. Con el valor de $V_{Al-4.5Cu}$ obtenido se emplearon las ecuaciones 2.3 y 2.4 para obtener la porosidad efectiva.

Densidad relativa

Para obtener el valor de la densidad relativa se obtuvo primero la densidad de la probeta con la ecuación 2.5. Con el valor teórico de la densidad de la aleación se utilizó la ecuación 2.6.

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} \quad (2.5)$$

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_p}{\rho_{Al-4.5Cu}} \quad (2.6)$$

Microestructura

Se analizaron las probetas en la etapa final del tratamiento térmico para poder visualizar la distribución de los precipitados de Al_2Cu , se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) modelo JEOL JSM-7600F. Para dicho análisis, fueron tomadas muestras de una de las probetas tratadas térmicamente, como la que se observa en la figura 2.8 y con un espesor de $5mm$ se retiraron las rebabas con una lija del 100, se encapsularon las muestras en resina epóxica transparente y se desbastaron con lijas más finas (200,400,600,1000,1500,2000) para finalmente pulirlas con ayuda de un paño y partículas de alumina de $5\mu m$.

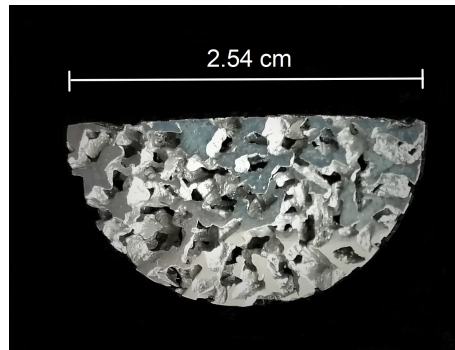


Figura 2.8. Muestra de espuma de $Al - 4.5Cu$ de poro 1 pulida para observaciones por SEM

Ensayo mecánico

Los ensayos de compresión se realizaron en una máquina universal de pruebas mecánicas INSTRON, tomando como referencia la norma ASTM E9 89a *Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature*. Las curvas de esfuerzo-deformación obtenidas se analizaron de acuerdo a la norma ISO 13314 :2011 *Mechanical testing of metals, Ductility testing, Compression test for porous and cellular metals*, para obtener Módulo de Young, esfuerzo de Plateau y la capacidad de absorción de energía.

Capítulo 3

Resultados y discusión

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos a partir de la metodología descrita en la sección anterior. Primeramente, se muestra la composición química de la aleación producida y el comportamiento térmico que la caracteriza. Posteriormente, se reportan las propiedades físicas y microestructurales de las espumas fabricadas en ambos tamaños de poro, determinadas de manera teórica y experimental. Finalmente, se presentan las curvas esfuerzo-deformación generadas a partir de ensayos de compresión, correspondientes a espumas de ambos poros en cada etapa de la historia térmica de la aleación base. El análisis y la discusión pertinente se realiza de manera particular y global, haciendo hincapié en el efecto del tamaño de los poros y de la evolución microestructural de la aleación base en las propiedades mecánicas de las espumas.

3.1. Aleación

La aleación empleada, $Al - \%4.5Cu$, se seleccionó para trabajar dentro del intervalo de composición que permite endurecer con tratamiento térmico de precipitación la aleación binaria ($2.5 - 5\%Cu$). La temperatura de fundición para dicha aleación es menor a $660^{\circ}C$ de acuerdo al diagrama de fase, sin embargo, se empleó una tempera-

Tabla 3.1. Masas finales de lingotes de aleación $Al - 4.5Cu$

	1	2	3	4	5	6
masa final [g]	600.20	578.30	710.10	480.50	658.00	953.40
Pérdidas [%]	15.88	18.95	27.54	32.66	38.91	11.39

tura de $900^{\circ}C$ para garantizar que las láminas de Cu pudieran difundirse en el Al . Se obtuvieron seis lingotes cilíndricos de aleación, de coloración plateada completamente homogénea. Las masas finales que se observan en la tabla 3.1 fueron medidas en los lingotes ya maquinados; las pérdidas van del 11-38%, presentándose los valores más grandes en los lingotes producidos en crisoles de acero inoxidable (4, 5, 6), debido a la forma de los rechupes. Esto se relaciona con el medio en el cual se enfriaron los lingotes, mientras que las lingoteras de los crisoles cerámicos se enterraron en arena para hacer el vaciado y permanecieron así durante la solidificación, los lingotes producidos en los crisoles de acero inoxidable solidificaron dentro del crisol sobre una placa de Cu ; al estar expuestos a un enfriamiento más rápido tanto en la base como en las paredes del crisol, los lingotes 4, 5 y 6 solidificaron con un rechupe profundo y delgado que se tuvo que retirar por completo.

Composición química

La tabla 3.2 muestra el promedio de composición obtenido con Fluorescencia de Rayos X de los lingotes de aleación producidos. El porcentaje de Al se encuentra 3.03% abajo del valor esperado, considerando que la técnica es local y además puede tener menos sensibilidad al detectar elementos más ligeros como es el caso del Al comparado con Cu se optó por realizar un análisis de composición EDS.

La tabla 3.3 muestra el promedio de los resultados de composición obtenidos con el análisis EDS. El valor del porcentaje de Al obtenido está sólo 0.52% arriba del valor

Tabla 3.2. Resultados análisis FRX

Elemento	%	+/- [*2]
Al	92.47	0.29
Cu	6.93	0.04
Fe	0.39	0.02
Zn	0.07	0.01
Ti	0.03	0.00
Cr	0.02	0.01
Ni	0.02	0
Mn	0.01	0.01

esperado, lo que indica que la aleación obtenida cumple con la condición necesaria de composición para ser tratada térmicamente. El análisis EDS da un resultado más confiable debido a que se analiza una región de material más extensa y el *Al* puede ser cuantificado sin problemas aun siendo más ligero que el *Cu*.

Tabla 3.3. Resultados análisis EDS

Elemento	%
Al	95.22
Cu	4.78

Comportamiento térmico

Al obtener valores distintos en las dos técnicas de análisis de composición, la forma más segura de saber si la aleación precipitara al someterse a tratamiento térmico es por medio de un análisis DSC. La figura 3.1 muestra curvas DSC correspondientes a

la aleación $Al - 4.5\%Cu$ publicadas por S.W. Choi en 2016 [6]. Los picos exotérmicos y endotérmicos que están acotados en la figura 3.1 se relacionan con la secuencia de precipitación de la siguiente forma: a corresponde a la formación de G.P. I, a' a la formación de θ'' , b está relacionado con la formación de θ' y los picos c y d están relacionados con la formación de θ [6].

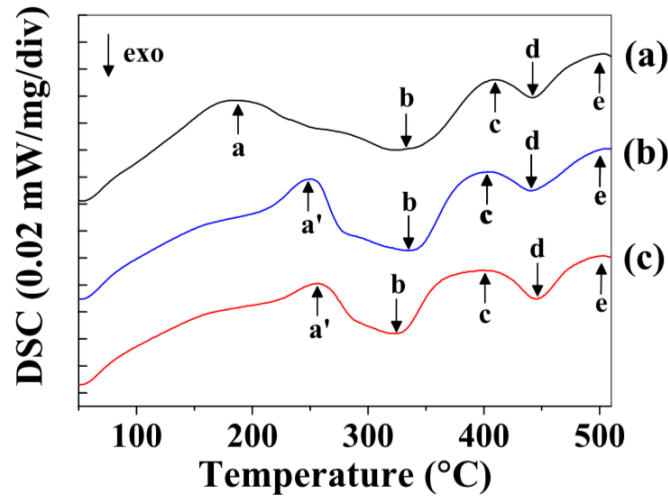


Figura 3.1. Curvas DSC aleación $Al-4.5Cu$. (a) Post-SSSS, (b) envejecida a $200^{\circ}C$ por 5hrs, (c) envejecida a $200^{\circ}C$ por 20hrs [6]

La figura 3.2 muestra la gráfica de comportamiento obtenida de analizar la aleación fabricada, las acotaciones de las zonas se hicieron de acuerdo con la figura 3.1, utilizada como referencia. El análisis DSC se realizó a muestras con tratamiento térmico de solubilización, por lo tanto, las zonas visibles son a , correspondiente a la formación de G.P. I, b , relacionada con la formación de θ' y c , relacionada con la formación de θ [6]. Debido al rango de temperatura del equipo utilizado no es posible apreciar el último pico d , pero se observa la tendencia de la curva a su formación. Con las zonas presentes en el diagrama DSC, se puede confirmar que al envejecer la aleación habrá formación de precipitados y se pueden descartar los valores del análisis de FRX.

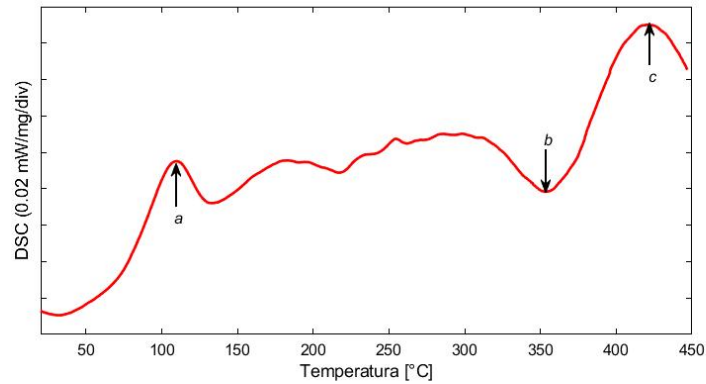


Figura 3.2. Análisis DSC de lingote de aleación $Al - 4.5Cu$

3.2. Espumas

Se produjeron diez espumas con un diámetro de 2.54cm y una longitud de 2cm , que fueron separadas en tres grupos: espumas de fundición, espumas solubilizadas y espumas con tratamiento térmico de precipitación. La selección de la preforma se basó en que el $NaCl$ tiene un punto de fusión superior al de la aleación ($T_{fNaCl} = 801^{\circ}C$, $T_{fAl-4.5Cu} = 660^{\circ}C$), por su estabilidad química a altas temperaturas y por su fácil disolución en agua. Las espumas fueron maquinadas con la preforma para evitar el desprendimiento de celdas de metal, aun así hubo grandes pérdidas de material. La figura 3.3 muestra espumas P1 y P2 después de haber retirado por completo la preforma de $NaCl$.

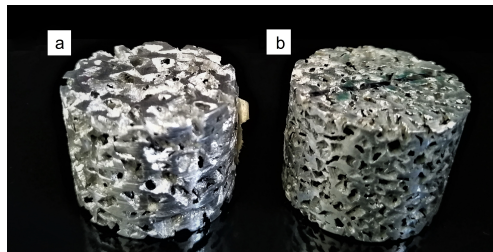


Figura 3.3. Probetas compresión (a) P1 (b) P2

Propiedades físicas y estructurales

Fueron fabricadas espumas con dos tamaños de poro, para poder definir como este factor influye en sus propiedades mecánicas y comportamiento térmico. La masa de las espumas fue medida antes y después de disolver la preforma para poder registrar en que tamaño de poro se removía mayor cantidad de sal y si esto se podía traducir en un cambio representativo de las propiedades mecánicas. En las masas iniciales promedio había una diferencia de $0.01[g]$ entre las espumas P1 y P2, mientras que en las masas finales es de $0.24[g]$. Aunque la diferencia de masas se incrementó, no es suficientemente grande como para considerar que puede influir en las propiedades mecánicas y se espera que las gráficas esfuerzo-deformación de las probetas de fundición sean similares para los dos tamaños de poro.

Tabla 3.4. Masa de probetas antes y después de disolver preforma

Poros	masa con preforma [g]	masa sin preforma [g]
P1	22.46	10.40
P2	22.47	10.16

En la tabla 3.5 se muestran los valores de volumen, porosidad y densidad relativa de las espumas P1 y P2. Los valores experimentales se obtuvieron a partir del volumen medido con el picnómetro y los valores teóricos con ayuda de la ecuación 2.1 que determinó el valor teórico de la densidad de la aleación como $\rho_{Al-4.5Cu} = 2.79[g/cm^3]$.

Se calculó el volumen teórico para tener una referencia que permitiera saber si la preforma de sal había sido retirada por completo, la diferencia entre el valor experimental y teórico es de 0.8% , lo cual permite asegurar que se retiró de forma exitosa la totalidad de los granos de sal de la estructura de las espumas.

El porcentaje de porosidad entre P1 y P2 varía sólo 0.71% , mientras que la densidad relativa es la misma para ambos tamaños. Tomando como referencia investigaciones

Tabla 3.5. Valores teóricos y experimentales de espumas

Poros	V_{teo} [cm^3]	V_{exp} [cm^3]	Φ_{teo} [%]	Φ_{exp} [%]	ρ_{teo}	ρ_{exp}
P1	3.72	3.69	63.20	63.58	0.37	0.36
P2	3.65	3.62	64.03	64.29	0.37	0.36

previas con granos esféricos de NaCl, donde la porosidad y densidad relativa es directamente proporcional al tamaño de las esferas [19], se puede concluir que para los granos irregulares el tamaño no impacta de manera significativa ya que su acomodo aleatorio permite llenar los espacios que con una forma esférica quedarían entre los granos.

Microestructura

La figura 3.4 muestra las espumas después del tratamiento térmico de envejecimiento. Se puede observar en la imagen a x200, precipitados blancos de $2 - 9\mu m$ distribuidos en la matriz de Al, de acuerdo con los resultados del análisis DSC, dichos precipitados son de Al_2Cu , la fase endurecedora para esta aleación.

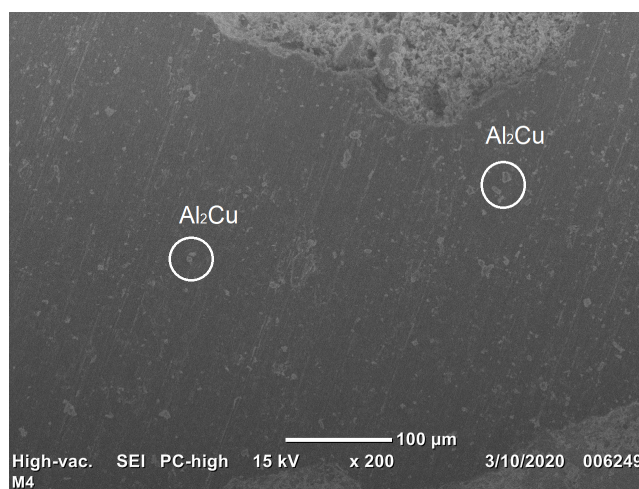


Figura 3.4. Imagen de SEM de una espuma tratada térmicamente

Propiedades mecánicas

Fueron sometidas a ensayos de compresión las espumas P1 y P2 de fundición, solubilización y tratamiento térmico de precipitación, para definir sus propiedades mecánicas. Las dimensiones de las probetas tienen una relación diámetro/longitud de 0.80, que de acuerdo con la norma ASTM E9 89a favorece la deformación uniaxial durante el ensayo y evita los defectos de torsión o desviación longitudinal conocidos como pandeo. La figura 3.5 muestra probetas de P1 y P2 antes y después del ensayo de compresión, las espumas alcanzaron el límite de carga aplicada, 10 toneladas, aproximadamente al 70 % de deformación.

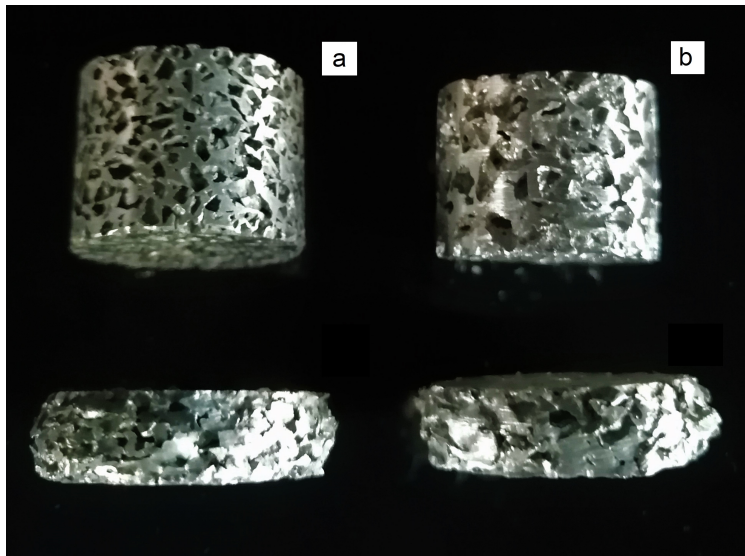


Figura 3.5. Probetas (a) P1, (b) P2

Con los datos de esfuerzo promedio obtenidos para cada valor de deformación se obtuvo la gráfica representativa de cada grupo, que se muestran en la figura 3.6, con estos se calculó el Módulo de Young (E), el esfuerzo de Plateau (σ_{pl}), el punto final de la región de Plateau de la tabla 3.6.

El Módulo de Young, es el parámetro que caracteriza a la zona de deformación lineal

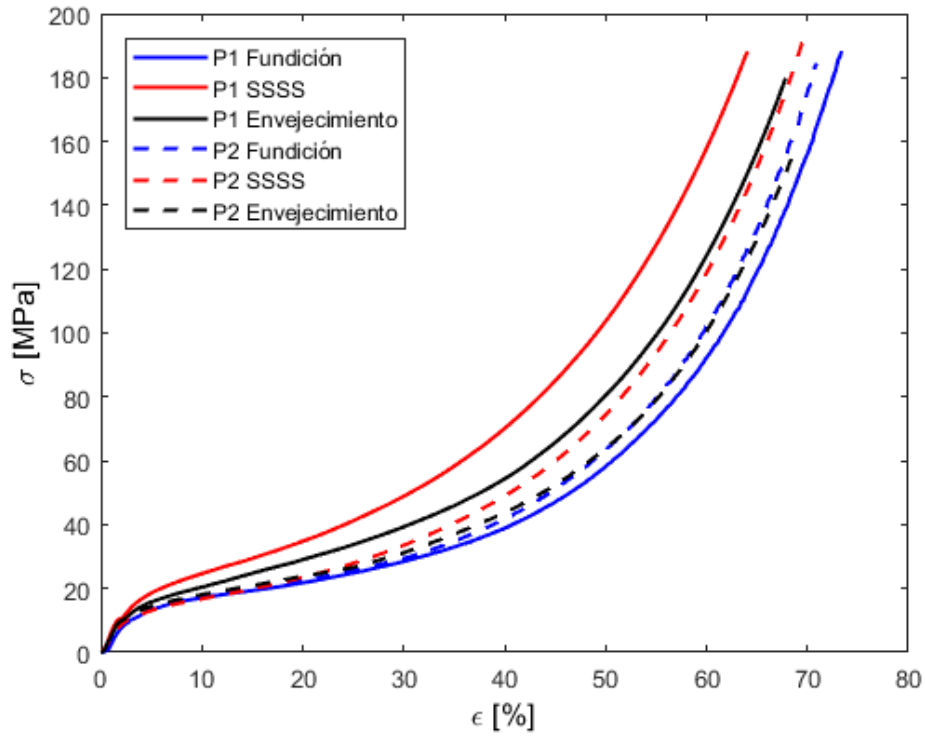


Figura 3.6. Diagrama esfuerzo-deformación de espumas de fundición, solubilización y precipitación de P1 y P2

Tabla 3.6. Parámetros mecánicos

Espuma	E [MPa]	σ_{pl} [MPa]	σ_{end-pl} [MPa]	ε_{end-pl} [%]
P1 Fundición	239.98	29.07	37.79	39.06
P1 SSSS	102.94	50.33	65.43	38.06
P1 Envejecimiento	217.39	40.16	52.21	38.81
P2 Fundición	390.91	30.35	39.46	38.44
P2 SSSS	181.75	34.51	44.87	37.56
P2 Envejecimiento	155.93	32.23	41.90	38.69

indicando que tan rígido es un material, los valores más altos corresponden a mayor rigidez. En los módulos obtenidos de las espumas ensayadas se puede observar que para P2, el valor del módulo disminuye conforme se aplica el tratamiento térmico, mientras que para P1 el valor disminuye con el tratamiento de solubilización y aumenta con el de envejecimiento. Para ambos tamaños de poro, el valor de rigidez máximo está en las probetas sin tratamiento térmico, lo que podría indicar que es la condición en la que se puede soportar mayor carga con menor deformación. Sin embargo, el valor obtenido no es confiable ya que de acuerdo con la norma ASTM E9 89a las probetas para obtener específicamente este parámetro requieren dimensiones distintas a las utilizadas.

Para la zona de Plateau se obtuvo el valor del σ_{pl} , que es el esfuerzo promedio que resisten las espumas antes de comenzar a compactarse. Para ambos tamaños de poro el valor más alto es el de las espumas solubilizadas, seguido por las espumas envejecidas y por último las espumas sin tratamiento térmico. El aumento en este parámetro indica que las espumas mejoraron su capacidad de absorción de energía en esta región.

Para localizar el inicio de la zona de densificación, donde las espumas comienzan a colapsar con la carga aplicada, se obtuvieron el σ_{pl-end} y la ε_{pl-end} ; para ambos tamaños de poro, las espumas solubilizadas colapsaron al mayor esfuerzo de las tres condiciones, con el menor porcentaje de deformación.

Con los diagramas esfuerzo deformación promedio se obtuvieron también las gráficas de absorción de energía que se muestran en la figura 3.7. Se puede observar que entre el 37-39 % de deformación, que es la región de Plateu de las espumas la capacidad de absorción de energía tiene un aumento más grande para las probetas de P1, tanto solubilizadas como precipitadas, y para P2 la variación es mínima.

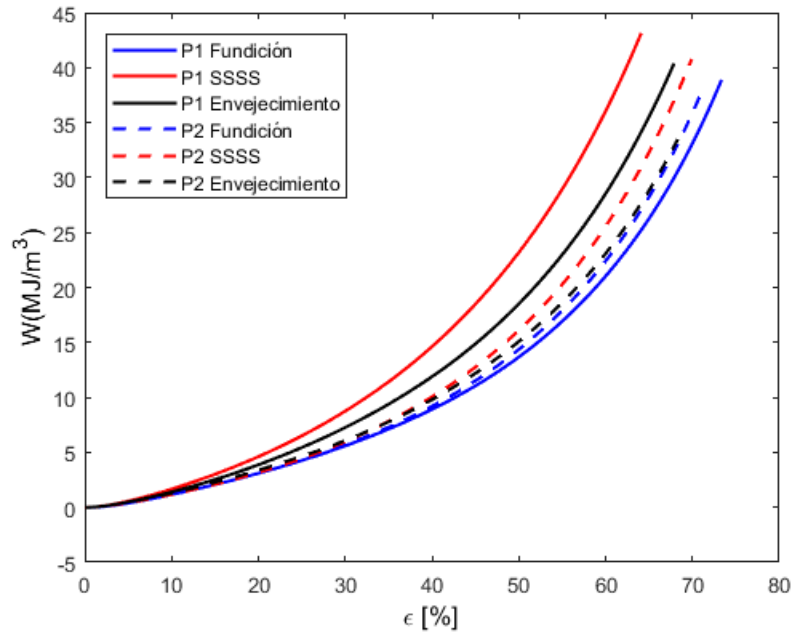


Figura 3.7. Absorción de energía

El comportamiento mecánico de las espumas P1 y P2 es similar al que se obtiene de aplicar el tratamiento térmico de envejecimiento al material sólido. Las espumas de fundición presentan una estructura dendrítica consecuencia del proceso de espumado y por ello tienen las propiedades mecánicas menos favorables. Para P1 y P2 las propiedades mejoran cuando se realiza el tratamiento térmico de solubilización ya que los precipitados, aunque no son de la fase endurecedora sino de las fases metaestables y en transición, se distribuyen de forma homogénea como finas partículas a lo largo de toda la espuma y con un enfriamiento rápido, que se ve favorecido por la estructura porosa y gran área superficial, es posible mantener esa distribución a temperatura ambiente. Posteriormente hay un decremento de las propiedades mecánicas cuando se realiza el tratamiento térmico de precipitación, aquí las partículas deben aglomerarse en precipitados más grandes de la fase endurecedora Al_2Cu . Sin embargo, se obtuvo un decremento de las propiedades mecánicas.

Capítulo 4

Conclusiones

La producción de una aleación Al-Cu con composición que permitiera el desarrollo de la secuencia de precipitación se logró exitosamente a partir del balance de carga calculado y las etapas de fundición empleadas. Se obtuvieron probetas de espumas con dos tamaños de poro basándose en los valores propuestos para la producción de espumas base *Al* con ligeras modificaciones de presión considerando la naturaleza de la aleación.

Las espumas presentaron una densidad relativa de 0.36 comparadas con el valor experimental de la aleación y una porosidad de 64 % para ambos tamaños de poro. Las probetas se obtuvieron de diferentes corridas de infiltración y los valores se mantuvieron homogéneos, lo que indica que el proceso es repetible.

Se realizó tratamiento térmico de envejecimiento a las probetas con los valores de tiempo y temperatura encontrados en la literatura para la aleación sólida, las espumas se separaron en tres grupos: fundición, solución sólida y precipitación, para poder tener referencia de los cambios ocurridos en cada etapa. Los dos grupos de probetas tratados térmicamente no presentaron cambios de coloración ni colapso visible de la estructura por el tratamiento térmico aplicado.

Se obtuvieron imágenes de SEM, donde es posible observar la formación de precipitados, que de acuerdo con el análisis DSC, corresponden a la fase endurecedora Al_2Cu ,

el tamaño de los precipitados es de $2 - 9\mu m$ distribuidos homogéneamente en la matriz de Al.

Los ensayos de compresión arrojaron curvas esfuerzo-deformación reproducibles entre espumas de un mismo poro y de una misma etapa de tratamiento térmico. Las espumas que presentaron mejores propiedades mecánicas fueron las de solubilización para ambos tamaños de poro. Todos los ensayos presentaron el comportamiento típico de los materiales porosos y se definieron los parámetros correspondientes a cada zona, Módulo de Young para la zona de elasticidad lineal, esfuerzo de Plateau en la zona de deformación cuasilineal y finalmente esfuerzo y deformación que indican el fin de la zona dos y el inicio de la región de densificación. Las propiedades mecánicas de las probetas antes del tratamiento térmico son muy similares para los dos tamaños de poro. Sin embargo, cambian drásticamente entre ellas al solubilizar y envejecer las probetas, lo que señala que los cambios microestructurales están relacionados con el tamaño de poro, siendo las porosidades pequeñas, con mayor área superficial, las que presentan mejoras más grandes.

Finalmente, se observa que hay un aumento en la absorción de energía para todas las probetas tratadas térmicamente tomando como referencia los valores de las probetas de fundición. El cambio más significativo se obtiene en las probetas únicamente solubilizadas para ambos tamaños de poro, por la distribución homogénea de finos precipitados.

Bibliografía

- [1] M. F. Ashby, T. Evans, N. A. Fleck, J. Hutchinson, H. Wadley, and L. Gibson. *Metal foams: a design guide*. Elsevier, 2000.
- [2] C. A. B. Avila, M. S. Cetina, and J. Lemus. Influencia del tratamiento térmico de envejecimiento en las propiedades mecánicas de los aluminios 6061 t6 y 6063 t5. *AVANCES: Investigación en Ingeniería*, 1(13):20–25, 2010.
- [3] S. H. Avner. *Introduction to physical metallurgy*, volume 2. McGraw-hill New York, 1974.
- [4] M. Azamar. *Estudio de la permeabilidad a altas presiones de espumas de aluminio*. Universidad Nacional Autónoma de México, 2019.
- [5] J. Banhart. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in materials science*, 46(6):559–632, 2001.
- [6] S. Choi, H. Cho, and S. Kumai. Effect of the precipitation of secondary phases on the thermal diffusivity and thermal conductivity of al-4.5 cu alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 688:897–902, 2016.
- [7] L. Colegio. *Efecto de la adición de cobre sobre los precipitados obtenidos en la aleación Al-Cu envejecida*. Universidad Nacional Autónoma de México, 2019.
- [8] A. I. H. Committee. *ASM handbook: Heat treating*, volume 4. Asm Intl, 1991.

- [9] J. Davis. Asm specialty handbook: Copper and copper alloys, asm international, materials park, oh, usa, 2001, 2001.
- [10] L. J. Gibson and M. F. Ashby. *Cellular solids: structure and properties*. Cambridge university press, 1999.
- [11] M. Groover. Fundamentos de manufactura moderna. tercera edición. ed. *México, DF: Mc Graw Hill*, 2007.
- [12] I. International. Iso 13314 mechanical testing of metals-ductility testing-compression test for porous and cellular metals. 2011.
- [13] M. Ipohorski and P. Bozzano. Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales. *Ciencia e investigación*, 63(3):43–53, 2013.
- [14] D. Lehmhus and J. Banhart. Properties of heat-treated aluminium foams. *Materials Science and Engineering: A*, 349(1-2):98–110, 2003.
- [15] P. Liu and G.-F. Chen. *Porous materials: processing and applications*. Elsevier, 2014.
- [16] B. Martínez, O. Gil Novoa, A. Barón González, et al. Espectrometría de fluorescencia de rayos x. *Revista Colombiana de Física*, 38(2), 2006.
- [17] M. J. Muñoz Portero. Extracción de metales por hidrometalurgia: Procesamiento de cobre y cinc. 2016.
- [18] M. J. Muñoz Portero. Extracción de metales por pirometalurgia: Procesamiento de hierro, acero, cobre y aluminio. 2016.
- [19] J. Osorio-Hernández, M. Suarez, R. Goodall, G. Lara-Rodriguez, I. Alfonso, and I. Figueroa. Manufacturing of open-cell mg foams by replication process and mechanical properties. *Materials & Design*, 64:136–141, 2014.

- [20] L. Pal, M. K. Joyce, and P. D. Fleming. A simple method for calculation of the permeability coefficient of porous media. *Tappi Journal*, 5(9):10, 2006.
- [21] H. G. Riveros. La densidad para medir la composición de aleaciones. *Revista Mexicana de Física*, 35(3):512–515, 1988.
- [22] C. Scott. The heat of the moment: Analyzing reactions in action. *BioProcess Int*, 12(4), 2014.
- [23] R. Smallman and A. Ngan. Modern physical metallurgy (eight edition). *Chapter*, 5:219, 2014.
- [24] V. Srivastava and K. Sahoo. Processing, stabilization and applications of metallic foams. art of science. *Materials Science-Poland*, 25(3):733–753, 2007.
- [25] M. Suarez, I. Figueroa, G. Gonzalez, G. Lara-Rodriguez, O. Novelo-Peralta, I. Alfonso, and I. Calvo. Production of al–cu–fe metallic foams without foaming agents or space holders. *Journal of alloys and compounds*, 585:318–324, 2014.
- [26] G. E. Totten and D. S. MacKenzie. *Handbook of aluminum: vol. 1: physical metallurgy and processes*. CRC press, 2003.
- [27] V. S. Zolotarevsky, N. A. Belov, and M. V. Glazoff. *Casting aluminum alloys*, volume 12. Elsevier Amsterdam, 2007.