



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

TESIS

**EFFECTO DE LAS ESFERAS REFORZANTES SOBRE LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS DE ESPUMAS METÁLICAS SINTÁCTICAS**

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE DOCTORA EN
CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:

M. en C. CENTLI TZENTZANGARI GUERRERO CARO

TUTOR PRINCIPAL:
DR. ISMELI ALFONSO LÓPEZ

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES-UNAM

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR

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

DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTINEZ
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES-UMSNH

MORELIA, MICHOACÁN, OCTUBRE DE 2023



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Itzae y Olin, las amo infinitamente
son mi orgullo y mi luz....

AGRADECIMIENTOS

Gracias a Dios por no soltarme y mantenerme a flote en cada momento.

Agradezco a mi esposo Sayab por hacerme fuerte en cada momento, darme tanta seguridad, amor, alentarme y sobre todo apoyarme en mis decisiones.

Gracias a mis papás Martha Caro y Bernardino Guerrero por su apoyo incondicional, a mis hermanos Atziri y Pepe por siempre inspirarme. Y a toda mi familia por siempre estar pendientes.

Agradezco al Doctor Ismeli Alfonso López, por su paciencia, su apoyo y su guía en mi trayectoria en el Doctorado, gracias por todos sus consejos, llamadas de atención, por su tiempo invertido en revisar y en ayudarme a mejorar, por inspirarme y por ser un excelente asesor.

Agradezco al IIM-UNAM Unidad Morelia, por ser mi casa durante estos últimos años, así como a la parte administrativa por su disposición, amabilidad y eficiencia.

Agradezco a mis asesores externos, al Dr. Ignacio Figueroa y el Dr. Jorge Alejandro Verduzco por su apoyo a lo largo del desarrollo de este proyecto.

Agradezco a mis amigos y compañeros por todos sus consejos y aventuras.

Asimismo, agradezco al Dr. Orlando Hernández, por su apoyo y enseñanzas en el uso del Microscopio Electrónico de Barrido, así como al Dr. Eliezer Hernández Mecinas encargado de las pruebas mecánicas.

Gracias a CONACYT por el apoyo económico para la realización de mi proyecto doctoral.

También agradezco al proyecto UNAM PAPIIT-IN102322 por los recursos para llevar a cabo el presente trabajo.

Índice

Índice	4
Índice de Figuras	6
Índice de Tablas	9
Índice de Abreviaturas	10
Resumen	11
Introducción	12
Objetivos.....	14
Hipótesis	15
Justificación	16
1. Marco Teórico	18
1.1 Materiales porosos:	18
1.2 Metales Porosos.....	18
1.3 Espumas metálicas.....	19
1.3.1 Propiedades de las espumas metálicas convencionales.....	21
1.3.2 Principales aplicaciones de las espumas metálicas convencionales.....	23
1.4 Espumas sintácticas	27
1.4.1 Esferas huecas	27
1.4.2 Composición de esferas huecas.	29
1.4.3 Fabricación de esferas huecas de Fe.....	30
1.4.4 Espumas sintácticas de matriz metálica (ESMM).....	31
1.4.5 Métodos de fabricación de ESMM.....	32
1.4.6 Propiedades mecánicas de las ESMM.....	36
1.4.7 Aplicaciones de las espumas sintácticas	38
1.5 Características de las aleaciones de aluminio utilizadas en ESMM.....	41
1.5.1 Aleación AlSi12.....	45
1.6 Interacciones matriz-reforzante en las ESMM	47
1.6.1 Formación de interfases.....	49
1.7 Mojabilidad	53
1.8 Sinterizado de esferas huecas utilizadas como preforma.	54
2. Desarrollo Experimental.....	57

2.1	Obtención de material de entrada.....	58
2.1.1	Esferas Huecas.....	58
2.1.2	Aleación AlSi12.....	60
2.2	Sinterizado de las esferas huecas.....	61
2.3	Estudio de formación de interfase.....	63
2.4	Fabricación de ESMM.....	64
2.4.1	Caracterización de las ESMM.....	67
2.5	Diseño de experimentos.....	69
3.	Resultados y Discusión.....	72
3.1	Caracterización de las esferas huecas de Fe.....	72
3.2	Caracterización de la aleación AlSi12.....	75
3.3	Pruebas de sinterizado en esferas huecas de Fe.....	79
3.4	Análisis de la formación de interfases.....	86
3.5	Análisis de las ESMM.....	96
3.5.1	Caracterización microestructural de las ESMM.....	98
3.5.2	Mapeo químico elemental de espumas con sinterizado a 800 °C x 1h.....	101
3.5.3	Mapeo químico elemental de espumas con sinterizado a 900 °C x 1h.....	102
3.5.4	Mapeo químico elemental de espumas con sinterizado a 1000 °C x 1h.....	103
3.5.5	Crecimiento de las fases intermetálicas.....	104
3.5.6	Caracterización estructural de las ESMM.....	107
3.5.7	Caracterización Mecánica de las ESMM.....	108
	Conclusiones.....	114
	Recomendaciones.....	116
	Referencias.....	117
	Producción Científica.....	123

Índice de Figuras

Figura 1. Materiales porosos con diferente matriz. a) estructura de roca pomex, b) madera, c) hueso.	18
Figura 2. Clasificación de espumas [12]	20
Figura 3.a) Espuma metálica de celda cerrada. b) Espuma metálica de celda abierta. (Chuan, 2017)	20
Figura 4. Aplicaciones de las espumas metálicas dependiendo de su tipo de porosidad [10].....	24
Figura 5. Paneles sándwich basados en espuma de aluminio [15].	24
Figura 6. Uso de espuma de aluminio en máquinas de molienda para la absorción de vibraciones mecánicas y acústicas, o filtros e intercambiadores de calor. [9]	25
Figura 7. Espumas metálicas utilizadas en industria automotriz, a) relleno de parachoques frontal, b) relleno de faldon lateral de un Ferrari F 360. [9],	26
Figura 8. Cono interior del cohete Airane 5. [15].....	26
Figura 9. PMSFs Y MMSFs [21].....	27
Figura 10. a) Esferas huecas de distintos diámetros, b) microscopía de esferas huecas y su espesor de pared, c) cara de esfera hueca y características de su superficie. [22, 23]	29
Figura 11. Estructuras compuestas porosas formadas por distintos tipos de esferas huecas [22]....	30
Figura 12. Fabricación de esferas huecas por el método de soplado axial [25,26].....	31
Figura 13. a) Espuma sintáctica de Al, reforzada con esferas huecas de Fe (diámetro 3.7 mm). b) Espumas sintácticas de Al, reforzadas con esferas huecas de acero inoxidable (diámetro 4mm). c) micrografía de espacio entre esferas donde se observa la matriz, la interfase con las esferas y las fases formadas. [7].	32
Figura 14. Esquema de la cámara de infiltración [2,30].....	34
Figura 15. Prototipo utilizado para la fabricación de espumas metálicas sintácticas. A) vista del prototipo completo. B) vista interior del prototipo, donde se observan partes y funcionamiento [31].	34
Figura 16. Molde para infiltración de espumas sintácticas [12].	35
Figura 17. Determinación de las características mecánicas del gráfico esfuerzo deformación [21]..	37
Figura 18. Ejemplos de curvas esfuerzo- deformación de espumas sintácticas [21].	38
Figura 19. Aleaciones de aluminio [40].....	44
Figura 20. Sección del diagrama de equilibrio del Al-Si. Indicando el porcentaje de Silicio para el punto eutéctico. [42]	45
Figura 21. Microestructuras de aleaciones AlSi, donde se aprecian diferentes morfologías del eutéctico Al-Si [45].....	47
Figura 22. Diagrama de energías de mezclado entre los elementos de mayor abundancia dentro de la esfera sintáctica a estudiar.	49
Figura 23. Interfases formadas entre esferas en una espuma sintáctica [54,55].....	52
Figura 24. Ángulo de contacto entre una gota de líquido y un sustrato [8,57].....	53
Figura 25. a) La penetración representada con el símbolo δ_n ; b) Cuello de sinterizado representado con el símbolo x_n [60].	55
Figura 26. Esquema para la sinterización de dos espaciadores [60, 61].....	55

Figura 27. Esferas huecas de hierro.....	58
Figura 28. Esferas encapsuladas y preparadas metalográficamente: a) vista transversal, b) isométrica.....	59
Figura 29. Horno y materiales utilizados en la fabricación de la aleación AlSi12.....	60
Figura 30. Izquierda mufla XINYU SA2, derecha mufla abierta donde se ve el interior de ésta, ya con las esferas antes de iniciar sinterizado.....	62
Figura 31. Imágenes del proceso de formación de interfase.....	64
Figura 32. a) Fotografía del dispositivo de infiltración, b) partes del dispositivo de infiltración.....	65
Figura 33. Dispositivo de infiltración dentro del horno de resistencias Prefinsa.....	66
Figura 34. Esquema de acomodo de elementos para fabricación de espuma dentro de la cámara de infiltración.....	67
Figura 35. a) dispositivo abierto para sacar la espuma sintáctica. b) espuma sintáctica.....	67
Figura 36. Muestras de espumas sintácticas preparadas para ensayo de compresión.....	69
Figura 37. Difractograma obtenido para las esferas huecas de Fe.....	72
Figura 38. a) Forma y tamaño de esferas. b) Histograma de frecuencias del tamaño de esferas. c) Imagen de una esfera hueca observada con ES-SEM. d) Micrografía de la superficie.....	73
Figura 39. a) Secciones de 3 esferas huecas. b) Histograma de frecuencias del espesor de pared. c) morfología de la pared de la esfera. d) Imagen procesada en ImageJ donde se observa la microporosidad.....	74
Figura 40. Difractograma característico de la aleación AlSi12.....	75
Figura 41. Micrografía del AlSi12, vista en microscopio metalográfico.....	77
Figura 42. Micrografía MEB a 100X con electrones retrodispersados.....	78
Figura 43. Mapeo de la aleación AlSi12.....	79
Figura 44. a) Esferas sinterizadas a 800°C x 1h. b) Esferas sinterizadas a 1000°C x 1h. c) Esferas sinterizadas a 1100°C x 1h.....	80
Figura 45. Esquema de la deformación de esferas al ser sinterizadas. a) Esferas sinterizadas a 800°C x 1h. b) Esferas sinterizadas a 1000°C x 1h. c) Esferas sinterizadas a 1100°C x 1h.....	80
Figura 46. Imágenes MEB del sinterizado a diferentes tiempos y temperaturas (a-c 800 °C, 1 h; d-f 900 °C, 2h; y g-i 1000 °C, 3h).....	82
Figura 47. a) Resultados obtenidos de penetración de sinterizado. b) Resultados obtenidos de cuello de sinterizado. c) Resultados obtenidos de porosidad. d) Resultados obtenidos de densidad de empaquetamiento. A 800, 900 y 1000 °C por tiempos de 1, 2 y 3 h.....	84
Figura 48. Superficies de respuesta obtenidas mediante diseño de experimentos usando Statgraphics Centurion XV, para el efecto del tiempo y la temperatura sobre: (a) penetración, (b) ancho de cuello, (c) porosidad, y (d) empaquetamiento.....	85
Figura 49. Probetas obtenidas para el estudio de formación de interfases.....	88
Figura 50. Microestructuras de los experimentos de formación de interfases a 700 °C durante: a) 1h. b) 5h. c) 10h, y d) 20h.....	90
Figura 51. Mapeo químico elemental del experimento realizado a 700 °C x 1 h.....	91
Figura 52. Mapeo químico elemental del experimento realizado a 700 °C x 5 h.....	92
Figura 53. Mapeo químico elemental del experimento realizado a 700 °C x 10 h.....	92
Figura 54. Mapeo químico elemental del experimento realizado a 700 °C x 20 h.....	93

Figura 55. Difractogramas de las muestras sólidas.....	95
Figura 56. Difractogramas de las muestras de las interfases.....	96
Figura 57. a, b) ESMM con defectos infiltración. c, d) ESMM infiltrada totalmente.....	97
Figura 58. Muestra de las ESMM preparadas para su caracterización. (S. abrevia Sinterizado).....	98
Figura 59. a,b)Microestructuras de espumas fabricadas con sinterizado a 800°C x 1 h. c,d) Microestructuras de espumas fabricadas con un sinterizado a 900 °C x 1 h. e,f) Microestructuras de espumas fabricadas con un sinterizado a 1000 °C x 1 h.	99
Figura 60. Mapeo químico elemental de la ESMM con sinterizado a 800 °C.....	102
Figura 61. Mapeo químico elemental de la ESMM con sinterizado a 900°C	103
Figura 62. Mapeo químico elemental de la ESMM con sinterizado a 1000 °C.....	104
Figura 63. Imágenes de MEB con electrones retrodispersados de las espumas fabricadas con esferas sinterizadas: a 800 °C x 1 h (a) y a 1000 °C por 1h.....	105
Figura 64. Difractogramas de las ESMM.....	107
Figura 65. Comportamiento Esfuerzo- deformación de las ESMM.....	109
Figura 66. Curvas esfuerzo-deformación de las ESMM obtenidas con sinterizado previo, durante 1 h, a temperaturas de: a) 800 °C, b) 900 °C. y c) 1000 °C.....	111

Índice de Tablas

Tabla 1. Propiedades de algunas espumas metálicas convencionales [10,14].	23
Tabla 2. Características de algunas esferas huecas	28
Tabla 3. Concentración de elementos en % atómico de la aleación AlSi12.	46
Tabla 4. Fases AlFeSi [49].	50
Tabla 5. Fases y nomenclatura AlFeSi [52].	51
Tabla 6. Resultados del análisis Rietveld.	76
Tabla 7. Composición química de la aleación AlSi12.	76
Tabla 8. Porcentaje de fases presentes en los experimentos de formación de interfases e intermetálicos.	94
Tabla 9. Fases y composiciones encontradas en las espumas sintácticas.	101
Tabla 10. Porcentajes presentes de cada fase dentro de las espumas sintácticas, y espesor de paredes de las esferas.	106
Tabla 11. Valores de densidades ρ (en g/cm ³) y porosidades P (en %), para las ESMM.	108
Tabla 12. Resultados de los esfuerzos a la compresión de las ESMM.	112

Índice de Abreviaturas

Abreviaturas	Significado
ESMM	Espumas Sintáctica de Matriz Metálica
PMSF	Espuma Sintáctica de Matriz Polimérica
AMSF	Espumas Sintácticas de Aluminio Reforzadas con Esferas Cerámicas
CMF	Espumas Metálicas Compuestas
Fe	Hierro
Al	Aluminio
Si	Silicio
AlSi12	Aluminio Silicio 12
α-Al_xFe_xSi	Interfase ternaria: Fase Alfa
β-Al_xFe_xSi	Interfase ternaria: Fase Beta
α, β, δ	Alfa, beta, gama
θ, η, τ	Teta, niu, tao
δ_n	Penetración de sinterizado
x_n	Cuello de sinterizado
ρ	Densidad de la espuma
ρ_s	Densidad de la matriz
ρ_g	Densidad del gas
ρ_r	Densidad relativa de la espuma
σ_{com}	resistencia a la compresión
σ_{plt}	tensión de meseta
ϵ_{den}	deformación de densificación
W	energía absorbida
n^k	n número de variaciones de las condiciones de entrada, k es el número de variables de entrada al sistema
GPa	Giga pascales
MPa	Mega pascales
°C	Grados Celsius
%wt	Porcentaje en peso
%at	Porcentaje atómico
P	porosidad
MO	Microscopía Óptica
MEB	Microscopía Electrónica de Barrido
DRX	Difracción de Rayos X
EDS	Espectroscopía de rayos-X de energía dispersiva



Resumen

La fabricación y caracterización de espumas metálicas sintácticas es el tema principal del presente trabajo, para lo cual se realizaron además de múltiples pruebas de fabricación de espumas, estudios a diferentes tiempos y temperaturas de sinterizado de los reforzantes (esferas huecas de Fe), así como de la interacción entre la matriz (AlSi12) y las esferas reforzantes.

Las espumas metálicas sintácticas de matriz metálicas (ESMM) que fabricamos contienen como reforzantes esferas huecas de Fe, mientras que la matriz fue una aleación de aluminio con alto contenido de silicio para proporcionar mejor fluidez durante la infiltración.

Las pruebas de sinterizado fueron el paso inicial, que nos permitió fabricar nuestras ESMM de manera satisfactoria. Las pruebas de sinterizado también nos dieron resultados satisfactorios en cuanto al empaquetamiento que se podría obtener con diferentes temperaturas y tiempos de sinterizado, dándonos oportunidad de fabricar espumas con diferentes porcentajes de porosidad. Estas espumas fabricadas fueron caracterizadas por diferentes técnicas, determinándose el efecto de las variables experimentales sobre las propiedades físicas y mecánicas de las espumas obtenidas.

Los resultados obtenidos muestran que fue posible obtener espumas sintácticas sin defectos, con porosidades que estuvieron entre 51 y 56 %, con densidades relativas entre 0.73 y 0.78. Las propiedades mecánicas correspondieron a las esperadas para este tipo de materiales, con tres regiones diferentes, de acuerdo con la respuesta de los refuerzos y las paredes de la matriz. Asimismo, se encontraron diferentes productos interfaciales, que influyeron en estas propiedades.



Introducción

Existen distintas clasificaciones para las espumas metálicas, siendo una de ellas las espumas compuestas. Estas espumas, como su nombre lo indica, son formadas por más de una clase de material, ya sea que estén reforzadas con fibras, nanotubos, o que los poros sean esferas huecas de algún material cerámico o metálico [1].

Las espumas compuestas reforzadas con esferas huecas son llamadas espumas sintácticas, y su matriz está constituida principalmente por un metal de baja densidad como el Al y sus aleaciones. Las esferas huecas pueden ser esferas de cerámico, tales como alúmina o carburo de silicio; o esferas huecas metálicas, como pueden ser Fe o acero. Las espumas constituidas por matriz metálica y esferas huecas metálicas son llamadas espumas sintácticas de matriz metálica (ESMM) [2][3]. Dichas espumas presentan mejoras significativas en comparación con las espumas metálicas convencionales, gracias a la pared de la esfera, que brinda un reforzamiento extra, manteniendo una baja densidad. Por tal motivo, en el presente trabajo nos enfocamos en encontrar los mejores parámetros de fabricación de ESMM, y en el estudio de la formación de interfases entre la matriz y la esfera.

De acuerdo a la literatura, existen distintos métodos para fabricar ESMM [2,3], en los cuales se usan mallas metálicas sobre las esferas para evitar que floten en el momento de añadirse el metal líquido, ya que en estos métodos de obtención de espumas los equipos funcionan con vacío y presión para infiltrar, lo que puede provocar turbulencia y separación entre las esferas. Además, al ser huecas presentan menor densidad que la aleación fundida a infiltrar. En el presente trabajo, utilizamos un equipo diseñado para la fabricación de espumas metálicas convencionales sin generar vacío [4], y en el que puede aplicarse la presión requerida para la infiltración del AlSi12 entre los espacios huecos de la preforma sinterizada de esferas huecas. Por este motivo, realizamos una sinterización de las esferas antes de la infiltración para lograr una preforma hueca uniforme [5], y así lograr un efecto similar al de la malla de acero utilizada por otros grupos de



investigación, evitando así que las esferas floten al añadir el metal fundido y al aplicar presión para la infiltración.

Los materiales utilizados para la fabricación de nuestras ESMM fueron seleccionados para obtener altas propiedades mecánicas y una fácil fabricación. La matriz es una aleación de aluminio con un contenido de silicio del 12 % (AlSi12), conocida comercialmente como Aluminio 4047. Con esta concentración de silicio la aleación se aproxima a la composición del punto eutéctico, siendo esta aleación la de más bajo punto de fusión, cercano a 577°C. Además, la adición de tan alto contenido de Si hace la aleación muy fluida, lo que da una alta factibilidad de infiltración de la aleación por los espacios vacíos entre las esferas [6-9]. La parte porosa será formada por esferas huecas de Fe, con una pureza del 99.97%, que fueron producidas en la empresa Hollomet GmbH.

Una vez fabricadas las espumas, se realizó una extensa caracterización por medio de microscopías ópticas y electrónica de barrido, además de difracción de rayos X. De la misma manera, se realizaron pruebas de compresión siguiendo los estándares de la norma ASTM E9.



Objetivos

Objetivo General:

- Estudiar el efecto de las esferas huecas de Fe reforzantes sobre las propiedades mecánicas de espumas metálicas sintácticas de matriz AlSi12.

Objetivos específicos:

- Caracterizar las esferas huecas de Fe
- Caracterizar la aleación de aluminio AlSi12.
- Analizar el efecto del tiempo y la temperatura sobre la sinterización de esferas huecas de Fe.
- Caracterizar las preformas sinterizadas obtenidas.
- Analizar y discutir las condiciones para obtener un sinterizado óptimo de las esferas huecas como preforma, para ser sometida a infiltración.
- Estudiar la formación de interfases entre la matriz de AlSi12 y las esferas huecas de Fe, modificando temperatura y tiempos de permanencia de infiltración.
- Fabricar espumas metálicas sintácticas utilizando las preformas previamente sinterizadas.
- Caracterizar las espumas sintácticas obtenidas.



Hipótesis

Es posible fabricar espumas sintácticas de matriz metálica por infiltración utilizando preformas de esferas de Fe huecas previamente sinterizadas. Esto evitaría la dispersión de las esferas al ser infiltradas, además de que no sería necesario utilizar mallas sobre las esferas antes de infiltrar. El grado de sinterizado afectaría de manera importante las propiedades mecánicas y físicas de las espumas obtenidas.



Justificación

Con el paso del tiempo, el desarrollo de los materiales sigue avanzando, satisfaciendo nuevas necesidades modernas. La fabricación de materiales porosos es nuestro tema de estudio, los cuales con el paso de los años han originado las espumas metálicas, materiales con baja densidad para aplicaciones en campos como la industria automotriz, aeronáutica y médica, entre otros.

Las espumas metálicas compuestas, y más específicamente las espumas sintácticas, cuentan con una matriz generalmente ligera, y presentan una mayor resistencia que las espumas convencionales, manteniendo bajas densidades. Esto ha abierto un mayor número de aplicaciones para este tipo de materiales. Por tal motivo es de vital importancia el estudio de nuevos procesos de fabricación para las espumas sintácticas, que faciliten su fabricación y permitan obtener elevadas propiedades mecánicas. Asimismo, el estudio de la interacción entre el metal líquido y los reforzantes utilizados, en este caso esferas huecas de Fe, es imprescindible para garantizar la buena unión y elevadas propiedades mecánicas. El presente estudio apoyará en el aumento del acervo existente sobre los procesos de manufactura de estos materiales y las interacciones entre sus componentes, siendo un tema novedoso.



Capítulo 1.

Marco Teórico

1. Marco Teórico

1.1 Materiales porosos:

Los materiales porosos están presentes extensamente a nuestro alrededor y juegan un rol importante en muchos aspectos de nuestra vida diaria. En la naturaleza, algunos ejemplos de materiales porosos comunes son las rocas, el pan y los huesos, como puede apreciarse en la Figura 1.

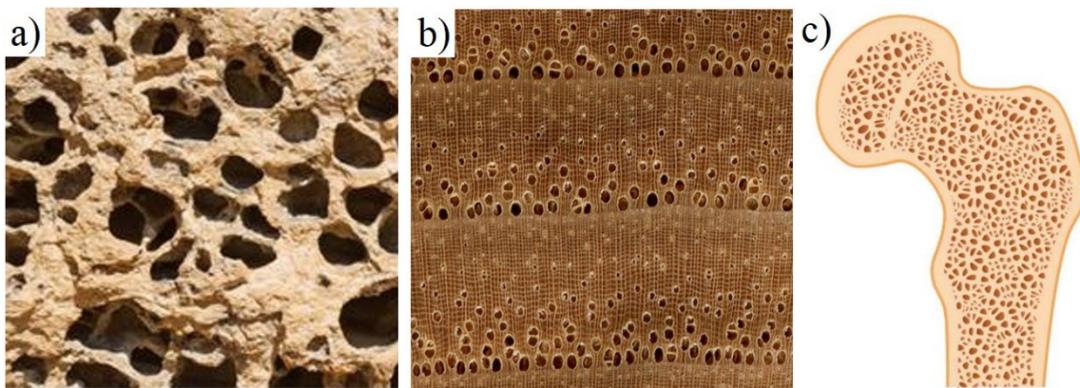


Figura 1. Materiales porosos con diferente matriz. a) estructura de roca pomex, b) madera, c) hueso.

Estos materiales muestran una estructura que nos abre un gran campo de investigación, y que apoyan a introducir el concepto de metal poroso. Este tipo de materiales ha sido conocido por algunos años, y a finales del siglo XX y en este siglo XXI su estudio ha originado un número de importantes descubrimientos [1].

1.2 Metales Porosos

Los metales porosos son una clase de materiales funcional-estructural con combinaciones únicas de propiedades físicas y mecánicas, gracias a su estructura porosa y matriz metálica. Los metales porosos son el resultado de la combinación de gases y metal, donde los gases ocupan generalmente entre un 50 % y un 90 %



de la estructura total, por lo que se consiguen densidades muy bajas (por ejemplo, para matrices de Al, cuya densidad es de 2.7 gcm^{-3} , ésta puede bajar a una densidad 0.3 gcm^{-3}). Las propiedades de estos materiales son, por un lado, características del metal del que están formados y, por otro, derivadas de su estructura porosa, la cual brinda baja densidad y otras propiedades [10].

1.3 Espumas metálicas

Las espumas metálicas son metales porosos con combinaciones únicas de propiedades térmicas, mecánicas, acústicas y eléctricas, deseables en muchas aplicaciones de ingeniería. Las altas relaciones rigidez-peso y la capacidad de absorber grandes cantidades de energía a niveles de tensión relativamente constantes hacen que las espumas metálicas de celda cerrada sean materiales atractivos para piezas estructurales de automóviles y zonas de deformación, así como piezas estructurales para aeronaves y naves espaciales, donde minimizar el peso es una prioridad sin sacrificar el desempeño del material [11].

Las espumas metálicas pueden ser divididas en 3 clases, donde la distribución de porosidad es diferente y provee distintas morfologías y propiedades mecánicas para cada clase de espumas [12]:

- Espumas metálicas convencionales
 - Espumas de celda cerrada: poros no conectados
 - Espumas de celda abierta: poros conectados
- Espumas metálicas compuestas:
 - Espumas reforzadas: con fibras, partículas o nanotubos
 - Espumas sintácticas: esferas huecas como porosidad, se aprecian las paredes de las esferas huecas y la presencia de porosidad no conectada.

La Figura 2, muestra de manera gráfica los conceptos anteriores.

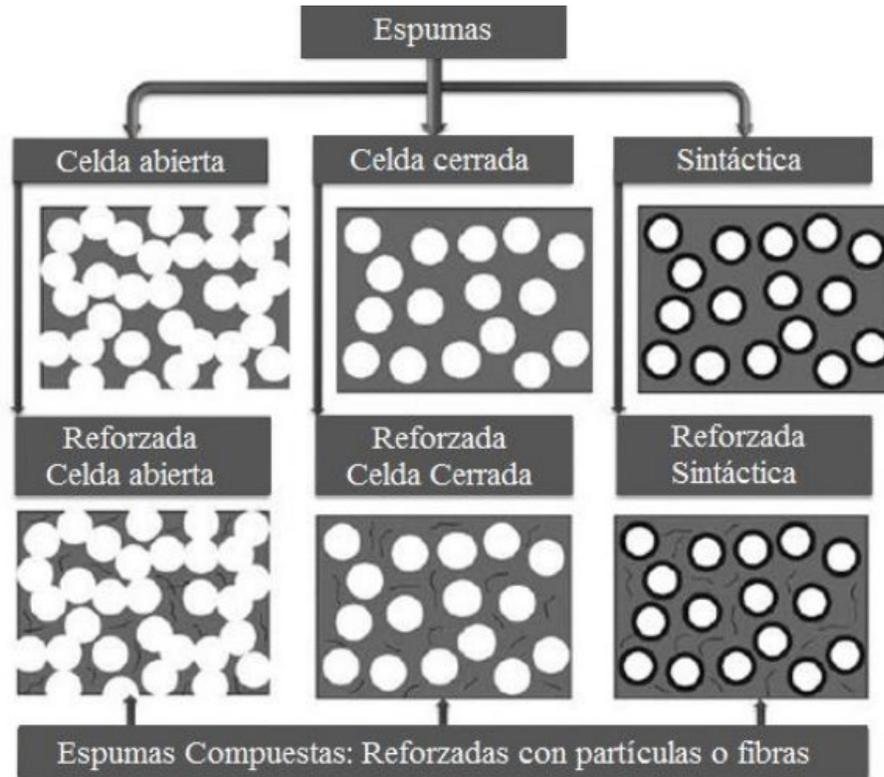


Figura 2. Clasificación de espumas [12]

En todos los tipos de espumas metálicas, la base es un metal y como porosidad un gas que reduce el peso estructural (Figura 3). Los materiales resistentes pero más densos, como el acero, pueden ser remplazados con materiales ligeros como el Al o el Mg, aunque estos pueden ser significativamente más costosos [12].

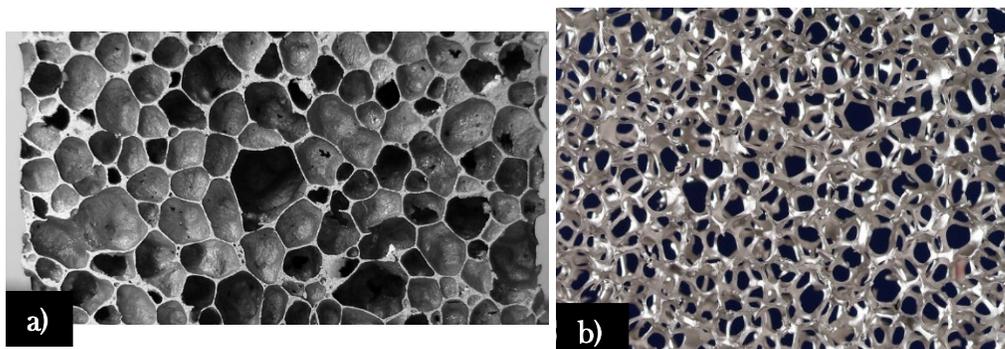


Figura 3.a) Espuma metálica de celda cerrada. b) Espuma metálica de celda abierta. (Chuan, 2017)



Porosidad. Cuando hablamos de espumas metálicas como materiales porosos, decimos que su principal característica es la porosidad, también llamada fracción volumétrica, la cual puede calcularse ya sea por método analítico o experimental, lo que dependerá del tipo de porosidad de la espuma [8, 9]. Para calcularlo podemos utilizar la Ecuación 1:

$$p = \frac{\rho_s - \rho}{\rho_s - \rho_g} \approx 1 - \frac{\rho}{\rho_s} = 1 - \rho_r \quad \text{Ecuación 1. Porosidad}$$

donde ρ es la densidad de la espuma, ρ_s la densidad de la matriz, ρ_r la densidad relativa de la espuma, y ρ_g la densidad del gas, pero como esta densidad es tan pequeña se puede despreciar.

1.3.1 Propiedades de las espumas metálicas convencionales.

Las propiedades de las espumas metálicas están directamente ligadas a la composición química, proporción y morfología entre las zonas sólidas y porosas que componen su estructura. Las propiedades únicas las hacen atractivas para una amplia gama de aplicaciones industriales y de diseño. Su continua mejora y adaptación para satisfacer los nuevos requerimientos y desafíos en diversas industrias las convierten en un material innovador y valioso en el desarrollo de productos y tecnologías avanzadas.[13].

Para analizar el comportamiento de las espumas y sus posibles usos, se han dividido sus propiedades en tres grupos: físicas, químicas y mecánicas.



Propiedades Físicas:

Densidad: La densidad relativa de las espumas metálicas se encuentra en el rango 0.15 – 0.7, donde los poros ocupan del 50 al 90 % del volumen total. Esto se determina por métodos volumétricos (peso y geometría) o mediante análisis de imagen de la estructura del poro interno. Otras propiedades físicas que solo mencionaremos son propiedades térmicas, elásticas, eléctricas y acústicas.

Propiedades químicas:

Las espumas metálicas se fabrican tanto de metales puros como de aleaciones, lo cual hace que se comporten de diferente forma frente a la corrosión.

Propiedades mecánicas:

Las propiedades mecánicas de las espumas metálicas dependen, fundamentalmente, de su densidad relativa y la estructura del poro que las forma. Espumas con densidades altas pueden presentar una curva esfuerzo-deformación con comportamiento más plano, debido a la mayor resistencia que proporciona la eliminación de las paredes de la espuma durante la deformación [13].

Por lo anterior sabemos que las espumas metálicas cuentan con propiedades únicas. La Tabla 1 muestra la comparación de 8 espumas metálicas de aleaciones de aluminio y sus principales propiedades [10, 14]. Aunque se fabrican de diferentes aleaciones, como son el caso del Cu, Ti y Mg, las de aluminio son las más ampliamente reportadas. Esto debido a las ventajas que éstas ofrecen, como son su baja densidad y reciclabilidad.



Tabla 1. Propiedades de algunas espumas metálicas convencionales [10,14].

PROPIEDAD	UNIDAD	Espuma de aluminio							
		AlSi12	AlSi12	AlMg1Si (6061)	AlMg1Si (6061)	AlMg1Si (6061)	AlSi7	AlSi7	AlSi7
Densidad	g/cm ³	0,6	0,8	0,5	0,6	0,8	0,5	0,6	0,8
Modulo de Young	GPa	4,9	8,4		3,9				
Resistencia a compresión	sin piel [MPa]	18,8	30,2	14,3	22	43,6	7,8	11,9	22,8
	con piel [MPa]	16,1	29	14,1	20,3	35,8			
Absorción de energía a compresión	por volumen [kJ/dm ³]	3,1			7,1		4,4	5,3	
	por masa [kJ/kg]	5,3	9,75	9,86	11,9		8	8,4	
Conductividad térmica	W/mK	16,7 (20°C)			18,4 (20°C)		6,1 (50 °C)	7,8 (50 °C)	
							6,9 (100 °C)	8,8 (100 °C)	
							7,7 (200 °C)	9,8 (200 °C)	
Capacidad calorífica	kJ/kgK	0,88			9,2		0,9	0,9	
Coefficiente de dilatación lineal	[10 ⁻⁶ /K]	19,9 a 20,6			23,1				

1.3.2 Principales aplicaciones de las espumas metálicas convencionales.

Sus principales aplicaciones son donde se requiere aligeramiento de estructuras. En la mayoría de las aplicaciones con función estructural la principal limitación a la hora de elegir un material es el peso específico o densidad [9]. Más adelante se muestran de manera detallada las principales aplicaciones de estas espumas metálicas.

También se están explorando varias aplicaciones en otras áreas, como en la fabricación de dispositivos médicos y equipos electrónicos. Se espera que la demanda de estas espumas siga creciendo en los próximos años debido a sus propiedades únicas y a su capacidad para mejorar el rendimiento y la eficiencia de los productos en una variedad de industrias [10]. En la Figura 4 se muestran las principales aplicaciones dependiendo de la porosidad de la espuma. El tipo de porosidad hace que estas aplicaciones sean tan variadas, y puedan diseñarse de acuerdo con ello. Estas aplicaciones se dividen dependiendo de la porosidad en estructurales y funcionales.

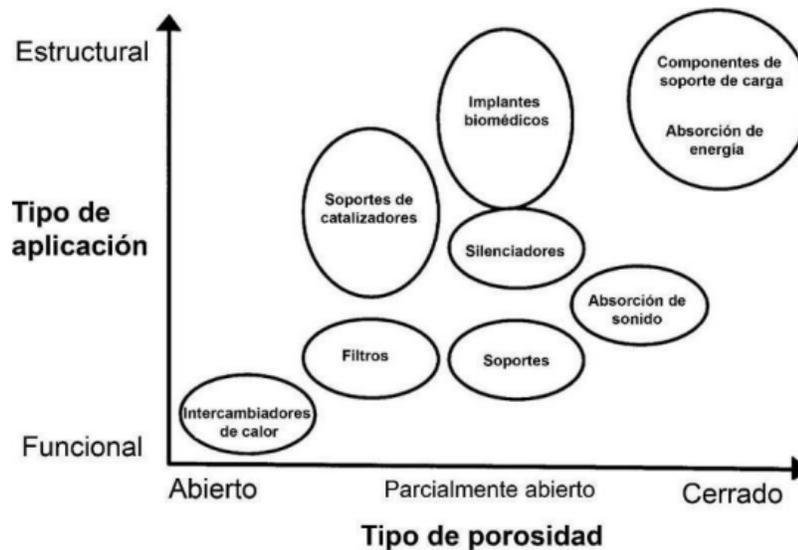


Figura 4. Aplicaciones de las espumas metálicas dependiendo de su tipo de porosidad [10].

Una de las principales formas de utilizar las espumas metálicas es a través de su incorporación dentro de otras piezas, o en forma de paneles compuestos. Estas estructuras son conocidas como tipo sándwich (Figura 5).



Figura 5. Paneles sándwich basados en espuma de aluminio [15].

Aislantes térmicos y de sonido.

Las espumas metálicas cuentan con ventajas frente a otros tipos de materiales celulares, ya que son resistentes al fuego y a la corrosión, lo que los convierte en materiales ideales para su uso en ambientes hostiles.

En términos de aplicaciones industriales, las espumas metálicas se utilizan en la fabricación de paneles aislantes térmicos para hornos y calderas, revestimientos y aislamiento para tuberías, y materiales de absorción acústica para la construcción de edificios y vehículos [9].

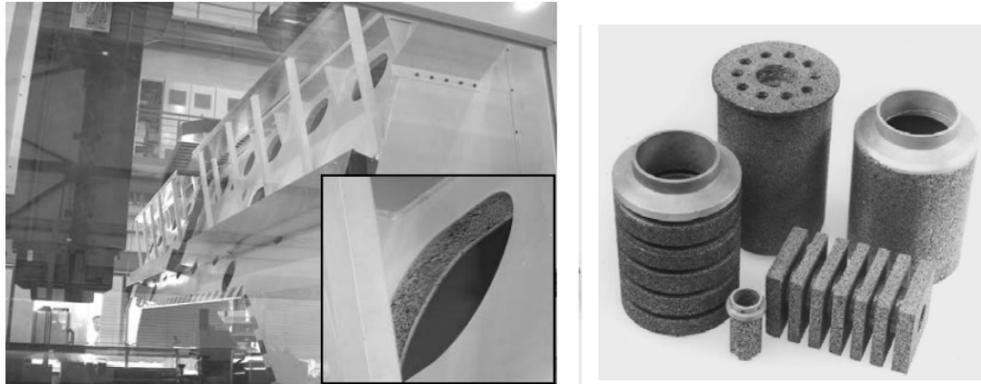


Figura 6. Uso de espuma de aluminio en máquinas de molienda para la absorción de vibraciones mecánicas y acústicas, o filtros e intercambiadores de calor. [9]

Industria de automotriz

Una de las propiedades principales de las espumas metálicas es su capacidad de absorción de impactos de alta energía, ya que combinan la rigidez propia del metal con la deformabilidad de las estructuras porosas. En la Figura 7 se observan algunos usos que se le puede dar en la industria automotriz gracias a esta característica.

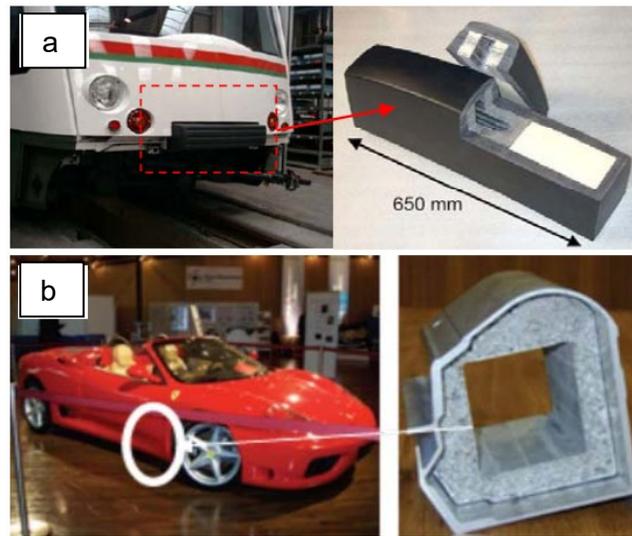


Figura 7. Espumas metálicas utilizadas en industria automotriz, a) relleno de parachoques frontal, b) relleno de faldón lateral de un Ferrari F 360. [9],

Industria aeroespacial

En relación con el aligeramiento estructural, otra ventaja de las espumas metálicas es su flotabilidad, lo cual unido a su excelente rigidez las convierte en claras candidatas a ser utilizadas en el sector naval y aeroespacial, como puede apreciarse en la Figura 8.



Figura 8. Cono interior del cohete Airane 5. [15]

1.4 Espumas sintácticas

Las espumas sintácticas son formadas por reforzante de esferas huecas de distintos materiales, como pueden ser polímeros, metales y cerámicos insertados en una matriz, principalmente de aleaciones de aluminio. Por lo anterior existen diversas clases de espumas sintácticas: espumas sintácticas de matriz polimérica (PMSF), espumas sintácticas de aluminio reforzadas con esferas cerámicas (AMSF), y espumas sintácticas de matriz metálica con esferas huecas de metal (ESMM) [16–20, 21]. La Figura 9 muestra algunos ejemplos de PMSFs Y MMSFs.



Figura 9. PMSFs Y MMSFs [21]

1.4.1 Esferas huecas

Como se mencionó anteriormente, las esferas huecas pueden ser de distintos materiales. Dependiendo de la aplicación será la selección de estos, como puede apreciarse en la Tabla 2, donde tenemos los principales materiales utilizados para las esferas, así como sus características de fabricación [12].



Tabla 2. Características de algunas esferas huecas

Material	Diámetro	Manufactura	Costo aproximado (USD)
Alúmina	Tamizada 4/10,10/20,20/36	Washington Mills	\$2 a \$3 por libra.
Alúmina, Si-C, B-C, Mulita	(mm) 1,3,7,10	Deep Springs Technology	\$50 a \$200 por libra
Acero (Maraging 350)	0.5, 1.5 (mm)	Deep Springs Technology	\$75 a \$150 por libra
Acero(carbono e inoxidable)	2 a 12 (mm)	Hollomet (Dresden Alemania)	\$110 a \$320 por litro
Flyash	5 a 500 (μ m)	Toulsa USA	\$1.05 a \$1.25 por libra

En la Figura 10 observamos la variedad en tamaños de las esferas huecas, así como micrografías donde se observan diferentes espesores de pared. Esta dimensión, al igual que el diámetro de las esferas, varía dependiendo del fabricante y de las propiedades que se busquen obtener. También cambian de manera importante las características de las esferas, como pudieran ser su porosidad interna, propiedades mecánicas, composición, entre otros factores importantes que afectan de manera significativa su comportamiento.

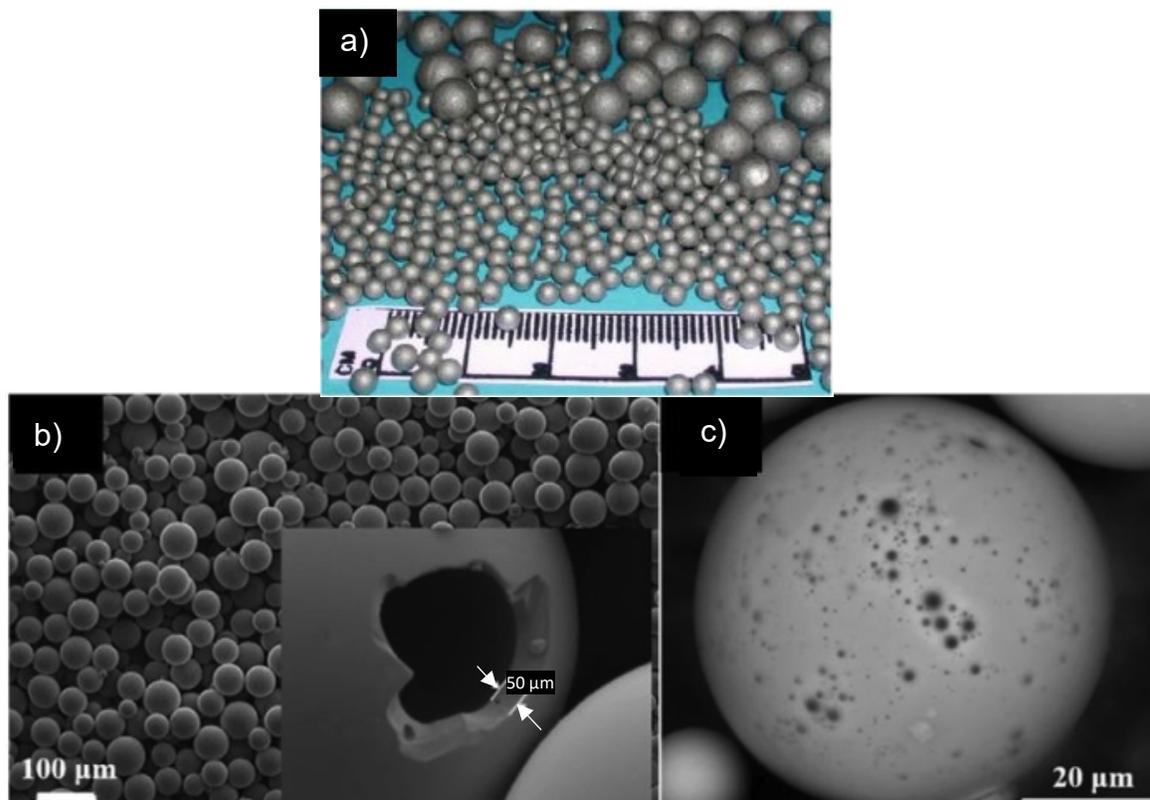


Figura 10. a) Esferas huecas de distintos diámetros, b) microscopía de esferas huecas y su espesor de pared, c) cara de esfera hueca y características de su superficie. [22, 23]

1.4.2 Composición de esferas huecas.

Como se mencionó anteriormente, en las espumas sintácticas se suelen utilizar cenosferas y materiales cerámicos porosos como son esferas huecas de vidrio y cerámica, cenizas volantes, entre otros, así como esferas huecas metálicas de acero inoxidable, o acero al bajo carbono. Como ejemplo de los diferentes reforzantes, en la Figura 11 observamos estructuras porosas conformadas por 5 diferentes tipos de esferas huecas, donde morfológicamente se observa el cambio en su coloración y tamaño.

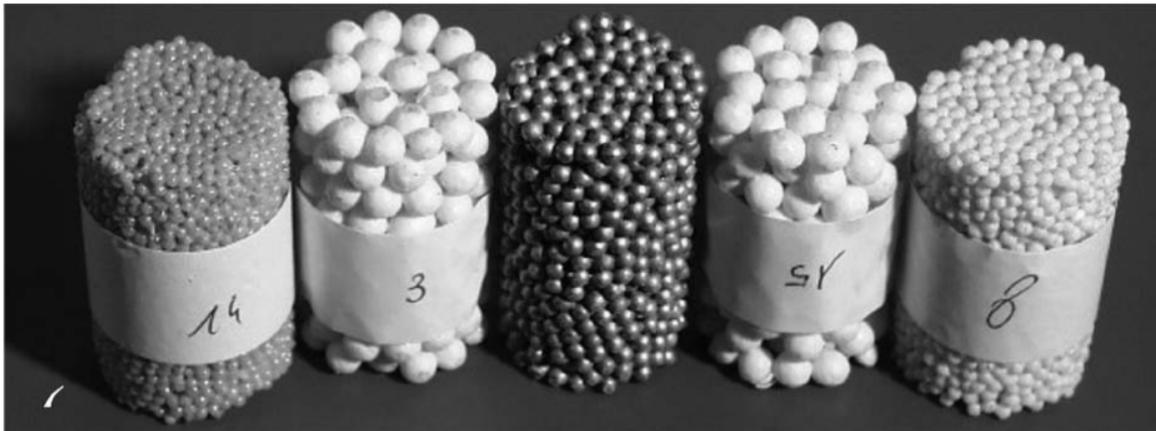


Figura 11. Estructuras compuestas porosas formadas por distintos tipos de esferas huecas [22].

1.4.3 Fabricación de esferas huecas de Fe

Debido al uso cada día más extendido de las esferas de Fe como reforzantes, es que en esta sección estamos incluyendo algunas generalidades sobre la fabricación y propiedades de las esferas de Fe utilizadas para reforzar las espumas sintácticas. Además, comparando costos con las esferas huecas de cerámicos, las esferas huecas metálicas son mucho más económicas [3]. Las esferas huecas de hierro se producen principalmente mediante pulvimetalurgia por el proceso desarrollado por Jaeckel en 1987 [24], consistente en recubrir partículas aglutinantes (esferas verdes) con un suspensión de Fe, seguido de un tratamiento térmico donde las esferas verdes se transforman en esferas huecas sólidas por medio de sinterización. La fabricación de las esferas huecas metálicas por sinterización se produce cuando las partículas de polvo se calientan hasta aproximadamente el 80% de su temperatura de fusión. En la Figura 12 observamos el esquema que describe las partes del proceso de la fabricación de las espumas sintácticas, en específico de las espumas utilizadas para el presente trabajo, que son las espumas Hollomet, mencionadas en la Tabla 2.

El proceso de fabricación (Figura 12) consiste en una cámara que contiene los polvos metálicos de un tamaño de partícula entre 1 y 10 μm , disueltos en un fluido a alta temperatura. La mezcla es expulsada por la abertura de la cámara y es

soplada con gas (argón), formando una esfera con un diámetro de entre 1 y 6 mm, y espesor de pared de entre 20 y 200 μm , lo cual es definido por la tensión superficial y fuerzas hidrostáticas. Al caer la esfera, ésta se solidifica a medida que el fluido se evapora. Este proceso es conocido como método de soplado axial.

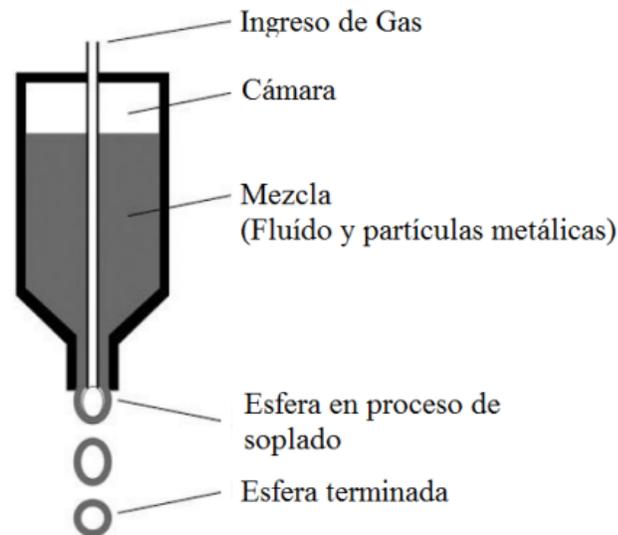


Figura 12. Fabricación de esferas huecas por el método de soplado axial [25,26].

1.4.4 Espumas sintácticas de matriz metálica (ESMM)

Para fines específicos, nos enfocaremos en las espumas que están compuestas por matriz de aluminio y poros de esferas huecas de Fe o acero. Estas pertenecen a las espumas sintácticas de matriz metálicas (ESMM), también conocidas como espumas metálicas compuestas (CMF, por sus siglas en inglés) [3, 6, 7, 27].

A diferencia de las espumas metálicas convencionales, las ESMM muestran menos defectos estructurales, ya que las esferas huecas que se utilizan para formar el poro también se utilizan como refuerzo de la matriz. Además, estas esferas huecas tienen tamaño, forma y espesor uniformes, con lo que existe un mayor control sobre la cantidad y morfología de los poros encapsulados en la matriz, y en caso de desear modificar las propiedades de la espuma, pueden variarse las características de la esfera. Esto da como resultado mejores propiedades mecánicas, principalmente

elevada relación resistencia-peso (baja densidad-alta resistencia, a la compresión y flexión). Además, el uso de estas esferas provee alta absorción de energía. En la Figura 13 se muestran las estructuras macro y micro de espumas metálicas sintácticas de aluminio, y se observa claramente como las esferas quedan unidas a la matriz. Los defectos que se puedan originar en esta zona de contacto dependerán del proceso de fabricación [16–20, 28].

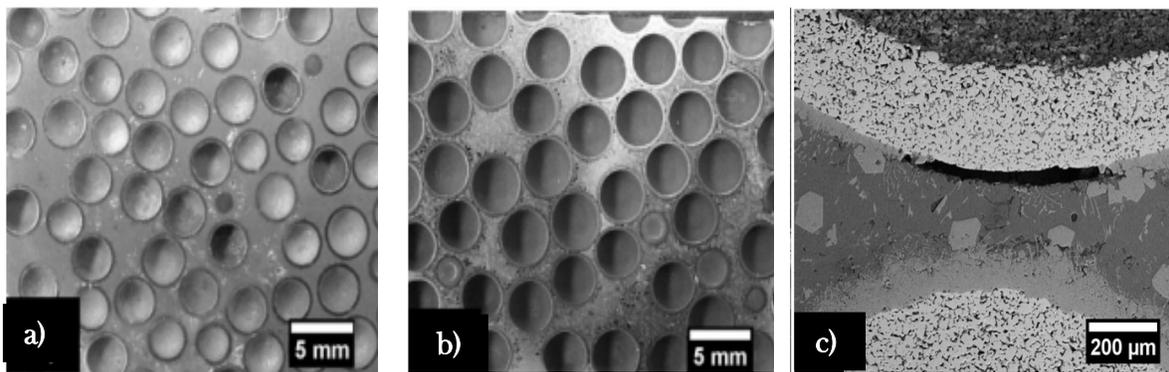


Figura 13. a) Espuma sintáctica de Al, reforzada con esferas huecas de Fe (diámetro 3.7 mm). b) Espumas sintácticas de Al, reforzadas con esferas huecas de acero inoxidable (diámetro 4mm). c) micrografía de espacio entre esferas donde se observa la matriz, la interfase con las esferas y las fases formadas. [7].

1.4.5 Métodos de fabricación de ESMM

Existen distintos métodos de fabricación de espumas sintácticas de matriz metálica, siendo metalurgia de polvos e infiltración los principales. Este último es uno de los métodos más utilizados para fabricación de este tipo de espumas, y dependiendo de la mojabilidad de la matriz y el refuerzo, puede o no utilizarse atmósfera controlada y presión de gas [6, 7]. La matriz, como se ha mencionado anteriormente, es principalmente de aluminio y sus aleaciones. El aluminio como metal puro tiene baja resistencia y no puede ser usado en aplicaciones donde la resistencia a la deformación y a la fractura son esenciales. Por lo tanto, otros elementos son agregados al aluminio, principalmente para mejorar su resistencia. Por tal motivo las aleaciones de aluminio combinan una baja densidad y una alta resistencia, lo que las hace atractivas en aplicaciones donde la resistencia específica es la mayor



consideración del diseño [29]. Para la fabricación de espumas por infiltración se requiere elevada fluidez de la aleación líquida. En cuanto al reforzante, la fabricación de espumas sintácticas se realiza de una manera similar, con diferentes tipos de esferas, tanto de bajo carbono como de acero inoxidable, como lo muestra el trabajo de Brown y colaboradores [27]. En estos trabajos, el proceso de infiltración consiste en colocar las esferas huecas en un molde cilíndrico y sujetas con una malla de alambre ubicado sobre ellas. Las esferas y el molde son precalentados en el horno a 700 °C, al tiempo que el aluminio es fundido en un crisol. El aluminio fundido es colado en el molde, y se enfría con aire o agua, antes de ser desmoldado [27].

Trabajos de Orbulov y colaboradores [2] muestran cómo se fabrican las espumas por medio de presión de infiltración: en el primer paso, las microesferas se vierten en un molde hasta la mitad y se densifican golpeando suavemente para obtener una estructura de paquete cerrado al azar. La fracción de volumen máximo que se puede alcanzar con las esferas de diámetros similares es 64%. Después de esto, se coloca una capa separadora de alúmina en la parte superior de las microesferas y sobre este se coloca un bloque de material de matriz. El molde se coloca en la cámara de infiltración, la cámara se cierra y desgasifica mediante una bomba de vacío. El calentamiento adecuado es asegurado por tres zonas de calentamiento y las temperaturas de la matriz y las microesferas son monitoreadas por termopares. Después de la fundición de la matriz, la bomba de vacío se apaga y se deja entrar gas argón en la cámara a una presión previamente ajustada. Debido a esto, se presenta una diferencia de presión entre el molde (con vacío) y la cámara (presión de argón). Esta diferencia de presión es lo que fuerza al metal fundido a infiltrarse en el espacio entre las microesferas. Después el molde se retira y enfría a temperatura ambiente para su solidificación [2, 30]. En la Figura 14 observamos de manera esquematizada dicho proceso.

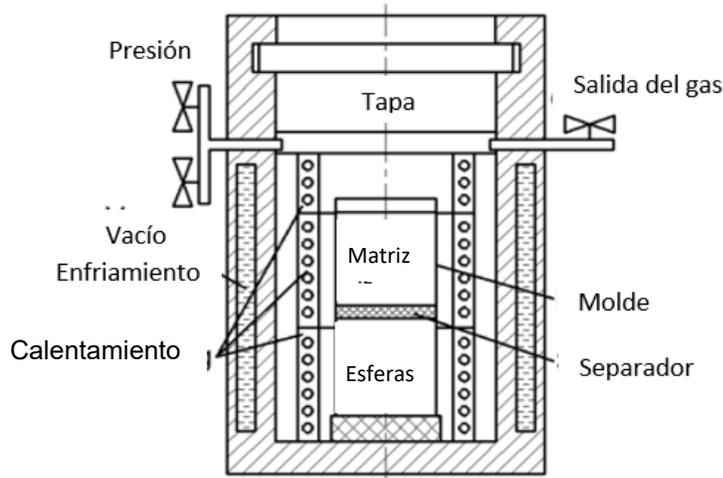


Figura 14. Esquema de la cámara de infiltración [2,30].

Autores como Rabie [3] patentaron su proceso de fabricación mediante presión de infiltración, con su propio dispositivo que consiste igualmente en una cámara para el acomodo de las esferas, las cuales son encapsuladas en material de la matriz, dicha matriz es sinterizada, para sujetar de manera segura las esferas al momento que estas sean infiltradas. El metal líquido fluye a través de un ducto que llega al molde de las esferas, y las infiltra de manera ascendente con presión de gas [3,31]. La figura 15 muestra el prototipo patentado por estos autores para la fabricación de espumas sintácticas.

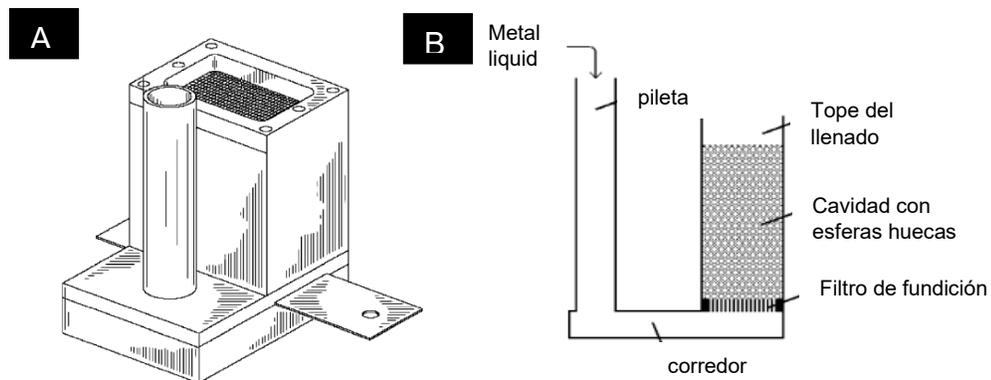


Figura 15. Prototipo utilizado para la fabricación de espumas metálicas sintácticas. A) vista del prototipo completo. B) vista interior del prototipo, donde se observan partes y funcionamiento [31].

Gupta y colaboradores [12], desarrollaron un molde para la fabricación de espumas mediante infiltración, lo cual se muestra en la Figura 16, resaltándose sus partes. El molde cuenta con un recubrimiento delgado de grafito (#7), las esferas huecas ocupan la mitad del molde (# 6) donde se mantiene un golpeteo continuo para lograr una fracción de volumen del 65%. Posteriormente, las esferas huecas se fijan en posición mediante una red de acero inoxidable 316L (# 5) y se coloca en un horno (Lindberg/Blue M) para precalentamiento (300 °C durante 0.5 h). Mientras tanto, el material de la matriz se funde 50 °C por encima de su punto de fusión en un horno de inducción Power-Trak 15–96. # 4 la matriz fundida se vierte en el molde sobre las esferas huecas, y un gas inerte (Ar) se inyecta al sistema a través de un reductor de presión y el sistema de tubería superior (# 1 y 2) a una presión de infiltración de 400 kPa. Una placa de acero se coloca en el camino del gas para romper su flujo y producir turbulencias. El gas del espacio entre las esferas huecas se agota a través de la tubería rellena de estera de Al_2O_3 (# 8 y 9) en la parte inferior del molde. Después de la solidificación y enfriamiento, el molde es abierto por fresado [12].

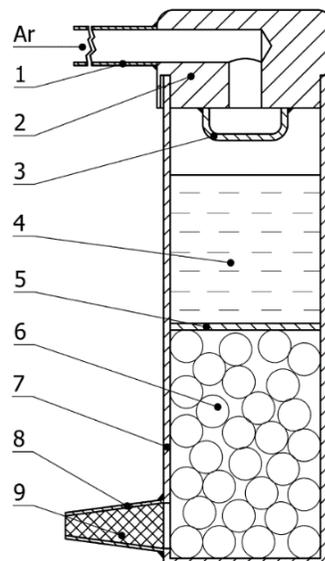


Figura 16. Molde para infiltración de espumas sintácticas [12].



1.4.6 Propiedades mecánicas de las ESMM

Al igual que las espumas metálicas convencionales, las propiedades mecánicas de las espumas sintácticas dependen principalmente del material usado como matriz, de las esferas reforzantes, y de la fracción volumétrica de la porosidad. Estos tres parámetros son analizados a continuación, incluyendo el efecto sobre las propiedades mecánicas [21].

Dependiendo del material de la matriz, se pueden obtener densidades en un rango de 0.15 a 1.0 gcm^{-3} (caso de aleaciones ligeras) y resistencias a la compresión entre 10 y 100 MPa [32]. En el caso de las espumas con esferas de diámetro uniforme, por las limitaciones en la geometría y ordenamiento aleatorio de las partículas, se puede lograr el empaquetamiento máximo a una porosidad cercana al 63% [33]. Estudios realizados para ESMM con esferas de distinto tamaño muestran porosidades mayores, donde las esferas más pequeñas se posicionan entre las de mayor tamaño, asegurando una alta porosidad, como es el caso del trabajo de Tao y colaboradores [23], en el cual la porosidad se logró aumentar del 55% a 59% variando la proporción entre esferas finas y gruesas.

Las esferas huecas dentro de la matriz tienen un importante efecto en la resistencia a la compresión de las ESMM, esto debido a que sus paredes localizan la deformación inelástica causante de fallas en el caso de las espumas de celda abierta, lo que les permite soportar entre 5 y 10 veces más presión hidrostática. Por otro lado, al reducir el tamaño de las esferas se garantiza una mayor resistencia a la compresión, debido a que éstas contienen menos defectos en su microestructura en comparación a las de mayor tamaño. Las propiedades mecánicas de estas espumas también pueden ser mejoradas aumentando la relación entre el espesor de pared y el diámetro de la esfera [21].

Dicho en otras palabras, dado que las partículas espaciadoras (esferas huecas) son duras con alto módulo y rigidez, la carga de compresión es soportada en gran medida por estos elementos durante la deformación. La Figura 17 muestra un

ejemplo del gráfico esfuerzo deformación resultado de la prueba de compresión según la norma ISO 13314. La pendiente del área lineal es el gradiente cuasi-elástico (QEG) y el 1% de compensación del límite elástico se acepta como resistencia a la compresión (σ_{com}). La tensión de meseta (σ_{plt}) es la media aritmética de los valores de tensión entre el 20% y el 40% de deformación. Asimismo, la deformación de densificación (ϵ_{den}) es la correspondiente para 1.3 veces la tensión de meseta, mientras que W es la energía absorbida, y se calcula a partir del área bajo la curva tensión/deformación hasta 50% de deformación [21].

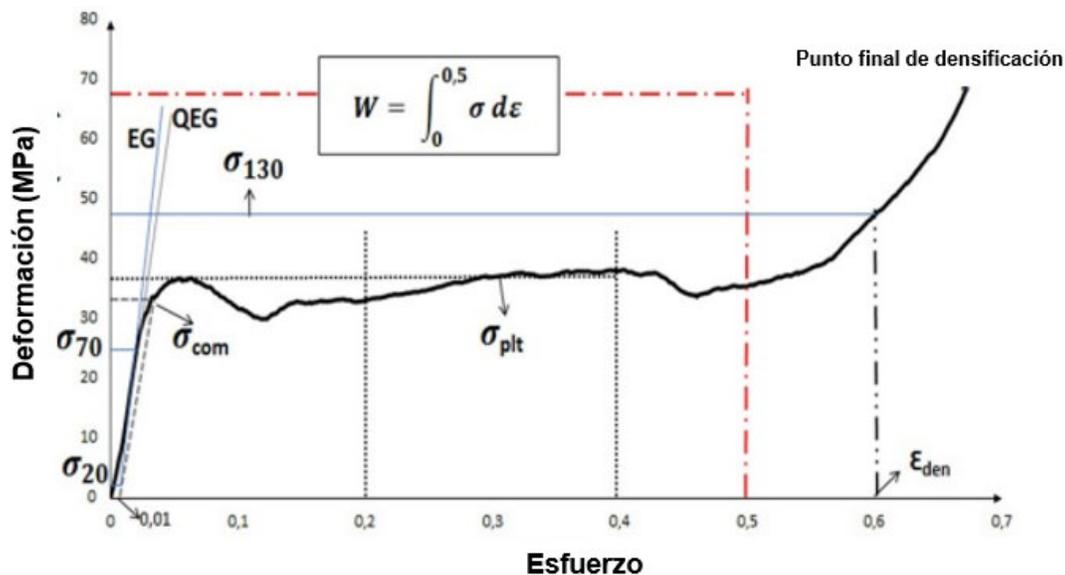


Figura 17. Determinación de las características mecánicas del gráfico esfuerzo deformación [21].

Tras las observaciones mecánicas, los investigadores [21] destacan que pueden producirse diferentes tipos de curvas de tensión/deformación, como se muestra en la Figura 18, lo cual va a depender de la estructura de los poros del relleno y del tipo de aleación de la matriz. Por ejemplo, debido al endurecimiento por deformación y al tratamiento térmico, la curva 1 de la Figura 18 presenta una tendencia creciente, mientras que la curva 2 muestra una tendencia decreciente. La curva 3 representa el Al sintáctico relleno con refuerzo poroso/celular y la curva 4 pertenece al comportamiento teórico ideal con una región de meseta perfecta.

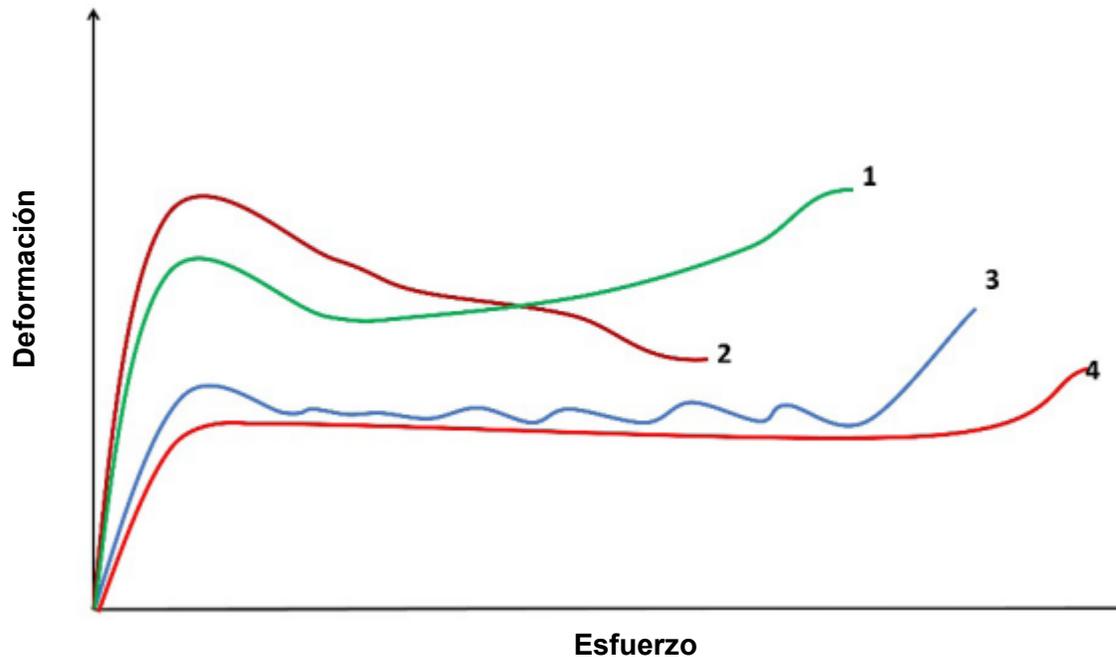


Figura 18. Ejemplos de curvas esfuerzo- deformación de espumas sintácticas [21].

1.4.7 Aplicaciones de las espumas sintácticas

Las espumas sintácticas con matriz metálica son excelentes opciones para la absorción de energía en aplicaciones de transporte terrestre, aeroespaciales y militares. Estos materiales tienen un bajo nivel de rebote, una deformación a un nivel de esfuerzos casi constante, y son ligeros y resistentes, lo que los hace ideales para proteger contra impactos y choques. Además, pueden ser muy eficientes en la absorción de energía cuando se comparan con otros materiales [34].

Las espumas sintácticas con matriz metálica también pueden ser utilizadas para mejorar la absorción de la energía del choque en el transporte ferroviario de alta velocidad. Las posibles áreas de aplicación incluyen: paneles tipo sándwich de espuma de aluminio de peso ligero tipo sándwich para suelos, tabiques y puertas de paneles eléctricos, elementos primarios de absorción de energía para impactos en alféizares de deslizamiento o zonas deformables al final de los vehículos de



pasajeros, cabezales secundarios de absorción de energía para reducir lesiones en la cabeza durante impactos, y elementos de absorción de energía para asientos deslizantes con rieles para reducir lesiones a los pasajeros durante el impacto con los respaldos de los asientos [34].

Aplicaciones Aeroespaciales

Rolls-Royce ha registrado una patente en la Oficina de Patentes y Marcas de los Estados Unidos para un método de fabricación de perfiles aerodinámicos para motores de turbinas de gas (para palas de rotor o estatores de palas) [35]. El perfil aerodinámico consta de un laminado de dos láminas de metal y un núcleo de espuma sintáctica. Según las reivindicaciones de la patente, la espuma sintáctica podría estar hecha de aleaciones de aluminio, titanio, níquel, magnesio o acero. Powdermet Inc. propuso el uso de espuma sintáctica de aluminio y titanio para reemplazar los marcos absorbentes de energía dentro de las cajas de ventiladores de los motores de turbina como una alternativa para reducir el peso de las cajas de ventiladores de paredes gruesas y como una alternativa más compacta a los ventiladores de paredes delgadas.

Aplicaciones en la Marina

Las aplicaciones iniciales de las espumas sintácticas se desarrollaron en estructuras marinas, donde el comportamiento de flotabilidad natural junto con la baja absorción de humedad y la alta resistencia a la compresión hidrostática proporcionaban ventajas significativas sobre las espumas convencionales. Durante las últimas dos décadas, una mayor comprensión de las propiedades de estos materiales ha permitido una variedad de otras aplicaciones. [37].

La mayoría de las aplicaciones completamente desarrolladas con materiales compuestos ligeros se encuentran sólo en un número relativamente pequeño de



buques de guerra, o en componentes no estructurales de los grandes buques y submarinos [38]. La Marina de los Estados Unidos de Norteamérica ha investigado extensamente y desarrollados materiales compuestos ligeros de alto rendimiento como alternativa a los metales monolíticos, para enfrentar sus necesidades de mejorar el rendimiento operacional de los buques de guerra, es decir, un mayor alcance, sigilo, estabilidad y carga útil. Rawal y Lanning [34] han publicado el desarrollo de un panel compuesto de titanio reforzado con microesferas de cerámica: $Ti / ((Al_2O_3)_{mb} / Al) // Ti$, para ser utilizado en aplicaciones submarinas avanzadas [34].

Aplicaciones Biomédicas

Las aleaciones de titanio se han utilizado ampliamente en implantes ortopédicos debido a su buena biocompatibilidad, alta relación resistencia mecánica/peso, bajo módulo elástico, alta resistencia a la fatiga y excelente resistencia a la corrosión. Sin embargo, una desventaja de utilizar estos materiales es que los implantes a menudo se aflojan (inconsistencia en la conexión implante/hueso o interfaz cemento óseo) debido al efecto de protección contra la tensión entre las aleaciones de titanio con alta tenacidad (aproximadamente 120 GPa) y la continuidad ósea (aproximadamente 18.6 GPa). Este fenómeno conduce a la pérdida y debilitamiento del hueso. Una estrategia para reducir este efecto es utilizar materiales de implante que imiten la estructura y las propiedades de hueso humano, donde la distribución de carga en la interfaz hueso/implante no se vea alterada por la presencia del implante. Se han publicado los resultados preliminares sobre las propiedades mecánicas y biológicas de una espuma sintáctica compuesta de titanio y microesferas cerámicas (diámetro: 150 micras, composición: ~ 60% de SiO_2 , ~ 40% de Al_2O_3 , 0.4 a 0.5% Fe_2O_3), fabricada por pulvimetalurgia [38]. Los datos reportados en este estudio sugieren que las espumas sintácticas con matriz de aleación de titanio tienen potencial como materiales para implantes ortopédicos y merecen una investigación más profunda [34].



Aplicaciones Estructurales

Las espumas sintácticas de matriz metálica ofrecen muchas ventajas significativas para aplicaciones estructurales debido a su alta tenacidad, alta energía de impacto específica y capacidades de absorción de sonido y energía. Las aplicaciones propuestas en ingeniería civil y estructuras incluyen marcos y estructuras livianas, aislamiento térmico y estructuras de protección. Sin embargo, dado que los costos de fabricación de estos materiales siguen siendo altos, dichas aplicaciones pueden limitarse a nichos de mercado muy específicos donde el rendimiento es más importante que el costo [34].

Aplicaciones en Empaques Electrónicos

Se ha encontrado que la espuma sintáctica de Al-2024 con cenizas de combustión era superior a la espuma de Al-2024 para aplicaciones de blindaje electromagnético. En la gama de frecuencias de 1 a 600 MHz la propiedad de apantallamiento de la aleación Al-2024 estaba en el intervalo de -36 a -46 dB, mientras que la de la espuma sintáctica estaba en el intervalo de -40 a -102 dB. Mediante una cuidadosa selección de la matriz y el material de las microesferas huecas se pueden desarrollar nuevos tipos de materiales de embalaje electrónico ligero de alto rendimiento [34].

Aunque ya se mencionaron que las aleaciones de aluminio están entre las matrices más utilizadas para la fabricación de las espumas sintácticas, a continuación, se profundizará en el uso de espumas utilizando estas aleaciones.

1.5 Características de las aleaciones de aluminio utilizadas en ESMM

El aluminio es el elemento metálico más abundante en la corteza terrestre, representando más del 8 %. Es un metal ligero, con una densidad de 2.7 gcm^{-3} , mientras que para sus aleaciones es de 2.56 a 2.95 gcm^{-3} . Esto es un tercio de la densidad del acero, lo cual lo hace ideal para aplicaciones varias, donde esta



propiedad sea imprescindible. El aluminio tiene alta conductividad térmica y eléctrica, resistencia a la corrosión, facilidad de trabajado y aumento de la resistencia al ser aleado. Estas propiedades lo convierten en el metal no ferroso más utilizado. El uso del aluminio ha contribuido al desarrollo del ser humano a través de la historia, influyendo en diversos aspectos para las necesidades humanas y tecnológicas, lo que permite el desarrollo de los procesos industriales.

El aluminio, para su mayor funcionalidad y aprovechamiento, se alea con otros elementos, lo cual lleva a mejorar sus propiedades. Cada elemento aleante aporta distintas propiedades, obteniendo así un gran número de aleaciones de aluminio, que pueden clasificarse principalmente en aleaciones para forja y para fundición. En los párrafos siguientes encontramos cual es el efecto de cada elemento en la aleación formada con aluminio.

Silicio: Los usos principales del silicio en el aluminio son mejorar la colada, prevenir el agrietamiento en caliente y mejorar el rendimiento de la fundición. Las aleaciones comerciales de aluminio y silicio varían en composición desde composiciones hipoeutécticas hasta 25% de Si. Para secado lento es mejor usar el tipo 5% a 7% Si, para colado en molde permanente se recomienda 7% a 9% Si, y para colado rápido se recomienda 8% a 12% Si [39].

Cobre: Aumenta de manera notable la resistencia a la tracción y la dureza, tanto en condiciones de colada como al ser tratado térmicamente. Las aleaciones que contienen de 4 a 6% Cu tienen una respuesta más efectiva al tratamiento térmico. Por lo general, el cobre reduce la resistencia a la corrosión y, en ambientes muy específicos en ciertos tipos de aleaciones induce a la corrosión bajo tensión. Las adiciones de cobre reducen la resistencia al agrietamiento en caliente y disminuyen la colabilidad en piezas fundidas [39].

Hierro: Es altamente soluble en estado líquido, pero insoluble (0.04% Fe) a temperatura ambiente. Por ello aparece como compuestos intermetálicos insolubles, siendo los más comunes Al_3Fe , Al_6FeMn y $\alpha-AlFeSi$. Mejora la



resistencia al agrietamiento en caliente, la resistencia a la fluencia a altas temperaturas, y disminuye la tendencia a la adhesión en fundición a presión. El hierro refina el grano en los lingotes de fundición. Un incremento en el contenido de hierro aumenta la resistencia mecánica, pero disminuye notablemente la ductilidad, por la presencia de las segundas fases. En presencia de altos contenidos de hierro, dichas fases afectan adversamente la colabilidad y las características de alimentación de las piezas fundidas. Junto con el manganeso y el cromo, el hierro ayuda a formación de fases que pueden retirarse por escorificación de la colada [39]

Magnesio: Mejora notablemente la resistencia y la dureza en las aleaciones Al-Si tratadas térmicamente. Las composiciones recomendadas para aluminios de alta calidad varían en el rango de 0.40 a 0.70%. Las aleaciones binarias Al-Mg se utilizan ampliamente cuando se requiera un acabado superficial brillante, buena resistencia a la corrosión y una excelente combinación entre resistencia y ductilidad. Las composiciones entre 4 a 10% Mg, así como aquellas que contienen más de 7% Mg son tratables térmicamente, cuya desventaja principal es la inestabilidad en las características de envejecimiento a temperatura ambiente.

Manganeso: Incrementa la resistencia mecánica, ya sea por solución sólida o por precipitados intermetálicos finos. Se usa en la fundición para corregir la forma acicular de los precipitados aciculares ricos en hierro y disminuir su efecto fragilizante, aunque promueve una estructura fibrosa en los lingotes. Se encuentra que el manganeso incrementa la sensibilidad al agrietamiento de las aleaciones tratables térmicamente. Para evitar la formación de cristales primarios intermetálicos [39].

Como se mencionó anteriormente, las aleaciones de aluminio pueden clasificarse en dos grupos principales: aleaciones para forja y para fundición, dependiendo del método de fabricación [40]. En la Figura 19 se muestra una tabla de las aleaciones mencionadas, divididas en forjadas y fundidas, reconociendo de esta manera su nomenclatura dependiendo de su principal elemento aleante.



Aleaciones forjadas:

1xxx ^a	Al comercialmente puro (>99% Al)	No endurecible por envejecimiento
2xxx	Al-Cu y Al-Cu-Li	Endurecible por envejecimiento
3xxx	Al-Mn	No endurecible por envejecimiento
4xxx	Al-Si y Al-Mg-Si	Endurecible por envejecimiento si Mg está presente
5xxx	Al-Mg	No endurecible por envejecimiento
6xxx	Al-Mg-Si	Endurecible por envejecimiento
7xxx	Al-Mg-Zn	Endurecible por envejecimiento
8xxx	Al-Li, Sn, Zr, o B	Endurecible por envejecimiento
9xxx	No usada actualmente	

Aleaciones fundidas:

1xx.x. ^b	Al comerciante puro	No endurecible por envejecimiento
2xx.x.	Al-Cu	Endurecible por envejecimiento
3xx.x.	Al-Si-Cu or Al-Mg-Si	Algunas son endurecibles por envejecimiento
4xx.x.	Al-Si	No endurecible por envejecimiento
5xx.x.	Al-Mg	No endurecible por envejecimiento
7xx.x.	Al-Mg-Zn	Endurecible por envejecimiento
8xx.x.	Al-Sn	Endurecible por envejecimiento
9xx.x.	No usada actualmente	

^aEl primer dígito muestra el elemento principal de aleación, el segundo dígito muestra modificación; los últimos dos dígitos muestran el porcentaje decimal de la concentración de Al (p. ej. 1060: será una aleación con 99.6% de Al).

^bEl último dígito indica la forma del producto, 1 o 2 es lingote (depende de la pureza) y 0 para fundición.

Figura 19. Aleaciones de aluminio [40].

Muchas de las aleaciones fundidas de aluminio contienen suficiente silicio para causar la reacción eutéctica, provocando en las aleaciones bajos puntos de fusión, buena fluidez y facilidad de moldeo. La fluidez, es la capacidad del metal líquido para fluir por un molde sin solidificarse prematuramente, y la facilidad de moldeo se refiere a la facilidad con la que una buena pieza fundida puede hacerse con la aleación [40]. Las propiedades de las aleaciones de aluminio-silicio están controladas por endurecimiento por solución sólida de la matriz α -aluminio, endurecimiento por dispersión por la fase β (silicio), y solidificación, que controla el tamaño primario del grano, así como la naturaleza del microconstituyente eutéctico. Un rápido enfriamiento obtenido en colada en matriz o fundición en molde permanente aumenta la resistencia al refinar el tamaño de grano y el microconstituyente eutéctico. El refinamiento del grano usando adiciones de boro y

titanio, la modificación usando sodio o estroncio para cambiar la estructura eutéctica, y el endurecimiento con fósforo para refinar el silicio primario se hacen todos en ciertas aleaciones para mejorar la microestructura y de esta forma, el grado de endurecimiento por dispersión [40].

1.5.1 Aleación AlSi12

De acuerdo a lo anterior, se puede decir que entre las aleaciones para fundición utilizadas para fabricar espumas metálicas por infiltración sobresalen aquellas con altos contenidos de Si. La Figura 20 muestra una sección del diagrama de fases binario Al-Si. Las aleaciones pueden ser clasificadas en hipoeutécticas (<12% Si en peso), eutéctica (12-13 % Si en peso) e hipereutéctica (14-25 % Si en peso). Las aleaciones comerciales de Al-Si que contienen Fe, forman principalmente dos tipos de fases intermetálicas por la reacción eutéctica: α -Al₁₂Fe₃Si, y β -Al₉Fe₂Si [41].

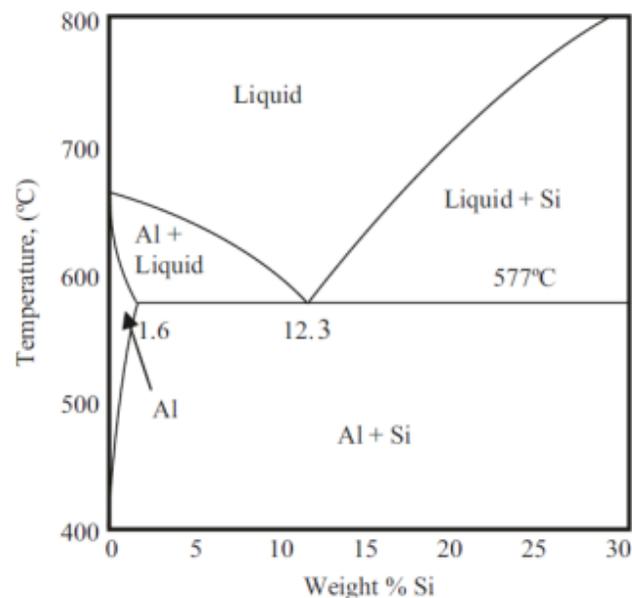


Figura 20. Sección del diagrama de equilibrio del Al-Si. Indicando el porcentaje de Silicio para el punto eutéctico. [42]



Del análisis de varios trabajos encontrados en la literatura, se puede resumir que la aleación AlSi12 está entre las más utilizadas por su elevada fluidez, suministrada por el elevado contenido de Si. Además, gracias a su bajo punto de fusión (570 °C), y muy buena capacidad de fundición y fluidez, que son ideales para realizar la infiltración [6, 7]. Su densidad es de 2.56 g cm⁻³ [43]. La Tabla 3 muestra composiciones típicas de aleaciones AlSi12 utilizadas para fabricar espumas sintácticas. Cabe mencionar que la aleación utilizada para este trabajo fue obtenida en laboratorio, con Al y Si, donde nosotros calculamos los porcentajes y cantidades de material a fundir, además de que se utilizaron materiales con elevada pureza.

Tabla 3. Concentración de elementos en % atómico de la aleación AlSi12.

Elementos							Referencia	
Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Otras	Al	
≥12	≤ 0.55	≤ 0.05	≤ 0.35	≤ 0.15	≤ 0.2	≤ 0.15	resto	[44]
12.38	0.127	0.002	0.005	0.007		0.01	resto	[43]
12.8	0.1		0.1				86.0	[16]

Las aleaciones Al-Si presentan diferencias microestructurales significativas, lo cual depende de su contenido de Si fundamentalmente, pero también de la adición de algunos elementos aleantes que pueden modificar la microestructura, así como del proceso de fabricación y variables tales como tiempo y temperatura. Esta microestructura igualmente puede modificarse al realizar tratamientos térmicos. En la Figura 21 se aprecian ejemplos de las microestructuras de estas aleaciones, donde se aprecian diferentes morfologías del eutéctico Al-Si. También se aprecian partículas de Si primarias [45].

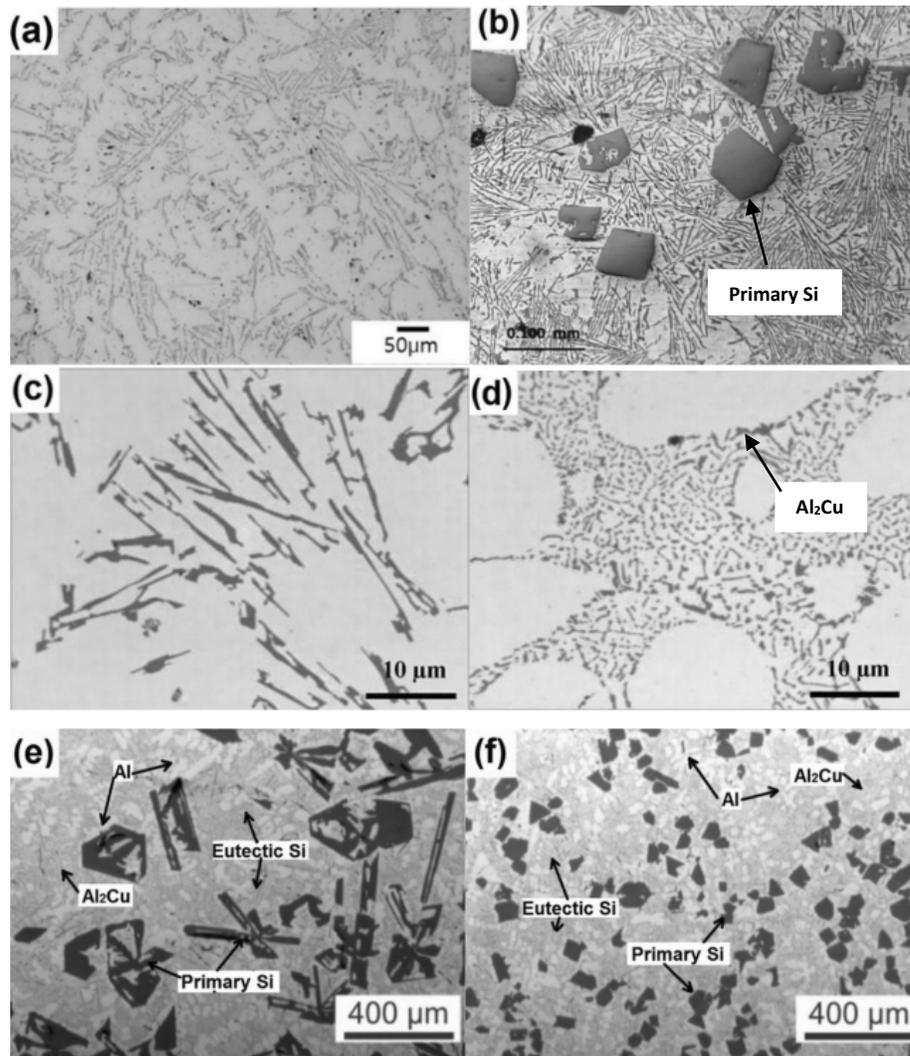


Figura 21. Microestructuras de aleaciones AlSi, donde se aprecian diferentes morfologías del eutéctico Al-Si [45].

1.6 Interacciones matriz-reforzante en las ESMM

Durante el proceso de fabricación de las espumas sintácticas pueden ocurrir reacciones entre la matriz y el reforzante, con la formación de compuestos intermetálicos alrededor de las esferas huecas. Estos intermetálicos pueden formarse por la reacción directa en la interfase, o por interdifusión de los átomos de la matriz y el reforzante.



Se ha comprobado que la composición, el tamaño y la distribución de estos compuestos intermetálicos dentro de la microestructura rigen los mecanismos de fallo y el tipo de emisión acústica liberada bajo carga por las muestras fundidas. Las fallas de las muestras fundidas se observan desprendiendo las esferas de la matriz. En muchos casos, partes de la capa intermetálica permanecen unidas a las superficies de la esfera, mientras que el resto de la capa de la esfera queda en la matriz. Esto indica que el fallo se inicia dentro de la capa metálica interna. También se ha reportado que las grietas están confinadas en la capa intermetálica y no se extienden por la pared de las esferas, lo cual indica que la matriz dúctil tiene el efecto de debilitar la punta de la grieta y desacelerar su crecimiento [27].

Las EMMS han sido investigadas en muchos aspectos, pero comúnmente se enfocan a la microestructura y pruebas mecánicas, además de a los métodos de producción. En cuanto a la microestructura, la parte más importante de las EMMS son las capas de interfase entre el material de la matriz y el refuerzo de esferas huecas, ya que esta capa es la responsable de la transferencia de carga adecuada entre los constituyentes [46]. Las interacciones matriz-refuerzo han sido escasamente investigadas y necesitan más atención. Entre estas interacciones están: pérdida de elementos de aleación, reacciones, modificaciones en la microestructura de la matriz, modificación de tamaño de grano, cambio en las secuencias y cinéticas de precipitación, y difusión interfacial de elementos. Estas interacciones pueden verse significativamente modificadas por la adición de diferentes elementos de aleación a la matriz, necesitando análisis más profundos para una correcta selección del sistema matriz-refuerzo [47]. Por tal motivo, a continuación se detallarán algunas posibles interacciones Al-Si-Fe debido a las características de las espumas que se fabricarán en el presente trabajo (Fe de las esferas y Al-Si de las aleaciones).

1.6.1 Formación de interfases

De acuerdo con la energía de mezclado entre los componentes principales de la matriz y de la esfera, se obtiene el diagrama de energías de mezclado de la Figura 22. Los valores están dados en unidades de kJ/mol. De acuerdo con estos valores, entre más negativo es el valor la energía de mezclado también es mayor, por lo que la afinidad entre los elementos para formar compuestos será mayor [48].

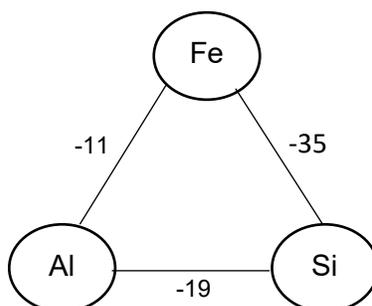


Figura 22. Diagrama de energías de mezclado entre los elementos de mayor abundancia dentro de la esfera sintáctica a estudiar.

De acuerdo con la Figura 22, la mayor energía de mezclado es para el Fe-Si, seguida del Al-Si y en último lugar tenemos la energía entre el Al-Fe. A pesar de esto, sí ocurre la formación de fases entre tales elementos. Esto puede relacionarse con los diagramas de fases, ya que en estos se observa la solubilidad y las temperaturas que se requieren para la formación de fases entre compuestos. Asimismo, y de acuerdo con lo reportado, se ha observado la factibilidad de la formación de intermetálicos. El diagrama de fase Al-Fe presenta varias fases intermedias, aparte de la fase de alta temperatura Fe_4Al_5 (ϵ). Estas fases intermedias estables son: $FeAl_2$ (triclínico), Fe_2Al_5 (70-73 % Al, ortorrómbico) y $FeAl_3$ (o Fe_4Al_{13} 74.5-76.6 at.% Al, monoclinico). El diagrama de fases Al-Si es un simple eutéctico, con la reacción eutéctica a 577 °C y 12.2 at.% Si. También se reportan las fases: Fe_2Si (estable entre 1212 y 1040 °C; hexagonal), Fe_5Si_3 , $FeSi$, $\beta FeSi_2$ (tetragonal) y $\alpha FeSi_2$ (ortorrómbico) [49].



Aunque el hierro es altamente soluble en aluminio líquido y sus aleaciones, tiene muy poca solubilidad en el sólido (máx. 0.05 % en peso, 0.025 % atómico). Por tal motivo, tiende a combinarse con otros elementos para formar partículas de fase intermetálicas de varios tipos. En ausencia de Si, las fases dominantes son Al_3Fe y Al_6Fe , pero cuando está presente Si, como en las aleaciones de fundición más comunes, las fases dominantes son la fase hexagonal $\alpha-Al_8Fe_2Si$ y la fase monoclinica/ortorrómbica $\beta-Al_5FeSi$ (también reportada estequiometría $Al_{4.5}FeSi$) [50]. La formación de la fase $\delta-Al_4FeSi_2$ también se ve favorecida por el alto contenido de silicio en las aleaciones eutécticas de AlSi. Esta fase se considera que es la que contiene mayor cantidad de Si de las fases AlFeSi [51]. La Tabla 4 muestra los porcentajes atómicos de los elementos aleantes dependiendo de la fase [49].

Tabla 4. Fases AlFeSi [49].

Fase	Composición (%at.)
α	71.25-68.75 Al, 10-12.5 Si, ~37 Fe
β	67-65 Al, 17-19 Si, ~16 Fe
δ	53.5-46 Al, 30.5-38 Si, ~ 16 Fe

En el trabajo desarrollado por Maitra y Gupta (2003) [52], reconocen varias interfases en un gran número de experimentos realizados por arriba de temperaturas de fundición de las aleaciones de aluminio, y debajo del punto de fusión del Fe [52]. Las morfologías encontradas en la mayoría de sus resultados resultan ser en forma de plaqueta como lo reportado anteriormente. En la Tabla 5, se muestra las fases y nomenclaturas, así como su composición atómica (%at.) [52].



Tabla 5. Fases y nomenclatura AlFeSi [52]

Fase	Al	Si	Fe
FeAl₃ (θ)	72.39	4.97	22.64
Fe₂Al₅ (η)	68.53	3.9	27.56
FeAl (β_2)	49.43	16.46	34.11
T₅	69.37	12.13	18.5
T₆	67.54	17.28	15.17

En su trabajo Maitra y Gupta (2003) [52] también encontraron un gran número de interfases intermetálicas binarias y ternarias debido a las variaciones de temperatura. La fase binaria FeAl₃ se observó en asociación con el líquido que solidificó en productos de cristalización secundarios y ternarios. Se han observado varias fases ternarias, llamadas, T₁, T₂, T₃, T₄ y T₆. Estas fases han cristalizado directamente del líquido a través de reacciones invariantes o monovariantes, las cuales se observan en imágenes obtenidas en microscopía electrónica de barrido. Se encontró que su crecimiento ocurrió estando unas rodeadas de otras, formando morfologías y tonalidades características de cada fase. A mayores magnificaciones se observaron formas cada vez más irregulares, aunque se trate de la mencionada forma de plaquetas para la fase β . Dicho comportamiento se atribuye a los tiempos de tratamiento a los que fueron sometidas cada muestra.

Las fases intermetálicas que contienen hierro, mencionadas anteriormente, se observan claramente dentro de las microestructuras de las aleaciones Al-Si, y generalmente se pueden distinguir bajo el microscopio por su forma dominante (morfología) y color, ya sea siendo o no atacado para revelarlos metalográficamente. La fase α (Al₁₅Fe₃Si₂) se forma con una morfología de escritura china, mientras que β (Al₉Si₂Fe₂ o Al₅SiFe) aparece con una morfología de plaqueta.

Se debe tener presente que aunque la fase β tiene forma de plaquetas en tres dimensiones, cuando se observan en una imagen bidimensional, las plaquetas parecen ser agujas, y a menudo se las describe de forma engañosa. La fase δ tiene morfología de plaquetas delgadas que también parecen agujas [51]. Las diferentes morfologías de estos intermetálicos de hierro son en parte responsables del impacto del hierro en la colabilidad y las propiedades mecánicas [50].

En el caso de espumas sintácticas de matriz metálica (ESMM), casi todos los estudios están relacionados con aleaciones ricas en Si, debido a que este compuesto facilita la fabricación de las ESMM por el método de infiltración, dando lugar también a la formación de diferentes intermetálicos Al-Fe-Si [53]. En la Figura 23 pueden apreciarse ejemplos de interfases e intermetálicos formados debido a la interacción Al-Fe dentro de una espuma sintáctica. Como se observa, las principales interfases son $\text{Fe}_2\text{Al}_7\text{Si}$ en forma de láminas, e interfases FeAl_4Si en forma de agujas gris claras. Como se aprecia en la Figura 23a, a mayores magnificaciones se observa cómo la esfera está rodeada por un anillo de interfase, modificando su tonalidad de gris a medida que se acerca a la matriz [54,55].

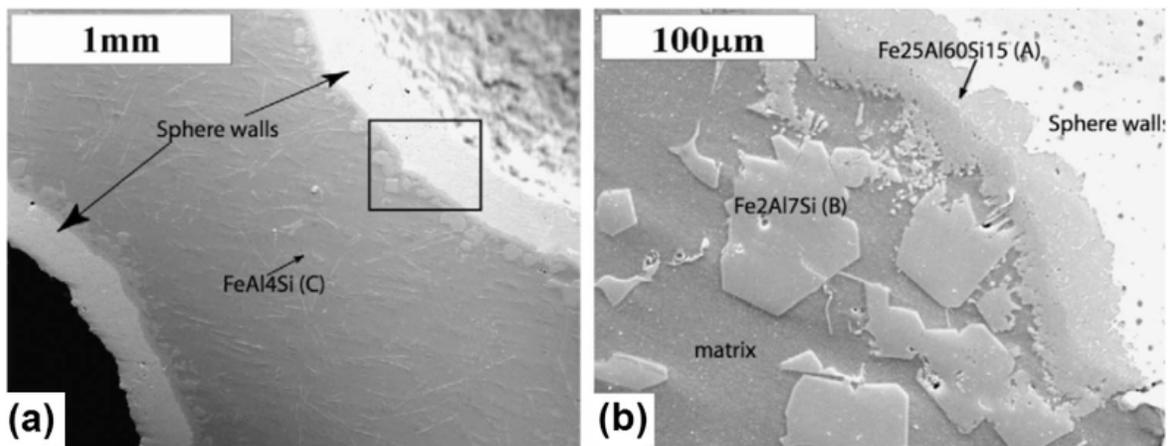


Figura 23. Interfases formadas entre esferas en una espuma sintáctica [54,55].

1.7 Mojabilidad

Otro concepto importante al pensar en espumas sintácticas, además de la formación de interfases, es la mojabilidad entre la matriz y el reforzante. El concepto de mojabilidad se refiere a la capacidad que posee un líquido para extenderse sobre un sustrato sólido. Una buena mojabilidad es una condición necesaria pero no suficiente para una unión fuerte entre matriz y reforzante, pues también es importante que exista una unión mecánica o una unión mediante fuerzas de Van Der Waals. De lo contrario es posible que se puedan generar vacíos en la interfaz entre refuerzo y matriz, situación indeseable, ya que pueden ser sitios potenciales de inicio de falla dentro del material. Comúnmente, el ángulo de contacto es medido depositando una gota de líquido sobre una superficie plana de un sustrato sólido. La Figura 24 describe gráficamente el concepto de mojabilidad, y cómo el ángulo de contacto disminuye a medida que es mejor la mojabilidad del líquido con el sustrato[8,56].

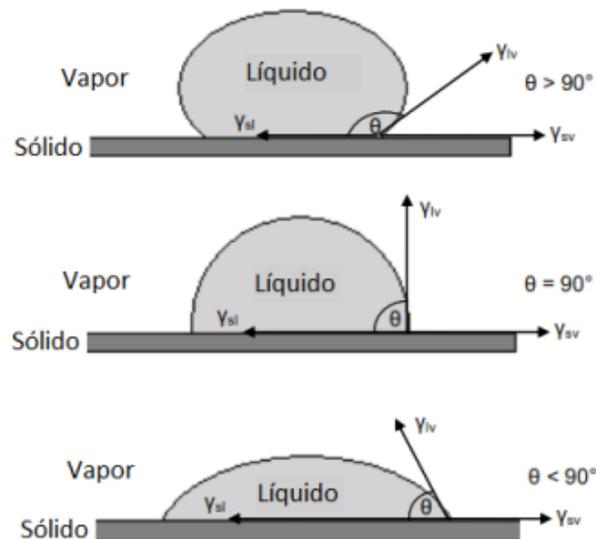


Figura 24. Ángulo de contacto entre una gota de líquido y un sustrato [8,57].



1.8 Sinterizado de esferas huecas utilizadas como preforma.

El uso del sinterizado de esferas huecas de Fe se está planteando en la hipótesis del presente trabajo para obtener preformas, para posteriormente ser infiltradas y así obtener espumas sintácticas de matriz de Al. Además, como se verá más adelante, las esferas huecas de Fe se obtienen por sinterizado. Por tal motivo se incluye esta sección sobre el sinterizado. Este proceso es conocido en metalurgia de polvos como el proceso para unir polvos y crear estructuras definidas [1,58]. Consiste en calentar los compactados crudos o verdes en un horno de atmósfera controlada, a una temperatura por debajo del punto de fusión del material a sinterizar, pero lo suficientemente elevada para permitir que se unan las partículas individuales.

El material puede moverse desde la superficie de la partícula, desde el volumen de la partícula o desde el borde de grano entre partículas, por mecanismos de difusión superficial, volumétrica o en borde de grano. Para realizar el proceso de sinterizado, la temperatura y el tiempo de permanencia están relacionados con la composición, el estado superficial y las propiedades requeridas por el producto. La temperatura ideal de sinterizado es aproximadamente $0.5 T_m$ (T_m , temperatura de fusión) y un tiempo tan largo como sea necesario [1]. Para metales en solución sólida, la temperatura de sinterización es $2/3-3/4 T_m$. Por ejemplo, la sinterización de Fe ocurre a 1000-1200 °C y para el Cu a 700-900 °C. La permanencia generalmente es corta si el sinterizado ocurre a altas temperaturas, y es larga si se realiza a bajas temperaturas. En la práctica, el tiempo de sinterizado se determina por experimentación. Generalmente, baja temperatura de sinterización y corto tiempo de duración son preferibles para el sinterizado [1,58].

En el presente trabajo introducimos otro término conocido como fusión incipiente, mejor utilizado en metales sólidos. Este término describe una temperatura crítica a las cuales las fases del límite de grano comienzan a fundirse [59]. Para conocer el grado de sinterizado nos basamos en estudios previos, donde se establece cuantificar dicho fenómeno. La penetración δ_n del sinterizado y el cuello de

sinterizado (x_n) son dos variables que definen a este fenómeno, y se aprecian en la Figura 25, donde se esquematiza claramente a que nos referimos cuando hablamos de δ_n y x_n .

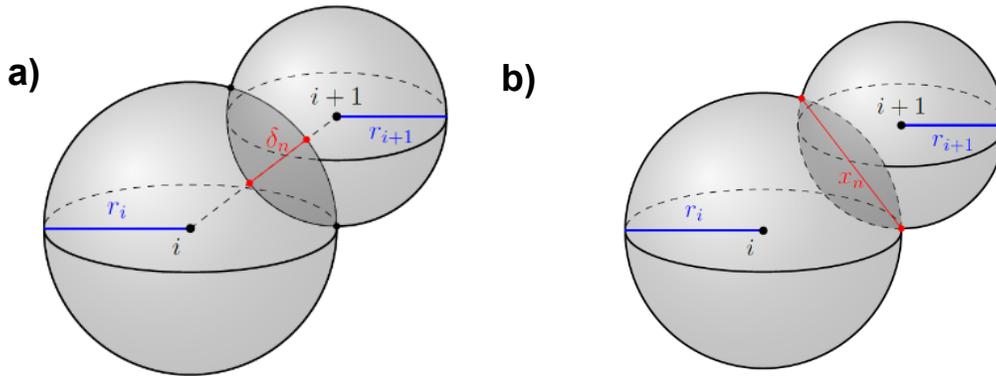


Figura 25. a) La penetración representada con el símbolo δ_n ; b) Cuello de sinterizado representado con el símbolo x_n [60].

El proceso de sinterizado se define por 3 etapas fundamentales. En la Figura 26 se puede apreciar un esquema de estas etapas, así como la modificación de la forma de las partículas que son sinterizadas [60].

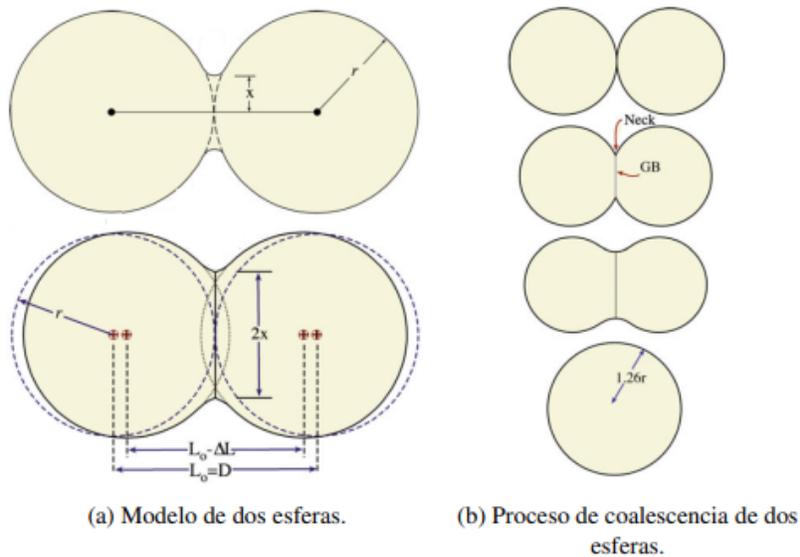


Figura 26. Esquema para la sinterización de dos espaciadores [60, 61].



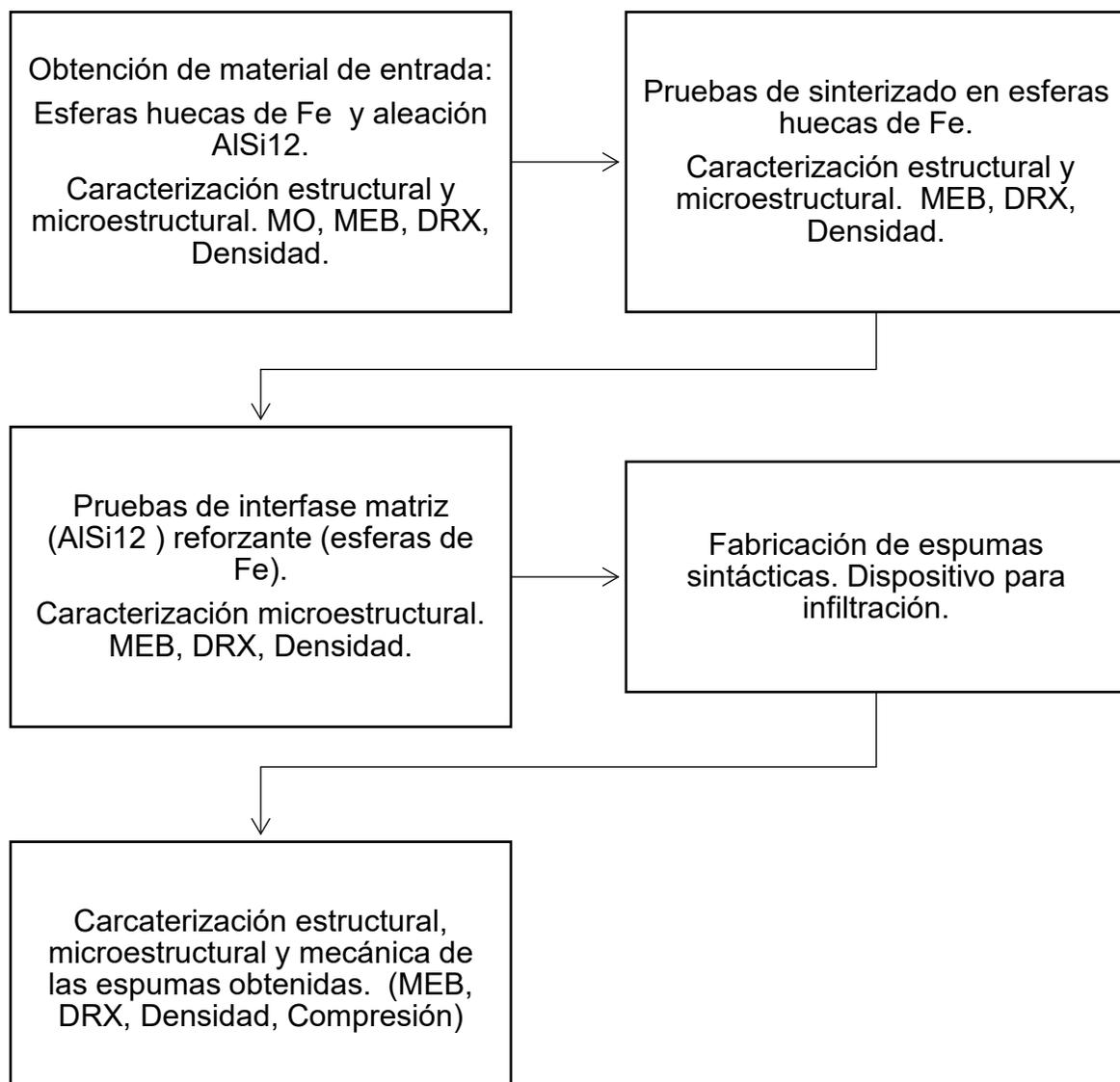
Capítulo 2.

Desarrollo experimental



2. Desarrollo Experimental

Con la finalidad de lograr obtener los resultados esperados, durante el presente trabajo se realizaron experimentos y pruebas antes de realizar la fabricación de las espumas. Igualmente se llevó a cabo una extensiva caracterización de cada material utilizado, para finalmente analizar las espumas obtenidas. A continuación, se muestra la secuencia experimental realizada.



2.1 Obtención de material de entrada.

Nos referimos como materiales de entrada a los materiales precursores que se utilizan para la fabricación de las espumas sintácticas, siendo estos las esferas huecas de Fe y la aleación de aluminio AlSi12, los cuales se obtuvieron de la siguiente manera:

2.1.1 Esferas Huecas.

Las esferas huecas de Fe (Figura 27) fueron adquiridas en la empresa Hollomet GmbH, ubicada en Dresde, Alemania. Estas esferas, comercialmente conocidas como esferas huecas grado Globomet debido a su composición metálica, son obtenidas a partir de hierro pentacarbonilo ($\text{Fe}(\text{CO})_5$), y cuentan con una pureza de 97 – 99 % de Fe. Esta información es proporcionada por el proveedor.



Figura 27. Esferas huecas de hierro

Para la caracterización de las esferas, se encapsuló una pequeña cantidad de ellas en un porta muestras con resina epoxi, como se muestra en la Figura 28. Una vez montadas se prepararon metalográficamente para su observación y estudio morfológico, incluyendo diámetro, espesor y características de las paredes.

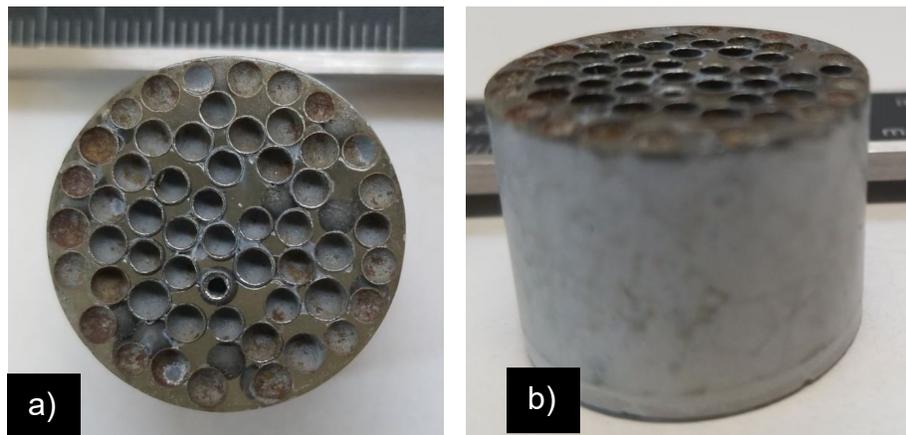


Figura 28. Esferas encapsuladas y preparadas metalográficamente: a) vista transversal, b) isométrica.

2.1.1.1 Caracterización de las Esferas Huecas

1.- Análisis de diámetro y espesor de pared de las esferas: esta caracterización se realizó por medio de análisis de imágenes, obtenidas utilizando un Microscopio Estereoscópico Motic SMZ-168. El análisis consistió en medir el diámetro de las esferas y el espesor de sus paredes, con ayuda del software ImageJ [65]. Los resultados se presentan en forma de histogramas de frecuencias

2.- Difracción de Rayos X: para corroborar los datos de la ficha técnica, se realizó un estudio de rayos X para obtener información relacionada con las fases presentes en las esferas. Este estudio fue realizado a un ángulo 2θ de 10 a 80 grados, con un tiempo por paso de 0.3 s, utilizando un difractor D2Phaser de Bruker, mediante radiación $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$), operado a 30 kV y 25 mA. Las esferas utilizadas para este estudio, fueron esferas que se aplanaron y colocaron en un portamuestras para obtener solo un plano para la difracción.

3.- MEB: el estudio mediante microscopía electrónica de barrido se realizó principalmente para el análisis de las paredes de la esfera, estudiando así su espesor y porosidad. Para ello se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido

marca JEOL modelo JSM-IT300, operado a 20 kV, el cual cuenta con un doble detector EDS marca BRUKER XFlash6130.

2.1.2 Aleación AlSi12

La aleación AlSi12 fue fabricada en un horno de inducción Leybold-Heraeus tipo IS1/EM (Figura 29a), con atmósfera controlada de Ar, en un crisol de grafito. Este equipo está ubicado en el laboratorio de Materiales Metálicos Avanzados del Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM) de la UNAM, Ciudad de México. Se utilizaron como materiales precursores aluminio y silicio (Figura 29 b y c) con una pureza del ~99.9%. El vaciado se realizó en un molde convencional y se obtuvieron lingotes de 9 x5x 4 cm (Figura 29d).

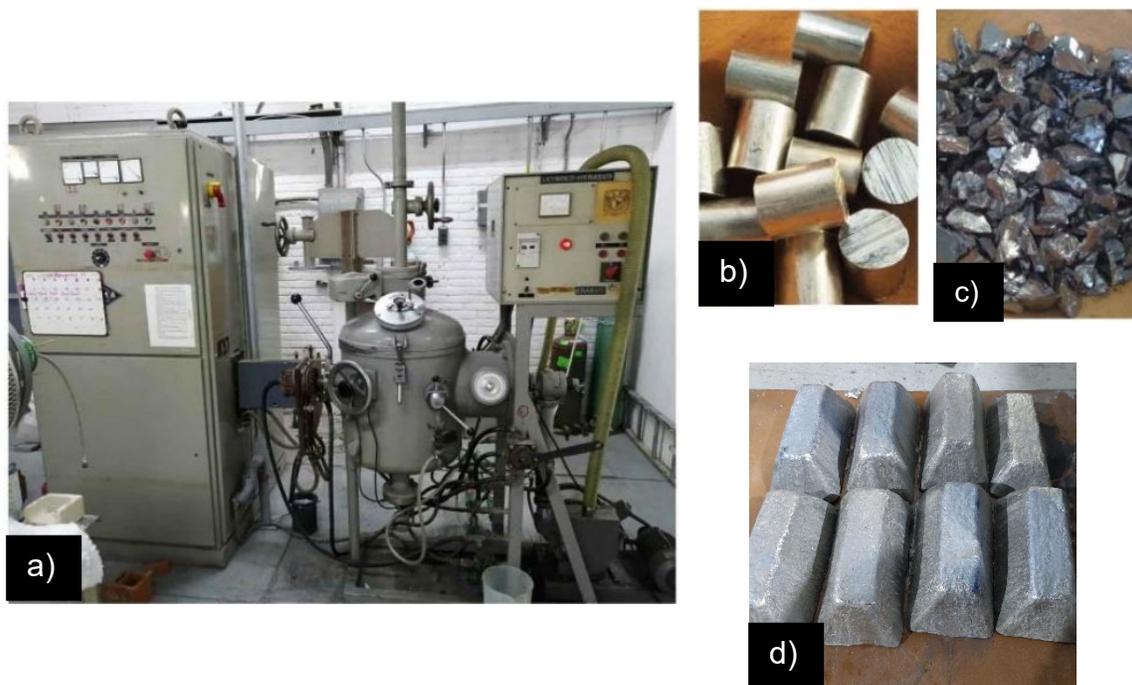


Figura 29. Horno y materiales utilizados en la fabricación de la aleación AlSi12.

Una vez fabricada la aleación, se realizó un estudio de composición química mediante un equipo de Fluorescencia de Rayos X, marca Bruker modelo Titan S1,



que se encuentra también en el laboratorio de Materiales Metálicos Avanzados del IIM-UNAM, Ciudad de México.

2.1.2.1 Caracterización de la aleación AlSi12

La caracterización de la aleación obtenida se realizó de forma similar a la caracterización de las esferas huecas:

1.- Difracción de Rayos X. Se llevó a cabo bajo las mismas condiciones que las utilizadas para las esferas. Las muestras que se utilizaron para este estudio fueron de 2x1.5x0.5 cm, de cada uno de los lingotes que se obtuvieron previamente de dicha aleación.

2.- Microscopía óptica. Para el análisis metalográfico mediante microscopía óptica, se utilizó un microscopio metalográfico marca LABOMED modelo MET400, con opción de un objetivo de hasta 10, 20 y 50, 100x. Además, cuenta con una fuente de luz ultra brillante de 6V-30W, con un alto índice de reproducción de color que ilumina fielmente los especímenes. Las muestras estudiadas, al igual que para rayos x, se prepararon a terminación espejo utilizando lijas de carburo de silicio con grano desde 80 hasta 2000. El pulido se realizó en un paño con pasta de diamante de 1 μm y alúmina de 0.5 μm .

3.- MEB. El estudio microestructural de la aleación se realizó utilizando tanto electrones secundarios como retrodispersados, esto con la finalidad de analizar posibles fases aparte del eutéctico Al-Si.

2.2 Sinterizado de las esferas huecas

El estudio del sinterizado de las esferas huecas de Fe, nos permitió decidir las condiciones óptimas para realizar dicho proceso previo a la fabricación de las espumas. Las pruebas de sinterizado se realizaron en una mufla marca XINYU SA2 (Figura 30).

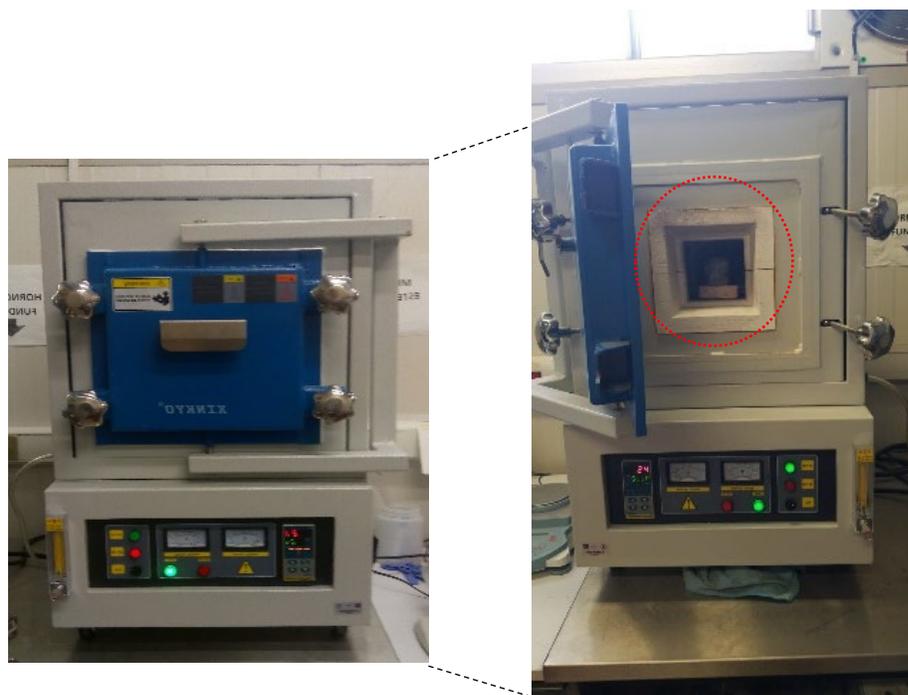


Figura 30. Izquierda mufla XINYU SA2, derecha mufla abierta donde se ve el interior de ésta, ya con las esferas antes de iniciar sinterizado

Las temperaturas de sinterizado propuestas fueron desde 700 hasta 1200 °C, con tiempos de permanencia de 1, 2 y 3 horas. Con estas condiciones de sinterizado se esperaba obtener buena unión entre las esferas, pero sin compactación completa, ya que si esto ocurre no quedaría espacio vacío para la infiltración de la aleación Al-Si. Al comenzar la experimentación observamos que a una temperatura 700 °C no ocurría unión entre las esferas, mientras que a temperaturas mayores a 1100° C ocurría una fusión total entre las esferas, por lo que la porosidad entre ellas fue nula. Por tal motivo decidimos proponer únicamente 3 temperaturas (800, 900 y 1000 °C) y 3 tiempos (1, 2 y 3 h). Esto se corresponde con un diseño de experimentos multifactorial n^k , donde n indica el número de variaciones de las condiciones de entrada ($n = 3$) y k , es el número de variables de entrada al sistema, resultando en un total de $3^2 = 9$ experimentos ($k = 2$: tiempo y temperatura).

Una vez que se concluyeron los experimentos, procedimos a realizar una encapsulación de las esferas sinterizadas en resina epoxi, similar a la de las esferas,



para facilitar el corte, preparación metalográfica y observación mediante microscopía óptica y electrónica de barrido.

Los parámetros seleccionados para medir el sinterizado fueron el cuello de sinterizado (x_n) (Figura 25a), la penetración de sinterizado (δ_n) (Figura 25b), la porosidad y el empaquetamiento. También se analizaron microestructuralmente las paredes de las esferas sinterizadas.

Con los resultados obtenidos se realizó un estudio basado en la implementación de un diseño de experimentos con el apoyo del software Statgraphics Centurion [Statpoint Technologies, “Statgraphics Centurion Manual de Usuario,” 2014, con la finalidad de encontrar un modelo que relacione las variables independientes.

2.3 Estudio de formación de interfase

Los experimentos de formación de interfase u otras posibles interacciones matriz (AlSi12) – reforzante (esferas de Fe) se realizaron a una temperatura de 700°C, y 4 tiempos de permanencia 1, 5, 10 y 20 h. Dichos experimentos se llevaron a cabo en el dispositivo de infiltración, mismo que se utilizó para la fabricación de las espumas y que se describe detalladamente más adelante. Este dispositivo se posicionó dentro de un horno de resistencias marca Prefinsa, modelo HR C4/12200. En primera instancia se colocaron esferas en la cámara de infiltración, donde fueron sinterizadas a 1000 °C durante 1h, finalizado lo cual se baja la temperatura hasta 700 °C para agregar la matriz (AlSi12). Una vez alcanzada la temperatura deseada comenzó a contar el tiempo de permanencia, al concluir el cual se procedió a enfriar el dispositivo sacándolo del horno hasta alcanzar la temperatura ambiente. Una vez a temperatura ambiente, sacamos la muestra. La Figura 31 nos muestra el proceso desde que el dispositivo está dentro del horno y está transcurriendo el tiempo de permanencia, con el AlSi12 líquido y las esferas en contacto, hasta que la muestra es desmontada del dispositivo.



Figura 31. Imágenes del proceso de formación de interfase.

Una vez finalizado el proceso, se obtuvieron las probetas al realizar cortes transversales de precisión (cortadora modelo JMQ-12) en las muestras. Se realizó la preparación metalográfica hasta acabado espejo de las muestras matriz-esfera, para iniciar la caracterización pertinente. También de manera mecánica obtuvimos muestras en polvo de la superficie de las esferas, donde se asume se formaron productos de reacción. Dichas muestras se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido y DRX.

2.4 Fabricación de ESMM

Se fabricaron espumas con 3 diferentes condiciones de sinterizado, comentadas anteriormente, con la finalidad de comparar entre ellas la porosidad, la formación de interfases, y la resistencia a la compresión. Estas espumas sintácticas se fabricaron por el método de infiltración. El dispositivo de infiltración utilizado fue un equipo en trámite de patente por el IIM-UNAM (solicitud MX/a/2017/010803) para fabricación de espumas metálicas convencionales. Como se puede observar en la Figura 32, se compone de una boquilla de Inyección (1), un sujetador (2), una cámara de infiltración (3), y una cuchara (4). La cámara para infiltración cuenta con rosca solo en su parte superior para cerrarla, y una entrada de gas por medio de un tubo para

transporte del gas. La cuchara es parte de un sujetador para la manipulación del dispositivo.

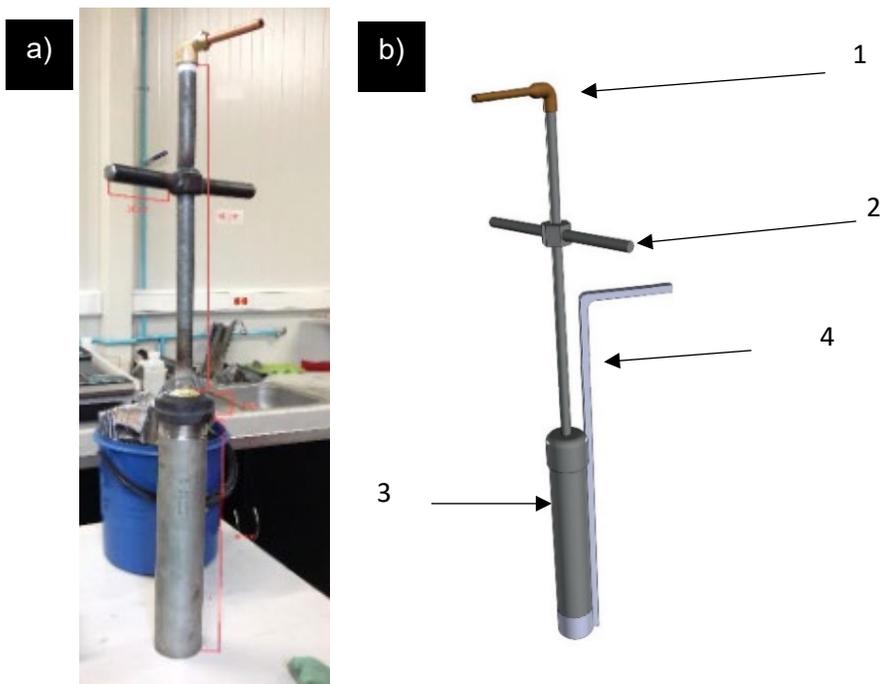


Figura 32. a) Fotografía del dispositivo de infiltración, b) partes del dispositivo de infiltración.

Para realizar la infiltración, el primer paso fue colocar en la cámara de infiltración las esferas huecas, donde se realiza su sinterizado, y sobre las cuales se coloca la aleación a infiltrar. Una vez cargada la cámara de infiltración, el dispositivo se colocó dentro de un horno de resistencias para realizar el proceso de fundición e infiltración, como se muestra en la Figura 33.

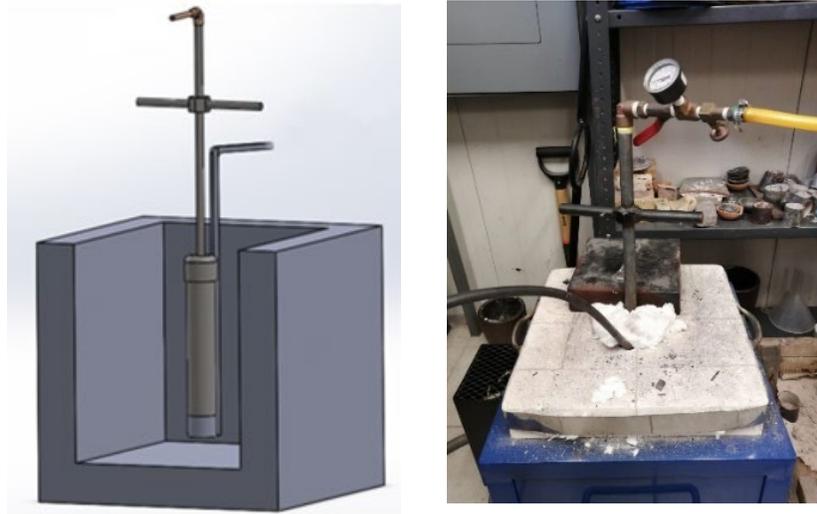


Figura 33. Dispositivo de infiltración dentro del horno de resistencias Prefinsa.

Para la fabricación de las espumas sintácticas seguimos la siguiente metodología:

1. Sinterizado de las esferas huecas de Fe: sinterizados a 800°C, 900°C y 1000°C, durante 1 hora.
2. Disminución de temperatura de sinterizado hasta alcanzar la temperatura de fundición del AlSi12. Una vez alcanzada se colocó la aleación Al-Si12 sobre la preforma sinterizada, como se aprecia en la Figura 34, se mantiene la temperatura a 700°C durante 30 minutos.
3. Infiltración por medio de inyección de gas: Se utilizó inyección de Ar para lograr una infiltración óptima. Se fue elevando la presión de 5 kg/cm² por 10 segundos, hasta alcanzar una presión de 40 kg/cm² durante 10 minutos. Una vez realizada la infiltración se sacó el dispositivo del horno, y se dejó enfriar a temperatura ambiente. Seguido de esto se saca del tubo de infiltración la ESMM como se observa en la Figura 35.



Figura 34. Esquema de acomodo de elementos para fabricación de espuma dentro de la cámara de infiltración.

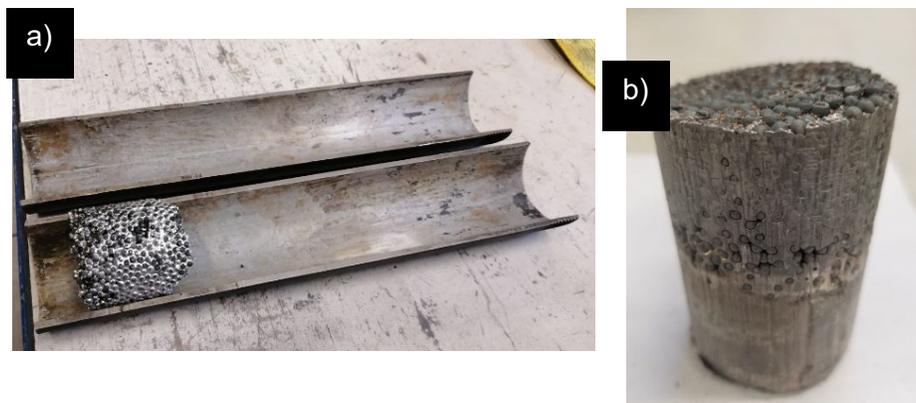


Figura 35. a) dispositivo abierto para sacar la espuma sintáctica. b) espuma sintáctica.

2.4.1 Caracterización de las ESMM

La caracterización de las ESMM se inició con el preparado metalográfico a terminación espejo. Se realizó DRX para el análisis de las fases presentes, así como la detección de posibles productos de la reacción entre la matriz Al-Si y las esferas de Fe.



Asimismo, las espumas sintácticas fabricadas se caracterizaron de la siguiente manera:

Caracterización estructural:

Densidad:

Para densidad absoluta:

1. Método de Flotación (ρ_F), realizada en el laboratorio de Cerámicos y Polímeros del IIM-Unidad Morelia, en un instrumento marca Santorius Lab Instruments, modelo Quintix124-18;
2. Método teórico: fórmula convencional de densidad ($\rho=m/v$)
3. Para densidad relativa: Método teórico por fórmula: $\rho_r = \rho_{\text{espuma}}/\rho$ de la aleación.

Porosidad: por medio de la Ecuación 1, y análisis de imágenes utilizando el programa ImageJ.

Caracterización microestructural:

Identificación y análisis de fases: por medio de la observación y el análisis de imágenes obtenidas mediante:

1. Microscopía electrónica de barrido: Electrones secundarios, retrodispersados y EDS.
2. Mediante los resultados de difracción de rayos x.

Es importante destacar que fue imprescindible la preparación de las muestras a terminación espejo, para lo cual primeramente se realizó desbaste con lija de SiC, con grano del 80 al 1200, seguido de pulido con pasta de diamante de 3 μm . Una vez realizado esto se procedió a la limpieza bajo chorro de agua y secado con aire caliente.

Caracterización mecánica: Prueba de compresión de acuerdo a la norma ASTM E9-09, "Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature", realizada en una máquina Instron 1125-5500R, con una velocidad de deformación de 0.5 mm/min. Con este estudio se obtuvieron curvas de esfuerzo-deformación para observar el comportamiento de las ESMM sinterizadas a diferentes temperaturas. Mediante estas curvas se determinaron propiedades mecánicas como el módulo de Young, la resistencia a la cedencia, las diferentes etapas de la curva esfuerzo-deformación y la absorción de energía, todo esto relacionándolo con las porosidades y densidades obtenidas.

Para lo anterior, las ESMM fueron maquinadas en un torno para obtener cilindros, como se muestra en la Figura 36, con medidas específicas de 30 ± 0.2 mm de alto x 25 ± 1 mm de diámetro.



Figura 36. Muestras de espumas sintácticas preparadas para ensayo de compresión.

2.5 Diseño de experimentos

En el presente trabajo, el diseño de experimentos (DOE) se utilizó para analizar el efecto de variables de entrada sobre las propiedades o características obtenidas, tanto para el caso del sinterizado como de la formación de la interfase y de las espumas en sí, un diseño de experimentos factorial. La utilización de diseño



experimental reduce el número de experimentos necesarios. Los diseños factoriales están entre los más utilizados para analizar los efectos de dos o más variables de entrada sobre las variables de salida [66, 67]. Los diseños factoriales n^k son empleados en experimentos en los que intervienen varios factores para estudiar el efecto conjunto de éstos sobre una respuesta no lineal. Para la determinación de la relación entre las variables experimentales, en el presente trabajo se utilizaron diseños multifactoriales, determinando primeramente el efecto de la temperatura y el tiempo de sinterizado de las esferas huecas de Fe sobre diferentes variables, como fueron la penetración, el cuello de sinterizado, la porosidad y el empaquetamiento. En resumen, estas variables de entrada fueron 2 ($k = 2: t, T$), y $n = 3$, lo que resulta en 3 tiempos y 3 temperaturas diferentes, como se analizará más adelante. Como apoyo para el diseño experimental se utilizó el software Statgraphics XV.



Capítulo 3.

Resultados y discusión.

3. Resultados y Discusión

3.1 Caracterización de las esferas huecas de Fe.

Difracción de Rayos X

La Figura 37 muestra el difractograma obtenido para las esferas huecas de Fe utilizadas para fabricar las espumas sintácticas. Se observan los picos correspondientes al hierro para valores de 2θ de 45° y 65° lo cual concuerda con otros estudios de este material [68, 69]. Estos picos corresponden a Fe cúbico centrado en las caras (bcc), para los planos (110) y (200).

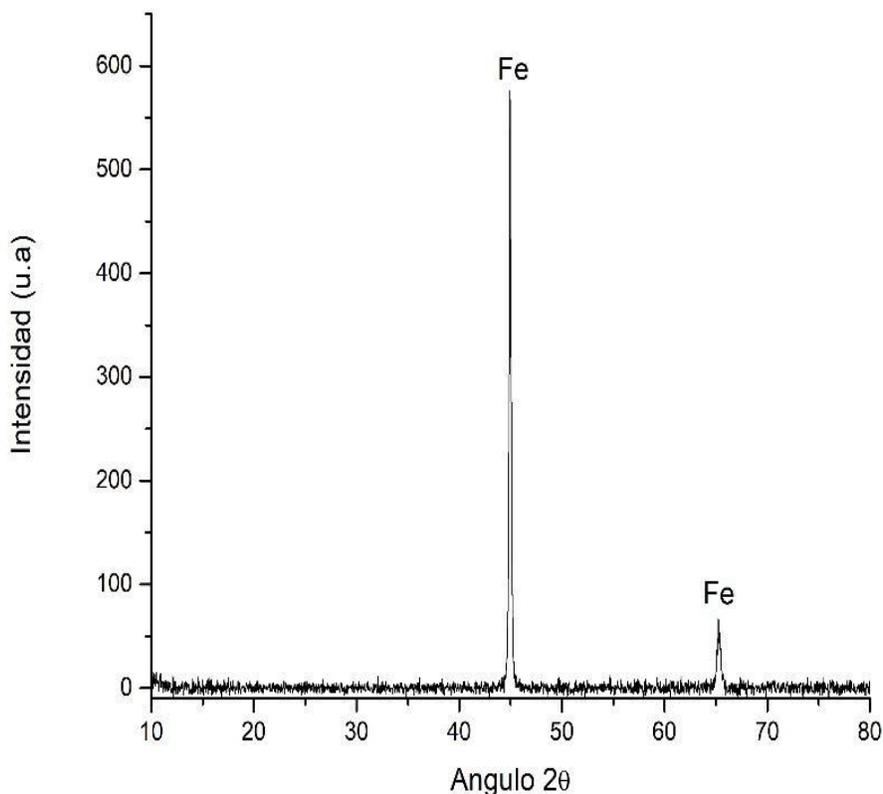


Figura 37. Difractograma obtenido para las esferas huecas de Fe.

Microscopía óptica y Electrónica de Barrido

-La caracterización de las esferas huecas de Fe mostró que su diámetro promedio es de 3.0 ± 0.3 mm. Esto se observa en la Figura 38a, que muestra la forma y el tamaño de las esferas. Como puede verse, el diámetro es variable, lo que se detalla en el histograma de frecuencias de la Figura 38b. Este histograma revela que los diámetros oscilan entre 2.6 y 4.6 mm, distribución que concuerda con lo reportado en la literatura para estas esferas [7,53,70] . Por otra parte, la Figura 38c muestra una imagen ES-MEB (electrones secundarios) de una esfera hueca, mientras que la Figura 38d presenta una micrografía de su superficie. Se aprecia la microestructura compuesta por partículas de Fe sinterizadas, de aproximadamente $5 \mu\text{m}$, con cuellos de sinterizados claramente visibles, y microporosidad entre ellas.

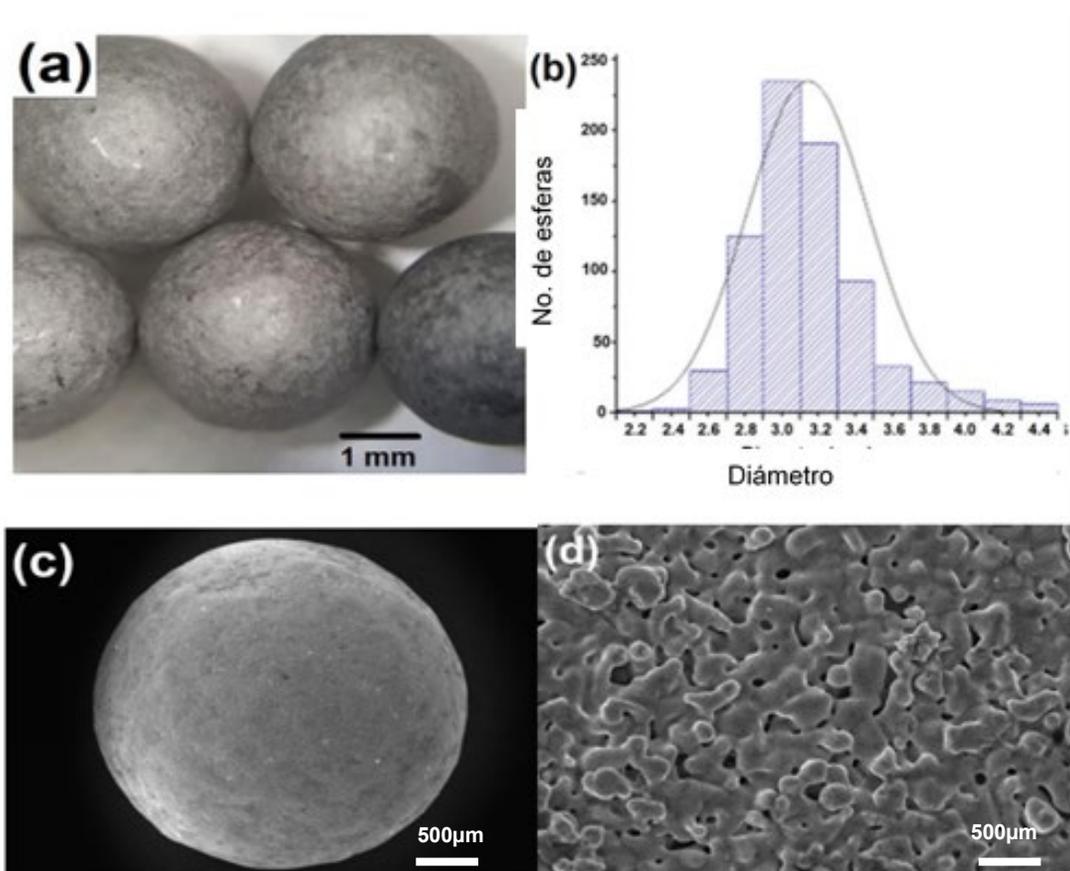


Figura 38. a) Forma y tamaño de esferas. b) Histograma de frecuencias del tamaño de esferas. c) Imagen de una esfera hueca observada con ES-SEM. d) Micrografía de la superficie.

Esferas huecas fueron montadas en resina epóxica para el estudio de sus paredes, obteniendo una muestra con esferas incrustadas, la cual fue cortada y preparada metalográficamente. La Figura 39a muestra una imagen MEB con electrones retrodispersados de esferas seccionadas, donde se observan las características de las paredes, mientras que el histograma de frecuencia del espesor de la pared se muestra en la Figura 39b. Como se observa, el espesor es irregular, con un promedio de $130 \pm 10 \mu\text{m}$. Esto resulta en una relación diámetro/espesor de pared de 23, similar a lo reportado [7,53,70]. La porosidad del 13 % en las paredes también está acorde con la literatura.

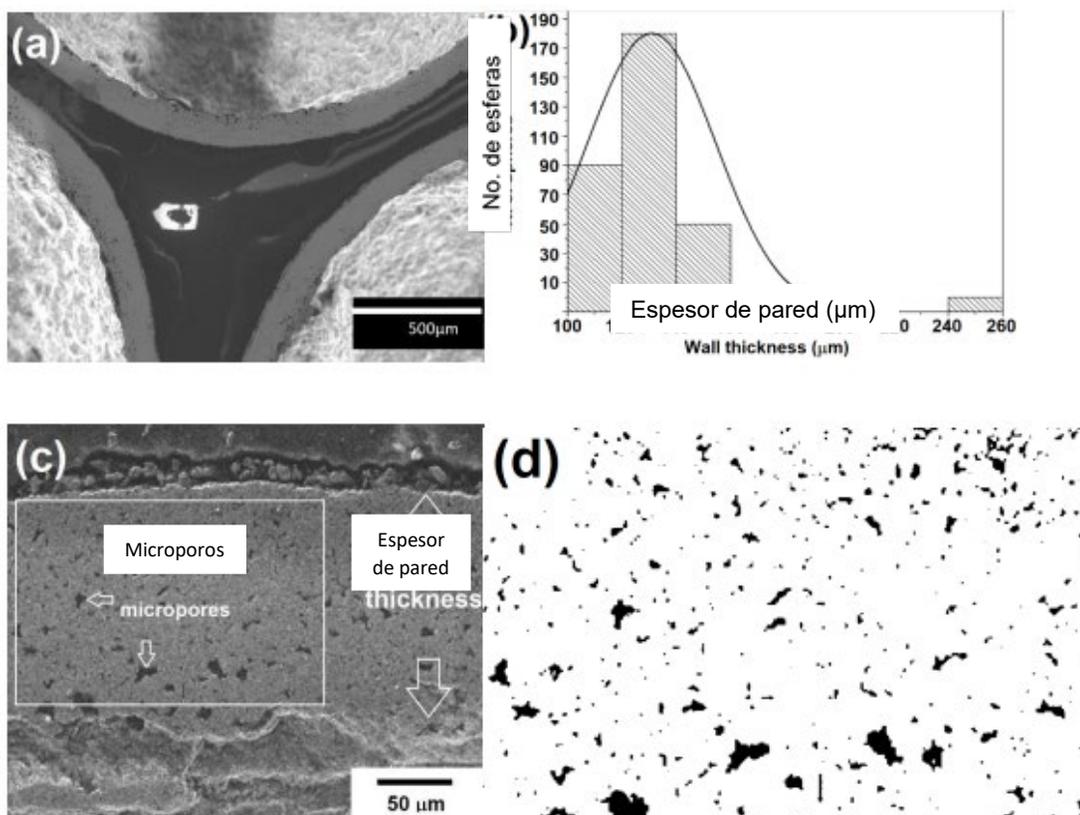


Figura 39. a) Secciones de 3 esferas huecas. b) Histograma de frecuencias del espesor de pared. c) morfología de la pared de la esfera. d) Imagen procesada en ImageJ donde se observa la microporosidad.

3.2 Caracterización de la aleación AlSi12.

La caracterización de esta aleación se llevó a cabo por medio de difracción de rayos X, Microscopía Óptica, MEB, análisis químico, determinación de la densidad y resistencia a la compresión.

Difracción de Rayos X

Al igual que con las esferas de Fe, la caracterización de la aleación comenzó con DRX. Para el estudio de estas muestras se realizó un análisis de refinamiento Rietveld, ya que nos interesaba conocer el porcentaje de las fases presentes. La Figura 40 muestra el difractograma resultante, donde se muestran los picos característicos del Al y el Si [44, 71].

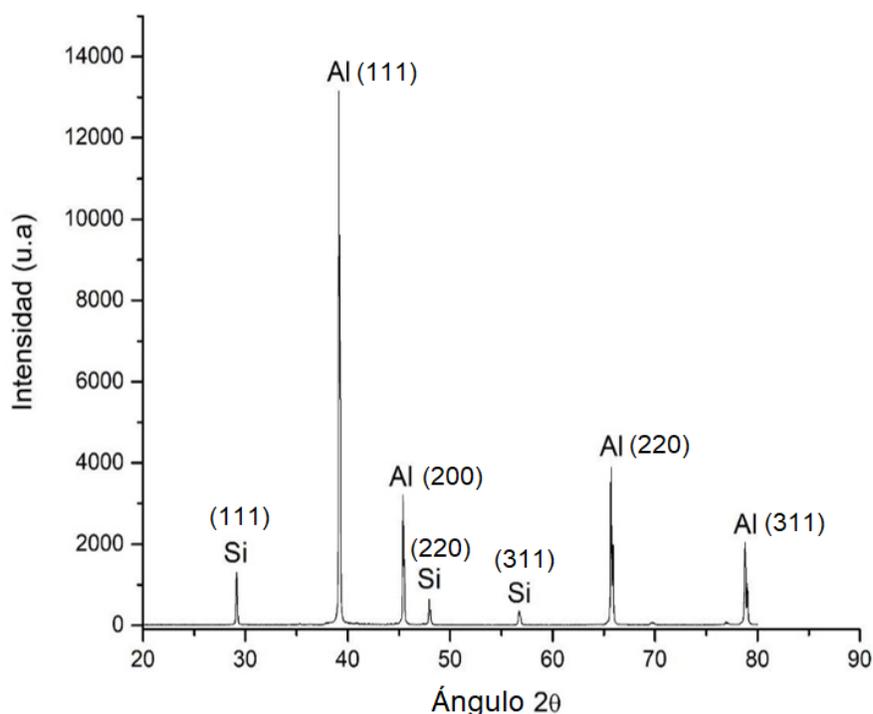


Figura 40. Difractograma característico de la aleación AlSi12.



En la Tabla 6 se presentan los valores del porcentaje de fases obtenidos mediante el análisis Rietveld, con un porcentaje de error relativamente bajo (8%).

Tabla 6. Resultados del análisis Rietveld.

Elemento	%at.
Al	87.23
Si	12.77

A diferencia de la tabla 6, la tabla 7 muestra el resultado obtenido al momento de obtener las aleaciones, mediante análisis químico. Se observa que tenemos un pequeño porcentaje de Fe, que se observará al momento de hacer microscopía. Esto es común en las aleaciones de aluminio debido entre otros aspectos a las condiciones de manufactura.

Tabla 7. Composición química de la aleación AlSi12

Elemento	Al	Si	Fe
%en peso	87.488	12.15	0.1565

Microscopía óptica

La caracterización óptica de la aleación AlSi12 se realizó en un microscopio metalográfico a diferentes aumentos. En la Figura 41 se muestra la micrografía de la aleación, donde se aprecia la matriz de Al como la fase principal, y gran proporción de la fase Si eutéctico en forma de placas alargadas, reportado en algunos trabajos como fases sin modificación, la cual se lograría con la adición de elementos de aleación tales como el Sr, y que llevaría a cabo la formación de fases más pequeñas y redondeadas.

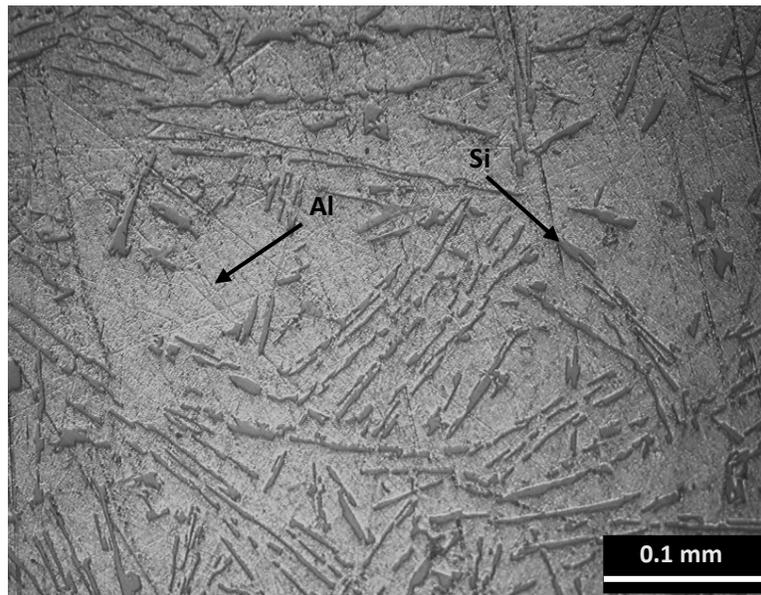


Figura 41. Micrografía del AlSi12, vista en microscopio metalográfico.

Microscopía electrónica de barrido.

En la Figura 42 se muestra una micrografía de la aleación AlSi12, tomada con MEB-electrones retrodispersados, esto con la finalidad de confirmar la existencia de las fases anteriormente reportadas. Corroborando lo observado en la Figura 41, en la Figura 42 se muestra la fase eutéctica Al-Si, además de la presencia de algunas agujas de Fe. Estas agujas están presentes en menos del 2% en la aleación, por lo que decimos que es una impureza del aluminio y como se mostró en la Tabla 8 existe un 0.1565 %wt. de Fe. Por otra parte, la cantidad de la fase Si eutéctica, medida utilizando análisis de imágenes, es del 23 %.

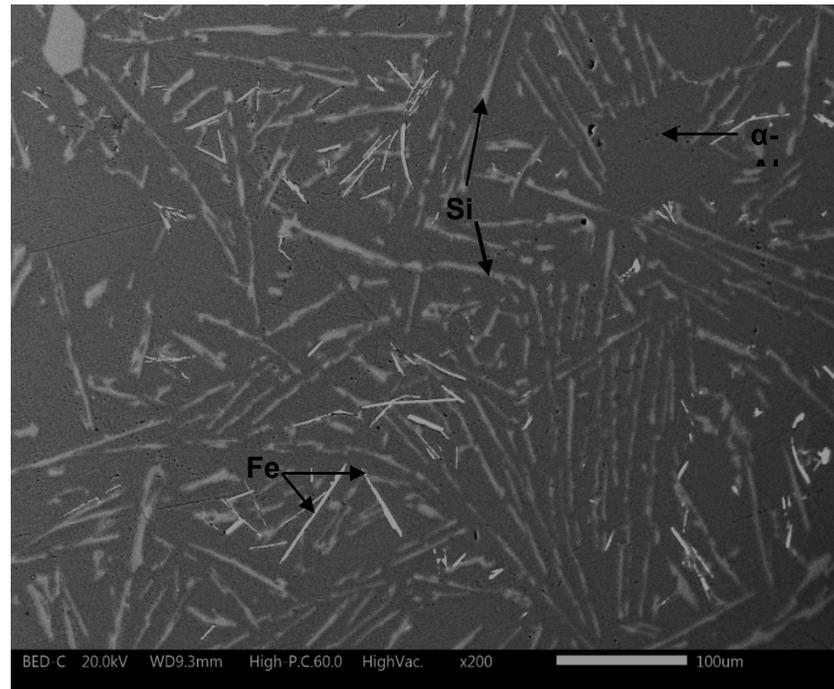


Figura 42. Micrografía MEB a 100X con electrones retrodispersados.

En la Figura 43 observamos el mapeo de la aleación AlSi12, con lo que no queda duda que tenemos como fase principal matriz de aluminio y como segunda fase el Si eutéctico. También se observa el Fe presente en ciertas zonas de la muestra. Recordemos que el Fe es una impureza que existe en casi todas las aleaciones de Al. El mapeo mediante EDS es una herramienta ampliamente utilizada para el estudio de estas aleaciones de aluminio, ya que permite analizar la ubicación de los elementos de aleación, y que en conjunto con la DRX permite identificar las fases presentes.

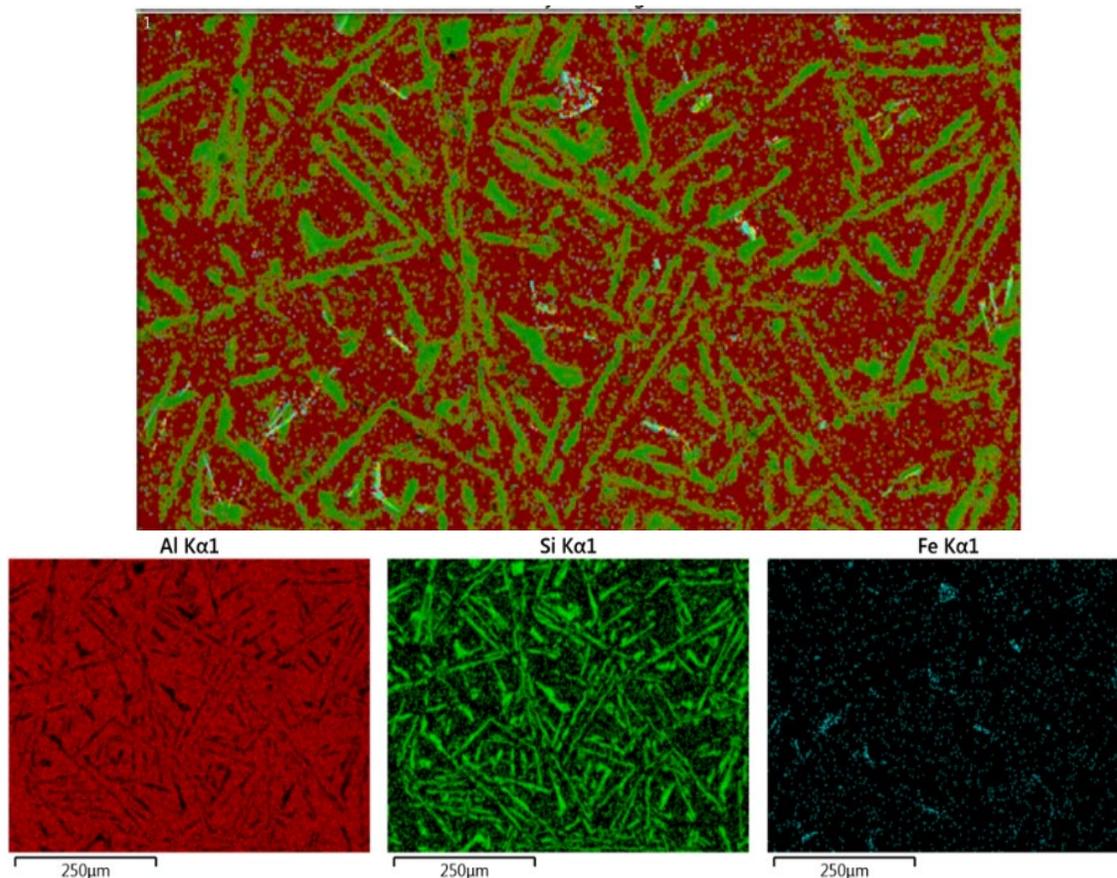


Figura 43. Mapeo de la aleación AlSi12.

3.3 Pruebas de sinterizado en esferas huecas de Fe

En la Figura 44a-c se pueden observar esferas sinterizadas durante 1 h a 800, 1000 y 1100 °C. Como se mencionó anteriormente, a 700 °C no ocurrió el sinterizado, debido a que esta temperatura no fue lo suficientemente elevada para el proceso. Como puede apreciarse, a medida que aumentó la temperatura aumentó la unión entre las esferas (los cuellos de sinterizado se observan en los círculos en las Figuras 44a y 44b). Por otra parte, esto hizo que la porosidad (espacio libre entre las esferas) se redujera de manera significativa. Cuando la temperatura alcanzó los 1100 °C ocurrió la compactación completa de las esferas, sin espacios entre ellas debido al aumento de los cuellos de sinterizado, lo cual se analizará más adelante.

Estos resultados muestran que esta temperatura no se puede utilizar para fabricar las preformas de esferas, que serían utilizadas para el proceso de fabricación de las espumas sintácticas. Las densidades de las esferas sinterizadas aumentaron de 0.6 gcm^{-3} para el sinterizado a $800 \text{ }^\circ\text{C}$ hasta 1.1 gcm^{-3} a $1100 \text{ }^\circ\text{C}$.

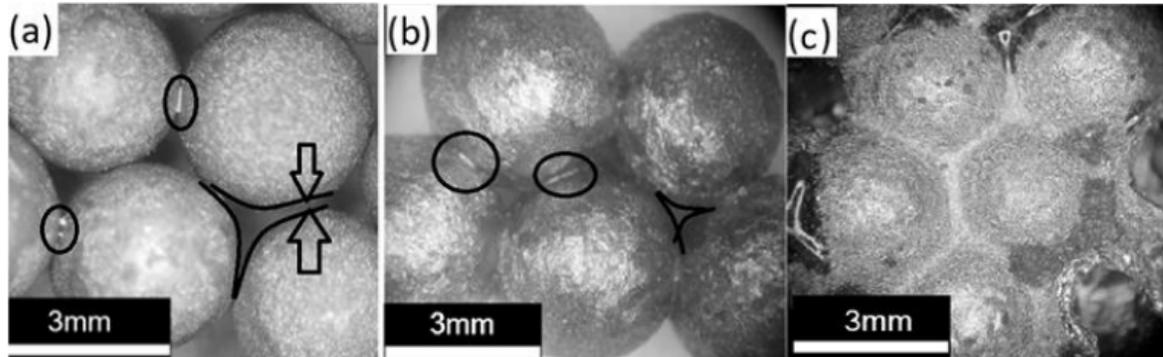


Figura 44. a) Esferas sinterizadas a 800°C x 1h. b) Esferas sinterizadas a 1000°C x 1h. c) Esferas sinterizadas a 1100°C x 1h.

En la Figura 45a-c observamos en forma de esquema las deformaciones que sufrieron las paredes de las esferas al incrementarse la temperatura, aumentando la longitud del cuello de sinterizado, hasta estar las esferas completamente compactadas (Figura 45c), donde la curvatura del cuello de sinterizado desaparece. Esto origina que ocurra la transformación de forma esférica a poliédrica, reportado previamente para el sinterizado de esferas [72].

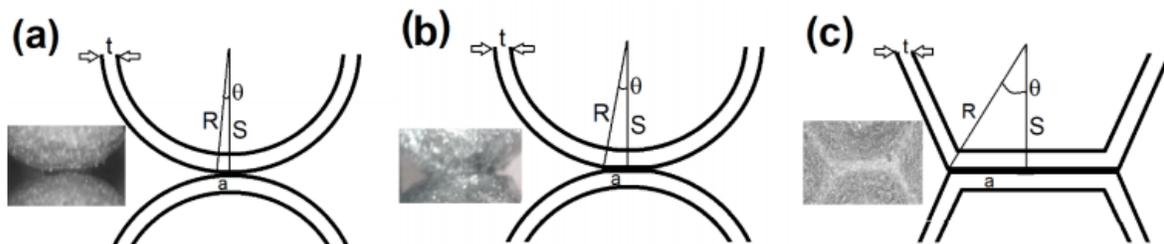


Figura 45. Esquema de la deformación de esferas al ser sinterizadas. a) Esferas sinterizadas a 800°C x 1h. b) Esferas sinterizadas a 1000°C x 1h. c) Esferas sinterizadas a 1100°C x 1h.



Es posible establecer una relación entre el radio de una esfera (R), el radio mínimo de una esfera sinterizada (S) y la mitad del cuello de sinterizado (a), lo cual se establece mediante la Ecuación 2.

$$\text{Sin } \theta = \frac{a}{R} \quad \text{Ecuación 2}$$

Suponiendo que el espesor de la pared (t) permanece constante, el valor de penetración es $\delta = 2 (R - S)$, incrementándose con el aumento del cuello de sinterizado. El valor máximo del ancho del cuello de sinterizado es de 1.57 mm, deformando completamente a la esfera, como se muestra en las Figura 44c y 45c.

La penetración máxima para este valor de cuello de sinterización es $\delta = 0.44$ mm, siendo $\delta = 0$ para las esferas apenas en contacto representado en las Figuras 44a y 45a. Estos valores concuerdan con la máxima penetración experimental (0.39 mm) y cuello de sinterización (1.42 mm), obtenidos para esferas completamente empaquetadas observadas en la Figura 44c.

La Figura 46a-f muestra imágenes de MEB del cuello y penetración de sinterizado a temperaturas entre 800, 900 y 1000 °C y tiempos de 1, 2 y 3 h. En estas figuras también se puede apreciar las morfologías de las paredes de las esferas sinterizadas. Se observa que el aumento del tiempo y la temperatura originan el aumento de la penetración y del cuello de sinterizado (Figuras 46a, 46d y 46g). Esto hace que disminuyan los espacios entre las esferas (porosidad), aumentando el empaquetamiento. El aumento del ancho del cuello de sinterizado es claramente notable en las Figuras 46b, 46e y 46h, perdiendo su curvatura a medida que el tiempo y la temperatura de sinterizado aumentan.

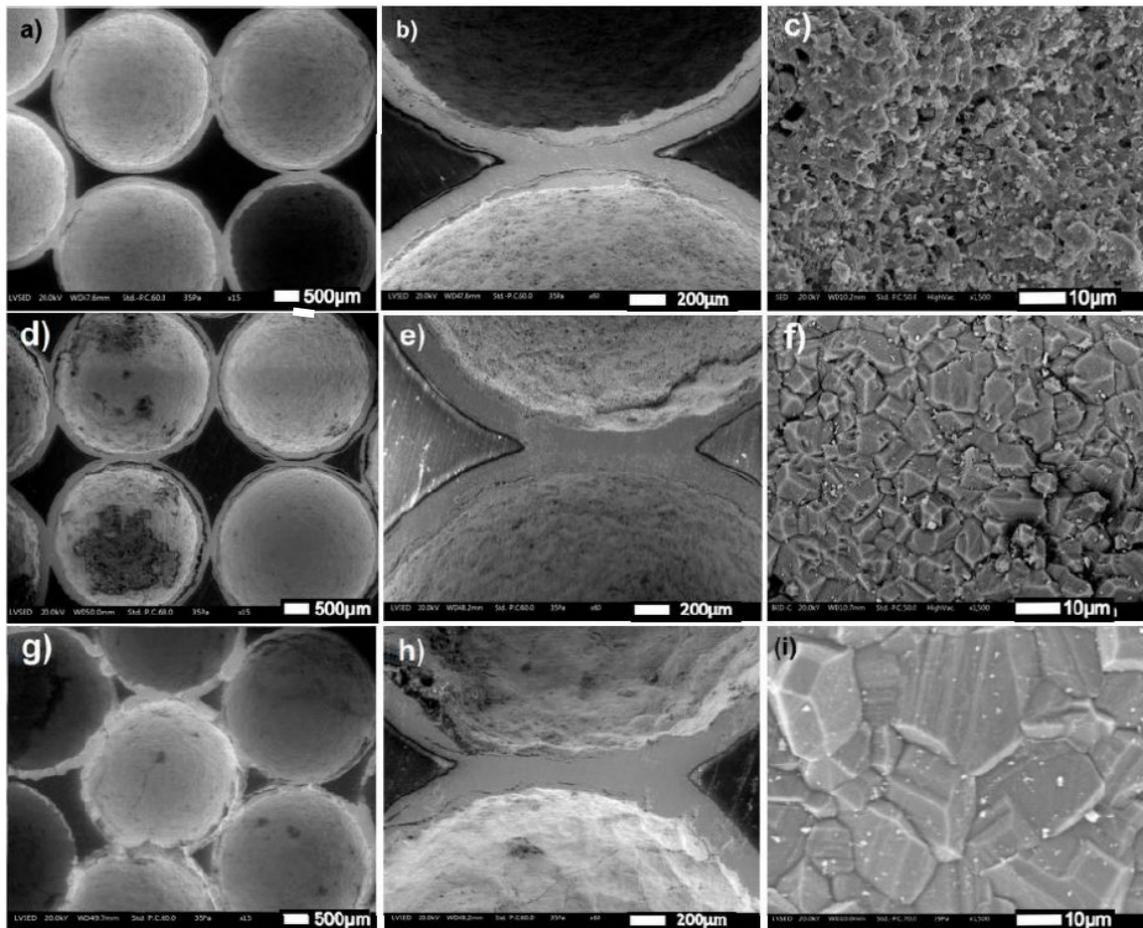


Figura 46. Imágenes MEB del sinterizado a diferentes tiempos y temperaturas (a-c 800 °C, 1 h; d-f 900 °C, 2h; y g-i 1000 °C, 3h)

Lo observado en la Figura 46 ya fue comentado en las Figuras 44c y 45c. En esta figura también se pudo apreciar que el empaquetado de las partículas de hierro aumentó con el aumento de las temperaturas y tiempos de sinterizado, (Figuras 46c, 46f y 46i), disminuyendo la porosidad entre ellas. Esto se produjo debido a este segundo proceso de sinterizado, el cual se suma al sinterizado realizado para la fabricación de las esferas. Esto llevó a un aumento en la densidad de las paredes de las esferas, siendo importante para el incremento de las propiedades mecánicas. Para las esferas sinterizadas a 800 °C durante 1 h (Figura 46c) la porosidad en las paredes bajó al 6 % (densidad de sinterizado de 7.43 g/cm³). En la Figura 46c las partículas individuales de Fe apenas se pueden distinguir debido a la unión entre



ellas, con pocos cuellos de sinterizado. El aumento del tiempo y la temperatura de sinterizado llevó al desarrollo de granos polihédricos (Figuras 46f y 46i), lo que concuerda con lo reportado por Davari et al. [65]. Estos granos están completamente empaquetados, sin espacios entre ellos. Los granos crecieron de $\sim 10 \mu\text{m}$ para un sinterizado de $900 \text{ }^\circ\text{C}$ por 2 h (Figura 46f) a $\sim 25 \mu\text{m}$ para las esferas sinterizadas a $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ por 3 h (Figura 46i). La formación de estos granos indica que se alcanzó la etapa final del proceso de sinterizado.

Por otra parte, en los gráficos de las Figuras 47a-d se puede apreciar el comportamiento de la penetración, el cuello de sinterizado, la porosidad y el empaquetamiento, para 800 , 900 y $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ y tiempos de 1, 2 y 3 h. Como se puede observar, la tendencia es que aumentan el ancho del cuello y la penetración, disminuyendo la porosidad. Esto se debe al aumento del empaquetamiento, ya que las esferas están cada vez más unidas, cambiando sus formas. Los valores máximos de penetración y cuello de sinterización para las esferas huecas sinterizadas a $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 3 h, siendo 0.37 y 1.27 mm , respectivamente, menores que los máximos experimentales y los cálculos teóricos usando la Figura 45a-c, que fueron $x = 1.57 \text{ mm}$ y $\delta = 0.44 \text{ mm}$.

La porosidad mínima y la densidad máxima de empaquetamiento fueron 7.17 y 92.83% , respectivamente, también obtenidos para altas temperaturas y tiempos prolongados. Una porosidad excesiva en las esferas es indeseable para producir espumas por infiltración ya que la permeabilidad de la aleación fundida disminuye. Sin embargo, si se alcanza una fluidez suficiente del metal fundido, una porosidad baja podría ser importante para el aumento de la densidad final de la espuma sintáctica. Esto llevaría a un mayor refuerzo de esferas huecas y menor cantidad de matriz metálica.

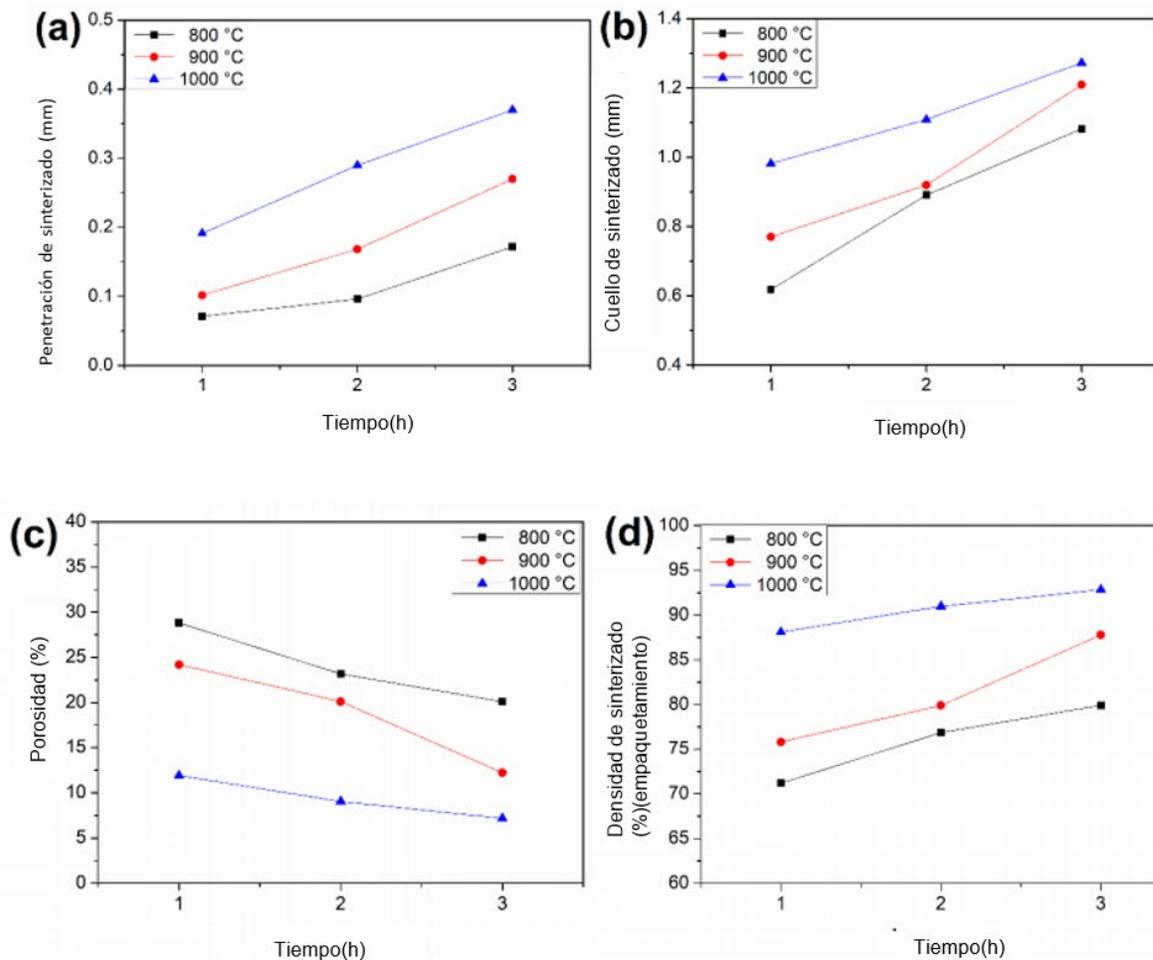


Figura 47. a) Resultados obtenidos de penetración de sinterizado. b) Resultados obtenidos de cuello de sinterizado. c) Resultados obtenidos de porosidad. d) Resultados obtenidos de densidad de empaquetamiento. A 800, 900 y 1000 °C por tiempos de 1, 2 y 3 h.

La Figura 48a-d muestra las curvas de superficie dependiendo del tiempo y temperatura, para la penetración, cuello, porosidad y empaquetamiento de sinterizado. Estos gráficos fueron obtenidos utilizando Statgraphics Centurion XV. Como puede observarse, las esferas que se sinterizan a temperaturas más altas y durante más tiempo tienen los valores más altos de penetración (Figura 48a, en rojo) y cuello de sinterizado (Figura 48b, en rojo), por lo tanto se obtiene menor porosidad en comparación con aquellas esferas sinterizadas a temperaturas más bajas y por tiempos más cortos (Figura 48c, en azul). En cambio, la Figura 48d

muestra que los valores más altos de empaquetamiento se obtienen a altas temperaturas y tiempos prolongados (en rojo).

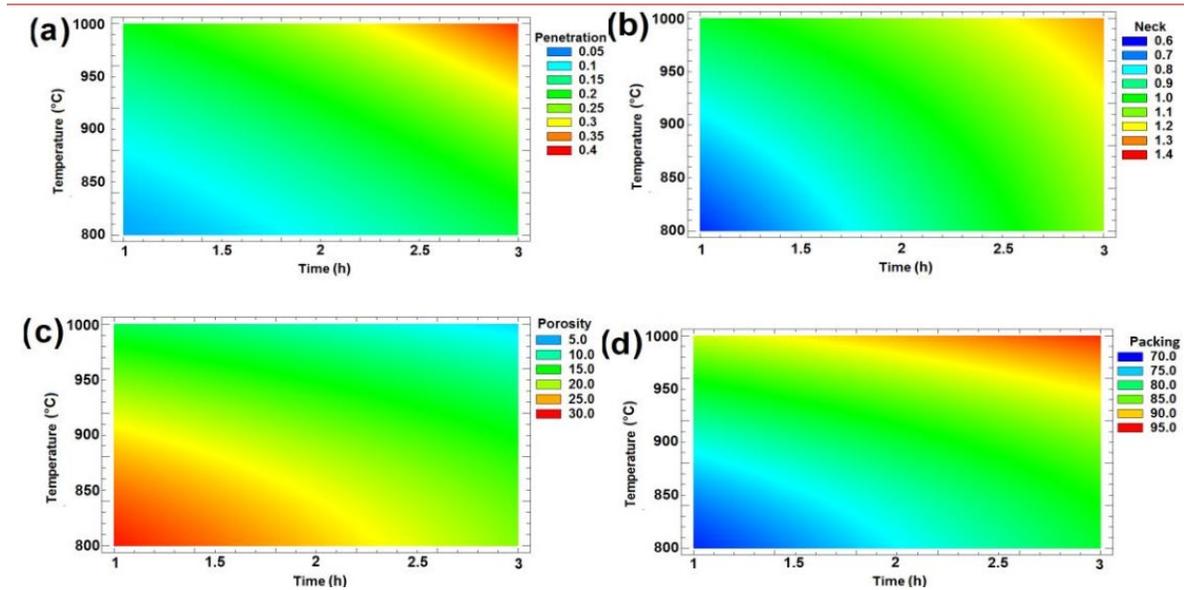


Figura 48. Superficies de respuesta obtenidas mediante diseño de experimentos usando Statgraphics Centurion XV, para el efecto del tiempo y la temperatura sobre: (a) penetración, (b) ancho de cuello, (c) porosidad, y (d) empaquetamiento.

Estos resultados permitieron establecer relaciones de dependencia con la temperatura (T) y el tiempo (t), con valores de R² en todos los casos mayores de 0.9, siendo estas relaciones:

$$\delta = 1.13644 - 0.146167t - 0.0028366T + 0.0113333t^2 + 0.000195tT + 0.00000183333T^2 \quad \text{Ecuación 3}$$

$$x = 0.725 + 0.520833 t - 0.00236667 T + 0.015 t^2 - 0.000425 t T + 0.0000025 T^2 \quad \text{Ecuación 4}$$

$$P = -62.4811 - 13.085 t + 0.292533 T - 0.0383333 t^2 + 0.01 t T - 0.000214333 T^2 \quad \text{Ecuación 5}$$

$$D = 162.481 + 13.085 t - 0.292533 T + 0.0383333 t^2 - 0.01 t T + 0.000214333 T^2 \quad \text{Ecuación 6}$$



3.4 Análisis de la formación de interfases

La temperatura de fusión de la aleación AlSi12 es alrededor de 570°C [6], [7], la cual se encuentra por debajo de la temperatura seleccionada para nuestros experimentos, por lo que la aleación se encuentra líquida todo el tiempo en contacto con las esferas sólidas de Fe, que tienen un punto de fusión de 1535°C [73]. Los resultados obtenidos de los experimentos realizados muestran que a mayor tiempo de contacto entre las esferas y la aleación se logra un aumento en la formación de nuevas fases intermetálicas (interfases). Los análisis de estas interfases fueron posible gracias a los resultados que se obtuvieron mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Difracción de Rayos X (DRX). El análisis por MEB se llevó a cabo a través del detector de electrones retrodispersados, debido a que con esta técnica se puede observar el contraste de elementos por diferencia de su peso atómico. Aunado a lo anterior se utilizó el modo de operación del MEB a bajo vacío, lo cual permitió mejorar la imagen al eliminar posibles defectos producidos por el efecto de carga de la muestra. Además, con electrones retrodispersados observamos todas las morfologías de las fases y sus cambios, y con la técnica de espectroscopía de rayos-X de energía dispersiva (EDS) obteniendo una caracterización química elemental donde la colorimetría da a lugar a los diferentes elementos que están presentes en la muestra.

Debido a que las interacciones Al-Fe-Si han sido ampliamente estudiadas, se conoce una gran cantidad de compuestos entre ellos, con variadas nomenclaturas para estos [49], [50], [51]. Algunos coinciden para diversos investigadores, mientras que otros difieren en porcentaje de los componentes del compuesto intermetálico formado. Por esto debemos entender que al tratarse de un compuesto intermetálico ternario, las fases pueden formarse y pasar de una fase a otra, añadiendo cierto porcentaje de compuestos. Esto dependiendo del tiempo y la permanencia que se le dé al tratamiento, como mostraron Maitra & Gupta (2003) [52] y Gao et al (2019). [74], donde fases ternarias como $\alpha\text{-Al}_8\text{FeSi}$ pasaron a FeAl, pero manteniendo el porcentaje de silicio. Comparado con trabajos como el de Raghavan (2019) [49],



donde propone un rango más amplio de porcentajes de composición de cada elemento, y solo reconoce las fases alfa (α), beta (β) y delta (δ). Debido a esto, en el presente trabajo tuvimos que inferir entre las nomenclaturas dependiendo de los resultados de los mapeos y por la composición de las fases, empezamos a tener presencia de las Fases α o θ (Al_8FeS) y β o T_5 (Al_5FeSi), a un tiempo de 20 h. Más adelante observaremos que para este tiempo es para el que mejor se aprecia lo que sucede en el procesamiento de las espumas sintácticas, ya que hay una pequeña penetración de la aleación entre las esferas. Este análisis se muestra a continuación, y es altamente dependiente no solo de la temperatura y el tiempo de contactos, sino también de fenómenos tales como la mojabilidad, que cambia de manera drástica al variar la presión del sistema.

En la Figura 49a observamos cómo las muestras salen del horno, donde se ven algunas esferas en la parte superior. Lo demás parece 100% sólido que corresponde a la aleación AlSi12, solo se nota una pequeña zona (círculo amarillo) donde se aprecia metal infiltrado entre las esferas, y sigue permaneciendo a la hora del corte. En ocasiones no fue posible mantener esta zona infiltrada al momento de preparación de la muestra, ya que las esferas se desprendían de la superficie. Esto ocurre en algunos casos debido a la falta de mojabilidad anteriormente comentada. La Figura 49b muestra el corte que se le hace a la muestra para obtener probetas que se prepararon para caracterización (Figura 49c). También en la Figura 49c observamos la muestra con terminado espejo y se especifica la zona que se encontró en mayor contacto entre las esferas y el AlSi12, ya que esta aleación no logró penetrar las esferas para ninguno de los tiempos de contacto.

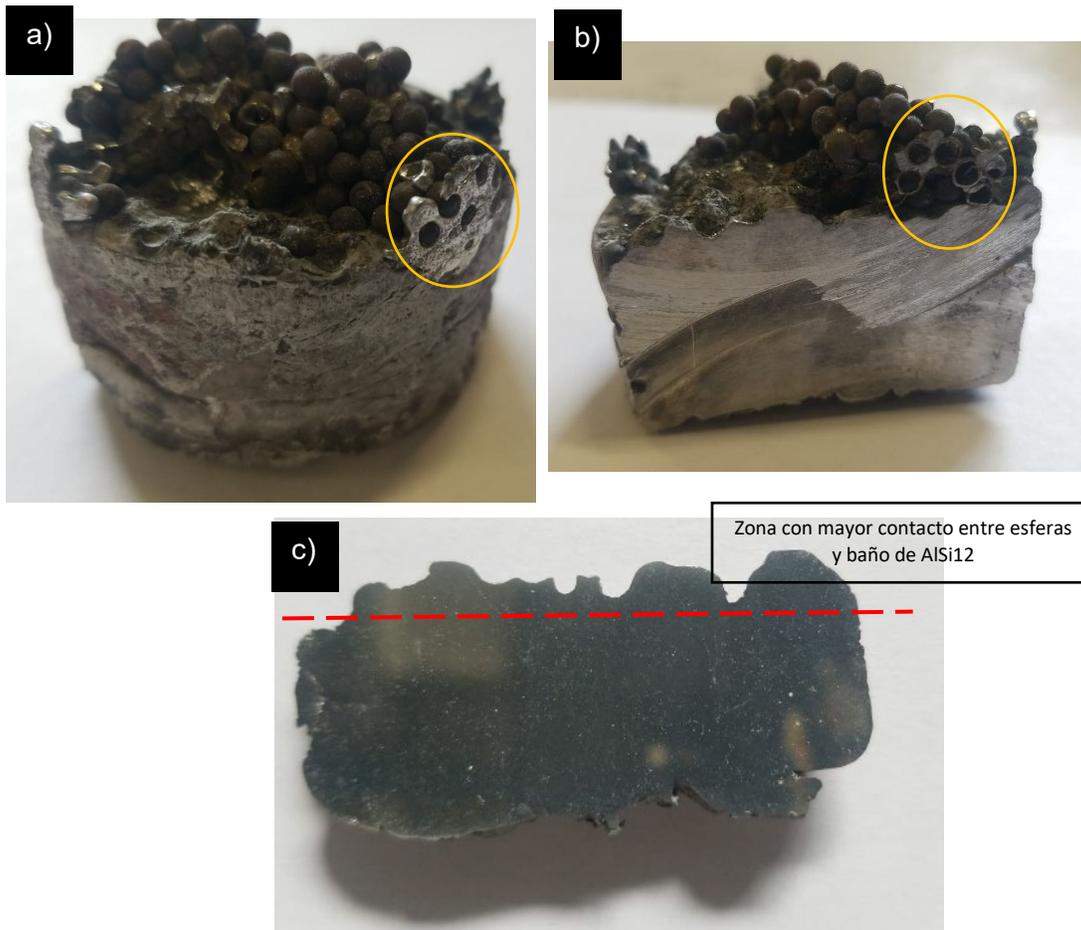


Figura 49. Probetas obtenidas para el estudio de formación de interfases.

A continuación, se describen de manera detallada los cambios y observaciones de los experimentos realizados, iniciando con resultados de microscopía electrónica de barrido y mapeo-EDS; y finalizando con resultados de difracción de rayos X.

En la Figura 50a-d observamos las micrografías de los experimentos a 700 °C por 1, 5, 10 y 20 horas (51 a, b, c y d, respectivamente), donde se muestran las zonas de mayor contacto entre las esferas y la matriz. En la figura 50a, que fue el menor tiempo de permanencia (1h), observamos que la aleación AlSi12 muestra la misma microestructura, pues no hubo formación de fases intermetálicas. Para este tiempo se observa una zona con borde circular, donde estaba la esfera, que en parte se



desprendió, ya que no logró fijarse por completo con la aleación de aluminio, esto por la baja temperatura y el corto tiempo de contacto. La sección de la esfera que está enmarcada por la línea discontinua roja no reaccionó con la matriz. Para este tiempo el único cambio observado fue en la matriz, donde la fase de silicio aparece también en forma primaria (partículas gruesas en círculos amarillos).

En la Figura 50b se aprecian los resultados obtenidos después de un tratamiento a 700 °C por 5h, a los mismos aumentos que en la Figura 50a. Observamos de igual forma la fase Si eutéctica en la matriz de aluminio. En este caso la esfera quedó unida con la aleación de aluminio, pero no tampoco hubo reacciones que formaran interfases. La figura 50c muestra la micrografía para 10 h de permanencia, y observamos algo muy parecido a lo que sucede a 1 y 5 h, sin reacciones interfaciales ni la formación de otras fases.

A diferencia de los tratamientos efectuados para los tiempos anteriores, cuando se aumentó el tiempo a 20 h ya se observa la formación de una interfase bien definida que rodea a las esferas, con las esferas unidas a la matriz. También se aprecia la formación de una fase nueva, no observada en las figuras anteriores, ubicada en la matriz, entre las esferas. Esto ocurrió debido a que para este tiempo de 20 h la aleación logra penetrar e infiltrarse entre las esferas. Se encontró que la interfase formada, que rodea la esfera, corresponde a $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, mientras que la microestructura de la aleación se modificó de manera significativa, ya que se aprecian plaquetas alargadas de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. Estas fases fueron identificadas mediante la combinación de DRX y EDS, como se mostrará a continuación.

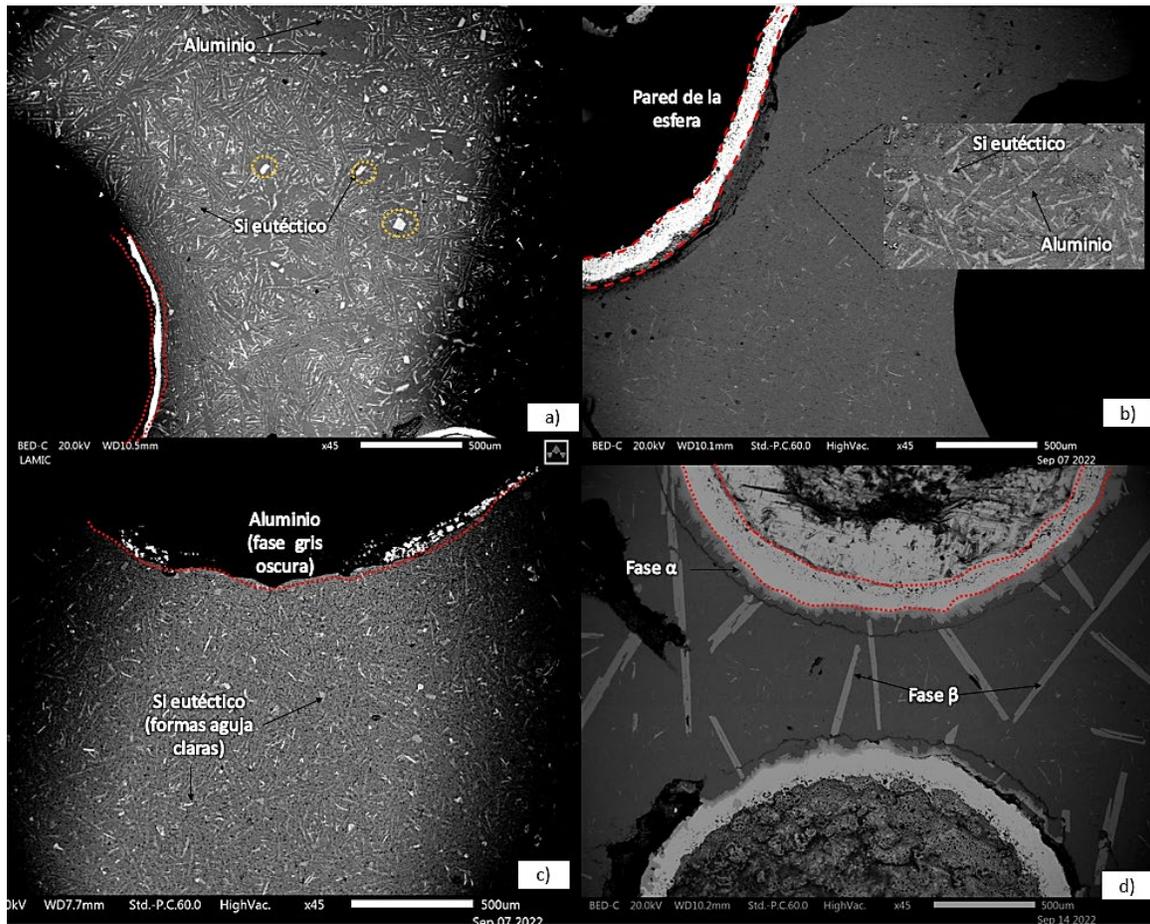


Figura 50. Microestructuras de los experimentos de formación de interfases a 700 °C durante: a) 1h. b) 5h. c) 10h, y d) 20h.

La Figura 51 muestra el mapeo EDS del tratamiento efectuado a 700°C por 1h, donde se aprecia que las fases principales son el Si eutéctico, algunas partículas primarias y la matriz de aluminio. También se observa en color azul el Fe, que está principalmente en la esfera. Este mapeo es muy similar al mostrado en la figura 43, por lo que decimos que no hubo una reacción que formara fases intermetálicas entre el Fe de la esfera y la matriz AlSi12.

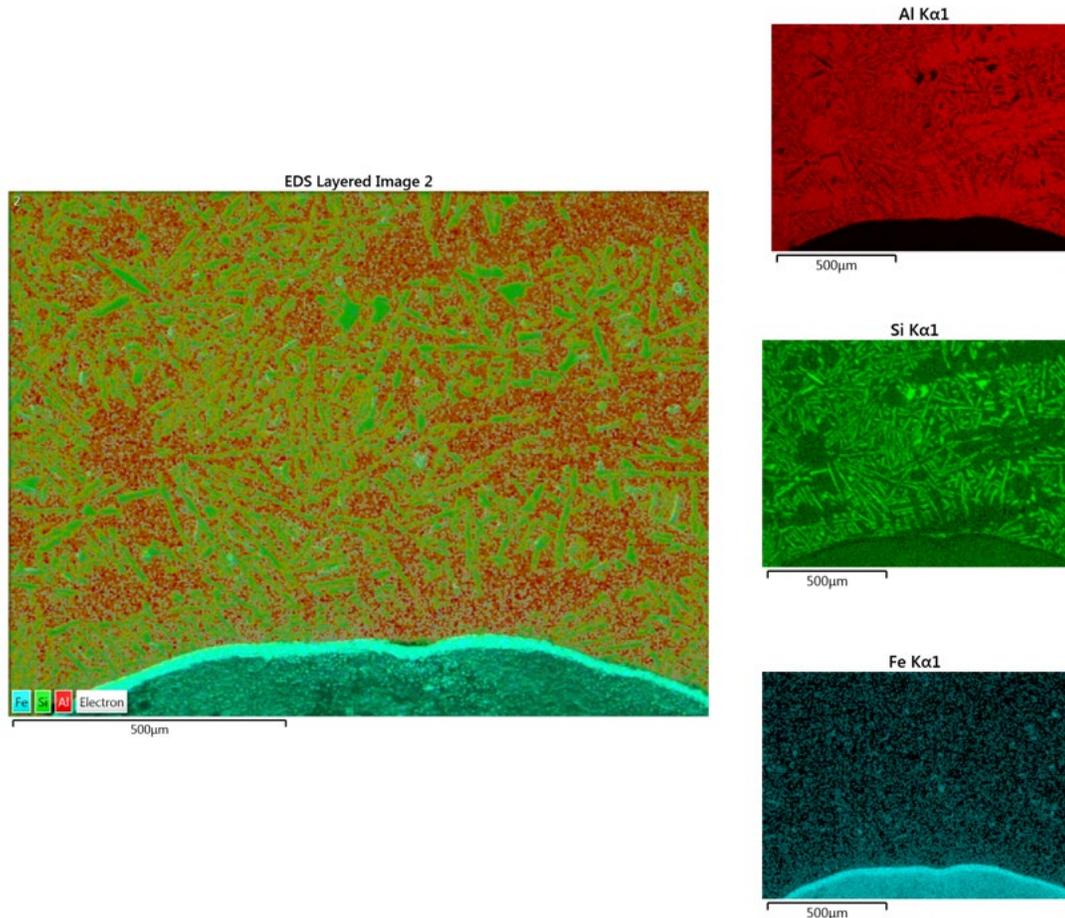


Figura 51. Mapeo químico elemental del experimento realizado a 700 °C x 1 h

Las Figuras 52 y 53 muestran los EDS de los experimentos realizados a 5 y 10 horas de permanencia, lo que significa que estuvieron dentro del horno en interacción la matriz y las esferas durante más tiempo que lo mostrado en la Figura 51. El único cambio visible es en el menor tamaño del silicio eutéctico (comparado con la Figura 51). No obstante, no se aprecian otras fases o interfases.

Por otra parte, la figura 54 muestra el mapeo del experimento de reacción de las esferas con el AlSi12 líquido durante 20 h. A diferencia de los tiempos anteriores, para este tiempo sí se observa la formación de 2 nuevos compuestos entre las esferas y la aleación de aluminio, lo cual se distingue por su morfología y composición química, destacándose en las escalas de intensidades de los elementos químicos. Primeramente, la interfase presentó contenidos de Al, Si y Fe que indican la formación de las fases α o θ ($\text{Al}_{15}\text{Fe}_3\text{Si}_2$). En segundo lugar, las nuevas fases en forma de plaquetas alargadas en la matriz, con longitudes entre 500 y 1000 μm , presentan contenidos atómicos que sugieren la presencia de la fase β o τ_5 (Al_5SiFe).

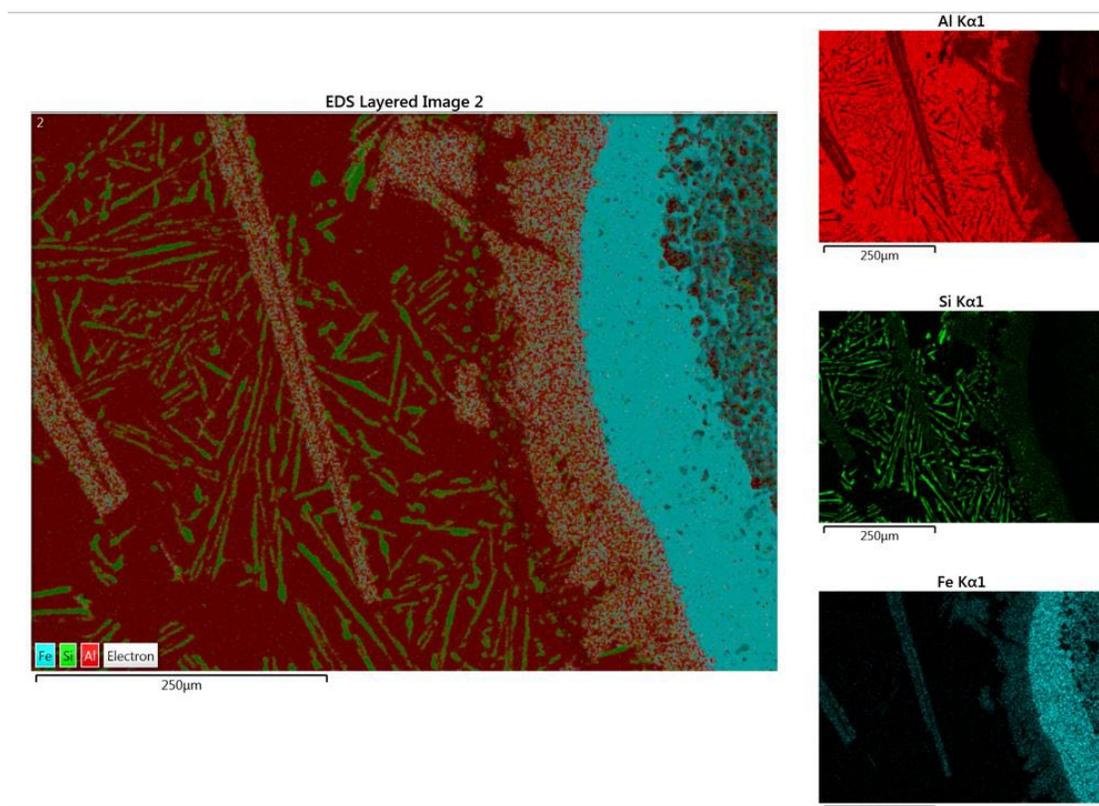


Figura 54. Mapeo químico elemental del experimento realizado a 700 °C x 20 h.



La Tabla 8 muestra el porcentaje de las fases presentes en cada una de las muestras para las condiciones experimentales anteriormente descritas.

Tabla 8. Porcentaje de fases presentes en los experimentos de formación de interfases e intermetálicos.

Tiempo de contacto	Porcentaje de Fases (%)				
	Al (matriz)	Si (eutéctico)	Fe	Fase α o θ	Fase β o T_5
1h	90.539	8.461	1.004		
5h	90.586	8.493	0.9210		
10h	91.48	7.840	0.680		
20h	75.05	17.506	1.685	2.311	6.937

Estos porcentajes fueron obtenidos por medio del análisis de imágenes, de todas las muestras y zonas estudiadas de las diferentes muestras con las condiciones ya mencionadas. El porcentaje de la matriz de aluminio para los tiempos de 1, 5 y 10 horas es similar, y se encuentra en la mayor proporción, así como los porcentajes de Si, y Fe son parecidos. Para 20 h las fases ternarias ya están presente en distintas proporciones, y de acuerdo con lo observado, la fase β ocupa un mayor porcentaje dentro de la muestra.

Con la finalidad de comprobar la presencia de estas fases, a continuación se muestran los difractogramas obtenidos de las muestras completas (sin preparar para analizar las interfases), para los diferentes tiempos de contacto (ver Figura 55). Como puede apreciarse, solo se obtienen picos característicos de la aleación AlSi12. No se apreciaron los picos característicos del Fe de las esferas en los ángulos 45° y 65° , ni otros picos que pudieran indicar la presencia de otras fases, lo cual pudiera explicarse por el bajo porcentaje de éstas.

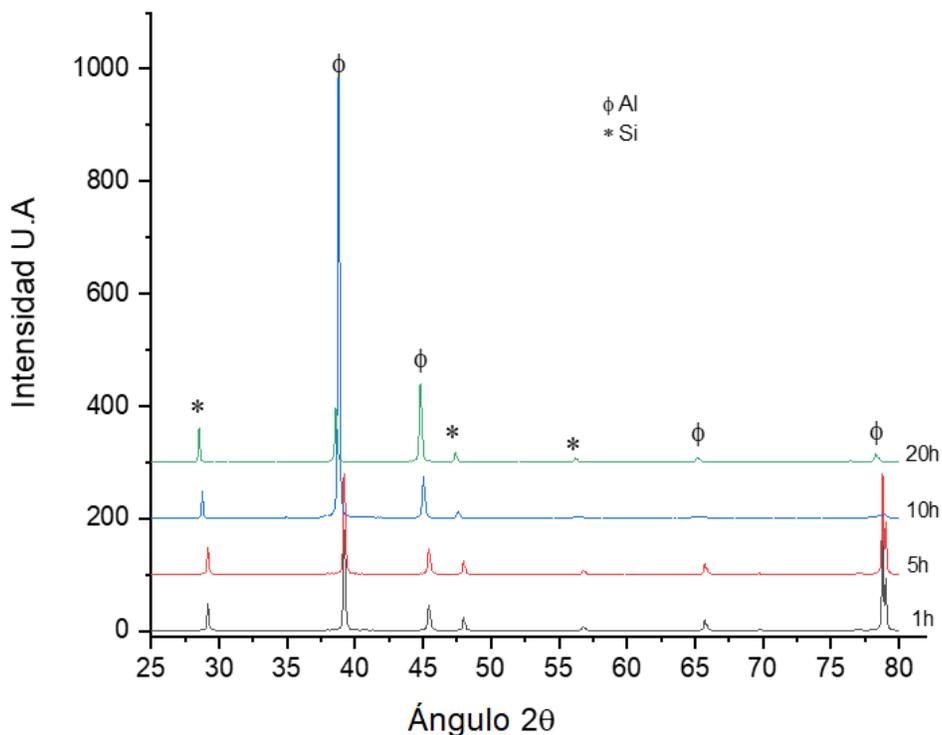


Figura 55. Difractogramas de las muestras sólidas.

A diferencia de las muestras sólidas, los difractogramas que obtuvimos de las muestras en polvo (Figura 56) sí presentan picos correspondientes a los intermetálicos formados debido a las interacciones matriz-reforzante. Esto fue posible gracias a la técnica de preparación de las muestras, donde se obtuvieron las muestras en polvo de la zona de las esferas que quedaron, y de los huecos que dejaron éstas al desprenderse. Esto hace que contenga un mayor porcentaje de intermetálicos, logrando detectarse por esta técnica de DRX incluso las agujas de la fase β y las interfases de α para todos los tiempos de contacto. Esto demuestra que, aunque en las imágenes de MEB no se hayan observado cambios para tiempos de 1 a 10 h, para estas condiciones también ocurrió la formación de intermetálicos debido a las reacciones matriz-reforzante. Esta observación mediante DRX fue posible por el mayor tamaño de la muestra analizada.

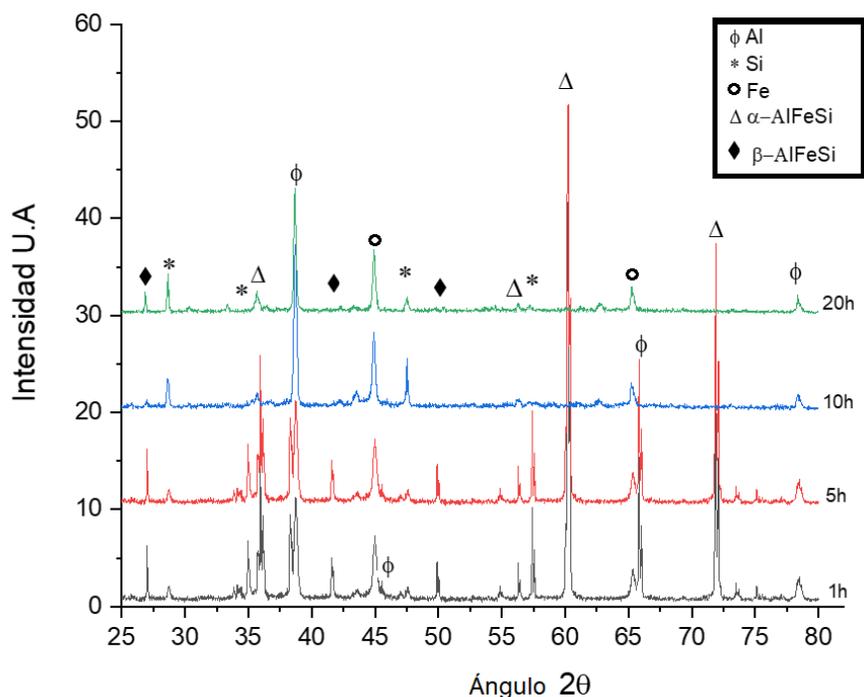


Figura 56. Difractogramas de las muestras de las interfases.

3.5 Análisis de las ESMM

Se obtuvieron espumas de manera exitosa después de realizar múltiples pruebas, llevadas a cabo para conocer los parámetros ideales para su fabricación, sobre todo en el caso de la presión de gas necesaria. Como se comentó anteriormente, las espumas se fabricaron utilizando una temperatura para la infiltración de la aleación de aluminio de 700 °C, lo cual se realizó sobre la preforma obtenida al sinterizar las esferas previamente. En la Figura 57a-b observamos las ESMMs obtenidas, donde la infiltración no fue total (presión a 30 Kg/cm² durante 10 minutos), pero al modificar los parámetros de presión de gas obtuvimos ESMMs con una infiltración total (Figura 57c-d), permitiendo la fabricación de las espumas sintácticas sin defectos aparentes.

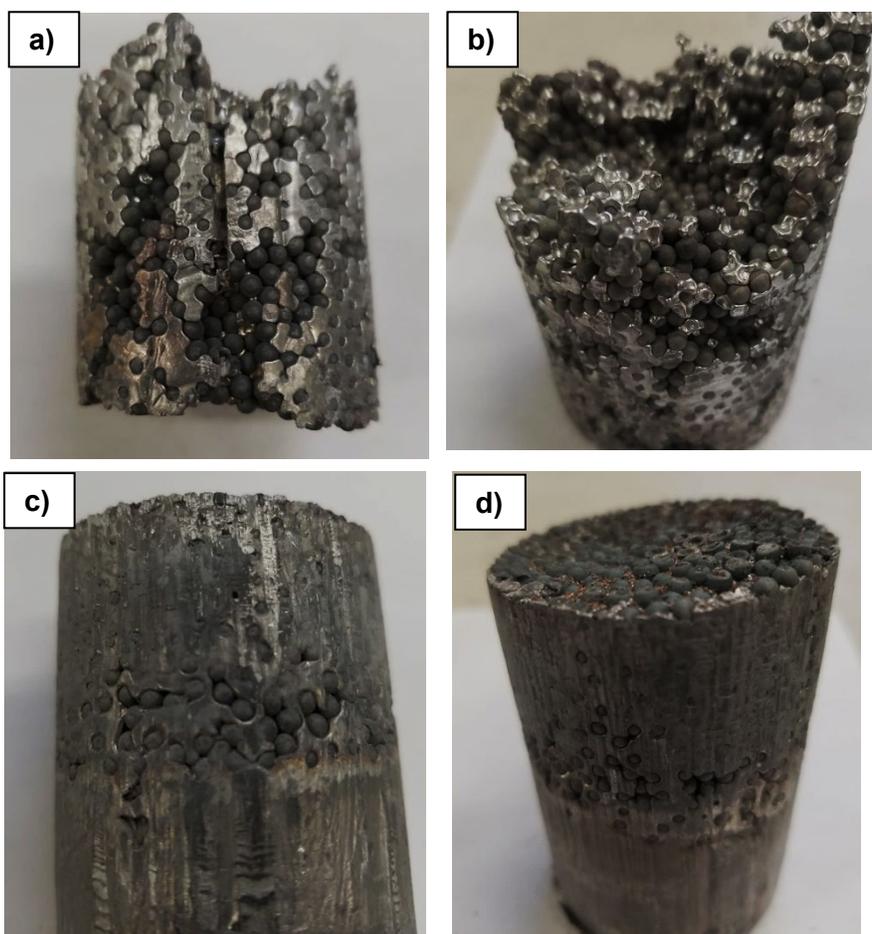


Figura 57. a, b) ESM con defectos infiltración. c, d) ESM infiltrada totalmente.

A continuación, se presenta el estudio de las espumas sintácticas obtenidas al infiltrar la aleación AlSi12 sobre las esferas huecas de Fe. Estas espumas corresponden a preformas obtenidas con temperaturas previas de sinterizado de las esferas de 800, 900 y 1000 °C durante 1 h (Figuras 58 a, b y c, respectivamente). A simple vista no se aprecian diferencias significativas entre las espumas obtenidas, existiendo unión completa entre las esferas y la matriz, que las rodea. A continuación, presentamos un estudio más detallado de estos materiales y algunas de sus propiedades más destacadas.

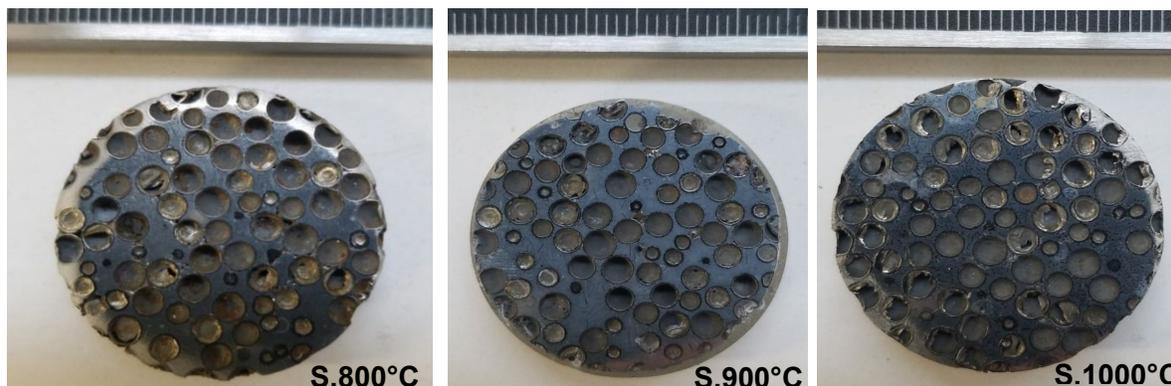


Figura 58. Muestra de las ESMM preparadas para su caracterización. (S. abrevia Sinterizado)

3.5.1 Caracterización microestructural de las ESMM

En la Figura 59 observamos las microestructuras de las ESMM obtenidas para las diferentes temperaturas de sinterizado previo de las esferas huecas de Fe, durante 1 h: 800 °C (Figura 59a,b), 900 °C (Figura 59c,d) y 1000 °C (Figura 59e,f). A diferencia de las pruebas de formación de interfase, en la fabricación de ESMM las esferas sí estuvieron en contacto todo el tiempo con el baño metálico, ya que durante este caso se aplicó presión para la infiltración. Esto posibilitó que aumentara la mojabilidad de manera significativa, y la aleación AlSi12 infiltró y rodeó completamente las esferas huecas de Fe. En las imágenes de las esferas (izquierda en Figura 60), se aprecia que las esferas huecas se encuentran uniformemente distribuidas y totalmente encapsuladas en la matriz con poca o ninguna porosidad visible en la interfaz entre la matriz y las esferas. Se aprecia un adelgazamiento de las esferas, lo cual se cuantificará y explicará más adelante. Este fenómeno de disminución del espesor de pared en las esferas es un defecto común de la infiltración, y ha sido reportado en trabajos como los de Rabie y O’Nelly [3], aunque es un adelgazamiento menor que en las ESMM fabricadas por el método de metalurgia de polvos [54].

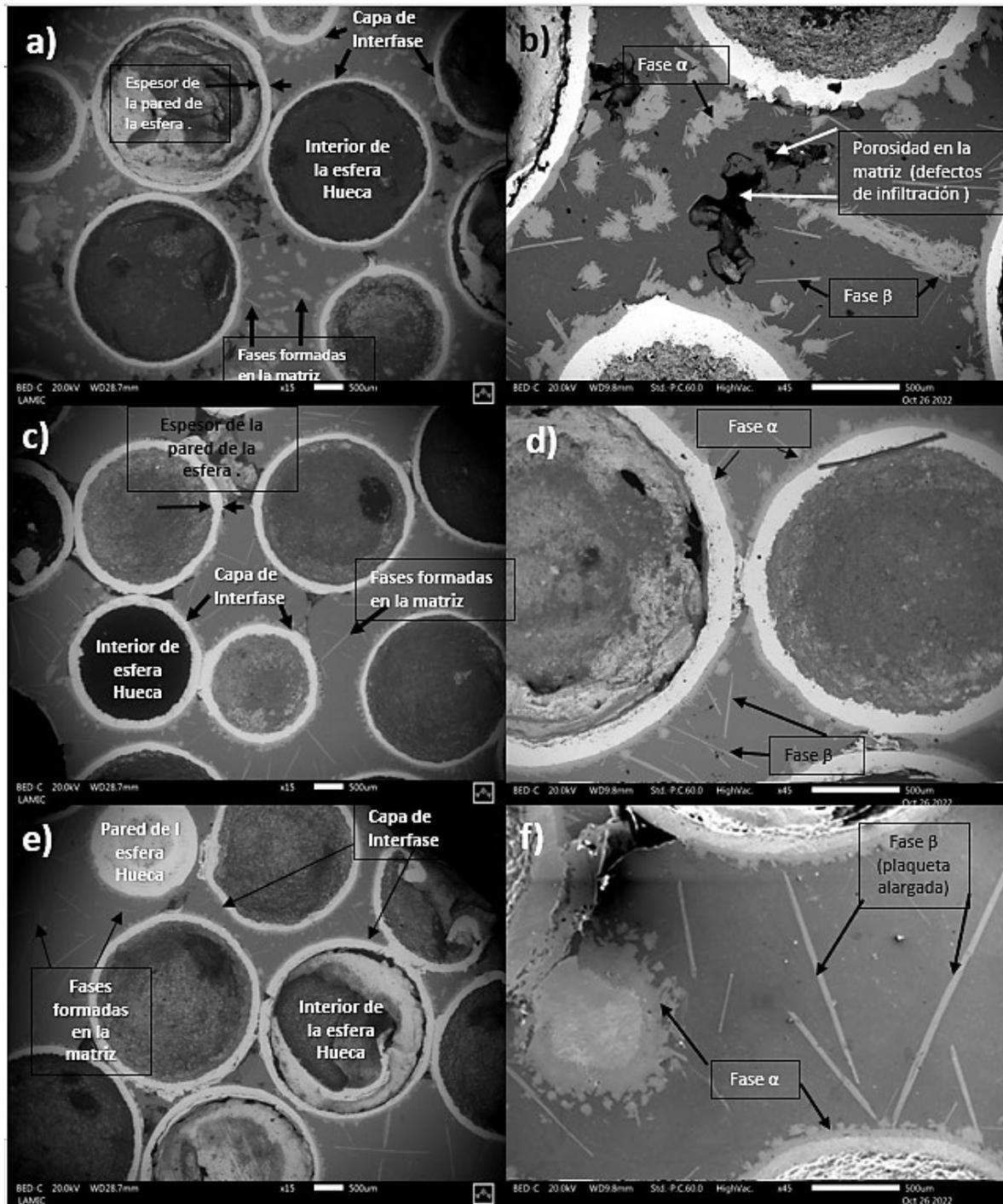


Figura 59. a,b)Microestructuras de espumas fabricadas con sinterizado a 800°C x 1 h. c,d) Microestructuras de espumas fabricadas con un sinterizado a 900 °C x 1 h. e,f) Microestructuras de espumas fabricadas con un sinterizado a 1000 °C x 1 h.



Aunque como menciona Rabie en varios de sus artículos, para este tipo de ESMM se han reportado más de 10 interfases o intermetálicos dependiendo de la matriz y el reforzante [54], en nuestras ESMM con los distintos tiempo de sinterizado solo detectamos 2 de estos compuestos. Se observan las esferas huecas rodeadas por una capa interfacial, la cual corresponde a la fase ternaria Al-Fe-Si, conocida como fase α (misma que ya habíamos estudiado en la sección 4.4) con forma de laminilla y de un color gris claro. En los bordes de esta fase empieza a crecer la fase beta en forma de aguja delgada. Estos comportamientos son similares a los que se observaron con otras condiciones de fabricación de ESMM, así como otras composiciones de matriz y esferas, encontrando fases ternarias con composiciones químicas que contiene los elementos principales de la matriz y las esferas. Rabie y O'Nelly [3] tienen una forma particular de describir las interfases formadas, describiéndolas solamente por su coloración y dando una tabla de composiciones químicas. Para los tres casos también se observan agujas de la fase β .

Por otra parte, observamos que el sinterizado previo de las esferas logró mantenerlas unidas durante la infiltración. Se observa que para un sinterizado de 800 °C las esferas quedan un poco más separadas que con un sinterizado de 1000 °C, por lo que el sinterizado nos sirvió para mantener las esferas sujetas hasta el momento de ser mojadas e infiltradas por el baño metálico. También se observa que el tamaño de las agujas de la fase β aumenta, cuyas causas se analizarán más adelante.

Como se mencionó con anterioridad se ha demostrado que las propiedades de las espumas sintácticas de matriz metálica dependen principalmente de la relación espesor de pared/diámetro de las esferas huecas, y de las propiedades de la matriz [27, 46, 47]. [75]. Por tal motivo es determinante el tipo de intermetálico formado en esta, y la formación de interfases entre la matriz y las partículas reforzantes, que definen la transferencia de carga al aplicar esfuerzos externos sobre el material resultante.



La Tabla 9 muestra la composición química de las interfases antes mencionadas, obtenidas mediante un mapeo puntual en MEB, y comparándolas con composiciones de estudios relacionados [50-52,75]

Tabla 9. Fases y composiciones encontradas en las espumas sintácticas.

Fase	Composición (%at.)		
	Al	Si	Fe
Fase α o θ	64.95	9.27	25.78
Fase β o T_5	66.46	19.35	14.19
Fase Eutéctica	87.48	12.15	0.16
Pared de las esferas huecas			99.97

Para demostrar la presencia de las fases anteriormente mencionadas, a continuación, se muestran algunos mapeos de las ESMM con los distintos tiempos de sinterizado.

3.5.2 Mapeo químico elemental de espumas con sinterizado a 800 °C x 1h

En la Figura 60 se observan claramente las zonas de interfase, las partes más brillosas de cada elemento muestran que hay una mayor concentración de este elemento en esta zona. El Si eutéctico mantiene la morfología anteriormente observada, como plaquetas alargadas, y se encuentra bien distribuido por toda la muestra. También se aprecian zonas con aglomeraciones de β , que crece rodeando la fase α . El análisis de este crecimiento se mostrará más adelante a mayores magnificaciones.

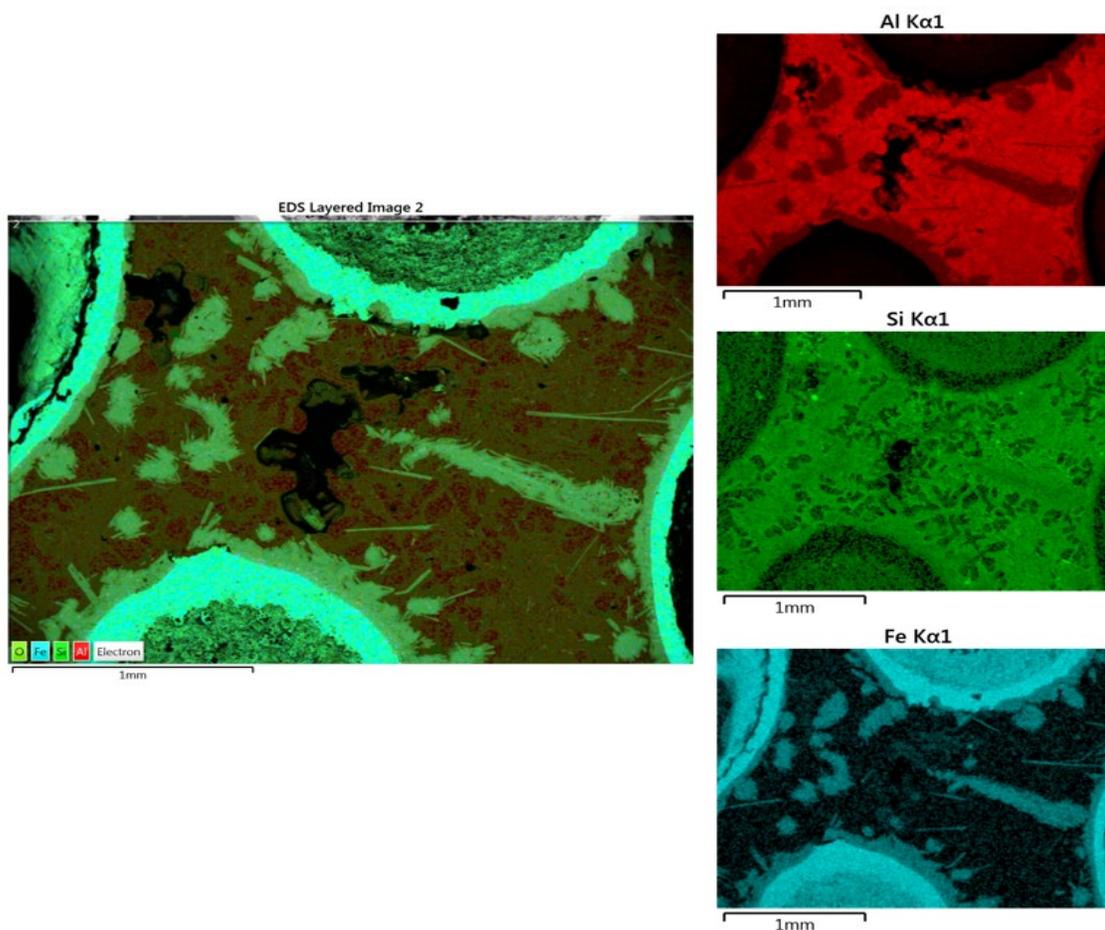


Figura 60. Mapeo químico elemental de la ESMM con sinterizado a 800 °C.

3.5.3 Mapeo químico elemental de espumas con sinterizado a 900 °C x 1h

Los mapeos para las ESMM obtenidas con esferas previamente sinterizadas a 900 °C son muy similares a los observados en la Figura 61. Se aprecia cómo la fase α empieza a crecer en el límite de la esfera. De acuerdo con los resultados obtenidos para el espesor de pared de las esferas (Tabla 10), ocurrió un adelgazamiento de éstas, ya que una parte de la pared reacciona para formar la interfase α . Además, la difusión del Fe hacia la matriz origina la formación de β .

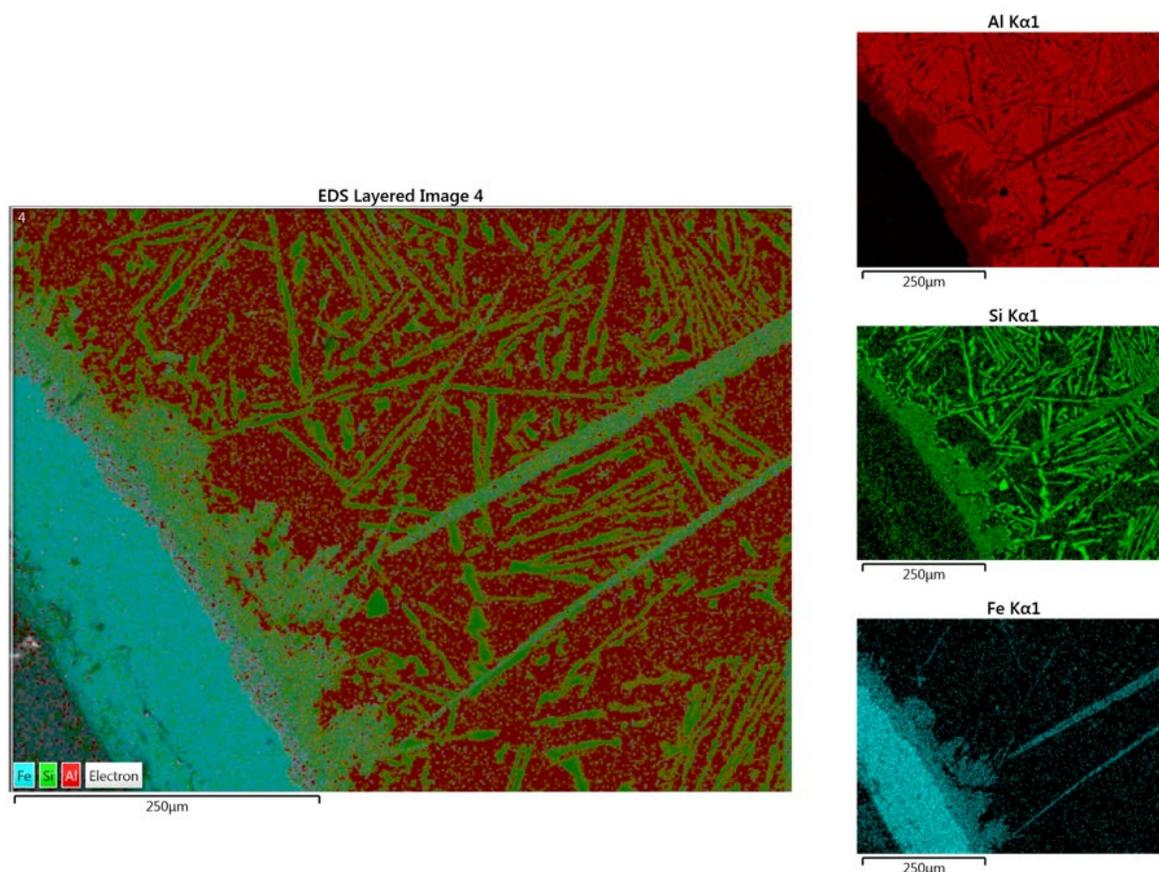


Figura 61. Mapeo químico elemental de la ESMM con sinterizado a 900°C

3.5.4 Mapeo químico elemental de espumas con sinterizado a 1000 °C x 1h

En la Figura 62 también se aprecia la formación de la interfase entre las esferas y la matriz de Al para el caso de espumas obtenidas con esferas sinterizadas a 1000 °C. Estas empiezan a crecer alrededor de las esferas, con la fase beta de forma alargada, ocupando casi la distancia que existe entre una esfera y otra, aunque la distancia sea grande.

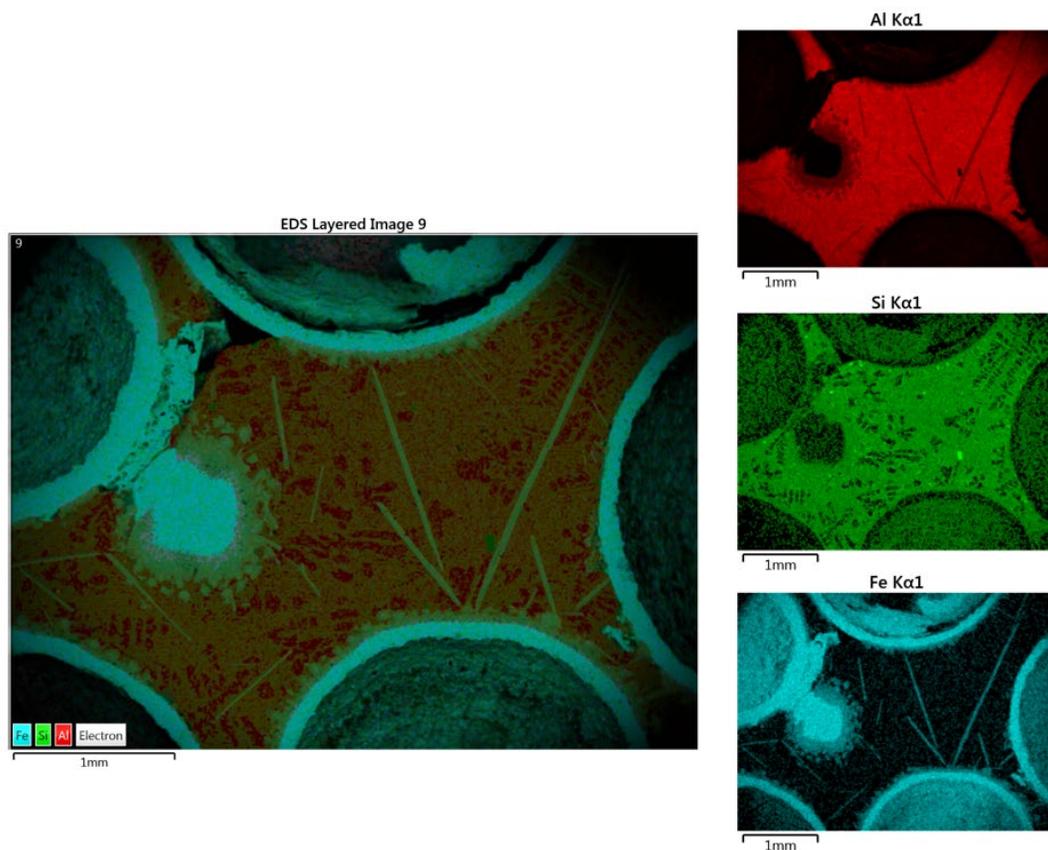


Figura 62. Mapeo químico elemental de la ESMM con sinterizado a 1000 °C

3.5.5 Crecimiento de las fases intermetálicas

Con la finalidad de estudiar la formación de las fases intermetálicas, incluyendo la interfase matriz-reforzante, se tomaron micrografías a mayores aumentos mediante MEB, para así poder diferenciar α de β . Estas fases tienen diferentes tonalidades de grises, por lo que es factible diferenciarlas solamente modificando el brillo y el contraste, lo cual se realiza en ImageJ. Como puede apreciarse en la Figura 63a, para las espumas fabricadas con esferas sinterizadas a 800 °C x 1 hora, la pared de la esfera es de un color casi blanco, por el alto número atómico del Fe, pero la interfase comienza con un color gris un poco más oscuro, para después oscurecerse aún más y comenzar a crecer en forma de agujas. Este color gris claro se corresponde con la fase α , mientras que el gris más oscuro se corresponde con la

β , que crece en forma de plaquetas alargadas. Este comportamiento también ocurre en la zona intermedia de la matriz, entre esferas, ya que la presencia de Fe en la matriz, sumada a la difusión del Fe de las esferas, hace que existan zonas enriquecidas de este elemento, y se formen α y β . Este comportamiento se repite para sinterizado las espumas obtenidas con esferas sinterizadas a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ x 1 hora (Figura 63b), con la diferencia que para este caso se forman placas alargadas de β .

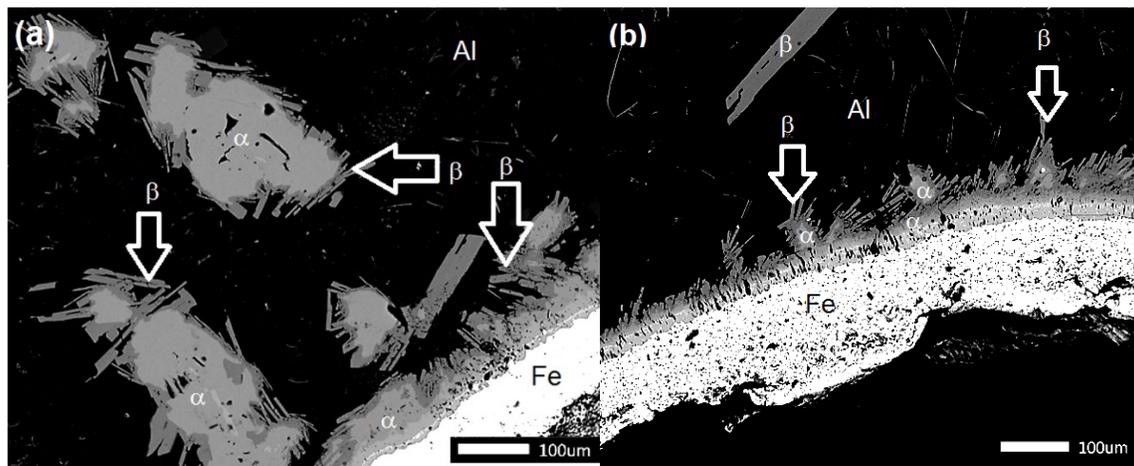


Figura 63. Imágenes de MEB con electrones retrodispersados de las espumas fabricadas con esferas sinterizadas: a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ x 1 h (a) y a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1h.

Una vez que estudiamos ampliamente cuáles son las fases presentes en las ESMM, se realizó la medición de porcentaje de intermetálicos presentes, lo cual se presenta en la Tabla 10. También se muestra el espesor de pared en cada caso, recordando que en las esferas iniciales era de $130 \pm 30\text{ }\mu\text{m}$, por lo que si comparamos el espesor de pared que se observa después del sinterizado y la infiltración las esferas sufrieron una disminución significativa. Este fenómeno fue debido a dos causas: primero, al sinterizado de las esferas, que también provoca el sinterizado de las partículas de las paredes y su compactación; y segundo, que una parte de las paredes reaccionó con la matriz formando productos interfaciales. Comparando las espumas sinterizadas a 800 y $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, esta variación no es significativa, pero para $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ la disminución del espesor de pared es notoria. Estos resultados se



corresponden con los datos obtenidos para la sinterización y para la formación de interfases. Como puede apreciarse, la fase α , formada en la interfase, está en mucho mayor porcentaje que la fase β . La presencia de estas capas interfaciales, sumado a la modificación del espesor de pared, podrían afectar las propiedades mecánicas, lo que se analizará más adelante. Tomando en cuenta estos resultados, también es de destacar que la fase α solo se formó fuera de la pared de las esferas para las esferas sinterizadas a 800 °C. Además, la fase β creció de manera más importante en las espumas fabricadas con esferas sinterizadas a 900 y 1000 °C. De acuerdo a la Tabla 9, la fase α tiene 25.78 % de Fe, un contenido que es mayor que el presente en la fase β (14.19%). Por esto α se formó en las paredes de las esferas (100 % Fe), y β se formó en zonas alejado de ellas, donde hay menos Fe. Tomando en cuenta que el espacio entre las esferas es menor a medida que aumenta la temperatura de sinterizado, el remanente del líquido sin solidificar es menor, no formándose la fase alfa entre las esferas como en el caso de las espumas con esferas sinterizadas a 800 °C, formándose solo en la interfase.

Tabla 10. Porcentajes presentes de cada fase dentro de las espumas sintácticas, y espesor de paredes de las esferas.

Espuma con sinterizado (°C)	Porcentaje de fases (%)					Espesor de pared (μm)
	Fase α o θ	Fase β o T_5	Fe (pared de la esfera)	Si Eutéctico	Al (matriz)	
800°	12.01	0.62	7.10	35.66	44.6	114.66 \pm 35.6
900°	5.65	1.15	7.53	40.10	45.35	117.5 \pm 24.25
1000°	12.21	1.83	11.93	33.40	40.62	103.35 \pm 26.06

Análisis mediante DRX.

Como último análisis de las espumas sintácticas obtenidas, tenemos el estudio mediante DRX, donde se observan picos característicos de la aleación AlSi12 (Figura 64). No se encontró un difractograma con más de un pico característico de las fases ternarias, lo cual se debió al bajo contenido de éstas, que fue lo mismo que ocurrió cuando se reportaron los resultados del estudio de formación de interfase, ya que la muestra analizada fue solamente sólida.

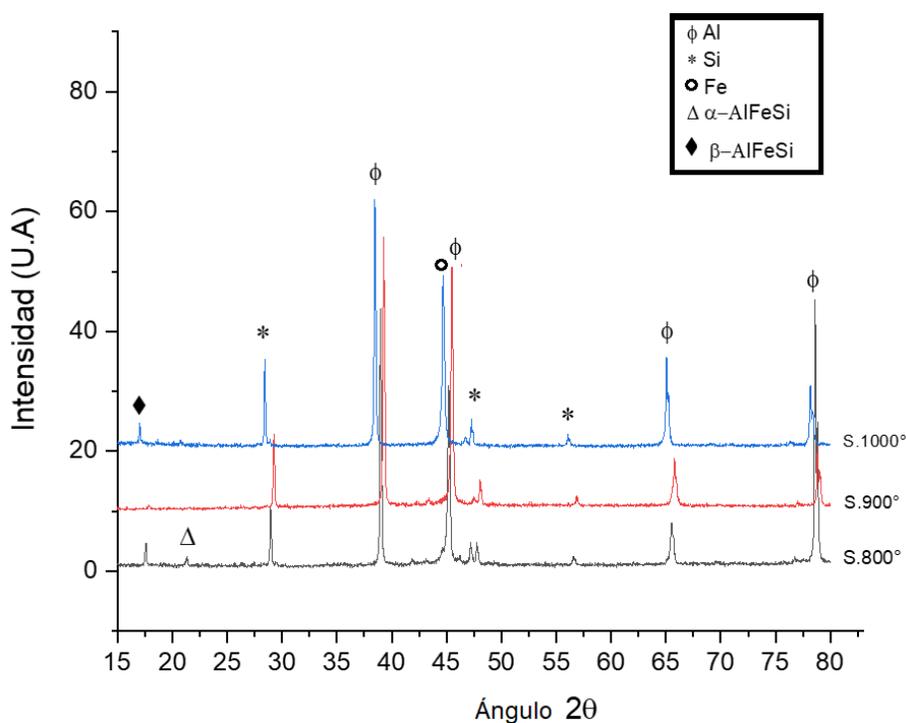


Figura 64. Difractogramas de las ESMM.

3.5.6 Caracterización estructural de las ESMM

La Tabla 11 muestra los resultados obtenidos para las porosidades (p), densidades (ρ) y densidades relativas (ρ_r). Si observamos los valores obtenidos por análisis de imágenes (ρ_i) y por flotación (ρ_f), notaremos una diferencia muy pequeña, lo cual muestra la exactitud de los resultados obtenidos. Por tal motivo podemos utilizar su promedio (ρ_p) en los cálculos de porosidad. Esta densidad es cercana a la reportada



por Rabiei y Vendra para espumas con características similares [27,55]. Los bajos valores comúnmente presentes para estos materiales se deben a la porosidad no tan elevada, como la reportada en sus trabajos, de entre 50 y 59 %. Los resultados calculados mediante análisis de imágenes muestran una porosidad de entre 51 y 56 % para nuestras espumas, mostrando que el proceso de sinterizado fue eficiente para que las esferas no se separaran al momento de llevar a cabo la infiltración. Por otra parte, la porosidad calculada mediante la ecuación 1 no es fidedigna, ya que resultan valores mucho menores a los esperados y a los medidos mediante ImageJ. Esto se debe a que en la Ecuación 1 no se considera la elevada densidad de las paredes de las esferas (7.9 gcm^{-3}). Si se tomara en cuenta esta densidad, habría que sumarle aproximadamente un 16 % de volumen correspondiente a las paredes de las esferas respecto al volumen total de la esfera (~68%). Esto también afecta la densidad relativa, que para las espumas sintácticas es mucho mayor que para las convencionales (menor a 0.5).

Tabla 11. Valores de densidades ρ (en g/cm^3) y porosidades P (en %), para las ESMM.

ESMM	ρ_i	ρ_F	ρ_p	ρ_r	P (Análisis imágenes)	P (Ec. 1)
S.800°	1.77	1.97	1.87	0.73	51	26
S.900°	1.89	2.09	1.99	0.78	54	22
S.1000°	1.88	2.14	2.01	0.79	56	21

3.5.7 Caracterización Mecánica de las ESMM

Debido a las aplicaciones para las cuales son utilizadas las ESMM, el estudio de la compresión uniaxial es de suma importancia, por lo que en el presente trabajo analizamos el comportamiento de las ESMM fabricadas con sinterizados a diferentes temperaturas, y con las características microestructurales ya mencionadas, para conocer su comportamiento. En la Figura 65 observamos las curvas esfuerzo deformación de las 3 ESMM, donde se indican las zonas de

deformación elástica, plástica y de densificación. Se puede ver que las 3 ESMM tienen un comportamiento distinto ante la carga. Esto puede deberse a varios factores, tales como la microestructura de la matriz, el porcentaje de porosidad, de empaquetamiento, y la formación de interfases, además de posibles defectos estructurales debidos a la infiltración.

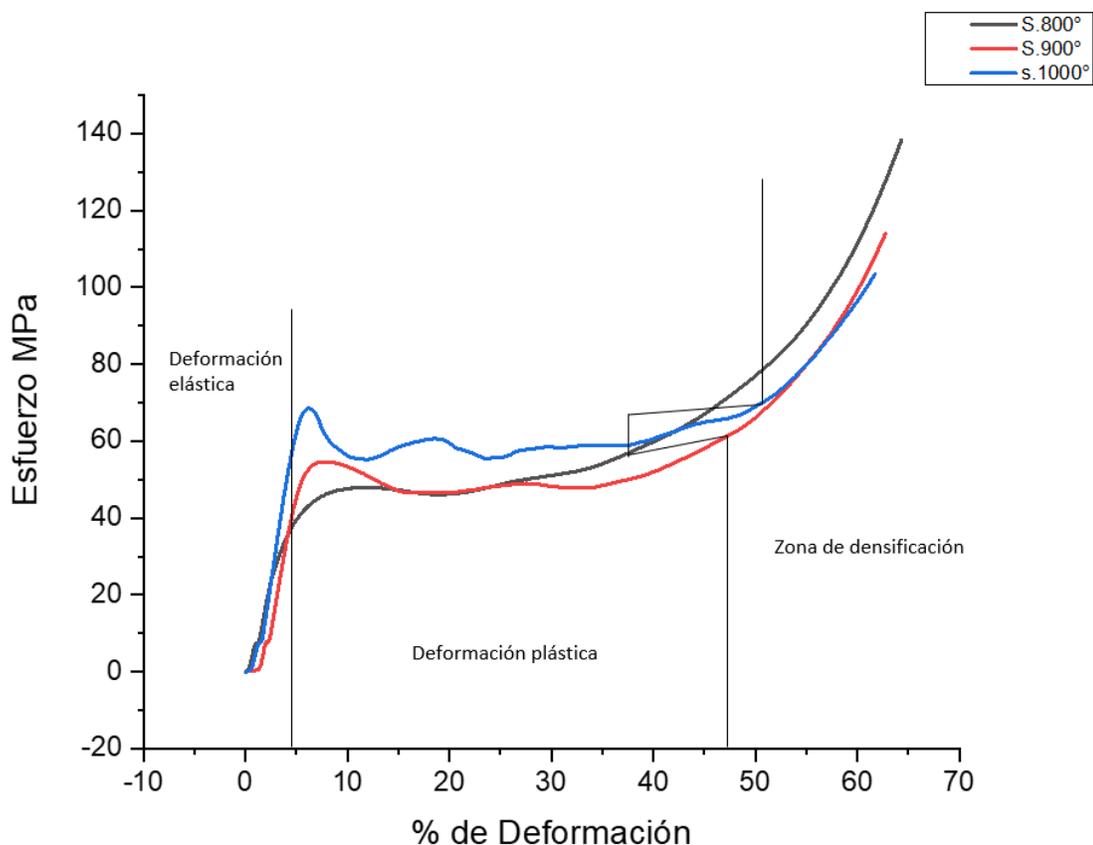


Figura 65. Comportamiento Esfuerzo- deformación de las ESMM

Si observamos a detalle la Figura 65, nos damos cuenta que se trató de delimitar las zonas de una manera general, pero debido a su comportamiento variado fue difícil realizarlo con exactitud, pero sí podemos apreciar de manera muy precisa la variación entre las sucesiones de cada línea. Con el fin de explicar detalladamente el comportamiento de cada una de las ESMM, se presenta la Figura 66, donde



observamos por separado el comportamiento y sus límites. También definimos la zona de resistencia a la compresión y la meseta.

Recordemos que la meseta comprende la zona de deformación plástica, ya que es la región donde los poros absorben mayor cantidad de energía antes de colapsar completamente y que la espuma quede como un espécimen completamente sólido. Cuando llegamos a este punto, se puede decir que llegamos a la zona de deformación de densificación. La Figura 66a (sinterizada a 800 °C), tiene un compartimiento creciente [21], y de acuerdo a los estudios realizados por Florek et al. (2010), describimos este comportamiento como una ESMM dúctil con la meseta poco clara [76], ya que tiene un comportamiento muy similar al de una espuma convencional, donde no se define de manera sencilla ya que los poros absorben menor cantidad de energía. Esto hace que el valor de absorción de energía sea menor comparándolo con las otras 2 ESMM. En la Figura 66b (sinterizada a 900 °C), la ESMM muestra una curva muy similar a las reportadas en la literatura para otras ESMM [7], [16], [21], [77], y la zona de la meseta está mejor definida, con mayor absorción de energía. Además, se observan pequeñas ondulaciones en la meseta, lo que indica una espuma más frágil. Por último, en la Figura 66c (sinterizado a 1000 °C) el comportamiento es parecido a la espuma con sinterizado a 900 °C. Se pueden apreciar distintos puntos de inflexión en la meseta debido a que las esferas colapsan en diferentes etapas. Esta espuma es aún más frágil. Estos comportamientos variados los atribuimos a la matriz y las interfases formadas entre la pared y la esfera, además del diferente porcentaje de fase AlSi₁₂ sólida. La Tabla 12 contiene los valores de las propiedades mecánicas, obtenidos de las curvas esfuerzo deformación de las diferentes ESMM. Primeramente, se aprecia que los módulos de elasticidad, resistencia a la cedencia, absorción de energía y valor de la meseta, son mayores a medida que aumenta la temperatura de sinterizado. También en este orden disminuye la ductilidad, como se pudo comprobar por la forma de las curvas. También se ha reportado que la mayor

presencia de β y el aumento del espesor de la interfase aumentan la resistencia, pero a la vez la fragilidad del enlace Al/Fe.

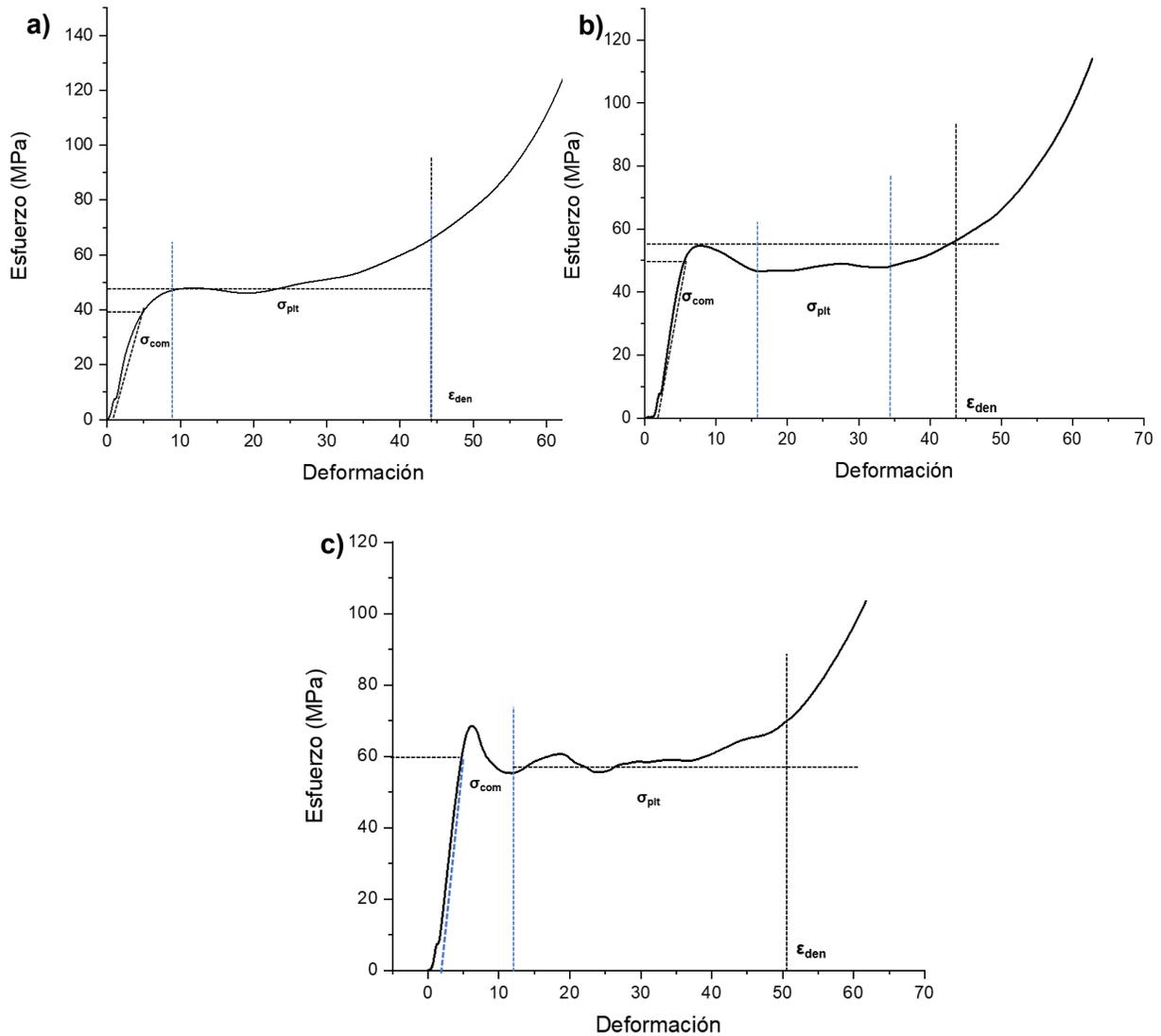


Figura 66. Curvas esfuerzo-deformación de las ESMM obtenidas con sinterizado previo, durante 1 h, a temperaturas de: a) 800 °C, b) 900 °C. y c) 1000 °C.

El comportamiento observado en la Tabla 12 se debe a que el efecto de la parte sólida (AlSi12) disminuye al aumentar la temperatura de sinterizado, siendo preponderante el efecto de las esferas huecas reforzantes. Para las espumas



sinterizadas a 800 °C la cantidad de AlSi12 es mayor, por lo que esta parte más dúctil origina que la espuma tenga la forma anteriormente descrita (dúctil). Esto hace que, aunque la porosidad vaya aumentando, las propiedades de las espumas mejoren. Sería de esperar que la menor densidad (mayor porosidad) para las espumas obtenidas con esferas sinterizadas a 1000 °C sea una causa de que estas espumas tengan menor resistencia mecánica, pero el mejor sinterizado de las paredes de las esferas, y una mejor unión entre ellas y la matriz, hace que el comportamiento sea contrario. Esto se muestra por el mayor contenido de Fe (11.93 % para estas espumas sinterizadas a 1000 °C). Es importante que también se destaque el efecto de la interfase ternaria (α -AlSiFe) que rodea a las esferas de Fe. Como pudo apreciarse en la Tabla 10, la cantidad de esta fase para la espuma fabricada con esferas sinterizadas a 1000 °C es mayor, lo cual, aunado a que la cantidad de esferas es mayor, también provocan una mayor fragilidad y resistencia.

El Módulo de Young se encuentra dentro de un rango considerablemente bueno para las ESMM, que se considera en un rango de entre 10-100 MPa, dependiendo del reforzante [32]. Esta variación, como ya se mencionó con anterioridad, depende de todas las características y relaciones matriz-reforzante.

Tabla 12. Resultados de los esfuerzos a la compresión de las ESMM.

ESMM	Porosidad	Módulo de Young (GPa)	Resistencia a la cedencia (MPa)	Energía absorbida (MJ/m ³)	Promedio meseta (MPa)
S.800°	51	13.98	41.3	16.04 ± 5.08	47.80 ± 2.33
S.900°	54	15.84	52.4	19.14 ± 4.36	47.42 ± 0.60
S.1000°	56	17.77	68.5	29.03 ± 6.52	57.98 ± 1.87



Capítulo 4. Conclusiones



Conclusiones

Después de analizar el efecto del tiempo y la temperatura sobre el sinterizado de esferas de Fe huecas, y obtenido espumas sintácticas de matriz Al-12Si con estas esferas sinterizadas, se puede concluir lo siguiente:

- El sinterizado de las esferas huecas de Fe se realizó con éxito para temperaturas entre 800, 900 y 1000 °C, aumentando con la temperatura y el tiempo el cuello de sinterizado, la penetración y el empaquetamiento de las esferas. La porosidad resultante en el espacio entre las esferas fue de entre el 10 y el 30 %.
- A temperaturas menores a 800 °C no se logró sinterizar las esferas, mientras que a temperaturas mayores de 1000 °C no se observó porosidad entre ellas, por lo que no se pueden utilizar como preforma para infiltración.
- La densidad de sinterizado de las partículas que forman las paredes de las esferas huecas de hierro aumentó con la temperatura de sinterizado, con el crecimiento y empaquetamiento total de los granos de Fe, presentando estructuras poliédricas. Esto originó porosidades casi nulas en las paredes.
- El estudio de las interacciones matriz AlSi12-Fe mostró que a 700 °C solo se observaron productos de reacciones interfaciales al aplicar presiones de infiltración, lo cual se debió al poco mojado de las esferas por la aleación de aluminio fundido. Las reacciones interfaciales, aunque ocurrieron desde tiempos de 1 h a 20 h de acuerdo a lo observado en DRX, incluso sin aplicar presión, no fueron lo suficientemente extensas como para formar una capa interfacial y lograr la unión permanente matriz-reforzante. Estas capas solo se observaron mediante MEB para tiempos de contacto muy largos (20 h), y cuando se aplicó presión de infiltración.
- La caracterización microestructural de las espumas mediante microscopía electrónica de barrido y EDS brindó información vital sobre las interfases formadas, lo cual pudo reafirmarse por medio de DRX. No obstante, quedó demostrado que la preparación de las muestras debe ser óptima no solo para



detectar la formación de nuevas interfases, sino también para poder realizar mediciones de sus morfologías y composiciones químicas.

- El sinterizado previo de las esferas para obtener preformas resultó ser una parte de suma importancia para la fabricación de las espumas, ya que gracias a esto las esferas permanecieron unidas y sin flotar, permitiendo una exitosa infiltración y la formación de espumas compactas.
- La porosidad de las espumas sintácticas fue de entre el 51 y 56 %, mientras que la parte sólida de las espumas estuvo conformada por entre 73 y 85 % de aleación de aluminio, entre 7 y 11 % correspondió a las paredes de Fe de las esferas, y entre 5 y 12 % fue de las fases ternarias Al-Si-Fe.
- La densidad relativa de las espumas sintácticas obtenidas estuvo entre 0.73 y 0.78, en correspondencia con lo reportado en la literatura. Estos valores son significativamente mayores que los reportados para espumas convencionales, lo cual se debe a la elevada densidad del Fe que forma las esferas.
- El comportamiento mecánico de las espumas sintácticas dependió de la temperatura de sinterizado de las esferas que formaron la preforma. A medida que esta temperatura fue mayor se obtuvo mayor contenido de esferas (mayor empaquetamiento), lo que provocó que la resistencia mecánica de las espumas aumentara, pero a su vez el comportamiento fue frágil. Por el contrario, para las espumas fabricadas con esferas sinterizadas a 800 °C el comportamiento fue más dúctil, con menores propiedades tales como resistencia a la cedencia y módulo de elasticidad.



Recomendaciones

De acuerdo con nuestras experiencias, para trabajos futuros se podrían seguir las siguientes recomendaciones:

- Obtener preformas de esferas huecas a mayores tiempos de sinterizado, para así comparar cómo influye este parámetro en la fabricación de ESMM, así mismo estudiar su microestructura y comportamiento mecánico.
- Incluir presión de gas en los estudios de formación de interfase manteniendo contacto directo entre la matriz y las esferas huecas durante altos tiempos de permanencia para conocer cómo cambia la mojabilidad y la formación de interfases e intermetálicos.
- Completar el estudio de la fabricación de ESMM cambiando las características de las esferas huecas para estandarizar los parámetros utilizados en este trabajo, así como su comportamiento microestructural y mecánico.
- Ampliar el estudio microestructural, obteniendo micrografías a mayores aumentos, para conocer cómo se modifican los granos, y relacionarlos con las propiedades mecánicas.
- Obtener modelos de elementos finitos de las ESMM con las preformas de las esferas sinterizadas para comparar con los resultados obtenidos en laboratorio.



Referencias

- [1] D. Nihad, *Metal Foams: Fundamentals and Applications*, Ilustrada. 2013.
- [2] I. N. Orbulov and J. Dobránszky, "Producing metal matrix syntactic foams by pressure infiltration," *Period. Polytech. Mech. Eng.*, vol. 52, no. 1, pp. 35–42, 2008, doi: 10.3311/pp.me.2008-1.06.
- [3] A. Rabiei and A. T. O'Neill, "A study on processing of a composite metal foam via casting," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 404, no. 1–2, pp. 159–164, 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.05.089.
- [4] C. G. J. C. Alfonso López Ismeli, Figueroa Vargas Ignacio Alejandro, "Patente solicitada 'Dispositivo para infiltración de materiales metálicos en estructuras porosas y su procedimiento de uso,'" 2017.
- [5] A. C. Cochran, K. Joe. Sanders, Thomas. Strbik M. Oliver. Wedding, "Metal syntactic foam," US 8,815,408,B1, 2014.
- [6] J. Marx and A. Rabiei, "Overview of Composite Metal Foams and Their Properties and Performance," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 19, no. 11, pp. 1–13, 2017, doi: 10.1002/adem.201600776.
- [7] M. Garcia-Avila and A. Rabiei, "Effect of sphere properties on microstructure and mechanical performance of cast composite metal foams," *Metals (Basel)*, vol. 5, no. 2, pp. 822–835, 2015, doi: 10.3390/met5020822.
- [8] J. C. Carranza, "" Obtención , caracterización y modelado de espumas de aluminio reforzadas , fabricadas mediante infiltración ", UNAM, 2023.
- [9] J. L. Nebreda, "Optimización de la estructura celular en espumas de aluminio," UNIVERSIDAD DE VALLADOLID, 2014.
- [10] O. J. Gutierrez Vazquez J.A, "Espumas de aluminio . Fabricación , propiedades y aplicaciones.," *Rev. Metal.*, vol. 44, no. 5, pp. 457–476, 2008.
- [11] M. F. Ashby, A. G. Evans, N. A. Fleck, L. J. Gibson, J. W. Hutchinson, and H. N. G. Wadley, Eds., "Index," in *Metal Foams*, Burlington: Butterworth-Heinemann, 2000, pp. 247–251.
- [12] R. K. P. Gupta Nikhil, *Metal Matrix Syntactic Foams: Processing, Microstructure, Properties and Applications*. 2014.
- [13] J.A. Gutiérrez-Vázquez y J. Oñoro, "Espumas de aluminio. Fabricación, propiedades y aplicación.," *Rev. Metal.*, vol. 44, pp. 457–476, 2008, doi: 10.3989/REVMETALM.0751.
- [14] K. Iida, K. Mizuno, K. Kondo, "Patente EE. UU. 4, 726, 444.," 1998.
- [15] J. Banhart and H. W. Seeliger, "Aluminium foam sandwich panels: Manufacture, metallurgy and applications," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 10, no. 9, pp. 793–802, 2008, doi: 10.1002/adem.200800091.
- [16] A. Szlancsik, B. Katona, K. Májlínger, and I. N. Orbulov, "Compressive behavior and



- microstructural characteristics of iron hollow sphere filled aluminum matrix syntactic foams," *Materials (Basel)*, vol. 8, no. 11, pp. 7926–7937, 2015, doi: 10.3390/ma8115432.
- [17] N. Gupta, Kishore, E. Woldesenbet, and S. Sankaran, "Studies on compressive failure features in syntactic foam material," *J. Mater. Sci.*, vol. 36, no. 18, pp. 4485–4491, 2001, doi: 10.1023/A:1017986820603.
- [18] K. R. Dando, W. M. Cross, M. J. Robinson, and D. R. Salem, "Production and characterization of epoxy syntactic foams highly loaded with thermoplastic microballoons," *J. Cell. Plast.*, vol. 54, no. 3, pp. 499–514, 2018, doi: 10.1177/0021955X17700093.
- [19] I. N. Orbulov, "Metal matrix syntactic foams produced by pressure infiltration-The effect of infiltration parameters," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 583, pp. 11–19, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.06.066.
- [20] G. M. Gladysz, K. K. Chawla, and A. R. Boccaccini, "Preface: Syntactic and composite foams special section," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 15, pp. 5625–5626, 2012, doi: 10.1007/s10853-012-6503-2.
- [21] Ç. BOLAT, İ. C. AKGÜN, and A. GÖKSENLİ, "On the Way to Real Applications: Aluminum Matrix Syntactic Foams," *Eur. Mech. Sci.*, vol. 4, no. 3, pp. 131–141, 2020, doi: 10.26701/ems.703619.
- [22] C. Augustin and W. Hungerbach, "Production of hollow spheres (HS) and hollow sphere structures (HSS)," *Mater. Lett.*, vol. 63, no. 13–14, pp. 1109–1112, 2009, doi: 10.1016/j.matlet.2009.01.015.
- [23] M. Zarezadeh Mehrizi, J. Abdi, M. Rezakazemi, and E. Salehi, "A review on recent advances in hollow spheres for hydrogen storage," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 45, no. 35, pp. 17583–17604, 2020, doi: 10.1016/j.ijhydene.2020.04.201.
- [24] H. Jaeckel, M. Smigilski, "Coating of Polymeric Spheres with Particles," DE3724156, 1988.
- [25] Leonard B. Torobin, "Method for making hollow porous microspheres," 1987.
- [26] C. I. Órdenes Escobar, "No Tit'Caracterización numérica de espumas de Cobre reforzadas con esferas huecas de hierro, mediante el método de elementos finitos," UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA, 2018.
- [27] J. A. Brown, L. J. Vendra, and A. Rabiei, "Bending properties of Al-steel and steel-steel composite metal foams," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 41, no. 11, pp. 2784–2793, 2010, doi: 10.1007/s11661-010-0343-y.
- [28] I. N. Orbulov, "Syntactic foams produced by pressure infiltration-the effect of pressure and time on infiltration length," *Period. Polytech. Mech. Eng.*, vol. 55, no. 1, pp. 21–27, 2011, doi: 10.3311/pp.me.2011-1.03.
- [29] M. S. D. Totten E. George, *Handbook of Aluminium*. 2003.
- [30] I. N. Orbulov and J. Ginsztler, "Compressive behaviour of metal matrix syntactic foams," *Acta Polytech. Hungarica*, vol. 9, no. 2, pp. 43–56, 2012.



- [31] A. Rabiei, "Composite metal foam and Methods of preparation thereof," US8,110,143,B2, 2012.
- [32] G. A. Rocha Rivero, B. F. Schultz, J. B. Ferguson, N. Gupta, and P. K. Rohatgi, "Compressive properties of Al-A206/SiC and Mg-AZ91/SiC syntactic foams," *J. Mater. Res.*, vol. 28, no. 17, pp. 2426–2435, 2013, doi: 10.1557/jmr.2013.176.
- [33] S. Sahu, M. Z. Ansari, and D. P. Mondal, "Microstructure and compressive deformation behavior of 2014 aluminium cenosphere syntactic foam made through stircasting technique," *Mater. Today Proc.*, vol. 25, pp. 785–788, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.09.019>.
- [34] H. M. Campos Martínez, "Estado del arte en la síntesis de espumas sintácticas con matriz metálica para aplicaciones industriales que requieran una baja densidad y elevada tenacidad," Universidad Autónoma de ICA, 2017.
- [35] D. Simon Read, "Aerofoil and a method of manufacturing anaerofoil," 2009.
- [36] "Powdermet Inc. Products SCOMPTM." [Online]. Available: <http://www.powdermetinc.com/scomp.html>.
- [37] N. Gupta, S. E. Zeltmann, V. C. Shunmugasamy, and D. Pinisetty, "Applications of polymer matrix syntactic foams," *Jom*, vol. 66, pp. 245–254, 2014.
- [38] A. P. Mouritz, E. Gellert, P. Burchill, and K. Challis, "Review of advanced composite structures for naval ships and submarines," *Compos. Struct.*, vol. 53, no. 1, pp. 21–42, 2001, doi: [https://doi.org/10.1016/S0263-8223\(00\)00175-6](https://doi.org/10.1016/S0263-8223(00)00175-6).
- [39] *ASM Handbook Volume 15: Casting*. 1992.
- [40] J. W. Askeland, R. Donald. Fulay, P. Pradeep. Wright, *Ciencia e ingeniería de materiales.*, Sexta Edic. 2011.
- [41] G. F. Vander Voort and J. Asensio-Lozano, "The Al-Si Phase Diagram," *Microsc. Microanal.*, vol. 15, no. S2, pp. 60–61, 2009, doi: 10.1017/S1431927609092642.
- [42] F. C. Robles Hernandez, J. M. Herrera Ramírez, and R. Mackay, "Erratum to: Al-Si Alloys: Automotive, Aeronautical, and Aerospace Applications," in *Al-Si Alloys: Automotive, Aeronautical, and Aerospace Applications*, Cham: Springer International Publishing, 2017, pp. E1--E1.
- [43] K. Májlínger, "Wear properties of hybrid AlSi12 matrix syntactic foams," *Int. J. Mater. Res.*, vol. 106, no. 11, pp. 1165–1173, 2015, doi: 10.3139/146.111290.
- [44] L. Dobrzański, M. Kremzer, and A. Nagel, "Aluminium EN AC–AlSi12 alloy matrix composite materials reinforced by Al₂O₃ porous preforms," *Arch. Mater. Sci.*, vol. 594, no. 1, p. 594, 2007.
- [45] T. E. Soto *et al.*, "Particularities of the Formation and Modification of Si and Mg₂Si as Second Phases in Casting Al Alloys: Use of Shape Descriptors and Fractal Dimension," *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 75, no. 10, pp. 2491–2506, 2022, doi: 10.1007/s12666-022-02631-4.



- [46] A. Bálint and A. Szlancsik, "Mechanical properties of iron hollow sphere reinforced metal matrix syntactic foams," *Mater. Sci. Forum*, vol. 812, pp. 3–8, 2015, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.812.3.
- [47] C. T. Guerrero, T. E. Soto, C. Aguilar, I. A. Figueroa, J. Vargas, and I. Alfonso, "An Overview of the Interactions Between Reinforcements and Al Matrices with Si, Cu And Mg as Alloying Elements in Aluminum Matrix Composites : Case of Oxide Reinforcements," pp. 27–33, 2022.
- [48] A. Takeuchi and A. Inoue, "Classification of bulk metallic glasses by atomic size difference, heat of mixing and period of constituent elements and its application to characterization of the main alloying element," *Mater. Trans.*, vol. 46, no. 12, pp. 2817–2829, 2005, doi: 10.2320/matertrans.46.2817.
- [49] V. Raghavan, "Al-Fe-Si (Aluminum-Iron-Silicon)," *J. Phase Equilibria Diffus.*, vol. 30, no. 2, pp. 184–188, 2009, doi: 10.1007/s11669-009-9486-1.
- [50] J. A. Taylor, "Iron-Containing Intermetallic Phases in Al-Si Based Casting Alloys," *Procedia Mater. Sci.*, vol. 1, pp. 19–33, 2012, doi: 10.1016/j.mspro.2012.06.004.
- [51] W. S. T.-C. J. Ebhota, "Intermetallics Formation and Their Effect on Mechanical Properties of Al-Si-X Alloys, Intermetallic Compounds - Formation and Applications," in *Intermetallic Compounds - Formation and Applications*, M. Aliofkhazraei, Ed. 2018, pp. 137–144.
- [52] T. Maitra and S. P. Gupta, "Intermetallic compound formation in Fe-Al-Si ternary system: Part II," *Mater. Charact.*, vol. 49, no. 4, pp. 293–311, 2003, doi: 10.1016/S1044-5803(03)00005-6.
- [53] A. Rabiei, L. Vendra, N. Reese, N. Young, and B. P. Neville, "Processing and characterization of a new composite metal foam," *Mater. Trans.*, vol. 47, no. 9, pp. 2148–2153, 2006, doi: 10.2320/matertrans.47.2148.
- [54] L. J. Vendra and A. Rabiei, "A study on aluminum-steel composite metal foam processed by casting," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 465, no. 1–2, pp. 59–67, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2007.04.037.
- [55] A. Rabiei and L. J. Vendra, "A comparison of composite metal foam's properties and other comparable metal foams," *Mater. Lett.*, vol. 63, no. 5, pp. 533–536, 2009, doi: 10.1016/j.matlet.2008.11.002.
- [56] K. K. Chawla, "Interfaces in metal matrix composites," *Compos. Interfaces*, vol. 4, no. 5, pp. 287–298, 1996, doi: 10.1163/156855497X00046.
- [57] J. Binner, "Interpenetrating composites," *Cell. Ceram. Struct. Manuf. Prop. Appl.*, pp. 571–579, 2005.
- [58] R. E. Njoku and A. R. Kennedy, "Effects of Sintering Temperature on the Density and Porosity of Sodium Chloride Preforms for," vol. 32, no. 1, pp. 117–122, 2013.
- [59] J. Campbell, "Incipient grain boundary melting," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 25, no. 1, pp. 125–126, 2009, doi: 10.1179/174328408X311080.



- [60] P. A. Pérez Trigo, "Caracterización numérica del efecto de la distribución de partículas espaciadoras y su dimensión fractal sobre el Módulo de Young de espumas de aluminio fabricadas por el método de infiltración.," UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA, 2019.
- [61] "Sintering and Grain Growth," in *Ceramic Materials: Science and Engineering*, New York, NY: Springer New York, 2007, pp. 427–443.
- [62] M. Ipohorski and P. B. Bozzano, "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales," *Cienc. Invest.*, vol. 63, no. 3, pp. 43–53, 2013.
- [63] B. D. Cullity and S. R. Stock, "Elements of X-ray Diffraction, Third Edition," 2001.
- [64] F. H. Chung, "Unified Theory for Decoding the Signals from X-Ray Florescence and X-Ray Diffraction of Mixtures," *Appl. Spectrosc.*, vol. 71, no. 5, pp. 1060–1068, May 2017.
- [65] H. R. Davari, H. Gholamzadeh, S. A. Dehghan, and M. H. Paydar, "Effect of sintering parameters (time and temperature) upon the fabrication process of organic binder-based metallic hollow sphere," *Powder Metall.*, vol. 60, no. 5, pp. 363–370, 2017, doi: 10.1080/00325899.2017.1355424.
- [66] I. Alfonso López, "Influencia del Mg y del ciclo térmico sobre la precipitación en una aleación de aluminio A319," Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, 2007.
- [67] A. Chirazi, R. C. Atwood, and P. D. Lee, "Micro-Macro Modelling of Microstructure and Microporosity in Al-Si-Cu Alloys," in *Aluminium Alloys 2002 - ICAA8*, 2002, vol. 396, pp. 661–666, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.661.
- [68] V. Serga, M. Maiorov, A. Cvetkovs, A. Krumina, and A. I. Popov, "Fabrication and characterization of magnetic FePt nanoparticles prepared by extraction-pyrolysis method," *Chemija*, vol. 29, no. 2, pp. 109–114, 2018, doi: 10.6001/chemija.v29i2.3713.
- [69] R. König *et al.*, "The crystal structures of carbonyl iron powder - Revised using in situ synchrotron XRPD," *Zeitschrift fur Krist. - Cryst. Mater.*, vol. 232, no. 12, pp. 835–842, 2017, doi: 10.1515/zkri-2017-2067.
- [70] O. Andersen, U. Waag, L. Schneider, G. Stephani, and B. Kieback, "Novel metallic hollow sphere structures," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 2, no. 4, pp. 192–195, 2000, doi: 10.1002/(SICI)1527-2648(200004)2:4<192::AID-ADEM192>3.0.CO;2-#.
- [71] S. Jha, Y. Chen, B. Zhang, A. Elwany, D. Parkinson, and H. Liang, "Influence of morphology on electrochemical and capacity performance of open-porous structured electrodes," *J. Appl. Electrochem.*, vol. 50, no. 2, pp. 231–244, 2020, doi: 10.1007/s10800-019-01378-z.
- [72] R. Bjørk, V. Tikare, H. L. Frandsen, and N. Pryds, "The sintering behavior of close-packed spheres," *Scr. Mater.*, vol. 67, no. 1, pp. 81–84, 2012.
- [73] "Fe (Iron) Binary Alloy Phase Diagrams," in *Alloy Phase Diagrams*, ASM International, 2016.
- [74] T. Gao, Y. Bian, K. Hu, K. Zhao, W. Zhang, and X. Liu, "Structural and morphological evolution of Fe-rich phases in Al-xMg-6Si-4Fe alloys," *Results Mater.*, vol. 3, no. October, p. 100036,



2019, doi: 10.1016/j.rinma.2019.100036.

- [75] N. Wang, X. Chen, Y. Li, Y. Liu, H. Zhang, and X. Wang, "Preparation and compressive performance of an A356 matrix syntactic foam," *Mater. Trans.*, vol. 59, no. 5, pp. 699–705, 2018, doi: 10.2320/matertrans.M2018003.
- [76] R. Florek and M. Nosko, "Aluminium Foam Parts of Different Alloys and Densities," *Powder Metall. Prog.*, vol. 10, no. 4, pp. 207–212, 2010.
- [77] J. C. Carranza, B. Y. Casas, I. A. Figueroa, L. E. Carranza, and I. Alfonso, "Design, fabrication and operation of a device for manufacturing metal foams and composites by infiltration," *Int. J. Met.*, 2023, doi: 10.1007/s40962-023-00979-x.



Producción Científica

Derivado del presente trabajo de tesis, se lograron las siguientes publicaciones:

1. **Publicado.** **C.T. Guerrero**, F. González, T.E. Soto, C. Aguilar, I.A. Figueroa, G. González, J. Vargas, I. Alfonso. An overview of the interactions between reinforcements and Al matrices with Si, Cu and Mg as alloying elements in aluminum matrix composites: Case of oxide reinforcements. Materials Research. 2022; 25: e20210540.
2. **Publicado .** **C.T. Guerrero**, I.A. Figueroa, J.A. Verduzco, L. Pérez, L. Béjar, O. Hernández, I. Alfonso. Solid state transformations from spheres to polyhedrons in hollow Fe spheres. Revista Mexicana de Física. e-ISSN: 2683-2224.