



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

"CARACTERIZACIÓN HIDRÁULICA, MECÁNICA Y MICROESTRUCTURAL DE ESPUMAS
BASE ALUMINIO DE CELDA ABIERTA"

TESIS

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

PRESENTA:

MANUEL FARID AZAMAR JÁCOME

TUTOR PRINCIPAL

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

COMITÉ TUTOR

DR. ISMELI ALFONSO LÓPEZ
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

DR. MIGUEL ÁNGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS
FACULTAD DE INGENIERÍA

CIUDAD UNIVERSITARIA, CIUDAD DE MÉXICO, MAYO 2024



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



**PROTESTA UNIVERSITARIA DE INTEGRIDAD Y
HONESTIDAD ACADÉMICA Y PROFESIONAL
(Graduación con trabajo escrito)**

De conformidad con lo dispuesto en los artículos 87, fracción V, del Estatuto General, 68, primer párrafo, del Reglamento General de Estudios Universitarios y 26, fracción I, y 35 del Reglamento General de Exámenes, me comprometo en todo tiempo a honrar a la Institución y a cumplir con los principios establecidos en el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, especialmente con los de integridad y honestidad académica.

De acuerdo con lo anterior, manifiesto que el trabajo escrito titulado:

que presenté para obtener el grado de _____ es original, de mi autoría y lo realicé con el rigor metodológico exigido por mi programa de posgrado, citando las fuentes de ideas, textos, imágenes, gráficos u otro tipo de obras empleadas para su desarrollo.

En consecuencia, acepto que la falta de cumplimiento de las disposiciones reglamentarias y normativas de la Universidad, en particular las ya referidas en el Código de Ética, llevará a la nulidad de los actos de carácter académico administrativo del proceso de graduación.

Atentamente

(Nombre, firma y Número de cuenta de la persona alumna)

*A mi madre y a mi padre,
el viento bajo mis alas*

Resumen

En este trabajo de investigación fueron producidas espumas de Al de celda abierta mediante la técnica de infiltración en estado líquido, a partir de tres aleaciones de Al: *Al-1100* (pureza comercial), *Al-4.5Cu* (%masa), y *Al-7075*. Las espumas estudiadas fueron producidas en tres tamaños de celda, definidos como 0.71-1.00 mm, 2.00-2.38 mm, y 3.35-4.75 mm. Todas las muestras obtenidas fueron caracterizadas física y estructuralmente, con el fin de determinar el efecto del tamaño de las celdas (macroestructura) en las propiedades hidráulicas de este material, así como en su respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento.

Las propiedades hidráulicas de las espumas fueron determinadas mediante ensayos de inyección de flujo bajo condiciones críticas de presión y temperatura. Estos ensayos fueron realizados en las espumas de *Al-1100* de celda abierta producidas en los tres tamaños de celda definidos, con el fin de determinar el efecto de las características de la fase celular en las condiciones de flujo a través del material (velocidad alcanzada por el fluido, régimen de flujo). Por su parte, el efecto de los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento fue determinado mediante la caracterización química, microestructural, y mecánica de las espumas de *Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075* sometidas a dichos tratamientos térmicos, las cuales fueron producidas en tamaños de celda de 2.00-2.38 mm, y 3.35-4.75 mm.

Los resultados obtenidos en este trabajo de investigación muestran por una parte la correlación inherente entre la macroestructura y las propiedades hidráulicas de las espumas, debido a que las muestras estudiadas presentaron diferentes velocidades de flujo a través de su fase celular en función del tamaño de sus celdas. Asimismo, fue demostrado que este material tiene la capacidad estructural para conducir fluidos bajo condiciones críticas de presión y temperatura, debido a la ausencia de daños importantes en su estructura tras los ensayos de inyección de flujo. Finalmente, los resultados obtenidos en este trabajo demuestran experimentalmente la variación en la respuesta de las espumas a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento, en términos de las propiedades mecánicas y microestructura resultantes de dichos tratamientos térmicos. Estos resultados fueron atribuidos a posibles variaciones en la velocidad de enfriamiento del material tras su extracción de la mufla, resultantes del espesor de las paredes celulares de las espumas.

Abstract

In this investigation, open-cell Al foams were produced by the replication casting technique using three different Al alloys, i.e., *Al-1100* (commercial purity), Al-4.5Cu (wt.%), and *Al-7075*. The foams studied in this investigation were produced in three different cell sizes, defined as 0.71-1.00 mm, 2.00-2.38 mm, and 3.35-4.75 mm. All the obtained samples were physically and structurally characterized, in order to determine the effect of cell size (macrostructure) on the hydraulic properties of this material, as well as on their response to solution and aging heat treatments.

The hydraulic properties of the foams were determined by flow injection tests under critical conditions of pressure and temperature. These tests were performed on open-cell *Al-1100* foams produced in the three defined cell sizes, in order to determine the effect of the cellular structure characteristics on the flow conditions through the material (velocity reached by the fluid, flow regime). On the other hand, the effect of solution and aging heat treatments was assessed by means of the chemical, microstructural, and mechanical characterization of Al-4.5Cu (wt.%) and *Al-7075* foams subjected to these heat treatments, which were produced in cell sizes of 2.00-2.38 mm and 3.35-4.75 mm.

The results obtained in this investigation firstly demonstrate the inherent correlation between the macrostructure and the hydraulic properties of the foams, as the studied samples presented different flow velocities through their cellular phase depending on the size of their cells. Furthermore, it was demonstrated that this material has the structural capacity to conduct fluids under critical conditions of pressure and temperature, due to the absence of significant physical damage to its structure after the flow injection tests. Finally, the results obtained in this work demonstrate experimentally the variation in the response of foams to solution and aging heat treatments, in terms of the mechanical properties and microstructure attained after such heat treatments. These results were attributed to possible variations in the cooling rate of the material after its extraction from the muffle, resulting from the thickness of the cell walls of the foams.

Agradecimientos

Agradezco al proyecto UNAM-DGAPA-PAPIIT IN102422 por el financiamiento otorgado para la realización del presente proyecto. También quiero expresar mi más sincero agradecimiento a los técnicos del IIM-UNAM que me brindaron su apoyo durante el desarrollo experimental del presente trabajo de investigación, a quienes menciono a continuación sin un orden en particular: G.A. Lara, O. Novelo, C. Flores, A. Tejada, A. Pompa, C. Ramos, E. Hernández, C. González, L. Bazán, F. Silvar, K.E. Reyes, R. Reyes, A. Bobadilla, F. García, y J. Romero.

Igualmente agradezco al CONAHCYT por el apoyo económico brindado mediante la beca número 758999 para la realización de estudios de doctorado, gracias a la cual pude desarrollar el presente trabajo de investigación.

Finalmente agradezco, y de manera muy especial, a mi familia, amigos, y personas que estuvieron presentes durante todo este proceso, quienes fueron parte fundamental para el desarrollo y culminación de este trabajo de investigación.

**Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales – UNAM
Acuerdo del Comité Académico del 28 de junio de 2023**

Declaración de Autoría

Yo, Manuel Farid Azamar Jácome, hago constar que esta tesis titulada, “Caracterización hidráulica, mecánica y microestructural de espumas base aluminio de celda abierta” y el trabajo presentado en ella son de mi autoría, asimismo,

Yo confirmo que:

Este trabajo fue hecho totalmente durante el periodo de mis estudios de Doctorado en el Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales (PCeIM) de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).

Ninguna parte del presente trabajo ha sido usada para algún tipo de grado o certificación en la UNAM, ni en alguna otra Institución.

Cuando se ha citado el trabajo de otros autores, siempre se ha dado la fuente de origen. Con la excepción de dichas citas, la totalidad de la información contenida en el presente trabajo es de mi autoría.

He reconocido todas las fuentes de ayuda usadas en este trabajo.

Cuando el trabajo fue hecho en colaboración con otros, he especificado cuáles fueron sus contribuciones.

Afirmo que el material presentado no se encuentra protegido por derechos de autor y me hago responsable de cualquier reclamo relacionado con la violación de derechos de autor.

Hago constar que el trabajo que presento es de mi autoría y que todas las ideas, citas textuales, datos, ilustraciones, gráficas, etc., sacados de cualquier obra o debidas al trabajo de terceros, han sido debidamente identificados y citados en el cuerpo del texto y en la bibliografía.

Acepto que, en caso de no respetar lo anterior puedo ser sujeto de sanciones universitarias.

Nombre Alumno: Manuel Farid Azamar Jácome

Firma: 

Nombre del Tutor: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

Firma: 

Fecha: 16/02/24

Resumen	i
Abstract	ii
Agradecimientos	iii
Declaración de autoría	iv
Índice	v
Índice de figuras	viii
Índice de tablas	xiii
Abreviaturas y símbolos	xv
Capítulo 1. Introducción	1
Capítulo 2. Marco teórico	7
2.1 Conceptos básicos	7
2.2 Clasificación de las espumas metálicas	8
2.3 Métodos de fabricación de espumas metálicas	9
2.3.1 Estado gaseoso	9
2.3.2 Estado líquido	10
2.3.3 Estado sólido y tratamientos térmicos	12
2.4 Propiedades de las espumas metálicas	13
2.4.1 Propiedades físicas y estructurales	14
2.4.2 Propiedades mecánicas	15
2.5 Aplicaciones de las espumas metálicas	17
2.5.1 Estructuras ligeras y disipación de impacto	17
2.5.2 Disipación térmica y aislamiento acústico	18
2.5.3 Conducción de fluidos y filtración	18
2.5.4 Andamios para reacciones químicas y biomateriales	19
2.6 Aluminio y sus aleaciones	19

2.6.1 Generalidades de las aleaciones comerciales de Al	21
2.7 Tratamientos térmicos en aleaciones de Al	22
2.7.1 Tratamientos térmicos de solución y envejecimiento	23
2.8 Permeabilidad y propiedades hidráulicas	25
Capítulo 3. Desarrollo experimental	28
3.1 Fabricación de las espumas de Al	28
3.2 Técnicas de caracterización	32
3.2.1 Caracterización física y estructural	32
3.2.2 Caracterización química y microestructural	33
3.2.3 Caracterización mecánica	38
3.2.4 Caracterización hidráulica	40
Capítulo 4. Propiedades hidráulicas de espumas de Al	42
4.1 Introducción	42
4.2 Materiales y métodos	44
4.3 Resultados y discusión	45
4.4 Conclusiones	55
Capítulo 5. Espumas de Al-4.5Cu (%masa)	56
5.1 Introducción	56
5.2 Materiales y métodos	59
5.3 Resultados y discusión	60
5.4 Conclusiones	78
Capítulo 6. Espumas de Al-7075	79
6.1 Introducción	79
6.2 Materiales y métodos	80
6.3 Resultados y discusión	81

6.4 Conclusiones	89
Capítulo 7. Envejecimiento natural de espumas de Al	90
7.1 Introducción	90
7.2 Materiales y métodos	91
7.3 Resultados y discusión	92
7.4 Conclusiones	100
Capítulo 8. Conclusiones generales	101
Trabajo futuro	104
Referencias	106

Índice de figuras

Figura 1.1	Cronología del desarrollo e investigación en espumas metálicas (a) espuma metálica Duocel [®] , (b) espumas metálicas producidas por manufactura aditiva.	3
Figura 1.2	Países con centros de investigación alrededor del mundo donde actualmente se lleva a cabo investigación en espumas metálicas, de acuerdo con la revisión bibliográfica realizada en este trabajo de investigación.	5
Figura 2.1	Materiales celulares (a) hueso natural, (b) ladrillo refractario.	8
Figura 2.2	Espuma metálica de (a) celda abierta, (b) celda cerrada.	8
Figura 2.3	Métodos de fabricación de espumas metálicas.	9
Figura 2.4	Lámina de espuma metálica producida por depositación de vapor.	10
Figura 2.5	Espumas metálicas producidas por los métodos de (a) infiltración, (b) agente espumante, y (c) gasar.	11
Figura 2.6	Espumas metálicas producidas por los métodos de (a) pulvimetalurgia, (b) manufactura aditiva, y (c) espumado <i>in-situ</i> .	13
Figura 2.7	Propiedades de las espumas metálicas.	13
Figura 2.8	Diagrama esfuerzo-deformación bajo carga uniaxial de compresión típico de una espuma metálica, con respecto a un metal sin estructura celular.	15
Figura 2.9	Mecanismo de deformación de las espumas metálicas (a) región de elasticidad-lineal, (b) región de plateau, (c) densificación del material.	15
Figura 2.10	Aplicaciones de las espumas metálicas en función del tipo de celda.	17
Figura 2.11	Algunas aplicaciones de las espumas metálicas (a) estructuras tipo sándwich, (b) silenciadores neumáticos, (c) filtros.	18
Figura 2.12	Tratamientos térmicos de solución y envejecimiento en aleaciones de Al, con la microestructura típica tras el tratamiento térmico de (a) solución sólida, (b) envejecimiento artificial.	24
Figura 3.1	Infraestructura usada para la producción de las espumas de Al (a) horno de resistencia, (b) reactor cilíndrico de acero inoxidable, (c) placa de Cu, (d) sistema de válvulas con regulador de presión, (e) bomba mecánica de vacío, (f) tanque de Ar.	29

Figura 3.2	Etapas del método de infiltración en estado líquido (a) ensamblado, (b) purga, (c) fundición, (d) infiltración, (e) solidificación.	30
Figura 3.3	Composito Al+NaCl extraído del reactor tras el proceso de infiltración, probetas maquinadas para ensayos de (a) compresión, (b) permeabilidad.	31
Figura 3.4	(a) Tina de baño ultrasónico, (b) parrilla de agitación magnética.	31
Figura 3.5	Horno tipo mufla.	31
Figura 3.6	Picnómetro de He.	32
Figura 3.7	Superficie plana de una espuma de Al (a) antes y (b) después del procesamiento digital de imagen.	33
Figura 3.8	(a) Dispositivo de fluorescencia de rayos X, (b) dispositivo para análisis térmico diferencial.	34
Figura 3.9	Difractómetro de rayos X.	35
Figura 3.10	Refinamiento Rietveld de un patrón de difracción experimental, mediante el software MAUD.	36
Figura 3.11	(a) Microscopio electrónico de barrido, (b) microscopio electrónico de transmisión.	37
Figura 3.12	(a) Dispositivo para desgaste iónico, (b) dispositivo de haz de iones focalizado.	37
Figura 3.13	Análisis de una micrografía obtenida por MET, mediante el software Digital Micrograph.	38
Figura 3.14	(a) Máquina universal de ensayos mecánicos, (b) microdurómetro.	39
Figura 3.15	Diagrama del poro-permeámetro (a) prensa hidráulica, (b) depósito de almacenamiento del fluido de prueba, (c) bomba hidráulica, (d) celda de ensayo, (e) válvula X, (f) válvula Y, (g) válvula Z, (h) tanque de escape.	40
Figura 3.16	Diagrama de la celda de ensayo del poro-permeámetro (a) cámara de ensayo, (b, c) manómetros, (d, e) termopares.	41
Figura 4.1	Espumas de Al-1100 de celda abierta obtenidas para ensayos de flujo (a) P1: 0.71-1.00 mm, (b) P2: 2.00-2.38 mm, (c) P3: 3.35-4.75 mm.	46
Figura 4.2	Mediciones realizadas del área proyectada por las celdas sobre las espumas de Al-1100 de celda abierta, para determinar el área media representativa de celda, A_c .	47

Figura 4.3	Superficies planas de espumas de espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta usadas para mediciones del área proyectada por las celdas (a) P1, (b) P2, (c) P3.	47
Figura 4.4	Micrografía obtenida por MEB de las espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta, donde se aprecia la interconexión física entre las celdas (a) P1, (b) P2, (c) P3.	48
Figura 4.5	Propiedades hidráulicas de las espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta (a) diámetro medio representativo de las celdas, D_C , en función de la velocidad superficial, v , (b) D_C en función del número de Reynolds ajustado para medio poroso, Re_p .	49
Figura 4.6	Velocidad superficial, v , en función del número de Reynolds ajustado para medio poroso, Re_p .	50
Figura 4.7	Gradiente de presión (dP/dx) en función del flujo (Q) de aditivo de gasolina inyectado mediante ensayos de flujo (a) temperatura ambiente, (b) 200 °C.	51
Figura 4.8	Curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta mediante ensayos de compresión (a) P1, (b) P2, (c) P3.	53
Figura 4.9	Espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta deformadas después de los ensayos de compresión (a) P1, (b) P2, (c) P3.	54
Figura 5.1	Espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta obtenidas para ensayos de compresión (a) C1: 2.00-2.38 mm, (b) C2: 3.35-4.75 mm.	61
Figura 5.2	Mediciones realizadas del espesor de las paredes celulares, para determinar el espesor medio, t_{Pared} .	62
Figura 5.3	Superficies planas de espumas de espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta usadas para mediciones del espesor de las paredes celulares (a) C1, (b) C2.	62
Figura 5.4	Análisis químico elemental de C1, F, obtenido mediante EXD (a) micrografía original, (b) distribución de Cu, (c) distribución de Al.	63
Figura 5.5	Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MEB (a) C1, Al, (b) C2, Al, (c) C1, F, (d) C2, F, (e) C1, S, (f) C2, S, (g) C1, E, (h) C2, E.	64
Figura 5.6	Patrones de difracción normalizados de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidos mediante DRX, representativos de las condiciones de (a) fundición, (b) solución, y (c) envejecimiento.	66

Figura 5.7	Termogramas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta sometidas al tratamiento térmico de solución, obtenidos mediante CDB.	68
Figura 5.8	Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) C1, E, (b) C2, E.	69
Figura 5.9	Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) C1, S, (b) C1, E, (c) C2, S, (d) C2, E.	70
Figura 5.10	Micrografías de correspondientes a la condición C2, E, obtenidas mediante MET (a) zonas ricas en Cu, (b) sección P, (c, d) aglomeraciones de átomos de Cu en estructuras laminares.	71
Figura 5.11	Curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta mediante ensayos de compresión (a) C1: 2.00-2.38 mm, (b) C2: 3.35-4.75 mm.	73
Figura 5.12	Espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta deformadas después de los ensayos de compresión (a) C1, Al, (b) C1, F, (c) C1, S, (d) C1, E, (e) C2, Al, (f) C2, F, (g) C2, S, (h) C2, E.	75
Figura 5.13	Resultados de microdureza (HV) obtenidas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta (a) C1: 2.00-2.38 mm, (b) C2: 3.35-4.75 mm.	76
Figura 6.1	Curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de Al-7075 de celda abierta mediante ensayos de compresión (a) D1: 2.00-2.38 mm, (b) D2: 3.35-4.75 mm.	83
Figura 6.2	Micrografías de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidas mediante MEB (a) D1, F, (b) D1, S, (c) D1, E2.	85
Figura 6.3	Patrones de difracción normalizados de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidos mediante DRX, representativos de las condiciones de (a) D1, F, (b) D1, S, (c) D1, E2.	86
Figura 6.4	Termogramas de las espumas de Al-7075 de celda abierta sometidas al tratamiento térmico de solución, obtenidos mediante CDB.	87
Figura 6.5	Micrografías de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) D1, E1, (b) D2, E1.	87
Figura 6.6	Resultados de microdureza (HV) obtenidas de las espumas de Al-7075 de celda abierta (a) D1: 2.00-2.38 mm, (b) D2: 3.35-4.75 mm.	88
Figura 7.1	Patrones de difracción normalizados de las espumas sometidas inicialmente al tratamiento térmico de solución y posteriormente envejecidas naturalmente (a) Al-4.5Cu (%masa), (b) Al-7075.	93

Figura 7.2	Comparación cualitativa de la geometría de los picos de difracción de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) envejecidas naturalmente.	94
Figura 7.3	Evolución del parámetro de red del Al en función del tiempo de envejecimiento natural (a) Al-4.5Cu (%masa) o Al-96Cu (%at), (b) Al-7075.	95
Figura 7.4	Mecanismo de relajación sugerido de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta (a) saturación de la red de Al con átomos de Cu, (b, c) difusión de átomos de Cu, (d) formación de precipitados y segundas fases.	97
Figura 7.5	Termogramas de las espumas de Al-7075 de celda abierta sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento natural, obtenidos mediante CDB.	98
Figura 7.6	Microdureza Vickers (HV) de las espumas de (a) Al-4.5Cu (%masa), y (b) Al-7075 sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento natural.	99
Figura 7.7	Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) C1, S, (b) C1, 12, (c, d) C1, 36, (e) C1, E, (f) patrón de difracción de electrones de C1, 36.	99

Índice de tablas

Tabla 2.1	Propiedades físicas y químicas del Al.	20
Tabla 2.2	Sistema de designación de aleaciones comerciales de Al.	21
Tabla 2.3	Precipitados formados en aleaciones de Al tras los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento en función del aleante principal, con sus respectivas transiciones.	24
Tabla 4.1	Revisión bibliográfica sobre trabajos de investigación previos orientados al estudio de la permeabilidad y las condiciones de flujo en espumas de Al de celda abierta.	43
Tabla 4.2	Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas.	45
Tabla 4.3	Composición química de las espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta, obtenida mediante FRX.	46
Tabla 4.4	Propiedades físicas y estructurales de las espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta.	46
Tabla 4.5	Propiedades hidráulicas de las espumas de <i>Al-1100</i> de celda abierta, con su respectivo régimen de flujo en función del tamaño de las celdas.	50
Tabla 5.1	Revisión bibliográfica realizada sobre trabajos de investigación previos orientados al estudio del efecto de los tratamientos térmicos en las propiedades mecánicas de espumas de Al.	57
Tabla 5.2	Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-4.5Cu (%masa) estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas y del tratamiento térmico al cual fueron sometidas.	60
Tabla 5.3	Composición química de las espumas de Al-4.5Cu (%masa), obtenida mediante FRX.	61
Tabla 5.4	Propiedades físicas y estructurales de las espumas de Al-4.5Cu (%masa).	62
Tabla 5.5	Propiedades mecánicas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta.	77

Tabla 6.1	Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de <i>Al-7075</i> estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas y del tratamiento térmico al cual fueron sometidas.	81
Tabla 6.2	Composición química de las espumas de <i>Al-7075</i> , obtenida mediante FRX.	82
Tabla 6.3	Propiedades físicas y estructurales de las espumas de <i>Al-7075</i> .	82
Tabla 6.4	Propiedades mecánicas de las espumas de <i>Al-7075</i> de celda abierta.	84
Tabla 7.1	Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de <i>Al-4.5Cu</i> (%masa) y <i>Al-7075</i> estudiadas en este capítulo, en función del tiempo de envejecimiento natural.	92
Tabla 7.2	Composición química del <i>Al-7075</i> en (%masa) y (%at), y radio atómico del Al, Zn, Mg, y Cu.	95

Abreviaturas y símbolos

<i>Al-1100</i>	Aleación de Al de pureza comercial	σ_{pl}	Esfuerzo de plateau
<i>Al-7075</i>	Aleación de Al-Zn-Mg-Cu	EXD	Espectroscopía de rayos X de energía dispersiva
Å	Angstrom	t_{pared}	Espesor de pared celular
2θ	Ángulo de difracción	FCC	Estructura cristalina cúbica centrada en caras
~	Aproximadamente	HCP	Estructura cristalina hexagonal compacta
A_C	Área media representativa de celda	α	Fase Al
SDT	Barrido diferencial simultáneo	α_{ss}	Fase Al sobresaturada
CDB	Calorimetría diferencial de barrido	θ	Fase Al_2Cu
W	Capacidad de absorción de energía	η	Fase Zn_2Mg
β	Coefficiente de arrastre	Q	Flujo
κ	Coefficiente de permeabilidad	FRX	Fluorescencia de rayos X
ε	Deformación	GP	Guinier-Preston
ρ	Densidad	$-dP/dx$	Gradiente de presión
ρ^*	Densidad relativa	m	Masa
$\pm\sigma$	Desviación estándar	M	Masa molar
D_C	Diámetro medio representativo de las celdas	®	Marca registrada
DRX	Difracción de rayos X	MEB	Microscopía electrónica de barrido
HV	Dureza Vickers	MET	Microscopía electrónica de transmisión
σ	Esfuerzo	E	Módulo de Young
σ_{cp}	Esfuerzo de colapso plástico	CPP	Número de celdas por pulgada

Abreviaturas y símbolos

Re_p	Número de Reynolds ajustado para medio poroso	r_C	Radio medio representativo de las celdas
%at	Porcentaje atómico	v	Velocidad superficial
%masa	Porcentaje en masa	μ	Viscosidad dinámica
Φ	Porosidad	V	Volumen
Cu $K\alpha$	Radiación de Cu con longitud de onda de 1.54056 Å	V_{Celdas}	Volumen ocupado por las celdas
r	Radio atómico	V_{Total}	Volumen total de la probeta

Capítulo 1

Introducción

La ciencia e ingeniería de materiales históricamente ha constituido un pilar fundamental en la evolución y progreso de la humanidad, al estar presente en el desarrollo de nuevas tecnologías, así como en la búsqueda de satisfacer necesidades de diversa índole de la cotidianidad humana. Por tal motivo, el estudio e investigación de nuevos materiales se ha vuelto un tema preponderante en la agenda científica mundial, dado el constante cambio del entorno y la aparición de nuevos retos y desafíos en nuestro proceso evolutivo como especie (e.g., realización de viajes espaciales, prevención y defensa contra desastres naturales, etc.), así como la constante necesidad de mejorar la calidad de vida de las personas.

Desde sus inicios, la humanidad ha buscado aprovechar los recursos ofrecidos por la naturaleza para su beneficio, con el fin de cubrir necesidades básicas de supervivencia, tales como la edificación de vivienda y el desarrollo de medios de transporte. De esta manera, se ha partido de estructuras naturales como la madera, el coral y algunos tipos de roca para la construcción de casas y embarcaciones, gracias a las propiedades mecánicas presentadas por estos materiales, aunado a su estructura celular, ligereza, y versatilidad de uso. El hombre, en su afán por imitar a la naturaleza, ha buscado replicar este tipo de estructuras, en un intento por explotar la multifuncionalidad inherente a su fase celular. Así pues, han surgido materiales celulares como el corcho, el hormigón, las espumas de poliuretano, entre otros, desempeñando diversas funciones en sinfín de aplicaciones y usos. Actualmente, los materiales celulares constituyen todo un campo de estudio en ciencia e ingeniería de

materiales, al presentar las ventajas de una estructura celular, es decir, baja densidad, alta porosidad, y gran relación superficie-volumen, aunado a las propiedades intrínsecas de su fase sólida, la cual puede ser de naturaleza metálica, polimérica, cerámica, orgánica o compuesta.

En este contexto, surgen las espumas metálicas, como una alternativa viable de material ligero con las propiedades inherentes de los metales, como su alta resistencia mecánica, y excelente conductividad térmica y eléctrica. Las espumas metálicas, como su nombre lo indica, consisten en una fase metálica continua la cual se encuentra coexistiendo con una fase celular, la cual puede ser continua o discontinua [1, 2]. Este material presenta una gran relación resistencia-peso (resistencia específica), así como una gran capacidad de absorción de energía y disipación térmica, por lo que se pueden usar como elementos de carga/soporte de baja densidad, intercambiadores de calor, disipadores de impacto, e incluso como andamios para reacciones químicas y electrocatalíticas [2, 3].

En la Figura 1.1 se muestra una breve cronología de los acontecimientos históricos más importantes relacionados a la producción, desarrollo e investigación en espumas metálicas. A pesar de ser considerado un material de reciente creación, el primer reporte histórico concerniente a la fabricación de espumas metálicas ocurrió en 1925, en Francia, cuando Alexandre De Meller [4] patentó un proceso basado en la inyección continua de gas y la adición de carbonatos como precursores (agente espumante) a una colada de metal en estado líquido, mientras esta era agitada constantemente a una frecuencia determinada. De esta manera, las burbujas de gas inmersas en la colada eran retenidas tras la solidificación del metal, sentando así las bases técnicas de los primeros procesos de fabricación de espumas metálicas, es decir, espumado por agente espumante e inyección de gas. No obstante, la porosidad generada era altamente irregular en términos de geometría y distribución, debido al poco control del gas liberado y a la baja viscosidad del metal fundido. Fue hasta 1951 que John Elliot (Estados Unidos) [5] propuso el uso de hidruro de titanio (TiH_2) y zirconio (ZrH_2) como precursores más eficientes (con respecto a los carbonatos) para generar burbujas de gas, gracias a la liberación progresiva de hidrógeno tras la descomposición de ambos a temperaturas superiores a los 400 °C. Posteriormente, en 1970, Currie Berry (Estados Unidos) [6] retomó este proceso, implementando el uso de partículas de óxido como

espesantes/estabilizadores de la colada, incrementando así su viscosidad, y logrando una mayor retención y control del hidrógeno liberado tras la descomposición del hidruro.

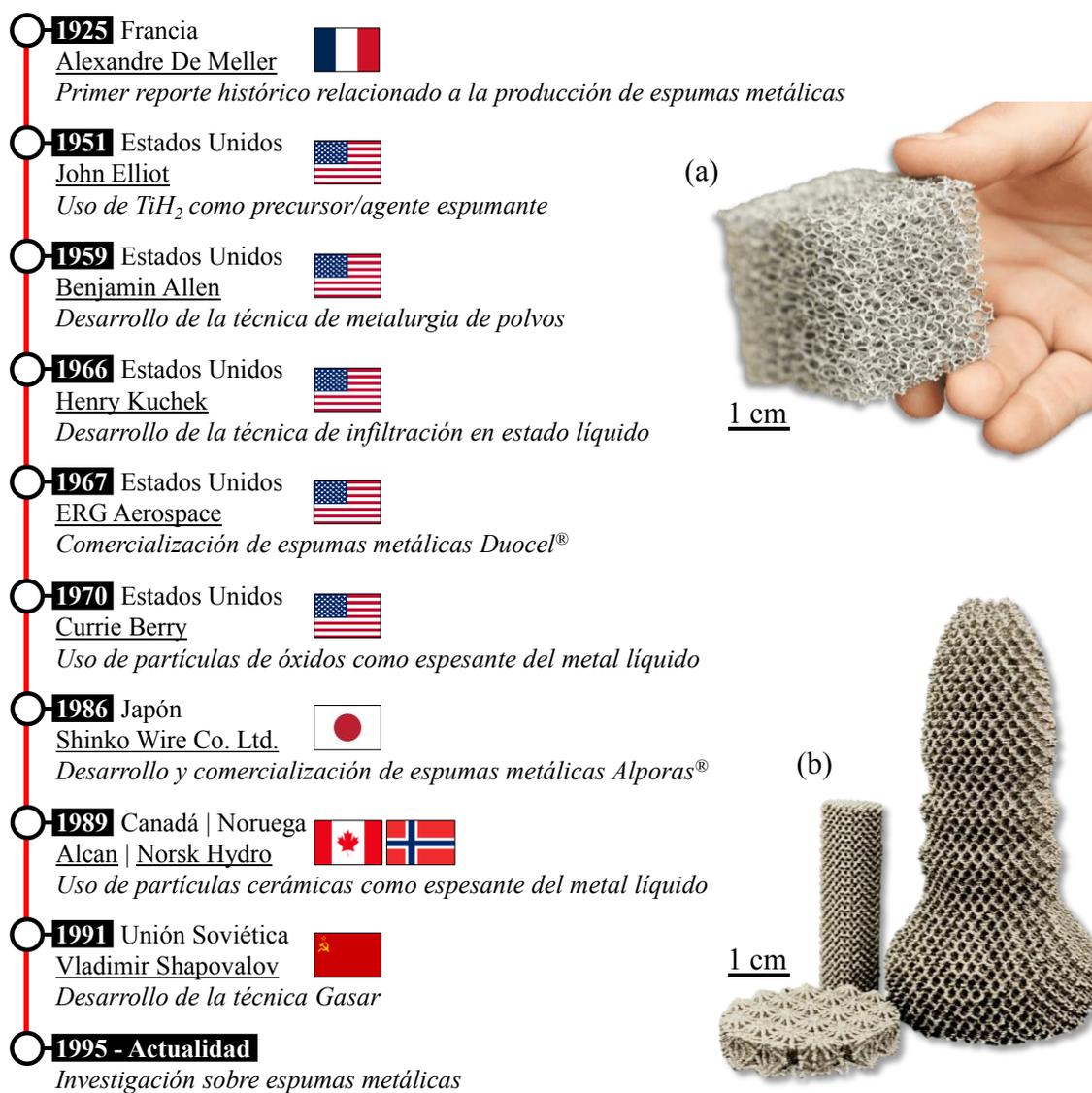


Figura 1.1 Cronología del desarrollo e investigación en espumas metálicas (a) espuma metálica Duocel® [10], (b) espumas metálicas producidas por manufactura aditiva (imagen propia).

Entre finales de la década de 1950 y principios de la década de 1990, diversas técnicas (además del espumado por agente espumante e inyección de gas) para producir espumas metálicas fueron desarrolladas, siguiendo rutas en distintos estados de agregación de la materia, y aprovechando las propiedades físicas y químicas de algunos metales. Una de estas técnicas fue la propuesta en 1959 por Benjamin Allen (Estados Unidos) [7], basada en la

obtención de piezas metálicas altamente porosas a partir de la compactación y sinterizado de una mezcla de partículas metálicas (Al y Mg) con un precursor, sentando así las bases técnicas del proceso conocido actualmente como metalurgia de polvos. En 1966, Henry Kuchek (Estados Unidos) [8] patentó el método de infiltración en estado líquido, partiendo de la infiltración de una preforma sólida hidrosoluble (constituida generalmente por granos de cloruro de sodio o sal común) infiltrada con metal líquido. Tras la solidificación del metal, la preforma era removida, permaneciendo una estructura metálica celular equivalente al espacio existente entre las partículas de cloruro de sodio, mismas que actuaron como elementos espaciadores. En 1991, Vladimir Shapovalov (Unión Soviética) [9] desarrolló la técnica Gasar, la cual consiste en producir espumas metálicas a partir de una reacción gas-eutéctica en el sistema Al-H, generando porosidad mediante la solidificación direccionada del Al sobresaturado con H bajo condiciones de presión controladas.

A partir de la década de 1960, y debido al creciente auge que estaba alcanzando este material, algunas empresas y compañías comenzaron a invertir en el desarrollo y producción de espumas metálicas para su comercialización a gran escala. Tal es el caso de ERG Aerospace (Estados Unidos) [10], que en 1967 desarrolló y comercializó la espuma Duocel[®] (Figura 1.1a), cuyo proceso de fabricación consistía en la replicación por colada de una espuma polimérica diseñada de acuerdo con las especificaciones requeridas para el producto final de espuma metálica. Posteriormente, en 1986, la compañía japonesa Shinko Wire Co. Ltd. [11] retomó el proceso patentado inicialmente por Alexandre De Meller, agregando el uso de Ca metálico como espesante y estabilizador del metal líquido, seguido de la adición de TiH₂ como agente espumante. Las espumas metálicas obtenidas mediante este proceso presentaban una estructura celular considerablemente uniforme, registradas bajo el nombre comercial de Alporas[®].

En 1989, la Aluminum Company of Canada (Alcan) [12] y la Norsk Hydro (Noruega) [13] desarrollaron y patentaron de manera casi simultánea una técnica de espumado directo para aleaciones de aluminio, la cual consistía en incrementar la viscosidad del metal fundido por la adición de partículas cerámica (como el carburo de silicio y óxidos de aluminio) seguido de la inyección de burbujas de aire. Hoy en día, las espumas metálicas son producidas comercialmente por numerosos proveedores en todo el mundo, e.g., Alulight (Austria), Cymat (Canadá), Aluinvent (Hungría), M-pore (Alemania), Pohltec Metalfoam (Alemania),

Recemat (Países Bajos), Exxentis (Suiza), Alantum (Corea del Sur), Mott Corporation (Estados Unidos), Foamtech (Corea del Sur), Alveotec (Francia), ERG Aerospace (Estados Unidos), etc [14, 15].

Desde mediados de la década de 1990, y hasta la actualidad, la investigación en este material ha tomado diversas vertientes. Por una parte, algunos de los procesos convencionales para la producción de espumas metálicas han sido retomados, buscando incrementar la eficiencia y versatilidad de estos. Asimismo, nuevos procesos de fabricación han sido patentados, como es el caso de la manufactura aditiva [16], técnica mediante la cual es posible fabricar espumas metálicas con geometrías altamente complejas a partir de la fusión progresiva de polvos metálicos (Figura 1.1b). Otra vertiente importante adoptada por la investigación en este material ha consistido en incrementar el rango de aplicaciones y funcionalidades de este material, a partir de la modificación de sus propiedades física, químicas y mecánicas, en numerosos centros de investigación alrededor del mundo (Figura 1.2).



Figura 1.2 Países con centros de investigación alrededor del mundo donde actualmente se lleva a cabo investigación en espumas metálicas, de acuerdo con la revisión bibliográfica realizada en este trabajo de investigación (imagen propia).

El panorama actual de las espumas metálicas es prometedor, debido a la presencia de este material en múltiples disciplinas y campos de estudio, como en el sector energético, tecnología militar y balística, arquitectura, aeronáutica, e incluso como alternativa viable de biomaterial. En este contexto, el presente trabajo de investigación pretende ampliar el rango

de aplicaciones funcionales de este material, teniendo como *objetivo general* evaluar el efecto del tamaño de las celdas en las propiedades hidráulicas, mecánicas y microestructura de espumas metálicas producidas en diferentes tamaños de celda a partir de tres aleaciones de Al: *Al-1100* (pureza comercial), *Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075*.

Para facilitar la comprensión, los capítulos 1, 2, y 3 de este trabajo presentan el contexto histórico y los conceptos fundamentales relacionados con las espumas metálicas, así como una breve descripción de las técnicas de caracterización usadas para el desarrollo experimental de esta investigación. Por su parte, los capítulos 4, 5, 6, y 7 corresponden respectivamente a los siguientes subtemas (con sus respectivos *objetivos particulares*):

- Propiedades hidráulicas de espumas de Al (*Al-1100*) (determinar el efecto del tamaño de las celdas en la velocidad superficial, número de Reynolds ajustado para medio poroso y régimen de flujo de espumas de Al, así como evaluar la capacidad del material para la conducción de fluidos bajo condiciones críticas de flujo).
- Espumas de *Al-4.5Cu* (%masa) (determinar el efecto del tamaño de las celdas en la respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial).
- Espumas de *Al-7075* (determinar el efecto del tamaño de las celdas y de los elementos de aleación en la respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial).
- Envejecimiento natural de espumas de Al (*Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075*) (determinar la evolución microestructural en función del tiempo de envejecimiento natural de espumas producidas a partir de diferentes aleaciones de Al).

En cada uno de estos capítulos se describe explícitamente los detalles propios de cada subtema y la metodología experimental seguida para su desarrollo, asimismo se presenta el estado del arte correspondiente y la relevancia de los resultados obtenidos en función de la revisión bibliográfica realizada para cada caso, dando así respuesta a la siguiente pregunta de investigación: ¿Cuál es efecto del tamaño de las celdas (macroestructura) en las propiedades hidráulicas, mecánicas y microestructura de espumas de Al?

El capítulo 8 presenta finalmente las conclusiones generales de la investigación, conforme al objetivo general y los objetivos particulares planteados inicialmente para cada aspecto estudiado de las espumas de Al.

Capítulo 2

Marco teórico

En este capítulo se presentan los conceptos básicos fundamentales en el contexto de las espumas metálicas, así como la clasificación de este material, los métodos por los cuales puede ser fabricado, sus propiedades, y algunas de sus aplicaciones actuales. Por otra parte, en esta sección también son descritos algunos temas necesarios para la inequívoca comprensión del trabajo experimental realizado, y de los resultados obtenidos en esta investigación, es decir, aleaciones de aluminio, tratamientos térmicos y permeabilidad.

2.1 Conceptos básicos

Los materiales celulares son aquellos cuya principal característica es la presencia de una fase celular o porosa, constituida por celdas o huecos dispersos a través de una fase sólida continua [2]. Estos materiales se pueden encontrar naturalmente, en estructuras como el hueso (Figura 2.1a), la madera, y el coral, desempeñando funciones de carga y soporte en sistemas orgánicos, asimismo siendo fuente de inspiración para crear artificialmente materiales con características similares, como el cemento, los ladrillos refractarios (Figura 2.1b), las espumas de poliuretano, entre otros.

Una espuma metálica es un material celular constituido por una matriz metálica coexistiendo con una fase porosa, la cual puede ser continua o discontinua. Gracias a su naturaleza porosa, aunado a las propiedades inherentes de los metales, las espumas metálicas presentan una combinación de propiedades físicas, estructurales y mecánicas muy útiles para aplicaciones

en ciencia e ingeniería de materiales, además de ser completamente reciclables (en la mayoría de los casos) mediante su re-fundición.

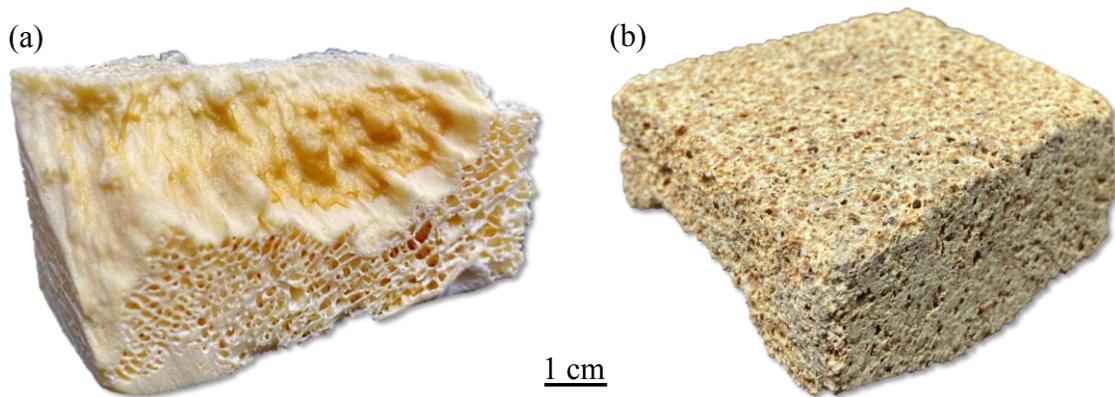


Figura 2.1 Materiales celulares (a) hueso natural, (b) ladrillo refractario (imagen propia).

2.2 Clasificación de las espumas metálicas

Las espumas metálicas suelen ser clasificadas principalmente en función de la interconexión física entre sus celdas, siendo de celda abierta cuando estas se encuentran comunicadas entre sí a través de sus poros (Figura 2.2a), y de celda cerrada cuando estas se encuentran físicamente aisladas (Figura 2.2b). Las espumas metálicas de celda abierta generalmente presentan el mayor rango de multifuncionalidad, gracias a su fase celular continua, a través de la cual es posible transmitir fluidos, ondas acústicas, especies químicas, etc. Por su parte, las espumas metálicas de celda cerrada suelen ser más convenientes para usos relacionados al rendimiento mecánico del material, gracias a su fase sólida más continua, la cual le confiere mayor resistencia y rigidez.

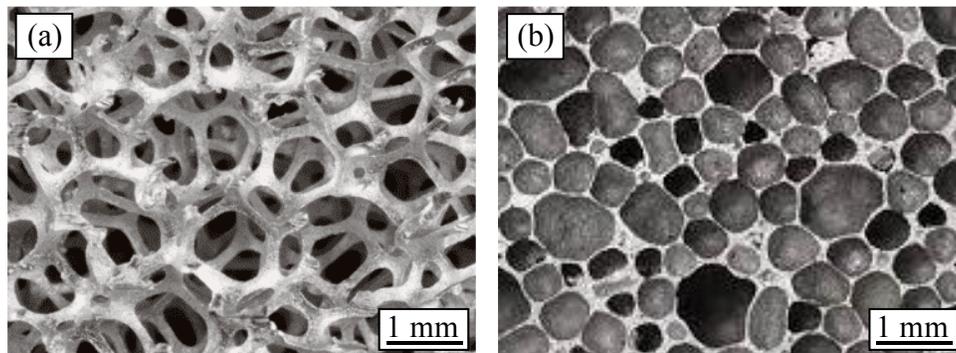


Figura 2.2 Espuma metálica de (a) celda abierta [10], (b) celda cerrada [17].

Estrictamente hablando, el término *espuma metálica* fue acuñado originalmente para referirse a las espumas de celda cerrada cuya porosidad era generada en estado líquido, mediante el encapsulamiento de un gas inyectado o liberado en la colada a partir de diferentes procesos fisicoquímicos. El término *esponja metálica* era reservado para aquellos especímenes cuya porosidad era obtenida por el uso de elementos espaciadores, replicación por colada de molde, o cualquier ruta diferente a la antes mencionada [18]. No obstante, actualmente es ampliamente aceptado el uso del término *espuma metálica* para referirse a cualquiera metal con estructura celular, especificando el tipo de interconexión física entre sus celdas (abierta o cerrada).

2.3 Métodos de fabricación de espumas metálicas

Las espumas metálicas frecuentemente son también clasificadas en función de su método de fabricación, debido a que las piezas obtenidas por cada técnica presentan características inherentes relacionadas a dicho proceso, e.g., intervalo de porosidad, geometría, distribución e interconexión física entre sus celdas, y configuración de su fase sólida. Los métodos de fabricación de espumas metálicas son diversos, siguiendo rutas en estado sólido, líquido, y gaseoso, como se aprecia en la Figura 2.3.

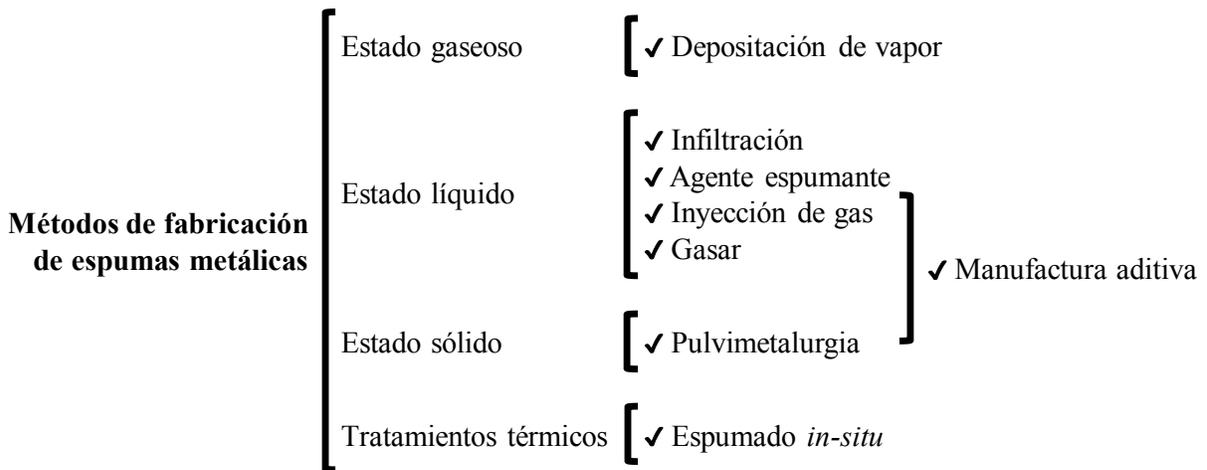


Figura 2.3 Métodos de fabricación de espumas metálicas (imagen propia).

2.3.1 Estado gaseoso

El estado gaseoso es un estado de agregación de la materia poco recurrente en la fabricación de espumas metálicas, debido principalmente a la complejidad de la infraestructura necesaria

para el manejo adecuado de gases metálicos. El método de fabricación de espumas metálicas más conocido en estado gaseoso es la depositación de vapor [19], técnica que consiste en el recubrimiento progresivo de una espuma de poliuretano con una película delgada de metal, como resultado de la condensación de gas o vapor metálico sobre la superficie de la preforma polimérica. Este tipo de espuma metálica es generalmente producida a base de Ni, mediante la descomposición controlada del $\text{Ni}(\text{CO})_4$ (carbonilo de níquel) en Ni y CO, mediante la reacción $\text{Ni}(\text{CO})_4 \rightarrow \text{Ni} + 4\text{CO}$ en un intervalo de temperatura de 150 y 200 °C. Las espumas de Ni son finalmente obtenidas tras la remoción de la preforma de poliuretano por medio de un tratamiento térmico, siendo posible producir láminas de este material como la que se muestra en la Figura 2.4, con un rango de porosidad del 93-98%, comercialmente conocidas como Incofoam®.



Figura 2.4 Lámina de espuma metálica producida por depositación de vapor [20].

2.3.2 Estado líquido

El estado líquido es el estado de agregación de la materia predominante en numerosos y diversos métodos de fabricación de espumas metálicas, obteniendo piezas con intervalos de porosidad entre el 5% y el 98%. Algunas técnicas en las cuales predomina este estado de agregación son el método de infiltración, el espumado por agente espumante e inyección de gas, y la técnica gasar.

El método de infiltración en estado líquido [21, 22] consiste en la infiltración de una preforma sólida de sacrificio con metal fundido bajo condiciones de atmósfera controlada. Las espumas metálicas son obtenidas tras la remoción o disolución de la preforma sólida de sacrificio, obteniendo especímenes de celda abierta con una porosidad del 55-65%, como los que se

muestran en la Figura 2.5a. No obstante, una variante de este proceso consiste en la infiltración de una preforma constituida por esferas de acero huecas, la cual es conservada como parte del material tras la solidificación del metal, obteniendo de esta manera un material compuesto de matriz metálica comúnmente conocido como espuma sintáctica [23, 24].

La fabricación de espumas metálicas por el método de agente espumante [15, 25] consiste en generar porosidad por medio de la adición y subsecuente descomposición de TiH_2 (hidruro de titanio) a $\sim 471^\circ C$ en una colada de metal. Las celdas generadas por medio de este proceso resultan del encapsulamiento y retención del H liberado después de dicha reacción, controlando la porosidad del material gracias al incremento de la viscosidad de la colada por la adición de Ca metálico, obteniendo especímenes como los que se muestran en la Figura 2.5b. Por su parte, el espumado por inyección de gas [26] igualmente parte de una colada de metal previamente espesada por la adición de Ca metálico, variando con respecto al proceso en que las celdas resultan de la retención de las burbujas de gas generadas por el suministro continuo de aire u oxígeno en el interior de la colada. No obstante, las espumas metálicas fabricadas mediante ambos procesos presentan celdas cerradas, en rangos de porosidad del 91-93% y 80-98%, respectivamente.

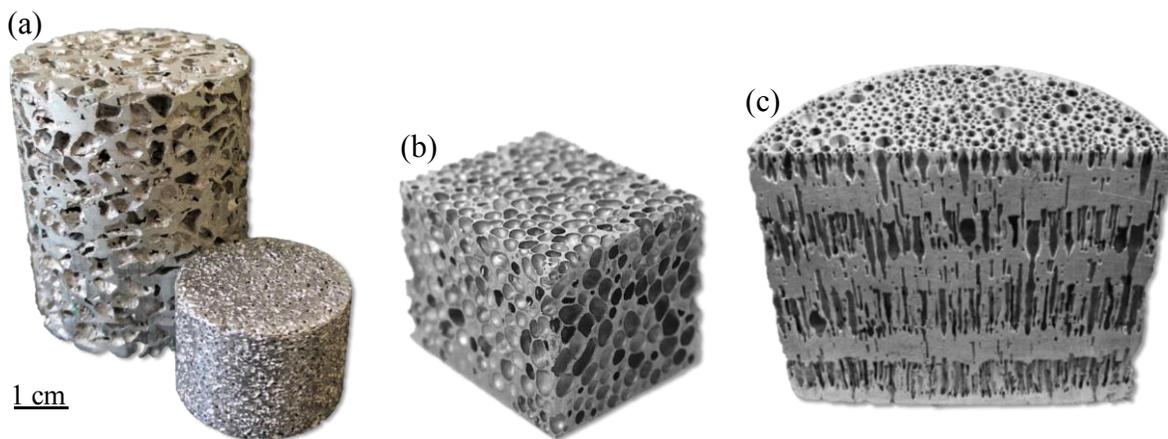


Figura 2.5 Espumas metálicas producidas por los métodos de (a) infiltración (imagen propia), (b) agente espumante [17], y (c) gasar [27].

Finalmente, la técnica Gasar (acrónimo ruso que significa *reforzado con gas*) [28] es un método de fabricación de espumas metálicas que consiste en generar porosidad a partir de una reacción gas-eutéctica en el sistema Al-H (y en algunos otros sistemas Metal-Hidrógeno:

Cu-H, Fe-H, Ni-H, Co-H, Mg-H, Fe-C-H, Be-H, Cr-H, Mg-H, Mo-H, Ti-H, W-H), mediante la solidificación direccionada de una colada de metal sobresaturada con H, bajo condiciones de presión controladas. A este tipo de material también se le conoce como estructuras tipo loto [29], debido a la configuración y distribución de sus celdas, las cuales presentan una porosidad cerrada en un rango del 5-75%, con un aspecto típico como la pieza mostrada en la Figura 2.5c. Asimismo, es posible este tipo de espumas metálicas usando otros elementos gaseosos además del H, como el O y el N, en sistemas Metal-O (Ag-O, Fe-C-O, Cu-H) y Metal-N (Fe-N, Ni-N, Cu-N, Mn-N).

2.3.3 Estado sólido y tratamientos térmicos

Estrictamente hablando, el único método de fabricación de espumas metálicas netamente en estado sólido es la pulvimetalurgia o metalurgia de polvos [30, 31], debido a que esta técnica parte de polvos metálicos compactados y subsecuentemente sinterizados a una temperatura inferior al punto de fusión de los metales constituyentes de la mezcla de polvos. De esta manera, las partículas involucradas experimentan únicamente el reblandecimiento y fusión parcial de sus superficies para su adhesión (sin pasar al estado líquido), logrando así la consolidación de piezas metálicas celulares como las que se muestran en la Figura 2.6a, con rangos de porosidad del 70-75%. No obstante, existen otros procesos cuyo fundamento técnico es la fusión controlada de polvos metálicos, como es el caso de la manufactura aditiva [32, 33]. Este método de fabricación de espumas metálicas consiste en la fusión progresiva de una mezcla de polvos metálicos mediante haz de láser o electrones, siendo posible producir espumas metálicas con geometrías altamente complejas en rangos de porosidad del 85-95%, como la que se muestra en la Figura 2.6b.

Recientemente ha sido propuesto y estudiado un proceso de espumado por medio de tratamiento térmicos, cuyo fundamento técnico radica en inducir la formación de porosidad intrínseca (esto es, sin la adición de agentes externos) mediante una reacción peritética ternaria por medio de tratamientos térmicos en un rango de temperatura de 850-900 °C, en composiciones específicas del sistema Al-Cu-Fe, e.g., $\text{Al}_{58}\text{Cu}_{27}\text{Fe}_{15}$ [34] y $\text{Al}_{68}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{12}$ [35]. Esta técnica es conocida como espumado *in-situ* [34, 35], y tiene lugar gracias a la reacción $L+\beta+\lambda\rightarrow\iota$, involucrando la coexistencia de la fase cuasi-cristalina (con simetría no traslacional) $\iota\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ con las fases $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ y $\beta\text{-AlFe}$, con estructura cristalina

monoclinica y cúbica, respectivamente, obteniendo especímenes como el que se muestra en la Figura 2.6c.



Figura 2.6 Espumas metálicas producidas por los métodos de (a) pulvimetalurgia [36], (b) manufactura aditiva (imagen propia), y (c) espumado *in-situ* (imagen propia).

2.4 Propiedades de las espumas metálicas

Como ha sido mencionado previamente, las espumas metálicas son un tipo de material celular que combina las propiedades inherentes de los metales (conductividad térmica y eléctrica, propiedades mecánicas) con las ventajas ofrecidas por una estructura celular (baja densidad, alta porosidad, gran relación superficie/volumen), convergiendo conjuntamente en un material con una gran relación resistencia peso (Figura 2.7), aunado a otras características de gran relevancia funcional. Por tal motivo, es fundamental poner en contexto las propiedades y características de interés en las espumas metálicas, desde la perspectiva del diseño del material.

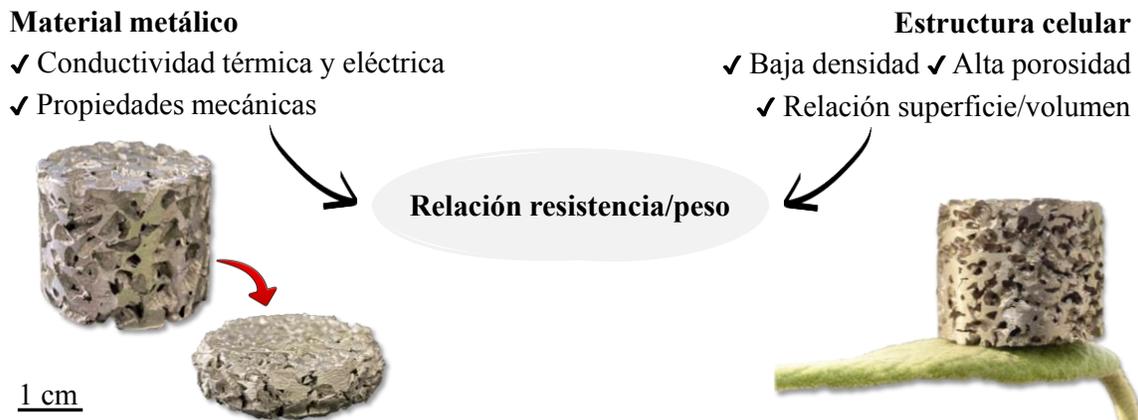


Figura 2.7 Propiedades de las espumas metálicas (imagen propia).

2.4.1 Propiedades físicas y estructurales

Las propiedades físicas y estructurales de las espumas metálicas describen la macroestructura del material, siendo la densidad relativa y el porcentaje de porosidad las dos propiedades más importantes a considerar en términos de diseño. La densidad relativa (ρ^*) se refiere a la relación entre la densidad de la espuma metálica (ρ_{Espuma}) y la densidad del metal o aleación constituyente de su fase sólida ($\rho_{\text{Metal/aleación}}$), siendo parámetro adimensional estimado a partir de la Ecuación 2.1 [2].

$$\rho^* = \frac{\rho_{\text{Espuma}}}{\rho_{\text{Metal/aleación}}} \quad (2.1)$$

Por su parte, el porcentaje de porosidad (Φ), o simplemente porosidad, se refiere a la fracción del volumen ocupado por las celdas dispersas en el material (V_{Celdas}) con respecto al volumen total de la pieza (V_{Total}) [2]. La porosidad es considerada como efectiva cuando la fase celular es continua (celda abierta), o absoluta cuando esta es discontinua (celda cerrada) [37], siendo estimada en ambos casos a partir de la Ecuación 2.2 [37], en unidades de porcentaje (%).

$$\Phi = \frac{V_{\text{Celdas}}}{V_{\text{Total}}} (100) \quad (2.2)$$

Ambas variables proporcionan información útil sobre la proporción de la fase celular con respecto a la fase sólida del material, siendo complementarias entre sí. Otras variables de gran importancia para considerar en el diseño de espumas metálicas son el espesor de pared celular, el número de celdas por pulgada, y la relación superficie/volumen del material, las cuales proporcionan información sobre la distribución y las repercusiones de la geometría de las celdas en la estructura celular. El espesor de pared celular (t_{Pared}) se refiere a la distancia media existente entre dos celdas, estimada como el promedio aritmético de una cantidad finita de mediciones aleatorias realizadas sobre la espuma metálica. Por su parte, el número de celdas por pulgada (CPP) se refiere a la cantidad de celdas contenidas en una pulgada lineal a lo largo de cualquier dirección de la pieza estudiada. Finalmente, la relación superficie/volumen se refiere a la proporción existente entre la superficie total proyectada por la fase celular de la espuma metálica con respecto al volumen total de la muestra analizada, brindando información sobre la superficie efectiva de trabajo en el material, la cual es de gran relevancia para aplicaciones relacionadas a la conducción térmica y eléctrica de esta.

2.4.2 Propiedades mecánicas

En la Figura 2.8 se muestra el diagrama esfuerzo-deformación bajo carga uniaxial de compresión típico de una espuma metálica, con respecto a su equivalente sin estructura celular. Este diagrama se divide en tres regiones diferentes: zona de elasticidad lineal, región de plateau y densificación, en función del mecanismo de deformación el material mostrado en la Figura 2.9.

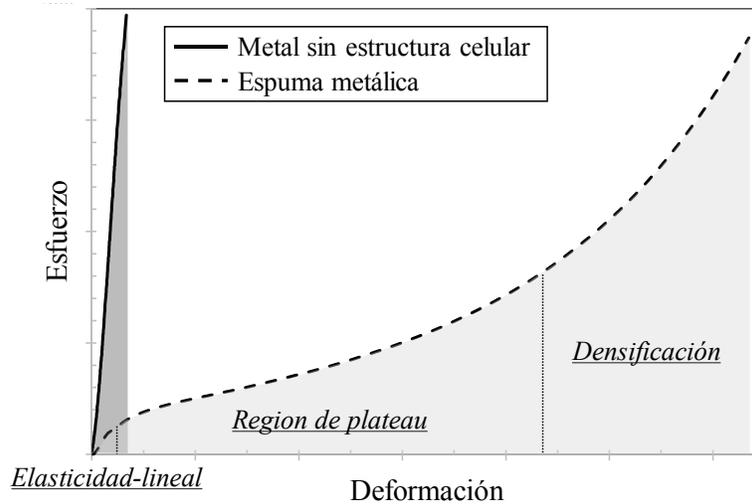


Figura 2.8 Diagrama esfuerzo-deformación bajo carga uniaxial de compresión típico de una espuma metálica, con respecto a un metal sin estructura celular (imagen propia).

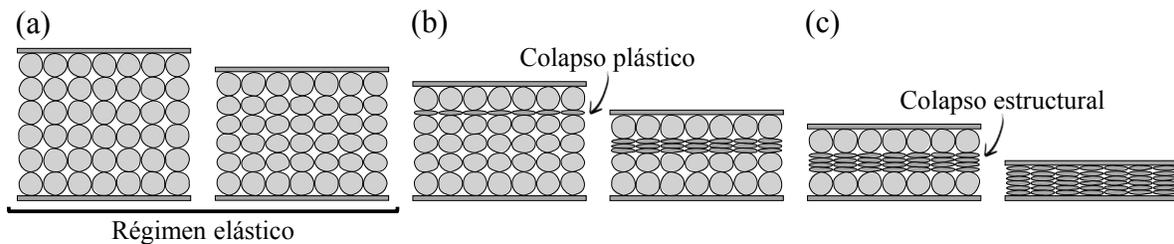


Figura 2.9 Mecanismo de deformación de las espumas metálicas (a) región de elasticidad-lineal, (b) región de plateau, (c) densificación del material (imagen propia).

La sección inicial corresponde a la región de elasticidad-lineal, la cual se caracteriza por la proporcionalidad existente entre el esfuerzo y la deformación, gracias a que la carga aplicada no ha excedido el límite elástico del material (Figura 2.9a). Subsecuentemente tiene lugar la región de plateau o meseta, la cual inicia con el colapso de las primeras paredes celulares como consecuencia del colapso plástico de la espuma metálica. Esta región se caracteriza por presentar gran deformación con un incremento sutil y progresivo de la carga aplicada (Figura

2.9b), siendo crítica para fines de diseño al presentar el mayor porcentaje de deformación plástica del material, con este último todavía manteniendo su carácter celular. Finalmente ocurre la densificación del material, la cual inicia tras el colapso estructural de la espuma metálica como consecuencia de la deformación casi total de sus paredes celulares (Figura 2.9c). Esta región se caracteriza por presentar un incremento súbito de la pendiente del diagrama esfuerzo-deformación debido a que la espuma metálica comienza a presentar un comportamiento mecánico similar al de su equivalente sin estructura celular [38], por lo que la carga necesaria para deformar el material incrementa significativamente.

La ventaja más importante en términos de comportamiento mecánico que presenta una espuma metálica con respecto a su equivalente sin estructura celular es la cantidad de deformación plástica que la primera puede experimentar bajo ciertas condiciones de carga, como se aprecia en la Figura 2.8, motivo por el cual este material representa un medio idóneo para la absorción y disipación de energía mediante la deformación plástica inducida [22, 39]. Para fines prácticos, la capacidad de absorción de energía (W) es generalmente tomada como el área bajo la curva del diagrama esfuerzo-deformación, estimada a partir de la Ecuación 2.3 [22], en unidades de MJ/m^3 .

$$W = \int_0^{\varepsilon} \sigma d\varepsilon \quad (2.3)$$

De esta manera, es claramente visible la diferencia de W entre una espuma metálica con respecto a su equivalente sin estructura celular. Cabe mencionar que el diagrama-esfuerzo deformación de una espuma metálica proporciona otras propiedades mecánicas relevantes en el desempeño del material, como los esfuerzos de colapso plástico y de plateau. El esfuerzo de colapso plástico (σ_{cp}) se refiere al esfuerzo correspondiente al primer cambio de pendiente en la curva esfuerzo-deformación, representando la transición entre el régimen elástico y el plástico [40]. Por su parte, el esfuerzo de plateau (σ_{pi}) se refiere al esfuerzo medio de la región de plateau, siendo estimado como el promedio aritmético del esfuerzo entre el 20% y el 40% de deformación [38, 40]. Ambas variables proporcionan información sobre relación resistencia/peso (resistencia específica) de las espumas metálicas. El módulo de Young (E) en este tipo de material suele ser estimado como una aproximación de la proporcionalidad existente entre el esfuerzo y la deformación en la región inicial del diagrama, debido a la dificultad para su cálculo derivada de su estructura celular altamente irregular.

2.5 Aplicaciones de las espumas metálicas

Las posibles aplicaciones de las espumas metálicas dependen principalmente de la interconexión física entre las celdas del material, como se muestra en la Figura 2.10. En este sentido, el uso de espumas de celda cerrada suele reservarse para aplicaciones en estructuras ligeras y en la disipación de impacto, mientras que las espumas de celda abierta presentan una mayor funcionalidad, gracias a su fase celular continua, motivo por el cual se pueden usar en disipación térmica, aislamiento acústico, conducción de fluidos, filtración, andamios para reacciones químicas, biomateriales, y al igual que sus análogas de celda cerrada, en estructuras ligeras y en disipación de impacto [14, 18].

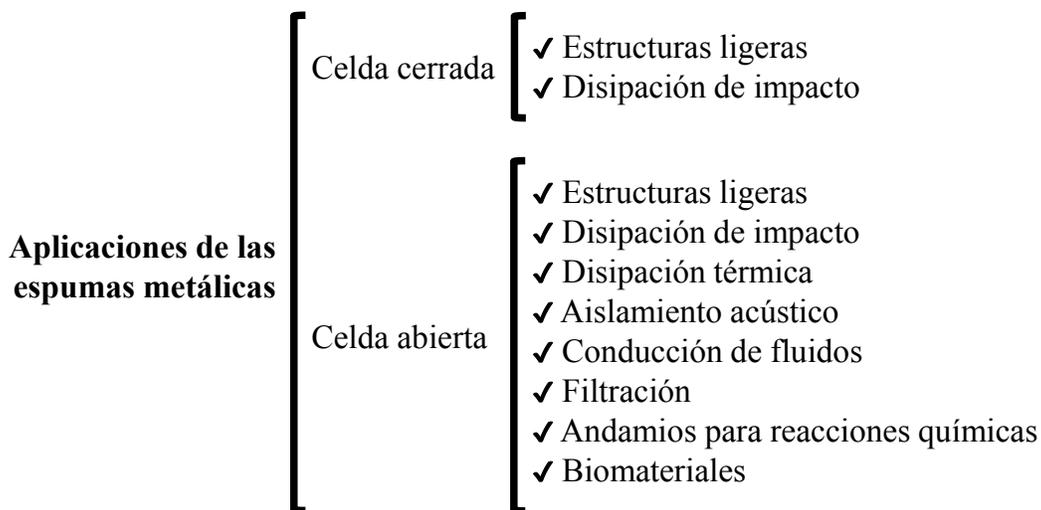


Figura 2.10 Aplicaciones de las espumas metálicas en función del tipo de celda (imagen propia).

2.5.1 Estructuras ligeras y disipación de impacto

El uso más generalizado que se le ha dado a las espumas metálicas en estructuras ligeras y en disipación de impacto es su implementación como núcleo celular en estructuras tipo sándwich (Figura 2.11a) multipropósito. Por una parte, estas estructuras pueden desempeñar funciones de carga y soporte en elementos para la edificación de inmuebles, así como en la manufactura de medios de transporte (e.g., aviones y automóviles), donde una reducción del peso final del producto representa una disminución del consumo de combustible usado para su movilidad. No obstante, este tipo de estructuras pueden simultáneamente desempeñarse como tecnología altamente funcional en la disipación de impacto, partiendo de que esta propiedad se refiere a la capacidad de un material para absorber o mitigar la energía

producida por una fuente externa mediante su deformación plástica, hasta el punto de su fallo o colapso estructural. De esta manera, el uso de estructuras tipo sándwich es rentable como tecnología balística en muros de edificios y en la carcasa de vehículos blindados [41, 42], así como en la reducción de los daños causados por siniestros en choques automotrices.

2.5.2 Disipación térmica y aislamiento acústico

El uso de espumas metálicas en disipación térmica ha sido implementado en intercambiadores de calor de placas y aletas, en los cuales, el incremento del área efectiva de intercambio de calor es crucial para una transferencia de calor eficiente [43], asimismo aprovechando la gran conductividad térmica inherente de los metales. Por su parte, el uso de este material en aislamiento acústico ocurre mediante dos mecanismos, a partir del efecto viscoso y térmico causado por la propagación de las ondas sonoras en el material. El primer mecanismo (efecto viscoso) consiste en mitigar las ondas sonoras por medio de la fricción resultante entre estas y el aire, así como con las paredes celulares del material, mientras que el segundo mecanismo (efecto térmico) radica en transformar la vibración generada por las ondas sonoras en energía calorífica, la cual asimismo es disipada por la estructura celular [44, 45]. En la Figura 2.11b se muestra un silenciador neumático comercial, para reducir la contaminación acústica generada por ciertas máquinas y dispositivos.

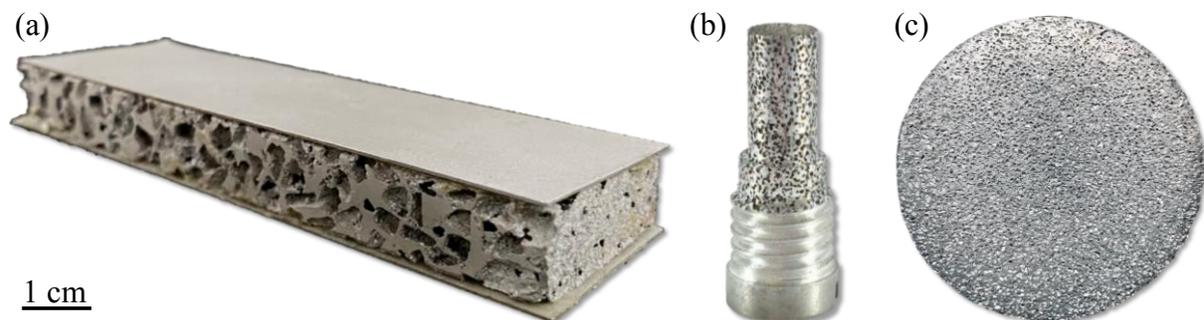


Figura 2.11 Algunas aplicaciones de las espumas metálicas (a) estructuras tipo sándwich (imagen propia), (b) silenciadores neumáticos [46], (c) filtros (imagen propia).

2.5.3 Conducción de fluidos y filtración

Una de las aplicaciones de las espumas metálicas que más relevancia histórica ha tenido es su capacidad para conducir fluidos, debido en gran medida a los beneficios ofrecidos por la

naturaleza metálica de su fase sólida. Por tal motivo, el estudio de la permeabilidad y el comportamiento hidráulico de este material ha sido el objeto de estudio de múltiples investigaciones, buscando establecer el desempeño de las espumas metálicas bajo diversas condiciones de flujo, así como su interacción con diferentes fluidos de prueba. Recientemente ha sido propuesto el uso de espumas de Al como elementos estabilizadores de pozo, con aplicación directa en el sector energético para la extracción y transporte de hidrocarburos [47]. Asimismo, se ha sugerido el uso de este material como elementos de filtración (Figura 2.11c) para diversos propósitos, como la separación de partículas, ensayos reológicos, etc.

2.5.4 Andamios para reacciones químicas y biomateriales

En la actualidad, las espumas metálicas (y materiales celulares en general) representan una alternativa de gran potencial para un sinnúmero de problemáticas competentes a la ciencia e ingeniería de materiales, de cara a los retos y desafíos ineludibles al proceso de desarrollo de nuevas tecnologías. Un ejemplo de esto es el uso de espumas metálicas como andamios (o plataforma) para reacciones químicas y procesos electroquímicos, aprovechando la reactividad química (Mg, Li) y la conductividad eléctrica (Al, Cu) de algunos metales. De esta manera, ha sido propuesto el uso de espumas de Mg impregnadas con Li como filtros en chimeneas industriales como captadores de CO₂, gracias a la alta reactividad química de este gas con el Li₂O [48]. Asimismo, el uso de espumas de Cu ha sido sugerido como una alternativa viable para la purificación eficiente de aguas residuales mediante un proceso de electrolisis [49].

A la fecha, el uso de espumas metálicas ha incursionado en el campo de los biomateriales, llegando a ser considerado incluso un medio propicio para constituir elementos de fijación ósea [50] y como andamios para regeneración tisular [16], aprovechando la biocompatibilidad de algunos metales (Ti, Mg) y la posibilidad de controlar las características de su fase celular.

2.6 Aluminio y sus aleaciones

El Al es actualmente el elemento metálico no ferroso más usado a nivel mundial en un sinnúmero de aplicaciones de todo tipo, gracias a sus propiedades físicas y químicas (Tabla 2.1), así como a su gran abundancia en la corteza terrestre. No obstante, este metal generalmente es

aleado con otros elementos para incrementar sus propiedades mecánicas, debido a que por sí mismo, su rendimiento mecánico suele ser insuficiente para muchas aplicaciones. De esta manera, las aleaciones de Al constituyen una familia de materiales metálicos con propiedades ideales (y adaptables) para satisfacer numerosas necesidades industriales, gracias a su resistencia a la corrosión, conductividad térmica y eléctrica, resistencia específica, tenacidad, facilidad de trabajo y de adhesión a otros componentes, además de su reciclabilidad [51].

Tabla 2.1 Propiedades físicas y químicas del Al [52].

Propiedades físicas		Propiedades químicas	
Punto de fusión	660 °C	Símbolo	Al
Punto de ebullición	2450 °C	Número atómico	13
Densidad	2.71 g/cm ³	Masa atómica	26.98 g/mol
Calor específico	0.90 J/g°C	Radio atómico	1.43 Å
Conductividad térmica	238 W/m°C	Valencia	3
Resistividad eléctrica	2.7 x10 ⁻⁶ Ωcm	Estado de oxidación	+3
		Electronegatividad	1, 5
		Estructura cristalina	FCC

Las aleaciones de Al son clasificadas comercialmente como aleaciones de Al forjado y aleaciones de Al fundido, según los criterios establecidos por la Asociación Americana del Aluminio [51]. Las aleaciones de Al forjado son aquellas que fueron producidas en lingotes o tochos, y que posteriormente fueron trabajadas mediante algún proceso metalúrgico, e.g., laminado, extrusión, forja, estirado, etc., para fabricar productos semiacabados a partir de los cuales se elaboran posteriormente productos de uso final. Por su parte, las aleaciones de Al fundido se refiere a aquellas que generalmente se utilizan en piezas fundidas con forma final o casi final, así como el lingote a partir del cual fueron fabricadas dichas piezas fundidas, generalmente evitando procesos metalúrgicos posteriores [51].

El sistema de designación de aleaciones de Al forjado consiste en cuatro dígitos numéricos:

- El primer dígito (XXXX) define el aleante principal de esa familia (serie) de aleaciones, de acuerdo con la Tabla 2.2. La serie se identifica mediante ese número, así como por elementos o elementos de aleación asociados.

- El segundo dígito (XXXX) define las variaciones en la aleación básica original, siendo (0) para la composición original, (1) para la primera variación, (2) para la segunda variación, y así sucesivamente. Las variaciones se definen normalmente por diferencias en uno o más elementos de aleación del 0.15 al 0.50% o más, dependiendo del nivel del elemento añadido.
- El tercer y cuarto dígito (XXXX) designan la aleación específica dentro de la serie, sin tener un significado especial, ni siguiendo necesariamente una secuencia.

Tabla 2.2 Sistema de designación de aleaciones comerciales de Al [51].

Aleación	Aleante principal
1XXX	Al (pureza comercial)
2XXX	Cu
3XXX	Mn
4XXX	Si
5XXX	Mg
6XXX	Mg, Si
7XXX	Zn
8XXX	Otros elementos (Fe, Sn, etc)
9XXX	Sin asignación

2.6.1 Generalidades de las aleaciones comerciales de Al

A continuación, se describen brevemente algunos aspectos generales sobre cada una de las series comerciales de Al:

- Serie 1XXX: las aleaciones de esta serie son de Al puro (pureza comercial) y sus variaciones; las composiciones con un 99% o más de Al pertenecen por definición a esta serie. Las composiciones de la serie 1XXX no responden al tratamiento térmico de solución, pero pueden reforzarse mediante un endurecimiento por deformación.
- Serie 2XXX: las aleaciones de esta serie tienen Cu como principal elemento de aleación; son tratables térmicamente, respondiendo al tratamiento de solución gracias a la solubilidad del Cu en el Al.
- Serie 3XXX: las aleaciones de esta serie tienen Mn como principal elemento de aleación; no son tratables térmicamente, pero son endurecibles por deformación.

- Serie 4XXX: las aleaciones de esta serie tienen Si como principal elemento de aleación; son tratables térmicamente en algunos casos, dependiendo de la cantidad de Si y de los demás constituyentes de la aleación.
- Serie 5XXX: las aleaciones de esta serie tienen Mg como principal elemento de aleación; no son tratables térmicamente, pero son endurecibles por deformación.
- Serie 6XXX: las aleaciones de esta serie tienen Mg y Si como principales elementos de aleación; son tratables térmicamente, formando precipitados de Mg_2Si (siliciuro de magnesio) tras el tratamiento térmico de solución.
- Serie 7XXX: las aleaciones de esta serie tienen Zn como principal elemento de aleación, teniendo a menudo cantidades significativas de Cu y Mg; son tratables térmicamente.
- Serie 8XXX: las aleaciones de esta serie contienen uno o varios de los principales elementos de aleación menos utilizados, como Fe o Sn. Las características de esta serie dependen del elemento o elementos principales de aleación [51].

2.7 Tratamientos térmicos en aleaciones de Al

Un tratamiento térmico es un proceso termodinámico generalmente llevado a cabo de manera subsecuente a la fabricación de piezas y componentes metálicos, cuyo propósito principal es modificar la estructura cristalina y microestructura de estos materiales, mediante ciclos controlados de calentamiento y enfriamiento. Los tratamientos térmicos se pueden usar eficazmente para que piezas y componentes metálicos adquieran las propiedades físicas y mecánicas deseadas sin alterar la forma final del producto, gracias a que la mayoría de las transformaciones de fase están controladas por la temperatura y el tiempo del tratamiento térmico [53].

El fundamento termodinámico de los tratamientos térmicos radica en promover la difusión progresiva de los átomos del material, con el fin de lograr arreglos microestructurales y transformaciones de fase definidas en función de las condiciones y parámetro de tiempo y temperatura, modificando la dureza, resistencia, y ductilidad del material. A continuación, se describen brevemente los tratamientos térmicos más comunes en aleaciones de Al:

- Recocido: su propósito esencial es restablecer la estructura de los granos, al restaurar los planos de deslizamiento de las dislocaciones como resultado de la eliminación de los

esfuerzos residuales en piezas de fundición o sometidas a procesos metalúrgicos.

- Homogeneizado: su propósito esencial es reducir la segregación química resultante del proceso de fundición, logrando así una microestructura más uniforme a través de la pieza gracias a la eliminación de posibles gradientes de concentración química.
- Solución sólida (o simplemente solución): su propósito esencial es disolver los elementos aleantes minoritarios en la matriz del elemento mayoritario. El tratamiento térmico de solución generalmente precede al tratamiento térmico de envejecimiento, debido a la distribución uniforme de los elementos minoritarios alcanzada tras su realización.
- Envejecimiento: su propósito esencial es inducir la formación y crecimiento de precipitados constituidos por los elementos minoritarios, los cuales generalmente incrementan la dureza y resistencia mecánica de la aleación. Este tratamiento térmico puede ocurrir de manera natural y artificial.

2.7.1 Tratamientos térmicos de solución y envejecimiento

Los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento suelen realizarse con el fin de incrementar las propiedades mecánicas de aleaciones de Al, mediante el crecimiento de precipitados endurecedores o de refuerzo a través de la matriz constituida por este metal [54].

El tratamiento térmico de solución consiste en formar una solución sólida sobresaturada, e idealmente monofásica, constituida por la red del Al saturada por los átomos de los elementos aleantes (Cu, Mg, Zn, etc.), dando lugar así a la fase α -Al sobresaturada (α_{ss}). Este tratamiento térmico se lleva a cabo mediante el calentamiento de la aleación a una temperatura por encima de su línea de solvus, de acuerdo con el diagrama de fase correspondiente, durante periodos de tiempo relativamente cortos (<5 h). A continuación, se realiza un temple o enfriamiento súbito (Figura 2.12), con el objetivo de congelar la fase α -Al, obteniendo α_{ss} (Figura 2.12a), la cual al ser una condición fuera del equilibrio, presenta inestabilidad termodinámica [54].

El tratamiento térmico de envejecimiento, por su parte, consiste en formar y crecer precipitados endurecedores o de refuerzo desde la solución sólida producida previamente. Este tratamiento térmico usualmente se lleva a cabo de manera artificial, mediante el calentamiento de la aleación en un rango de temperatura entre 100 y 200 °C, durante periodos

de tiempo más prolongados (>5 h), seguido de un enfriamiento progresivo a temperatura ambiente (Figura 2.12) [54].

El mecanismo de endurecimiento de los precipitados consiste en que estos actúen como obstáculos para el movimiento de dislocaciones a través de los planos cristalinos del material tras la aplicación de una carga externa sobre este, incrementando así el esfuerzo necesario para provocar su deformación. El nivel de endurecimiento o reforzamiento alcanzado tras el tratamiento térmico de envejecimiento dependerá principalmente del tamaño y distribución de los precipitados formados (Figura 2.12b), por lo que establecer los parámetros de tiempo y temperaturas óptimos en función de la composición química es crucial para que la aleación alcance las propiedades mecánicas deseadas.

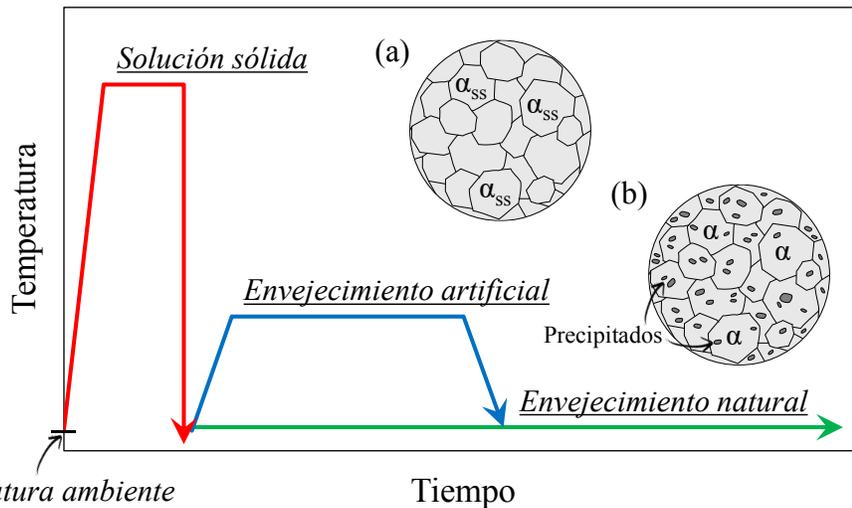


Figura 2.12 Tratamientos térmicos de solución y envejecimiento en aleaciones de Al, con la microestructura típica tras el tratamiento térmico de (a) solución sólida, (b) envejecimiento artificial (imagen propia).

Tabla 2.3 Precipitados formados en aleaciones de Al tras los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento en función del aleante principal, con sus respectivas transiciones [54].

Aleante	Transiciones	Precipitado
Cu	GP [1] → GP [2] o θ'' → θ'	θ- Al ₂ Cu
Ag	Zonas ricas en Ag → γ'	γ- Ag ₂ Al
Mg, Si	GP _{Mg, Si} → β'	β- Mg ₂ Si
Mg, Cu	GP _{Mg, Cu} → S'	S- Al ₂ CuMg
Mg, Zn	Zonas ricas en Mg, Zn → η'	η- Zn ₂ Mg

La evolución microestructural de las aleaciones de Al tras los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento cumple la siguiente secuencia, en función de la estabilidad termodinámica del sistema (de menor a mayor estabilidad):

Solución sólida (α_{ss}) *inestable* → Transiciones *metaestables* → Precipitados *estables*

La estabilidad termodinámica, en este contexto, está relacionada con el nivel de distorsión y deformación local causada en la red del Al por los aleantes, en cada una de las etapas de la evolución microestructural del sistema. La solución sólida sobresaturada α_{ss} suele ser termodinámicamente inestable, como resultado de la gran deformación local causada por los átomos intersticiales y sustitucionales en la red del Al, así como por las vacancias generadas [55]. Las transiciones por su parte suelen ser metaestables, partiendo de zonas ricas o con alta concentración de átomos del aleante principal. En algunos casos, cuando los átomos aglomerados se agrupan en una secuencia alternada con composición química definida, se forman zonas de Guinier-Preston (GP) [54, 56]. Los precipitados son finalmente formados como resultado del crecimiento sistemático de las aglomeraciones de soluto tras un proceso de difusión progresiva, presentando generalmente el estado de mayor estabilidad termodinámica. La Tabla 2.3 muestra las transiciones y precipitados formados tras el proceso de envejecimiento, en función del aleante principal de la aleación de Al.

Basado en la anterior, es evidente que el tratamiento térmico de envejecimiento artificial no solo aprovecha la distribución homogénea del soluto alcanzada a través de la aleación tras el tratamiento térmico de solución, sino que también se favorece de las condiciones termodinámicas resultantes de la sobresaturación de la red de Al. No obstante, la inestabilidad termodinámica inherente de α_{ss} puede resultar en un efecto indeseable y potencialmente adverso para fines de manufactura, en casos de almacenamiento prolongado de la aleación en esta condición, como consecuencia del envejecimiento natural suscitado a temperatura ambiente durante periodos de tiempo prolongados (Figura 2.12).

2.8 Permeabilidad y propiedades hidráulicas

La permeabilidad es una propiedad hidráulica fundamental en el estudio de medios porosos, que se refiere a la capacidad de éstos para conducir fluidos a través de su porosidad intrínseca [37]. La estimación de esta propiedad es de gran importancia para fines de diseño y

caracterización de materiales celulares, ya que proporciona información útil sobre la interacción entre su estructura celular y el flujo de líquidos y gases, para sugerir el uso de estos materiales en aplicaciones específicas relacionadas a la conducción de fluidos en función de sus características.

La magnitud de la permeabilidad depende principalmente de las propiedades físicas y estructurales del medio, es decir, geometría, distribución e interconexión física entre sus celdas y poros. Asimismo, los modelos teóricos usados para su estudio (y el de otras propiedades hidráulicas) son diversos, basados en las condiciones del flujo transmitido, y la interacción entre la superficie del material y el fluido. Uno de los modelos más recurrentes para estimar la permeabilidad de medios porosos es la ley de Darcy [37], la cual sugiere que el gradiente de presión ($-dP/dx$) para un flujo a través de un medio poroso es linealmente proporcional al producto de la velocidad superficial (v) y la viscosidad dinámica (μ) del fluido transmitido, e inversamente proporcional al coeficiente de permeabilidad (κ) del medio poroso [57, 58], de acuerdo con la Ecuación 2.4 [58].

$$-\frac{dP}{dx} = \frac{\mu}{\kappa} v \quad (2.4)$$

La ley de Darcy asume que el fluido transmitido es incompresible (en el caso de líquidos) y que no reacciona con la superficie del medio poroso, que el medio poroso es homogéneo y continuo, y que el flujo es lineal e isotérmico. Asimismo, este modelo considera que las fuerzas de inercia y la fricción entre la superficie y el fluido son despreciables. No obstante, la ley de Darcy es válida únicamente en un rango limitado de velocidades de flujo, ya que a medida que esta variable aumenta, la ley de Darcy falla en describir con precisión el coeficiente de permeabilidad, debido a que desaparece la correlación lineal entre el gradiente de presión y la velocidad alcanzada por el fluido transmitido. En estos casos, el flujo migra del régimen de Darcy al régimen de Forchheimer, en el cual las fuerzas de inercia y viscosas empiezan a ser significativas, por lo que la disipación de energía se convierte en la suma de ambos fenómenos.

La ecuación de Forchheimer considera el efecto inercial microscópico y captura el impacto de la fuerza ejercida por cualquier superficie sólida sobre el fluido, resultando en un término de segundo orden que representa el efecto resultante en la caída de presión, como se muestra en la Ecuación 2.5 [58], donde β es el coeficiente de arrastre (no Darcy), ρ es la densidad del

fluido transmitido, y v^2 es la velocidad superficial alcanzada por el fluido transmitido, elevada al cuadrado [58, 59].

$$-\frac{dP}{dx} = \frac{\mu}{\kappa} v + \beta \rho v^2 \quad (2.5)$$

El inicio exacto del régimen de Fochheimer ha sido tema de debate entre diversos autores, sin embargo, el consenso general sugiere el cálculo de un número de Reynolds ajustado para medio poroso (Re_p) como criterio para discernir entre ambos tipos de flujo. Este parámetro es adimensional, y se estima mediante la Ecuación 2.6 [57, 58], en función del diámetro medio representativo de las celdas (D_C).

$$Re_p = \frac{\rho D_C v}{\mu} \quad (2.6)$$

El flujo se considera Darcy cuando el número de Reynolds ajustado para medio poroso es inferior a 100 ($Re_p < 100$), mientras que cuando dicho parámetro excede este límite ($Re_p > 100$), el flujo es considerado en el régimen de Forchheimer [58-62]. La magnitud de la velocidad superficial (v) usada para el cálculo de Re_p (y demás propiedades hidráulicas) varía en función de las características propias del medio poroso. En el caso de las espumas metálicas, el valor de v puede ser estimado a partir de la porosidad (Φ), el radio medio representativo de las celdas (r_C), y el flujo o caudal (Q) transmitido a través del material, mediante la Ecuación 2.7 [63].

$$v = \frac{3 \Phi}{2 \pi r_C^2} Q \quad (2.7)$$

Capítulo 3

Desarrollo experimental

En este capítulo se describe a detalle el fundamento técnico y físico de las técnicas y procesos usados para la realización de este trabajo de investigación. Este capítulo se divide en dos secciones, iniciando con el proceso y las variables involucradas en la fabricación de las espumas de Al estudiadas en este trabajo. La segunda sección, por su parte, comprende las técnicas de caracterización usadas para determinar las propiedades físicas, estructurales, microestructurales, químicas, mecánicas e hidráulicas de las espumas de Al.

3.1 Fabricación de las espumas de Al

Las espumas de Al de celda abierta estudiadas en este trabajo de investigación fueron producidas por el método de infiltración en estado líquido [21, 22], usando partículas de NaCl como preforma sólida de sacrificio, y cargas de Al como metal a infiltrar. Las partículas de NaCl fueron separadas en tres intervalos de tamaño, haciendo uso de tamices con diferentes tamaños de abertura, para obtener espumas metálicas con celdas de 0.71-1.00 mm, 2.00-2.38 mm, y 3.35-4.75 mm (celdas pequeñas, medianas, y grandes, respectivamente). Por su parte, las cargas de Al consistieron en lingotes cilíndricos de tres aleaciones diferentes de este metal: Al (*Al-1100*, pureza comercial), Al-4.5Cu (%masa), y *Al-7075* (Al-Zn-Mg-Cu).

La infraestructura usada para la producción de las espumas de Al se muestra en la Figura 3.1, la cual consiste en un horno de resistencia Carbolite® (Figura 3.1a), un reactor cilíndrico de acero inoxidable (Figura 3.1b), una placa de Cu (Figura 3.1c) y un sistema de válvulas con

regulador de presión (Figura 3.1d), acoplado a una bomba mecánica de vacío (Figura 3.1e) y a un tanque de Ar (Figura 3.1f).

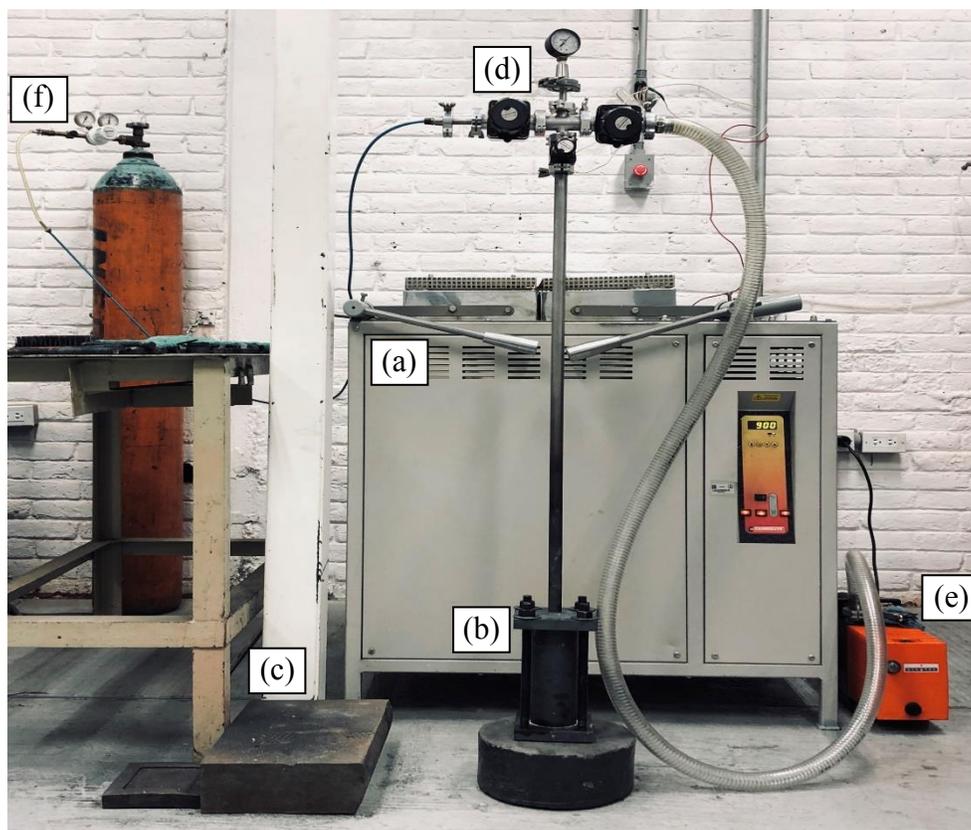


Figura 3.1 Infraestructura usada para la producción de las espumas de Al (a) horno de resistencia, (b) reactor cilíndrico de acero inoxidable, (c) placa de Cu, (d) sistema de válvulas con regulador de presión, (e) bomba mecánica de vacío, (f) tanque de Ar.

Las etapas del método de infiltración en estado líquido se muestran en la Figura 3.2. El proceso inicia con el ensamblado del reactor, para lo cual 330 g de NaCl y un lingote cilíndrico de 600 g de Al son colocadas en el interior de este (Figura 3.2a). A continuación, el reactor es cerrado herméticamente y acoplado al sistema de válvulas con regulador de presión, para ser purgado tres veces mediante ciclos de vacío y suministro de Ar (Figura 3.2b), con el fin de garantizar una atmósfera inerte en su interior. Posteriormente, el reactor es colocado en el interior del horno de resistencia trabajando a una temperatura de 780 °C, la cual es superior al punto de fusión del Al (~660 °C) pero inferior al punto de fusión del NaCl (~800 °C). Esta temperatura es mantenida durante 1 h bajo una atmósfera de Ar con presión controlada de 0.5 kg/cm², para fundir la carga (Figura 3.2c). Una vez que el Al se encuentra

en estado líquido, se procede a incrementar la presión de Ar al interior del reactor, para promover la infiltración del Al fundido a través de la preforma de NaCl (Figura 3.2d). La presión de infiltración varía de 1.2 a 2.1 kg/cm² durante intervalos de tiempo de 20 a 30 min, manteniendo una correlación directa en función del tamaño de las partículas de NaCl. Finalmente, el reactor es extraído del horno de resistencia y colocado sobre una placa de Cu, con el fin de direccionar verticalmente y en sentido ascendente la solidificación del Al, para promover la formación de la contracción (rechupe) fuera del volumen correspondiente a la preforma de NaCl (Figura 3.2e).

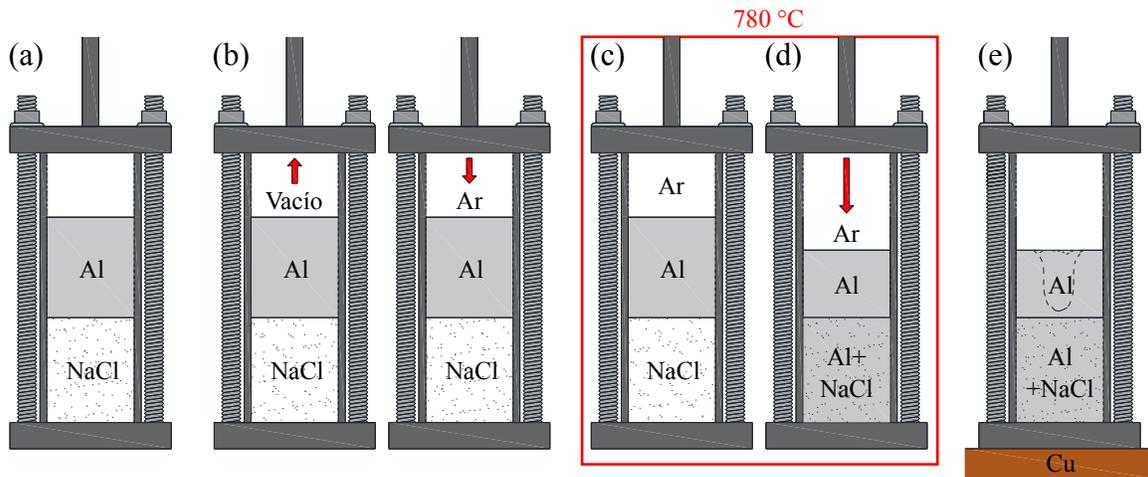


Figura 3.2 Etapas del método de infiltración en estado líquido (a) ensamblado, (b) purga, (c) fundición, (d) infiltración, (e) solidificación [64].

El compuesto Al+NaCl (Figura 3.3) obtenido como resultado del proceso de infiltración es extraído del reactor tras su enfriamiento a temperatura ambiente, para su maquinado en probetas cilíndricas con 2.54 cm de diámetro por 2.00 cm de longitud para ensayos de compresión (Figura 3.3a), y 3.81 cm de diámetro por 5.00 cm de longitud para ensayos de permeabilidad (Figura 3.3b). Finalmente, la preforma de NaCl es removida con agua destilada, usando una tina de baño ultrasónico (Figura 3.4a) y una parrilla de agitación magnética Cole-Parmer (Figura 3.4b), permaneciendo únicamente el Al infiltrado.

Las espumas producidas a partir de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 (Al-Zn-Mg-Cu) fueron sometidas a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial, usando un horno tipo mufla BIOBASE (Figura 3.5) programado en un rango de temperatura correspondiente a cada composición química.

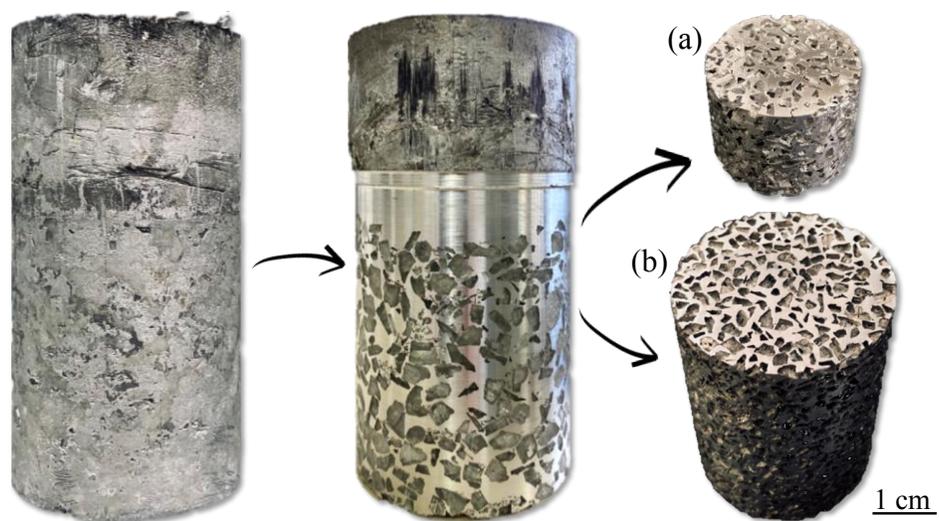


Figura 3.3 Composito Al+NaCl extraído del reactor tras el proceso de infiltración, probetas maquinadas para ensayos de (a) compresión, (b) permeabilidad.

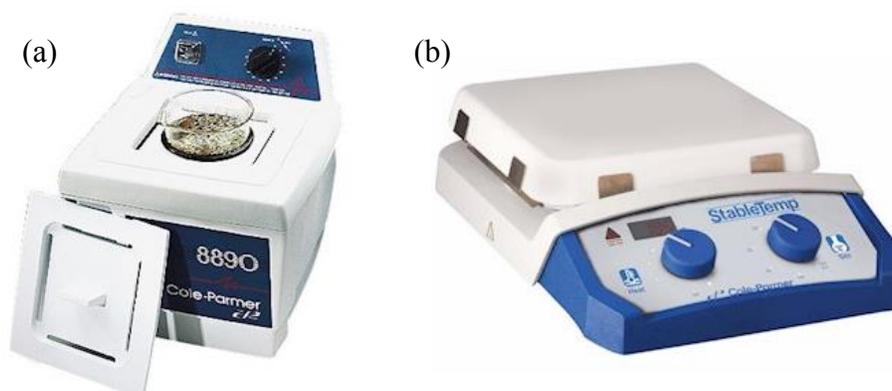


Figura 3.4 (a) Tina de baño ultrasónico, (b) parrilla de agitación magnética.



Figura 3.5 Horno tipo mufla.

3.2 Técnicas de caracterización

Las espumas de Al producidas y tratadas térmicamente fueron caracterizadas mediante técnicas cualitativas y cuantitativas de diversa índole, con el fin de determinar sus propiedades y características físicas, estructurales, químicas, microestructurales, mecánicas e hidráulicas.

3.2.1 Caracterización física y estructural

Las propiedades y características obtenidas mediante esta caracterización proporcionan información sobre la macroestructura del material, es decir, la coexistencia entre la fase sólida y la fase celular de las espumas. Las muestras producidas fueron inicialmente pesadas en una báscula, para obtener su masa en unidades de gramo (g). Posteriormente, se determinó el volumen de las probetas de compresión y permeabilidad a partir de las dimensiones correspondientes para cada caso, dando como resultado 10.13 y 57.00 cm³ (V_{Total}), respectivamente. La densidad de las espumas de Al fue estimada como la relación entre su masa y su volumen, en unidades de g/cm³. El volumen ocupado por la fase celular de las espumas (V_{Celdas} , en cm³) fue obtenido mediante picnometría de He, cuyo fundamento técnico radica en estimar el volumen de gas desplazado y el cambio de presión asociado cuando un cuerpo sólido es introducido en una celda de ensayo, a partir del principio de Arquímedes y la ley de Boyle [65]. El picnómetro de He Quantachrome Ultrapyc 1200e (Figura 3.6) fue calibrado a una presión de 19 psi, para lograr una mayor precisión de las mediciones realizadas.



Figura 3.6 Picnómetro de He.

La densidad relativa (ρ^*) y la porosidad (Φ) de las espumas de Al fueron estimadas mediante la Ecuación 2.1 y 2.2, respectivamente, a partir de los valores de masa, volumen y densidad obtenidos, así como por la densidad correspondiente a cada aleación de Al, es decir, 2.71, 2.79 y 2.81 g/cm³ para el *Al-1100*, *Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075*, respectivamente.

El espesor de pared celular (t_{pared}) y el número de celdas por pulgada (CPP) fueron estimados en función del tamaño de las celdas mediante análisis de imagen, usando el software Image J [66]. El espesor de pared celular se determinó como el promedio aritmético de 100 mediciones aleatorias realizadas sobre la sección transversal de las probetas estudiadas (Figura 3.7a), procesadas digitalmente para incrementar el contraste entre la fase celular y la fase sólida (Figura 3.7b). Por su parte, el número de celdas por pulgada se determinó a partir del conteo de las celdas interceptadas por una pulgada lineal trazada sobre las superficies planas de las espumas.

Adicionalmente, el área media representativa (A_C) de cada tamaño de celda fue determinada como el promedio aritmético de 160 mediciones realizadas del área proyectada por celdas aleatorias sobre las superficies planas de las probetas estudiadas (Figura 3.7a). Con los datos obtenidos, fue estimado el diámetro representativo (D_C) de los tres tamaños de celda, asumiendo áreas circulares.

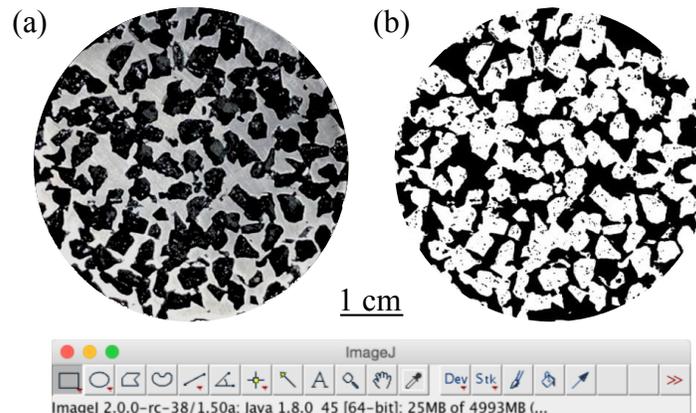


Figura 3.7 Superficie plana de una espuma de Al (a) antes y (b) después del procesamiento digital de imagen.

3.2.2 Caracterización química y microestructural

Las propiedades y características obtenidas mediante esta caracterización proporcionan información sobre la microestructura del material (morfología, distribución, y tamaño de las

fases y precipitados presentes en el metal). Las muestras producidas fueron inicialmente analizadas por fluorescencia de rayos X (FRX) usando un dispositivo Bruker Titan S1 (Figura 3.8a), con el fin de verificar la composición química de las aleaciones de Al estudiadas. Las muestras analizadas por FRX consistieron en espumas correspondientes a la condición de fundición, es decir, previo a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial. La evolución microestructural y la identificación de las fases formadas en las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 tras los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial fueron estudiadas mediante técnicas de calorimetría, difracción de rayos X, y microscopía electrónica de transmisión y de barrido. Inicialmente se llevaron a cabo análisis de calorimetría diferencial de barrido (CDB), usando un dispositivo para análisis térmico diferencial TA SDT Q600 (Figura 3.8b), con el fin de determinar las fases presentes en cada una de las aleaciones de Al estudiadas. Los análisis de CDB fueron realizados bajo una atmosfera de Ar, a velocidades de calentamiento de 5-20 °C/min, en rangos de temperatura de 100-700 °C, en función de las fases posiblemente presentes para cada aleación según su evolución microestructural. Las muestras analizadas por CDB consistieron en fragmentos de 50 mg tomados de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 tratadas térmicamente.

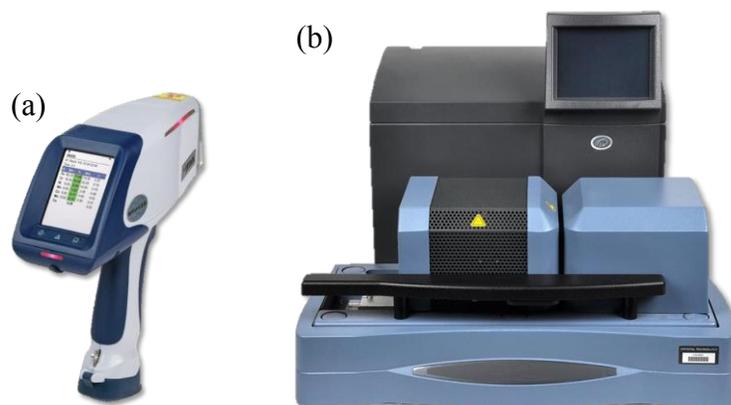


Figura 3.8 (a) Dispositivo de fluorescencia de rayos X, (b) dispositivo para análisis térmico diferencial.

La identificación de las fases presentes en cada sistema fue igualmente llevada a cabo mediante difracción de rayos X (DRX), usando un difractómetro Siemens Bruker D5000 (Figura 3.9). Los análisis de DRX fueron realizados en una geometría Bragg-Brentano, usando lampara de Cu con una longitud de onda de 1.54056 Å (Cu K α), con un paso de 0.02°

en un rango de 2θ de 20-100°. Las muestras analizadas por DRX consistieron en probetas preparadas mediante procedimientos metalográficos estándar, usando lijas con denominación 1000 como abrasivo. Los patrones de difracción obtenidos fueron indexados usando los softwares PDXL [67] y Match! [68], en función de los elementos presentes en cada aleación (Al, Cu, Zn, y Mg). Adicionalmente, la evolución (contracción o expansión) del parámetro de red de la celda de Al fue analizada mediante la comparación cualitativa de los picos de difracción (intensidad, ancho, simetría, corrimiento), y por medio del método Rietveld.



Figura 3.9 Difractómetro de rayos X.

El método o refinamiento Rietveld es una técnica ampliamente usada en ciencia e ingeniería de materiales para el estudio y caracterización de estructuras cristalinas, la cual consiste en la construcción teórica de un modelo ajustado al patrón de difracción experimental de un material mediante el método de mínimos cuadrados, permitiendo determinar con gran precisión algunas propiedades estructurales del material (estructura cristalina, parámetro de red, etc.) [69]. Los patrones de difracción obtenidos mediante DRX fueron refinados usando el software MAUD [70], con el fin de estimar el parámetro de red de las diferentes condiciones experimentales estudiadas con su respectivo desajuste respecto al cero del

goniometro (Figura 3.10), considerando orientación arbitraria para el cálculo del patrón de difracción teórico con respecto al experimental.

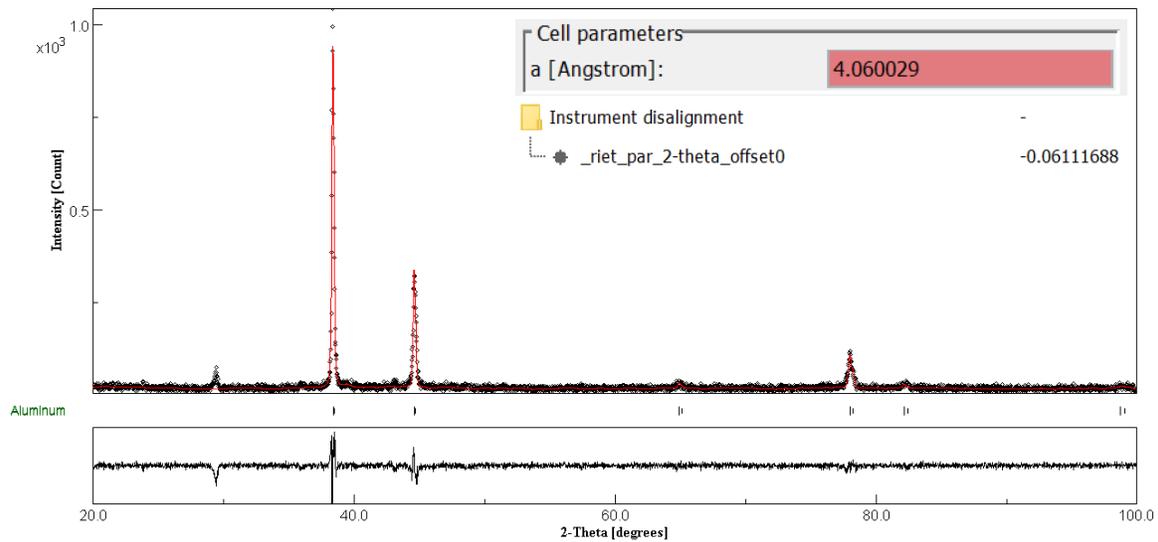


Figura 3.10 Refinamiento Rietveld de un patrón de difracción experimental, mediante el software MAUD.

La geometría y distribución de las fases presentes en cada aleación fue determinada mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y de transmisión (MET). Los análisis de MEB fueron llevados a cabo usando un microscopio de emisión de campo SEM JEOL JSM-7600F (Figura 3.11a), operando con un voltaje nominal de 20 kV en modo de electrones retrodispersados. Las micrografías obtenidas por MEB fueron químicamente mapeadas mediante espectroscopía de rayos X de energía dispersiva (EXD), usando un espectrómetro de rayos X Oxford INCA acoplado al microscopio. Las muestras analizadas por MEB consistieron en espumas metálicas preparadas mediante procedimientos metalográficos estandarizados en una pulidora, sin ataque químico para el revelado microestructural.

Los análisis de MET fueron llevados a cabo usando un microscopio de emisión de campo TEM/STEM JEOL ARM-200F (Figura 3.11b), operando con un voltaje de aceleración de 200 keV. Las micrografías obtenidas fueron químicamente mapeadas usando un espectrómetro de rayos X y electrones Oxford AZTEC acoplado al microscopio. Las muestras analizadas por MET consistieron en lamelas metálicas tomadas de las espumas, las cuales fueron inicialmente desgastadas mediante procedimientos metalográficos estandarizados usando una pulidora, hasta alcanzar un espesor máximo de 60 μm .

Posteriormente, las lamelas obtenidas fueron adelgazadas usando un dispositivo para desgaste iónico por haz de Ar Ion Beam Milling GATAN 691 PIPS (Figura 3.12a), hasta alcanzar un espesor de 100-150 nm. En algunos casos, las muestras analizadas por MET fueron preparadas usando un dispositivo de haz de iones focalizado con emisor de Ga FIB JEOL JEM-9320 (Figura 3.12b).

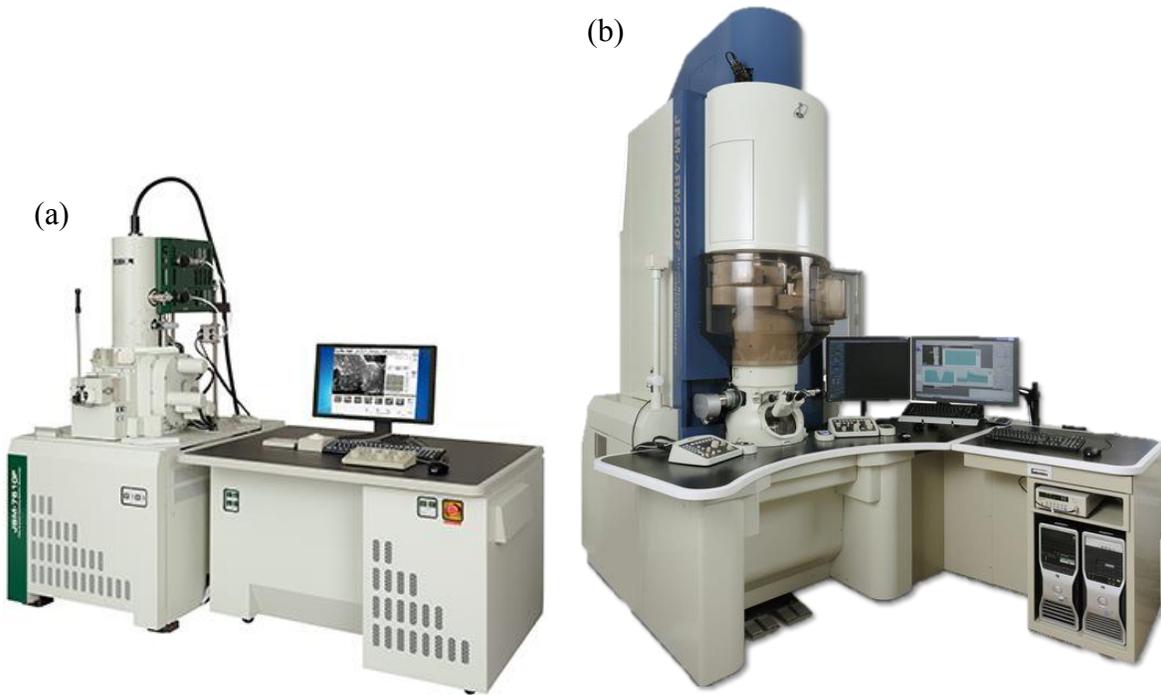


Figura 3.11 (a) Microscopio electrónico de barrido, (b) microscopio electrónico de transmisión.

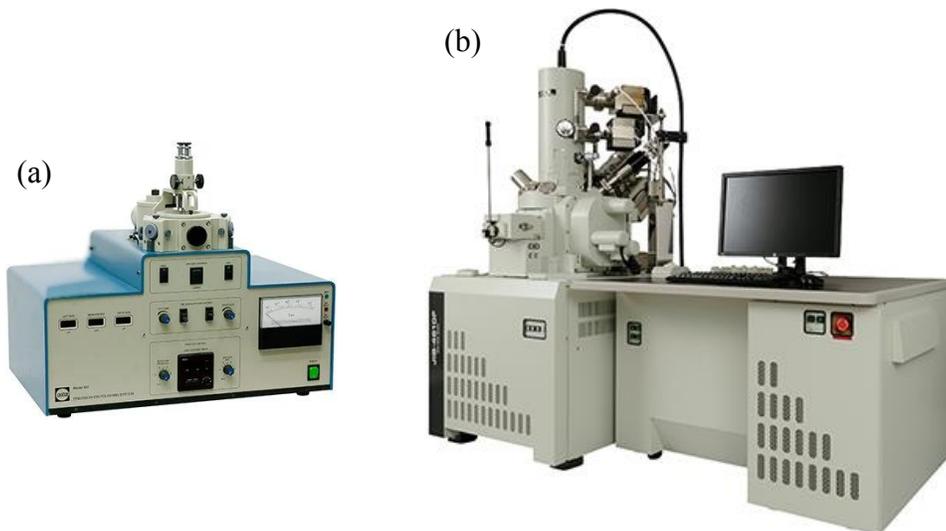


Figura 3.12 (a) Dispositivo para desgaste iónico, (b) dispositivo de haz de iones focalizado.

Las micrografías obtenidas por MET fueron analizadas usando el software Digital Micrograph, también conocido como Gatan Microscopy Suite [71] (Figura 3.13), como análisis complementario para la identificación de fases y precipitados presentes en algunas de las aleaciones de Al estudiadas.

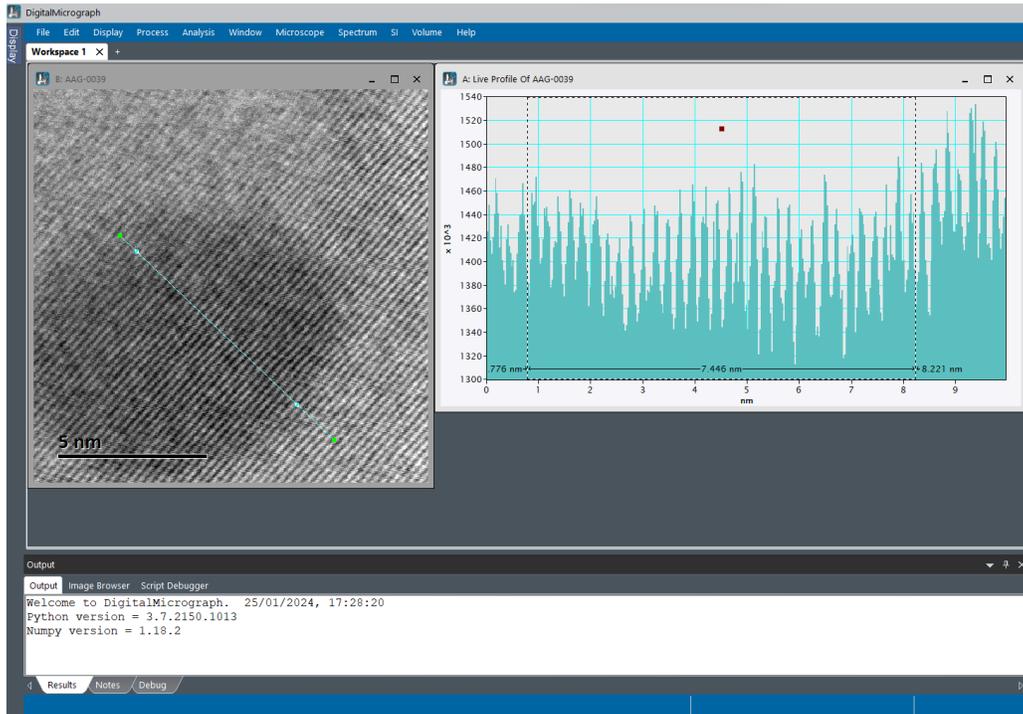


Figura 3.13 Análisis de una micrografía obtenida por MET, mediante el software Digital Micrograph.

3.2.3 Caracterización mecánica

Las propiedades y características obtenidas mediante esta caracterización proporcionan información sobre el efecto de la microestructura en el desempeño mecánico del material. Inicialmente fueron llevados a cabo ensayos de compresión con carga uniaxial cuasiestática, usando una máquina universal de ensayos mecánicos Instron 1125-5500R (Figura 3.14a). Los ensayos de compresión fueron realizados a temperatura ambiente, con una velocidad de deformación de $4.1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, con el fin de generar las curvas esfuerzo-deformación de las espumas de Al. La capacidad de absorción de energía (W) del material fue estimada de acuerdo con la Ecuación 2.3 usando el software Origin [72], mientras que el esfuerzo de colapso plástico (σ_{cp}) y el esfuerzo de plateau (σ_{pl}) fueron estimados siguiendo la metodología descrita en la sección 2.4.2. Las muestras sometidas a ensayos de compresión consistieron

en probetas cilíndricas de espuma de Al con 2.54 cm de diámetro y 2.00 cm de longitud (Figura 3.3a), para evitar el efecto de pandeo tras la aplicación de carga uniaxial sobre las probetas.

Adicionalmente, ensayos de microdureza Vickers fueron realizados sobre las superficies planas de las espumas de Al estudiadas, usando un microdurómetro Shimadzu HMV-2 (Figura 3.14b), por periodos de indentación de 15 s con una carga de 100 g. Las muestras sometidas a ensayos de microdureza consistieron en espumas de Al preparadas mediante procedimientos metalográficos estandarizados en una pulidora, hasta llegar a un acabado espejo.

Es importante mencionar que ambos ensayos mecánicos proporcionan información diferente sobre el material, siendo mutuamente complementarios. Por una parte, los ensayos de compresión describen la coexistencia entre la macroestructura y la microestructura, al depender tanto de la estructura celular de las espumas de Al como de las características de las fases presentes en el material. Por su parte, los ensayos de microdureza se centran en describir las variaciones asociadas a la evolución microestructural del material, y el cómo estas son afectadas por la macroestructura.

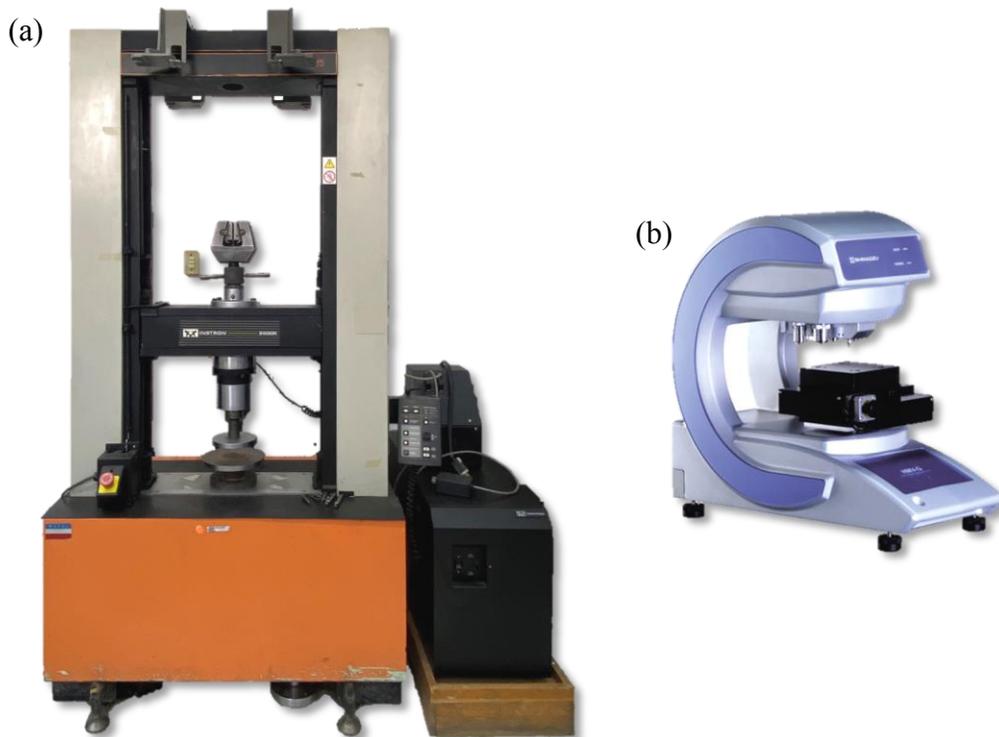


Figura 3.14 (a) Máquina universal de ensayos mecánicos, (b) microdurómetro.

3.2.4 Caracterización hidráulica

Las propiedades y características obtenidas mediante esta caracterización proporcionan información sobre la capacidad del material para conducir fluidos. Inicialmente fueron llevados a cabo ensayos de flujo, a temperatura ambiente y 200 °C, usando un poro-permeámetro (Figura 3.15) y aditivo de gasolina como fluido de prueba. En primer lugar, la prensa hidráulica (Figura 3.15a) es recargada con aditivo de gasolina, transportando este fluido desde su depósito de almacenamiento (Figura 3.15b) con una bomba hidráulica (Figura 3.15c). El ensayo de flujo inicia con la inyección de aditivo de gasolina desde la prensa hidráulica hacia la celda de ensayo (Figura 3.15d) en intervalos crecientes de presión preestablecidos, mientras las válvulas X y Y (Figura 3.15e y Figura 3.15f, respectivamente) permanecen cerradas, y la válvula Z (Figura 3.15g) permanece abierta. Una vez alcanzado el límite superior de presión preestablecido, la válvula Y es abierta, permitiendo la expulsión del aditivo de gasolina hacia el tanque de escape (Figura 3.15h).

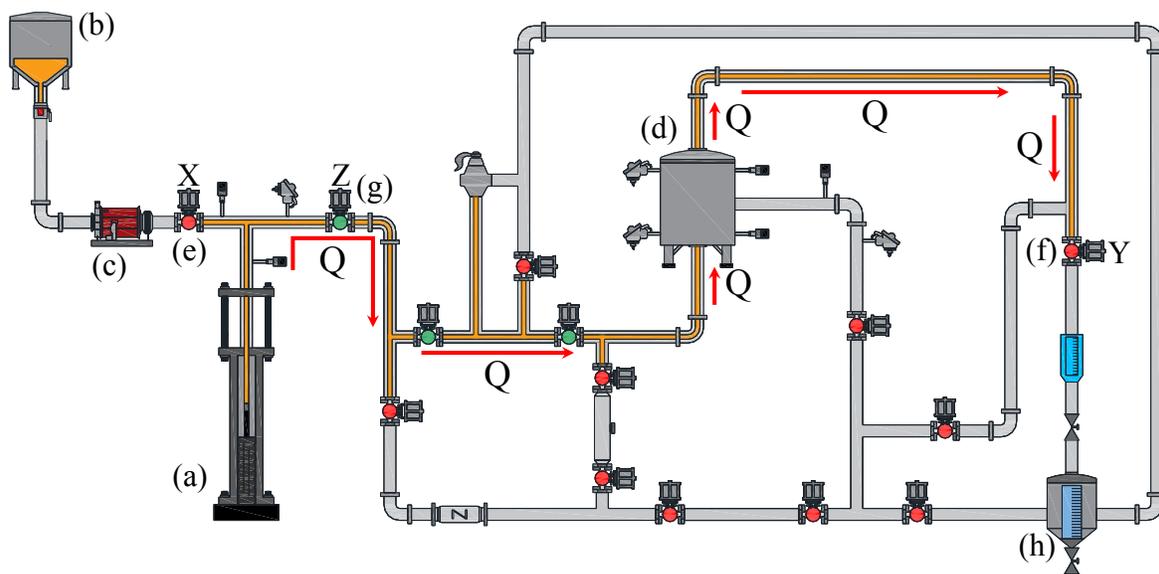


Figura 3.15 Diagrama del poro-permeámetro (a) prensa hidráulica, (b) depósito de almacenamiento del fluido de prueba, (c) bomba hidráulica, (d) celda de ensayo, (e) válvula X, (f) válvula Y, (g) válvula Z, (h) tanque de escape [47].

El objetivo principal de los ensayos de flujo es determinar el gradiente de presión asociado al desplazamiento de un fluido a través de las espumas de Al, resultante de las características de la fase celular del material, así como de la interacción entre este y el fluido. De esta manera, la muestra de espuma de Al a ensayar es colocada en la cámara de ensayo de la celda

(Figura 3.16a), la cual cuenta con manómetros (Figura 3.16b, Figura 3.16c) y termopares (Figura 3.16d, Figura 3.16e) en la entrada y salida, para medir la presión y temperatura alcanzadas en dichas secciones. Los ensayos de flujo fueron realizados inyectando un caudal constante de $7 \text{ cm}^3/\text{s}$, midiendo la presión en la entrada y salida de la cámara de ensayo cada segundo.

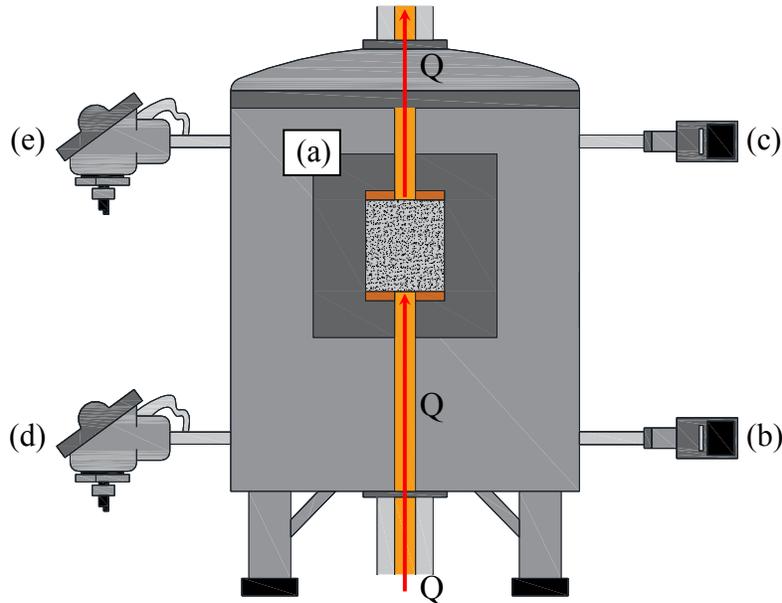


Figura 3.16 Diagrama de la celda de ensayo del poro-permeámetro (a) cámara de ensayo, (b, c) manómetros, (d, e) termopares [47].

Finalmente, el número de Reynolds ajustado para medio poroso (Re_p) y la velocidad superficial (v) alcanzada por el fluido a través de las espumas de Al fueron estimados, de acuerdo con la Ecuación 2.6 y la Ecuación 2.7, respectivamente. Estos cálculos se realizaron a partir de las propiedades obtenidas mediante la caracterización física y estructural de las espumas de Al, partiendo de los valores de viscosidad dinámica (μ) y densidad (ρ) del aditivo de gasolina reportados en [47, 73], es decir, $23 \times 10^{-4} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (temperatura ambiente), $24 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (200 °C), y 0.78 g/cm^3 , respectivamente.

Capítulo 4

Propiedades hidráulicas de espumas de Al

4.1 Introducción

Recientemente, las espumas de Al de celda abierta han ganado relevancia en ciencia e ingeniería de materiales, debido a las propiedades que ofrece el Al como metal, aunado a las ventajas intrínsecas de una estructura celular interconectada. No obstante, la funcionalidad y los posibles usos de este material mantienen una estrecha relación con las características de su fase celular, es decir, su porosidad y la geometría, distribución e interconexión física entre sus celdas (poros).

En aplicaciones relacionadas con la conducción de fluidos, donde resulta necesaria la transmisión de un medio líquido o gaseoso a través de la fase celular del material, surge la necesidad inherente de tener espumas con diversos grados de "apertura", que van desde "muy abierto" para el desplazamiento de flujos altamente caudalosos, hasta "completamente cerrado" para una probeta de Al sin estructura celular. De esta manera, el uso de este material para la conducción de fluidos implica forzosamente un conocimiento profundo de sus propiedades hidráulicas, es decir, coeficiente de permeabilidad y gradiente de presión asociado al flujo suministrado [18, 57]. Asimismo, considerando la multifuncionalidad ofrecida por las espumas de Al, la cual permite la transmisión de fluidos a la vez que estos pueden ser calentados, enfriados o sometidos a diversos procesos fisicoquímicos en su recorrido, el estudio de las propiedades hidráulicas de este material surge como un tema de investigación de gran relevancia. En este contexto, la Tabla 4.1 muestra la revisión

bibliográfica realizada sobre trabajos de investigación previos orientados al estudio de la permeabilidad y las condiciones de flujo en espumas de Al de celda abierta.

Tabla 4.1 Revisión bibliográfica realizada sobre trabajos de investigación previos orientados al estudio de la permeabilidad y las condiciones de flujo en espumas de Al de celda abierta.

Autor	Tamaño de celdas (porosidad)	Fluido de prueba	Presión [psi]	Variable analizada
Boomsma y Poulidakos [57]	2.3, 3.6 y 6.9 mm (92%)	Agua	50	Coefficiente de permeabilidad y factor de arrastre
Despois y Mortensen [63]	75 y 400 μm (68-88%)	Agua/glicerina	72.5	Coefficiente de permeabilidad
Mancin et al. [74]	0.6-5 mm (90-96%)	Aire	101.53	Gradiente de presión
Dukhan [75]	Duocel [®] (89-91%)	Aire	0.11	Coefficiente de permeabilidad y factor de arrastre
Fernández-Morales et al. [76]	0.5, 1 y 2 mm (63-68%)	Agua	90	Coefficiente de permeabilidad y conductividad térmica
Otaru et al. [59]	2-2.5 mm (71-78%)	Aire	362.6	Gradiente de presión y factor de arrastre

En el 2002, Boomsma y Poulidakos [57] investigaron las características hidráulicas experimentales de espumas de Al de celda abierta producidas en diferentes tamaños de celda, antes y después de ser sometidas a ensayos de compresión, con el fin de determinar el efecto de la deformación de la estructura celular del material en el coeficiente de permeabilidad y el factor de forma. Posteriormente, en el 2005 Despois y Mortensen [63] estudiaron la permeabilidad de este material en tamaños de celda micrométricos (75 y 400 μm), determinando la correlación existente entre el coeficiente de permeabilidad y las propiedades físicas/estructurales de las espumas. En el 2010, Mancin et al. [74] analizaron experimental y teóricamente el gradiente de presión resultante tras el flujo de aire en espumas de alta porosidad, con el fin de proponer el uso de este material en intercambiadores de calor.

En el 2012, Dukhan et al. [75] analizaron el comportamiento del flujo de aire en espumas Duocel[®], determinando la influencia del número de Reynolds ajustado para medio poroso sobre el coeficiente de permeabilidad, el factor de fricción, y la velocidad alcanzada por la corriente de aire suministrada. En el 2017, Fernández-Morales et al. [76] determinaron experimentalmente el coeficiente de permeabilidad y la conductividad térmica de espumas de Al, utilizando agua como fluido de prueba. Finalmente, en el 2018 Otaru et al. [59]

midieron y simularon el gradiente de presión y el factor de arrastre de las espumas en el régimen de Darcy-Forchheimer, es decir, considerando el efecto de las fuerzas viscosas y de inercia.

Como se puede observar, el estudio de la permeabilidad y las condiciones de flujo en espumas de Al ha sido un tema ampliamente investigado con anterioridad. No obstante, estos trabajos de investigación se han realizado bajo condiciones experimentales de presión relativamente baja (<500 psi) y temperatura ambiente, restringiendo los resultados obtenidos a condiciones limitadas de flujo. Asimismo, estos trabajos han pasado por alto las posibles repercusiones y daños estructurales sobre el material resultantes de las variables asociadas al flujo inyectado. De esta manera, en este capítulo se analiza el comportamiento y las condiciones de flujo de espumas de Al (*Al-1100*) de celda abierta producidas en tres tamaños de celda diferentes, bajo condiciones de alta presión (hasta 25,000 psi) y temperatura (200 °C) mediante ensayos de flujo. Lo anterior con el fin de sentar las bases teóricas para proponer este material en aplicaciones que requieran su uso bajo condiciones críticas de flujo, así como determinar el efecto del tamaño de las celdas en la velocidad superficial y número de Reynolds ajustado para medio poroso de espumas de Al.

4.2 Materiales y métodos

Las espumas de Al de celda abierta estudiadas en este capítulo fueron producidas a partir de una aleación de *Al-1100*, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.1. Las muestras analizadas consistieron en probetas cilíndricas de 3.81 cm de diámetro por 5.00 cm de longitud, de acuerdo con las dimensiones de la celda de ensayo del poro-permeámetro (Figura 3.16), con tamaños de celda de 0.71-1.00 mm, 2.00-2.38 mm, y 3.35-4.75 mm. La composición química de las muestras producidas fue determinada mediante FRX. Posteriormente, las propiedades físicas y estructurales de estos especímenes fueron determinadas siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.1.

Los ensayos de flujo fueron llevados a cabo mediante el suministro de un caudal constante de 7 cm³/s de aditivo de gasolina en intervalos crecientes de presión, alcanzando un valor máximo de 25,000 psi, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.4. Los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente y 200 °C, con el fin de determinar el efecto de la

temperatura en el gradiente de presión del material. Asimismo, las propiedades hidráulicas del material, es decir, Re_p y v , fueron estimadas en función del tamaño de las celdas, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.4.

La integridad estructural de las espumas de Al tras los ensayos de flujo fue evaluada mediante ensayos de compresión, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.3. Este análisis fue realizado mediante la comparación cualitativa y cuantitativa de las curvas esfuerzo-deformación generadas a partir de estas muestras, con respecto a curvas correspondientes a espumas que no fueron sometidas a los ensayos de flujo. Asimismo, el mecanismo de deformación de los especímenes estudiados fue analizado mediante examinación visual. La Tabla 4.2 muestra la nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de *Al-1100* estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas.

Tabla 4.2 Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de *Al-1100* de celda abierta estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas.

Condición	Tamaño de celda [mm]
P1	0.71-1.00
P2	2.00-2.38
P3	3.35-4.75

4.3 Resultados y discusión

En la Figura 4.1 se muestran las espumas de *Al-1100* de celda abierta obtenidas para ensayos de flujo, en los tres tamaños de celda definidos en la Tabla 4.2: P1: 0.71-1.00 mm (Figura 4.1a), P2: 2.00-2.38 mm (Figura 4.1b), y P3: 3.35-4.75 mm (Figura 4.1c). En esta figura se pueden observar claramente las diferencias físicas y estructurales entre las tres condiciones, así como la ausencia de defectos ligados al proceso de fabricación del material, como falta de infiltración o incrustaciones de partículas de NaCl. La Tabla 4.3 muestra la composición química de estos especímenes determinada mediante FRX, la cual confirma que se trata de una aleación de *Al-1100* (pureza comercial), al tener un contenido de Al del 99.49% (>99%), con trazas de Mg, Si, Fe, Cu, y Zn.

La Tabla 4.4 muestra los resultados obtenidos de la caracterización física y estructural de las espumas de *Al-1100* de celda abierta. Basado en los datos presentados en esta tabla se puede notar que la densidad, la densidad relativa y la porosidad no mantuvieron una correlación con

el tamaño de las celdas, dada la similitud de estas variables entre todas las condiciones, es decir, $\rho = 1.02 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$, $\rho^* = 0.38$ y $\Phi = 62$. Por su parte, el número de celdas por pulgada si presentó una clara correlación con el tamaño de las celdas, dando como resultado $\text{CPP} = 29 \pm 2$, 12 ± 1 y 7 ± 1 , para P1, P2, y P3, respectivamente.

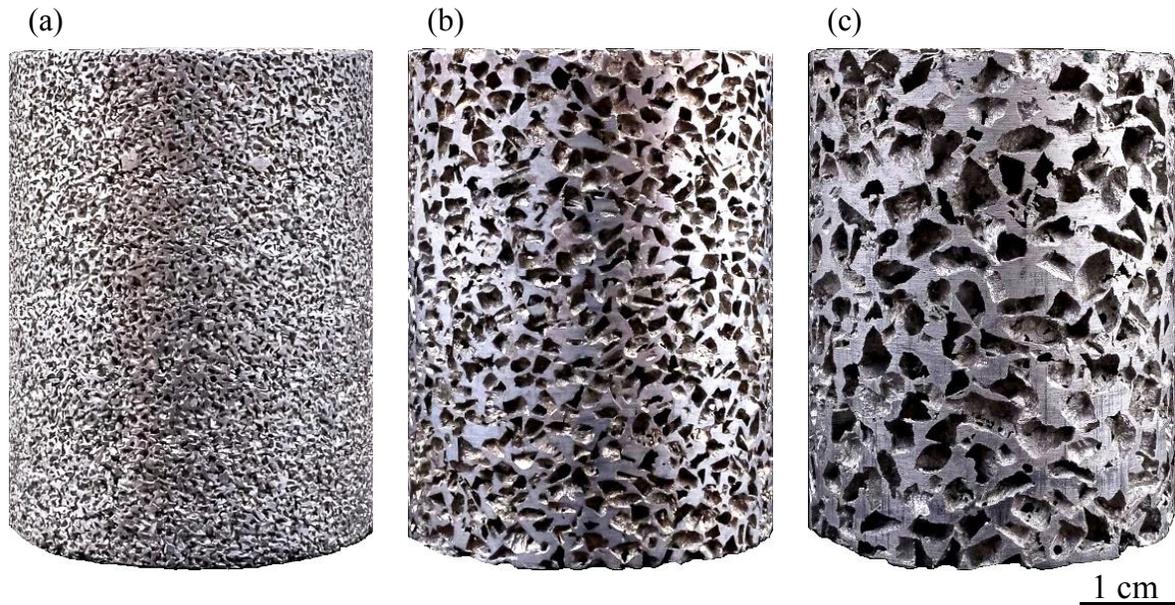


Figura 4.1 Espumas de *Al-1100* de celda abierta obtenidas para ensayos de flujo (a) P1: 0.71-1.00 mm, (b) P2: 2.00-2.38 mm, (c) P3: 3.35-4.75 mm.

Tabla 4.3 Composición química de las espumas de *Al-1100* de celda abierta, obtenida mediante FRX.

Elemento	%masa	\pm [*2]
Al	99.49	0.30
Mg	0.16	0.16
Si	0.14	0.03
Fe	0.14	0.01
Cu	0.02	0.00
Zn	0.01	0.00

Tabla 4.4 Propiedades físicas y estructurales de las espumas de *Al-1100* de celda abierta.

Condición	m [g]	V_{Celdas} [cm^3]	CPP	ρ [g/cm^3]	ρ^*	Φ [%]	A_c [mm^2]	D_c [mm]
P1	59.28	35.24	29	1.04	0.38	62	0.52	0.81
P2	58.14	35.56	12	1.02	0.38	62	3.63	2.15
P3	58.71	35.48	7	1.03	0.38	62	11.38	3.81

La Figura 4.2 muestra las mediciones del área proyectada por las celdas, realizadas para determinar el área media representativa de celda, A_C . En esta figura se presenta la dispersión de datos en torno al promedio aritmético calculado para cada condición, con el eje y en escala logarítmica. Estas mediciones fueron llevadas a cabo sobre las superficies planas de espumas de *Al-1100* de celda abierta, como las que se muestran en la Figura 4.3, para los tamaños de celda P1 (Figura 4.3a), P2 (Figura 4.3b), y P3 (Figura 4.3c). El valor de A_C determinado fue de $0.52 \pm 0.20 \text{ mm}^2$, $3.63 \pm 1.22 \text{ mm}^2$ y $11.38 \pm 3.49 \text{ mm}^2$, para P1, P2, y P3, respectivamente, como se puede observar en la Tabla 4.4.

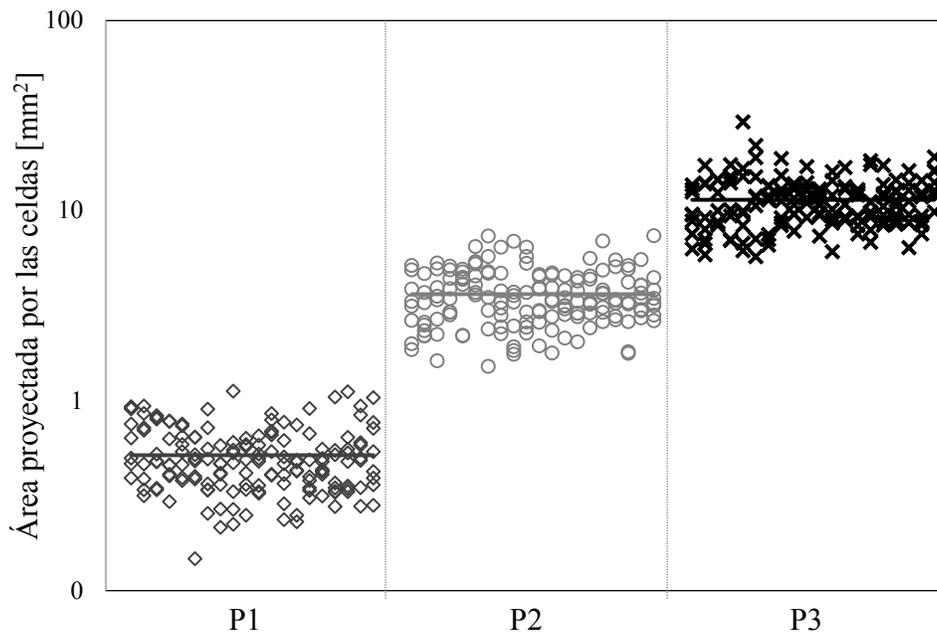


Figura 4.2 Mediciones realizadas del área proyectada por las celdas sobre las espumas de *Al-1100* de celda abierta, para determinar el área media representativa de celda, A_C .

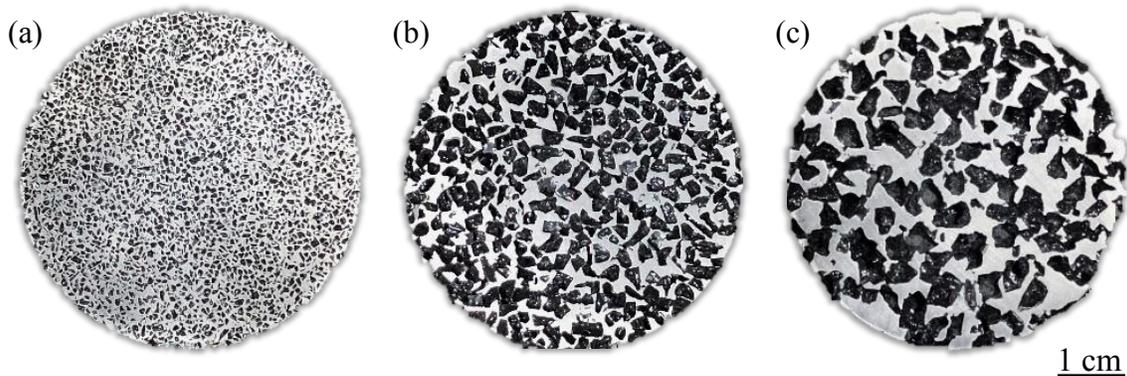


Figura 4.3 Superficies planas de espumas de espumas de *Al-1100* de celda abierta usadas para mediciones del área proyectada por las celdas (a) P1, (b) P2, (c) P3.

El diámetro representativo de las celdas, D_C , fue determinado a partir los valores de A_C para cada condición, asumiendo geometrías esféricas, dando como resultado 0.81, 2.15 y 3.81 mm, para las celdas de 0.71-1.00 mm, 2.00-2.38 mm, y 3.35-4.75 mm, respectivamente, concordando con el intervalo dimensional correspondiente para cada condición.

La Figura 4.4 muestra micrografías obtenidas mediante MEB de las muestras sometidas a ensayos de flujo, donde se pueden apreciar las interconexiones físicas (poros) entre las celdas, confirmando la continuidad de la fase celular del material al presentar porosidad abierta.

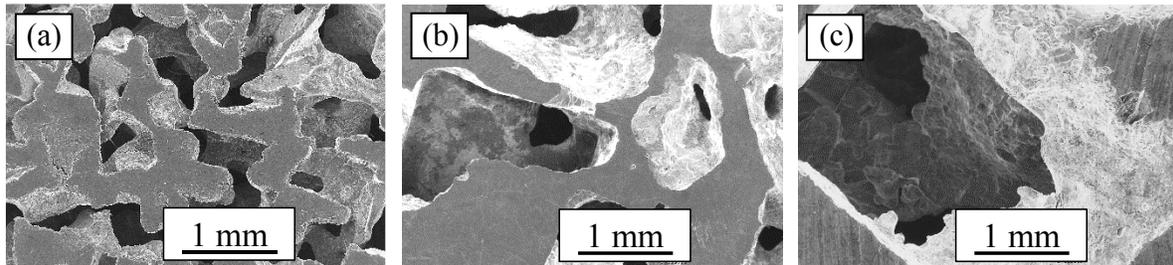


Figura 4.4 Micrografía obtenida por MEB de las espumas de Al-1100 de celda abierta, donde se aprecia la interconexión física entre las celdas (a) P1, (b) P2, (c) P3.

La velocidad superficial, v , fue estimada de acuerdo con la Ecuación 2.7, considerando un flujo constante de $7 \text{ cm}^3/\text{s}$, a partir de los datos presentados en la Tabla 4.4. Por su parte, el número de Reynolds ajustado para medio poroso, Re_p , fue estimado de acuerdo con la Ecuación 2.6, a partir de los valores de v obtenidos para cada condición. La Figura 4.5 muestra los resultados obtenidos de ambas propiedades hidráulicas en función del diámetro representativo de las celdas, D_C , así como la predicción realizada de estos parámetros asumiendo celdas de mayor tamaño.

En primer lugar, se muestra la gráfica v vs D_C (Figura 4.5a, eje x en escala logarítmica), donde se puede apreciar la correlación inversa entre ambas variables, la cual es atribuida al incremento de la velocidad alcanzada por el fluido debido a la reducción de los canales de conducción del material, para mantener constante el caudal suministrado. Por su parte, la gráfica Re_p vs D_C (Figura 4.5b, eje x en escala logarítmica) muestra que, bajo las condiciones experimentales analizadas en este trabajo a temperatura ambiente, el flujo a través de todas las espumas ensayadas se encuentra en el régimen de Forchheimer ($Re_p > 100$) [60, 61]. En este régimen, las fuerzas inerciales y la fricción entre el fluido y la superficie de la estructura

celular del material comienzan a ser importantes, por lo que las pérdidas de energía ligadas al flujo resultan de la suma de las fuerzas viscosas y el factor de arrastre [59, 62]. Partiendo de la magnitud de v y Re_P calculados (Tabla 4.5), el régimen de Darcy ($Re_P < 100$) sería alcanzado para espumas de celda abierta con un diámetro representativo de al menos 28.3 mm, es decir, 7.4 veces el diámetro representativo de la condición P3 (3.81 mm), correspondiente a las muestras con las celdas más grandes.

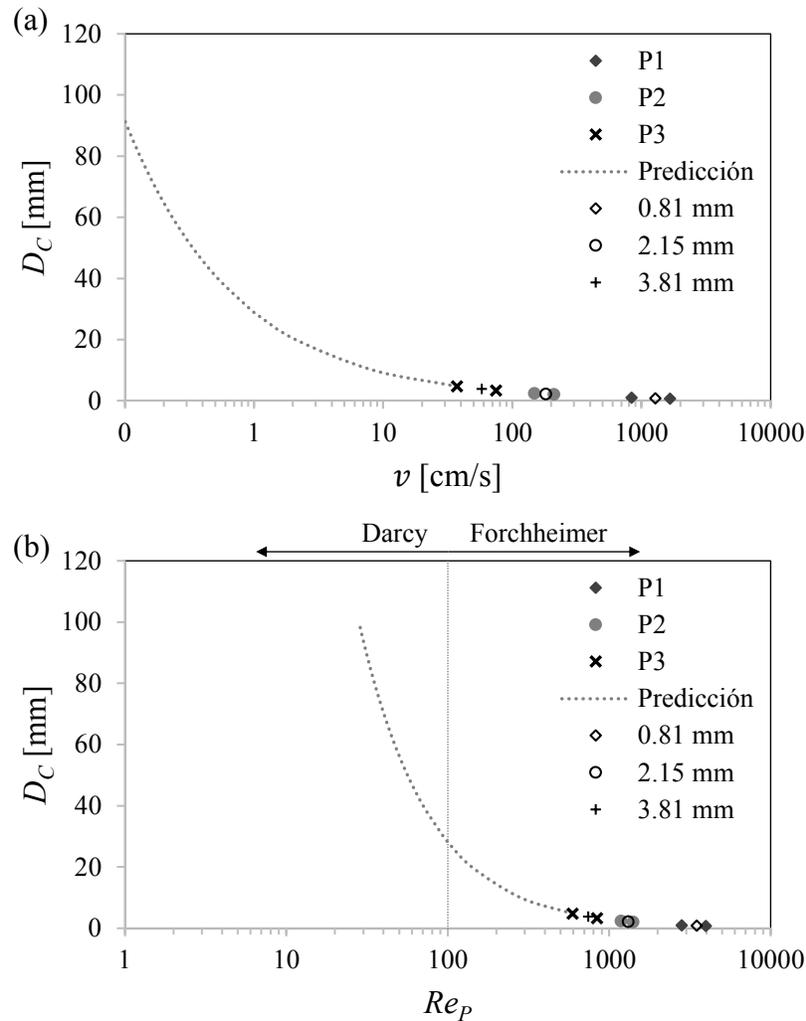


Figura 4.5 Propiedades hidráulicas de las espumas de Al-1100 de celda abierta (a) diámetro medio representativo de las celdas, D_C , en función de la velocidad superficial, v , (b) D_C en función del número de Reynolds ajustado para medio poroso, Re_P .

La Figura 4.6 muestra la velocidad superficial en función del número de Reynolds modificado para medio poroso, con ambos ejes x e y en escala logarítmica, donde se puede

apreciar la correlación positiva entre ambas propiedades. En esta figura igualmente se puede observar que la velocidad superficial crítica para migrar del régimen de Darcy desde el régimen de Forchheimer es de ~ 1.05 cm/s.

Tabla 4.5 Propiedades hidráulicas de las espumas de Al-1100 de celda abierta, con su respectivo régimen de flujo en función del tamaño de las celdas.

Condición	D_c [mm]	v [cm/s]	Re_p	Régimen de flujo
P1	0.71	1644.27	3921.61	Forchheimer
	1.00	828.88	2784.34	Forchheimer
P2	2.00	207.22	1392.17	Forchheimer
	2.38	146.33	1169.89	Forchheimer
P3	3.35	73.86	831.15	Forchheimer
	4.75	36.74	586.18	Forchheimer

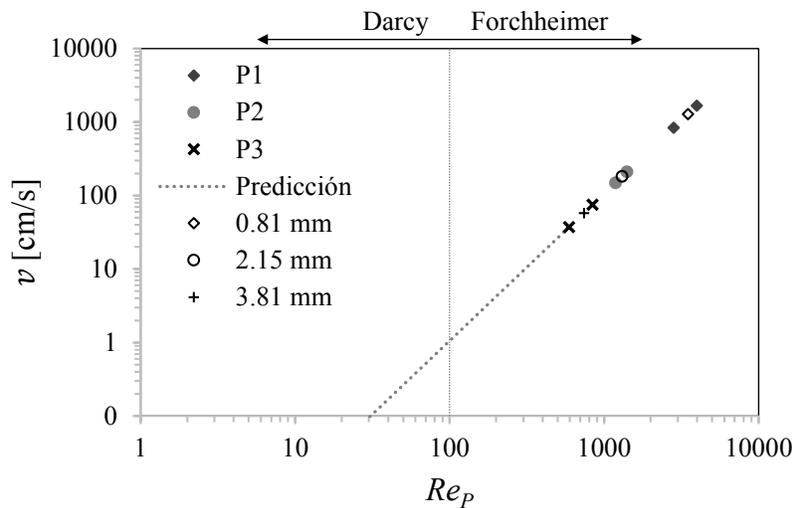


Figura 4.6 Velocidad superficial, v , en función del número de Reynolds ajustado para medio poroso, Re_p .

La Figura 4.7 muestra los resultados obtenidos de los ensayos de flujo a temperatura ambiente (Figura 4.7a) y 200 °C (Figura 4.7b), en función del caudal suministrado. El gradiente de presión (dP/dx) fue determinado a partir de los valores de caída de presión registrados por el poro-permeámetro y la longitud de las muestras ensayadas (5 cm). Para fines de análisis, las pérdidas de presión asociadas a las paredes de confinamiento fueron ignoradas, debido a que todas las muestras ensayadas tuvieron las mismas dimensiones (diámetro, longitud) [62]. Las

variaciones de dP/dx apreciadas en esta figura fueron atribuidas a fluctuaciones de arrastre ligadas a la tortuosidad del material, así como a la desaparición de la linealidad entre dP/dx y v , resultante de la velocidad superficial alcanzada, la cual situó el flujo a través de las espumas en el régimen de Forchheimer.

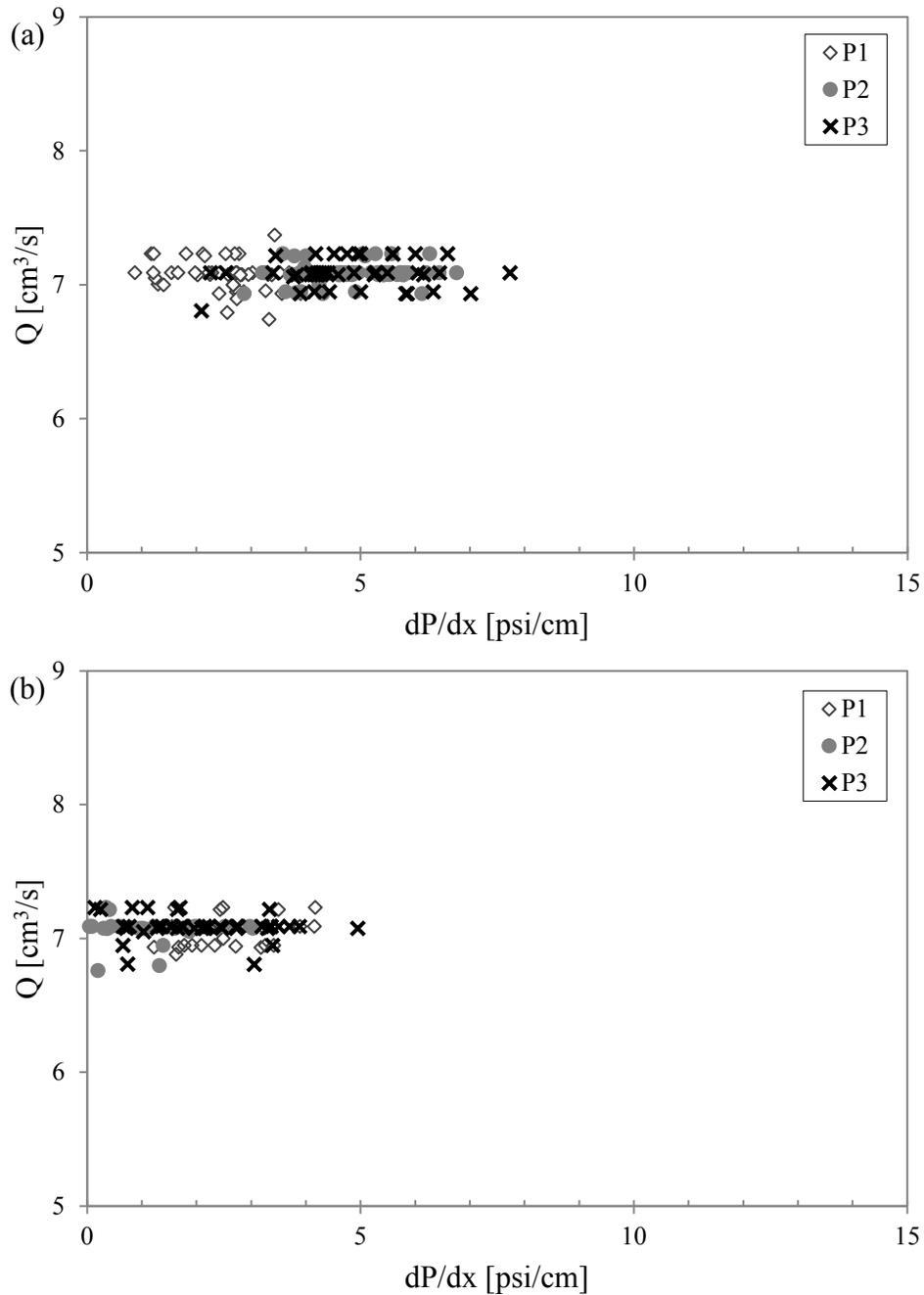


Figura 4.7 Gradiente de presión (dP/dx) en función del flujo (Q) de aditivo de gasolina inyectado mediante ensayos de flujo (a) temperatura ambiente, (b) $200\text{ }^\circ\text{C}$.

Inicialmente se planteó la hipótesis de que, a temperatura ambiente, las espumas con celdas más pequeñas (P1) iban a presentar las mayores pérdidas de presión, debido a la fricción y al arrastre resultantes de la mayor superficie de contacto proyectada por sus celdas. No obstante, esta condición presentó los menores valores de dP/dx con respecto a P2 y P3, lo cual fue atribuido a la disminución de la presión ejercida por el fluido sobre las paredes de la estructura celular del material, resultante del incremento de la velocidad alcanzada por este (Tabla 4.5).

Las pérdidas de presión a 200 °C fueron inferiores con respecto a los valores obtenidos a temperatura ambiente, para los tres tamaños de celda estudiados. Inicialmente se planteó la hipótesis de que el gradiente de presión aumentaría con el incremento de la temperatura de ensayo, debido a la contracción de los canales de conducción asociada a la expansión térmica del Al, esperando que este efecto fuera más notorio para P1. No obstante, las pérdidas de presión fueron similares para todas las muestras analizadas, sugiriendo que el efecto de las propiedades físicas y estructurales de las espumas de Al de celda abierta se vuelve despreciable a 200 °C. Asimismo, estos resultados fueron atribuidos a la disminución de la viscosidad del aditivo de gasolina a mayor temperatura, resultando en la reducción de las fuerzas de inercia y la fricción del fluido con la superficie de la estructura celular del material. Considerando las condiciones experimentales de presión y temperatura bajo las cuales fueron realizados los ensayos de flujo, las espumas de *Al-1100* de celda abierta ensayadas a 200 °C fueron sometidas a pruebas de compresión con carga uniaxial, con el fin de generar sus curvas esfuerzo-deformación para evaluar su integridad estructural después de la conducción de aditivo de gasolina altamente presurizado. La Figura 4.8 muestra las curvas obtenidas, correspondientes a las espumas con celdas P1 (Figura 4.8a), P2 (Figura 4.8b), y P3 (Figura 4.8c), cada una con su respectiva referencia sin ensayo de flujo. En esta figura se puede observar que todas las muestras analizadas presentaron el comportamiento a compresión característico de este material, con sus tres regiones bien definidas, demostrando experimentalmente la ausencia de un colapso estructural. Lo anterior sugiere que las espumas son potencialmente capaces de soportar condiciones críticas de flujo, debido a la ausencia de un colapso prematuro en sus curvas esfuerzo-deformación.

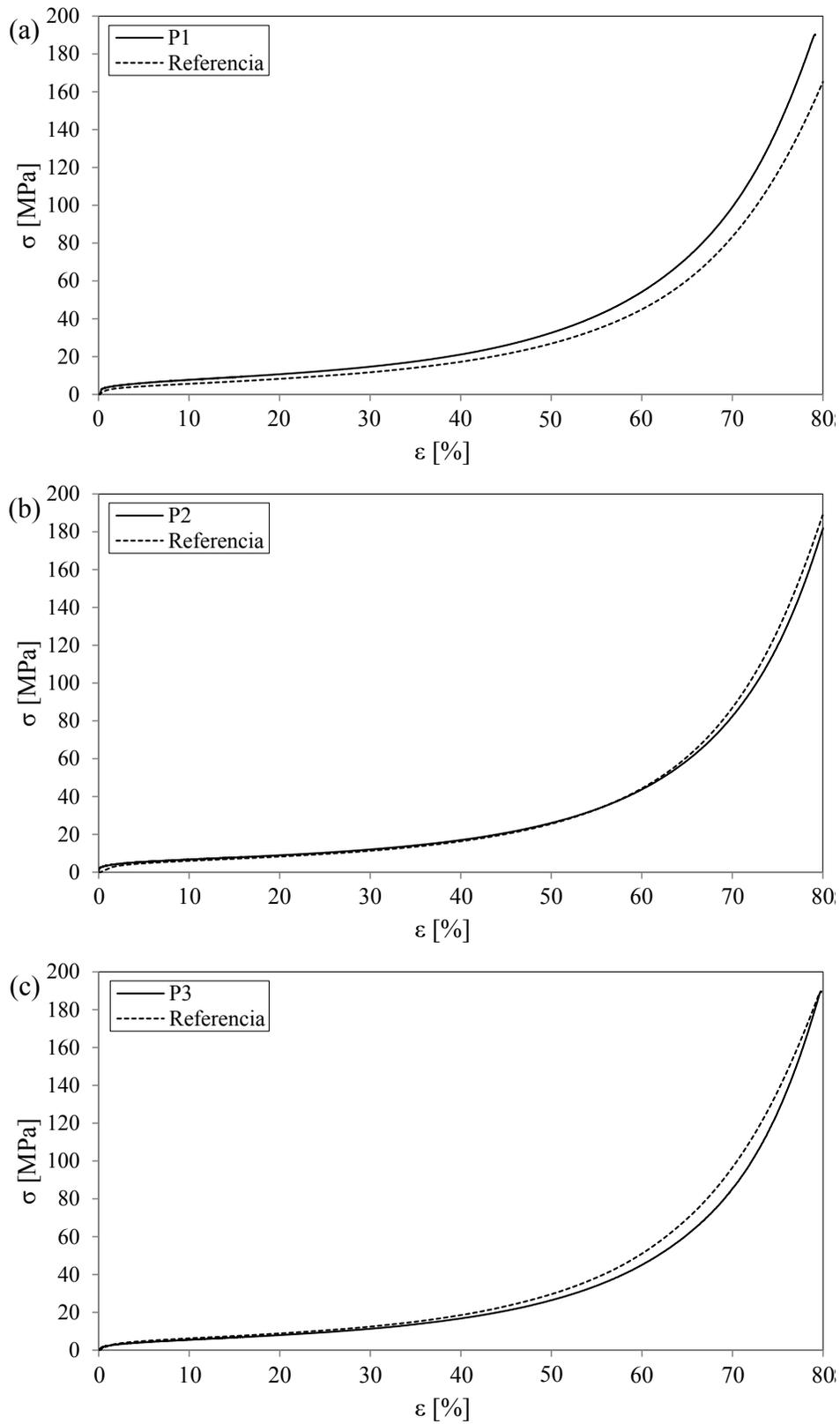


Figura 4.8 Curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de *Al-1100* de celda abierta mediante ensayos de compresión (a) P1, (b) P2, (c) P3 [47, 73].

La integridad estructural de las espumas de *Al-1100* de celda abierta sometidas a ensayos de flujo fue cualitativamente analizada mediante el cálculo de su capacidad de absorción de energía (W), de acuerdo con la Ecuación 2.3. La magnitud de W fue calculada en un intervalo de deformación entre el 0% y el 50%, resultando en 7.13, 5.86 y 5.53 MJ/m³, para P1, P2, y P3, respectivamente. Por su parte, la magnitud de W para las referencias sin ensayo de flujo fue de 5.69, 5.45 y 6.13 MJ/m³, demostrando que esta propiedad mecánica no resultó afectada por las condiciones críticas de flujo.

La Figura 4.9 muestra las espumas de *Al-1100* de celda abierta después de los ensayos de compresión, tras alcanzar una deformación nominal del 80% con respecto a las dimensiones originales de las muestras (Figura 4.1). En esta figura se puede observar que las espumas presentaron el mecanismo de deformación característico de este material bajo carga uniaxial de compresión, el cual consiste en la flexión progresiva de sus paredes celulares hasta su colapso estructural, en un régimen de deformación mayormente dúctil. No obstante, aunque las espumas con celdas P1 (Figura 4.9a) y P2 (Figura 4.9b) presentaron dicho comportamiento, este mecanismo de deformación se aprecia con mayor claridad en la espuma con las celdas más grandes, es decir, P3 (Figura 4.9c), donde se puede observar la flexión total de sus paredes celulares en un régimen plástico, sin alcanzar el punto de fractura.



Figura 4.9 Espumas de *Al-1100* de celda abierta deformadas después de los ensayos de compresión (a) P1, (b) P2, (c) P3.

Cabe mencionar que el mecanismo de deformación de este material puede verse potencialmente afectado por la composición química del metal constituyente de su fase sólida, presentando en algunos casos un comportamiento frágil en función de la microestructura del material. En esta investigación, cualquier posible variación microestructural de las muestras analizadas resultante de los ensayos de flujo a 200 °C fue considerada despreciable, debido a la ausencia de elementos de aleación en una proporción importante para su precipitación en segundas fases, como se puede observar en la Tabla 4.3.

No obstante, este efecto debe ser considerado en muestras con composiciones químicas abundantes en elementos de aleación del Al, como el Cu, Mg, Zn, etc.

4.4 Conclusiones

Los resultados obtenidos en esta sección demuestran que las condiciones de flujo a través de las espumas de Al se encuentran en el régimen de Forchheimer, al presentar valores elevados de velocidad superficial y número de Reynolds ajustado para medio poroso. Asimismo fue experimentalmente demostrado que las espumas de *Al-1100* de celda abierta son capaces de soportar el flujo de fluidos bajo condiciones críticas de presión y temperatura, manteniendo su integridad estructural al no presentar variaciones de sus propiedades mecánicas tras los ensayos de flujo. Lo anterior da pie a proponer este material como una alternativa viable para aplicaciones relacionadas a la conducción de fluidos altamente presurizados, como podría ser en la industria energética para la extracción y transporte de hidrocarburos y combustibles fósiles.

Los resultados obtenidos en esta sección sientan las bases técnicas para el diseño y selección de este material en aplicaciones de conducción de fluidos, en función de sus características físicas y estructurales. De este modo, espumas con celdas grandes podrían ser sugeridas para su implementación en dispositivos donde la retención de fluidos resulte en una mayor eficiencia de su funcionamiento, e.g., intercambiadores de calor. Por otra parte, espumas con celdas más pequeñas representarían una alternativa potencialmente funcional para la conducción de fluidos en términos de eficiencia energética, al permitir mayores velocidades de flujo y presentar una menor retención de fluidos.

Capítulo 5

Espumas de Al-4.5Cu (%masa)

5.1 Introducción

El incremento de las propiedades mecánicas de espumas de Al, tanto de celda abierta como de celda cerrada, ha surgido recientemente como un tema de investigación de gran interés en ciencia e ingeniería de materiales, con el fin de extender el rango de posibles aplicaciones funcionales de este material para el desarrollo de nuevas tecnologías. De esta manera, se han llevado a cabo diversas investigaciones enfocadas al reforzamiento mecánico de las espumas, buscando incrementar la magnitud de propiedades como la capacidad de absorción de energía y el esfuerzo de colapso plástico mediante diversas técnicas. Un ejemplo de esto es el trabajo realizado en el 2014 por Sun et al. [77], quienes incrementaron eficazmente la capacidad de absorción de energía de espumas de Al de celda abierta mediante la electrodeposición de películas de Cu de diversos espesores sobre este material. No obstante, dada la naturaleza metálica de las espumas de Al, el método más ampliamente usado para reforzar su fase sólida ha sido la aplicación de tratamientos térmicos. En este contexto, la Tabla 5.1 muestra la Revisión bibliográfica realizada sobre trabajos de investigación previos orientados al estudio del efecto de los tratamientos térmicos en las propiedades mecánicas de espumas de Al.

En el 2020, Wang et al. [78] estudiaron el efecto de un proceso multipaso de espumado por agente espumante en la estructura celular y en las propiedades mecánicas de espumas de Al de celda cerrada, encontrando que los parámetros de procesamiento (tiempo y temperatura de espumado) afectan las características finales de la estructura celular, es decir, porosidad,

y distribución, esfericidad, y diámetro medio de las celdas generadas. En el 2014, Huang et al. [25] investigaron el efecto del tiempo de envejecimiento y el contenido de Cu/Ca en la resistencia a la compresión de espumas de Al-Cu de celda cerrada, producidas mediante la técnica de agente espumante, reportando que las espumas de Al-Cu fabricadas a través del método propuesto son poco endurecibles por envejecimiento, debido a la formación de intermetálicos de Al-Cu-Ca.

Tabla 5.1 Revisión bibliográfica realizada sobre trabajos de investigación previos orientados al estudio del efecto de los tratamientos térmicos en las propiedades mecánicas de espumas de Al.

Autor	Aleación de Al	Método de fabricación	Tipo de celda
Wang et al. [78]	Al-Cu-Mn-Ti	Agente espumante	Cerrada
Huang et al. [25]	Al-Cu	Agente espumante	Cerrada
Lehmhus y Banhart [79]	AA-6061	Agente espumante	Cerrada
Lehmhus y Banhart [80]	Al-6061, Al-6082, Al-7020, Al-7075	Pulvimetalurgia	Cerrada
Campana y Pilone [81]	Al-6061 Al-7075	Pulvimetalurgia	Cerrada
Zhou et al. [82]	Al-6101	Duocel®	Abierta
Yamada et al. [83]	Mg-Al-Zn-Mn Al-Si-Mg-Fe-Mn	Replicación de espuma polimérica	Abierta
Cao et al. [84]	Al-Mg-Si Al-Cu-Mg	Infiltración	Abierta
Figueroa et al. [85]	Al-Cu-Mg	Infiltración	Abierta
Conde y Mortensen [86]	Al-Cu	Infiltración	Abierta

Entre el 2002 y el 2003, Lehmhus y Banhart evaluaron el endurecimiento por precipitación en espumas de Al producidas mediante los métodos de agente espumante [79] y pulvimetalurgia [80], variando el medio de enfriamiento (agua o aire) tras los tratamientos térmicos en aleaciones de Al de las series 6000 y 7000. De forma similar, en el 2009 Campana y Pilone [81] estudiaron el efecto de los tratamientos térmicos sobre el comportamiento de compresión con carga uniaxial de espumas de celda cerrada producidas mediante la técnica de pulvimetalurgia a partir de Al-6061 y Al-7075, reportando un incremento significativo de las propiedades mecánicas de las muestras estudiadas. En el 2004, Zhou et al. [82] evaluaron la respuesta a los tratamientos térmicos de espumas comerciales Duocel® de celda abierta

producidas a partir de Al-6101, en términos de su mecanismo de deformación por compresión en la condición de fabricación, y después de los tratamientos térmicos de recocido, solución y envejecimiento. Adicionalmente, en el 2000 Yamada et al. [83] evaluaron el efecto conjunto de los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento (T6) en espumas de celda abierta producidas por el método de replicación de espuma polimérica, en aleaciones Mg-Al-Zn-Mn y Al-Si-Mg-Fe-Mn.

Algunas de las aleaciones más usadas para producir espumas de Al pertenecen al sistema Al-Cu, debido a su importancia comercial, y a las propiedades que la adición de Cu en pequeñas proporciones confiere a este metal, aumentando significativamente su resistencia mecánica y tenacidad, sin afectar de manera importante su ligereza y baja densidad. Cao et al. (2006) [84], Figueroa et al. (2021) [85], y Conde y Mortensen (2008) [86] han realizado anteriormente investigaciones sobre el efecto de los tratamientos térmicos en espumas de Al-Cu y Al-Cu-Mg de celda abierta, reportando resultados interesantes relacionados con el mecanismo de reforzamiento de este material. No obstante, estas investigaciones han pasado por alto el efecto de las características de la estructura celular de las espumas, es decir, tamaño de celdas y espesor de paredes celulares, en su respuesta a los tratamientos térmicos, en términos de la microestructura obtenida y su impacto en las propiedades mecánicas.

La respuesta de un metal a los tratamientos térmicos depende de diversas variables. Por una parte, los parámetros de tiempo y temperatura de los ciclos de calentamiento y enfriamiento juegan un papel fundamental en el efecto final del tratamiento térmico en la microestructura y propiedades mecánicas del material. No obstante, estos parámetros dependen completamente de la composición química y configuración geométrica de las muestras a tratar. Lo anterior es respaldado por la investigación realizada por Thomas y Whelan [87], quienes estudiaron la precipitación en láminas delgadas de Al-3.7Cu (%masa) envejecidas bajo diferentes condiciones experimentales, reportando las diferencias de la cinética de precipitación entre las láminas y la aleación en bulto. Estos resultados fueron atribuidos a la mayor superficie efectiva de las láminas estudiadas, la cual actúo como sitios preferenciales para la nucleación de segundas fases.

Considerando que las espumas metálicas presentan una elevada relación superficie/volumen (superficie efectiva), resulta factible que la cinética de precipitación de este material varíe

con respecto a su homólogo sin estructura celular, como consecuencia del fenómeno descrito por Thomas y Whelan. En ese sentido, este capítulo se centra en evaluar el efecto de los tratamientos de solución y envejecimiento en las propiedades mecánicas y la microestructura de espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, producidas mediante el método de infiltración en estado líquido en dos tamaños de celda diferentes. La variación en la respuesta de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) a los tratamientos térmicos con respecto a su equivalente en bulto, es decir, sin estructura celular [88-91], fue estudiada en función del espesor de las paredes celulares, y sus posibles repercusiones en la velocidad de enfriamiento del material tras el proceso de calentamiento en mufla, buscando sentar las bases teóricas para determinar los parámetros de tiempo y temperatura de tratamiento térmico óptimos para incrementar las propiedades mecánicas de espumas de Al-4.5Cu (%masa), según las características de su estructura celular.

5.2 Materiales y métodos

Las espumas de Al de celda abierta estudiadas en este capítulo fueron producidas a partir de una aleación de Al-4.5Cu (%masa), siguiendo la metodología descrita en la sección 3.1. La aleación de Al-4.5Cu (%masa) usada como carga para infiltrar fue producida en un horno de resistencias, a partir de lingotes de *Al-1100* y láminas de Cu de pureza comercial. Adicionalmente fue producido un lote de espumas de *Al-1100*, como referencia para evaluar el efecto de la adición de Cu en la microestructura y propiedades mecánicas de las espumas. Las muestras analizadas consistieron en probetas cilíndricas de 2.54 cm de diámetro por 2.00 cm de longitud, con tamaños de celda de 2.00-2.38 mm y 3.35-4.75 mm. La composición química de las muestras producidas fue determinada mediante FRX. Posteriormente, las propiedades físicas y estructurales de estos especímenes fueron determinadas siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.1.

Los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial fueron llevados a cabo en la mufla que se muestra en la Figura 3.5, generando un lote de cada condición para su caracterización mecánica y microestructural. Asimismo, un lote en la condición de fundición, es decir, sin tratamientos térmicos, fue conservado para su caracterización, como referencia. El tratamiento térmico de solución se llevó a cabo a una temperatura de 535 °C durante 5.5 h, seguido de un temple en agua a temperatura ambiente (Figura 2.12a). Por su parte, el

tratamiento térmico de envejecimiento artificial se llevó a cabo a una temperatura de 170 °C durante 8 h, seguido de un enfriamiento en aire a temperatura ambiente (Figura 2.12b).

La caracterización microestructural de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta estudiadas en este capítulo fue realizada mediante microscopía electrónica de barrido, espectroscopía de rayos X de energía dispersiva, calorimetría diferencial de barrido, difracción de rayos X, y microscopía electrónica de transmisión, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.2. La caracterización mecánica de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta fue realizada mediante ensayos de compresión y microdureza, así como por la examinación visual del mecanismo de deformación de las espumas sometidas a ensayos de compresión, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.3.

La Tabla 5.2 muestra la nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas y del tratamiento térmico al cual sometidas las muestras estudiadas.

Tabla 5.2 Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-4.5Cu (%masa) estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas y del tratamiento térmico al cual fueron sometidas.

Condición	Tamaño de celda [mm]	Tratamiento térmico
C1, Al	2.00-2.38	Fundición (<i>Al-1100</i>)
C1, F		Fundición
C1, S		Solución
C1, E		Envejecimiento artificial
C2, Al	3.35-4.75	Fundición (<i>Al-1100</i>)
C2, F		Fundición
C2, S		Solución
C2, E		Envejecimiento artificial

5.3 Resultados y discusión

En la Figura 5.1 se muestran las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta obtenidas para ensayos de compresión, en los dos tamaños de celda definidos en la Tabla 5.2, es decir, C1: 2.00-2.38 mm (Figura 5.1a), y C2: 3.35-4.75 mm (Figura 5.1b). En esta figura se puede apreciar que la distribución de las celdas fue uniforme a través del material, a pesar de la irregularidad geométrica de estas. Asimismo, se puede notar la ausencia de defectos ligados

al proceso de fabricación de las espumas, como la falta de infiltración o incrustaciones de partículas de NaCl.

La Tabla 5.3 muestra la composición química de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta estudiadas en este capítulo, determinada mediante FRX, la cual confirma que la fase sólida de estos especímenes está constituida por una aleación de Al-Cu endurecible por precipitación, al presentar un contenido de Cu inferior al límite de solubilidad de este metal en el Al, de acuerdo con el diagrama de fase Al-Cu [92].

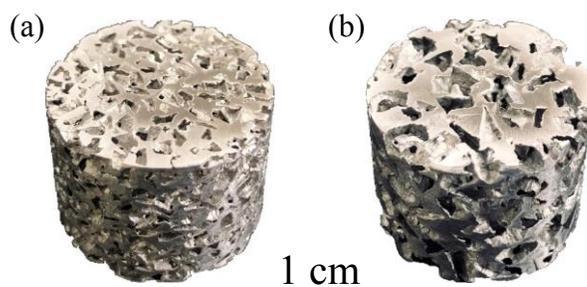


Figura 5.1 Espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta obtenidas para ensayos de compresión (a) C1: 2.00-2.38 mm, (b) C2: 3.35-4.75 mm [1, 73].

Tabla 5.3 Composición química de las espumas de Al-4.5Cu (%masa), obtenida mediante FRX.

Elemento	%masa	± [*2]
Al	94.63	0.36
Cu	4.80	0.02
Mg	0.32	0.21
Fe	0.17	0.01
Zn	0.03	0.00
Co	0.02	0.01
Ti	0.01	0.00

La Tabla 5.4 muestra los resultados obtenidos de la caracterización física y estructural de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, donde se puede apreciar que estas muestras presentaron propiedades físicas y estructurales muy similares a las obtenidas para las espumas de Al-1100 (Tabla 4.4) estudiadas en el capítulo anterior. Estos resultados son muy significativos, considerando que la densidad del material, ρ , no varió a pesar de la adición de Cu, dando pie a producir espumas de Al de celda abierta con propiedades mecánicas más elevadas, sin alterar significativamente las propiedades físicas de este material.

Tabla 5.4 Propiedades físicas y estructurales de las espumas de Al-4.5Cu (%masa).

Condición	m [g]	V _{Celdas} [cm ³]	CPP	ρ [g/cm]	ρ*	Φ [%]	t _{Pared} [mm]
C1	10.40	6.44	12	1.02	0.37	64	1.12
C2	10.16	6.51	7	1.00	0.36	64	1.78

La Figura 5.2 muestra las mediciones realizadas para determinar el espesor medio de las paredes celulares de las espumas, t_{Pared}. En esta figura se presenta la dispersión de datos en torno al promedio aritmético calculado para cada condición. Estas mediciones fueron llevadas a cabo sobre las superficies planas de espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, como las que se muestran en la Figura 5.3, para los tamaños de celda C1 (Figura 5.3a), y C2 (Figura 5.3b). El valor de t_{Pared} determinado fue de 1.12 ±0.59 mm, y 1.78 ±0.78 mm, para C1 y C2, respectivamente, como se puede observar en la Tabla 5.4.

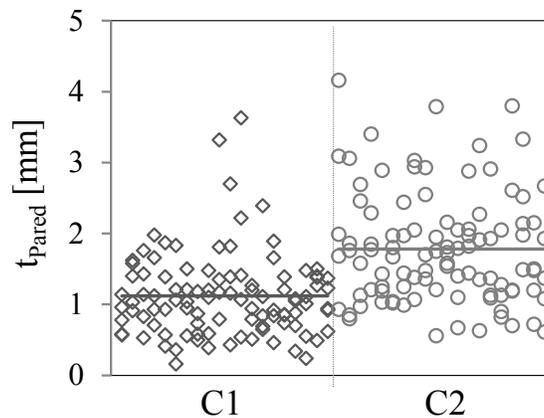


Figura 5.2 Mediciones realizadas del espesor de las paredes celulares, para determinar el espesor medio, t_{Pared} [1, 73].

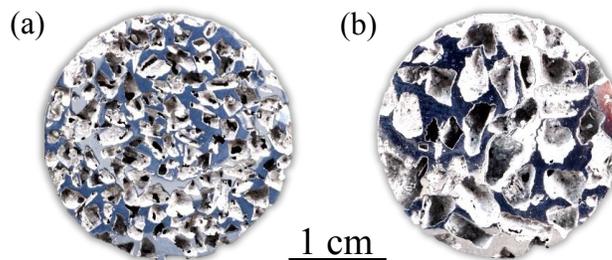


Figura 5.3 Superficies planas de espumas de espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta usadas para mediciones del espesor de las paredes celulares (a) C1, (b) C2.

La Figura 5.4 muestra el análisis químico elemental de C1, F, donde se puede observar la distribución de Cu (Figura 5.4b) en la matriz de Al (Figura 5.4c). De acuerdo con el diagrama de fase Al-Cu [92], y considerando la composición química analizada, es decir, Al-4.5Cu (%masa), las zonas de mayor claridad observadas en la micrografía original (Figura 5.4a) corresponden a la fase θ (Al_2Cu), la cual se encuentra distribuida a través de la fase α (Al).

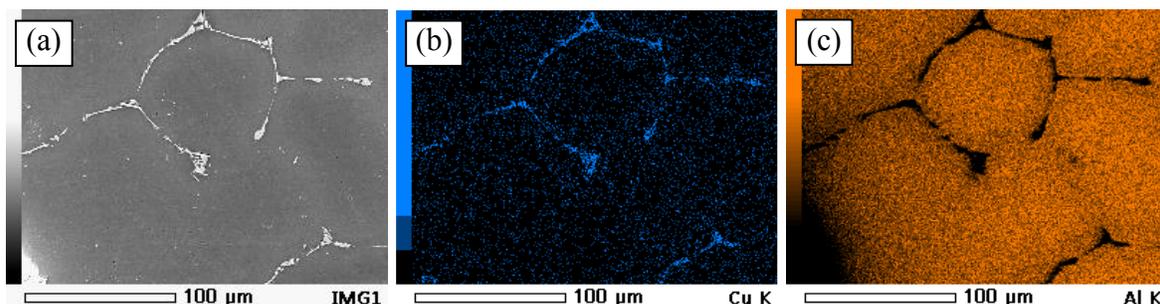


Figura 5.4 Análisis químico elemental de C1, F, obtenido mediante EXD (a) micrografía original, (b) distribución de Cu, (c) distribución de Al.

La Figura 5.5 muestra las micrografías obtenidas mediante MEB, correspondientes a todas las condiciones de espumas de Al estudiadas en este capítulo. La microestructura observada en las muestras de Al-1100 (Figura 5.5a y Figura 5.5b, para C1, Al y C2, Al, respectivamente) consiste en una fase única de Al, la cual es uniforme a través de todo el material. Por su parte, las micrografías correspondientes a las muestras de fundición de Al-4.5Cu (%masa) (Figura 5.5c y Figura 5.5d, para C1, F y C2, F, respectivamente) presentaron una microestructura dendrítica con precipitación de θ en los límites de grano, resultante de la microsegregación del Cu durante la solidificación del Al [93, 94].

Inicialmente se planteó la hipótesis de que las espumas de fundición tendrían diferentes microestructuras en función del tamaño de sus celdas, es decir, las muestras con celdas C1 mostrarían una microestructura más fina con respecto a la presentada por las muestras con celdas C2, como consecuencia de una mayor interfaz entre el metal fundido y las partículas de NaCl. No obstante, considerando que la única variable durante el proceso de fabricación entre los especímenes de ambos tamaños de celda son las dimensiones de las partículas de NaCl usadas como preforma, la ausencia de este fenómeno fue atribuida a la baja conductividad térmica del NaCl [95].

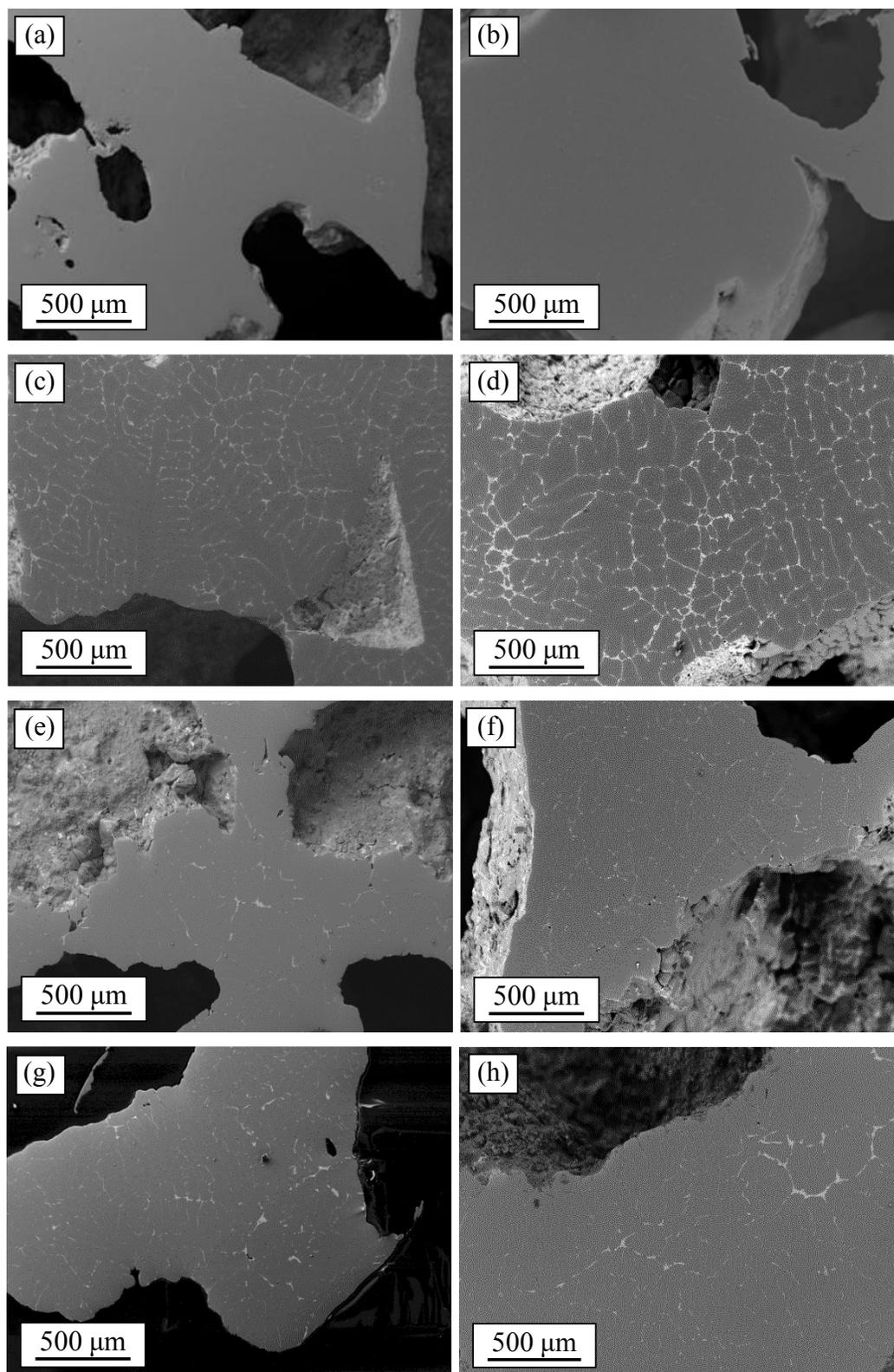


Figura 5.5 Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MEB (a) C1, Al, (b) C2, Al, (c) C1, F, (d) C2, F, (e) C1, S, (f) C2, S, (g) C1, E, (h) C2, E.

De acuerdo con las micrografías presentadas en la Figura 5.5, la mayor parte del Cu se disolvió en la matriz de Al después del tratamiento de solución (Figura 5.5e y Figura 5.5f, para C1, S y C2, S, respectivamente), mostrando algunos remanentes de θ . Idealmente, la fase θ observada en la condición de fundición debería disolverse en su totalidad como consecuencia de este tratamiento térmico, formando la fase α sobresaturada (Figura 2.12a). No obstante, si la aleación experimenta un enfriamiento súbito (temple), la solución sólida formada constituirá una condición fuera del equilibrio, con alta inestabilidad termodinámica, dando como resultado la posible precipitación del Cu [96]. Tras el tratamiento de envejecimiento artificial (Figura 5.5g y Figura 5.5h, para C1, E y C2, E, respectivamente), la aleación ha recibido la energía necesaria para difundir progresivamente el Cu desde la solución sólida, formando precipitados de θ dispersos en la matriz de α (Figura 2.12b), localizados principalmente en los límites de grano de los grandes granos equiaxiales de α .

Las micrografías correspondientes a las espumas sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento artificial presentaron las zonas con mayor densidad de la fase θ , localizadas principalmente en la sección central de las paredes celulares. Esto fue atribuido a la menor velocidad de enfriamiento en estas regiones con respecto a los bordes. Asimismo, las muestras con tamaño de celdas C2 presentaron zonas ricas en Cu más gruesas con respecto a las espumas con celdas C1, lo cual fue atribuido a posibles variaciones de la velocidad de enfriamiento relacionadas con el espesor de las paredes celulares del material (Figura 5.2).

La Figura 5.6 muestra los patrones de difracción normalizados de las espumas de Al-4.5Cu (%masa), representativos de las condiciones de fundición (Figura 5.6a), solución (Figura 5.6b), y envejecimiento (Figura 5.6c). El patrón de difracción correspondiente a las muestras de fundición muestra los picos característicos de la fase α , con un pequeño pico correspondiente a θ en un ángulo de difracción (2θ) de ~ 20.7 . Por su parte, los patrones de difracción representativos de las condiciones de solución y envejecimiento artificial presentan únicamente los picos característicos de α , lo cual fue atribuido a la disolución de la fase θ en una fracción en volumen inferior a la sensibilidad de esta técnica ($\sim 3\%$). No obstante, es importante enfatizar que los patrones de DRX fueron obtenidos principalmente para la identificación de las fases presentes en cada condición experimental, ignorando los efectos de textura cristalográfica (es decir, intensidades relativas diferentes a la del caso isotrópico).

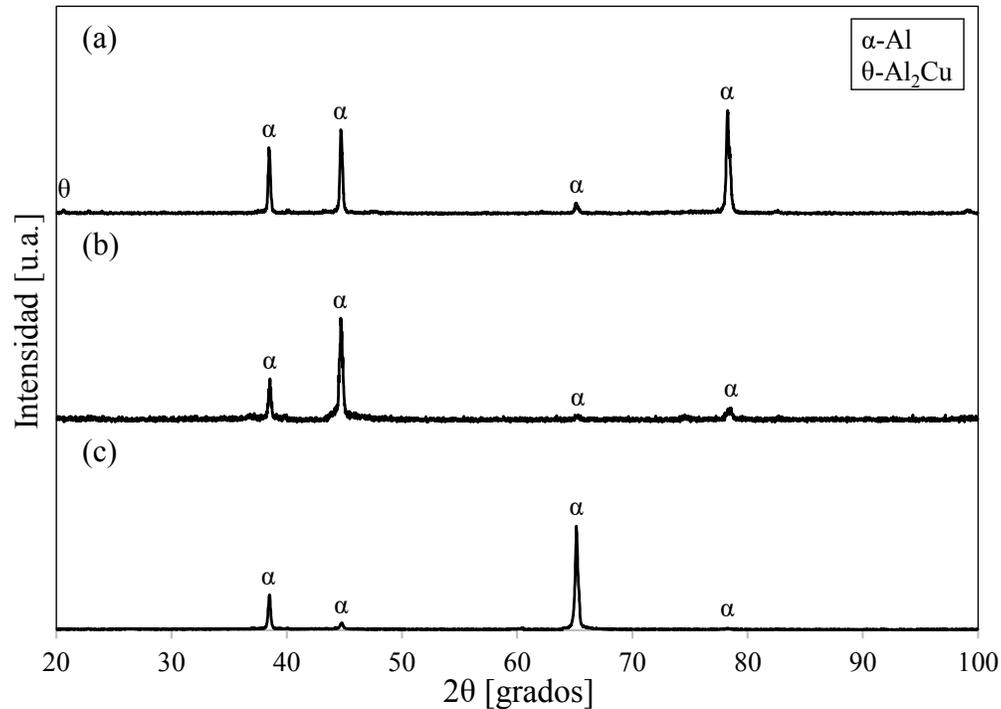


Figura 5.6 Patrones de difracción normalizados de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidos mediante DRX, representativos de las condiciones de (a) fundición, (b) solución, y (c) envejecimiento.

De acuerdo con Avner [41], las aleaciones de Al con un contenido de Cu entre el 2.5 y 5 (%masa) responden adecuadamente al endurecimiento por envejecimiento. La secuencia de precipitación para aleaciones Al-Cu en este rango de composición química es aceptada como: α sobresaturada \rightarrow zonas de GP [1] \rightarrow zonas de GP [2] o $\theta'' \rightarrow \theta' \rightarrow \theta$ (Al₂Cu) [92]. Las repercusiones finales sobre las propiedades mecánicas tras los tratamientos térmicos estarán fuertemente asociadas al grado de distorsión causado en la red cristalina del Al, como resultado de las discontinuidades formadas. El parámetro de red representativo de las condiciones de fundición, solución, y envejecimiento, fue estimado mediante el método Rietveld, a partir de los patrones de DRX mostrados en la Figura 5.6. Los parámetros de red estimados fueron 4.048, 4.044, y 4.048 Å, para las muestras de fundición, solución, y envejecimiento, respectivamente. La reducción del parámetro de red tras el tratamiento térmico de solución fue atribuida a la contracción inducida por los átomos de Cu, ocupando posiciones sustitucionales en la red del Al [55], asimismo concordando bien con el valor reportado por Draissia y Debili [55] para películas solubilizadas de Al-Cu en una

composición química muy similar (\sim Al-4.14Cu (%masa)). De esta manera, se demostró que las espumas de Al-4.5Cu (%masa) sometidas al tratamiento térmico de solución efectivamente fueron solubilizadas.

Considerando la sensibilidad inherente de la técnica de DRX como una limitante para determinar la presencia de fases o precipitados cuya fracción volumétrica no excede el 3%, las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta sometidas al tratamiento térmico de solución fueron analizadas de manera complementaria mediante CDB. Esta técnica es ampliamente usada para determinar las temperaturas asociadas con las transformaciones de fase sólida para aleaciones que contienen entre 1 y 10 (%at) de elementos de aleación [97] (Al-4.5Cu %masa = Al-1.96Cu %at). Durante la fase de calentamiento, las aleaciones de Al desarrollan reacciones de precipitación y disolución relacionadas con transformaciones de fase. Las reacciones de disolución se manifiestan típicamente como eventos endotérmicos, mientras que las reacciones de precipitación proceden como eventos exotérmicos [98], debido a la absorción y liberación de energía, respectivamente. Los análisis de CDB fueron realizados en un rango de temperatura entre 100 y 750 °C. No obstante, los resultados obtenidos son presentados en un rango comprendido entre 140 y 600 °C, con el fin de observar con mayor detalle el desarrollo de eventos exotérmicos y endotérmicos, considerando que las fases/precipitados presumiblemente presentes en el material precipitan en este intervalo de temperatura [91, 92].

La Figura 5.7 muestra los termogramas obtenidos para C1, S y C2, S, donde se puede apreciar la presencia de eventos exotérmicos y endotérmicos, los cuales fueron asignados a reacciones de precipitación y disolución, respectivamente, tomando como referencia las líneas de solvus teóricas de las fases/precipitados [54] para aleaciones Al-Cu con un contenido de Cu inferior a su límite de solubilidad, es decir, 5.65 (%masa). Las temperaturas de solvus aproximadas para la composición de Al-4.5Cu (%masa) estudiada en este capítulo son \sim 210, \sim 260, \sim 480, y \sim 530 °C para GP [1], GP [2] o θ'' , θ' , y θ (Al₂Cu), respectivamente.

La fase α sobresaturada representa una condición con alta inestabilidad termodinámica, la cual precipitará súbitamente en cuanto sea alcanzada la temperatura de transformación de su fase o estado termodinámico subsecuente. Por tal motivo, el análisis de CDB debe enfocarse en los eventos exotérmicos relacionados con la precipitación de fases más estables.

Los picos exotérmicos desarrollados a ~ 300 y ~ 450 °C en la Figura 5.7 presumiblemente corresponden a la precipitación de las fases θ' y θ , respectivamente [89, 91, 92], mientras que el evento exotérmico ocurrido a ~ 520 - 550 °C estaría asociado a la formación de la fase α . Las variaciones en la magnitud de la energía absorbida o liberada por las muestras durante los análisis de CDB plausiblemente estarían asociadas cuantitativamente con la abundancia volumétrica de las fases precipitadas o disueltas, debido a la sensibilidad de esta técnica. De esta manera, estos resultados son atribuidos al efecto del espesor de las paredes celulares, t_{pared} en la cinética de precipitación de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) estudiadas en este capítulo.

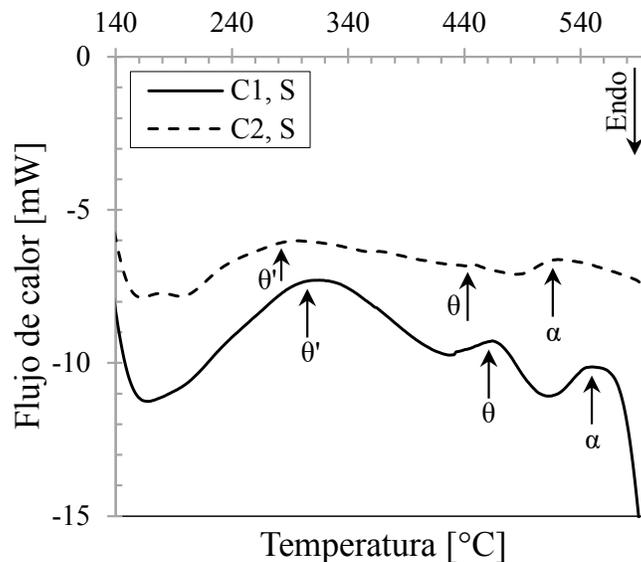


Figura 5.7 Termogramas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta sometidas al tratamiento térmico de solución, obtenidos mediante CDB.

Debido a la imposibilidad para observar mediante MEB las zonas de GP [1], GP [2] o θ'' , y θ' , fueron obtenidas de manera complementaria micrografías de MET, con el fin de analizar con mayor detalle la evolución microestructural de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta sometidas a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento. La Figura 5.8 muestra las micrografías de MET de campo claro obtenidas para la condición de envejecimiento artificial, representativas de ambos tamaños de celda, es decir, C1, E (Figura 5.8a), y C2, E (Figura 5.8b). Inicialmente se planteó la hipótesis de que las espumas con celdas más grandes (C2), presentarían una microestructura más gruesa con respecto a sus homologas con celdas más pequeñas (C1), como consecuencia de posibles variaciones en la

velocidad de enfriamiento del material tras su extracción de la mufla, resultantes del espesor de las paredes celulares. Lo anterior fue demostrado gracias a la Figura 5.8, donde se aprecia que la micrografía correspondiente a C1, E exhibe precipitados más pequeños con respecto a los observados en la micrografía de C2, E, en la cual se aprecia que estos son de mayor tamaño. La microestructura más fina observada en los especímenes con paredes celulares más delgadas fue atribuida a una velocidad de enfriamiento más rápida, a diferencia de las espumas con paredes celulares más gruesas, que permitieron el crecimiento de precipitados de mayor tamaño debido a su enfriamiento más lento.

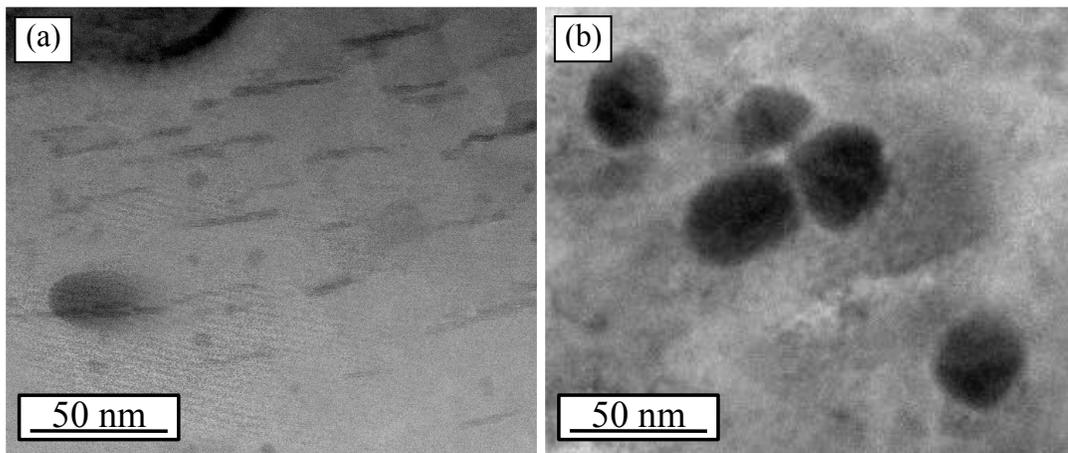


Figura 5.8 Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) C1, E, (b) C2, E.

La Figura 5.9 muestra las micrografías de MET de campo claro obtenidas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta sometidas a los tratamientos térmicos de solución (Figura 5.9a y Figura 5.9c, para C1, S y C2, S, respectivamente) y envejecimiento artificial (Figura 5.9b y Figura 5.9d, para C1, E y C2, E, respectivamente). Las microestructuras correspondientes a la condición de solución concuerdan bien con lo esperado para este tratamiento térmico, mostrando la red de la fase α con átomos de Cu dispersos sobresaturando la red del Al, los cuales se aprecian como zonas de mayor contraste. Por su parte, las microestructuras correspondientes a la condición de envejecimiento artificial muestran claramente los precipitados de Cu formados. Mientras que la Figura 5.9b muestra un precipitado redondeado de Cu de ~ 10 nm de longitud, presumiblemente coherente con la red de Al, la Figura 5.9d muestra un precipitado más irregular que crece a partir de la difusión de cúmulos laminares de Cu.

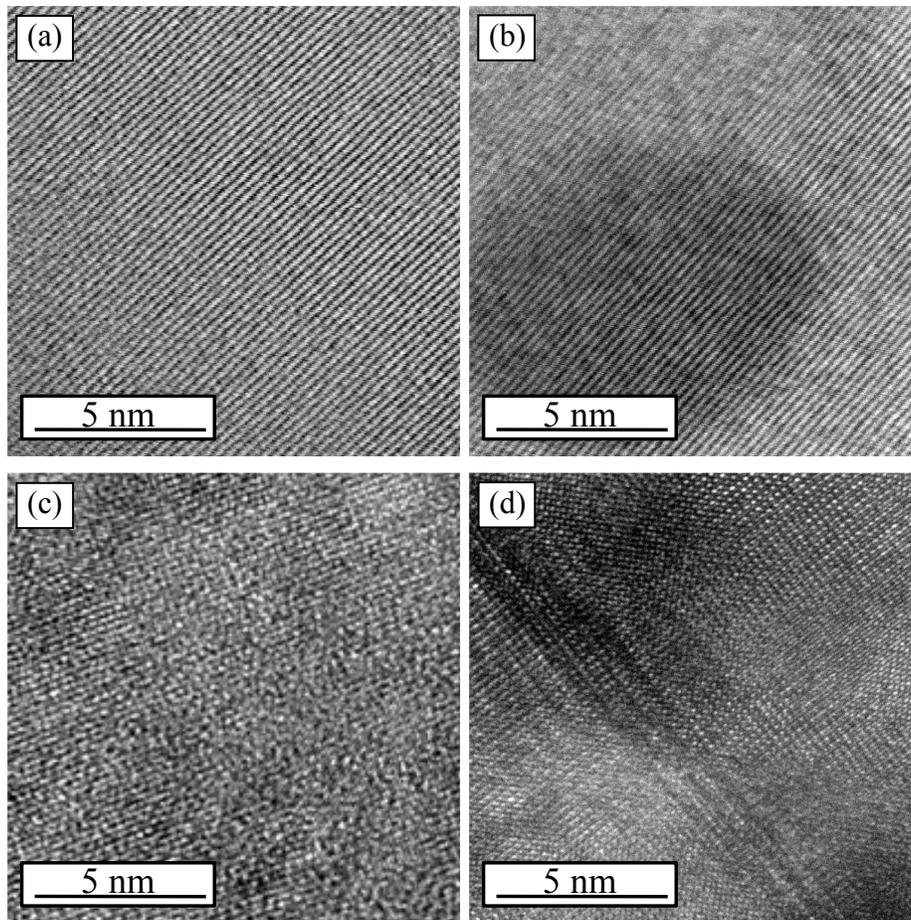


Figura 5.9 Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) C1, S, (b) C1, E, (c) C2, S, (d) C2, E.

De acuerdo con Rodríguez-Veiga et al. [56], el tamaño, abundancia y morfología de los precipitados formados en una aleación determinan las propiedades mecánicas finales del material. Por tal motivo, resulta fundamental comprender a detalle la evolución microestructural del sistema estudiado, para correlacionar adecuadamente la microestructura con el comportamiento mecánico.

La formación y evolución de zonas de GP en aleaciones Al-Cu puede considerarse un proceso de difusión progresivo, resultante de la aglomeración local de átomos de Cu en estructuras laminares [99]. De esta manera, los precipitados y segundas fases formadas dependen principalmente de la disposición y distribución de estas agrupaciones de átomos de Cu [87, 56, 99-101]. La Figura 5.10 muestra micrografías de MET de campo claro con diferentes magnificaciones correspondientes a la condición C2, E, donde se pueden observar zonas ricas

en Cu (Figura 5.10a y Figura 5.10b), constituidas por átomos de Cu difundiendo progresivamente desde la solución. Investigaciones recientes sugieren que las zonas de GP [1] están constituidas por estructuras laminares de una sola capa de átomos de Cu, separadas entre sí por distancias irregulares (Figura 5.10c) [99], mientras que las zonas de GP [2] (θ'') están formados por 3 capas de Al intercaladas entre sí por una capa de Cu, con una composición estequiométrica de $\sim\text{Al}_3\text{Cu}$ (Figura 5.10c) [56]. Si los parámetros de los tratamientos térmicos (tiempo y temperatura) son adecuados, la fase θ'' (coherente) se transforma progresivamente en θ' (coherente), presentando una θ' de transición (semicoherente), es decir, θ'_t (Figura 5.10c y Figura 5.10d), la cual actúa como sitio de nucleación para el crecimiento de θ' durante la colisión simultánea de múltiples capas de θ'' .

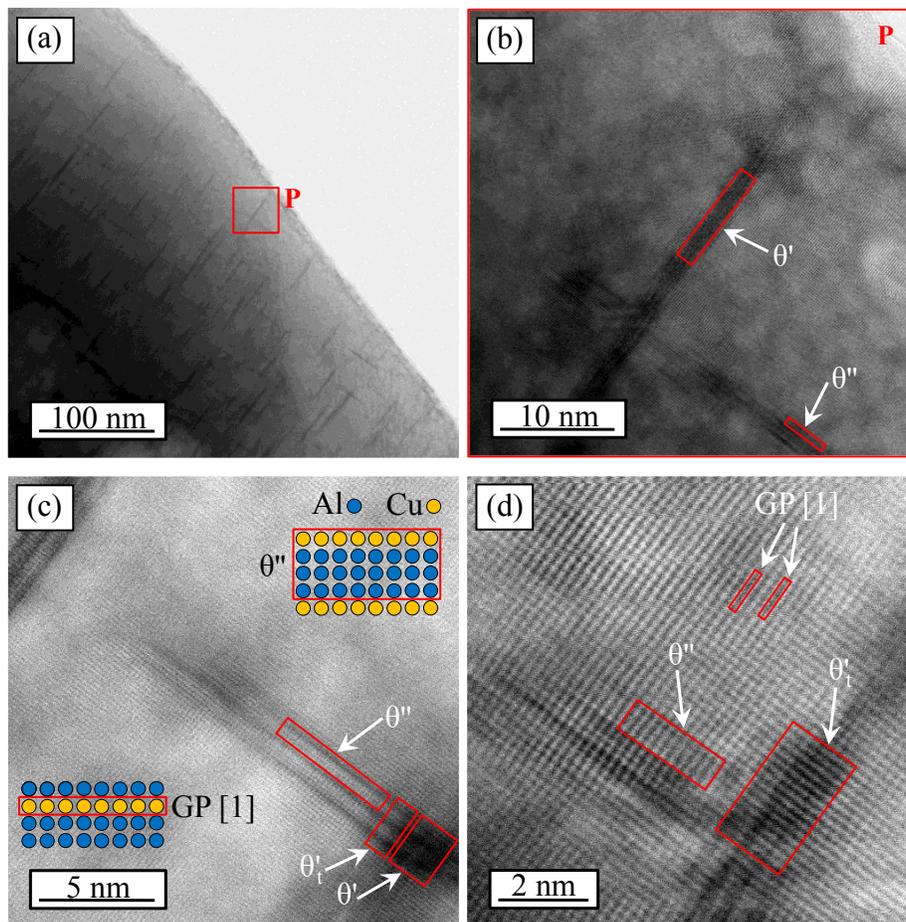


Figura 5.10 Micrografías de correspondientes a la condición C2, E, obtenidas mediante MET (a) zonas ricas en Cu, (b) sección P, (c, d) aglomeraciones de átomos de Cu en estructuras laminares.

La caracterización mecánica de las espumas se llevó a cabo mediante ensayos de compresión con carga uniaxial y microdureza, debido a que ambos proporcionan información diferente sobre el material. Mientras que el ensayo de compresión evalúa el comportamiento mecánico global de las espumas, es decir, la coexistencia entre la microestructura y mesoestructura, el ensayo de microdureza se enfoca en evaluar la microestructura por sí misma.

La Figura 5.11 muestra las curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, con la dispersión de datos obtenidos de los ensayos individuales para cada condición. Todos los especímenes ensayados presentaron el comportamiento típico de compresión esperado para espumas metálicas, con sus tres regiones características. La primera región corresponde a un comportamiento elástico lineal, caracterizado por la proporcionalidad entre el esfuerzo y la deformación. La segunda región corresponde a una meseta extendida que comienza con el colapso plástico de las paredes celulares del material, la cual se caracteriza por presentar gran deformación con un incremento progresivo del esfuerzo. Finalmente, la tercera región corresponde a la densificación del material, la cual comienza cuando la pendiente de la curva esfuerzo-deformación incrementa abruptamente. Esta última región se caracteriza por un rápido incremento del esfuerzo con un incremento sutil de la deformación, resultante del colapso estructural de las paredes celulares.

De acuerdo con la Figura 5.11, la respuesta a los tratamientos térmicos de las espumas metálicas de celda abierta está relacionada con el tamaño de sus celdas, ya que las muestras con celdas C1 (Figura 5.11a) presentaron un incremento importante de su resistencia mecánica a la compresión después de los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial, contrario a lo ocurrido con las espumas con celdas C2 (Figura 5.11b), en las cuales este incremento fue notablemente inferior. Asimismo, en esta figura se puede observar que las muestras con celdas C1 sometidas al tratamiento térmico de solución (C1, 2) presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas, mientras que la curva correspondiente a la condición de envejecimiento (C1, E) se encontró intermedia entre las curvas de fundición (C1, F) y solución. Inicialmente se partió de la hipótesis de que, en términos de tratamientos térmicos, las espumas sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento artificial presentarían el mayor incremento de sus propiedades mecánicas, debido a la formación de precipitados y segundas fases. No obstante, esto no ocurrió.

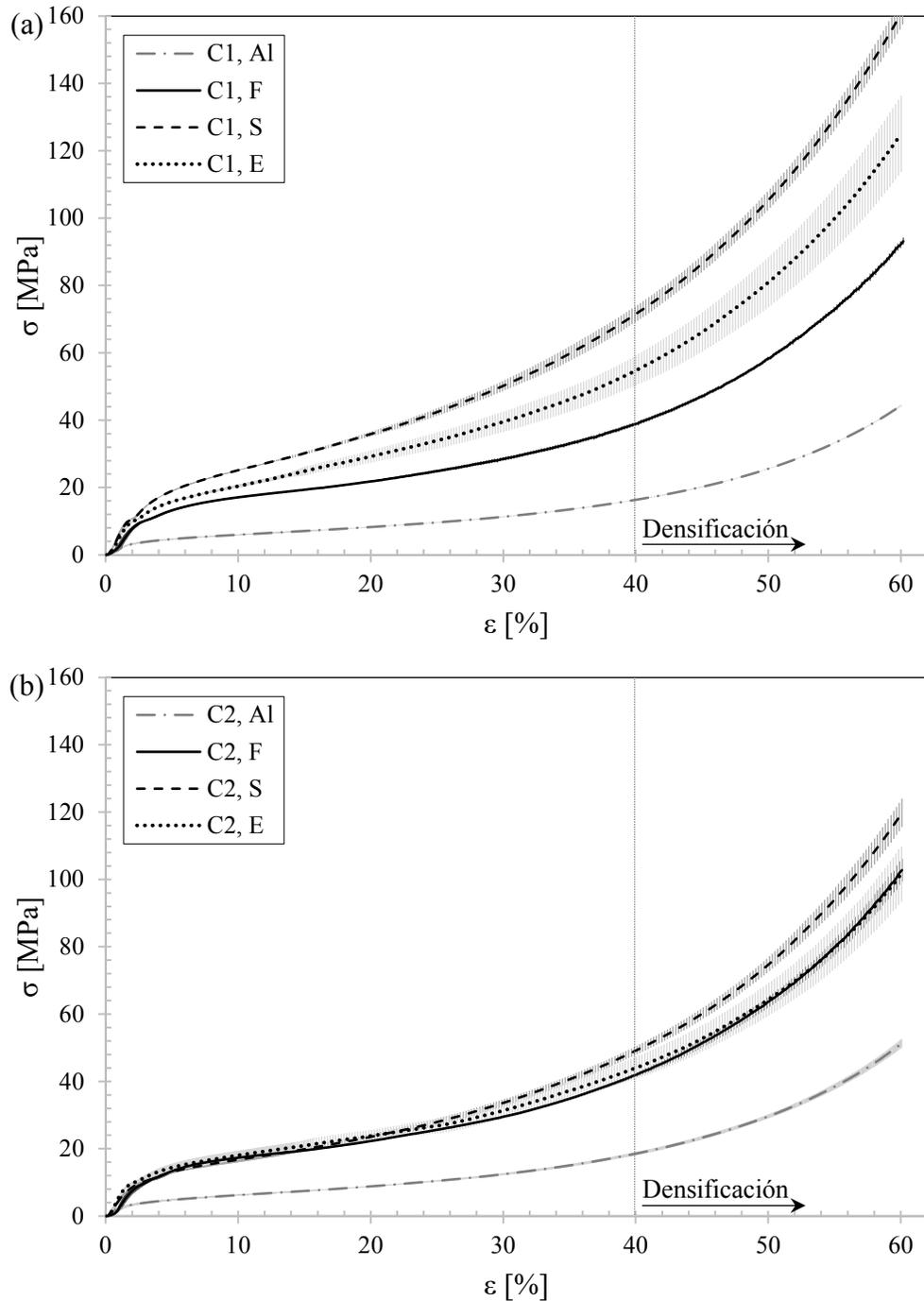


Figura 5.11 Curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta mediante ensayos de compresión (a) C1: 2.00-2.38 mm, (b) C2: 3.35-4.75 mm.

Jeenager y Pancholi [102] reportaron resultados similares para espumas de Al producidas por el método de agente espumante con un contenido de Cu del 4 (%masa), atribuyendo estos

resultados a la formación de intermetálicos en las espumas envejecidas, los cuales actuaron como concentradores de esfuerzos. De esta manera, es factible que la diferencia en la respuesta de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial fuera resultante del crecimiento de intermetálicos de Al-Cu-Fe debido a la presencia de impurezas de Fe (Tabla 5.3), los cuales actuaron como precursores de grietas y redujeron el Cu disponible para formar precipitados. Por otra parte, estos resultados también podrían atribuirse a la inestabilidad termodinámica alcanzada por la α de las muestras solubilizadas, la cual les confirió una mayor energía de falla de apilamiento [103], logrando así un mayor incremento de sus propiedades mecánicas como consecuencia de la distorsión de la red de Al causada por los átomos de Cu [104].

En el caso de las espumas con celdas C2, se puede apreciar que las muestras sometidas al tratamiento térmico de solución (C2, S) presentaron un ligero incremento de su resistencia mecánica a la compresión, en comparación con el incremento alcanzado por los especímenes sometidos al tratamiento térmico de envejecimiento artificial (C2, E), el cual fue despreciable. Considerando que la resistencia mecánica a la compresión de espumas de Al-1100 de celda abierta incrementó de manera significativa para ambos tamaños de celda como resultado únicamente de la adición de Cu, es decir, sin tratamientos térmicos posteriores (C1, F, y C2, F en la Figura 5.11), la variación en la respuesta del material a estos procesos termodinámicos fue atribuida principalmente a la diferencia en el espesor de las paredes celulares entre los dos tamaños de celda analizados, debido a que este parámetro fue la única variable definida entre las muestras estudiadas en este capítulo.

Conde y Mortensen [86] llegaron a conclusiones opuestas sobre la respuesta al tratamiento térmico de envejecimiento artificial en espumas de Al-4.5Cu (%masa) producidas en tamaños de celda de 75 y 400 μm , reportando un mayor incremento de las propiedades mecánicas del material en las muestras con celdas de mayor tamaño. Estos resultados fueron atribuidos a la formación de intermetálicos, los cuales afectaron más significativamente el desempeño mecánico de las espumas con celdas más pequeñas, debido a sus paredes celulares más delgadas con respecto a las espumas con celdas más grandes. De esta manera, considerando los resultados reportados por Conde y Mortensen, se plantea la existencia de dos regímenes diferentes que gobiernan la respuesta a los tratamientos térmicos de las

espumas metálicas de celda abierta, es decir, un régimen para paredes celulares relativamente gruesas, y otro para paredes celulares relativamente delgadas.

La Figura 5.12 muestra las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta deformadas después de los ensayos de compresión. En esta figura se puede observar que mientras que las paredes celulares de las espumas de Al-1100 fueron compactadas completamente hasta alcanzar un porcentaje de deformación del 80% (Figura 5.12a y Figura 5.12e, para C1, Al y C2, Al, respectivamente), las espumas de Al-4.5Cu (%masa) no superaron el 70% de deformación total, debido a que la resistencia mecánica de estas muestras excedió la carga máxima de la maquina universal (97.87 kN). Lo anterior fue atribuido a la adición de Cu para las muestras de fundición (Figura 5.12b y Figura 5.12f, para C1, F y C2, F, respectivamente), así como a la distorsión de la red del Al y el crecimiento de la fase θ para las muestras de solución (Figura 5.12c y Figura 5.12g, para C1, S y C2, S, respectivamente) y envejecimiento artificial (Figura 5.12d y Figura 5.12h, para C1, E y C2, E, respectivamente).

En la Figura 5.12 igualmente se puede observar que las muestras constituidas por Al-1100 presentaron un mecanismo de deformación completamente dúctil, caracterizado por la flexión progresiva de sus paredes celulares. Por su parte, el mecanismo de deformación de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) tendió más a un comportamiento frágil, debido a la fractura de sus paredes celulares antes de ser completamente flexionadas.

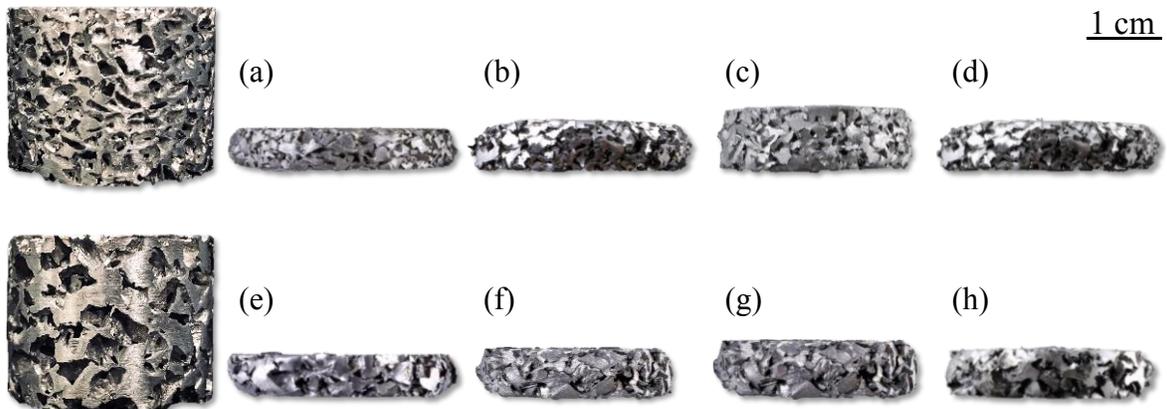


Figura 5.12 Espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta deformadas después de los ensayos de compresión (a) C1, Al, (b) C1, F, (c) C1, S, (d) C1, E, (e) C2, Al, (f) C2, F, (g) C2, S, (h) C2, E.

La Figura 5.13 muestra los perfiles de microdureza Vickers (HV) de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta estudiadas en este capítulo, trazados mediante mediciones a lo largo del diámetro de las muestras cilíndricas producidas para los ensayos de compresión. La microdureza promedio con su desviación estándar es presentada en la Tabla 5.5 para cada condición de ensayo. Las muestras de fundición presentaron valores de microdureza Vickers entre 40 y 60, mientras que los especímenes de referencia constituidos de *Al-1100* presentaron valores entre 16 y 23, como se aprecia en la parte inferior de ambos perfiles. No obstante, esta propiedad mecánica incrementó significativamente como resultados de ambos tratamientos térmicos.

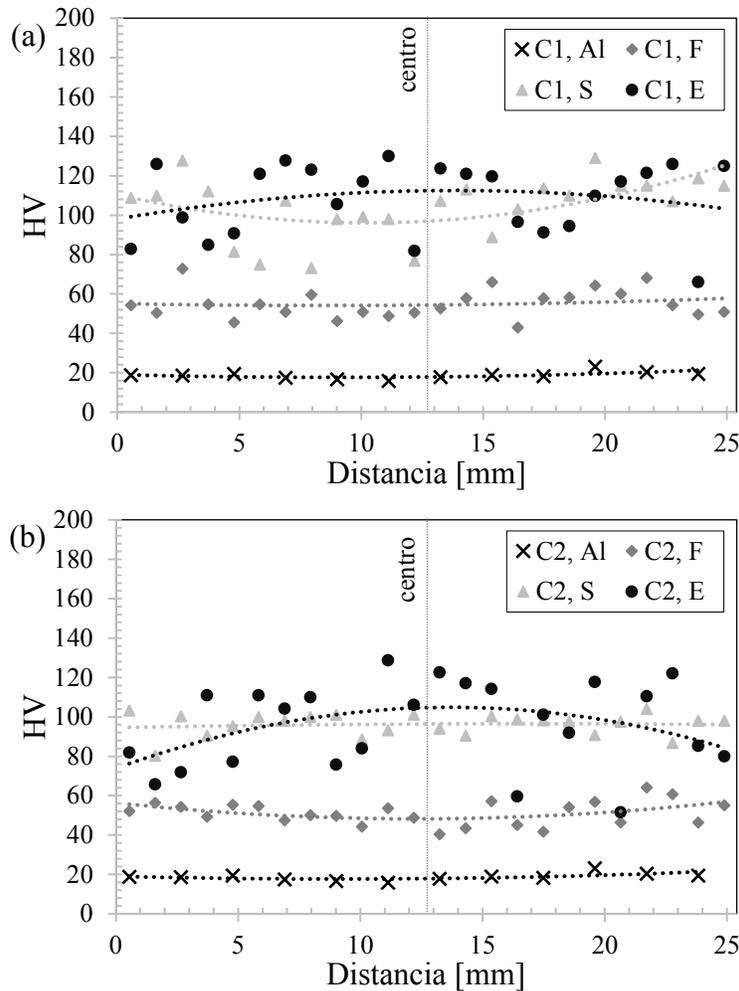


Figura 5.13 Resultados de microdureza (HV) obtenidas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta (a) C1: 2.00-2.38 mm, (b) C2: 3.35-4.75 mm.

Las espumas con celdas C1 (Figura 5.13a) mostraron microdurezas Vickers ligeramente superiores a los valores obtenidos para las espumas con celdas C2 (Figura 5.13b), esto es, 104 ± 16 , 108 ± 18 , 96 ± 6 , y 96 ± 22 , para C1, S, C1, E, C2, S, y C2, E, respectivamente. En cuanto a la dispersión de los datos, ésta fue considerablemente mayor para la condición C2, E, lo cual fue atribuido a su microestructura más heterogénea con respecto a las otras condiciones analizadas.

La Tabla 5.5 muestra las propiedades mecánicas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta analizadas en este capítulo, para todas las condiciones de ensayo. Cada una de las propiedades mecánicas presentadas en esta tabla se asocia con las diferentes funcionalidades de este material. De esta manera, mientras que la capacidad de absorción de energía de las espumas rige su comportamiento para la disipación de impacto mediante deformación plástica, el esfuerzo de colapso plástico se asocia con la rigidez del material para posibles usos en estructuras ligeras. Cabe destacar que todas las espumas estudiadas en este capítulo presentaron propiedades físicas y estructurales similares, como se puede apreciar en la Tabla 5.4, lo cual es muy significativo considerando que la capacidad de absorción de energía al 40% de deformación registró un incremento del 63% para la condición C1, S con respecto a C1, F. Lo anterior plantea la posibilidad de incrementar significativamente las propiedades mecánicas de las espumas, sin afectar de manera importante sus propiedades físicas y estructurales, ampliando así el rango de posibles aplicaciones para este material.

Tabla 5.5 Propiedades mecánicas de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta.

Condición	σ_{cp} [MPa]	σ_{pl} [MPa]	W [MJ/m]			HV $\pm\sigma$
			20%	40%	60%	
C1, Al	3.0	11.5	1.11	3.42	8.82	19 \pm 2
C1, F	9.6	29.0	3.10	9.00	21.10	55 \pm 7
C1, S	10.4	52.0	4.70	14.70	36.30	104 \pm 16
C1, E	9.9	40.0	3.80	11.90	28.60	108 \pm 18
C2, Al	3.1	12.9	1.19	3.76	10.01	19 \pm 2
C2, F	9.2	31.0	3.20	9.20	22.50	51 \pm 6
C2, S	10.2	35.0	3.20	10.20	25.60	96 \pm 6
C2, E	9.7	32.0	3.40	9.90	23.20	96 \pm 22

5.4 Conclusiones

Las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta estudiadas en este capítulo presentaron diferente respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial en función del tamaño de sus celdas. Estos resultados fueron atribuidos a posibles variaciones en la velocidad de enfriamiento de las muestras tratadas térmicamente tras su extracción de la mufla, resultante de las diferencias en el espesor de sus paredes celulares. Esta variación fue asimismo atribuida a la formación de las fases θ'' y θ' , cuya cinética de precipitación varió con el espesor de las paredes celulares, de acuerdo con los resultados obtenidos de análisis de calorimetría diferencial de barrido (CDB) y microscopía electrónica de transmisión (MET).

El mayor incremento de las propiedades mecánicas con respecto a la condición de fundición fue alcanzado para la condición C1, S, de acuerdo con los resultados obtenidos mediante ensayos de compresión y microdureza. Este resultado fue atribuido a la energía de apilamiento causada por los átomos de Cu sobresaturando la red de Al, así como a la presencia de impurezas de Fe, las cuales posiblemente redujeron la cantidad de Cu disponible para formar precipitados y actuaron como concentradores de esfuerzo. Por otro lado, las espumas de la condición C2, E presentaron el menor incremento de sus propiedades mecánicas, lo cual fue atribuido a la microestructura final obtenida después de este tratamiento térmico, constituida por precipitados de mayor tamaño con respecto a las otras condiciones experimentales. Asimismo, en este capítulo se reporta un incremento muy significativo de la resistencia a la compresión de espumas de Al-1100 de celda únicamente por la adición de Cu, es decir, sin tratamientos térmicos posteriores.

En términos generales, estos resultados demuestran la inherente correlación entre la macroestructura y la microestructura de espumas metálicas de celda abierta, sentando así las bases teóricas para proponer los parámetros óptimos de tratamiento térmico (tiempo y temperatura) para incrementar adecuadamente sus propiedades mecánicas en función del tamaño de sus celdas. Asimismo, estos resultados son potencialmente extrapolables para materiales celulares susceptibles a los tratamientos térmicos, motivo por el cual son muy significativos en ciencia e ingeniería de materiales.

Capítulo 6

Espumas de Al-7075

6.1 Introducción

Partiendo de los resultados obtenidos en el capítulo anterior, se consideró necesaria la confirmación de la respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento de las espumas de Al de celda abierta, por lo que dicho fenómeno fue analizado en muestras producidas a partir de una aleación diferente a la estudiada en el capítulo 5 (Al-4.5Cu (%masa)). Como se puede observar en la Tabla 5.1, otros elementos de aleación (además del Cu) que han sido recurrentemente usados para incrementar las propiedades mecánicas de espumas de Al son el Mg y el Zn, debido principalmente a la gran solubilidad de estos metales en el Al, y a las características de los precipitados y fases formadas como consecuencia del tratamiento térmico de envejecimiento artificial.

En este capítulo se describen los resultados obtenidos de la caracterización física, estructural, química, microestructural, y mecánica de espumas de *Al-7075* de celda abierta producidas en dos tamaños de celda diferentes, en función de la respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial. La aleación *Al-7075* fue seleccionada debido a su importancia comercial, al ser una de las aleaciones de Al más ampliamente usadas en la industria aeronáutica y automotriz, así como en la manufactura de engranajes, gracias a su baja densidad y excelentes propiedades mecánicas [51]. Asimismo, al tratarse de una aleación con una mayor cantidad de elementos presentes (Al-Zn-Mg-Cu) con respecto al sistema

estudiado en el capítulo anterior (Al-Cu), se busca determinar el papel de estos en la respuesta del material a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial.

6.2 Materiales y métodos

Las espumas de Al de celda abierta estudiadas en este capítulo fueron producidas a partir de una aleación de Al-7075 (Al-Zn-Mg-Cu), siguiendo la metodología descrita en la sección 3.1. La aleación de Al-7075 usada consistió en una lámina comercial de esta aleación. Las muestras analizadas consistieron en probetas cilíndricas de 2.54 cm de diámetro por 2.00 cm de longitud, con tamaños de celda de 2.00-2.38 mm y 3.35-4.75 mm. La composición química de las muestras producidas fue determinada mediante FRX. Posteriormente, las propiedades físicas y estructurales de estos especímenes fueron determinadas siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.1.

Los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial fueron llevados a cabo en la mufla que se muestra en la Figura 3.5, generando un lote de cada condición para su caracterización mecánica y microestructural. Asimismo, un lote en la condición de fundición, (sin tratamientos térmicos) fue conservado para su caracterización, como referencia. El tratamiento térmico de solución se llevó a cabo a una temperatura de 480 °C durante 2 h, seguido de un temple en agua a ~0 °C (Figura 2.12a). Por su parte, el tratamiento térmico de envejecimiento artificial se llevó a cabo a una temperatura de 120 °C durante 24, 48, y 72 h, seguido de un enfriamiento en aire a temperatura ambiente (Figura 2.12b).

La caracterización microestructural de las espumas de Al-7075 de celda abierta estudiadas en este capítulo fue realizada mediante microscopía electrónica de barrido, espectroscopía de rayos X de energía dispersiva, calorimetría diferencial de barrido, difracción de rayos X, y microscopía electrónica de transmisión, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.2. La caracterización mecánica de las espumas de Al-7075 de celda abierta fue realizada mediante ensayos de compresión y microdureza, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.3. Asimismo, el mecanismo de deformación de las muestras sometidas a ensayos de compresión fue analizado mediante examinación visual.

La Tabla 6.1 muestra la nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-7075 de celda abierta estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas y del tratamiento térmico al cual sometidas las muestras estudiadas.

Tabla 6.1 Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-7075 estudiadas en este capítulo, en función del tamaño de las celdas y del tratamiento térmico al cual fueron sometidas.

Condición	Tamaño de celda [mm]	Tratamiento térmico
D1, F		Fundición
D1, S		Solución
D1, E1	2.00-2.38	Envejecimiento artificial, 24 h
D1, E2		Envejecimiento artificial, 48 h
D1, E3		Envejecimiento artificial, 72 h
D2, F		Fundición
D2, S		Solución
D2, E1	3.35-4.75	Envejecimiento artificial, 24 h
D2, E2		Envejecimiento artificial, 48 h
D2, E3		Envejecimiento artificial, 72 h

6.3 Resultados y discusión

Las espumas de Al-7075 de celda abierta presentaron un aspecto físico similar al de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) mostradas en la Figura 5.1. Asimismo, las mediciones realizadas para determinar el espesor de las paredes celulares del material fueron similares para las espumas constituidas por ambas aleaciones, por lo que las mediciones presentadas en la Figura 5.2 son representativas de ambos sistemas.

La Tabla 6.2 muestra la composición química de las espumas de Al-7075 de celda abierta estudiadas en este capítulo, determinada mediante FRX. La información presentada en esta tabla confirma la presencia de Zn como elementos de aleación principal en (%masa) del Al-7075, seguido por el Mg y el Cu, en ese orden.

La Tabla 6.3 muestra los resultados obtenidos de la caracterización física y estructural de las espumas de Al-7075 de celda abierta, donde se puede apreciar que estas muestras presentaron propiedades físicas y estructurales muy similares a las obtenidas para las espumas de Al-1100 (Tabla 4.4) y Al-4.5Cu (%masa) (Tabla 5.4), a pesar de las diferencias en la densidad entre estas tres aleaciones. De esta manera, se confirma que es posible producir espumas de Al de

celda abierta a partir de diversas aleaciones sin modificar significativamente las propiedades físicas y estructurales del material.

Tabla 6.2 Composición química de las espumas de Al-7075, obtenida mediante FRX.

Elemento	%masa	± [*2]
Al	90.54	0.35
Zn	4.67	0.03
Mg	2.46	0.26
Cu	1.80	0.02
Fe	0.24	0.01
Cr	0.21	0.02
Ti	0.04	0.00
Si	0.01	0.00

Tabla 6.3 Propiedades físicas y estructurales de las espumas de Al-7075.

Condición	m [g]	V _{Celdas} [cm ³]	CPP	ρ [g/cm]	ρ*	Φ [%]	t _{pared} [mm]
D1	10.40	6.47	12	1.03	0.37	64	1.12
D2	10.50	6.46	7	1.04	0.37	64	1.78

Las espumas de Al-7075 de celda abierta estudiadas en este capítulo fueron en primer lugar caracterizadas mecánicamente mediante ensayos de compresión, con el fin de determinar el tiempo de envejecimiento artificial en el cual se obtiene el mayor incremento de las propiedades mecánicas para esta aleación (24, 48, o 72 h). La Figura 6.1 muestra las curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de Al-7075 de celda abierta, representativas de cada condición de ensayo (Tabla 6.1). En esta figura se puede apreciar que las muestras sometidas a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento presentaron el comportamiento mecánico característico de este material, tanto para los especímenes con celdas D1 (Figura 6.1a), como para aquellos con celdas D2 (Figura 6.1b). No obstante, los especímenes correspondientes a la condición de fundición, es decir, D1, F y D2, F, colapsaron prematuramente ($\epsilon < 25\%$), lo cual fue atribuido a la posible precipitación del Zn, Mg, y Cu en la interfase entre el metal líquido y las partículas de NaCl durante la solidificación del Al, resultante de la microsegregación de estos elementos. De esta manera se determinó que las espumas de Al-7075 de celda abierta presentan un comportamiento mecánico deficiente en

la condición de fundición, volviendo necesaria la realización de tratamientos térmicos subsecuentes.

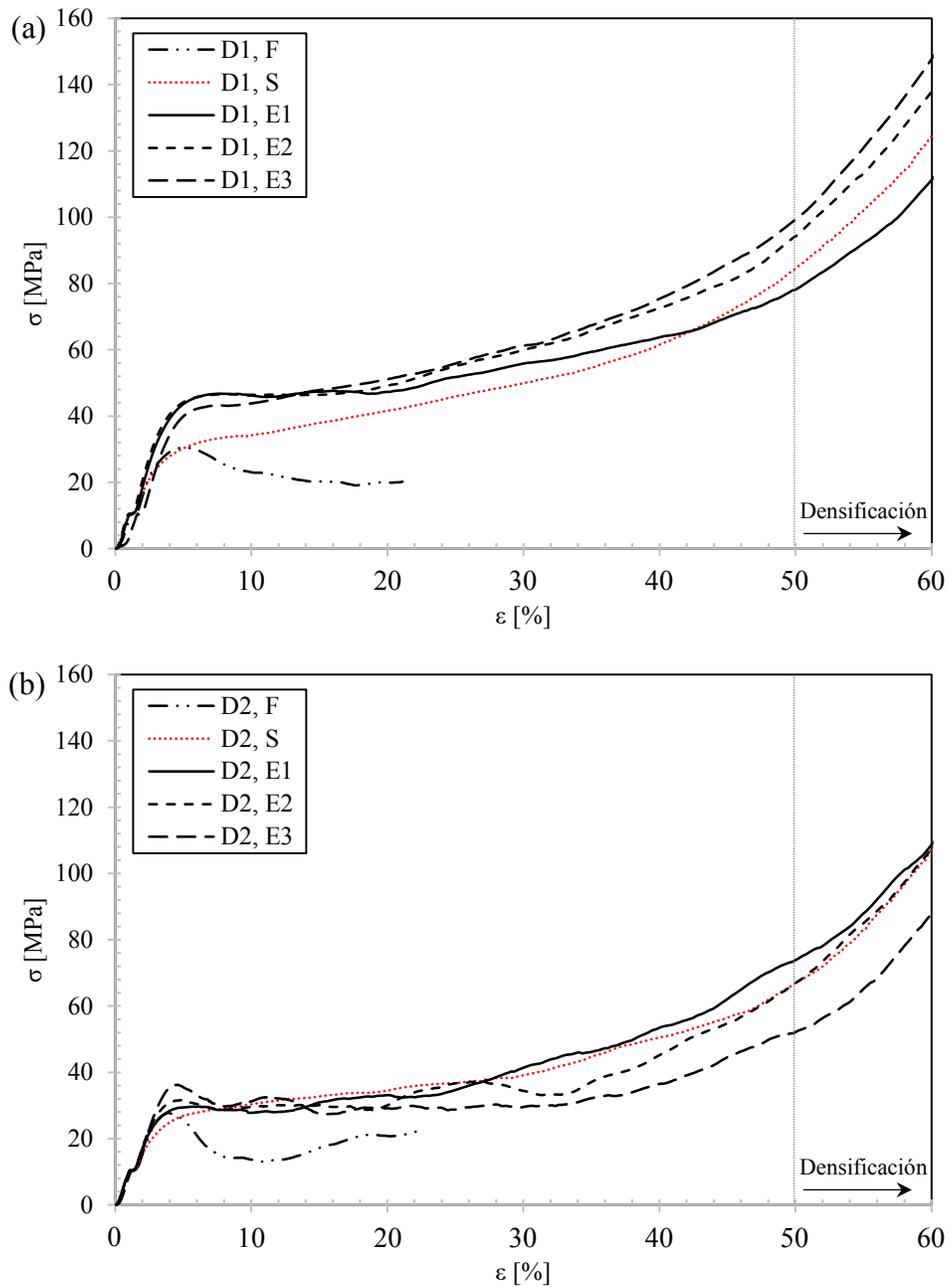


Figura 6.1 Curvas esfuerzo-deformación obtenidas de las espumas de Al-7075 de celda abierta mediante ensayos de compresión (a) D1: 2.00-2.38 mm, (b) D2: 3.35-4.75 mm.

En la Figura 6.1 también se puede apreciar que las espumas de Al-7075 presentaron un mayor incremento de sus propiedades mecánicas después del tratamiento térmico de envejecimiento

artificial, contrario a lo ocurrido con las espumas de Al-4.5Cu (%masa), las cuales respondieron mejor al tratamiento térmico de solución. Esta variación de resultados fue atribuida tanto a las diferencias en la composición química entre ambas aleaciones como a la presencia de impurezas, principalmente Fe. En el caso de las muestras de Al-4.5Cu (%masa), las impurezas de Fe (Tabla 5.3, 0.17 %masa) posiblemente formaron intermetálicos de Al-Cu-Fe [86], los cuales actuaron como concentradores de esfuerzos y redujeron la cantidad de Cu disponible para formar precipitados endurecedores. Por su parte, el efecto de las impurezas de Fe (Tabla 6.2, 0.24 %masa) en las muestras de Al-7075 fue menor, debido a la presencia de otros elementos de aleación (Zn y Mg), los cuales forman entre sí los precipitados endurecedores para este sistema (Tabla 2.3).

Finalmente, en la Figura 6.1 se puede observar un incremento del esfuerzo de colapso plástico, σ_{cp} , de las espumas de Al-7075 con respecto a las de Al-4.5Cu (%masa), así como el desplazamiento del inicio de la densificación del material, la cual ocurrió a una deformación del ~50% y ~40%, respectivamente.

El inherente efecto de la macroestructura en la microestructura de este material se puede apreciar de manera global en las Figuras 5.11 y 6.1, donde se observa que las muestras con celdas de 2.00-2.38 mm fueron las que presentaron consistentemente el mayor incremento de sus propiedades mecánicas en ambos sistemas después de los tratamientos térmicos. Lo anterior es confirmado en la Tabla 6.4, donde se muestran las propiedades mecánicas de las espumas de Al-7075 de celda abierta.

Tabla 6.4 Propiedades mecánicas de las espumas de Al-7075 de celda abierta.

Condición	σ_{cp} [MPa]	σ_{pl} [MPa]	W [MJ/m]			HV $\pm\sigma$
			20%	40%	60%	
D1, F	29.7	-	4.25	-	-	124 \pm 15
D1, S	27.9	41.85	4.85	13.21	29.82	143 \pm 10
D1, E1	43.3	46.90	7.95	18.97	35.03	163 \pm 14
D1, E2	42.7	49.14	8.06	20.03	39.39	142 \pm 18
D1, E3	38.4	48.09	7.67	19.94	40.52	163 \pm 18
D2, F	27.9	-	3.35	-	-	118 \pm 11
D2, S	23.2	38.47	3.86	10.59	23.51	141 \pm 10
D2, E1	25.7	38.10	5.27	13.41	28.36	150 \pm 16
D2, E2	29.9	35.97	5.30	12.50	23.32	161 \pm 11
D2, E3	34.4	36.07	5.49	11.63	22.55	164 \pm 15

Las muestras D1, E2 (48 h) y D2, E3 (72 h) fueron determinadas como las condiciones críticas de envejecimiento artificial para las espumas de Al-7075, de acuerdo con las curvas esfuerzo-deformación mostradas en la Figura 6.1, y con la información presentada en la Tabla 6.4. Asimismo, considerando que las espumas con celdas D1 presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas, estas fueron seleccionadas para estudiar su evolución microestructural mediante MEB. La Figura 6.1 muestra micrografías representativas de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidas mediante MEB, correspondientes a las condiciones D1, F (Figura 6.2a), D1, S (Figura 6.2b), y D1, E2 (Figura 6.2c).

La muestra correspondiente a la condición de fundición presentó una microestructura dendrítica, resultante de la microsegregación del Zn, Mg, y Cu durante la solidificación del Al. Por su parte, la microestructura correspondiente a la condición de solución consistió mayoritariamente en la fase α (Al), a partir de la cual crecieron precipitados de η (Zn_2Mg) y θ (Al_2Cu) como resultado del tratamiento térmico de envejecimiento artificial.

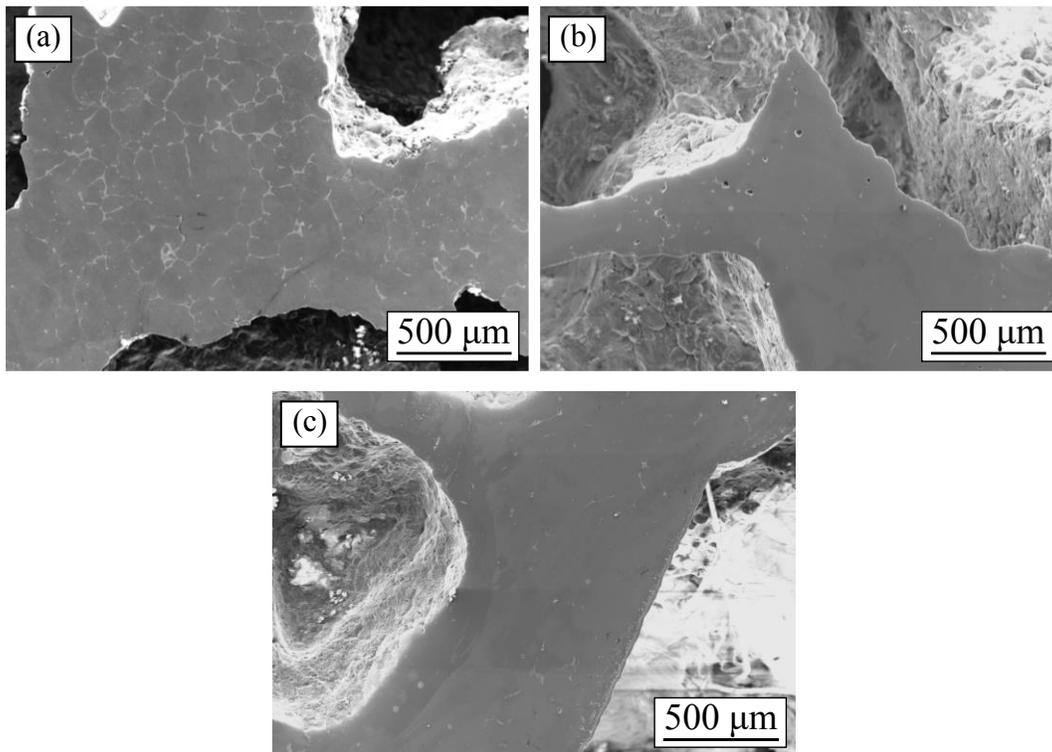


Figura 6.2 Micrografías de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidas mediante MEB (a) D1, F, (b) D1, S, (c) D1, E2.

La Figura 6.3 muestra los patrones de difracción normalizados de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidos mediante DRX, correspondientes a las condiciones D1, F (Figura 6.3a), D1, S (Figura 6.3b), y D1, E2 (Figura 6.3c). De manera similar a lo ocurrido con las muestras constituidas por Al-4.5Cu (%masa), los patrones de difracción representativos de las muestras sometidas a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial presentaron únicamente los picos característicos de α , lo cual fue atribuido a la disolución del Zn, Mg, y Cu en la matriz de Al. Por su parte, el patrón de difracción correspondiente a las muestras de fundición muestra los picos característicos de la fase α , con algunos picos de menor intensidad en ángulos de difracción (2θ) de ~ 37 y ~ 41 , posiblemente correspondientes a η o θ .

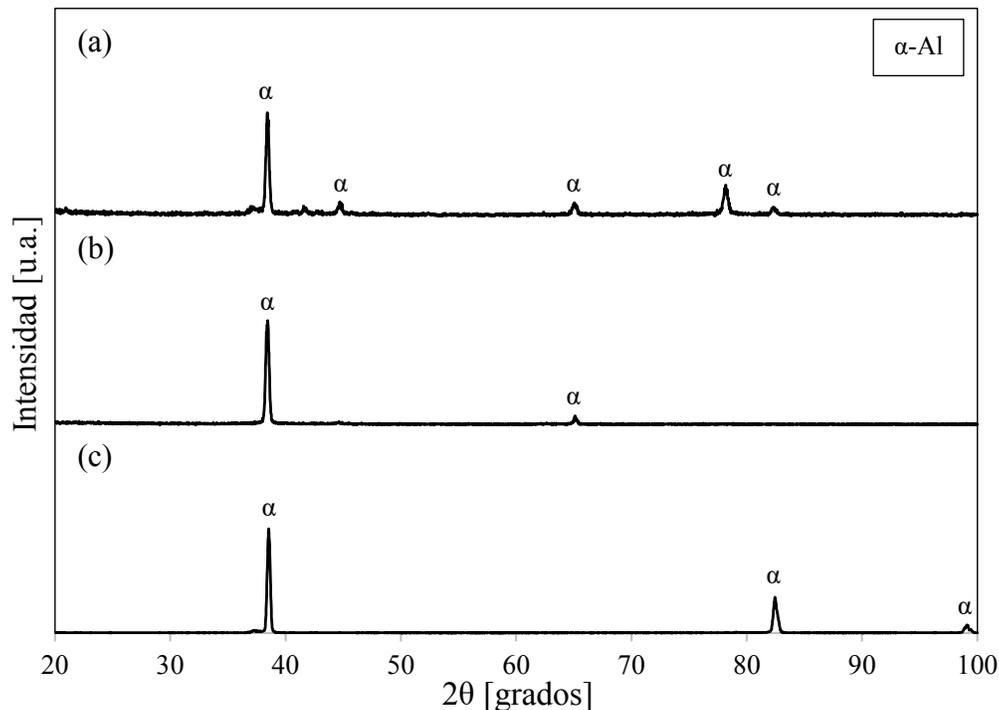


Figura 6.3 Patrones de difracción normalizados de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidos mediante DRX, representativos de las condiciones de (a) D1, F, (b) D1, S, (c) D1, E2.

La Figura 6.4 muestra los termogramas obtenidos mediante CDB de D1, S y D2, S, donde se puede apreciar un evento endotérmico seguido de uno exotérmico a temperaturas de ~ 150 °C y ~ 200 °C, respectivamente. La reacción endotérmica fue atribuida a la disolución de zonas GP, mientras que la reacción exotérmica suscitada fue atribuida a la precipitación de η' [105].

Por otra parte, considerando la sensibilidad de esta técnica a la fracción en volumen de las fases precipitadas o disueltas, se descarta la existencia de la variación la variación de la abundancia de estas fases en función del tamaño de las celdas, debido a que D1, S y D2, S liberaron y absorbieron una cantidad de energía similar durante el análisis.

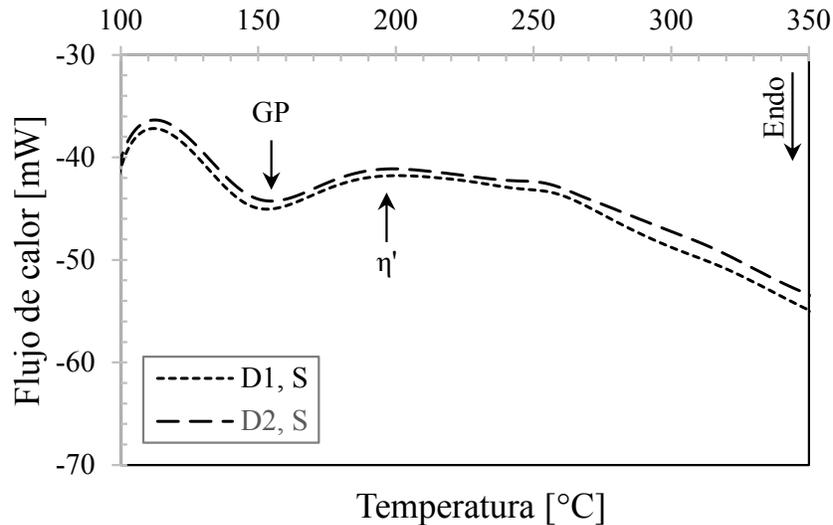


Figura 6.4 Termogramas de las espumas de Al-7075 de celda abierta sometidas al tratamiento térmico de solución, obtenidos mediante CDB.

El efecto del tamaño de las celdas en la respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento de las espumas de Al-7075 de celda abierta estudiadas en este capítulo fue analizado de manera complementaria mediante MET. La Figura 6.5 muestra las micrografías obtenidas para las condiciones D1, E1 (Figura 6.5a) y D2, E1 (Figura 6.5b).

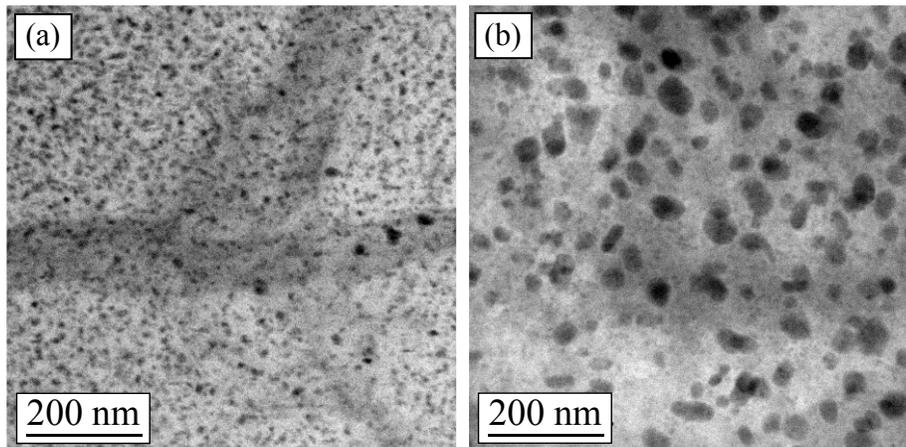


Figura 6.5 Micrografías de las espumas de Al-7075 de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) D1, E1, (b) D2, E1.

En la Figura 6.5 se puede observar que las muestras con celdas D1 presentaron precipitados más pequeños con respecto a los presentados por los especímenes con celdas D2, lo que concuerda con los resultados obtenidos para las espumas de Al-4.5Cu (%masa). Este fenómeno fue atribuido en ambas aleaciones a la mayor velocidad de enfriamiento de las muestras con paredes más delgadas después de los tratamientos térmicos. No obstante, la diferencia fundamental entre ambas microestructuras es el tamaño de los precipitados, debido a que la distribución de estos en ambos casos resultó homogénea.

La Figura 6.6 muestra los perfiles de microdureza Vickers (HV) de las espumas de Al-7075 de celda abierta estudiadas en este capítulo, trazados mediante mediciones a lo largo del diámetro de las muestras cilíndricas producidas para los ensayos de compresión. La microdureza promedio con su desviación estándar es presentada en la Tabla 6.4 para cada condición de ensayo.

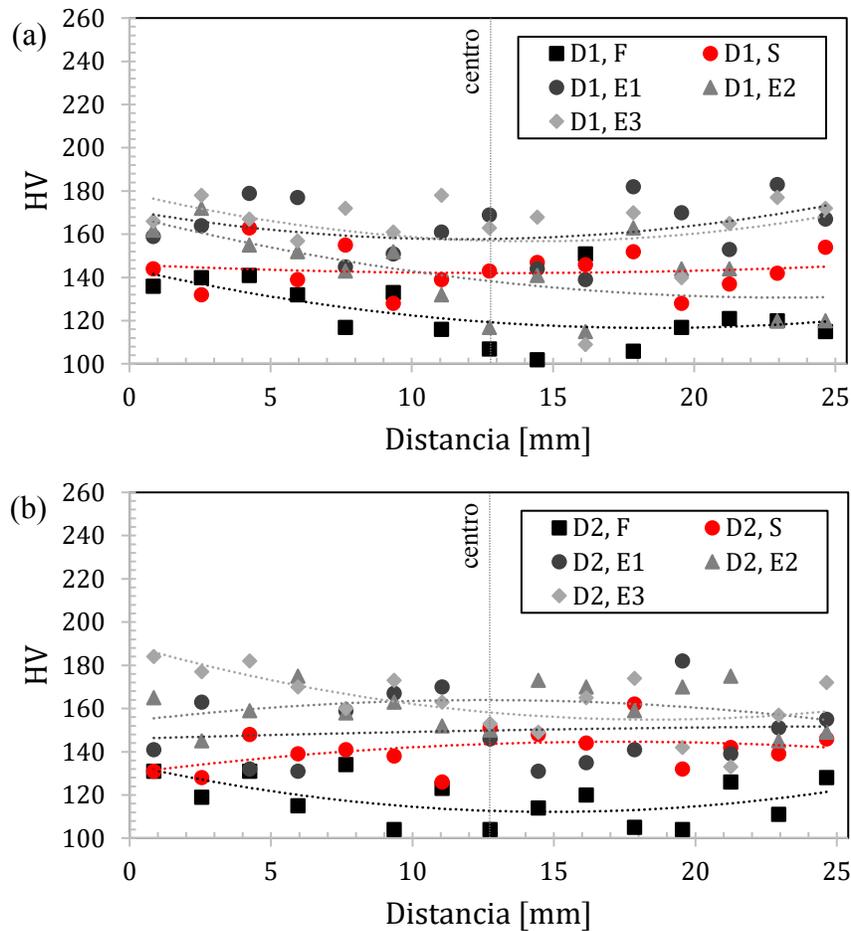


Figura 6.6 Resultados de microdureza (HV) obtenidas de las espumas de Al-7075 de celda abierta (a) D1: 2.00-2.38 mm, (b) D2: 3.35-4.75 mm.

Las muestras de fundición presentaron valores de microdureza Vickers entre 100 y 140, mientras que los especímenes sometidos al tratamiento térmico de solución presentaron valores entre 130 y 150, con una desviación estándar pequeña entre sus mediciones. Por su parte, las espumas correspondientes a la condición de envejecimiento se encuentran en la parte superior de ambos perfiles, con valores de microdureza entre 150 y 190.

6.4 Conclusiones

La respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial de las espumas de Al-7075 de celda abierta presentó variaciones en función del tamaño de las celdas, confirmando la correlación entre la microestructura y la macroestructura de las espumas metálicas. No obstante, estos resultados fueron diferentes a los obtenidos para las espumas de Al-4.5Cu (%masa). A pesar de que los especímenes constituidos por ambas aleaciones presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas en las muestras con celdas más pequeñas, es decir, 2.00-2.38 mm, las espumas de Al-4.5Cu (%masa) alcanzaron el mayor reforzamiento de su estructura celulares después del tratamiento térmico de solución, mientras que las espumas de Al-7075 presentaron dicho reforzamiento después del tratamiento térmico de envejecimiento artificial. Estos resultados fueron atribuidos a las diferencias en la composición química de ambas aleaciones, así como a la posible presencia de una mayor cantidad de impurezas para las espumas de Al-4.5Cu (%masa) con respecto a las de Al-7075.

Capítulo 7

Envejecimiento natural de espumas de Al

7.1 Introducción

Una etapa fundamental en el estudio e investigación de nuevos materiales es la estimación de la vida útil de estos, es decir, el periodo de tiempo en el cual un material es capaz de mantener sus propiedades de fabricación. Este parámetro juega un papel fundamental en términos de diseño y manufactura de materiales, debido a que permite conocer la funcionalidad de estos en función de su tiempo de almacenamiento. En el caso de las aleaciones de Al (y metales en general), la duración de su vital generalmente se correlaciona con su respuesta al proceso de envejecimiento natural, en el cual la microestructura de los metales sufre modificaciones a temperatura ambiente como resultado de la difusión progresiva de sus elementos de aleación constituyentes.

En la mayoría de las aleaciones de Al, el envejecimiento natural ocurre como consecuencia de la inestabilidad termodinámica inherente de algunas fases fuera del equilibrio, representando un mecanismo para la liberación de energía desde estados inestables hacia estados termodinámicamente estables. Partiendo de la inestabilidad termodinámica alcanzada por las aleaciones de Al después del tratamiento térmico de solución, en este capítulo se busca estimar la vida útil de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 sometidas a dicho tratamiento térmico, en función de los elementos de aleación constituyentes de cada aleación (Cu, Zn, y Mg). Asimismo, retomando los resultados presentados en el capítulo 5, los cuales demostraron experimentalmente que las espumas de

Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta con celdas C1 (2.00-2.38 mm) presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas después del tratamiento térmico de solución, este estudio se vuelve necesario, con el fin de estimar la vida útil de estas espumas.

7.2 Materiales y métodos

Las espumas de Al de celda abierta estudiadas en este capítulo consistieron en las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y *Al-7075* sometidas al tratamiento térmico de solución en los capítulos 5 y 6, respectivamente. Asimismo, fueron analizadas algunas muestras representativas sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento artificial, como referencia. El tratamiento térmico de envejecimiento natural se llevó a cabo a temperatura ambiente durante 36 y 24 meses, para las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y *Al-7075*, respectivamente.

La caracterización microestructural de las espumas estudiadas en este capítulo fue realizada mediante calorimetría diferencial de barrido, difracción de rayos X, y microscopía electrónica de transmisión, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.2. Adicionalmente, la evolución del parámetro de red de las muestras analizadas fue estimada en función del tiempo de envejecimiento natural, mediante el método Rietveld. La caracterización mecánica de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y *Al-7075* de celda abierta fue realizada mediante ensayos de microdureza, siguiendo la metodología descrita en la sección 3.2.3.

La Tabla 7.1 muestra la nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-4.5Cu (%masa) y *Al-7075* de celda abierta estudiadas en este capítulo, en función del tiempo de envejecimiento natural. Este estudio se llevó a cabo en las espumas con celdas C1 y D1 (2.00-2.38 mm), considerando que estas fueron las que presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas para ambas aleaciones.

Tabla 7.1 Nomenclatura usada para designar las condiciones de espumas de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 estudiadas en este capítulo, en función del tiempo de envejecimiento natural.

Condición	Aleación	Tamaño de celda [mm]	Tratamiento térmico
C1, S	Al-4.5Cu (%masa)	2.00-2.38	Solución
C1, 12			Envejecimiento natural, 12 meses
C1, 24			Envejecimiento natural, 14 meses
C1, 36			Envejecimiento natural, 14 meses
C1, E			Envejecimiento artificial
D1, S	Al-7075	2.00-2.38 mm	Solución
D1, 12			Envejecimiento natural, 12 meses
D1, 24			Envejecimiento natural, 14 meses
D1, E1			Envejecimiento artificial, 24 h

7.3 Resultados y discusión

La Figura 7.1 muestra los patrones de difracción normalizados de las espumas sometidas inicialmente al tratamiento térmico de solución y después envejecidas naturalmente, constituidas por las aleaciones de Al-4.5Cu (%masa) (Figura 7.1a) y Al-7075 (Figura 7.1b). En esta figura se corrobora que se alcanzó la fase α -Al sobresaturada tras el tratamiento térmico de solución en ambas aleaciones, al observar únicamente picos de difracción correspondientes a la fase α para C1, S y D1, S. Esta figura igualmente muestra que los especímenes analizados presentaron orientación preferencial, lo cual fue atribuido a las condiciones de solidificación durante el proceso de fabricación de las espumas [38].

La Figura 7.2 muestra la comparación cualitativa de la geometría del pico correspondiente a la difracción del plano (111) de las muestras de Al-4.5Cu (%masa) envejecidas naturalmente, donde se aprecia una variación en el ancho y perfil del pico en función del envejecimiento natural. De acuerdo con Úngar [106], los picos de difracción de rayos X se ensanchan cuando la red cristalina se vuelve imperfecta y el número de defectos de red es suficientemente grande. Algunas de las causas más comunes de deformación de la red cristalina son los defectos de apilamiento, las tensiones internas de largo alcance, el tamaño de los granos y el crecimiento precipitados. Cuantitativamente, el ancho representativo de estos picos fue determinado, resultando en 0.245, 0.203 y 0.151 grados para C1, 12, C1, 24 y C1, 36, respectivamente.

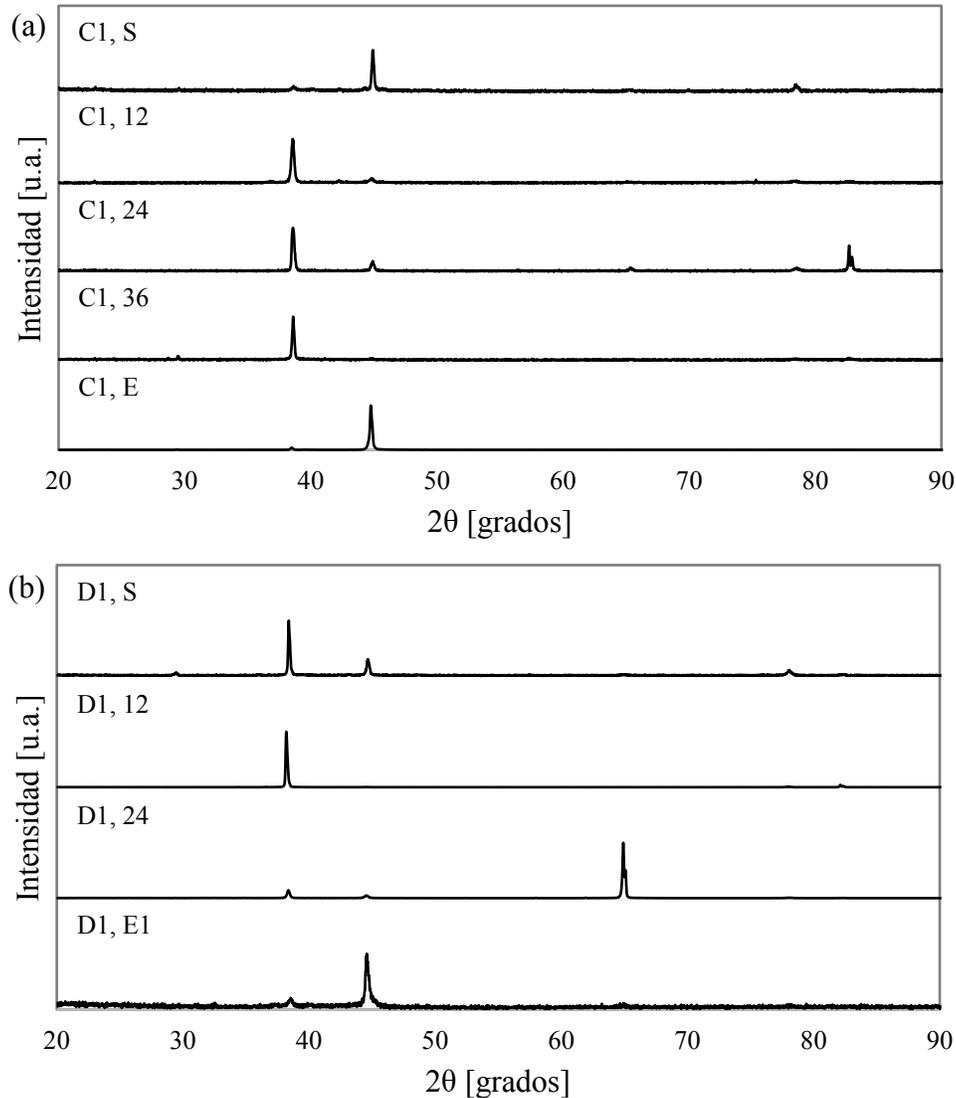


Figura 7.1 Patrones de difracción normalizados de las espumas sometidas inicialmente a tratamiento térmico de solución y posteriormente envejecidas naturalmente (a) Al-4.5Cu (%masa), (b) Al-7075.

La diferencia en el ancho de los picos de C1, 12 y C1, 24 con respecto a C1, 36, podría atribuirse a la distorsión de la red de Al resultante de su sobresaturación con átomos de Cu. Por otra parte, el corrimiento de los picos observados para estas condiciones fue atribuido a la difusión de los átomos de Cu desde la solución sólida. Cabe mencionar que este análisis no se pudo realizar para las muestras de Al-7075 debido a que las cuentas registradas en los patrones de difracción de los especímenes estudiados de esta aleación no se encontraron en el mismo orden de magnitud.

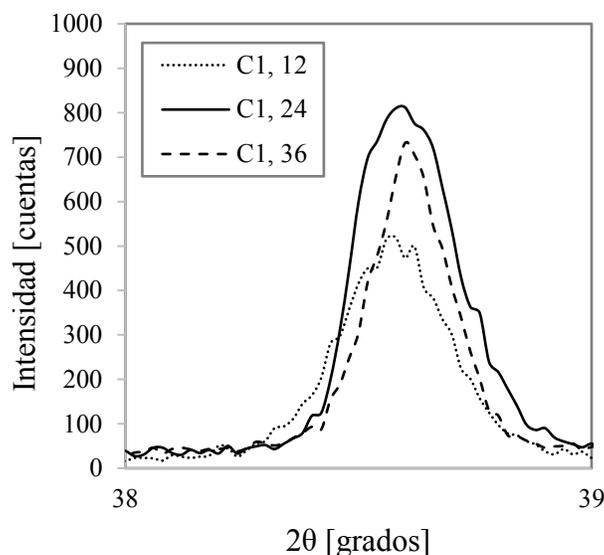


Figura 7.2 Comparación cualitativa de la geometría de los picos de difracción de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) envejecidas naturalmente.

La Figura 7.3 muestra la evolución del parámetro de red del Al en función del tiempo de envejecimiento natural, para las aleaciones de Al-4.5Cu (%masa) (Figura 7.3a) y Al-7075 (Figura 7.3b). Para facilidad de análisis, la composición de Al-4.5Cu (%masa) fue convertida a Al-1.96Cu (%at). En la Figura 7.3a se aprecia que el parámetro de red presentó un crecimiento casi lineal en función del tiempo de envejecimiento natural, asumiendo que este cambio es resultante únicamente causado por la distorsión generada por los átomos de Cu saturando la red de Al. Esos resultados concuerdan bien con el análisis mostrado en la Figura 7.2, siendo igualmente atribuido a la relajación de la red de Al como consecuencia de la difusión de átomos de Cu desde la solución sólida. Asimismo, la evolución del parámetro de red de la aleación Al-1.96Cu (%at) envejecida naturalmente se encuentra dentro del intervalo reportado para aleaciones similares después del tratamiento de solución: Al-1.80Cu (%at) [55] y Al-2.48Cu (%at) [107].

El parámetro de red en las espumas de Al-7075 (Figura 7.3b) presentó el efecto contrario, experimentando un crecimiento de su magnitud como resultado de la sobresaturación de la red de Al principalmente por átomos de Mg, los cuales representan el elemento de aleación mayoritario de esta aleación en (%at), como se puede observar en la Tabla 7.2, donde se muestra la composición química del Al-7075 en (%masa) y (%at), calculada a partir de la Tabla 6.2, así como el radio atómico del Al, Zn, Mg, y Cu.

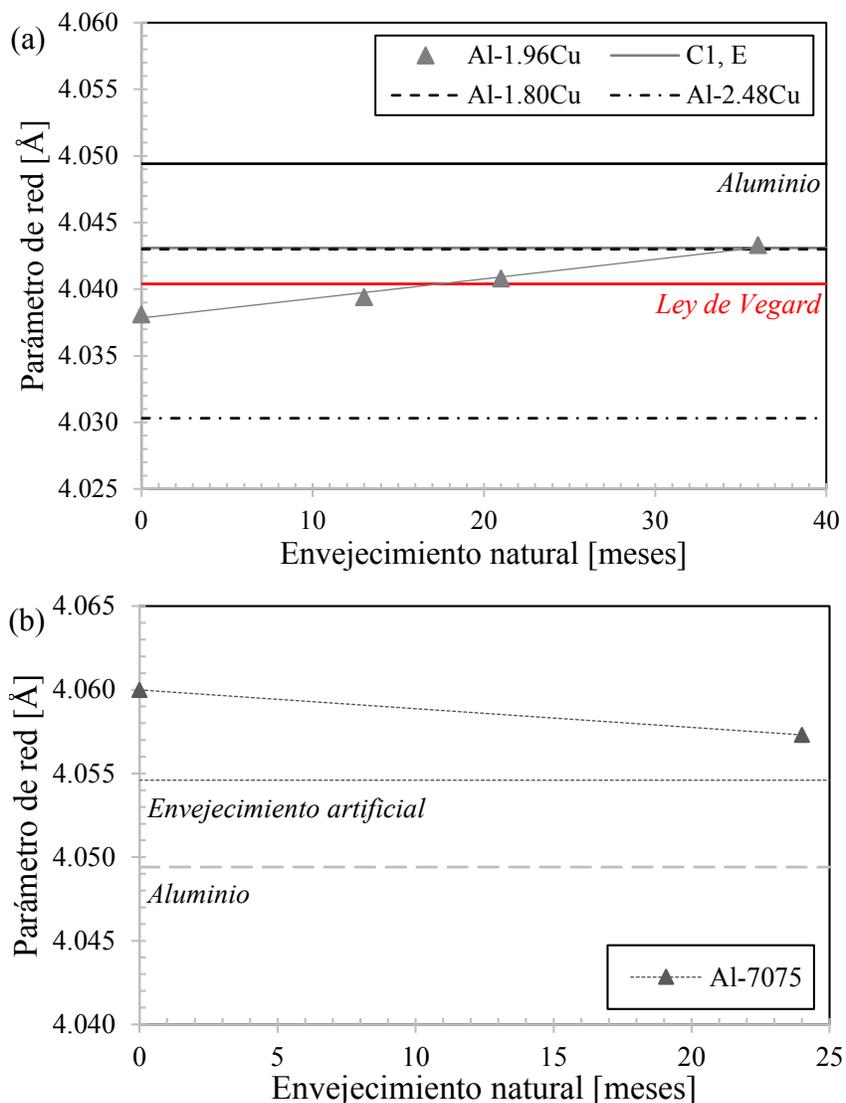


Figura 7.3 Evolución del parámetro de red del Al en función del tiempo de envejecimiento natural (a) Al-4.5Cu (%masa) o Al-96Cu (%at), (b) Al-7075.

Tabla 7.2 Composición química del Al-7075 en (%masa) y (%at), y radio atómico del Al, Zn, Mg, y Cu.

Elemento	Composición química		M [g/mol]	n [mol]	r [Å]
	(%masa)	(%at)			
Al	90.54	93.85	26.98	3.36	1.43
Zn	4.67	2.00	65.41	0.07	1.38
Mg	2.46	2.83	24.31	0.10	1.6
Cu	1.80	0.79	63.55	0.03	1.28

La ley de Vegard es una regla empírica aproximada que sostiene la existencia de una relación lineal a temperatura constante entre el parámetro de red de una aleación con respecto a la abundancia de sus elementos de aleación [108]. La naturaleza fundamental de la ley de Vegard considera una solución sólida ideal A-B con una estructura cúbica. Por este motivo, la ley de Vegard aplica en la aleación Al-4.5Cu (%masa), debido a que ambos elementos involucrados presenten estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC). No obstante, este modelo no aplica para la aleación de Al-7075, debido a que el Zn y el Mg presentan estructura hexagonal compacta (HCP). En la Figura 7.3a se muestra la estimación del parámetro de red para el Al-4.5Cu (%masa) o Al-1.96Cu (%at) basada en la ley de Vegard, la cual coincide con los resultados experimentales obtenidos para las muestras envejecidas naturalmente.

La Figura 7.4 muestra el mecanismo de relajación sugerido de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, asumiendo que los átomos de Cu ocupan posiciones sustitucionales en la red de Al, de acuerdo con criterios de solubilidad. Partiendo de la composición química de Al-1.96Cu (%at), hay ~2 átomos de Cu por 98 de Al. De esta manera, estos 2 átomos de Cu están inicialmente dispersos de forma homogénea por todo el material, provocando campos de tensión locales debido a la distorsión de la red de Al (Figura 7.4a). A medida que se produce el envejecimiento natural, estos átomos de Cu tienden a difundirse, formando arreglos aleatorios (Figura 7.4b) y luego creciendo en estructuras laminares (Figura 7.4c), provocando la relajación de la red de Al.

Cuando estas estructuras laminares se agrupan en composiciones estequiométricas, e.g., θ'' (Al₃Cu) o θ' , θ (Al₂Cu), este microconstituyente tiende a precipitar en una segunda fase, formando una interfase coherente y otra semicoherente en las direcciones [100] y [001] con α (Figura 3d), respectivamente. Idealmente, todos los átomos de Cu tienden a difundirse y precipitar en segundas fases, por lo que el parámetro de red resultante del envejecimiento artificial (C1, E) sería presumiblemente mayor que el correspondiente a las muestras envejecidas naturalmente, como se demuestra en la Figura 7.3a. El mecanismo de relajación para la aleación de Al-7075 es más complejo debido a la mayor diversidad de sus elementos de aleación, por lo que no se entró en detalles sobre este mecanismo en este trabajo de investigación.

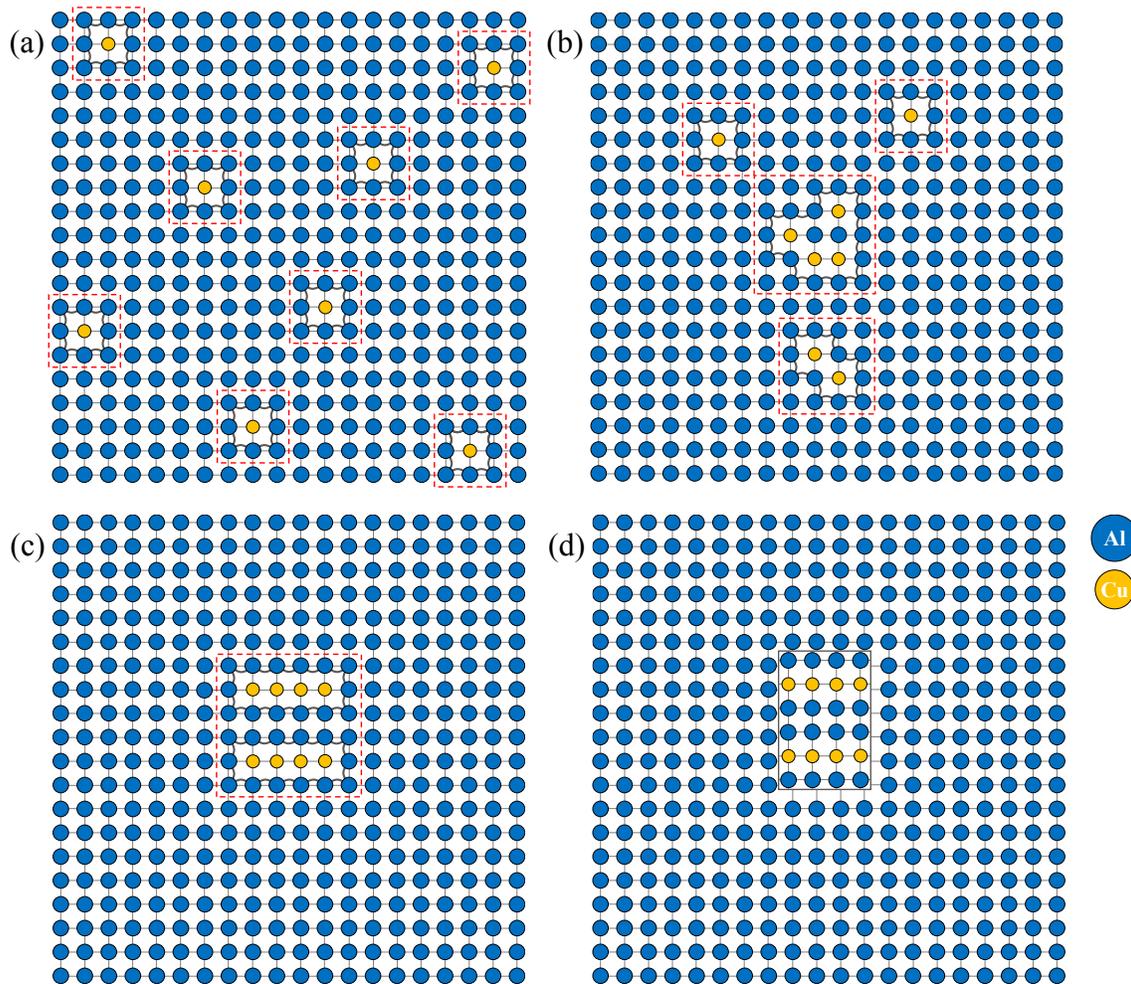


Figura 7.4 Mecanismo de relajación sugerido de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta (a) saturación de la red de Al con átomos de Cu, (b, c) difusión de átomos de Cu, (d) formación de precipitados y segundas fases.

La Figura 7.5 muestra los termogramas de las muestras de *Al-7075* estudiadas en este capítulo, obtenidos mediante CDB. En el caso de los especímenes constituidos por Al-4.5Cu (%masa) este análisis no fue considerado necesario, debido a la evidencia experimental obtenida. Como fue descrito previamente, la disolución de fases se manifiesta en este análisis como reacciones endotérmicas, mientras que los eventos de precipitación se suscitan como reacciones exotérmicas. De esta manera, los picos endotérmicos apreciados a ~ 150 °C podrían deberse a la disolución de zonas GP precipitadas en D1, 12 y D1, 24 como consecuencia del envejecimiento natural. Por su parte, los picos endotérmicos observados a

~ 225 °C y ~ 275 °C en el termograma correspondiente a D1, E1 podría atribuirse a la disolución de las fases η' y η , las cuales se formaron como consecuencia del tratamiento térmico de envejecimiento artificial. Finalmente, la reacción exotérmica suscitada en la condición D1, S fue atribuida a la posible precipitación de η , resultante de la energía de activación suministrada por el equipo.

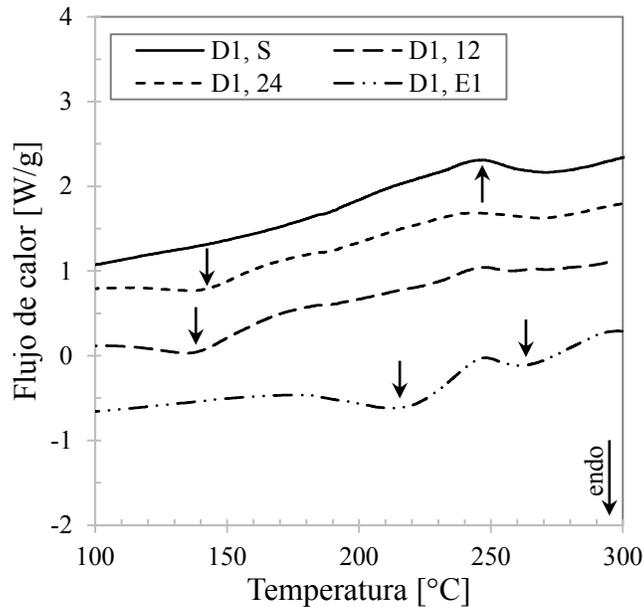


Figura 7.5 Termogramas de las espumas de *Al-7075* de celda abierta sometidas a tratamiento térmico de envejecimiento natural, obtenidos mediante CDB.

La respuesta mecánica asociada a la evolución microestructural de las espumas estudiadas en este capítulo se llevó a cabo mediante ensayos de microdureza Vickers (HV), los cuales se muestran en la Figura 7.6. En esta figura se puede apreciar que tanto los especímenes constituidos por *Al-4.5Cu* (%masa) (Figura 7.6a) y *Al-7075* (Figura 7.6b) presentaron valores de microdureza diferentes entre las muestras envejecidas de manera natural y artificial, demostrando a partir de estas mediciones que las propiedades mecánicas alcanzadas después de ambos tratamientos térmicos no son equiparables entre sí. Esto se atribuye a que la distorsión generada es diferente en la red del Al, a pesar de la similitud en el parámetro de red de este metal.

La Figura 7.7 muestra las micrografías de MET correspondientes a la evolución microestructural de las espumas de *Al-4.5Cu* (%masa) de celda abierta envejecidas

naturalmente, partiendo de la condición C1, S (Figura 7.7a), en la cual la microestructura consistió en la fase α sobresaturada, sin regiones ricas en Cu distinguibles.

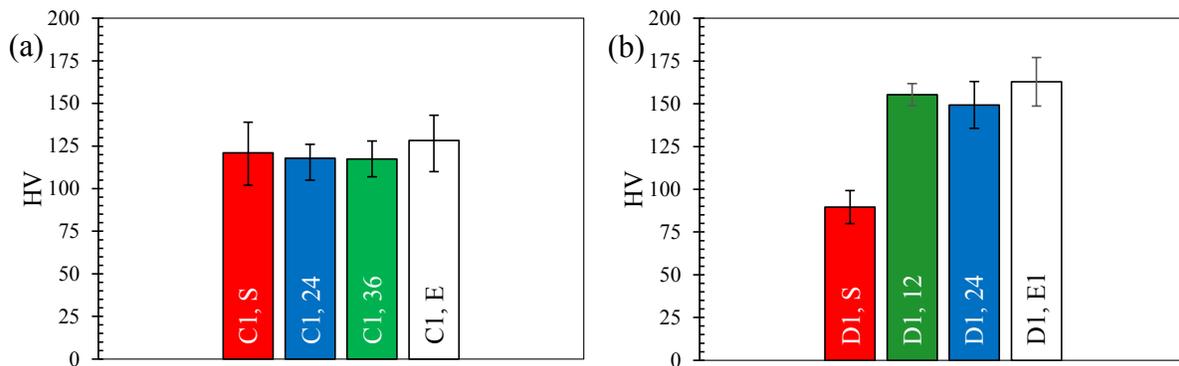


Figura 7.6 Microdureza Vickers (HV) de las espumas de (a) Al-4.5Cu (%masa), y (b) Al-7075 sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento natural.

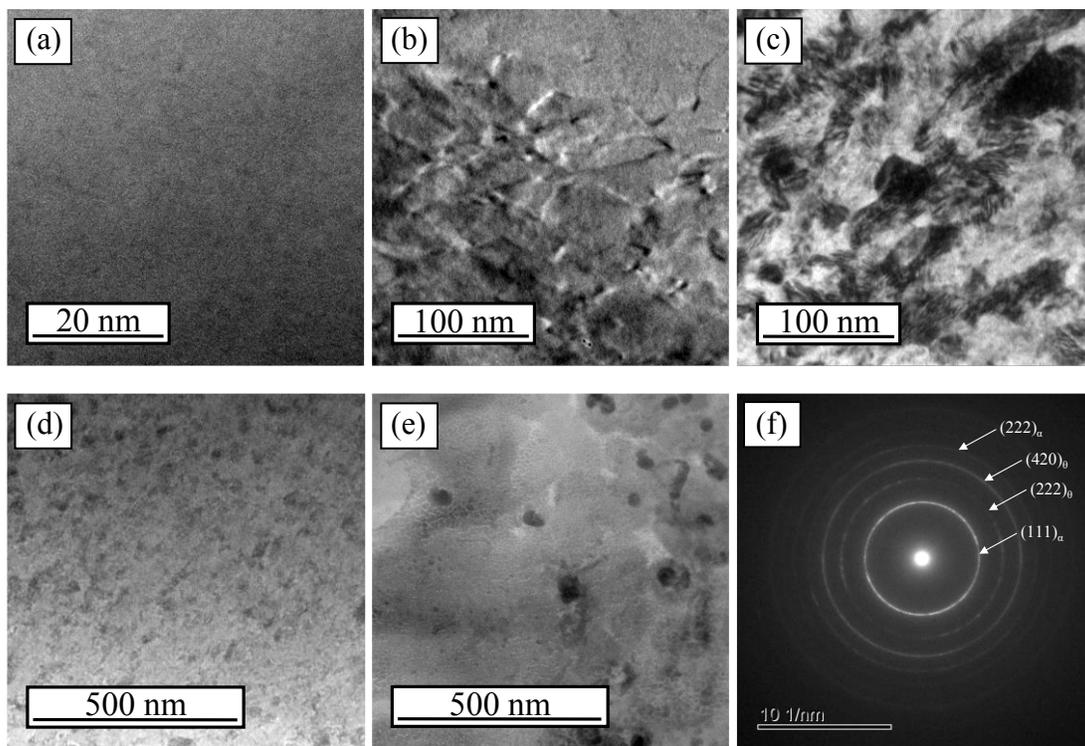


Figura 7.7 Micrografías de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta, obtenidas mediante MET (a) C1, S, (b) C1, 12, (c, d) C1, 36, (e) C1, E, (f) patrón de difracción de electrones de C1, 36.

Después de 12 meses de envejecimiento natural (C1, 12, Figura 7.7b), el soluto de Cu ya ha precipitado principalmente en agrupaciones laminares de átomos, formando zonas de GP,

similares a las reportadas en investigaciones previas [56]. En este punto, el parámetro de red del Al ha experimentado una ligera relajación debido a su coherencia con las zonas GP. Después de 36 meses de envejecimiento natural (C1, 36, Figura 7.7c y Figura 7.7d), las regiones ricas en Cu se disponen principalmente en precipitados equiaxidados como posible consecuencia de la coalescencia de estructuras laminares de Cu. No obstante, la forma y tamaño de estos precipitados difieren de los obtenidos tras el envejecimiento artificial (C1, E, Figura 7.7e), debido a que los precipitados de C1, E son más grandes y redondeados que los de C1, 36. El patrón de difracción de electrones mostrado en la Figura 7.7f se obtuvo a partir de la micrografía mostrada en la Figura 7.7d, en el cual se puede observar la difracción de α y θ , confirmando la presencia de ambas fases.

7.4 Conclusiones

La microestructura y microdureza Vickers de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 presentaron variaciones en función del tiempo de envejecimiento natural. Estos resultados fueron atribuido a la evolución del parámetro de red del Al resultante de la difusión de los átomos de elementos aleantes (Cu, Mg, Zn) desde la solución sólida, dando como resultado la disminución de la distorsión causada en red del Al y la subsecuente formación de precipitados.

En el caso de las espumas de Al-4.5Cu (%masa), el parámetro de red experimentó una contracción, la cual fue resultante de la diferencia entre los radios atómicos del Al y Cu, los cuales son 1.43 y 1.28 Å, respectivamente. Por su parte, el parámetro de red en las espumas de Al-7075 experimentó el efecto contrario, presentado un incremento con respecto al correspondiente al Al puro (4.049 Å). Lo anterior fue atribuido al mayor contenido (%at) de Mg en la composición química esta aleación, el cual tiene un radio atómico de 1.60 Å. De esta manera, el incremento del parámetro de red del Al fue atribuido a la saturación de su red con átomos mayoritariamente de Mg. No obstante, el parámetro de red para ambas aleaciones regresó progresivamente a su magnitud original a medida que tuvo lugar el envejecimiento natural del material, resultante de la relajación de la red de Al por la difusión de los átomos de Cu, Mg, y Zn, desde la solución sólida.

Capítulo 8

Conclusiones generales

De manera general, los resultados obtenidos en este trabajo de investigación sientan las bases teóricas para expandir el rango de posibles aplicaciones para las espumas de Al de celda abierta, en función del tamaño de sus celdas y de la composición química de su matriz metálica. Como pudo observarse, la capacidad de este material para la conducción de fluidos bajo ciertas condiciones experimentales se correlaciona con el tamaño de sus celdas. Asimismo, fue demostrado que es posible producir espumas metálicas de celda abierta a partir de diversas aleaciones de Al sin modificar de manera importante las propiedades físicas y estructurales del material. Esto es muy significativo en términos de diseño y manufactura, al tener la posibilidad de producir un material con mayor resistencia mecánica o capacidad de absorción de energía sin alterar su masa, densidad o porosidad.

La caracterización hidráulica de las espumas de *Al-1100* de celda abierta demostró mediante ensayos de inyección de flujo con un caudal constante de $7 \text{ cm}^3/\text{s}$ que el comportamiento hidráulico de este material se encuentra gobernado por el régimen de Forchheimer, al alcanzar velocidades de flujo y un número de Reynolds ajustado para medio poroso desde 36.74 cm/s y 586.18 (para muestras con celdas grandes) hasta 1644.27 cm/s y 3921.61 (para muestras con celdas pequeñas), respectivamente. Esto implica que el coeficiente de permeabilidad de las espumas de *Al-1100* de celda abierta no mantiene una correlación lineal con el gradiente de presión $-dP/dx$ registrado a partir de los ensayos de flujo. Asimismo, se determinó que $-dP/dx$ a temperatura ambiente es inversamente proporcional al tamaño de las

celdas, debido a que las menores caídas de presión fueron registradas para las espumas con celdas más pequeñas. No obstante, el efecto de las propiedades físicas y estructurales en $-dP/dx$ desapareció a 200 °C, lo cual fue atribuido a la reducción de la fricción entre el fluido y las paredes celulares del material, así como a la reducción de la viscosidad dinámica del fluido de prueba.

Las espumas de Al de celda abierta representan una alternativa con gran potencial para aplicaciones relacionadas a la conducción de fluidos bajo condiciones críticas de presión y temperatura, debido a que la integridad estructural de este material permaneció intacta después de los ensayos de flujo, lo cual fue demostrado mediante ensayos de compresión con carga uniaxial. Considerando que las curvas esfuerzo-deformación generadas mediante ensayos de compresión no colapsaron prematuramente debido a las condiciones críticas de flujo, se descartó el daño de la estructura celular de las espumas de Al.

La caracterización microestructural y mecánica de las espumas de Al-4.5Cu (%masa) y Al-7075 de celda abierta sometidas a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento artificial demostraron la inherente correlación entre la microestructura y la macroestructura de este material. Los especímenes con celdas más pequeñas (2.00-2.38 mm) presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas para ambas aleaciones. Estos resultados fueron atribuidos a posibles variaciones en la velocidad de enfriamiento de las muestras estudiadas tras su extracción de la mufla, resultantes de las diferencias en el espesor de las paredes celulares de las espumas.

Las espumas de Al-4.5Cu (%masa) de celda abierta presentaron el mayor incremento de sus propiedades mecánicas después del tratamiento térmico de solución. Por su parte, las muestras constituidas por Al-7075 experimentaron dicho incremento después del tratamiento térmico de envejecimiento artificial. Esta discrepancia fue atribuida a los elementos de aleación presentes en cada sistema, así como a la abundancia de impurezas. Las impurezas de Fe encontradas en la aleación Al-4.5Cu (%masa) posiblemente formaron intermetálicos de Al-Cu-Fe, los cuales actuaron como concentradores de esfuerzo en las muestras sometidas al tratamiento térmico de envejecimiento, y redujeron la cantidad de Cu disponible para formar precipitados endurecedores. Por su parte, la presencia de impurezas de Fe no afectó

de manera importante el rendimiento de la aleación de *Al-7075* debido a la presencia de más elementos de aleación (Zn y Mg), los cuales forman entre sí precipitados endurecedores.

La microestructura y microdureza de las espumas de *Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075* presentaron variaciones como resultado del envejecimiento natural del material. El parámetro de red del Al experimentó un incremento de sus dimensiones después del tratamiento térmico de solución en la aleación de *Al-4.5Cu* (%masa), resultante de la saturación de la red del Al con átomos sustitucionales de Cu (de menor tamaño). Por su parte, el parámetro de red de la aleación de *Al-7075* experimentó una reducción de sus dimensiones, lo cual fue atribuido a los átomos mayoritariamente de Mg (de mayor tamaño) saturando la red del Al. No obstante, en ambos casos, el parámetro de red del Al tendió a regresar a sus dimensiones originales como resultado de la difusión de los elementos de aleación desde la solución sólida tras el proceso de envejecimiento natural, gracias a la inestabilidad termodinámica de esta condición.

Finalmente, los resultados obtenidos mediante calorimetría diferencial de barrido, microscopía electrónica de transmisión, y microdureza Vickers, revelaron variaciones entre las microestructuras resultantes después de los tratamientos térmicos de envejecimiento natural y artificial, para ambas aleaciones. Estas diferencias fueron atribuidas a la susceptibilidad de las fases formadas a la temperatura de tratamiento térmico, y se refieren fundamentalmente a las características de los precipitados formados, y al nivel de distorsión de la red del Al como consecuencia de la difusión de los elementos de aleación en ambos sistemas.

Trabajo futuro

Las condiciones de flujo a través de las espumas de *Al-1100* de celda abierta fueron experimentalmente determinadas en función del tamaño de sus celdas, llegando a la conclusión de que las propiedades hidráulicas de este material se encuentran mayormente en el régimen de Forchheimer, en el cual desaparece la linealidad entre el gradiente de presión y la velocidad de flujo alcanzada. De esta manera, se considera necesaria la realización de ensayos de flujo mediante la inyección de diferentes caudales (en esta investigación solo se realizaron ensayos con un caudal constante de 7 cm³/s), con el fin de determinar experimentalmente los coeficientes de permeabilidad y de Forchheimer de este material, a partir de la pendiente y la intersección con el eje y de la Ecuación 2.5, es decir, $-dP/dx = \mu v/\kappa + \beta \rho v^2$ ($y = mx + b$). Asimismo, se sugiere la realización de ensayos de flujo en probetas con diferentes dimensiones (longitud, dx), con el fin de corroborar los gradientes de presión obtenidos para cada condición (dP/dx).

Partiendo de los resultados obtenidos en esta investigación, una de las posibles aplicaciones propuestas para este material es su uso para la conducción de fluidos bajo condiciones críticas de presión y temperatura. Considerando la susceptibilidad de las aleaciones de Al a los tratamientos térmicos (según su composición química), se considera necesaria la realización de ensayos de flujo a diferentes temperaturas en espumas de *Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075*, con el fin de observar el efecto de esta condición en la microestructura, y por ende, en el desempeño mecánico e integridad estructural de este material, ante la posibilidad de un colapso estructural como consecuencia de las presiones de inyección alcanzadas y de la fluencia lenta de las espumas.

La correlación entre la microestructura y la macroestructura de las espumas de Al de celda abierta fue experimentalmente demostrada en esta investigación. No obstante, se considera necesaria la obtención de micrografías de MET de todas las condiciones experimentales de espumas de *Al-7075* de celda abierta (Tabla 6.1), con el fin de describir con mayor detalle las variaciones en la cinética de precipitación del material en función del tiempo de tratamiento térmico y del espesor de las paredes celulares de las espumas.

Partiendo de la discrepancia entre los resultados obtenidos para las aleaciones estudiadas, es decir, *Al-4.5Cu* (%masa) y *Al-7075*, se considera necesario el estudio de la respuesta a los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento en espumas producidas a partir de otras aleaciones de Al, e.g., *3XXX*, *4XXX*, *6XXX*, etc. (Tabla 2.2), con el fin de evaluar el efecto de los elementos de aleación en dicho fenómeno. Igualmente, se sugiere estudiar este efecto en espumas de Al de celda abierta producidas en tamaños de celda diferentes con respecto a los analizados en esta investigación, con el fin de corroborar la correlación entre la microestructura y la macroestructura de este material.

Finalmente, considerando el gran potencial que tienen las espumas de Al de celda abierta como material altamente funcional en múltiples aplicaciones, se considera necesario estudiar el mecanismo de envejecimiento natural de este material en especímenes producidos a partir de otras aleaciones de Al, e.g., *3XXX*, *4XXX*, *6XXX*, etc. (Tabla 2.2), con el fin de estimar su vida útil en términos de su evolución microestructural y propiedades mecánicas, en función de la cinética de precipitación de otros elementos de aleaciones con diferentes límites de solubilidad en el Al, como el Mn, Fe, Si, etc.

Referencias

- [1].M.F. Azamar, B.J. Hernández, I.A. Figueroa, R. Hernández, G. González, O. Novelo-Peralta, I. Alfonso, *Effect of Cell Size on the Response to Solution and Aging Heat Treatments of Open-Cell Al-4.5Cu (wt.%) Foams*, J. Mater. Sci., 2023, 58, 12042-12057.
- [2].L.J. Gibson, M.F. Ashby, *Cellular Solids: Structure and Properties*, 2nd ed.,1999, Cambridge University Press.
- [3].A. Sutygina, U. Betke, M. Scheffler, *Open-Cell Aluminum Foams by the Sponge Replication Technique: A Starting Powder Particle Study*, Adv. Eng. Mater., 2020, 22 1901194.
- [4].M.A. De Meller, *Produit métallique pour l'obtention d'objets laminés, moulés ou autres, et procédés pour sa fabrication*, Patente FR615147A, Francia, 1925.
- [5].J.C. Elliot, *Method of Producing Metal Foam*, Patente US2751289A, Estados Unidos, 1951.
- [6].C.B. Berry, R.J. Fanning, *Foamed Metal*, Patente US3705030A, Estados Unidos, 1970.
- [7].B.C. Allen, M.W. Mote, A.M. Sabroff, *Method of Making Foamed Metal*, Patente US3087807A, Estados Unidos, 1959.
- [8].H.A. Kuchek, *Method of Making Porous Metallic Article*, Patente US3236706A, Estados Unidos, 1966.
- [9].V.I. Shapovalov, *Method for Manufacturing Porous Articles*, Patente US5181549A, Estados Unidos, 1991.
- [10]. Recuperado de <https://ergaerospace.com/>.
- [11]. S. Akiyama, H. Ueno, K. Imagawa, A. Kitahara, S. Nagata, K. Morimoto, T. Nishikawa, M. Itoh, *Foamed Metal and Method of Producing Same*, Patente US4713277A, Estados Unidos, 1986.
- [12]. I. Jin, L.D. Kenny, H. Sang, *Method of Producing Lightweight Foamed Metal*, Patente US4973358A, Estados Unidos, 1989.
- [13]. W.W. Ruch, B. Kirkevåg, *A process of Manufacturing Particle Reinforced Metal Foam and Product Thereof*, Patente CA2064099A1, Canadá, 1990.
- [14]. F. García-Moreno, *Commercial Applications of Metal Foams: Their Properties and Production*, Materials, 2016, 9 (2) 85.
- [15]. J. Banhart, *Light-Metal Foams - History of Innovation and Technological Challenges*, Adv. Eng. Mater., 2013, 15 (3) 82-111.
- [16]. L.E. Murr, S.M. Gaytan, F. Medina, E. Martinez, J.L. Martinez, D.H. Hernandez, B.I. Machado, D.A. Ramirez, R.B. Wicker, *Characterization of Ti-6Al-4V Open Cellular Foams Fabricated by Additive Manufacturing Using Electron Beam Melting*, Mater. Sci. Eng. A, 2010, 527 1861-1868.
- [17]. Recuperado de <http://www.metalfoam.net/>.

- [18]. J. Banhart, *Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal Foams*, Prog. Mater. Sci., 2001, 46 559-632.
- [19]. V. Paserin, S. Marcuson, J. Shu, D.S. Wilkinson, *CVD Technique for Inco Nickel Foam Production*, Adv. Eng. Mater., 2004, 6 454-459.
- [20]. Recuperado de <http://www.vim-metalfoam.com/nickel-foam>.
- [21]. J. Trinidad, I. Marco, G. Arruebarrena, J. Wendt, D. Letzig, E. Sáenz, R. Goodall, *Processing of Magnesium Porous Structures by Infiltration Casting for Biomedical Applications*, Adv. Eng. Mat., 2014, 16 (2) 241-247.
- [22]. J.O. Osorio-Hernández, M.A. Suárez, R. Goodall, G.A. Lara-Rodríguez, I. Alfonso, I.A. Figueroa, *Manufacturing of Open-Cell Mg Foams by Replication Process and Mechanical Properties*, Mater. Des., 2014, 64 136-141.
- [23]. I.M. Orbulov, J. Ginzler, *Compressive Characteristics of Metal Matrix Syntactic Foams*, Composites, Part A, 2012, 43 553-561.
- [24]. A. Szlancsik, B. Katona, K. Bobor, K. Majlinger, I.M. Orbulov, *Compressive Behaviour of Aluminium Matrix Syntactic Foams Reinforced by Iron Hollow Spheres*, Mater. Des., 2015, 83, 230-237.
- [25]. L. Huang, H. Wang, D.H. Yang, F. Ye, S.Q. Wang, Z.P. Lu, *Effects of Calcium on Mechanical Properties of Cellular Al-Cu Foams*, Mater. Sci. Eng. A, 2014, 618 471-478.
- [26]. A. Kulshreshtha, S.K. Dhakad, *Preparation of Metal Foam by Different Methods: A Review*, Mater. Today: Proc., 2020, 26 1784-1790.
- [27]. X. Lu, *Fluid Flow and Heat Transfer in Porous Media Manufactured by a Space Holder Method*, Tesis de doctorado, 2020, Universidad de Liverpool, Reino Unido.
- [28]. V. Shapovalov, L. Boyko, *Gasar - A New Class of Porous Materials*, Adv. Eng. Mater., 2004, 6 407-410.
- [29]. X. Liu, Y. Li, Y. He, *Fabrication of High-Porosity Lotus-Type Porous Aluminum in Vacuum*, Metall. Mater. Trans. A, 2017, 48A 1264-1272.
- [30]. A. Kennedy, *Chapter 2 Porous Metals and Metal Foams Made from Powders*, Powder Metallurgy, IntechOpen, 2012.
- [31]. U.M. Attia, *Cold-Isostatic Pressing of Metal Powders: A Review of the Technology and Recent Developments*, Crit. Rev. Solid State Mater. Sci., 2021, 46, 587-610.
- [32]. E. Hernández-Nava, C.J. Smith, F. Derguti, S. Tammam-Williams, F. Léonard, P.J. Withers, I. Todd, R. Goodall, *The Effect of Density and Feature Size on Mechanical Properties of Isostructural Metallic Foams Produced by Additive Manufacturing*, Acta Mater., 2015, 85 387-395.
- [33]. J. Parthasarathy, B. Starly, S. Raman, A. Christensen, *Mechanical Evaluation of Porous Titanium (Ti6Al4V) Structures with Electron Beam Melting (EBM)*, J. Mech. Behav. Biomed. Mater., 2010, 3 249-259.
- [34]. J.M. Hernandez, I.A. Figueroa, G. González, A.E. Salas, L.E. Mendoza, I. Alfonso, G.A. Lara-Rodríguez, *In-situ Porosity Formation of Self-Foaming Al-Fe-Cu Alloys*, Appl. Phys. A, 2022, 128 319.

- [35]. M.A. Suarez, I.A. Figueroa, G. Gonzalez, G.A. Lara-Rodriguez, O. Novelo-Peralta, I. Alfonso, I.J. Calvo, *Production of Al-Cu-Fe Metallic Foams without Foaming Agents or Space Holders*, J. Alloys Compd., 2014, 585 318-324.
- [36]. Recuperado de <http://www.hengko.com/>.
- [37]. D. Tiab, E.C. Donaldson, *Petrophysics: Theory and Practice of Measuring Reservoir Rocks and Fluid Transport Properties*, 4th ed., 2016, Gulf Professional Publishing.
- [38]. M.F. Azamar, B.J. Hernández, I.A. Figueroa, G. González, O. Novelo-Peralta, C.D. Ramos, *Effect of the Cu Addition on the Mechanical Properties and Microstructure of Open-Cell Al Foams*, J. Mater. Res., 2021, 36 3194-3202.
- [39]. S.R. Reid, *Plastic Deformation Mechanisms in Axially Compressed Metal Tubes Used as Impact Energy Absorbers*, Int. J. Mech. Sci., 1993, 35, 1035-1052.
- [40]. E. Amsterdam, *Structural Performance and Failure Analysis of Aluminium Foams*, Tesis de doctorado, 2008, Universidad de Groningen, Países Bajos.
- [41]. J. Marx, M. Portanova, A. Rabiei, *Ballistic Performance of Composite Metal Foam Against Large Caliber Threats*, Compos. Struct., 2019, 225 111032.
- [42]. J. Marx, M. Portanova, A. Rabiei, *A Study on Blast and Fragment Resistance of Composite Metal Foams through Experimental and Modeling Approaches*, Compos. Struct., 2018, 194, 652-661.
- [43]. C.Y. Zhao, *Review on Thermal Transport in High Porosity Cellular Metal Foams with Open Cells*, Int. J. Heat Mass Transfer, 2012, 55, 3618-3632.
- [44]. H. Ke, Y. Donghui, H. Siyuan, H. Deping, *Acoustic Absorption Properties of Open-Cell Al Alloy Foams with Graded Pore Size*, J. Phys. D: Appl. Phys., 2011, 44, 365405.
- [45]. F. Han, G. Seiffert, Y. Zhao, B. Gibbs, *Acoustic Absorption Behaviour of an Open-Celled Aluminium Foam*, J. Phys. D: Appl. Phys., 2003, 36, 294-302.
- [46]. Recuperado de <https://www.exxentis.co.uk/>.
- [47]. M.F. Azamar, I.A. Figueroa, G. González, I. Alfonso, *Assessment of the Flow Behavior and Structural Performance of Open-Cell Aluminum Foams at Critical Flow Conditions of Pressure and Temperature*, J. Mater. Res., 2022, 37 225–235.
- [48]. M. Velasco-Castro, I.A. Figueroa, H. Pfeiffer, J.F. Gómez-García, *Enhanced CO₂ Capture Capacity on Open-Cell Mg Foams via Humid Impregnation with Lithium at Low Temperatures*, Thermochem. Acta, 2018, 664, 73-80.
- [49]. H. Sun, H. Kim, S. Song, W. Jung, *Copper Foam-Derived Electrodes as Efficient Electrocatalysts for Conventional and Hybrid Water Electrolysis*, Mater. Rep.: Energy, 2022, 2, 100092.
- [50]. C.E Hernández, *Infiltración de Espumas Cerámicas Con Aleaciones Base Magnesio*, Tesis de maestría, 2019, Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- [51]. J.G. Kaufman, *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*, first printing, 2000, ASM International.
- [52]. G.E. Totten, D.S. MacKenzie, *Handbook of Aluminum Volume 1 Physical Metallurgy and Processes*, 1st ed., 2003, CRC Press.

- [53]. K.H. Jürgen, M.C. Flemings, E.J. Kramer, P. Veyssi re, R.W. Cahn, B. Ilchner, S. Mahajan, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 2nd ed., 2001, Pergamon Press.
- [54]. R.E. Smallman, A.H. Ngan, *Modern Physical Metallurgy*, 8th ed., 2014, Butterworth-Heinemann.
- [55]. M. Draissia, M.-Y. Debili, *Study of Solid-Solution Hardening in Binary Aluminium-Based Alloys*, Cent. Eur. J. Phys., 2005, 3, 395-408.
- [56]. A. Rodr guez-Veiga, B. Bell n, I. Papadimitriou, G. Esteban-Manzanares, I Sabirov, J. Llorca, *A Multidisciplinary Approach to Study Precipitation Kinetics and Hardening in an Al-4Cu (wt. %) Alloy*, J. Alloys Compd., 2018, 757, 504-519.
- [57]. K. Boomsma, D. Poulikakos, *The Effects of Compression and Pore Size Variations on the Liquid Flow Characteristics in Metal Foams*. J. Fluids Eng., 2002, 124, 263-272.
- [58]. Z. Zeng, R. Crigg, *A Criterion for Non-Darcy Flow in Porous Media*, Transp. Porous Media, 2006, 63, 57-69.
- [59]. A.J. Otaru, H.P. Morvan, A.R. Kennedy, *Measurement and Simulation of Pressure Drop Across Replicated Porous Aluminium in the Darcy-Forchheimer Regime*, Acta Mater., 2018, 149, 265-273.
- [60]. T.H. Chilton, A.P. Colburn, *Pressure Drop in Packed Tubes*, Ind. Eng. Chem., 1931, 23 (8), 913-919.
- [61]. E.F. Blick, F. Civan, *Porous Media Momentum Equation for Highly Accelerated Flow*, SPE Reservoir Eng., 1988, 3 (3), 1048-1052.
- [62]. N. Dukhan, M. Ali, *Effect of Confining Wall on Properties of Gas Flow Through Metal Foam: an Experimental Study*, Transp. Porous Media, 2012, 91, 225-237.
- [63]. J.F. Despois, A. Mortensen, *Permeability of Open-Pore Microcellular Materials*, Acta Mater., 2005, 53, 1381-1388.
- [64]. M.F. Azamar, I.A. Figueroa, G. Gonz lez, I. Alfonso, *Drop of pressure behavior of open-cell aluminum foams at high pressure Flow*, J. Appl. Res. Technol., 2021, 19, 603-621.
- [65]. Recuperado de http://www.quantachrome.com/pdf_brochures/07171_Gas_Pyc.pdf.
- [66]. Recuperado de <https://imagej.net/ij/index.html>.
- [67]. Recuperado de <https://www.rigaku.com/support/software/pdxi>.
- [68]. Recuperado de <https://www.crystalimpact.com/match/>.
- [69]. L.B. McCusker, R.B. Von-Dreele, D.E. Cox, D. Lou r, P. Scardi, *Rietveld refinement guidelines*, J. Appl. Cryst., 1999, 32, 36-50
- [70]. Recuperado de <https://luttero.github.io/maud/>.
- [71]. Recuperado de <https://www.gatan.com/products/tem-analysis/gatan-microscopy-suite-software>.
- [72]. Recuperado de <https://www.originlab.com/>.
- [73]. M.F. Azamar, *Estudio de la permeabilidad a altas presiones de espumas de aluminio*, Tesis de maestr a, 2019, Universidad Nacional Aut noma de M xico, M xico.

- [74]. S. Mancin, C. Zilio, A. Cavallini, L. Rossetto, *Pressure Drop during Air Flow in Aluminum Foams*, Int. J. Heat Mass Transfer, 2010, 53, 3121-3130.
- [75]. N. Dukhan, *Analysis of Brinkman-Extended Darcy Flow in Porous Media and Experimental Verification Using Metal Foam*, J. Fluids Eng., 2012, 134, 071201-1-071201-6.
- [76]. P. Fernandez-Morales, C.A. Cano-Montoya, J.A. Perez-Meza, M.A. Navacerrada, *Thermal and Permeability Properties of Metal Aluminum Foams for Functional Applications*, Ing. Univ., 2017, 21:1, 115-130.
- [77]. Y. Sun, R. Burgueño, A.J. Vanderklok, S.A. Tekalur, *Compressive Behavior of Aluminum-Copper Hybrid Foams Under High Strain Rate Loading*, Mater. Sci. Eng. A, 2014, 592, 111-120.
- [78]. H. Wang, D.F. Zhu, S. Hou, D.H. Yang, T.G. Nieh, Z.P. Lu, *Cellular Structure and Energy Absorption of Al-Cu Alloy Foams Fabricated Via a Two-Step Foaming Method*, Mater. Des., 2020, 196, 109090.
- [79]. D. Lehmus, J. Banhart, *Properties of Heat-Treated Aluminium Foams*, Mater. Sci. Eng. A, 2003, 349, 98-110.
- [80]. D. Lehmus, J. Banhart, M.A. Rodríguez-Perez, *Adaptation of Aluminium Foam Properties by Means of Precipitation Hardening*, Mater. Sci. Technol., 2002, 18, 474-479.
- [81]. F. Campana, D. Pilone, *Effect of Heat Treatments on the Mechanical Behaviour of Aluminium Alloy Foams*, Scr. Mater., 2009, 60, 679-682.
- [82]. J. Zhou, Z. Gao, A.M. Cuitino, W.O. Soboyejo, *Effects of Heat Treatment on the Compressive Deformation Behavior of Open Cell Aluminum Foams*, Mater. Sci. Eng. A, 2004, 386, 118-128.
- [83]. Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Sakaguchi, M. Mabuchi, M. Nakamura, T. Asahina, T. Mukai, H. Kanahashi, K. Higashi, *Effects of Heat Treatment on Compressive Properties of AZ91 Mg and SG91A Al Foams with Open-Cell Structure*, Mater. Sci. Eng. A, 2000, 280, 225-228.
- [84]. X. Cao, Z. Wang, H. Ma, L. Zhao, G. Yang, *Effects of Heat Treatment on Dynamic Compressive Properties and Energy Absorption Characteristics of Open-Cell Aluminum Alloy Foams*, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2006, 16, 159-163.
- [85]. I.A. Figueroa, I. Mendieta, M.F. Azamar, G.A. Lara-Rodríguez, O. Novelo-Peralta, *Mechanical Behavior of Heat-Treated Al-Cu-Mg Open-Cell Foams*, Mater. Lett., 2021, 284, 129021.
- [86]. Y. Conde, A. Mortensen, *Age-Hardening Response of Replicated Microcellular Al-4.5%Cu*, Adv. Eng. Mater., 2008, 10:9, 849-852.
- [87]. G. Thomas, M.J. Whelan, *Observations of Precipitation in Thin Foils of Aluminium + 4% Copper Alloy*, Philos. Mag., 1961, 6:69, 1103-1114.
- [88]. R. Martinez, I. Guillot, D. Massinon, *New Heat Treatment to Improve the Mechanical Properties of Low Copper Aluminum Primary Foundry Alloy*, Mater. Sci. Eng. A, 2019, 755, 158-165.

- [89]. M. Takeda, Y. Maeda, A. Yoshida, K. Yabuta, S. Konuma, T. Endo, *Discontinuity of G.P.(I) Zone and θ'' -Phase in an Al-Cu Alloy*, *Scr. Mater.*, 1999, 41:6, 643-649.
- [90]. M.J. Starink, P. van Mourik, *Cooling and Heating Rate Dependence of Precipitation in an Al-Cu Alloy*, *J. Mater. Sci. Eng. A*, 1992, 156, 183-194.
- [91]. S.K. Son, M. Takeda, M. Mitome, Y. Bando, T. Endo, *Precipitation Behavior of an Al-Cu Alloy During Isothermal Aging at Low Temperatures*, *Mater. Lett.*, 2005, 59, 629-632.
- [92]. S.W. Choi, H.S. Cho, S. Kumai, *Effect of the Precipitation of Secondary Phases on the Thermal Diffusivity and Thermal Conductivity of Al-4.5Cu Alloy*, *J. Alloys Compd.*, 2016, 688, 897-902.
- [93]. Y. Conde, A. Mortensen, *Solidification of Al-4.5 wt pct Cu-Replicated Foams*, *Metall. Mater. Trans.*, 2010, A 41A, 2048-2055.
- [94]. T. Chen, X. Li, H. Guo, Y. Hao, *Microstructure and Crystal Growth Direction of Al-Cu Alloy*, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2015, 25, 1399-1409.
- [95]. M. Salanne, D. Marrocchelli, C. Merlet, N. Ohtori, P.A. Madden, *Thermal Conductivity of Ionic Systems from Equilibrium Molecular Dynamics*, *J. Phys.: Condens. Matter*, 2011, 23, 102101 (5pp).
- [96]. N. Mahathaninwong, T. Plookphol, J. Wannasin, S. Wisutmethangoon, *T6 Heat Treatment of Rheocasting 7075 Al Alloy*, *Mater. Sci. Eng. A*, 2012, 532, 91-99.
- [97]. M.J. Starink, A. Dion, *DSC Study of Precipitation in an Al-Mg-Mn Alloy Microalloyed with Cu*, *Thermochim. Acta*, 2004, 417, 5-11.
- [98]. S.V. Sajadifar, P. Krooß, H. Fröck, B. Milkereit, O. Kessler, T. Niendorf, *Effects of Aging under Stress on Mechanical Properties and Microstructure of EN AW 7075 Alloy*, *Met.*, 2021, 11, 1142 (15pp).
- [99]. A. Benali, C. Lacaze-Dufaure, J. Morillo, *Density Functional Study of Copper Segregation in Aluminum*, *Surf. Sci.*, 2011, 605, 341-350.
- [100]. Z. Shen, Q. Ding, C. Liu, J. Wang, H. Tian, J. Li, Z. Zhang, *Atomic-Scale Mechanism of the $\theta'' \rightarrow \theta'$ Phase Transformation in Al-Cu Alloys*, *J. Mater. Sci. Technol.*, 2017, 33, 1159-1164.
- [101]. L. Bourgeois, N.V. Medhekar, A.E. Smith, M. Weyland, J. Nie, C. Dwyer, *Efficient Atomic-Scale Kinetics through a Complex Heterophase Interface*, *Phys. Rev. Lett.*, 2013, 111, 046102 (5pp).
- [102]. V.K. Jeenager, V. Pancholi, *Influence of Cell Wall Microstructure on the Energy Absorption Capability of Aluminium Foams*, *Mater. Des.*, 2014, 56, 454-459.
- [103]. Chapter 5, *Creep of Solid Solution Alloys*, in: Jun-Shan Zhang (Ed.), *High Temperature Deformation and Fracture of Materials*, Woodhead Publishing, Cambridge, UK, 2010, pp. 69-82.
- [104]. S.J. Andersen, C.D. Marioara, J. Friis, S. Wenner, R. Holmestad, *Precipitates in Aluminium Alloys*, *Adv. Phys.: X*, 2018, 3:1, 1479984.

- [105]. M.-H. Ku, F.-Y. Hung, T.-S. Lui, J.-J. Lai, *Enhanced Formability and Accelerated Precipitation Behavior of 7075 Al Alloy Extruded Rod by High Temperature Aging*, Metals, 2018, 8, 648.
- [106]. T. Ungár, *Microstructural Parameters from X-Ray Diffraction Peak Broadening*, Scr. Mater., 2004, 51, 777-781.
- [107]. A. Phillips, R.M. Brick, *Grain Boundary Effect as a Factor in Heterogeneous Equilibrium of Alloy Systems*, J. Franklin Inst., 1933, 215, 557-577.
- [108]. A.R. Denton, N.W. Ashcroft, *Vegard's Law*, Phys. Rev. A, 1991, 43, 3161-3164.