



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“ESTUDIO METALGRÁFICO DE ESPUMAS
DE ALUMINIO”**

TESIS INDIVIDUAL

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

PRESENTA

ANTONIO PIÑA ESPINO

DIRIGIDA POR

M. en C. ANTONIO DEOLARTE POU

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2004.

BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

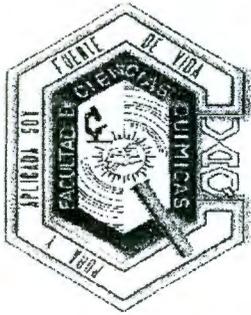
No. Adq. H69163

No. Título _____

Clas. Ts

669.722

P661e



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“ESTUDIO METALOGRAFICO DE ESPUMAS
DE ALUMINIO”**

TESIS INDIVIDUAL

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA

ANTONIO PIÑA ESPINO

DIRIGIDA POR

M. en C. ANTONIO DEOLARTE POU

SINODALES:

M. en C. ANTONIO DEOLARTE POU
DIRECTOR

DR. J.D. OSCAR BARCEINAS SÁNCHEZ
ASESOR EXTERNO

ING. RAFAEL PÉREZ IBARGÜENGOITIA
PROPIETARIO

Q.M. SALVADOR ALVARADO BALLEZA
SUPLENTE

ÍNDICE GENERAL

Índice general	i
Índice de figuras	iv
Índice de cuadros	vi
Resumen	
I INTRODUCCIÓN	1
II ANTECEDENTES	3
1.1. Origen y Obtención del Aluminio	3
1.2. Usos del Aluminio	4
1.3. Clasificación de las Aleaciones de Aluminio.	5
1.4. Microestructura	9
1.4.1. Crecimiento Celular o Dendrítico	10
1.4.2. Eutécticos	13
1.5. Diagrama de Fases Aluminio-Silicio	21
1.6. Estructura de las Espumas (Morfología)	29
1.7. Procedimientos para la Fabricación de Espumas Metálicas	33
1.7.1. Antecedentes, Propiedades y Usos	33
1.7.2. Métodos por Depositación	37
1.7.2.1. Electroquímico	37
1.7.2.2. Evaporación (INCO)	38
1.7.3. Métodos Partiendo de Metal en Estado Líquido	39
1.7.3.1. Inyección de Gas (CYMAT)	39
1.7.3.2. Solidificación Eutéctica (GASAR)	41
1.7.3.3. Precipitación de Gas por Adición de un Agente Espumante (ALPORAS)	42
1.7.3.4. Generación In Situ (ESPUMA SINTÉTICA)	44
1.7.3.5. Método de Inmersión de un Polímero (DUOCEL)	45
1.7.3.6. Método de Lixiviación	46
1.7.4. Métodos Partiendo del Metal en Estado Sólido	48
1.7.4.1. Esferas Huecas	48

1.7.4.2.	Atrapamiento de Gas (LDC)	49
1.7.4.3.	Descomposición de Agente Espumante (ALULIGHT E IFAM)	51
III	HIPÓTESIS Y OBJETIVOS	54
IV	METODOLOGÍA	55
2.1.	Procedimientos Macroestructurales	55
2.1.1.	Densidad Relativa de una Espuma de Aluminio	55
2.1.2.	Determinación del Tamaño de Célula	56
2.2.	Procedimientos Microestructurales	57
2.2.1.	Corte de Muestras de Espumas de Aluminio	57
2.2.2.	Procedimiento de Montado en Resina	58
2.2.3.	Preparación de Muestras para Metalografía	62
2.2.3.1.	Desbaste	62
2.2.3.2.	Pulido	63
2.2.3.3.	Ataque Químico	63
2.2.3.4.	Determinación del Espesor de Pared de la Célula, Tamaño del Cerámico, Espaciamiento Dendrítico Secundario y Primario	64
2.2.3.5.	Porcentajes de Fases Presentes	65
2.2.3.6.	Preparación de Muestras para Rayos-X	65
2.2.3.7.	Medición de Microdureza en Fases Presentes	65
V	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	66
3.1.	Densidad de una Espuma de Aluminio.	66
3.2.	Determinación de Tamaño de Célula.	67
3.3.	Análisis Químico	69
3.4.	Determinación de Tamaño de Pared	70
3.5.	Tamaño de Cerámico	72
3.6.	Fases Presentes	73
3.7.	Ataque Químico	77
3.8.	Resultados de Microdureza, Rayos-X y Microscopía Óptica	79
	CONCLUSIONES	83
	BIBLIOGRAFÍA	84

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Página
1.	Dendrita de tipo columnar y equiaxial	12
2.	Esquema general de un eutéctico irregular	17
3.	Diagrama de fases Al-Si con microestructuras	22
4.	Partes de una espuma metálica de célula abierta y célula cerrada.	31
5.	Diversas aplicaciones de las espumas de aluminio	35
6.	Diagrama de los métodos de producción de espumas	36
7.	Esquema del método de producción electroquímico	37
8.	Esquema del método por evaporación (INCO)	39
9.	Esquema del método por inyección de gas (CYMAT)	40
10.	Diagrama de fases entre un gas y un metal	41
11.	Esquema del proceso de solidificación eutéctica	42
12.	Proceso por descomposición de un agente espumante (ALPORAS)	43
13.	Esquema del método de espuma sintética	45
14.	Esquema del método de producción DUOCEL	46
15.	Esquema del proceso de lixiviación	47
16.	Esquema de producción por esferas huecas	49
17.	Producción por atrapamiento de gas (LDC)	50
18.	Método de descomposición de agente espumante en metal sólido (IFAM).	52
19.	Determinación del tamaño de célula	56
20.	Preparación de la resina	59
21.	Preparación de la mezcla resina -catalizador - colorante	59
22.	Vaciado de resina sobre la muestra	60
23.	Fijación de muestra	61
24.	Equipo de vacío y vista superior del desecador	61
25.	Muestras de espuma de aluminio producidas por CYMAT	66
26.	Tamaños de célula espuma de aluminio	68
27.	Detalle de producción de la espuma B	68

28.	Sitio de medición de espesor de pared en espuma A	71
29.	Densidad relativa en función del tamaño de célula y del espesor de pared	71
30.	Partículas cerámicas de la espuma B	73
31.	Partículas cerámicas de la espuma C	73
32.	Micrografía de la Espuma A	74
33.	Crecimiento dendrítico de la Espuma B	74
34.	Crecimiento dendrítico de la espuma C	75
35.	Eutéctico Al-Si de la espuma A	77
36.	Eutéctico Al-Si de la espuma B	77
37.	Micrografía de la espuma A con ataque químico	78
38.	Fase presente en las espumas de aluminio	78
39.	Fase presente mostrando un tono oscuro	79
40.	Difractograma de las espumas utilizadas	80
41.	Microestructura típica de la espuma A	81
42.	Microestructura típica de la espuma C	81
43.	EDS del carburo de silicio	82
44.	EDS del eutéctico Al-Si	82
45.	EDS de partícula de Al-Si-Fe-Mg	82

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro		Página
1.	Clasificación de las aleaciones de aluminio conformadas	6
2.	Clasificación de aleaciones de aluminio por fundición	9
3.	Tipos de dispersión de los estados de agregación de la materia	30
4.	Reactivos de ataque para aluminio y sus aleaciones	64
5.	Densidad aparente de las espumas de aluminio	67
6.	Tamaño de célula	67
7.	Análisis químico de las espumas de aluminio	69
8.	Resultados de espesor de pared y desviación estándar	70
9.	Partículas cerámicas (SiC)	72
10.	Porcentajes de fases de las espumas de aluminio	76
11.	Espaciamiento dendrítico secundario λ_2	76
12.	Resultados de microdureza Vickers de las espumas de aluminio	79

RESUMEN

El presente estudio tiene como objetivo la caracterización macro y microestructural de espumas de aluminio fabricadas por el método de inyección de gas. Se desarrolló una metodología para la preparación metalográfica por medio de un proceso de resina en frío que permitió la preparación de muestras. Se realizó la caracterización de la microestructura de las espumas: tamaño de célula, espesor de pared y densidad relativa. La microestructura fue caracterizada mediante la difracción de rayos-X, microscopía óptica y electrónica de barrido. Estos estudios revelaron la presencia de partículas de carburo de silicio, precipitación de un compuesto eutéctico Al-Si entre dendritas de aluminio primario y partículas de un compuesto Al-Si-Mg-Fe. Se observó una concentración mayor de partículas cerámicas en aquellas muestras con tamaños de célula más grandes y crecimiento dendrítico limitado, mientras que en las muestras con tamaño de célula más pequeña se observó una concentración menor de partículas cerámicas en una matriz dendrítica vasta. Con base en los resultados se concluye que el tamaño de célula depende de las características microestructurales de la espuma.

I INTRODUCCIÓN

La fabricación de aleaciones de aluminio incluye diferentes tipos de técnicas como son fundición, solidificación, extrusión, forja y más recientemente el espumado. Las espumas metálicas son una clase de material que se caracterizan por tener una densidad extremadamente baja en combinación con sus notables propiedades mecánicas, eléctricas, térmicas y acústicas, por lo que su uso se ha incrementado como un nuevo material de ingeniería. Sus aplicaciones, en especial las producidas por aluminio, incluyen material de construcción, boyas por ser un material ligero, resistencia a la corrosión, barreras térmicas e intercambiadores de calor, aislantes acústicos, y electrodos para batería.

Dependiendo del método de producción será el tipo de espuma que se forme, se dividen en espumas de célula abierta y célula cerrada. La espuma metálica de célula abierta consiste en un esqueleto sólido continuo, el cual coexiste con espacios vacíos interconectados. A este tipo de material se le conoce también como esponja metálica. La espuma metálica de célula cerrada se describe como un cuerpo celular sólido lleno homogéneamente de burbujas de gas. El cuerpo celular está formado por el metal sólido. Las células cerradas pueden ser redondas o polihedrales y se encuentran separadas por una pared delgada.

La caracterización de una espuma comercial puede ayudar a establecer el proceso de producción, así como determinar las características que permitan su identificación. Como son el tamaño de célula, tipo de célula, densidad relativa, espesor de pared y microestructura (fases presentes) para poder entender sus propiedades. Basado en esto, se estableció que el objetivo fuera la caracterización de las propiedades macro y microestructurales del material y el diseño de un método para la preparación de muestras para análisis confiables.

En pruebas preliminares se encontró que las muestras tienden a flotar al vaciar la resina y que ésta no penetran algunos poros. El proceso de desbaste y pulido presenta la complejidad de que se está trabajando un material suave de paredes finas. Por lo anterior, se desarrolló un procedimiento para preparar la muestra desde el montaje en frío con resina, continuando con el desbaste hasta el pulido final para conseguir resultados confiables de las espumas.

II ANTECEDENTES

1.1. Origen y Obtención del Aluminio

El aluminio es el tercer elemento más abundante en la corteza terrestre y el segundo de los metales, solamente el oxígeno y el silicio se encuentran en cantidades mayores.

Los compuestos de los que generalmente se obtiene el aluminio son: alúmina (Al_2O_3), bauxita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) y criolita ($\text{AlNa}_3 \text{F}_6$).

La obtención del aluminio se realiza en dos etapas. En la primera, se extrae el mineral de bauxita, abundante en Australia, el Caribe, África, China y América del Sur, normalmente por minería a cielo abierto. La bauxita es purificada por el método Bayer, que consiste en un calentamiento en sosa cáustica concentrada. Enseguida, el aluminio del mineral pasa a aluminato sódico, se separa el material insoluble y se provoca la precipitación del $\text{Al}(\text{OH})_3$. El residuo insoluble contiene óxidos de hierro y titanio. Por último, el hidróxido de aluminio se seca y calcina para producir alúmina. El residuo que contiene los óxidos de hierro y titanio es llamado "Barro Rojo". Por dos toneladas de bauxita se obtiene una tonelada de alúmina (Woodward, 1996). En la segunda etapa se produce la reducción de la alúmina a aluminio puro. Para esto se utilizan principalmente los procesos Hall en los Estados Unidos y Heroult en Francia, o una combinación de ambos.

Durante la reducción electrolítica, la alúmina se disuelve en criolita (fluoruro de sodio y aluminio). En una celda que opera a 950°C , la cual está construida de acero con barras de carbón, que actúan como cátodos y ánodos, el electrodo se

funde y se consume por los ánodos que se encuentran suspendidos en el electrólito.

El aluminio metálico que se forma cae al fondo de la celda y se extrae periódicamente. Este aluminio usualmente contiene de 99 a 99.5% de Al (Smith, 1993), siendo el hierro y el silicio las impurezas principales. Aproximadamente 14,000 kilowatts-hora de energía eléctrica se requieren para producir una tonelada de aluminio, partiendo de dos toneladas de alúmina (Woodward, 1996).

El aluminio de las celdas electrolíticas se lleva a una serie de hornos donde se refina antes de su fundición final. En la refinación el metal líquido se purga con un gas como el nitrógeno, argón o una mezcla de gases como freón - argón o freón - nitrógeno, para eliminar el hidrógeno (Manzano, 1997). Esto es seguido de una limpieza de la superficie del metal líquido para separar el metal oxidado. Después de que el metal ha sido desgasificado y desescoriado, se le criba y vacía en moldes tipo lingote para refundición, o en forma de lingotes para laminación o extrusión.

1.2. Usos del Aluminio

El aluminio y sus aleaciones se usan en envases, construcción, transporte y dispositivos eléctricos, dadas su baja densidad, buena conductividad térmica, eléctrica y ductilidad. Muestra buena resistencia a la corrosión y puede ser reciclado. Al no ser tóxico es empleado en la industria alimenticia. Se puede trabajar tanto por métodos convencionales, como la fundición, o por procesos pocos usuales, como la inyección.

El aluminio puede, de acuerdo a la aplicación, suplir a diferentes materiales entre los que se encuentran el cobre, aleaciones estaño – plata, acero, acero inoxidable, titanio, papel, madera, concreto y algunos compósitos.

1.3. Clasificación de las Aleaciones de Aluminio.

El aluminio requiere de otros elementos para desarrollar otras propiedades; los principales elementos de aleación son cobre, silicio, zinc, manganeso y litio, además de adiciones menores de cromo, titanio, plomo, bismuto, níquel y hierro.

Las aleaciones de aluminio se pueden dividir en tres grupos principales: conformadas, de fundición y más recientemente en aleaciones por metalurgia de polvos. Las aleaciones conformadas, producidas mediante deformación plástica, tienen una composición química y microestructura significativamente distintas a las fabricadas por fundición. Dentro de cada grupo las aleaciones se pueden dividir en dos subgrupos: tratables y no tratables térmicamente (Askeland, 1998).

Para la clasificación de las aleaciones comerciales de aluminio y conformadas, el Sistema de la Asociación del Aluminio es el más reconocido. Para las aleaciones conformadas se utiliza una nomenclatura de cuatro dígitos, el primero define el elemento de la aleación principal, el segundo se refiere a la modificación de la aleación, si este es cero es la aleación original. Para la serie 1xxx indica el límite de impurezas, y los dos dígitos restantes se refieren a la identificación dentro del grupo, estos en la misma serie se refieren al porcentaje mínimo de aluminio en la aleación. La clasificación de los elementos de las aleaciones de aluminio para forja se muestra en el Cuadro 1 (Cayless, 1995).

Cuadro 1. Clasificación de las aleaciones conformadas de aluminio

Serie	Características
1xxx	Aluminio comercial puro (>99% Al)
2xxx	Cobre
3xxx	Manganeso
4xxx	Silicio
5xxx	Magnesio
6xxx	Magnesio y Silicio
7xxx	Zinc
8xxx	Otros Elementos
9xxx	Series No Usadas

Los productos más comunes son los rolados, y comprenden el 70% del aluminio consumido, en forma de placa, hoja de lámina, lámina y papel aluminio (Woodward, 1996).

- Placa: se produce por rolado en caliente, con algún acabado en frío para mejorar las tolerancias y la calidad de la superficie, con un rango de espesor de 6 a 250 mm.
- Lámina: se produce por rolado en frío, con un rango de espesor de 0.2 a 6 mm y con tolerancias muy cerradas.
- Hoja de lámina (lámina + placa): es un nombre dado, a veces, a materiales que se encuentran en el rango de 4 a 6 mm, siendo un intermedio entre placa y lámina.
- Papel Aluminio: su espesor está por debajo de 0.2 mm y puede ser reducido hasta 9 μm .

La designación del grado de endurecimiento de las aleaciones conformadas se escribe después de la designación de la aleación, y está separada por un guión (por ejemplo 1100 – H). Las subdivisiones del grado de endurecimiento básico se indican por uno o más dígitos y siguen a la letra de la designación básica (por ejemplo 1100 – H14).

La designación del grado de endurecimiento básico que se usa para aleaciones tratables térmicamente es el siguiente (Smith, 1993; Cayless, 1995; Woodward, 1996):

F – Tal como se fabricó. Aplicado a productos manufacturados por trabajo en frío, trabajo en caliente o procesos de fundición que adquieren algún temple como resultado de la fabricación, sin ningún control específico sobre las condiciones térmicas o en el grado de endurecimiento; para los productos trabajados no existe ninguna garantía en las propiedades mecánicas.

O – Recocido y recristalizado. Aplicada a los productos conformados para obtener una resistencia mínima y a los productos de fundición para mejorar la ductilidad y estabilidad dimensional. La O puede estar seguida por un número diferente de cero.

H – Endurecido por deformación. Se aplica a productos que no son sometidos a tratamientos térmicos para incrementar las propiedades mecánicas, pero que han sido reforzados por endurecimiento por deformación en frío, con o sin tratamiento térmico complementario para producir una reducción de la resistencia. La H puede estar seguida por dos o más números.

W – Tratado térmicamente en solución. Es un temple inestable aplicado solo a aleaciones que envejecen espontáneamente a temperatura ambiente después del tratamiento térmico en solución.

T – Tratado térmicamente. Se aplica a productos tratados térmicamente, con o sin endurecimiento por deformación suplementaria para producir templestables estables.

La materia prima se suministra en forma de lingotes rectangulares de fundición o en planchón que puede pesar 20 toneladas. Los productos rolados se obtienen más comúnmente de las aleaciones de las series 1000, 3000 y 5000.

Estas aleaciones son las tres más importantes para forja no tratadas térmicamente. Las aleaciones de las series 2000, 6000, 7000 y 8000 también se pueden emplear para productos rolados. Las aleaciones de aluminio para forja tratables térmicamente de los grupos 2000, 6000 y 7000, son endurecibles por precipitación (William, 1993; Woodward, 1996).

Por medio de la extrusión se pueden producir perfiles de aluminio. La serie 6000 se puede trabajar con facilidad y velocidad por lo que se pueden fabricar perfiles complejos con secciones delgadas, obteniéndose un buen acabado superficial sin la necesidad de tratamiento térmico. Para la extrusión se utilizan barras como material de inicio, al igual que para la forja y los productos trefilados en frío, como alambres y tubos.

Los procesos de extrusión sólo proporcionan formas en dos dimensiones. La fundición permite hacer productos complejos en tres dimensiones. Los procesos que se basan en la fundición son el vaciado en molde en arena, en molde permanente y la inyección de metal líquido. El tipo de proceso depende de la cantidad de fundición requerida.

La composición química de las aleaciones de fundición se describe por un sistema de tres dígitos seguido por un valor decimal. El primer dígito indica el grupo al que pertenece la aleación y el principal elemento aleante.

Los dos números siguientes indican la aleación, específicamente en el caso de la serie 1xx.x indican pureza. El número separado por el punto decimal se refiere a la forma de producción, por fundición o por lingote. El decimal .0 se refiere a los límites de la aleación de fundición. Los decimales .1 y .2 se refieren a la composición de los lingotes, qué después de la fusión y del vaciado, resulta en cambios químicos. La designación de las fundiciones de aluminio se muestra en el cuadro 2 (Cayless, 1995).

Cuadro 2. Clasificación de aleaciones de aluminio por fundición

Serie	Características
1xx.x	Aluminio comercialmente puro (>99% Al)
2xx.x	Cobre
3xx.x	Magnesio y Silicio
4xx.x	Silicio
5xx.x	Magnesio
6xx.x	Series No Usadas
7xx.x	Zinc
8xx.x	Estaño
9xx.x	Otros Elementos

1.4. Microestructura

La microestructura de solidificación que pueden mostrar los metales puros o las aleaciones están divididas dentro de dos grupos: cristales simples de fases primarias y estructuras eutécticas (Kurz y Fisher, 1989). Los cristales primarios, los eutécticos o una combinación de ambos pueden formar la microestructura después de la solidificación.

1.4.1. Crecimiento Celular o Dendrítico

El crecimiento de los cristales primarios puede ocurrir en forma de células o dendritas. Las células son cristales con crecimiento antiparalelo (perpendicular) a la dirección de flujo de calor, en cambio las dendritas crecen con una orientación paralela al flujo de calor

Si la dirección de crecimiento de las dendritas es opuesta al flujo de calor, se le denomina como crecimiento forzado (Kurz y Fisher, 1989). Cuando el flujo de calor del cristal ocurre hacia el líquido, las dendritas crecen tan rápido como el sobreenfriamiento impuesto se los permita (esto se denomina solidificación equiaxial) (Kurz y Fisher, 1989).

Flemings (1974) describe la formación de las dendritas de la siguiente manera: cuando las células de los metales crecen a velocidad baja, el crecimiento es perpendicular a la interfase líquido / sólido, a pesar de la orientación del cristal. Sin embargo, si la velocidad de crecimiento se incrementa, los factores cristalográficos empiezan a ejercer una influencia, por lo que la dirección de crecimiento es desviada hacia la dirección de crecimiento cristalográfica preferencial. Simultáneamente, la sección transversal de la célula hace una desviación de la geometría circular inicial, esto debido a los factores cristalográficos. La estructura resultante ha sido descrita como una estructura de pestaña o cruz maltés, para materiales cúbicos. Conforme la velocidad de crecimiento se incrementa, la primera estructura de cruz se hace más aparente y las protuberancias empiezan a aparecer en las pestañas de ésta; esto es, los brazos secundarios de la dendrita se hacen discernibles.

En cambio, Kurz y Fisher (1989) establecen que la formación de una dendrita ocurre por la ruptura de un plano inestable de la interfase sólido / líquido. Las perturbaciones son amplificadas hasta una que marca la diferencia del

crecimiento entre las puntas y depresiones. Se hace notoria puesto que la punta puede desecharse soluto en la dirección lateral, muestra una tendencia a crecer más rápido que la depresión, por lo que el exceso de soluto tiende a acumularse entre las puntas. Por lo tanto, la forma de la protuberancia es como una célula, pero si las condiciones lo permiten ésta cambiara a dendrita, exhibiendo brazos secundarios y una cristalografía gobernada por las direcciones de crecimiento.

Por su parte, Winegard (1967), cita que la formación de una dendrita comienza cuando el gradiente de temperatura en el líquido es negativo. El líquido adelante de la interfase está térmicamente sobreenfriado, es decir, que su temperatura es menor a la de fusión, por lo que se forma una saliente en la interfase. La punta de ésta queda en la zona de subenfriamiento, tendiendo a crecer hacia dentro del metal líquido. Al ocurrir esto el calor envolvente disminuirá la cantidad de sobre enfriamiento en la interfase principal inmediata a la proyección. La saliente tomará la forma de un árbol o espiga, en tanto el ritmo de crecimiento es retardado en la interfase principal. En algunos casos se formaran ramales (llamados brazos secundarios) de la espiga (dendrita), los cuales servirán de sostén para el crecimiento de futuros ramales (nombrados brazos terciarios).

En resumen, se puede decir que la formación de una dendrita comienza con una perturbación en el líquido, lo cual genera el rompimiento de la interfase líquido / sólido, la estructura toma una forma ramificada o de cruz, con segregación de soluto de las puntas hacia el cuerpo, lo que implica que la punta crezca más rápido que el cuerpo. A lo largo de la punta se crean pequeñas protuberancias que crecen al igual que la punta generando más protuberancias, las que crecen hasta encontrar el campo de otra. Al término del crecimiento la estructura final es una dendrita con brazos secundarios y posiblemente

terciarios. A este tipo de dendrita se le conoce como dendrita equiaxial (Figura 1).

La porción central de la estructura que crece aproximadamente a lo largo de la dirección del flujo de calor, es llamada brazo dendrítico primario; las protuberancias perpendiculares al brazo dendrítico primario son llamadas brazos dendríticos secundarios. Cuando las puntas de los brazos encuentran, el campo de difusión de los brazos vecinos de otra dendrita, éstos paran su crecimiento y empiezan a madurar y a engrosar.

En el crecimiento unidireccional las dendritas son paralelas unas con otras (Figura 1), dando un espaciamiento característico de tronco llamado espaciamiento dendrítico primario (λ_1), formándose también un espaciamiento de ramificaciones llamado espaciamiento dendrítico secundario (λ_2) (Kurz y Fisher, 1989). Una característica de los espaciamientos primario y secundario es que crecen en direcciones cristalográficas definidas (Winegard, 1967). El valor final de λ_2 está principalmente determinado por el tiempo de solidificación.

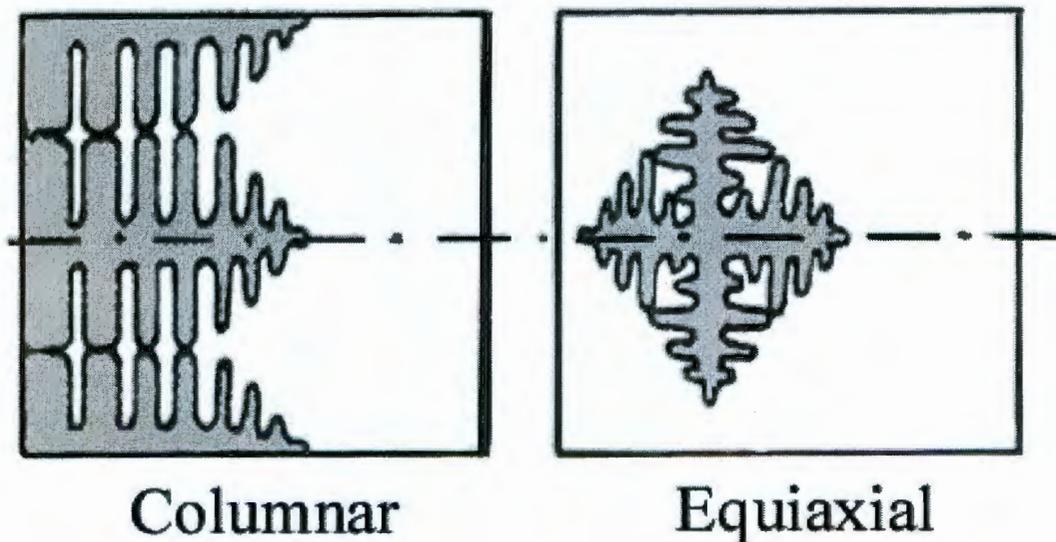


Figura 1. Dendrita de tipo columnar y equiaxial.

La estructura de solidificación en forma de dendritas es una característica de todas las aleaciones de fundición de aluminio. El primer sistema en el que se intentó relacionar la solidificación dendrítica con las condiciones de fundición, para aleaciones de aluminio, se reportó en 1950 (Granger, 1995). El aluminio al solidificar en forma dendrítica tiene una orientación cristalográfica preferente sobre el plano $\langle 100 \rangle$ (Winegard, 1967; Kurz y Fisher, 1989).

Se ha observado que los soportes dendríticos vecinos, en el mismo cristal, están mal orientados unos con respecto de otros. Esta mala orientación, que puede variar con una fracción de grado o más, se debe a vibraciones mecánicas o por convección del líquido. Cuando las dendritas se forman, son delgadas y débiles, por lo que son fácilmente renovables o vencibles (Winegard, 1967).

1.4.2. Eutécticos

La morfología eutéctica se caracteriza por el crecimiento simultáneo de 2 o más fases desde el líquido durante la solidificación. Los eutécticos pueden exhibir una gran variedad de arreglos geométricos, los que están relacionados con el número de fases presentes.

Las aleaciones eutécticas son mezclas de dos sólidos, la distribución de éstos dentro del grano eutéctico varía considerablemente de un sistema binario a otro. Este tipo de aleaciones posee un punto de fusión menor en comparación con el de los componentes puros. Las aleaciones eutécticas no siempre forman microestructuras eutécticas, especialmente si pasan por un subenfriamiento largo, aunque hay microestructuras eutécticas que se forman a pesar de que se encuentran lejos de la composición eutéctica (Trivedi y Kurz, 1988).

Es importante diferenciar entre un equilibrio eutéctico y una microestructura eutéctica. En un sistema eutéctico, a una temperatura y composición única existe un equilibrio del líquido con las diferentes fases sólidas, conocido como equilibrio eutéctico (Trivedi y Kurz, 1988) y la microestructura eutéctica es descrita como el crecimiento en cooperación de dos fases desde el líquido durante la solidificación (Trivedi y Kurz, 1988).

El crecimiento eutéctico comienza con el enfriamiento del líquido deteniéndose hasta que una de las fases sólidas nuclea. El crecimiento de la fase nucleada prosigue hasta que ocurre su dispersión en la solución en la interfase sólido / líquido, y sea lo suficientemente grande para propiciar la nucleación de la segunda fase, la cual puede nuclear en forma desordenada dentro del líquido o en forma de capas, imitando el proceso de la primera fase; si la nucleación en ambas fases aumenta, éstas crecerán en forma de numerosas capas, lo que es una indicación positiva de que el crecimiento y la nucleación eutéctica realmente comienzan. Al nuclear la segunda fase en el líquido, Este será el principio del crecimiento eutéctico efectivo (Winegard, 1967).

Por el tipo de crecimiento los eutécticos se pueden clasificar de dos formas, en regulares y irregulares (Trivedi y Kurz, 1988; Kurz y Fisher, 1989; Khan y Elliott, 1993). Si ambas fases poseen una entropía de fusión baja, el crecimiento es fácil a lo largo de todas las direcciones cristalográficas y la estructura resultante es regular, también conocido como eutéctico sin faceta / sin faceta. Cuando la fase con menor fracción de volumen tiene una entropía de fusión alta, los eutécticos son del tipo sin faceta / facetado, y la microestructura resultante es irregular.

Un modelo teórico del crecimiento eutéctico fue elaborado por Jackson y Hunt (Trivedi y Kurz, 1988), el cual ha sido el precursor de la mayoría de los modelos que tratan de explicar los crecimientos regulares y irregulares.

El modelo de Jackson y Hunt se basa en el cálculo promedio del subenfriamiento de las interfases para cada fase, obteniendo constantes y valores para los diversos crecimientos. Este modelo describe detalladamente el crecimiento eutéctico regular e irregular a velocidades bajas. Los modelos más comunes son para los eutécticos en forma de lamina y barra, por ser considerados los más estables.

Basado en la hipótesis de la velocidad máxima de crecimiento, Tiller propuso que en una solidificación unidireccional, el sistema selecciona el espaciamiento mínimo del subenfriamiento en la interface (Trivedi y Kurz, 1988). Este espaciamiento es denotado por λ_m . En cambio Jackson y Hunt establecen que los espaciamientos menores a λ_m son inestables y proponen que longitudes mayores λ_M son más estables (Trivedi y Kurz, 1988). La pendiente de la interfase se hace infinita, ya que la suposición es que todos los valores arriba de λ_M son inestables. Jackson y Hunt concluyeron que los espaciamientos estables están en el rango $\lambda_m < \lambda < \lambda_M$. Para el espaciamiento mínimo estable obtienen la relación:

$$V\lambda_m^2 = K_2/K_1 \quad (1.1)$$

y

$$\Delta T = [2\sqrt{K_1K_2}]V^{1/2} \quad (1.2)$$

Donde K_1 y K_2 son las constantes del modelo de Jackson y Hunt.

La relación entre λ_M y V es obtenida asumiendo el espaciamiento estable $\lambda > \lambda_m$, el cual existe para cada fase, en éstas la pendiente de se hace infinita. Usando éste criterio, se obtiene:

$$V\lambda_M^2 = a(1+b \sin \theta_\beta) (\Gamma D / m_\beta C_o) \quad (1.3)$$

Donde a y b son constantes, para las cuales el valor depende de la fracción de volumen f_β .

Con lo anterior las formulas del modelo general de Jackson y Hunt (Kurz y Fisher, 1980) quedan expresadas como:

$$\lambda^2 V = \frac{K_2}{K_1} \quad (1.4)$$

$$\frac{\Delta T}{\sqrt{V}} = 2\sqrt{K_1 K_2} \quad (1.5)$$

$$\Delta T \lambda = 2K_2 \quad (1.6)$$

La discusión cualitativa de Jackson y Hunt da dos conclusiones importantes. Primera, a una velocidad dada una banda de espaciamiento eutéctico es estable, y los límites inferior y superior de este espaciamiento están dados por λ_m y λ_M respectivamente. Segundo; que ambos límites al multiplicarlos por la velocidad dan una constante que satisfacen las ecuaciones propuestas por Jackson y Hunt. El modelo anterior es para un crecimiento eutéctico de forma regular.

Fisher y Kurz (1988) demostraron que hay una gran variación en el espaciamiento eutéctico en la fase facetada (Figura 2).

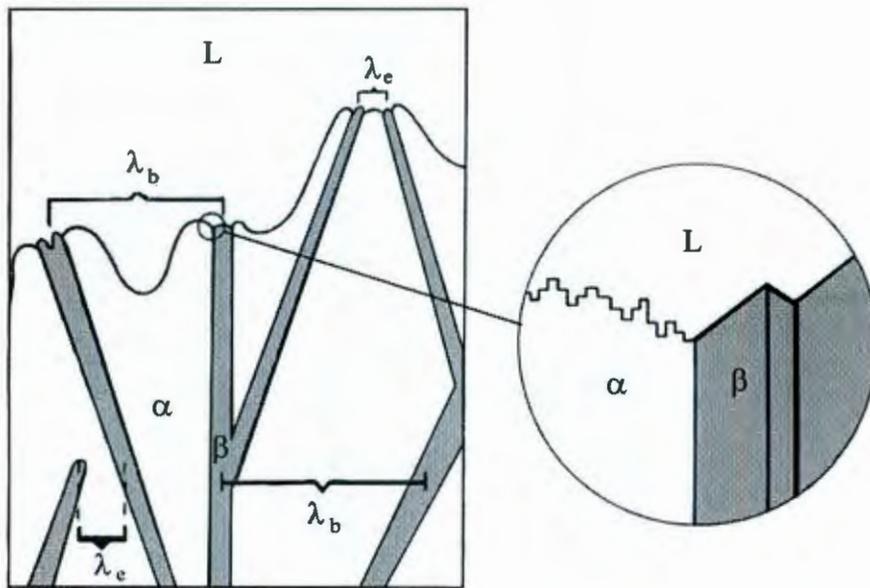


Figura 2. Esquema general de un eutéctico irregular.

Cuando el espaciamiento rechaza el valor más pequeño λ_m , el crecimiento se detienen. Por otro lado, cuando se rechaza el valor más grande λ_M , una rama es creada, por lo que decrece el espaciamiento local. Por consecuencia, el espaciamiento eutéctico se encuentra entre λ_m y λ_M (también simbolizado como λ_e y λ_b , respectivamente), donde λ_M es el espaciamiento en el que la aparición de los brazos ocurre, y está dada por la ecuación 1.3. Este espaciamiento máximo, fue determinado por un análisis de estabilidad o criterio de morfología (Magnin y col, 1991).

Los eutécticos irregulares se caracterizan por presentar una fase facetada. El crecimiento de cada lamina de esta fase ocurre preferencialmente en una dirección determinada por la orientación cristalográfica local. Como resultado, la solidificación de un eutéctico irregular ocurre cuando un rango entero de espaciamientos crece simultáneamente. Cuando dos laminillas convergen, el crecimiento de una se detiene, esto es cuando λ es más pequeña que el espaciamiento crítico λ_e . Consecuentemente, la solidificación de laminillas

divergentes ocurre en otro espaciamiento crítico λ_b , el cual es alcanzado y tras que el crecimiento se hace inestable, provocando que una de las laminillas crezca en forma de brazo dentro de dos laminillas divergentes, de ese modo reducen el espaciamiento.

Un detalle del modelo teórico de Jackson y Hunt propuesto por Kurz y Magnin (1988), demostró que los brazos dendríticos ocurren en la interfase líquido /sólido para la fase con faceta, la cual adquiere pequeñas depresiones que se encuentran cercanas a la base de los puntos triples de las laminas. Las oscilaciones del espaciamiento eutéctico entre λ_m y λ_M , dan por resultado el espaciamiento promedio $\langle \lambda \rangle$ de un eutéctico irregular.

Magnin y *col* (1991) describieron el espaciamiento promedio basándose en una velocidad de crecimiento dada. La interfase de subenfriamiento pasa a través de un mínimo, como una función del espaciamiento laminar, y proponen que el crecimiento ocurre en este mínimo (espacio λ_e o λ_m), lo que corresponde a la máxima velocidad de crecimiento para el subenfriamiento dado. Estudios experimentales indican que el promedio del espaciamiento de un eutéctico irregular es más grande que λ_e , por lo que el promedio del espaciamiento eutéctico puede estar dado por:

$$\langle \lambda \rangle = \lambda_m \phi \quad (1.7)$$

Donde ϕ es un parámetro de operación que refleja el mecanismo de ajuste del espacio, el que es diferente para el subenfriamiento mínimo principal. Para eutécticos regulares, el mecanismo de competencia entre las fases causa que el crecimiento ocurra muy cercano al espaciamiento extremo y el valor de ϕ se aproxima a la unidad (Magnin y *col*, 1991).

Un modelo teórico del crecimiento eutéctico predice que el espaciamiento eutéctico es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la velocidad (Trivedi y Kurz, 1988). Sin embargo, en caso de un incremento de la velocidad se puede obtener un espaciamiento extremadamente fino. La relación mencionada se basa en que las velocidades de crecimiento son pequeñas.

Los modelos teóricos para el crecimiento eutéctico regular e irregular, muestran que hay una banda finita de espaciamientos estables que existen a una velocidad dada.

Las microestructuras eutécticas formadas dependen de las condiciones y la estabilidad de la interfase. Los siguientes puntos deben considerarse para explicar el crecimiento de microestructuras (Trivedi y Kurz, 1988):

- Si una microestructura es estable respecto a las fluctuaciones en los espaciamientos, se concluye que una banda de espaciamientos estables existe para una velocidad dada.
- La interfase eutéctica es estable con respecto a las fluctuaciones periódicas en forma microscópica. Estudios experimentales muestran que el plano de la interfase eutéctica puede ser inestable y formar células y dendritas eutécticas.
- Las estructuras eutécticas son estables respecto a las fluctuaciones que guían el plano de una fase simple, interfase celular o dendrítica. La inestabilidad puede ocurrir si una de las fases crece fuera de la interfase y forma un plano frontal de una fase simple, estructura celular o dendrítica en donde la microestructura está presente en las regiones intercelulares o interdendríticas.
- La estructura eutéctica se muestra estable con respecto a la formación de otras fases metaestables. En velocidades altas de crecimiento, las fases

simples metaestables o otros eutécticos metaestables pueden ser preferidos.

Las microestructuras eutécticas se pueden clasificar por su forma como: laminas, globulares, agujas o aciculares, hojuela, barra, dependiendo de la apariencia y distribución de las dos fases sólidas que forman el eutéctico (Winegard, 1967; Trivedi y Kurz, 1988).

Los eutécticos aciculares (forma de agujas) consisten en una serie de bastones de una fase, incrustados en una fase continua. Un ejemplo es la aleación cadmio-estaño. Estos eutécticos son confundidos frecuentemente con las estructuras globulares, porque la observación de la configuración de las partículas depende del ángulo de la sección plana y del crecimiento de la interfase (Winegard, 1967).

El término acicular se aplica a los eutécticos, cuya segunda fase tiene una forma irregular, parecida a agujas acomodadas sin método con respecto a la fase continua. Un ejemplo es el eutéctico aluminio-silicio. El silicio en forma de agujas, circundadas por la solución sólida de aluminio (Winegard, 1967).

Los eutécticos globulares no son muy comunes, pero se suelen hacer presentes en algunas aleaciones comerciales importantes. Un ejemplo de este tipo de eutéctico es el Cu-Cu₂O, en el cual, la fase Cu₂O toma la forma de esferas (Winegard, 1967).

El eutéctico en forma barra se encuentra en el sistema Sn-Pb. Las barras de la segunda fase se encuentran rodeadas por solución sólida de alfa y es considerado por diversos autores como uno de los crecimientos más estables.

El mecanismo de supinación o traslape es el más parecido al crecimiento laminar eutéctico, pues existe una clara relación en la orientación entre las dos fases de casi todos los sistemas eutécticos (Winegard, 1967).

La distribución actual de las fases eutécticas depende de las impurezas presentes y de las condiciones de solidificación. Un eutéctico que normalmente es acicular puede cambiarse a otras formas, alterando la velocidad de crecimiento o agregando impurezas específicas (Winegard, 1967).

Se puede controlar dos puntos importantes en las microestructuras eutécticas para mejorar las propiedades del material, las cuales son: el espaciamiento eutéctico y la fracción volumétrica de las fases. El espaciamiento es controlado por la velocidad de crecimiento mientras la fracción es controlada por la composición de la aleación.

1.5. Diagrama de Fases Aluminio-Silicio

Las aleaciones aluminio-silicio son usadas por su buena facilidad de fundición, buena resistencia a la corrosión y excelentes propiedades mecánicas. Presentan un control muy cerrado sobre las microestructuras durante la solidificación lo que ayuda a optimizar las propiedades mecánicas y físicas. Lo cual es alcanzando por influencia de la nucleación y el comportamiento del crecimiento de la microestructura provocado por la adición de elementos ternarios o por solidificar a una velocidad de crecimiento alta (Khan y Elliott, 1989).

La aleación Al-Si es una de las más ampliamente usada, debido a que su estructura puede ser modificada por cambios en la velocidad de enfriamiento o por cambios en la composición de la aleación.

La modificación más común a éste tipo de aleaciones es promover el cambio de estructura de hojuela áspera a fibras finas y puede ser activada por la adición de impurezas como sodio o estroncio o bien por un excesivo enfriamiento rápido (Khan y Elliott, 1996).

Las estructuras metalográficas de los componentes puros y de los componentes intermedios se muestran en la Figura 3 (Cayless,1995), así como su lugar de ubicación en el diagrama de fases Al-Si.

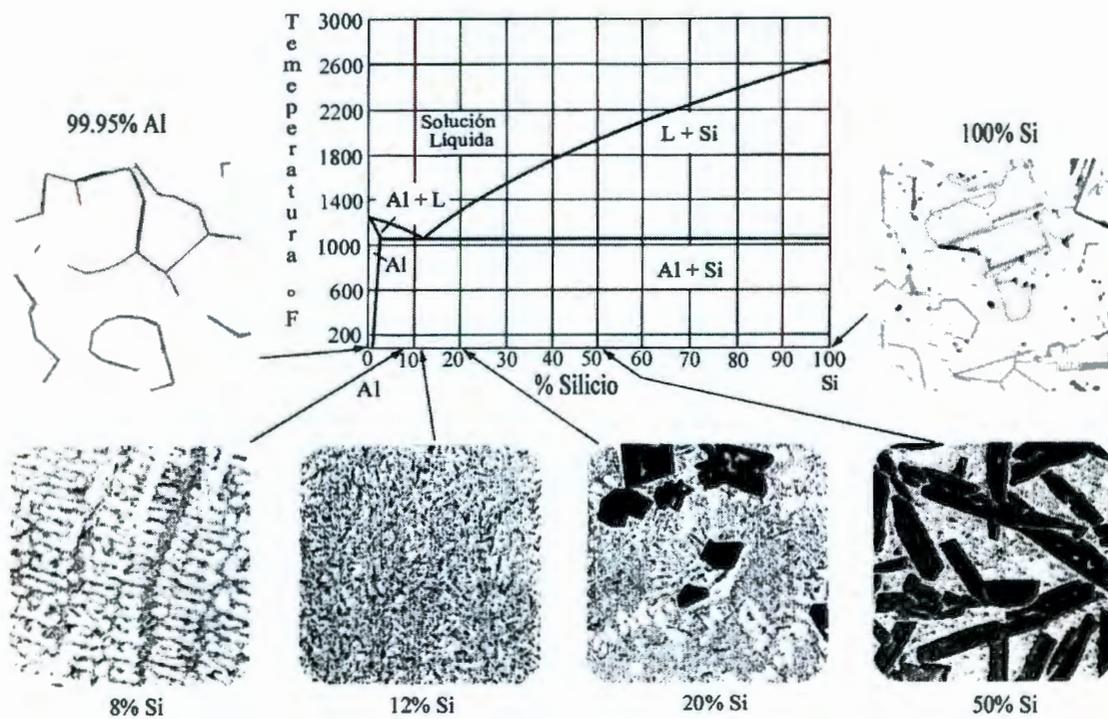


Figura 3. Diagrama de fases Al-Si con microestructuras.

Las temperaturas de fusión del aluminio y del silicio son 660 °C (1220 °F) y 1414 °C (2577.2 °F), respectivamente. La microestructura observada en la parte izquierda del diagrama corresponde a una formada por solución sólida de

aluminio α de 99.95% con solución sólida de silicio de 0.05%, con lo cual se obtienen cristales primarios de fase α de aluminio.

La máxima solubilidad del silicio en la solución sólida α es 1.65% a la temperatura eutéctica de 577° C (1070.6 °F).

Las composiciones intermedias son mezclas de aluminio conteniendo más o menos el 12% de Si en solución sólida como una fase continua, con partículas de silicio puro. Las aleaciones con menos del 12% de Si son hipoeutécticas, las aleaciones cerca de 12% de Si son eutécticas y las aleaciones arriba del 12% de Si son consideradas hipereutécticas.

En la composición de 92% de solución sólida de aluminio con 8% de solución sólida de silicio, la formación de la microestructura es de dendritas primarias de aluminio rodeadas de eutéctico Al-Si en forma irregular, este tipo de microestructura pertenece a una aleación hipoeutéctica.

Cuando se tiene una composición de 12% de silicio y 88% de aluminio se localiza el punto eutéctico de la aleación Al-Si. La microestructura resultante será 100% eutéctica de forma irregular a menos que tenga modificadores que cambien a una forma regular.

La microestructura observada en la composición 20% de silicio y 80% de aluminio presenta algunos cristales de silicio con solución sólida de aluminio, rodeados de eutéctico Al-Si. Esta microestructura es identificada para una aleación hipereutéctica.

La microestructura formada a una composición de 50% de silicio y 50% de aluminio presenta cristales de solución sólida de silicio con solución sólida de

aluminio, se observa que los cristales son grandes y gruesos, los cuales se encuentran rodeados de eutéctico Al-Si.

La microestructura de la derecha con composición 100% silicio presenta los cristales primarios de silicio, sin ningún contenido de solución sólida de aluminio.

Las aleaciones con contenido de silicio arriba del 5% de Si son usadas en fundición, el contenido normal es de 5 a 13% de Si. El esfuerzo y la ductilidad de las aleaciones Al-Si pueden ser mejorados, especialmente las que contienen porcentajes altos de silicio al modificar el eutéctico Al-Si. En caso de una resistencia alta y dureza se adiciona magnesio a las aleaciones para hacerlas tratables térmicamente.

La modificación de aleaciones hipoeutécticas (cantidades menores al 12% de Si) se hace con la adición de cantidades controladas de sodio o estroncio que refinan la fase eutéctica. La adición de calcio y antimonio es usada para hacer una pseudo-modificación, en la finura del eutéctico sin afectar la estructura, puede ser alcanzado por el control de la velocidad de solidificación. Los beneficios se encuentran en las aleaciones que contienen el 5% de concentración de eutéctico. La adición de elementos modificantes a las aleaciones hipoeutécticas resulta en laminillas finas o redes de fibras.

La modificación de las aleaciones hipoeutéctica Al-Si involucra el mejoramiento de las propiedades por inducir la modificación de la estructura eutéctica. Aunque no hay un acuerdo con el mecanismo que involucra, la explicación más popular sugiere que la adición de modificantes es suprimir el crecimiento de los cristales de silicio dentro del eutéctico, provocando una distribución fina de laminillas en el crecimiento del eutéctico. Los efectos de la modificación son

estructuras que muestran propiedades superiores de tensión y mejorar la ductilidad cuando se compara con estructuras similares no modificadas.

La refinación de las aleaciones hipereutécticas Al-Si, es por medio de la eliminación de los cristales grandes del silicio primario que son perjudiciales en la fundición y maquinado. La adición de fósforo controla la cantidad de silicio en el eutéctico. Lo cual se lleva a cabo en forma de fósforo metálico o compuestos que lo contienen semejantes al fósforo-cobre y fósforo pentaclorato, siendo su efecto muy marcado en la forma y distribución de la fase primaria del silicio. Investigaciones han mostrado que ha concentraciones bajas de fósforo como 0.0015 a 0.03% son efectivas en la refinación de la estructura. El fósforo interfiere con los mecanismos de modificación de las aleaciones hipoeutécticas, ya que reacciona con los elementos modificantes formando fosfatos.

El tratamiento en estado líquido de las aleaciones eutécticas fue introducido por Pacz (Khan y Elliott, 1994), lo que dio un cambio drástico en las propiedades de la estructura. El compuesto utilizado fue el fluoruro de sodio.

La modificación de la estructura de las aleaciones de fundición se debe principalmente a la adición de sodio, estroncio y antimonio, siendo los dos primeros los más comunes. Estas modificaciones cambian la morfología del eutéctico hacia una estructura fibrosa (Khan y Elliott, 1994).

Los problemas que presenta el sodio como son la sobremodificación y la disminución de la inoculación, llevaron gradualmente a la introducción del estroncio como modificador de las aleaciones Al-Si (Yilmaz y *col*, 1992).

La modificación con estroncio se realiza con adiciones pequeñas lo suficiente para ensanchar la zona acoplada. La adición de estroncio a aleaciones hipereutécticas promueve la morfología eutéctica de fibras.

La función de estroncio es suprimir la formación de la fase de silicio primario (Yilmaz y Elliott, 1989; Yilmaz y *col.*, 1992).

Las aleaciones tratadas con antimonio se distinguen por su baja afinidad por los gases y excelentes propiedades de fundición. Estas aleaciones son usadas en un gran número de aplicaciones, incluyendo para tratamientos térmicos, y las no tratables utilizadas en ruedas y suspensiones de automóviles (Khan y Elliott, 1994).

El antimonio en las aleaciones eutécticas Al-Si neutraliza al fósforo de manera similar al sodio o estroncio. El antimonio se combina con el magnesio para formar el compuesto Mg_3Sb_2 , el cual es el encargado de disolver al fósforo (Khan y Elliott, 1994). En la ausencia de magnesio, el antimonio se combina con el aluminio para formar AlSb, con un efecto similar al Mg_3Sb_2 . La acción del antimonio es permanente en las aleaciones Al-Si, y la refinación de la estructura es completa y no se ve afectada por el tiempo, refundición y desgasificación (Khan y Elliott, 1994).

Kisakurek (1987) demostró que la adición de antimonio produce un efecto de refuerzo en la refinación de la fase eutéctica a velocidades de crecimiento bajas y con el incremento de su concentración. Sugiere que el espaciamiento interhojuela para aleaciones con y sin antimonio muestran una dependencia insignificante del gradiente de temperatura en el líquido. Con la adición de antimonio se refina la estructura de solidificación, reduciendo el espacio interhojuela (Khan y Elliott, 1994).

Ourdjini y *col.* (1992) y Yilmaz y *col.* (1992), citan que la dureza se incrementa con la velocidad de crecimiento, y la dureza de las aleaciones que contienen antimonio es mayor que las aleaciones normales, obtenidas a las mismas condiciones de solidificación. El incremento de la dureza de las aleaciones

refinadas con antimonio se atribuye al ligero endurecimiento de la solución sólida de aluminio.

Las propiedades mecánicas de las fundiciones de Al-Si dependen de la morfología del eutéctico. Las estructuras dendríticas bastas causan nucleación prematura de grietas y fractura bajo tensión, pero se obtiene una resistencia máxima en compresión.

Las estructuras eutécticas obtenidas en la solidificación de una aleación Al-Si son: crecimiento independiente, crecimiento de silicio angular o forma de barra, forma de hojuela o forma de fibras (Elliott, 1984).

El crecimiento de una estructura independiente comienza evitando un subenfriamiento constitucional de cada fase, lo que provoca que el crecimiento sea independiente en el plano de interfase mediante un proceso de difusión extenso. La entropía alta del silicio es la encargada de determinar las diferentes morfologías que pueden formarse, ya que ésta define como se incorporan los átomos de silicio a la interfase durante el crecimiento.

El crecimiento del silicio en forma de barras o angular (Elliott, 1984) tiene su origen en la inestabilidad de la interfase, dirigiendo el crecimiento cooperativo semiacoplado de las dos fases por un proceso de difusión pequeño. La estructura de barras se forma con gradientes de temperatura elevados. La estructura del silicio angular muestra tres tipos de planos y es obtenida en fundiciones vaciadas en arena. El crecimiento de las partículas de silicio angular se asocia con valores altos del gradiente de temperatura y velocidad, además de ser ayudado por dislocaciones y formación de maclas (Elliott, 1984; Yilmaz y col, 1992).

La fase del silicio dirige en la interfase y adquiere una orientación preferencial con el plano (100) (Elliott, 1984). La morfología del silicio es sensible a las condiciones de solidificación. El desarrollo de perturbaciones en el aluminio, dirige el crecimiento de brazos sobre los planos del silicio, que ocurre a velocidades altas en modificación o nucleación. La nucleación del silicio es relativamente fácil en el sistema Al-Si y la velocidad de crecimiento está entre 3 y 400 $\mu\text{m/s}$ (Elliott, 1984).

El crecimiento de la estructura en forma de hojuela es conocido por su desviación de un crecimiento normal. El crecimiento ocurre en una interfase no isotérmica, teniendo un espaciamiento promedio entre las hojuelas, y la interfase total de subenfriamiento es más grande que el calculado, lo que demuestra que el crecimiento de la estructura no se apega a la curva de crecimiento ($\Delta T-\lambda$), sin embargo, los puntos operables son los máximos de la curva. Khan y Elliot (1996) proponen una modificación, con un factor para tomar en cuenta la interfase no isotérmica en éste tipo de crecimiento eutéctico. Este factor es requerido debido a que el crecimiento en forma de hojuela requiere de un subenfriamiento y espaciamientos mayores que una estructura normal.

Las hojuelas de eutéctico Al-Si, crecen a velocidades constantes exhibiendo un mismo rango de espaciamiento debido a las direcciones de crecimiento de la fase facetada, y que están definidos por orientaciones específicas que pueden no estar alineadas siempre con la dirección del flujo de calor. La estructura crece de la siguiente manera: cuando dos hojuelas crecen juntas, una bloquea el crecimiento de la otra. El espaciamiento promedio se determina por la habilidad del silicio para crecer en forma de brazo o producir una nueva hojuela en un hueco. Si el crecimiento del brazo se dificulta, el espaciamiento promedio se rige por el valor mínimo del subenfriamiento (Khan y Elliott, 1993).

Las estructuras en forma de hojuela permiten una propagación fácil de grietas. La resistencia a la tensión se incrementa gradualmente como se incrementa la velocidad de crecimiento que refina el tamaño de la hojuela, esto significa que el fortalecimiento solo se logra por la modificación de la estructura.

Las propiedades mecánicas bajas que presentan las estructuras de hojuelas obligan a una modificación a la forma de fibras para su mejoramiento (Yilmaz y *col*, 1992; Khan y *col*, 1993).

La morfología de fibras ocurre a velocidades altas. Esta formación puede ocurrir de dos maneras. En la primera, a velocidades bajas el silicio angular comienza a crecer de los extremos en forma de brazos como resultado del aluminio sobrecrecido. A velocidades altas las hojuelas de silicio se transforman en estructuras fibrosas (Elliott, 1984).

La transición de estructura de hojuela, modificada por enfriamiento, a estructura fibrosa está acompañada por una caída del subenfriamiento. Esto se asocia con el cambio de comportamiento de la fase del silicio de facetada a sin faceta (Khan y Elliott, 1993).

1.6. Estructura de las Espumas (Morfología)

En la naturaleza existen tres estados de la materia que son sólido, líquido y gaseoso, los cuales son posibles de dispersar uno en otro. En la dispersión se forman nuevas sustancias con características diferentes a los materiales iniciales. En el cuadro 3 se muestra la dispersión de una fase primaria en una secundaria, donde cada una se encuentra en uno de los estados de la materia (Banhart, 1999).

Cuadro 3. Tipos de dispersión de los estados de agregación de la materia

		Disperso en		
		Gas	Líquido	Sólido
Gas	Mezcla de Gases	Espuma	Espuma Sólida	
Líquido	Niebla	Emulsión	Gel	
Sólido	Humo	Suspensión	Partículas Incrustadas	

El término espuma se emplea para describir la dispersión de burbujas de gas en un líquido. Para que la morfología de una espuma sólida se obtenga el líquido tiene que solidificar rápidamente. El resultado es llamado espuma sólida o espuma metálica (Banhart, 1999; Weaire y Hutzler, 1999).

A pesar del incremento en el uso de este tipo de materiales, existe una confusión en lo relacionado al término espuma metálica, por lo que Banhart (2000) propuso varias definiciones:

- **Metal celular:** es un metal en el cual los espacios están divididos por células bien determinadas. Los límites de estas células están hechos de metal sólido, y el interior son espacios vacíos. En un sistema ideal, las células individuales están separadas, unas de otras, por metal pero en la realidad esto no sucede.
- **Metal poroso:** es un tipo especial de metal celular en que los poros están normalmente aislados uno de otros, producto de los gases atrapados y se caracteriza por tener una superficie lisa.

- Espuma metálica: son casos especiales de metales celulares. Una espuma sólida se origina de una espuma líquida, en la cual las burbujas de gas están finamente dispersas en el líquido. Las células son cerradas, redondas o polihedrales, y están separadas una de otra por una capa delgada.
- Esponja metálica: En una esponja, los espacios están llenos con metal formando una red continua y coexistiendo con una red de espacios vacíos los cuales también están interconectados.

Las espumas metálicas de acuerdo a la morfología que presentan se dividen en dos grupos: espumas de célula abierta y espuma de célula cerrada. Si al momento de su formación las caras de está pueden retener el líquido padre hasta que solidifique, la estructura es considerada una espuma de célula cerrada. En cambio si se puede remover el líquido de las caras y solamente se mantienen los bordes (límites) de plato o mesetas (Plateau), la estructura resultante es considerada una espuma de célula abierta (Gibson y Ashby, 1997; Weaire y Hutzler, 1999). La estructura y partes de las espumas metálicas de célula abierta (izquierda) y cerrada (derecha) se observan en la Figura 4:

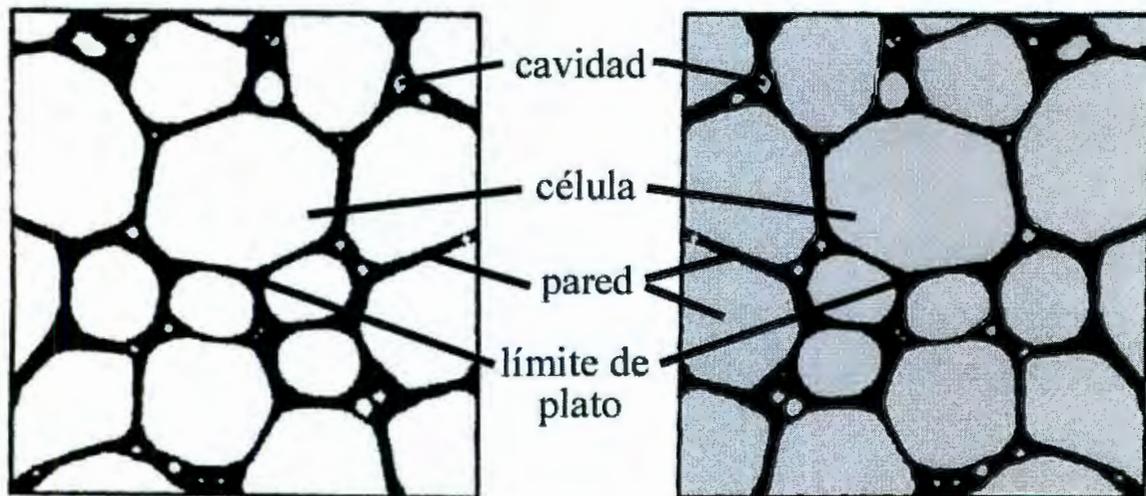


Figura 4. Partes de una espuma metálica de célula abierta y célula cerrada.

Las partes que forman la estructura de una espuma metálica son los poros que pueden ser divididos en dos tipos: cavidades y células, las cuales coexisten separadas por paredes, están constituidas por una matriz metálica continua. Por lo general las células se encuentran constituidas, además de las paredes por los límites (bordes) de plato (plateau) (Song y *col*, 2000).

La cavidad es un defecto de los diferentes procesos de producción, el cual tiene la forma de un hueco esférico pequeño que no alcanza el tamaño requerido para ser considerado una célula, esto debido a la falta de volumen de gas al momento de formarse. Por lo general este tipo de defecto se localiza en las paredes de la célula y/o en los límites de plato o mesetas.

Las células pueden ser de forma poliédrica o esférica, constituidas principalmente por paredes y límites de plato. De acuerdo con el proceso de producción y el tipo de célula abierta o cerrada, el tamaño puede variar. El tamaño de célula es igual al diámetro de la burbuja en el estado líquido, el cual se conserva por medio de la solidificación.

Las paredes son las separaciones que existen entre las células y las cavidades, éstas son las encargadas de proporcionar la forma a la célula. La pared puede considerarse como la película líquida que forma la membrana de la burbuja.

El límite o borde de Plato (Plateau), también llamado por varios autores como meseta o vértice, es considerado como la unión de las paredes de las células. Puede estar formado por la unión de tres o cuatro paredes de diferentes células y es el encargado de proporcionar las propiedades mecánicas de las espumas.

1.7. Procedimientos para la Fabricación de Espumas Metálicas

1.7.1. Antecedentes, Propiedades y Usos

Las espumas metálicas han sido usadas en secreto por la industria militar en los países desarrollados y recientemente han empezado a aparecer en el mercado. Esta clase de materiales promete ser una revolución en el campo de los materiales, como lo fueron los plásticos en la época de los 70's (Naval Research Office, 1999).

El concepto de espumas metálicas consiste en producir un metal como producto final, lleno de burbujas de aire que hacen a éste más ligero, el cual es considerado como un material celular, con una porosidad típica entre 60 – 90% en volumen (Kovacik, 1999). La formación de una espuma metálica se da por la solidificación de un líquido espumado (Weaire y Hutzler, 1999).

El primer registro de patente para una espuma metálica fue en el año de 1948, siendo un método llamado "Procedimiento para espumar una masa de metal" por Benjamin Sosnick (Curran, 2000). El cual consistía en colocar aluminio y mercurio en un envase a presión y aumentar la temperatura hasta llegar a la fusión del aluminio, en la cual el mercurio es completamente gaseoso y se encuentra en forma de burbujas dentro del aluminio líquido. El metal es retirado del recipiente a presión para vaporizar el mercurio y este se expande dentro del mismo para producir la espuma, se enfría para conservar la estructura. Poco se sabe sobre este método y no era comercial; este proceso implica presión alta y temperatura elevada, además, todos los metales volátiles sugeridos (mercurio, magnesio, zinc y cadmio) son altamente peligrosos (Curran, 2000).

En los años 50's se produjo la primera espuma de célula abierta, vertiendo aluminio fundido sobre un objeto semitrabajado con granos de sal, que después

disolverla dejó poros abiertos (Curran, 2000) En la misma década, el personal de investigación de United Aircraft Corporation archiva una patente en la cual se mezcla polvo metálico con un agente espumante. El agente espumante fue seleccionado cuidadosamente para descomponerse alrededor de la temperatura de fusión del metal y liberar gran cantidad de gas. Los agentes más empleados fueron los hidruros de metal, que se descomponen en metal y gas hidrógeno (Curran, 2000).

A mediados de los años 90's, varias universidades y compañías comenzaron a desarrollar métodos para la producción de espumas metálicas y obtuvieron procesos de mayor calidad y menor costo, así como el empleo de diferentes metales (Curran, 2000).

Las espumas metálicas tienen como su característica más importante a la densidad relativa, la cual se define como el resultado de dividir la densidad de la espuma entre la densidad del material sólido del que proviene (Gibson y Ashby, 1997), y se denota como:

$$\rho_R = \rho_e / \rho_s \quad (1.8)$$

Sus propiedades dependen principalmente de las propiedades del metal base (tipo de aleación) y de las características de la célula (por ejemplo si la célula es abierta o cerrada, tamaño, espesor de pared, etc.).

Entre las propiedades de las espumas producidas con aluminio se encuentran (Baumeister y *col.* 1997; Banhart, 2000; Curran, 2000): absorción de energía durante la deformación, buena resistencia al corte y a la fractura, resistencia al flujo de líquido y gases, pueden flotar por ser un material ligero, absorción del sonido (aislante), buena maquinabilidad y resistencia a la corrosión.

Algunas aplicaciones específicas de las espumas de aluminio (Figura 5) son (Baumeister y *col*, 1997; Banhart, 2000; Curran, 2000; NPL, 2000):

- Formas complejas en fundición
- Amortiguadores para vibración
- Paneles para construcción
- Intercambiadores de calor y barreras térmicas
- Tubos de paredes delgadas con corazón de espuma
- Electrodo de baterías y catalizadores
- Flotadores o boyas
- Absorbentes de energía
- Aislante acústico
- Silenciadores
- Filtros resistentes a la corrosión y temperaturas altas
- Componentes de automóviles
- Cubiertas de instrumentos
- Piezas estructurales para naves espaciales
- Cubiertas de cajas de engranajes y dispositivos electromagnéticos
- Amortiguadores para condiciones extremas (temperaturas altas, humedad, polvo, flujos de gas, vibraciones y ambientes estériles).



Figura 5. Diversas aplicaciones de las espumas de aluminio

Las espumas metálicas pueden ser fabricadas por alguno de los métodos que se esquematizan en la Figura 6. La clasificación se da de acuerdo al estado en que se encuentra la materia prima, agente espumante, tipo de formación de burbuja y forma.

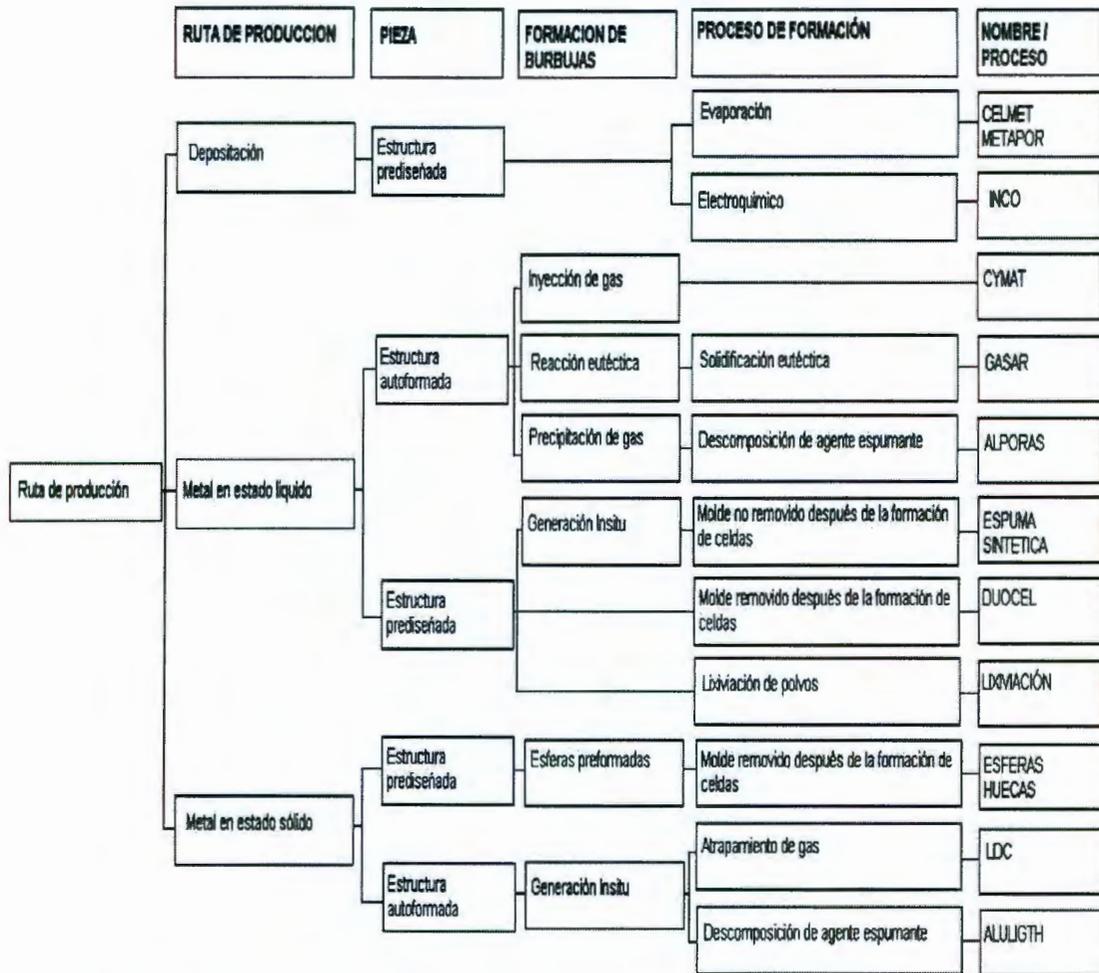


Figura 6. Diagrama de los métodos de producción de espumas.

1.7.2. Métodos por Deposición

1.7.2.1. Electroquímico

Este método se basa en recubrir partículas de carbón o polímero con una pequeña película de metal, el esquema se presenta en la Figura 7. Esta estructura es utilizada como un precursor que se sumerge en una dispersión coloidal, la cual se galvaniza con un metal para posteriormente ser sinterizado y remover el polímero, obteniendo como producto final una espuma metálica de célula abierta. Este proceso es utilizado comercialmente para producir CELMET y METAPOR, que son espumas de níquel con una porosidad de aproximadamente del 95% y tamaños de célula entre 400 y 5000 μm , usadas principalmente para electrodos de baterías (Curran, 2001).

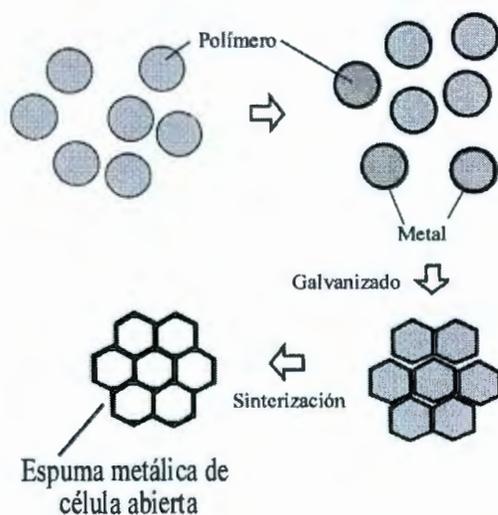


Figura 7. Esquema del método de producción electroquímico.

1.7.2.2. Evaporación (INCO)

Una variación del proceso electroquímico utilizado en espumas de níquel es el método de evaporación, en el cual se usa una reacción en fase gas para depositar directamente el metal. Los pasos del procedimiento son partir de una espuma de célula abierta de polímero como precursor, en la cual se deposita el metal por lo general níquel, obtenido por la descomposición de carbonato de níquel $\text{Ni}(\text{CO})_4$. El proceso comienza colocando el precursor en un reactor de descomposición química de vapor (CVD), el cual descompone el carbonato en níquel y monóxido de carbono a aproximadamente unos 100 °C. Un rayo laser o infrarrojo es utilizado para calentar la superficie de la espuma de polímero antes de la depositación. La radiación infrarroja es utilizada para descomponer el carbonato cerca de la superficie de la espuma y colocar pequeñas capas de metal en los ligamentos. En algunas ocasiones se adiciona gas hidrógeno como catalizador en la descomposición del carbonato. Posteriormente se sinteriza para quitar el polímero y densificar los ligamentos. La Figura 8 muestra los pasos generales del procedimiento. El resultado es una espuma de níquel con ligamentos huecos. El proceso comercial es producido por INCO en Canadá y el producto conocido como INCOFOAM con tamaños de célula en un rango de 20 a 400 μm , una porosidad de hasta el 99% y densidades relativas de 0.02 a 0.05 (Ashby y *col*, 2000; Curran, 2001).

El níquel es un material caro y tóxico por lo cual algunos países como Estado Unidos han prohibido este tipo de procesos. El método se restringe a materiales puros como el níquel y el titanio (Ashby y *col*, 2000).

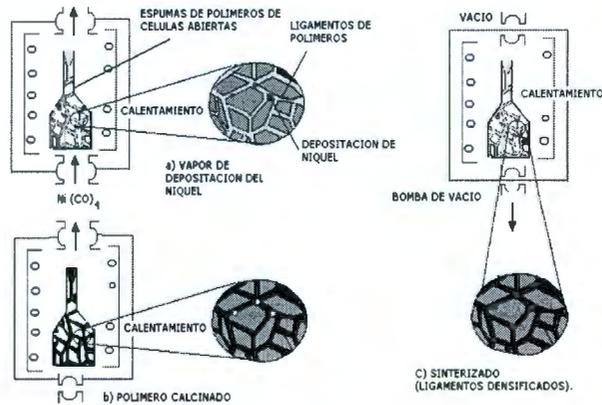


Figura 8. Esquema del método por evaporación (INCO).

1.7.3. Métodos Partiendo de Metal en Estado Líquido

1.7.3.1. Inyección de Gas (CYMAT)

Un método rápido y barato para la producción de espumas metálicas en especial de aluminio es la inyección de gas dentro de metal fundido que al solidificar guarda la forma estructural de la espuma. Los metales puros no pueden ser utilizados con facilidad para la formación de burbujas por medio de inyección de gas, ya que las paredes deben de permanecer estables desde la formación de las burbujas en el líquido hasta la solidificación. Por lo cual se adicionan partículas pequeñas e insolubles o parcialmente insolubles en cantidades en un rango entre 10 a 30%, como pueden ser óxido de aluminio (alúmina), carburo de silicio, zirconia, óxido de magnesio o diborato de titanio para aumentar la viscosidad del aluminio fundido e impedir el escape del gas por la membrana de la burbuja, estabilizando la espuma (Baumeister y Banhart, 1998; Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Curran, 2001).

El proceso consiste en colocar aluminio puro o una aleación a fundir con una adición de entre 5 a 15% en peso de partículas cerámicas para estabilizar.

Estas partículas se encuentran en un diámetro típico de 0.5 a 25 μm , y que pueden ser alúmina, zirconia, carburo de silicio, óxido de magnesio o diborato de titanio. Una variedad de gases se utilizan para crear la burbuja en el aluminio líquido, siendo el aire el más común pero también se emplean dióxido de carbono, oxígeno, gases inertes y incluso agua. Las burbujas formadas flotan a la superficie del metal líquido, se drenan y finalmente solidifican (Baumeister y Banhart, 1998; Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Curran, 2001). El proceso de producción se muestra en la Figura 9.

La restricción de éste método es que solo es útil para aleaciones de aluminio debido a su baja densidad y poca oxidación en presencia de aire y otros gases que contienen oxígeno. La densidad relativa y el tamaño de célula pueden ser controlados por medio de la inyección de gas y la velocidad de enfriamiento. Este es el único proceso que ha sido convertido en continuo (Ashby y *col*, 2000; Curran, 2001).

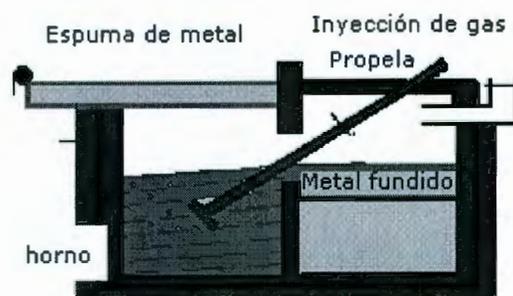


Figura 9. Esquema del método por inyección de gas (CYMAT).

Las compañías que producen comercialmente este tipo de material son NORSK-HYDRO en Noruega y CYMAT Corporation Aluminium en Canadá (originalmente desarrollado por ALCAN). El tamaño de célula se encuentra en un rango promedio de 5 a 20 mm, siendo de célula cerrada y la densidad

relativa se encuentra en el rango de 0.03 a 0.1 (Banhart y Baumeister, 1998; Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Curran, 2001).

1.7.3.2. Solidificación Eutéctica (GASAR)

Varios diagramas de fases binarios metal – hidrógeno presentan un eutéctico entre los que se encuentran Al, Be, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn y Ni. Las aleaciones son fundidas, saturadas con hidrógeno aplicando presión. La solidificación es direccional y se disminuye la presión aplicada. Durante la solidificación, el metal y el hidrógeno forman simultáneamente una reacción eutéctica, resultando en un material poroso que contiene grandes filas de poros (Ashby y *col*, 2000; Curran, 2001). En la Figura 10 se observa el diagrama de fases esquemático entre el metal y el hidrógeno.

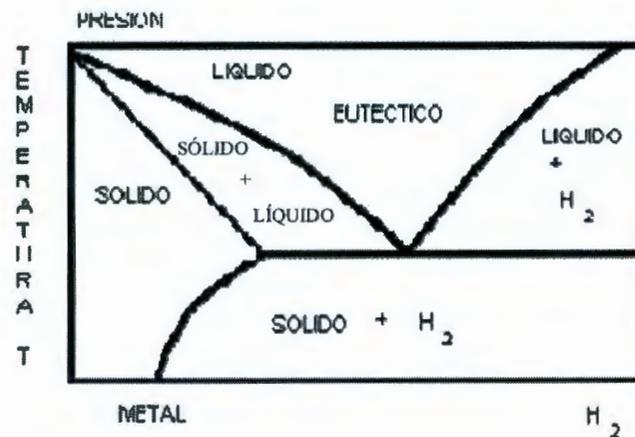


Figura 10. Diagrama de fases entre un gas y un metal.

El proceso (se muestra en la Figura 11) comienza dentro de un horno que contiene un recipiente a presión en el cual el metal o aleación es fundido bajo una presión de hidrógeno. Posteriormente se coloca en otro recipiente para

comenzar la solidificación direccional con una disminución de la presión. El resultado es un material con una porosidad aproximada al 30%, con poros largos que dependen de la química de la aleación, la presión, la temperatura y la velocidad de solidificación (Ashby y *col*, 2000; Curran 2001).

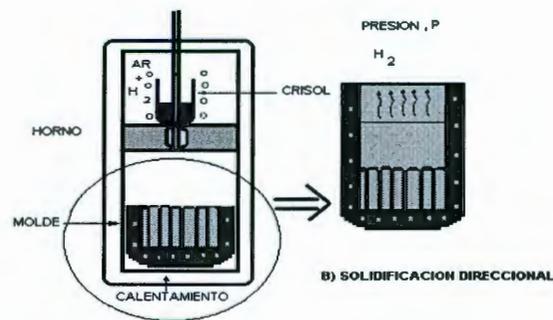


Figura 11. Esquema del proceso de solidificación eutéctica.

El sistema más comúnmente usado es el aluminio – hidrogeno (típicamente de 5 a 10 atmósferas). Este material es comercialmente conocido como GASAR (GASARINE). Espumas de cobre producidas en Ucrania por DMI tienen costos muy elevados y presenta tamaños de célula en un rango de 10 μm a 10 mm (Ashby y *col*, 2000; Curran, 2001).

1.7.3.3. Precipitación de Gas por Adición de un Agente Espumante (ALPORAS)

Las aleaciones pueden espumarse por la adición de un agente espumante que se descompone a temperaturas elevadas. Usando este tipo de agente sólido es posible dispersar el gas más uniformemente a través del metal fundido. El más comúnmente usado es el hidruro de titanio (TiH₂), que se descompone en titanio (Ti) e hidrógeno (H₂) cuando se calienta cerca de los 465 °C (Ashby y *col*, 2000). Las espumas creadas por este método son de célula cerrada.

El metal empleado, es por lo general aluminio, aunque se pueden hacer espumas de zinc, fierro, plomo e incluso oro. El procedimiento comienza fundiendo el aluminio y estabilizándolo en un rango entre 670 y 690 °C. Se le agregan pequeñas cantidades de entre 1 a 2% (en peso) de calcio que se oxida rápidamente para formar CaO y CaAl_2O_4 , los cuales cumplen con el objetivo de aumentar la viscosidad del aluminio líquido. Posteriormente se le agrega el hidruro de titanio en cantidades de 1 a 2% (en peso) y con un diámetro de partícula de 5 a 20 μm (Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Miyoshi y *col*, 2000; Curran, 2001).

Al descomponerse el hidruro, el titanio forma una aleación con el aluminio y se liberan grandes cantidades de hidrógeno; este paso depende de la temperatura. Después el material se expande de 10 a 15 minutos, formando la espuma. En este paso se debe de controlar la presión. Una vez terminada la descomposición del hidruro se enfría rápidamente para que solidifique y se pueda preservar la estructura de las burbujas. Como último paso se corta el material (Figura 12), los bloques obtenidos tienen las medidas de 450 x 2050 x 650 mm y un peso de 160 Kg (Banhart y Baumeister, 1998; Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Miyoshi y *col*, 2000; Curran, 2001).

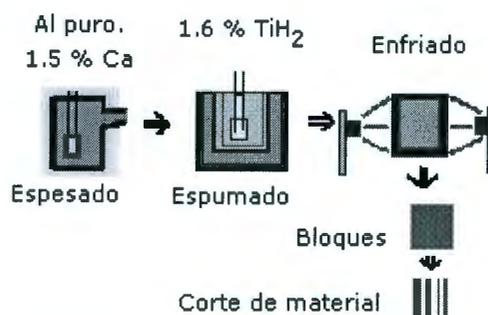


Figura 12. Proceso por descomposición de un agente espumante (ALPORAS).

El proceso comercial es conocido como ALPORAS y es utilizado por la empresa Shinko Wire en Japón. Las espumas tienen una estructura de célula cerrada, tamaño entre 0.5 a 5 mm y densidad relativa en un rango de 0.07 a 0.2 (Banhart y Baumeister, 1998; Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Miyoshi y *col*, 2000; Curran, 2001).

1.7.3.4. Generación In Situ (ESPUMA SINTÉTICA)

Los materiales porosos pueden ser fabricados por fundición de gránulos inorgánicos o infiltración de materiales por un metal líquido. Los materiales utilizados para este proceso pueden ser gránulos de arcilla o esferas huecas de óxido de aluminio. El proceso comienza formando las estructuras precursoras, que son microesferas. El precursor puede ser introducido en el metal líquido o el metal líquido puede ser vertido a la superficie del mismo (Figura 13), se puede utilizar vacío o presión elevada para lograr que el metal penetre totalmente la preforma. La capacidad y conductividad caloríficas de los gránulos es muy baja y no distorsiona el flujo del metal. Como último paso es la solidificación del metal para obtener el material poroso sólido. Este método puede ser utilizado para metales como Al, Mg, Zn, Pb, Ti y Sn. Las espumas comerciales cuentan con tamaños de célula de 2 mm y porosidad entre 40 a 55% (Banhart y Baumeister, 1998; Curran, 2001).

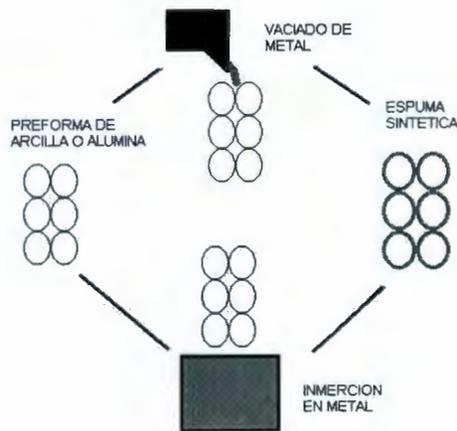


Figura 13. Esquema del método de espuma sintética.

1.7.3.5. Método de Inmersión de un Polímero (DUOCEL)

En este método se emplean como precursores espumas de polímero (poliuretano) de densidad baja y de un gran número de tamaños de célula. El primer paso es cubrir la espuma de polímero con una capa de polvo cerámico o yeso. El polímero es extraído por evaporación dejando un molde de célula abierta para después vaciar el metal líquido. Se utiliza vacío o presión para asegurar la infiltración completa. El uso de la presión durante la infiltración del metal es para vencer la resistencia al flujo de los metales líquidos. Después de solidificar direccionalmente y ser enfriado, se remueve el cerámico. La estructura resultante es igual a la del precursor (Figura 14). En este método se pueden utilizar polvos metálicos que sustituyan a los metales y aleaciones fundidos (Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Curran, 2001).

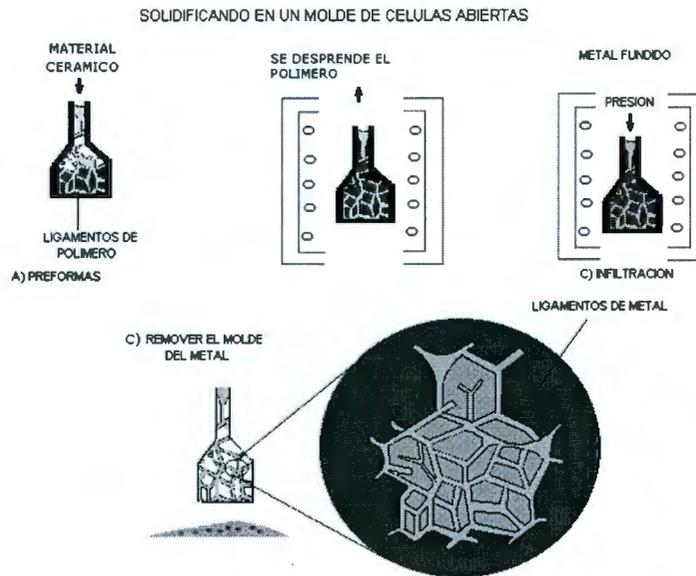


Figura 14. Esquema del método de producción DUOCEL.

Las espumas son generalmente de aluminio pero se pueden obtener de Mg, Cu, Aleación Ni – Cr y acero inoxidable (Ashby y *col*, 2000), que son comercialmente conocidas como DUOCEL y son producidas por ERGIO en California U.S.A. Se utilizan en intercambiadores de calor, filtros y aislantes acústicos. Presentan tamaños de célula en un rango de entre 1 y 5 mm, densidad relativa de 0.05 y porosidad de entre un 96 a 98% (Ashby y *col*, 2000; Körner y Singer, 2000; Curran, 2001).

1.7.3.6. Método de Lixiviación

El método consiste en agregar dos polvos con una fracción cercana al 25% en fracción volumétrica, mezclarlos y compactarlos formando una conexión estructural entre ambas fases. Después de la consolidación, uno de los polvos generalmente la sal es lixiviado por un solvente adecuado (Ashby y *col*, 2000).

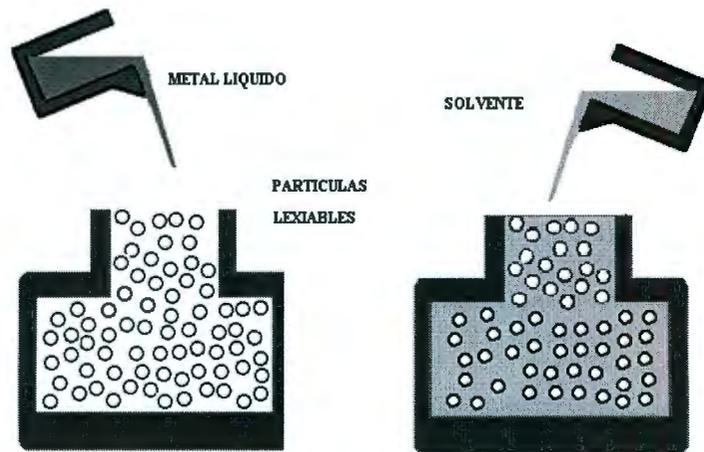


Figura 15. Esquema del proceso de lixiviación.

Las espumas basadas en mezcla de polvos de aleaciones de aluminio con cloruro de sodio se utilizan con éxito para obtener secciones largas con estructuras uniformes. El proceso (Figura 15) comienza con la mezcla de polvos, se compactan y se sinterizan a una temperatura apenas arriba del punto de fusión del aluminio o bien se vacía el metal líquido sobre el precursor. Una vez enfriado se disuelve la sal para obtener una espuma de célula abierta (Curran 2001).

La forma de la célula difiere de las obtenidas por otros métodos de producción. En la práctica este tipo de método está limitado solo para materiales con densidad relativa de entre 0.3 a 0.5. El tamaño de célula está determinado por el tamaño de la partícula del polvo y se encuentran en el rango de 10 μm a 10 mm (Ashby y *col*, 2000).

Una alternativa de este método es la infiltración de las partículas con metal líquido usando presión y posteriormente enfriadas. Las partículas lixiviadas dan una estructura metálica de gran uniformidad.

1.7.4. Métodos Partiendo del Metal en Estado Sólido

1.7.4.1. Esferas Huecas

En este método se aprovecha la sinterización de esferas huecas de metal. Se observa al atomizar con gas inerte un metal, obteniéndose esferas huecas con una fracción pequeña (1 a 5%) y un diámetro grande (0.3 a 1 mm), con densidad relativa de 0.1. Estas partículas pueden ser clasificadas por medio de métodos de flotación y consolidadas por HIP (Presión Isostática en Caliente), por sinterizado al vacío o por sinterizado en fase líquida. El sinterizado en fase líquida puede ser preferido y aprovechado para algunas aleaciones para evitar distorsiones provocadas por el método HIP y los tratamientos prolongados a temperaturas altas para unir perfectamente los bordes de las esferas por el método de sinterizado al vacío. Las aleaciones de níquel y la aleación Ti-6Al-4V con densidad relativa de 0.06 pueden ser producidas por el método de sinterización en fase líquida. El desarrollo de técnicas de control de atomización de esferas de polvo permite la fabricación económica de estructuras aleadas de densidad baja vía esta ruta para materiales como el titanio, el acero y níquel (Ashby y *col*, 2000; Curran, 2001).

Un método alternativo (Figura 16) consiste en formar las esferas por la mezcla de un cómposito y un agente espumante, como el hidruro de titanio, a los cuales se les agrega un ácido orgánico y solventes. Las esferas son endurecidas por evaporación durante la caída dentro de la torre de formación, el calentamiento volatiliza los solventes y las partículas orgánicas. Un tratamiento térmico final descompone el hidruro de titanio dejando esferas huecas metálicas. Este proceso es utilizado para diversos materiales, el cual no se limita solamente a hidruros. Como ejemplo la mezcla de óxidos de $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Cr}_2\text{O}_3$, la cual se puede reducir para obtener un acero inoxidable (Ashby y *col*, 2000; Curran, 2001).



Figura 16. Esquema de producción por esferas huecas.

Un tercer método desarrollado en IFAM, Bremen (Alemania), consiste en utilizar esferas de poliestireno que son cortadas y utilizadas con una mezcla de metal y sinterizadas, obteniendo esferas huecas metálicas de gran uniformidad. La consolidación de las esferas huecas da una estructura mixta de porosidad abierta y cerrada. La relación entre los dos tipos de porosidad y la densidad relativa total puede ser adoptada por la variación de la densidad relativa inicial de las esferas huecas y la extensión de la densificación durante la consolidación. La densidad relativa para este tipo de espuma es 0.05, y el tamaño de célula se encuentra en un rango de 100 μm a 10 mm (Ashby y col, 2000; Curran,2001).

1.7.4.2. Atrapamiento de Gas (LDC)

La solubilidad de gases inertes en metales es muy baja. Las técnicas de metalurgia de polvos han desarrollado la manufactura de materiales con una pequeña dispersión de poros que contienen gas inerte a una presión elevada.

El material es posteriormente calentado para incrementar la presión en los poros y expandirlos. Este proceso ha sido usado por Boeing para crear paneles de la aleación Ti-6Al-4V con un corazón de densidad baja (LDC por sus siglas en inglés Low Density Core) y una porosidad de hasta un 50% (Ashby y col, 2000).

En el procedimiento (Figura 17), el polvo Ti-6Al-4V es encapsulado dentro de un molde de la misma aleación. El molde es colocado al vacío para remover todo el oxígeno y se introduce argón a una presión entre 3 a 5 atmósferas (0.3 a 0.5 MPa). El molde es sellado y se consolida hasta una densidad relativa elevada (0.9 a 0.98) por HIP (Presión isostática en caliente), causando un incremento en la presión de vacío. El número de poros presentes en la consolidación de la muestra es bajo (en comparación con el número de partículas de la compactación original), un paso de rolado es introducido para refinar la estructura y crear una distribución más uniforme de los poros pequeños. El último paso en el proceso es la expansión por calentamiento a 900 °C de 20 a 30 horas (Ashby y col, 2000).

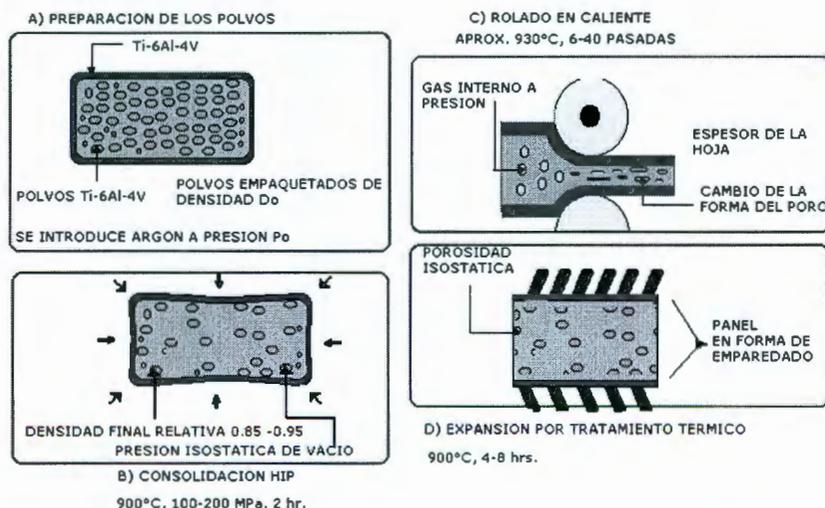


Figura 17. Producción por atrapamiento de gas (LDC)

Este proceso da como resultado paneles de aleaciones de titanio de célula cerrada de tamaño de 10 a 300 μm (Ashby y *col*, 2000). Los procesos de metalurgia de polvos requieren de muchos pasos para su fabricación, el costo del gas inerte es bajo pero el proceso HIP y el laminado en caliente son muy caros, lo que eleva su precio en el mercado.

1.7.4.3. Descomposición de Agente Espumante (ALULIGHT E IFAM)

Los agentes espumantes pueden ser introducidos en los metales en estado sólido por mezcla y consolidación de polvos. El hidruro de titanio se utiliza como agente espumante, debido a que se descompone a 465 °C, que es abajo del punto de fusión del aluminio (660 °C) y sus aleaciones. Por este medio es posible crear una espuma por dispersión del agente espumante, posteriormente se eleva la temperatura lo suficiente para causar la liberación del gas y la fundición total o parcial del metal, siguiendo el crecimiento de las burbujas. El aluminio sólido ha sido utilizado con buenos resultados en este proceso (Ashby y *col*, 2000).

Este método fue desarrollado en el Instituto de Investigación para la Aplicación de Materiales (IFAM) en Alemania, y puede ser utilizado para diversos metales como níquel, hierro, cobre, acero inoxidable y bronce aunque solamente se comercializa la espuma de aluminio (Baumeister y *col*, 1997).

El procedimiento (Figura 18) comienza combinando partículas de un agente espumante (típicamente hidruro de titanio o hidruro de zirconio) con polvo de una aleación de aluminio. Después los ingredientes son mezclados completamente, para compactar en frío y ser extruido en forma de barras o placas. El material precursor es colocado en moldes cerrados y calentados a la temperatura de fusión del sólido. El hidruro de titanio se descompone creando vacío con una presión interna elevada. Esta expansión del material por un flujo

semi-sólido crea una espuma que llena el molde (Baumeister y *col*, 1997; Ashby y *col*, 2000).



Figura 18. Método de descomposición de agente espumante en metal sólido (IFAM).

Las instituciones que lo utilizan comercialmente son el IFAM en Bremen, Alemania, LKR en Randshofen, Austria, y se conoce comercialmente como Alulight, y Neuman - Alu en Marktl, Austria. Las espumas resultantes son de célula abierta con tamaños de 1 a 5 mm y densidad relativa de 0.08 (Ashby y *col*, 2000).

El IFAM ha desarrollado una variación de este proceso, utilizando paneles hechos por rolado de aluminio o acero con una coraza de material precursor expansible. Esta estructura es prensada y colocada en un horno para expandir la coraza, el resultado es un material en forma de panel de espuma – metal (Baumeister y *col*, 1997; Ashby y *col*, 2000).

Otra variación del proceso es conocida como FORMGRIP, en la cual se mezclan polvos de hidruro de titanio y aleación de aluminio – silicio en una

relación de 1:4, esta mezcla es vaciada en un molde para ser precalentada y calentada hasta la temperatura de descomposición del hidruro de titanio y la expansión del gas, para posteriormente ser enfriado y cortado (Gergely y Cline, 2000).

III HIPÓTESIS Y OBJETIVOS

Hipótesis

La utilización de un sistema al vacío permitirá que la resina se infiltre dentro de los poros, permitiendo así su manipulación y preparación sin alteración.

Dado que se parte de una aleación de aluminio se esperan microestructuras del tipo alfa aluminio y eutéctico Al-X. Las muestras presentan diferentes tamaños de poros, esto se reflejara en las características macro/microestructurales.

Objetivo General.

- Proponer una metodología que permita la preparación y caracterización de muestras de espumas de aluminio de manera confiable y reproducible.

Objetivos Particulares.

- Desarrollar una técnica para la preparación de muestras de espumas de aluminio para su análisis metalográfico y de rayos-X.
- Determinar la composición de la aleación y de las fases presentes a través de análisis químico, microanálisis y rayos-X.
- Determinar el porcentaje de fases presentes en espumas de aluminio, incluyendo la porosidad.
- Caracterizar la microestructura a través de la medición de sus espaciamientos como son el dendrítico λ_1 y λ_2 y el eutéctico λ .

III METODOLOGÍA

El objetivo principal de la metalografía es el estudio visual de las características microestructurales, es decir, las propiedades ópticas de las fases de un metal o aleación, para relacionarlas con las propiedades físicas, mecánicas y químicas. Además, una parte importante de este estudio es poder determinar la historia de fabricación de un material, evaluando las modificaciones que sufre su estructura que le da forma y propiedades (Celada, 1991).

La clasificación de un material nuevo requiere de desarrollar técnicas para su preparación óptima y obtener los mejores resultados. La siguiente parte del documento describe como llevar a cabo dicho proceso.

2.1. Procedimientos Macroestructurales

Los procedimientos macroestructurales no requieren de un montaje especial, ni de preparar la muestra, este estudio se puede llevar a cabo con la muestra en el estado en que se encuentra después de realizado el corte y desbaste medio.

2.1.1. Densidad Relativa de una Espuma de Aluminio

Para determinar la densidad relativa se procede a cortar una muestra de forma cúbica uniforme para medir y calcular su volumen, posteriormente se determina su peso; con estos datos se calcula la densidad por medio de la fórmula:

$$\rho_e = m / v \quad (2.1)$$

Donde ρ_e es la densidad dada en gramos sobre centímetro cúbico, m es la masa en gramos y v es el volumen en centímetros cúbicos.

Para obtener la densidad relativa ρ_r , se divide la densidad de la espuma, ρ_e , entre la densidad del aluminio puro, que es de 2.68 g/cm^3 , denominada ρ_s .

La formula de la densidad relativa queda expresada como:

$$\rho_r = \rho_e / \rho_s \quad (2.2)$$

2.1.2. Determinación del Tamaño de Célula

El tamaño de célula, C , se determina usando un procedimiento parecido a la estimación del tamaño de grano, denominado método de intersección de líneas (Higgins, 1993). Este método consiste en colocar una línea de longitud conocida que atraviese la mayor cantidad de granos, en este caso células, así como sus fronteras (Figura 19). El inicio de la línea debe estar sobre una pared de una célula. La medición se efectúa contando la cantidad de paredes o límites de células que son interceptadas por la línea. Para calcular el promedio se divide la distancia lineal entre el número de paredes (límites) que se encontraron; esto da un valor estadístico del tamaño de célula dentro de la espuma.

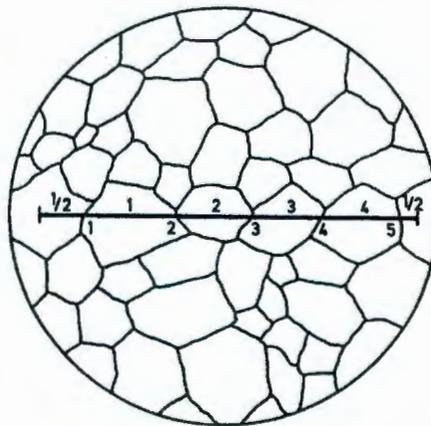


Figura 19. Determinación del tamaño de célula.

2.2. Procedimientos Microestructurales

Para la determinación de los valores microestructurales es necesario la preparación de la muestra para su observación microscópica, para lo cual se deben de seguir ciertos pasos, entre los que se incluyen el montar la muestra en resina, la preparación de la superficie sin rayas para obtener una valoración exacta.

2.2.1. Corte de Muestras de Espumas de Aluminio

Las espumas de aluminio caracterizadas son producidas por el método CYMAT (inyección de gas), en forma de bloques con las siguientes medidas promedio, 0.92 m x 0.65 m x 0.09 m. Su comercialización se basa en su densidad relativa nominal. Éstas son importadas desde Canadá. La preparación de probetas consiste en la obtención de una superficie plana y pulida, para lo cual se debe cortar una muestra de tamaño adecuado para desbastar y pulir (Celada, 1991).

La extracción de la muestra de los bloques se realiza por medio de corte manual con arco y segueta, siempre y cuando la muestra no se utilice para pruebas mecánicas, ya que este tipo de corte daña los límites de la célula, para medir propiedades mecánicas, el corte se realiza por medio de disco abrasivo de diamante o electroerosionadora de hilo.

Para montar las espumas en resina es necesario que la muestra sea de un tamaño uniforme, de aproximadamente unos 4 cm X 4 cm X 4 cm, para ser colocadas dentro de los moldes para montado en frío.

2.2.2. Procedimiento de Montado en Resina

Generalmente las muestras metalográficas se montan en polímeros por una o varias de las siguientes razones:

1. Para dar a las muestras un perfil más apropiado.
2. Manipular muestras de tamaño muy pequeño.
3. Para proteger de los bordes.
4. Para el montaje simultaneo de muestras pequeñas.
5. Para la impregnación de muestras porosas.

La elección del material y técnica de montaje se lleva a cabo de tal manera que no se dañe o altere el espécimen (Celada, 1991).

Para comenzar la preparación se aplica una capa de lubricante sobre el molde, para evitar la adherencia entre la superficie de éste y la resina. Para una preparación óptima de las muestras se utiliza un desmoldante de plásticos a base de silicio, aunque también se puede utilizar vaselina comercial. Los moldes utilizados para montar las muestras en frío son de la marca comercial Buehler MR.

La técnica de montaje utilizada es conocida como "resina en frío", y consiste de dos partes, una resina y un endurecedor (catalizador). La resina utilizada es conocida comercialmente como resina cristal. Para la preparación de la resina se coloca una pequeña cantidad de ésta en un recipiente de plástico con unas cuantas gotas de catalizador y colorante (Figura 20).

La preparación óptima es la siguiente, se colocan aproximadamente 36g de resina en un recipiente, se le agregan ocho gotas de catalizador y cuarenta y cinco gotas de colorante. La cantidad de resina preparada es suficiente para preparar dos muestras en los moldes de montado en frío. La aplicación del

colorante es para que exista un contraste entre la resina y la muestra, ya que la resina al fraguar es transparente.

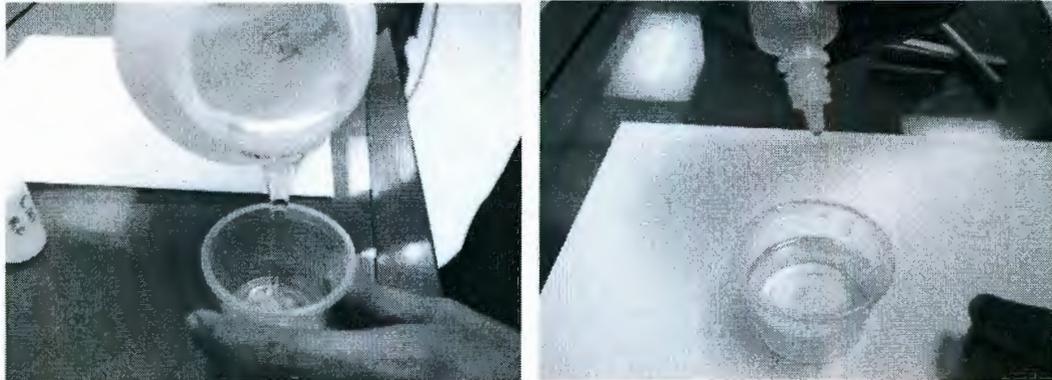


Figura 20. Preparación de la resina.

Se agita la mezcla lentamente y sin movimientos bruscos, para evitar introducir burbujas de aire, y que éstas queden atrapadas al fraguar, lo cual genera huecos que no ayudan a lograr un buen acabado y producen problemas al preparar la muestra (Figura 21). La introducción de burbujas de aire se debe de evitar al máximo. La reacción entre el catalizador y la resina produce pequeñas burbujas en una menor cantidad, pero las burbujas que afectan son las que se introducen por la agitación ya que son de mayor tamaño.

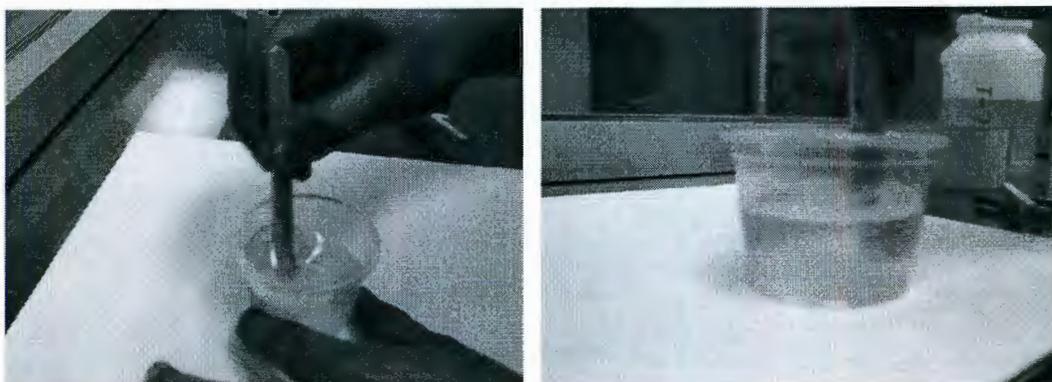


Figura 21. Preparación de la mezcla resina -catalizador - colorante.

Para montar la muestra se coloca un poco de resina en el fondo del molde y posteriormente se coloca ésta aplicando un poco de fuerza para sacar el aire que se encuentra en las células, se gira la muestra para expulsar el aire que se encuentra en los huecos de la muestra tratando de que la resina penetre, se deja secar un poco con la muestra en el fondo y después se le agrega el resto de la resina (Figura 22), esta acción sirve para evitar que la espuma flote.



Figura 22. Vaciado de resina sobre la muestra.

Otra forma de asegurar que la espuma no flote ni se mueva es ejerciendo un poco de fuerza sobre ésta, para lo cual se utiliza un palillo de madera sujetado con cinta alrededor del molde, aplicando la presión suficiente para mantener la espuma en el fondo y sin movimiento, para posteriormente someterla al vacío (Figura 23).



Figura 23. Fijación de muestra.

Se coloca por un tiempo aproximado de 10 minutos a vacío, para extraer todo el aire que queda en la muestra, además de ayudar a fraguar a la resina (Figura 24).



Figura 24. Equipo de vacío y vista superior del desecador.

Se deja secar por un lapso de 6 a 12 horas, para después proceder a curar la resina en un horno a una temperatura de 60 a 70 °C (la temperatura óptima es de 65 °C) por cuatro horas. El procedimiento de curado es para que la resina quede completamente endurecida y no se tengan problemas al momento de realizar el desbaste; en caso de no hacerlo la resina puede quedar blanda y embarrarse sobre la muestra. Al introducir la probeta a curado se debe de

colocar hacia arriba, de forma que la sección a preparar reciba la mayor cantidad posible de calor.

2.2.3. Preparación de Muestras para Metalografía

2.2.3.1. Desbaste

Para iniciar la preparación metalográfica, se debe de quitar el exceso de resina que quedo sobre la muestra. Para realizar esta operación se recomiendan iniciar con un desbaste grueso con lijas de carburo de silicio del número 100, aplicando poca presión y girando la muestra 90°. Cuando la muestra o una parte de ella quede sin resina que la cubra, la presión debe de disminuirse.

Una vez descubierta la muestra se procede a pasar a la siguiente lija, grado 120, para quitar las rayas de la lija anterior, recordando girar la muestra e ir reduciendo la presión conforme se avance.

Para proseguir con el desbaste fino, las lijas que se deben de utilizar como secuencia óptima son: 240, 320, 400 y 600.

Para un mejor acabado es recomendable que cada vez que se pasa a una nueva lija, la muestra se coloque en un limpiador ultrasónico, para que las partículas de las lijas anteriores se retiren por completo y no sigan rayando, además de enjuagar las lijas antes de guardarlas.

2.2.3.2. Pulido

El objetivo del pulido es obtener una superficie sin rayas, y de alta reflectividad a la luz. Se debe evitar generalmente los defectos como: colas de cometa, picaduras, desprendimientos de inclusiones o manchas (Celada, 1991).

Para realizar un pulido óptimo se recomienda llevarlo a cabo en dos partes, en la primera se realiza un pulido grueso en paño de pelo corto Texmet (Buehler, MR) con pasta de diamante de 3 micras. La primera etapa de pulido sirve para eliminar las rayas del desbaste. En caso de que la muestra siga presentando rayas al salir del primer paño, se recomienda un paso intermedio en un paño de Texmet con pasta de 1 micra. Para la segunda parte se da un pulido fino con pasta de diamante de $\frac{1}{4}$ de micra en paño de pelo medio Microcloth (Buehler, MR). Las muestras deben de ser lavadas con agua y jabón, y secadas con alcohol cada vez que se cambia de paño. Las principales ventajas del pulido con pasta de diamante son las siguientes: 1) se evita el desprendimiento de los constituyentes suaves, 2) disminuye el relieve entre las fases y la matriz, y 3) se obtienen metalografías de mayor calidad.

2.2.3.3. Ataque Químico

El ataque químico sirve para revelar las fases presentes que no se revelan por el pulido, y se hace por medio de la forma tradicional como para aleaciones de aluminio. La secuencia óptima es realizar primero un ataque con ácido fluorhídrico al 0.5 %, en caso de no revelar se procede a limpiar la muestra y realizar un segundo ataque con hidróxido de sodio al 1%, en caso de aún no revelar se procede a limpiar y hacer un tercer ataque con reactivo de Keller (Kehl, 1963) . En el cuadro 4 se presenta la preparación y forma de uso de los reactivos. El uso de guantes es obligatorio.

Cuadro 4. Reactivos de ataque para aluminio y sus aleaciones.

Reactivo de ataque	Composición	Utilización
Ácido fluorhídrico	HF (Conc.) 1 mL Agua 99 mL	Atacar 15 segundos con algodón impregnado
Hidróxido de sodio	NaOH 1g Agua 99 mL	Atacar 10 segundos con algodón impregnado
Reactivo de Keller's	HF 1 mL HCl 1.5 mL HNO ₃ ... 2.5 mL Agua 95 mL	Inmersión de 10 a 60 segundos y enjuague en una corriente de agua caliente

El reactivo de Keller se puede utilizar en forma concentrada para realizar el ataque, aunque éste es utilizado para macroataques. La preparación es 10 mL de HF, 10 mL de HCl, 25 mL de HNO₃ y 50 mL de agua. Se recomienda lavar la probeta con agua y jabón, y secar con alcohol antes de atacar.

2.2.3.4. Determinación del Espesor de Pared de la Célula, Tamaño del Cerámico, Espaciamiento Dendrítico Secundario y Primario

Este tipo de medición se lleva a cabo por medio de escalas calibradas obtenidas del microscopio. Se mide sobre la fotografía con una regla y por medio de la escala se obtiene el valor aproximado.

2.2.3.5. Porcentajes de Fases Presentes

La determinación de fases presentes se realiza por medio del método de la cuadrícula, el cual consiste en tener una fotografía de la muestra perfectamente revelada, se crea una cuadrícula de lados iguales la cual se coloca sobre la impresión y se cuentan los puntos que tocan cada fase. La cuadrícula completa es el 100%, el valor de cada fase es el porcentaje de los puntos que la interceptan.

2.2.3.6. Preparación de Muestras para Rayos-X

La preparación de muestras para rayos-X no es por la forma tradicional de limando o molienda, debido a lo que se desgasta es la lima. Por otra parte las espumas son muy duras para molerlas en un mortero, por lo que el procedimiento adoptado es pulverizarlas dentro de una bolsa de plástico, protegidas por una franela o trapo, y golpear con un mazo. La acción de proteger la muestra es para evitar la contaminación de otros materiales. Otra opción es limar dos pedazos de espuma, una contra la otra, hasta obtener pequeñas partículas con las que se preparan las pastillas utilizadas en el análisis. Este procedimiento también se puede utilizar para el análisis químico.

2.2.3.7. Medición de Microdureza en Fases Presentes

La medición de la microdureza se lleva a cabo en las fases principales y de mayor porcentaje, en base a la norma ASTM E384-89 "Standard Test Method for Microhardness of Materials ". La prueba se realiza en un microdurómetro Vickers con una carga de 50 g.

Cuadro 5. Densidad aparente de las espumas de aluminio.

ESPUMA	ρ_s	ρ_e	ρ_r	ρ_n
A	2.68 g/ cm ³	0.35 g /cm ³	0.13	0.10
B	2.68 g/ cm ³	0.23 g / cm ³	0.09	0.07
C	2.68 g/ cm ³	0.096 g / cm ³	0.04	0.04

Se observa que la densidad con el valor máximo le corresponde a la espuma A y disminuye, correspondiendo el valor mínimo a la espuma C. Comparando con los valores de densidad nominal, las espumas tienen valores cercanos a los obtenidos con pequeñas variaciones.

3.2. Determinación de Tamaño de Célula.

El promedio de los resultados del tamaño de célula de las espumas, así como la desviación estándar es mostrada en el cuadro 6. En la Figura 26 se observa una comparación entre los diversos tamaños que se presentan las células de las espumas.

Cuadro 6. Tamaño de Célula

ESPUMA	MEDIA DE C	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
A	0.44 cm	0.0485
B	1.06 cm	0.3435
C	1.27 cm.	0.7082

El valor del tamaño de célula se incrementa de acuerdo al orden de identificación de las espumas, los valores grandes de desviación estándar, se pueden atribuir al hecho de que las células adyacentes a las caras superiores e inferiores de los paneles, tienden a ser más pequeños que el resto de éstos, además del alargamiento de las células causadas por la extracción por medio de rodillos.



Figura 26. - Tamaños de célula espuma de aluminio

La espuma B se observa que presenta una contracción más notoria en sus células como detalle del método de producción. Este detalle se puede observarse en la figura 27.

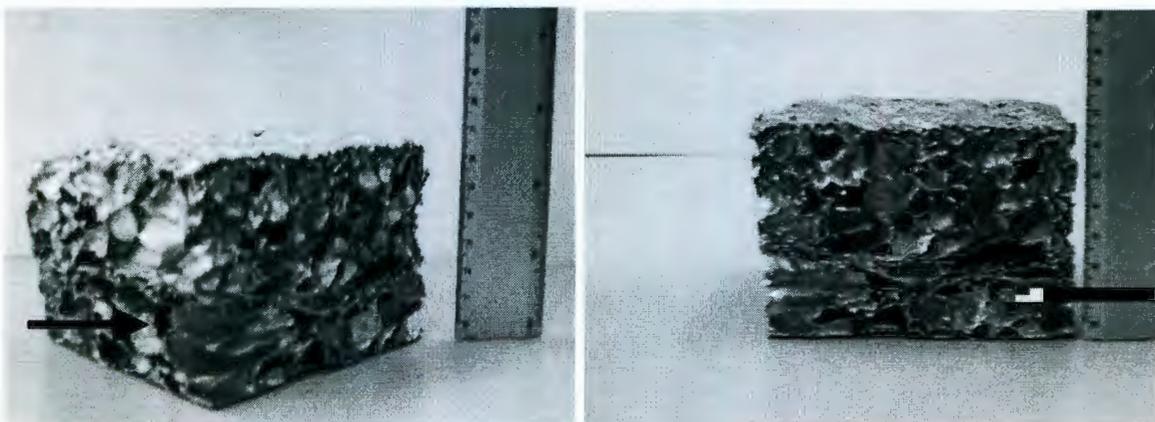


Figura 27. - Detalle de producción de la espuma B.

3.3. Análisis Químico

Las muestras de las espumas fueron analizadas por medio de absorción atómica, utilizando el criterio de las aleaciones de aluminio fueron preparadas por digestión y analizado el contenido de metales más comunes para este tipo de aleación. Los resultados obtenidos por este estudio se presentan en el cuadro 7, los valores son expresados en porcentaje tomando una base del 100%.

Cuadro 7. Análisis químico de las espumas de aluminio.

ELEMENTO	ESPUMA		
	A	B	C
Al	76.000	69.400	63.200
Si	7.990	9.650	10.700
Fe	0.240	0.250	0.330
Mg	0.500	0.480	0.350
Mn	0.005	0.004	0.004
Cu	0.187	0.113	0.832
Zn	0.004	0.005	0.005
Sr	0.007	0.011	0.006
Na	0.193	0.225	0.035
Cr	0.030	0.012	0.016
Ni	0.013	0.005	0.011
SiC	15.200	19.950	24.400

Se observa que los elementos con mayor porcentaje son el aluminio, silicio, carburo de silicio, magnesio, sodio, cobre y fierro. Los demás elementos se encuentran en valores menores.

El cobre y fierro se encuentran como impurezas, son adquiridos al momento de fundir la aleación. Por el análisis, la aleación base es aluminio- silicio por los altos porcentajes; el magnesio es adicionado como humectante en el proceso de formación de la espuma al igual que el carburo de silicio que se adiciona para aumentar la tensión superficial del metal fundido y poder crear la espuma.

La adición del sodio es para la modificación estructural del eutéctico aluminio – silicio de forma irregular a una regular.

Los resultados microestructurales son dados a continuación:

3.4. Determinación de Tamaño de Pared

El tamaño de pared como se puede observar en el cuadro 8, decrece conforme aumenta el orden de identificación, esto da a entender que conforme aumenta el tamaño de célula disminuye el espesor de la pared de la célula. El valor obtenido en la espuma B es mayor que la espuma A, lo cual es debido al defecto de fabricación presentado en las muestras.

Cuadro 8. Resultados de espesor de pared y desviación estándar.

Espuma	Espesor de pared, μm	Desviación estándar, μm
A	120.4	55.4
B	149.4	63.2
C	70.3	17.6

En la Figura 28 se muestra una micrografía del lugar típico donde se realizan varias de las mediciones de espesor de pared en la espuma A.

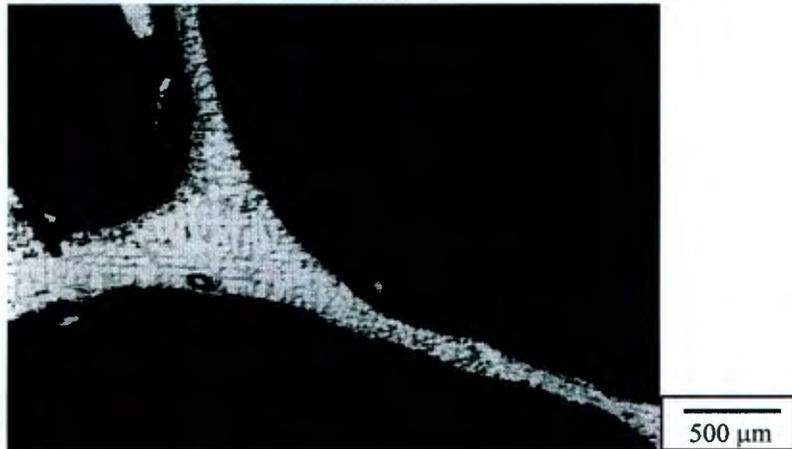


Figura 28. – Sitio de medición de espesor de pared en espuma A.

Haciendo, una comparación y relacionado los valores obtenidos de densidad relativa en función de tamaño de célula y espesor de pared, se obtiene el graficado de la Figura 29.

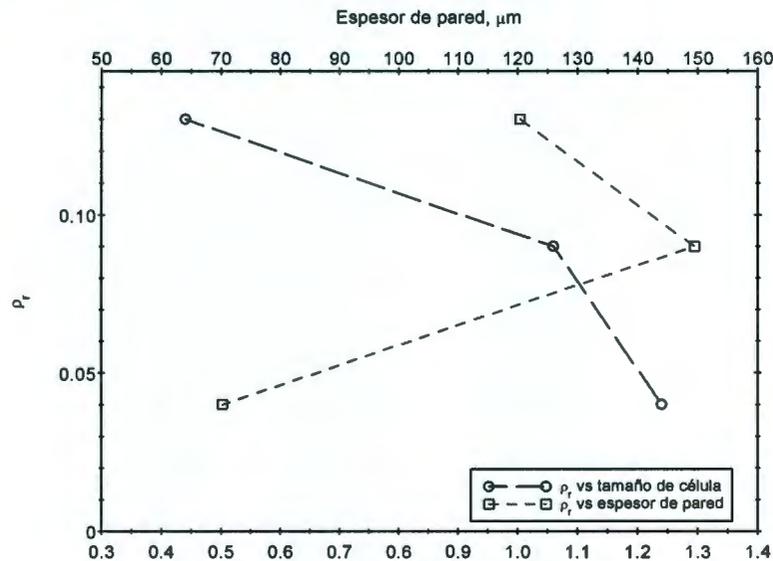


Figura 29. Densidad relativa en función del tamaño de célula y del espesor de pared.

Se observa que a medida que el tamaño de célula se incrementa la densidad relativa disminuye, lo que concuerda con resultados obtenidos por Kôrner y Singer (2000); en cambio no se observa ninguna relación entre el espesor de pared y la densidad. Esta aparente contradicción permite establecer, por el momento que en este tipo de espuma, la densidad depende directamente del tamaño de la Célula y no del espesor de pared.

3.5. Tamaño de Cerámico

Las partículas de carburo de silicio agregadas a las espumas de aluminio tiene la función de modificar la viscosidad del metal líquido, para llevar este propósito el metal debe de ser primeramente humectado por medio de magnesio. Los resultados obtenidos se muestran en el cuadro 9.

Cuadro 9. Partículas cerámicas (SiC).

Espuma	Tamaño de partícula, μm	Desviación estándar, μm
A	9.73	3.77
B	13.01	5.11
C	13.68	6.15

El tamaño de partícula, es prácticamente igual para las espumas B y C, y ligeramente más pequeño para la A. Estos resultados muestran la misma tendencia que los del tamaño de célula respecto a la densidad relativa. Por lo tanto se puede establecer que la densidad relativa depende del tamaño de la célula y del tamaño de las partículas de cerámico. A tamaños de célula y partículas cerámicas mayores la densidad relativa es menor. Las partículas cerámicas de las espumas B y C son mostradas en la figura 30 y 31.

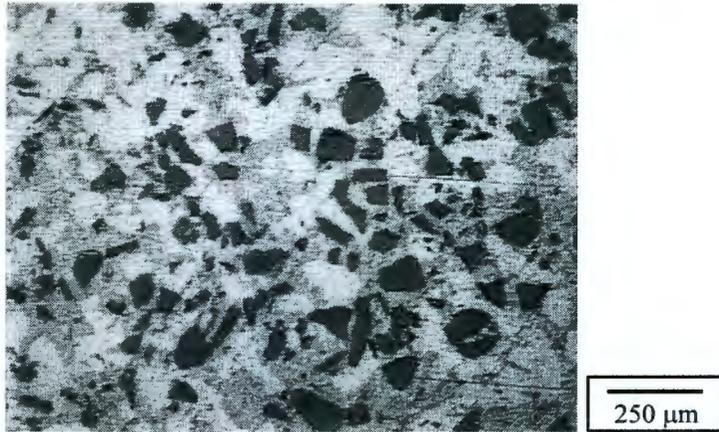


Figura 30. Partículas cerámicas de la espuma B.

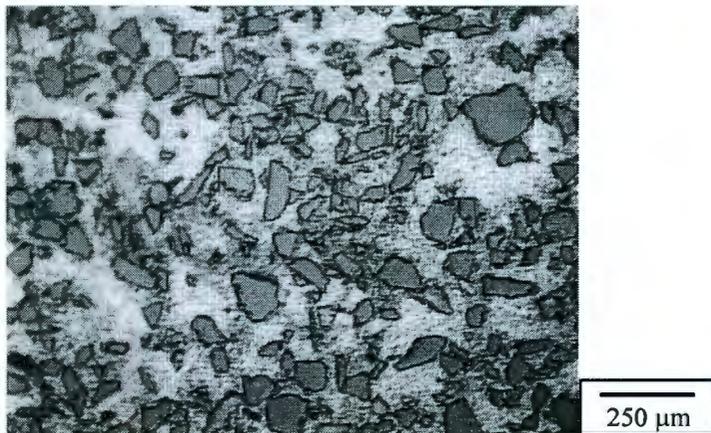


Figura 31. Partículas cerámicas de la espuma C.

3.6. Fases Presentes

Las micrográficas de las espumas de aluminio nos demuestran que la microestructura en general esta formada por dendritas de aluminio primario, eutéctico aluminio – silicio y partículas cerámicas de carburo de silicio (SiC).

La Figura 32 muestra una micrográfica de la espuma A, donde se puede observar el crecimiento vasto dendrítico de aluminio primario alfa, eutéctico aluminio-silicio y partículas de cerámico. Las dendritas son gruesas y grandes

por lo que se deduce que el enfriamiento en esta muestra es lo bastante lento. La cantidad de cerámico presente en la muestra es relativamente poca, aunque presenta zonas aisladas con aglomeración de partículas.

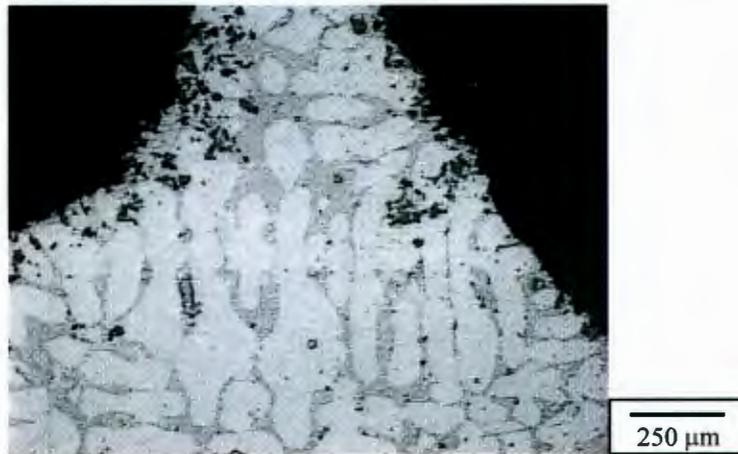


Figura 32. Micrografía de la Espuma A.

La microestructura de la espuma A y la espuma B es muy parecida, con la diferencia de que B no es tan vasta y gruesa como la A. Otra característica es que la espuma B presenta una mayor cantidad de cerámico con respecto a la espuma A. La micrografía de la espuma B se observa en la Figura 33.

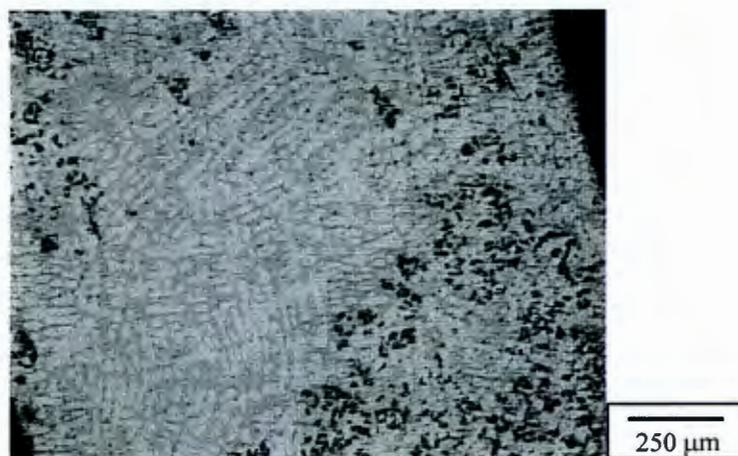


Figura 33. Crecimiento dendrítico de la Espuma B.

La micrografía de la espuma C se muestra en la Figura 34, donde se puede apreciar que no hubo crecimiento dendrítico como las otras espumas; las zonas donde se puede presentar algo de crecimiento dendrítico son en los puntos triples. La microestructura, en general, de la espuma C está constituida por el eutéctico aluminio-silicio con partículas de cerámico. Cabe mencionar que esta muestra contiene la mayor cantidad de partículas cerámicas.



Figura 34. Crecimiento dendrítico de la espuma C.

En el cuadro 10 se presentan los resultados de los porcentajes de fases presentes en cada espuma; el porcentaje está dado en volumen. Se aprecia que el contenido de partículas de carburo de silicio aumenta conforme aumenta el tamaño de la célula y disminuye la densidad relativa, lo que nos indica que éste es un factor para controlar la viscosidad del aluminio fundido, lo que facilita la formación de las burbujas durante la inyección de gas. Lo anterior confirma que la espuma C posee el tamaño de célula mayor y la densidad relativa menor, y que contiene la mayor cantidad de partículas de SiC en las paredes.

Cuadro 10. Porcentajes de Fases de las espumas de aluminio

Espuma	% α - Al	% Al-Si	% SiC
A	72.80	21.64	5.55
B	54.41	23.18	22.41
C	N.A.	56.86	43.14

Otro valor que fue posible determinar es el espaciamiento dendrítico secundario λ_2 en las espumas A y B, los resultados se dan en el cuadro 11. El espaciamiento dendrítico primario λ_1 no es posible medirlo debido a que las dendritas presentan una formación no paralela debido a la extracción mecánica antes de la solidificación completa.

En los puntos triples o cuádruples de la espuma C no es posible medir el espaciamiento dendrítico secundarios λ_2 como en A y B. Este espaciamiento decrece conforme la densidad relativa disminuye. Esto debido a que el espesor de pared es muy pequeño lo que representa un tiempo de solidificación bastante rápido como para evitar la formación de dendritas pero si la formación de eutéctico.

Cuadro 11. Espaciamiento dendrítico secundario λ_2 .

Espuma	Espaciamiento dendrítico secundario, μm
A	46
B	15
C	N.A.

En los tres casos se observa la presencia de eutéctico aluminio-silicio, de morfología irregular, entre las dendritas de aluminio, en concordancia con otros

autores Magnin P. y *col.* (1991), lo cual indica que no hay contenido de otros elementos de aleación, Figuras 35 y 36.



Figura 35. Eutético Al-Si de la espuma A.



Figura 36. Eutético Al-Si de la espuma B.

3.7. Ataque Químico

Para confirmar las fases presentes se llevó a cabo un ataque químico con hidróxido de sodio y ácido fluorhídrico. La Figura 37 muestra que la microestructura esta formada por aluminio primario alfa, eutético y partículas de cerámico. Al examinar el eutético más de cerca se encontró una fase

diferente en cuanto a tono. Esta se observa en un tono claro mientras que el eutéctico se ve gris, figura 38. Para confirmar la muestra se observó bajo luz polarizada oscura, figura 39. La fase presenta un tono oscuro, mientras el fondo se ve azul, las partículas cerámicas brillan debido al pulido.



Figura 37. Micrografía de la espuma A con ataque químico.

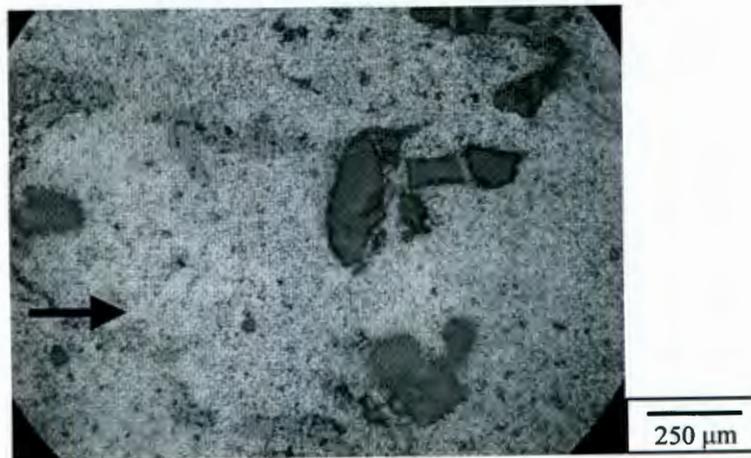


Figura 38. Fase presente en las espumas de aluminio.

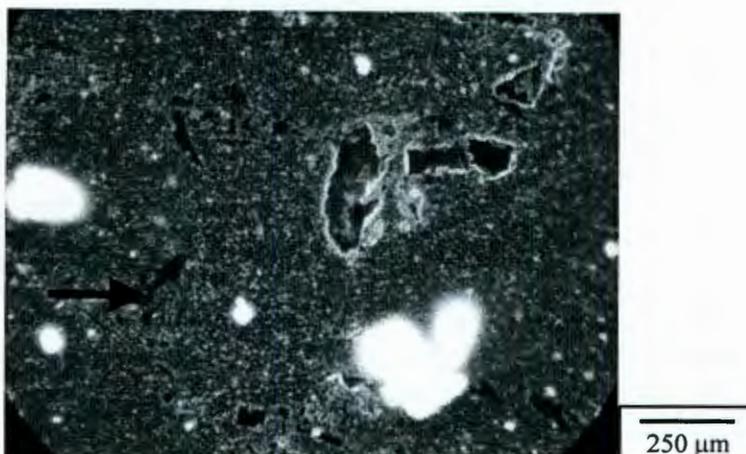


Figura 39. Fase presente mostrando un tono oscuro.

3.8. Resultados de Microdureza, Rayos-X y Microscopia Óptica de Barrido

Las muestras atacadas y sin atacar fueron utilizadas para mediciones de microdureza Vickers con carga de 50 g, dando los valores reportados en el cuadro 12. Los valores medidos en el eutéctico pueden deberse a la presencia de la fase revelada en el ataque químico

Cuadro 12. Resultados de microdureza Vickers de las espumas de aluminio (HV).

Espuma	Dendrita α - Al	Desviación estándar	Eutéctico	Desviación estándar
A	91.77	8.7363	96.16	9.4714
B	94.70	0.4223	83.96	3.7638
C	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.

Los resultados de difracción de rayos-X, mostrados en la Figura 40, reafirman que las espumas consisten de una aleación aluminio – silicio con partículas de

carburo de silicio (SiC)., Se observa una reflexión a 34° que podría pertenecer a la fase revelada en el ataque químico.

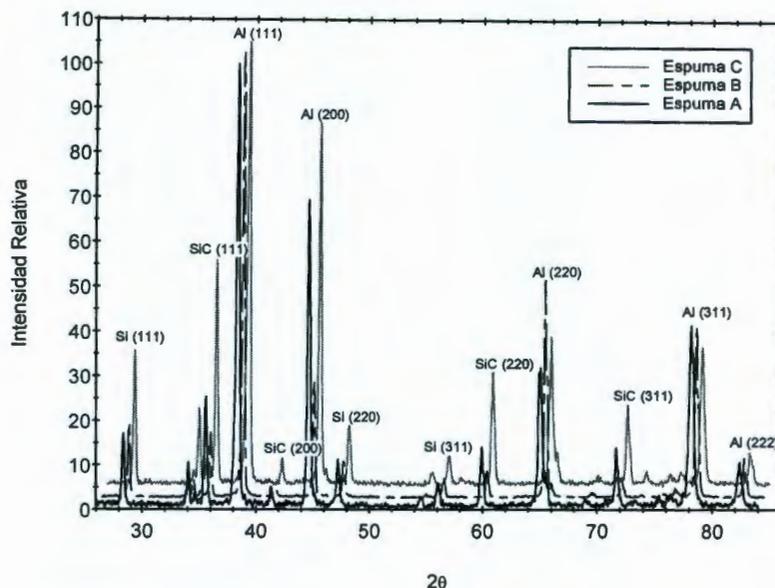


Figura 40. Difractograma de las espumas utilizadas. Offset: Espuma B (0.5,2.5); Espuma C (1.0,5.0).

Es importante remarcar el hecho de que la intensidad relativa de las reflexiones provenientes del silicio y del aluminio de las espumas A y B, no se ajustan a los valores esperados, como sucede para la espuma C. Esto se atribuye a que en la espuma C no ocurre una solidificación dendrítica vasta, debido al espesor de pared pequeño. Se sabe que la solidificación dendrítica en el caso del aluminio produce estructuras con un alto grado de orientación, Kurz y Fisher (1989).

Otro valor que se incrementa es el contenido de partículas cerámicas en las espumas. Este valor se incrementa de la espuma A a la C, esto concuerda con la intensidad del pico (111) del SiC.

El análisis por microscopía electrónica de barrido y EDS confirman que las partículas de cerámico es carburo de silicio (SiC), el eutéctico es Al-Si y la

presencia e identificación de la fase Al-Si-Mg-Fe. La reflexión a 37° en el difractograma de rayos-X, puede corresponder a este último.

El análisis por microscopía electrónica de barrido de las espumas A y C se muestran en las Figuras 41 y 42, respectivamente, así como los EDS del SiC, eutéctico y partículas de Al-Si-Mg-Fe en las Figuras 43, 44 y 45, respectivamente.



Figura 41. Microestructura típica de la espuma A.

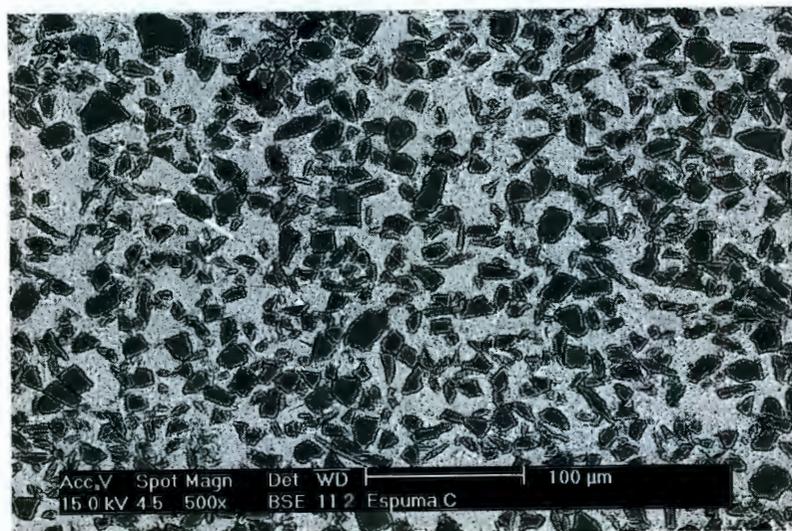


Figura 42. Microestructura típica de la espuma C.

b)

Label A: Espuma A

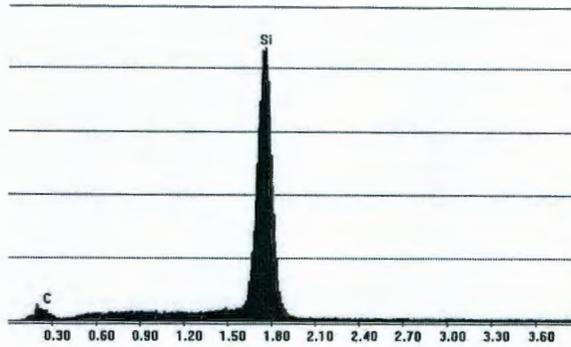


Figura 43. EDS del carburo de silicio

c)

Label A: Espuma A

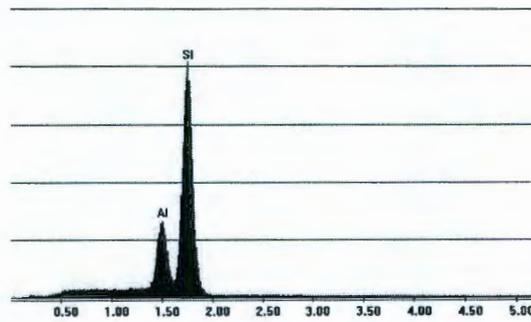


Figura 44. EDS del eutéctico Al-Si.

d)

Label A: Espuma A

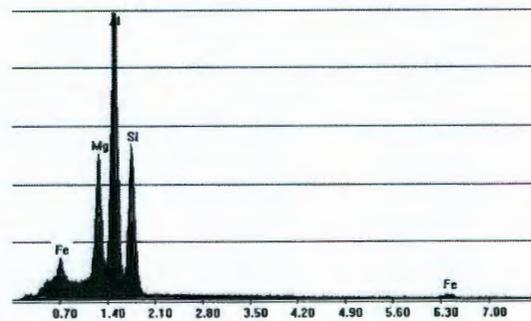


Figura 45. EDS de partícula de Al-Si-Fe-Mg.

CONCLUSIONES

La densidad relativa disminuye conforme el tamaño de la célula y el contenido de partículas de carburo de silicio se incrementa, mientras que el espesor de pared y el tamaño de partícula de SiC no mostró tener una relación con ésta.

La aleación base utilizada es aluminio – silicio con partículas de carburo de silicio (SiC), éstas últimas son agregadas con el fin de modificar la viscosidad del metal líquido para facilitar la formación de las burbujas.

Las fases identificadas son dendrita de aluminio primario, laminillas de eutéctico aluminio-silicio, partículas cerámicas de carburo de silicio y partículas de aluminio-silicio- fierro- magnesio.

El espaciamiento dendrítico secundario, λ_2 , disminuye conforme el tamaño de célula aumenta, para las espumas A y B. Esto es una evidencia de que las espumas con tamaño de célula mayor solidifican más rápido que las de tamaño más pequeño (70.3 μm). Por lo tanto, se establece que la microestructura es afectada principalmente por el espesor de pared más que por el tamaño de la célula

BIBLIOGRAFÍA

Ashby M. F., Evans A. G., Fleck N. A. Gibson L.J., Hutchinson J. W: & Wadley H. N. G. 2000. Introduction, Making metal foams, Charcterization methods y Properties of metal foams. En: *Metal Foams: A Design Guide*. Butterworth – Heineman, Boston: 1 – 54.

Askeland D. R. 1998. Aleaciones no ferrosas. En: *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Eds. International Thomson Editores, México: 366 – 374.

Banhart J. 1999. "Metallic Foams". *Europhysics News*.

Banhart J. 2000. "Manufacturing Routes for Metallic Foams". *Journal JOM*. Vol. 52: 22 – 27.

Banhart J. 2000. "Properties and Applications of Cast Aluminum Sponges", *Advanced Engineering Materials*. Vol. 2. No. 4: 188 – 191.

Banhart J. & Baumeister J. 1998. "Production Methods for Metallic Foams". *Materials research Society*. Vol. 521: 121 – 132.

Baumeister J., Banhart J. & Weber M. 1997. "Aluminum Foams for Transport Industry". *Materials & Design*. Vol. 8. No. 4/6: 217 – 220.

Baumeister J., Banhart J. & Weber M. 1997. "Metal Foams Near Commercialization". *MPR. Elsevier Science Ltd.*: 38 – 41.

Cayless R. B. C. 1995. "Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloy". En: "Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special – Purpose Materials" Volume 2, ASM Handbook. The ASM Handbook

Committee, Eds. ASM International; The Materials Information Society: United States of America: 15 – 28.

Celada M. 1991. Métodos optimizados de preparación de probetas metalográficas para aceros herramienta, aluminio y hierros fundidos. Querétaro. Universidad Autónoma de Querétaro. Tesina que para obtener el grado de Químico Metalúrgico: 1 –10,19 – 21.

Curran D. 2001. "Metal Foams". Cambridge University, Great Britain. <http://www.msm.cam.ac.uk/mmc/people/dave/>.

Elliott R. 1984. "Eutectic Solidification". *Materials Science and Engineering*: Vol. 65: 85 – 92.

Gergely V. & Clyne B. 2000. "The FORMGRIP Process: Foaming of Reinforced Metals by Gas Release in Precursors". *Advanced Engineering Materials*. Vol. 2, No. 4: 175 – 178.

Gibson L. J. & Ashby M. F. 1997. Introduction the Structure of Cellular Solid. In *Cellular Solids – Structure and Properties*. Cambridge University Press. United Kingdom: 1 – 13 y 15 – 50.

Granger D. A., 1995. "Solidification Structures of Aluminum Alloy Ingots". En: "Metallography and Microstructures". Volume 9, ASM Handbook. The ASM Handbook Committee, Eds. ASM International; The Material Information Society: United States of America: 629 – 635.

Higgins R. A., 1993, Cap., En *Engineering Metallurgy – Applied Physical Metallurgy*, Edward Arnold, London: 95,96, 406 – 429.

Jackson K. A. & Hunt J. D. 1966. "Lamellar and Rod Eutectic Growth", *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. Vol. 236: 1129 – 1142.

Khan S. & Elliott R. 1993. "Solidification Kinetics of the Unmodified Al-Si Flake Structure", *Pergamon Press Ltd*. Vol. 41, No. 8: 2433 – 2439.

Khan S. & Elliott R. 1994. "Effect of Antimony on the Growth Kinetics of Aluminium – Silicon Eutectic Alloys", *Journal of Materials Science*. Vol. 29: 736 – 741.

Khan S. & Elliott R. 1996. "Quench Modification of Al-Si Eutectic Alloys", *Journal of Materials Science*. Vol. 33: 3731 – 3737.

Khan S., Ourdjini A., Hamed Q. S., Alam Najafabadi M. A. & Elliott R. 1993. "Hardness and Mechanical Property Relationships in Directionally Solidified Al-Si Eutectic Alloys with Different Silicon Morphologies", *Journal of Materials Science*. Vol. 28: 5957 – 5962.

Kisakurek S. E. 1987. "Solidification Processing". *The Institute of Metals*.

Körner C. & Singer R. F., 2000, "Processing of Metal Foams – Challenges and Opportunities", *Advanced Engineering Materials*, Vol. 2, No. 4:159 – 165.

Kovacik J. 1999. Institute of Materials and Machine Mechanics. Slovak Republic. http://savba.savba.sk/~ummsjk/main_act.htm.

Kurz W. & Fisher D. J. 1980. "A Theory of Branching Limited Growth of Irregular Eutectics", *Acta Metalúrgica, Peramon Pres Ltd*. Vol. 28: 777 – 794.

Kurz W. & Fisher D. J. 1989. Solidification Microstructure: Cells and Dendrites y Solidification Microstructure: Eutectic and Peritectic. En: Fundamentals of Solidification. Trans Tech Publications, Switzerland: 63 – 116.

Liu J. & Elliott R. 1993 "Irregular Eutectic solidification", *Materials Science and Engineering*. Vol. A173: 129 – 132.

Magnin P., Mason J. T. & Trivedi R. 1991. "Growth of Irregular Eutectics and The Al-Si System", *Acta Metalúrgica, Pergamon Press plc*: 469 – 480.

Magnin P. & Trivedi R. 1991. "Eutectic Growth: A Modification of the Jackson and Hunt Theory". *Acta Metallurgical, Pergamon Press plc*. Vol. 39, No. 4: 453 – 467.

Manzano R. A. 1997. Desgasificación. En: Tratamiento del Aluminio Líquido. Sociedad Mexicana de Fundidores, A. C. México: 18 –37.

Miyoshi T., Itoh M., Akiyama S. & Kitahara A. 2000. "ALPORAS Aluminum Foam: Production Proces, Properties and Applications". *Advanced Engineering Materials*. Vol. 2, No. 4: 179 – 183.

NPL. 2001. National Physical Laboratory, Teddington. Middlessex, Great Britain. http://www.npl.co.uk/npl/cmmt/metal_foams/.

Ourdjini A., Yilmaz F. Hamed Q. S. & Elliot R. 1992. "Microstructure and Mechanical Properties of Directionally Solidified Al-Si Eutectic Alloys with and without Antimony". *Materials Science of Technology*. Vol. 8: 774 – 776.

Public Affairs Office. 1999. "New Class of Materials Based on Metal Foams". Office of Naval Research. <http://www.onr.navy.mil/onr/newrel/nr990201b.htm>

Smith W. F. 1993. Aleaciones en Ingeniería. En: Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. McGraw-Hill, México: 543 – 562.

Song Z. L., Ma L. Q., Wu Z. J. & He D. P. 2000. "Effects of Viscosity on Cellular Structure of Foamed Aluminum in Foaming Process". *Journal of Materials Science*. 35: 15 – 20.

Trivedi R. & Kurz W. 1988. "Microstructure Selection in Eutectic Alloy Systems". *The Metallurgical Society*: 1 - 35.

Weaire D. & Hutzler S. 1999. Solid Foams. En The Physics of Foams. Clarendon Press, Oxford: 192 –207.

Winegard W. C. 1967. Crecimiento de los Metales Puros y Crecimiento Eutéctico. En: Introducción a la Solidificación de los Metales. Compañía Editorial Continental S. A., México: 31 – 50 y 97 – 108.

Woodward R. 1996. "Aluminium", *The Materials Information Service Profile*. Aluminium Federation Ltd. Vol. 8.

Yilmaz F. & Elliott R. 1989. "The Microstructure and Mechanical Properties of Unidirectionally Solidified Al-Si Alloys", *Journal of Materials Science*. Vol. 24: 2065 – 2070.

Yilmaz F., Atasoy O. A. & Elliott R. 1992. "Growth Structures in Al-Si Alloys II. The Influence of Strontium", *Journal of Crystal Growth*. Vol. 118: 377 – 384.