



---

---

**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E  
INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**



**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y DE MATERIALES  
(DIMM)**

**SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

**FABRICACIÓN DE ESPUMAS DE LA ALEACIÓN A356 CON ADICIÓN DE  
BARITA Y WOLLASTONITA COMO AGENTES ESPESANTES Y  
CARBONATO DE CALCIO COMO AGENTE ESPUMANTE**

**T E S I S**

**PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS**

**EN METALURGIA Y MATERIALES**

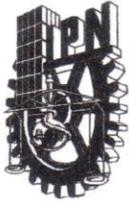
**P R E S E N T A**

**M. EN C. MARLENNE GONZÁLEZ NAVA**

**DIRECTOR DE TESIS:**

**Dr. ALEJANDRO CRUZ RAMÍREZ**

Ciudad de México, Agosto 2017



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

SIP 14

*ACTA DE REVISIÓN DE TESIS*

En la Ciudad de México siendo las 13:00 horas del día 16 del mes de Junio del 2017 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESIQIE para examinar la tesis titulada:

**“ Fabricación de Espumas de la Aleación A356 con Adición de Barita y Wollastonita como agentes espesantes y Carbonato de Calcio Como agente espumante “**

Presentada por el alumno:

**GONZÁLEZ**  
Apellido paterno

**NAVA**  
Apellido materno

**MARLENNE**  
Nombre(s)

Con registro: 

B	1	3	0	8	2	7
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

**DOCTORADO EN CIENCIAS EN METALURGIA Y MATERIALES**

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACIÓN DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Director de tesis

DR. ALEJANDRO CRUZ RAMÍREZ

DR. JOSÉ ANTONIO ROMERO SERRANO

DR. MIGUEL ÁNGEL SUÁREZ ROSALES

DR. HÉCTOR JAVIER DORANTES ROSALES

DR. VÍCTOR HUGO GUTIÉRREZ PÉREZ

DR. CARLOS GÓMEZ YÁÑEZ

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

DR. ELÍAS RANGEL SALINAS  
**SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA**  
**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**ESTADOS UNIDOS MEXICANOS**  
**MEXICO, D.F.**  
**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**  
**SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

**CARTA DE CESIÓN DE DERECHOS**

En la Ciudad de México, el día 23 del mes de junio del año 2017, la que suscribe M. en C. Marlenne González Nava alumna del Programa de Doctorado en Ciencias en Metalurgia y Materiales, con número de registro B130827, adscrita a la Sección de Posgrado de Investigación de la ESIQIE, manifiesta que es la autora intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. Alejandro Cruz Ramírez cede los derechos del trabajo titulado **“Fabricación de Espumas de la Aleación A356 con adición de Barita y Wollastonita como agentes espesantes y Carbonato de Calcio como agente espumante”**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso de la autora y/o directores del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones [marlagn2701@hotmail.com](mailto:marlagn2701@hotmail.com); [alex73ipn@gmail.com](mailto:alex73ipn@gmail.com). Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

M. en C. Marlenne González Nava

---

Nombre y Firma del alumno (a)

## ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS	iii
LISTA DE TABLAS	vi
RESUMEN	vii
ABSTRACT	viii
1. Introducción	1
2. Antecedentes	3
2.1 Materiales celulares: Espumas Metálicas	3
2.2 Estructura	4
2.3 Fabricación de espumas	8
2.3.1 Espumas no-metálicas	8
2.3.2 Espumas poliméricas	9
2.3.3 Espumas metálicas	9
2.3.3.1 Tipos de espumas metálicas y su producción	11
2.3.3.1.1 Producción de espuma de celda cerrada	13
2.4 Agentes generadores de gas	17
2.5 Evolución de la estructura de la espuma	21
2.6 Factores que afectan la estabilidad de la estructura de las espumas	22
2.7 Métodos para generar un sistema sólido-líquido	26
2.8 Propiedades de las espumas metálicas	29
2.8.1 Densidad	29
2.8.2 Tamaño de poro	29
2.8.3 Propiedades mecánicas	30
2.9 Aplicaciones	33
2.10 Estado del arte	36

3.	Experimentación	47
3.1	Materiales y Equipo	47
3.2	Desarrollo Experimental	48
3.2.1	Materias primas	48
3.2.2	Fabricación de las espumas de aluminio A356	49
3.2.3	Caracterización de las materias primas	51
3.2.4	Caracterización de las espumas producidas	51
4.	Resultados y Discusión	53
4.1	Agentes espesantes	53
4.1.1	DRX	53
4.1.2	TGA	54
4.1.3	MEB-EDS	56
4.2	Carbonato de calcio como agente espumante	57
4.3	Espumas producidas	59
4.3.1	Espumabilidad	59
4.3.2	Propiedades físicas de las espumas	60
4.3.3	Morfología, distribución y tamaño de celda	61
4.3.4	Microestructura de las espumas de aluminio A356	64
4.3.5	Comportamiento mecánico de las espumas de aluminio A356	73
4.3.6	Análisis del Proceso	83
5.	Conclusiones	88
6.	Referencias	91
7.	Productos	99

## Lista de Figuras

Fig. 1	<i>Esquema que representa a) un sólido celular y b) un material poroso</i>	3
Fig. 2	<i>Estructura tridimensional de materiales sólidos celulares</i>	4
Fig. 3	<i>(a) Espuma metálica, (b) Metal celular, (c, e) Esponja metálica y (d) Metal poroso</i>	5
Fig. 4	<i>4 Drenado del líquido, formando estructuras (a) esférica, (b) de transición y (c) poliédrica</i>	6
Fig. 5	<i>Estructura de la celda</i>	6
Fig. 6	<i>(a) Esquema de frontera de Plateau, (b) Paredes celulares abiertas de poliuretano con residuos de películas</i>	7
Fig. 7	<i>Intervalos de tamaños de celda y densidad relativa de las diferentes espumas metálicas obtenidas con los procesos actuales</i>	11
Fig. 8	<i>Procesos de fabricación de metales celulares</i>	12
Fig. 9	<i>Fabricación de espuma de aluminio por el método de inyección de gas en el seno del metal líquido (proceso CYMAT e HYDRO)</i>	13
Fig. 10	<i>Proceso de espumado con agente espumante</i>	14
Fig. 11	<i>Producción de una espuma por expansión de una fase volátil super-saturada</i>	16
Fig. 12	<i>Esquema del proceso de espumado FORMGRIP</i>	17
Fig. 13	<i><math>\Delta G^\circ</math> de la descomposición térmica del <math>TiH_2</math> para posibles reacciones del <math>TiH_2</math> con una aleación fundida Al-Si. La actividad de los componentes sólidos es la unidad y <math>pH_2 = 1 \text{ atm}</math></i>	18
Fig. 14	<i><math>\Delta G^\circ</math> de reacción para una mol de varios carbonatos metálicos y una <math>pCO_2</math> de 1 atm</i>	19
Fig. 15	<i><math>pCO_2</math> en equilibrio de carbonatos metálicos. La banda gris marca el intervalo de temperaturas de aleaciones típicas de aluminio Al-Si</i>	20
Fig. 16	<i><math>\Delta G^\circ</math> calculadas para la reacción (3) para varios valores de <math>pCO_2</math></i>	20
Fig. 17	<i>Evolución esquemática de la estructura de celda, <math>\rho^*/\rho_s</math> disminuye durante el proceso de espumado debido a la dispersión del agente espumante</i>	21
Fig. 18	<i>Sección transversal de una espuma Alcan relacionada con un esquema de las características del drenado de la espuma</i>	22
Fig. 19	<i>Solubilidad de <math>H_2</math> en aleaciones Al-Si</i>	23
Fig. 20	<i><math>V_{terminal}</math> como una función de <math>\eta</math> para diversos valores de <math>d</math></i>	24

Fig. 21	<i>(a) Efecto de la temperatura sobre la viscosidad del aluminio, (b) Efecto del contenido de elementos aleantes sobre la viscosidad del aluminio líquido</i>	25
Fig. 22	<i>Límites propuestos para el tamaño y fracción volumen de partículas de SiC las cuales pueden ser agregadas al aluminio líquido para mejorar su viscosidad</i>	26
Fig. 23	<i>Efecto de la tensión superficial sobre los bordes de Plateau</i>	27
Fig. 24	<i>Mediciones y de aleaciones de aluminio binarias en sus puntos de fusión</i>	28
Fig. 25	<i>Tres etapas en las curvas esfuerzo-deformación de una espuma metálica sometida a esfuerzos de compresión</i>	30
Fig. 26	<i>Curvas esfuerzo-deformación de una espuma dúctil y una espuma frágil</i>	31
Fig. 27	<i>Curvas esfuerzo-deformación para: (a) una espuma “ideal”, (b) espuma con colapso frágil, (c) una espuma con endurecimiento por trabajo. La región sombreada corresponde a la energía de absorción útil hasta una carga de compresión crítica <math>\sigma_c</math></i>	32
Fig. 28	<i>Aplicaciones de metales celulares agrupados de acuerdo al grado de “apertura” requerida y si la aplicación es más funcional o estructural</i>	34
Fig. 29	<i>Principales campos de aplicación en la industria automotriz de espumas metálicas estructurales</i>	35
Fig. 30	<i>Uso de espumas metálicas en vehículos</i>	35
Fig. 31	<i>Cafetería Baluarte, Pamplona España</i>	36
Fig. 32	<i>Proceso de espumación de la aleación A356 por vía líquida</i>	49
Fig. 33	<i>Patrones DRX de los agentes espesantes usados (a) Barita y (b) Wollastonita</i>	54
Fig. 34	<i>Curva Termogravimétrica de la Barita y Wollastonita</i>	55
Fig. 35	<i>Imagen MEB de la morfología (a) de la barita y microanálisis elemental de la barita para (b) Bario; (c) Estroncio; (d) Azufre y (e) Calcio</i>	56
Fig. 36	<i>Imagen MEB de la morfología (a) de la wollastonita y microanálisis elemental de la wollastonita para (b) Silicio; (c) Calcio; (d) Oxígeno y (e) Magnesio</i>	57
Fig. 37	<i>Análisis DSC/TGA del Carbonato de Calcio (10°C/min, atmósfera de argón)</i>	58
Fig. 38	<i>Estructura de las espumas de aluminio A356 obtenidas adicionando 1% de CaCO<sub>3</sub> como agente espumante y (a) 1% alúmina; (b) 1% barita y (c) 1% wollastonita</i>	60
Fig. 39	<i>Micrografías de las espumas de aluminio A356 fabricadas con Alúmina, Barita y Wollastonita y 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub></i>	62
Fig. 40	<i>Distribución de tamaños de celda de las espumas de aluminio A356 obtenidas</i>	63

Fig. 41	<i>Microestructura y morfología de las espumas producidas con adición de alúmina, barita y wollastonita como agentes espesantes y 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub> como agente espumante</i>	65
Fig. 42	<i>Imágenes MEB y Análisis cualitativo de las espumas con adición de Alúmina y (a) 1% en peso de CaCO<sub>3</sub>, (b) 2% de CaCO<sub>3</sub> y (c) 3% de CaCO<sub>3</sub></i>	67
Fig. 43	<i>Imágenes MEB y Análisis cualitativo de las espumas con adición de Barita y (a) 1% en peso de CaCO<sub>3</sub>, (b) 2% de CaCO<sub>3</sub> y (c) 3% de CaCO<sub>3</sub></i>	68
Fig. 44	<i>Imágenes MEB y Análisis cualitativo de las espumas con adición de Wollastonita y (a) 1% en peso de CaCO<sub>3</sub>, (b) 2% de CaCO<sub>3</sub> y (c) 3% de CaCO<sub>3</sub></i>	69
Fig. 45	<i>Examinación mediante MEB de las paredes de celda de las espumas de aluminio A356 producidas, con adición de (a) alúmina, (b) barita y (c) wollastonita</i>	73
Fig. 46	<i>Muestras cilíndricas de 19 mm de diámetro y 38 mm de altura maquinadas para pruebas de compresión</i>	74
Fig. 47	<i>Curvas de Compresión Esfuerzo-Deformación de las espumas de aluminio A356 con 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub> y (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) BaSO<sub>4</sub> y (c) CaSiO<sub>3</sub></i>	75
Fig. 48	<i>Mediciones de Módulo Elástico E en compresión uniaxial de las espumas producidas de la aleación de aluminio A356</i>	77
Fig. 49	<i>Mediciones de esfuerzo de cedencia <math>\sigma^*</math> en compresión uniaxial de las espumas producidas de la aleación de aluminio A356</i>	78
Fig. 50	<i>Eficiencia de absorción de energía Ideal de las espumas fabricadas con adición de (a) Alúmina, (b) Barita y (c) Wollastonita y 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub> como agente espumante</i>	80
Fig. 51	<i>Eficiencia de absorción de energía de las espumas de aluminio A356 producidas usando (a) Alúmina, (b) Barita y (c) Wollastonita y 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub></i>	82
Fig. 52	<i>Diagrama de estabilidad de fase del [Al-Mg]<sub>aleación</sub>-(xAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>agente espesante</sub>-(xCaCO<sub>3</sub>)<sub>agente espumante</sub> a 973 K. (M) MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>; (A) Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>; (C) CaAl<sub>4</sub>O<sub>7</sub>; (L) líquido.</i>	85
Fig. 53	<i>Diagrama de estabilidad de [Al-Mg]<sub>aleación</sub>-(xAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>agente espesante</sub>-(xCaCO<sub>3</sub>)<sub>agente espumante</sub> a 1073 K. (M) MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>; (A) Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>; (C) CaAl<sub>4</sub>O<sub>7</sub>; (O) Al<sub>4</sub>O<sub>4</sub>C; (L) líquido</i>	86
Fig. 54	<i>Diagrama de estabilidad de [Al-Mg]<sub>alloy</sub>-(xAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>agente espesante</sub>-(xCaCO<sub>3</sub>)<sub>agente espumante</sub> at 1173 K. (M) MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>; (A) Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>; (C) CaAl<sub>4</sub>O<sub>7</sub>; (O) Al<sub>4</sub>O<sub>4</sub>C; (L) líquido</i>	86

## Lista de Tablas

<i>Tabla 1</i>	<i>Materiales y Equipo utilizado en este trabajo</i>	47
<i>Tabla 2</i>	<i>Composición química de la aleación A356 producida</i>	48
<i>Tabla 3</i>	<i>Característica de los agentes espesantes y espumantes utilizados</i>	48
<i>Tabla 4</i>	<i>Pruebas de espumación realizadas variando el contenido del agente espumante</i>	50
<i>Tabla 5</i>	<i>Densidades experimentales y Porosidad de las espumas de aluminio A356</i>	61
<i>Tabla 6</i>	<i>Resultados del microanálisis cualitativo mediante MEB</i>	65
<i>Tabla 7</i>	<i>Compuestos formados en las espumas de aluminio A356 con adición de alúmina como agente espesante</i>	70
<i>Tabla 8</i>	<i>Compuestos formados en las espumas de aluminio A356 con adición de barita como agente espesante</i>	71
<i>Tabla 9</i>	<i>Compuestos formados en las espumas de aluminio A356 con adición de wollastonita como agente espesante</i>	72
<i>Tabla 10</i>	<i>Propiedades Mecánicas y capacidad de absorción de energía de las espumas de aluminio A356 producidas</i>	77

## RESUMEN

En este trabajo se fabricaron espumas de aluminio A356 de celda cerrada mediante la adición de agentes espesantes y carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) como agente espumante. Se utilizaron tres agentes espesantes: Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), barita ( $\text{BaSO}_4$ ) y wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ), el primero se utiliza en el proceso convencional Alporas; mientras que la barita y wollastonita se proponen como agentes espesantes alternativos.

Las espumas de aleación de aluminio A356 se fabricaron utilizando 1 % en peso de agente espesante en relación a la carga metálica y se utilizó 1,2 y 3% en peso de  $\text{CaCO}_3$ . Se determinó que la mayor expansión de la espuma metálica se obtuvo con la adición de 1% de wollastonita, seguido de la barita (1%) y alúmina (1%) con 1% de carbonato de calcio como agente espumante.

Se determinaron las características estructurales de las espumas fabricadas mediante microscopia óptica (porosidad y tamaño de celda) en función de la densidad relativa. El análisis microestructural mediante microscopia electrónica de barrido con microanálisis reveló que las partículas adheridas a la estructura de la espuma debido al proceso de espumación corresponden a los compuestos  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$  and  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ,  $\text{Al}_4\text{SiC}_4$ , lo que indica que se llevan a cabo reacciones entre los componentes del baño metálico y los agentes espesantes y espumantes.

Se obtuvieron diagramas de estabilidad del proceso de espumación mediante un análisis termodinámico con el software Factsage y el módulo Equilib a 973, 1073 y 1173 K. poro. Los diagramas confirman la formación de los compuestos cerámicos determinados experimentalmente.

Las espumas fabricadas se caracterizaron mediante pruebas de compresión para determinar su capacidad de absorción de energía. Se determinó que las espumas producidas con adición de wollastonita muestran la porosidad más elevada  $\approx 86\%$  con la menor densidad relativa de 0.137, pero con los menores valores de absorción de energía  $1.40 \text{ MJ m}^{-3}$ . Por otro lado las espumas con adición de barita muestran una buena combinación de propiedades estructurales y mecánicas, con una porosidad de 83%, densidad relativa de 0.178 y una capacidad de absorción de  $3.81 \text{ MJ m}^{-3}$ . Las espumas producidas con alúmina muestran valores intermedios de porosidad y densidad.

Las espumas producidas con barita muestran la mejor eficiencia de absorción de energía, lo cual indica que puede ser usado como un potencial agente espesante para producir espumas de aluminio.

## ABSTRACT

In this work, closed cell A356 aluminium alloy foams were successfully fabricated by addition of thickening and calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) as foaming agent. Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), barite ( $\text{BaSO}_4$ ) y wollastonite ( $\text{CaSiO}_3$ ) were used as thickening agents, the first is used in Aploras conventional process; while barite and wollastonite are proposed as alternative thickening agents.

A356 aluminium alloy foams were manufactured by 1 wt% of thickening agent in relation to the molten metal and 1, 2 and 3 wt% of  $\text{CaCO}_3$  was added. The maximum expansion was obtained with 1 wt% of wollastonite, followed of barite (1%) and alumina (1%) with 1 wt% of calcium carbonate as foaming agent.

Structural features of manufactured foams were determined by Optical Microscopy (porosity and cell size) in relation on relative density. Microstructural analysis by Scanning electronic Microscopy with microanalysis showed that the particles found on the metallic foams structure due the foaming process correspond to the compounds  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$  and  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ,  $\text{Al}_4\text{SiC}_4$ , this results suggest that some reactions are carried out between the components of molten metal and thickening and foaming agents.

Foaming process stability diagrams was obtained by thermodynamic analysis with Factstage software and Equilib module at 973, 1073 and 1173 K. The diagrams confirm the formation of ceramic composites determined experimentally.

The metallic foams produced were evaluated by compression tests in order to determine their absorption energy capacity. It was determined that the foams with addition of wollastonite showed the highest porosity 86% with the lowest value of relative density 0.137, but with the lowest energy absorption capacities  $1.40 \text{ MJ m}^{-3}$ . On the other hand the foams with addition of barite showed a good combination of structural and mechanical properties, such as 83% porosity, relative density of 0.178 and energy absorption capacity of  $3.81 \text{ MJ m}^{-3}$ . Foams obtained with alumina additions showed intermediate values of porosities, densities and mechanical properties.

The foam produced with barite addition show the best behaviour of energy absorption capacity, this means that barite can be used as a potential thickener agent in order to produce aluminium alloy foams with addition of  $\text{CaCO}_3$  as foaming agent.

## 1. Introducción

Las estructuras celulares se encuentran difundidas en materiales naturales – huesos, madera, en la estructura de las hojas, etc. Estas estructuras combinan una relativa alta rigidez y resistencia con una baja densidad y son generalmente utilizadas en situaciones donde el peso necesita ser minimizado frecuentemente con el tamaño y la forma de las celdas adaptadas a los requisitos en diferentes partes de la estructura para mejorar la eficiencia <sup>[1]</sup>.

Las espumas metálicas son una nueva clase de materiales celulares especiales, innovadores y con prometedoras perspectivas de aplicaciones futuras, ya que poseen atractivas propiedades físico-químicas, mecánicas y estructurales propias del metal del que están formadas y otras derivadas de la estructura porosa <sup>[2]</sup>. Estas estructuras celulares combinan una relativa alta rigidez y resistencia con una baja densidad, y son generalmente usadas en circunstancias donde el peso necesita ser minimizado, frecuentemente con el tamaño y la forma de las celdas (poros) ajustadas a los requerimientos en diferentes partes de la estructura para mejorar la eficiencia. Las estructuras celulares proporcionan una mejora en la resistencia al daño o fractura repentina, como su estructura es relativamente abierta pueden absorber grandes esfuerzos de tensión y compresión <sup>[3]</sup>.

Las espumas metálicas se clasifican en dos categorías: espumas de celda cerrada, las cuales contienen los poros sellados y espumas de celda abierta, donde la porosidad esta interconectada.

Los procesos de espumas metálicas por la vía líquida son económicamente muy atractivos, ya que permite la producción de grandes cantidades de material; procesos como Hydro/Alcan desarrollados a finales de 1980 y principios de 1990<sup>[4]</sup>, involucran la inyección de un gas (aire, nitrógeno o argón) para generar las burbujas de aire en el metal líquido y mediante impulsores rotatorios o soplates vibratorios, que producen una mezcla viscosa que flota en la superficie del líquido formando una masa uniforme de burbujas de gas en el líquido. El proceso Alporas patentado por Shinko Wire Company Ltd. Japón; consiste en agregar gas al metal fundido mediante un agente espumante o compuesto que al descomponerse a una determinada temperatura, emite un gas que inicia el proceso de espumado. Usando un agente espumante sólido es posible dispersar el gas de manera más uniformemente en todo el metal fundido, dando un mayor control sobre la localización y tamaño de los poros de forma que puedan obtenerse de tamaño más pequeño y con una distribución más uniforme <sup>[5]</sup>. A diferencia del proceso de inyección de gas, este proceso se puede aplicar a gran

escala con buena reproducibilidad y control del proceso, bajo costo y las espumas que se obtienen son dúctiles <sup>[3]</sup>.

Entre las diversas aplicaciones que tienen las espumas metálicas, se cuentan la fabricación de estructuras ligeras, filtros, intercambiadores de calor, paneles de absorción de ruido, dispositivos de amortiguamiento mecánico, electrodos, sensores en implantes biomédicos, estructuras y dispositivos para absorción de energía de impacto <sup>[6]</sup>.

En particular las espumas de aluminio radican en una combinación de propiedades que no muestran algún otro material – un muy elevado esfuerzo de compresión, baja densidad y la capacidad para someterse a un alto grado de deformación plástica a un casi constante esfuerzo elástico, por lo que dos principales usos han sido sugeridos: como un absorbedor de impacto y como un material estructural ligero <sup>[7]</sup>.

En la actualidad las espumas metálicas son comerciales y existen en un sin número de aplicaciones, por ejemplo: en la industria del transporte, aeroespacial, de la construcción, eléctrica, etc.

Aunque las espumas metálicas muestran un considerable potencial, existen obstáculos para su producción y uso generalizado. Una es la dificultad de producción en masa a costos razonables, muchos de los procesos desarrollados incorporan muchos pasos complejos y materiales de elevado costo o bien son muy sensibles a los parámetros de producción. Otros involucran el uso de aditivos muy costosos <sup>[3]</sup>.

En este contexto surge la necesidad de encontrar mejoras en los procesos de fabricación para obtener espumas de más alta calidad, con propiedades más homogéneas y reproducibles y obtenidas a un menor costo. La reducción en costos de fabricación se está enfocando en la utilización de materias primas más económicas, la eliminación o simplificación del número de etapas de fabricación y la reducción de escorias o fracciones de material rechazado <sup>[5]</sup>.

En este trabajo se fabricaron espumas de celda cerrada de aleación de aluminio A356 mediante la adición de carbonato de calcio como agente espumante, se propone el uso de dos agentes espesantes alternativos (barita y wollastonita) al utilizado industrialmente (alúmina). Las espumas fabricadas con los tres agentes espesantes, se evaluaron microestructuralmente y mecánicamente mediante microscopía óptica, MEB y pruebas de compresión, respectivamente.

## 2. Antecedentes

### 2.1 Materiales celulares: Espumas Metálicas

Estructuras naturales como el hueso, la madera, las hojas son ejemplos de materiales porosos, los cuales han existido por miles de años, demostrando como la evolución genera estructuras celulares que optimizan las propiedades mecánicas y la función estructural con un peso mínimo <sup>[4]</sup>.

Puede definirse a un sólido celular como aquel formado por una red de celdas poliédricas ó poligonales unidas entre si formando mallas bidimensionales o tridimensionales <sup>[8]</sup>. Estos materiales son sumamente porosos, lo que se ve reflejado en la densidad relativa definida como  $\rho^*/\rho_s$ , donde  $\rho^*$  es la densidad del material celular y  $\rho_s$  la densidad del material que forma el sólido macizo. Los sólidos celulares pueden distinguirse de los sólidos porosos de acuerdo al siguiente criterio: Si la relación  $\rho^*/\rho_s$  es mayor a 0.3 es un sólido poroso y si esta relación es menor a 0.3, se considera como un sólido celular.

La figura 1 muestra de forma esquemática la diferencia entre un sólido celular y un material poroso:

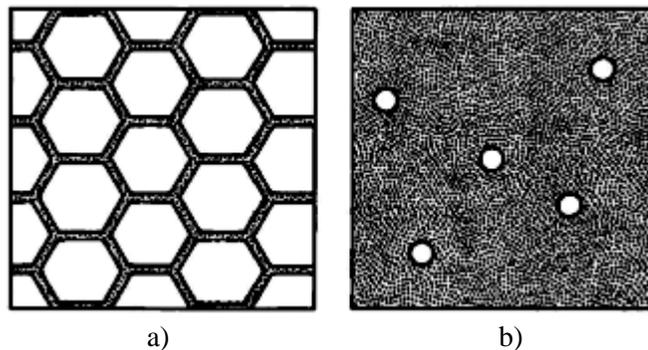


Fig. 1 Esquema que representa a) un sólido celular y b) un material poroso <sup>[8]</sup>

Los materiales celulares pueden alcanzar densidades relativas del orden de  $10^{-3}$ , siendo usuales para esta propiedad física valores en el intervalo de 0.03 a 0.2.

De acuerdo a su origen los sólidos celulares se clasifican en 1) materiales naturales (madera, corcho, esponja, coral y hueso) y 2) materiales artificiales (espumas, poliuretano, polietileno, paneles de abeja, pan y otros comestibles).

Utilizando la información que las estructuras naturales nos proporcionan, hoy en día se han podido producir sólidos celulares hechos por el hombre. La pared celular del material tiene que ser seleccionada muy cuidadosamente si se espera que la estructura soporte cargas. Los polímeros presentan poca rigidez y los cerámicos son bastante frágiles. Tal vez los metales puedan ser la mejor elección, muchas de las propiedades ingenieriles de las espumas metálicas son superiores a las poliméricas, tales como: elevada rigidez, estables a elevadas temperaturas, poseen una resistencia superior al fuego, inclusive estos materiales son completamente reciclables sin ningún problema de contaminación o desperdicio <sup>[4]</sup>.

## 2.2 Estructura

Las espumas se dividen en dos categorías: celda abierta, cuando el material se encuentra contenido únicamente en los bordes de las celdas y de celda cerrada, cuando el material esta contenido tanto en los bordes como en las caras laterales de las celdas, aislando cada una de estas de las demás adyacentes. En la figura 2, se observan ejemplos de la estructura de materiales sólidos celulares <sup>[6]</sup>.

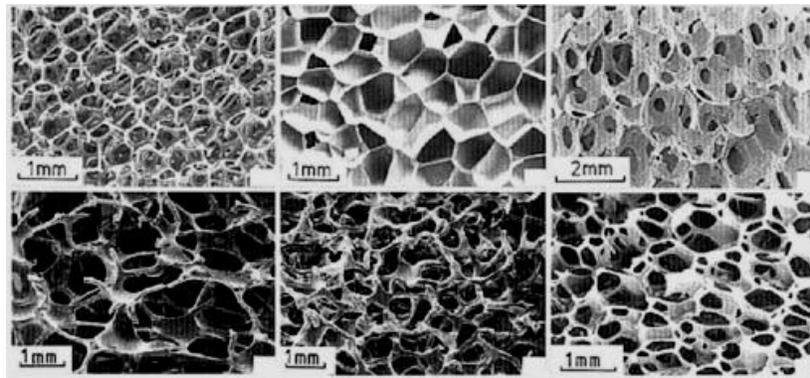


Fig. 2 Estructura tridimensional de materiales sólidos celulares <sup>[8]</sup>

Las conectividades, formas y tamaños de las celdas son muy variables. La distribución de tamaños de celda en algunas espumas es aleatoria. En un mismo cuerpo pueden encontrarse celdas muy pequeñas y celdas de tamaño varias veces mayor que las primeras. Esta gran dispersión no indica un material anisotrópico. La anisotropía se genera cuando las paredes de las celdas se orientan en una determinada dirección <sup>[6]</sup>.

La caracterización estructural de un sólido celular está referida a los siguientes parámetros: material que constituye al sólido, densidad, tipo de celda (abierta o cerrada), conectividad de bordes, conectividad de caras, número de bordes promedio por cara, número de caras promedio por celda, forma de la celda, simetría de la estructura, espesor de los bordes, espesor de las caras, fracción del material en los bordes de las celdas y otras características específicas <sup>[6]</sup>.

A pesar de que el interés en el uso de este tipo de materiales se ha ido incrementando, existe confusión en lo que se refiere al término espuma metálica, por lo que Banhart <sup>[9]</sup> propuso varias definiciones, las cuales se describen a continuación y se observan en la Figura 3.

Espuma Metálica (sólida): Las espumas son casos especiales de metales celulares. Una espuma sólida se origina de una espuma líquida en la cual las burbujas de gas están finamente dispersadas en el líquido. Las células son cerradas redondas o polihedrales y están separadas una de otra por una capa delgada.

a) Metal celular: Es un metal en el cual los espacios están divididos por células bien determinadas. Los límites de estas celdas son de metal sólido y en el interior son espacios vacíos. En un sistema ideal, las células individuales están separadas una de la otra por metal, pero en realidad esto no sucede.

c, e) Esponja Metálica: En una esponja, los espacios son llenados con metal, formando una red continua y coexistiendo con una red de espacios vacíos los cuales también están interconectados (célula abierta), o esferas huecas sinterizadas sino se restringe la condición de que la célula tiene que ser cerrada, caso (c)

d) Metal Poroso: Es un tipo de metal celular en que los poros están normalmente aislados uno de otros, producto de gases atrapados y se caracterizan por tener una superficie lisa.

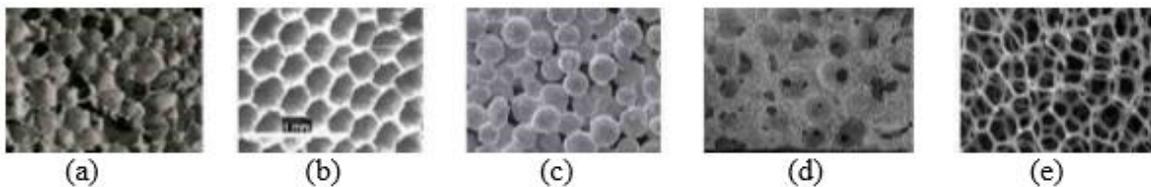


Fig. 3 (a) Espuma Metálica, (b) Metal Celular, (c, e) Esponja Metálica, y (d) Metal Poroso.

Las burbujas de igual tamaño forman una espuma monodispersa; mientras que la espuma es polidispersa, si las burbujas muestran una amplia variedad en tamaño <sup>[10]</sup>. La espuma líquida es una estructura metaestable. La formación de espuma produce al principio una estructura esférica, figura 4(a). El líquido se drena de la estructura de espuma esférica, mientras se forma una estructura de transición, figura 4(b) y finalmente una estructura de espuma poliédrica, figura 4(c).

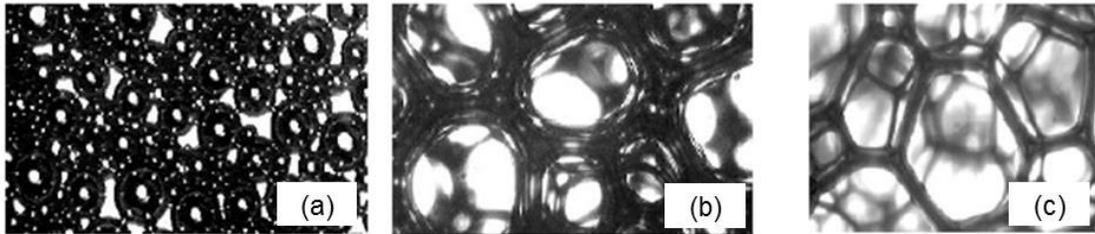


Fig. 4 Drenado del líquido, formando estructuras a) esférica, b) de transición y c) poliédrica

Durante la vida de la espuma, las burbujas las cuales componen la estructura esférica, finalmente se transforman en celdas. La figura 5 muestra los principales elementos estructurales de una celda son: pared celular, frontera de meseta (borde y strut) y vértice (nodo). El tamaño de celda es también un importante parámetro, el cual se correlaciona con la densidad relativa y la influencia de las propiedades <sup>[11]</sup>. La pared celular (algunas veces llamada cara celular) es una delgada película o membrana terminada por los bordes de Plateau. El grosor de la pared celular es diferente dependiendo del material de la espuma. Las espumas acuosas tienen el grosor más bajo (10 nm), mientras que las espumas metálicas el más alto (200  $\mu\text{m}$ ).

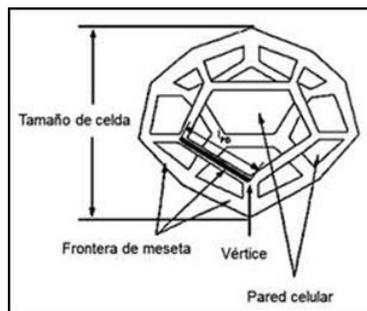


Fig. 5 Estructura de la celda.

Las espumas de celda cerrada a veces se someten a un proceso adicional llamado reticulación, en el cual las paredes de las celdas sufren rupturas dando como resultado espumas de celda abierta (figura

6(a) <sup>[12]</sup>. La evolución de vida de la estructura de la espuma está estrechamente relacionada con la variación de densidad relativa de la propia espuma. Un elevado valor de densidad relativa da como resultado estructuras esféricas y con pequeños valores de densidad se obtienen espumas poliédricas. Usualmente las espumas son poliédricas si la densidad relativa está por debajo de 0.1.

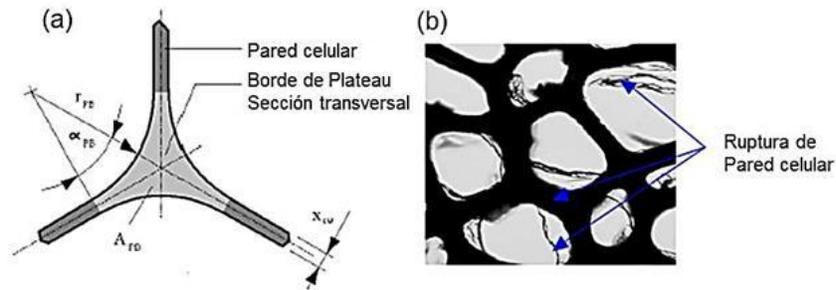


Fig. 6 (a) Esquema de frontera de Plateau, (b) Paredes celulares abiertas de poliuretano con residuos de películas.

Con los recientes métodos de formación de espuma por vía líquida y el estado actual de la ciencia, solamente espumas de celda cerrada pueden ser producidas por esta ruta. Las celdas son usualmente construidas generalmente a partir de diferentes poliedros. La minimización del área superficial y de las reglas de meseta (Plateau) determina la forma de ellas. Las reglas de Plateau considera que: No más de tres paredes celulares pueden juntarse en una línea, y no más de cuatro de estas líneas pueden juntarse en un vértice <sup>[13]</sup>.

Las espumas metálicas, muestran estructuras similares a otras espumas no metálicas. La jerarquía de los parámetros estructurales descritos es más compleja para metales en masa <sup>[14]</sup>. La distribución uniforme de tamaño de celda es el parámetro clave de la aplicación de una espuma. La microestructura del metal en las espumas (grano, límite de grano, precipitados, dislocaciones, etc.) tiene una gran influencia sobre las propiedades mecánicas.

La microestructura de la espuma metálica es similar a la microestructura piezas producidas en fundición. Dependiendo de la composición química y el historial térmico, dendritas metálicas, celdas eutécticas, precipitados y diversas partículas aglomeradas pueden ser encontradas <sup>[14]</sup>.

## **2.3 Fabricación de espumas**

Hoy en día se han desarrollado una amplia variedad de procesos para producir espumas, comenzando con técnicas de espumación generales aplicables para casi cualquier metal hasta procesos altamente específicos <sup>[3]</sup>. Los sólidos celulares pueden elaborarse a partir de casi cualquier material. Los materiales más utilizados son los polímeros, pero pueden también utilizarse metales, cerámicos, vidrios e incluso materiales compuestos <sup>[6]</sup>. Aunque los procesos de fabricación son numerosos y muy variados se pueden resumir en los siguientes: 1) Mediante agentes expansivos (polímeros y vidrios); 2) Inclusión de sólidos en estado líquido (espumas metálicas); 3) Anodizado (proceso en sólido para espumas metálicas) y 4) Sinterización (proceso en sólido para espumas metálicas)

Los procesos usados para fabricar una espuma metálica determinan las propiedades de la espuma, incluyendo el nivel de porosidad, la naturaleza, la escala, la forma y la uniformidad de las regiones porosas, y la unión con la cual las regiones porosas están interconectadas. El grado de reproducibilidad es importante: algunos procesos que son excesivamente sensibles con ligeras variaciones en los parámetros del proceso es probable que produzcan espumas menos uniformes, susceptibles a la presencia fallas y defectos. Por último, pero no menos importante, la complejidad y la velocidad del proceso, el proceso puede ser continuo o en etapas, y si el proceso elegido es capaz de producir componentes espumados de forma completa (evitando la necesidad de un subsecuente maquinado) el cual afectara directamente el costo del producto final <sup>[3]</sup>.

### **2.3.1 Espumas no-metálicas**

La espuma acuosa es una aglomeración de burbujas separadas una de otra por una película líquida, que es casi, pero no del todo agua. Este es considerado como un sistema modelo para las investigaciones de espumas, debido al fácil manejo de condiciones (temperatura ambiente, presión atmosférica y la ausencia de materiales peligrosos). Esta puede ser producida por la adición de agentes activadores de superficie al agua, tales como, detergentes, moléculas poliméricas y partículas coloidales y aplicando alguno de los métodos mencionados anteriormente. Alimentos en presentación de espuma son uno de los ejemplos más amplios de espumas acuosas. Por ejemplo, un pan bien hecho depende tanto del tiempo y velocidad de mezclado de la masa. Un mezclado lento da

como resultado poros grandes y el colapso de burbujas durante el proceso de obtención. Una de las más grandes aplicaciones industriales de las espumas acuosas es en la flotación, donde partículas de mineral pueden ser separadas debido a las burbujas que ascienden. Mientras el mineral valor es colectado en la espuma y los desperdicios se quedan en el fondo del lodo líquido. La eficiencia de recuperación del proceso y la vida de la espuma dependen fuertemente de la humectabilidad, tamaño y forma de las partículas <sup>[15]</sup>.

### **2.3.2 Espumas poliméricas**

Son usadas en estado sólido. Espumas poliméricas de celda abierta o cerrada son ampliamente producidas en todo el mundo. Las espumas poliméricas son las más producidas debido a la nucleación de burbujas de diferentes gases disueltos en la matriz polimérica. La nucleación puede darse por sí misma o puede ocurrir sobre la superficie de un agente nucleante. La solubilidad de los gases en la mayoría de los polímeros puede disminuir por el incremento de la temperatura y por la disminución de presión. En algunos procesos de espumas poliméricas, los monómeros son usados al principio de la producción. El gas puede desarrollarse de la reacción de monómeros. Las espumas poliméricas son los materiales más suaves ( $E=0.24 - 1.2$  MPa) y los mejores aisladores de calor ( $\lambda=0.013 - 0.06$  W/m K. Se consideran como espumas flexibles, (suaves) y espumas rígidas (aisladores de calor). La mayor aplicación en la industria de espumas flexibles es: transporte, alfombras, envases, juguetes, empaquetadoras, para atenuar el sonido y en zapatos. Los mercados de espuma rígida incluyen las siguientes industrias: edificios y construcción, envasado, flotación (barcos), contenedores de comida y bebidas <sup>[16]</sup>.

### **2.3.3 Espumas Metálicas**

Las propiedades de la espuma metálica y otras estructuras metálicas celulares dependen de las propiedades del metal, de la densidad relativa y de la topología de la celda (por ejemplo: celda abierta o cerrada, tamaño de celda, etc.). Las espumas metálicas son fabricadas por alguno de los nueve procesos enlistados abajo.

1. Burbujeo de gas a través del metal fundido, aleaciones Al-SiC o Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Utilizado en el procesamiento de aleaciones Al-Mg
2. Por agitación de un agente espumante (típicamente TiH<sub>2</sub>) dentro de una aleación fundida (típicamente una aleación de aluminio) y controlando la presión mientras se enfría. Utilizado en el procesamiento de Al
3. Consolidación de un polvo metálico (aleaciones de aluminio son las más comunes) con un agente espumante (típicamente TiH<sub>2</sub>) seguido de un calentamiento en estado pastoso cuando el agente espumante libera hidrógeno, expandiendo el material. Utilizado en el procesamiento de Al, Zn, Fe, Pb, Au
4. Manufactura de un molde cerámico de un precursor de resina o espuma polimérica, seguido de la eliminación del precursor y la presión de infiltración con el metal fundido o una suspensión de polvo metálico el cual es después sinterizado. Utilizado en el procesamiento de Al, Mg, Ni-Cr, acero inoxidable, Cu
5. Deposición fase vapor o electrodeposición del metal sobre una espuma de polímero la cual es subsecuentemente quemada o eliminada, dejando los bordes de las celdas con núcleos huecos. Utilizado en el procesamiento de Ni, Ti
6. Atrapamiento de gas inerte a alta presión por presión isostática en caliente de un polvo (HIPing), seguida por la expansión del gas a elevada temperatura. Utilizado en el procesamiento de Ti
7. Sinterizado de esferas huecas, hecho por un método de sinterizado modificado o de un metal – óxido o esferas de hidruro seguido de la reducción o deshidratación o por deposición – vapor sobre las esferas de polímero Utilizado en el procesamiento de Ni, Co, y aleaciones Co-Cr
8. Co-presión de un polvo metálico, con un polvo lixiviable o infiltración a presión de un lecho de partículas lixiviables por un metal líquido, seguido de lixiviación para dejar un esqueleto de espuma metálica. Utilizado en el procesamiento de Al y utilizando sal como material lixiviable

- Disolución de gas (típicamente hidrógeno) en un metal líquido bajo presión, permitiendo su liberación controlada durante la subsecuente solidificación. Utilizado en el procesamiento Cu, Ni y Al

Solo los primeros cinco procesos han sido llevados a nivel comercial. Cada método puede ser usado con un subconjunto de metales, para crear un material poroso con un intervalo limitado de densidades y tamaños de celda. La figura 7 muestra los intervalos de tamaños de celda, tipo de celda (cerrada o abierta) y densidades relativas que pueden ser producidas con los procesos actuales <sup>[11]</sup>.

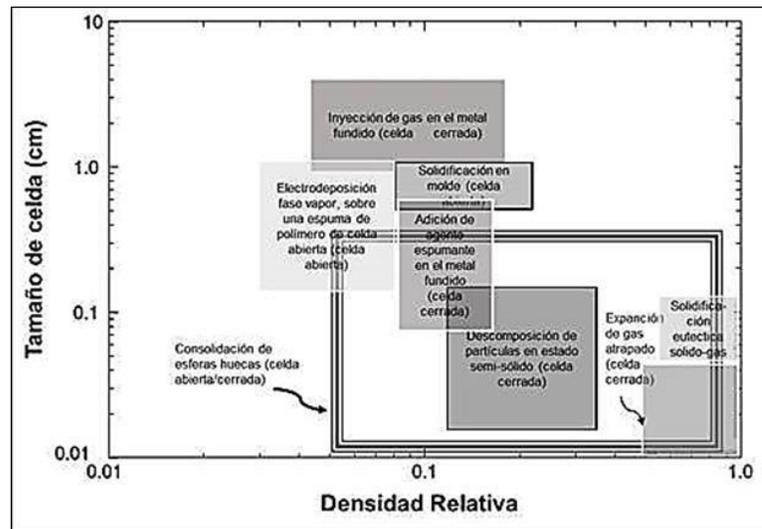


Fig.7 Intervalos de tamaños de celda y densidad relativa de las diferentes espumas metálicas obtenidas con los procesos actuales <sup>[11]</sup>.

### 2.3.3.1 Tipos de espumas metálicas y su producción

Se han desarrollado un amplio intervalo de procesos para producir espumas metálicas, que van desde técnicas generales de espumación aplicables a casi cualquier metal a procesos especializados y altamente específicos. Los procesos usados para obtener espumas metálicas definen muchas de las propiedades de la espuma, incluyendo el nivel de porosidad, el tamaño, la forma y la uniformidad de las regiones porosas y la medida en que las regiones porosas están interconectadas. La microestructura del metal original es también importante, algunos procedimientos presentan limitaciones para trabajar con algunos metales o aleaciones, siendo necesario adicionar materiales

que pueden ser perjudiciales para las propiedades mecánicas. El grado de reproducibilidad de un proceso es también importante: algún proceso que es excesivamente sensible a ligeras variaciones en los parámetros de procesamiento, es probable que produzca espumas menos uniformes, susceptibles a la presencia de defectos. Por último, la complejidad y rapidez del proceso, si se puede ejecutar continuamente o como un proceso por lotes y si es capaz de producir componentes espumados de forma completa (evitando el proceso de un mecanizado posterior) el cual afecte al costo del producto final <sup>[3]</sup>.

La figura 8 muestra que los procesos de obtención de metales celulares se clasifican en procesos de estado líquido, estado sólido y deposición.

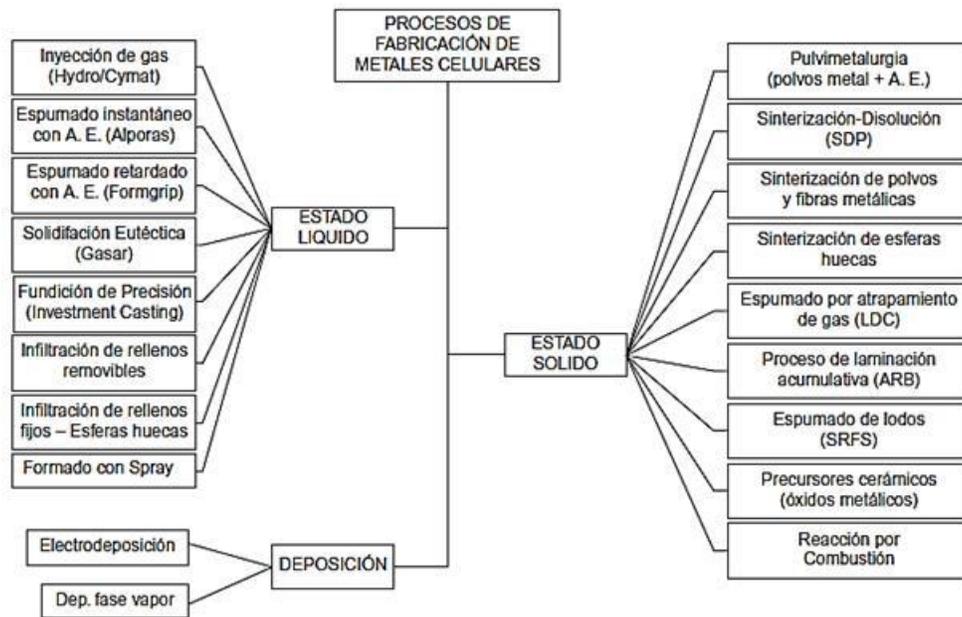


Fig. 8 Procesos de fabricación de metales celulares

Se describen los procesos más importantes obtenidos mediante la vía líquida, principalmente el proceso Alporas, el cual fue utilizado en este trabajo.

### 2.3.3.1.1 Producción de espuma de celda cerrada

Metales fundidos pueden ser espumados, creando burbujas de gas en el metal líquido, el cual ha sido previamente preparado para que la espuma se pueda formar y esta sea suficientemente estable durante su procesamiento. Esto se logra mediante la adición de polvos finos cerámicos o elementos de aleación en el metal líquido, los cuales promueven la formación de partículas estabilizadoras.

Actualmente tres maneras de espumar metales fundidos son conocidas: 1) por inyección de gas dentro del metal líquido; 2) liberando gas en el metal líquido por la adición de un agente espumante sólido que libera gas a determinadas condiciones de operación y 3) Precipitación de un gas el cual fue previamente disuelto en el líquido <sup>[17]</sup>.

#### 1. Inyección de gas en el metal líquido (burbujas de aire)

Metales puros líquidos no pueden ser fácilmente espumados por burbujeo de gas en el seno del metal <sup>[11]</sup>. Este método se utiliza ampliamente para el aluminio y sus aleaciones, utiliza partículas de carburo de silicio, óxido de aluminio u óxido de magnesio, para aumentar la viscosidad, luego se inyecta un gas (aire, nitrógeno o argón) de modo que genere burbujas muy finas en el seno del líquido, esta mezcla flota y se torna en una espuma líquida, la cual se extrae y se deja solidificar como se observa en la figura 9 <sup>[6]</sup>.

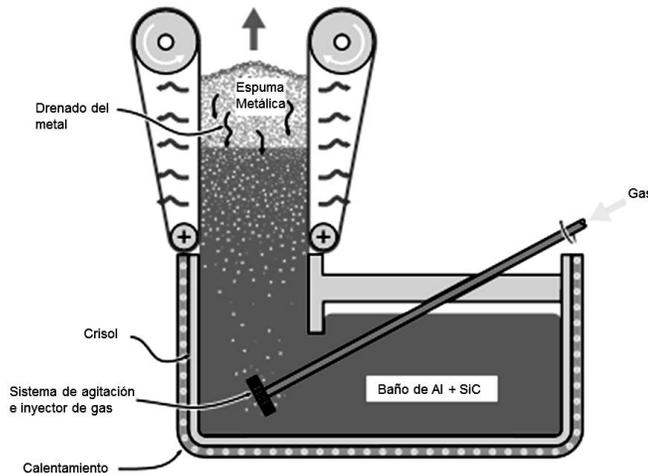


Fig. 9 Fabricación de espuma de aluminio por el método de inyección de gas en el seno del metal líquido (proceso CYMAT e HYDRO) <sup>[11]</sup>

La clave de este método para producir espumas metálicas de buena calidad es una eficiente dispersión de burbujas finas y mantenerlas el tiempo suficiente para que la solidificación ocurra antes de que las burbujas escapen. Este tipo de proceso ha sido comercializado por Norcks Hydro, Alcan and Cymat Corporation <sup>[18, 19]</sup>.

## 2. Adición de agente espumante

Una segunda alternativa para espumar metales directamente es mediante la adición de un agente espumante en lugar de inyectar gas dentro del metal líquido <sup>[20-25]</sup>. En lugar de generar burbujas de gas mediante la inyección de gas directamente en el seno del metal líquido, se utiliza un agente espumante químico en polvo, el cual es estable a temperatura ambiente, pero que libera gas al aumentar la temperatura del metal, el cual puede ser agitado dentro del metal en estado líquido <sup>[20, 21]</sup>. El hidruro de titanio es uno de los agentes espumantes más usados comercialmente, el cual se descompone en titanio y gas hidrógeno a temperaturas mayores de 400°C, de acuerdo a la reacción (1)



El agente espumante se descompone bajo la influencia de calentamiento y libera gas, el cual propicia el proceso de espumación. Este proceso se observa en la figura 10.

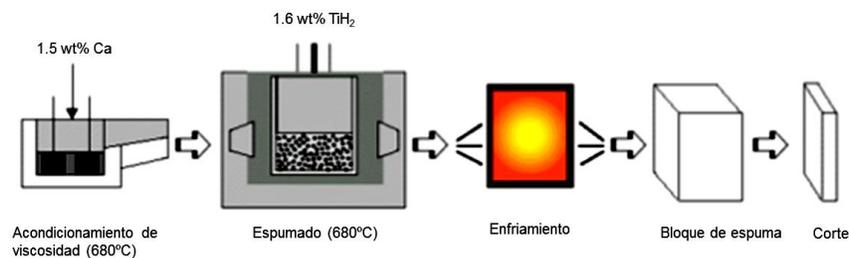


Fig. 10 Proceso de espumado con agente espumante

En esta técnica, calcio metálico es agregado al aluminio fundido a 680°C. El metal es agitado durante varios minutos, durante los cuales la viscosidad incrementa continuamente, debido a la formación de óxido de calcio (CaO), aluminato de calcio (CaAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) e inclusive el intermetálico Al<sub>4</sub>Ca, los cuales espesan al metal líquido (incrementan la viscosidad).

En la producción actual de espumas, usualmente se adiciona de 1.5- 3 %Ca. Después de que la viscosidad se incrementa, se adiciona hidruro de titanio ( $TiH_2$ ) típicamente 1.6 %, el cual funciona como agente soplante o espumante, debido a la liberación de gas hidrógeno en el metal líquido viscoso. El metal comienza a expandirse lentamente y gradualmente llenando el crisol o recipiente que lo contiene. El espumado se lleva a cabo a una presión constante. Después del enfriamiento a una temperatura menor a la temperatura de fundición de la aleación, la espuma líquida se transforma a una espuma de aluminio sólida, que puede ser extraída del molde para ser procesada posteriormente. Se ha demostrado que con un cuidadoso ajuste en los parámetros del proceso permiten la obtención de espumas muy homogéneas. De hecho, las espumas producidas mediante este proceso son llamadas comercialmente Alporas, estas espumas parecen ser las espumas de aluminio más homogéneas actualmente disponibles <sup>[26]</sup>.

En la literatura el hidruro de zirconio ( $ZrH_2$ ) también ha sido recomendado como un agente espumante, para la producción de espumas de aluminio con concentraciones recomendadas entre 0.5 y 0.6 % <sup>[27]</sup> y temperaturas de espumado en un intervalo de 670 a 750°C. Algunos esfuerzos para hacer más eficiente el proceso de fabricación y/o la producción de espumas de forma compleja han sido promovidos. Ha sido grande la demanda de este tipo de materiales que inclusive aleaciones ferrosas pueden ser espumadas de una manera similar a las de aluminio y otras aleaciones con bajo punto de fusión, inyectando una mezcla de un agente espumante y un estabilizador de espuma.

Una desventaja de este proceso es el alto costo del agente espumante y del calcio usado para incrementar la viscosidad. Aunque el proceso es efectivo para producir grandes cantidades de espumas con forma regular, el requisito de agitación del volumen completo para dispersar el agente espumante en todo el volumen de masa, también significa que el proceso no es posible para fabricar componentes completos de forma compleja <sup>[28, 29]</sup>.

### *3. Precipitación de un gas el cual fue previamente disuelto en el líquido*

En esta categoría se encuentra el proceso de sistemas de Aleación con una fase volátil, el cual se observa en la figura 11. Se funde un metal dentro de un contenedor a presión junto con otro metal de un punto de fusión considerablemente más bajo. El sistema se calienta a una temperatura donde el componente más volátil se evapora. La elevada presión causa que el metal comience a súper-

saturarse con el vapor del metal volátil. La presión se incrementa repentinamente, promoviendo la rápida expansión de la fase volátil contenida dentro del metal líquido, produciendo una espuma de poro cerrado con diámetros de 1 a 3 mm.

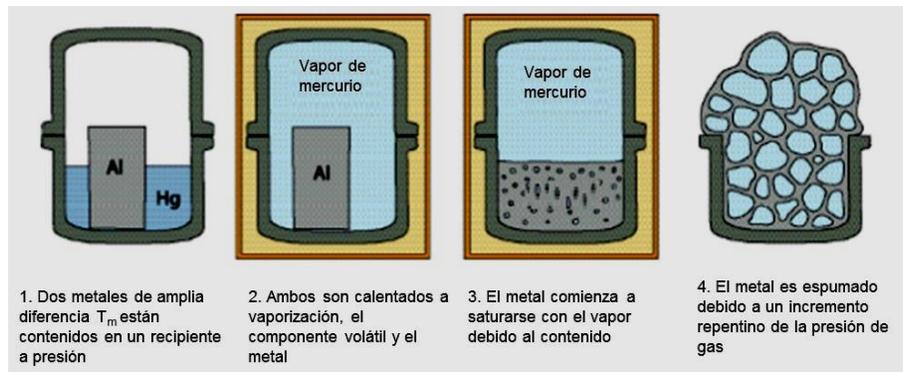


Fig. 11 Producción de una espuma por expansión de una fase volátil súper-saturada

Los metales sugeridos para este tipo de proceso son: mercurio, magnesio, zinc y cadmio, los cuales son escasos y el proceso involucra el manejo rápido de los metales expandiéndose a elevadas temperaturas <sup>[30, 31]</sup>.

En el proceso FORMGRIP (espumado de un metal reforzado por liberación de gas en precursores) recientemente desarrollado por Gegerly y colaboradores <sup>[32, 33]</sup>, un precursor espumable es producido usando metal líquido, como se muestra en la figura 12. El agente espumante  $TiH_2$ , se somete a un tratamiento térmico por 24 horas a  $400^\circ C$  y después por una hora a  $500^\circ C$ , para generar una barrera de difusión de  $TiO_2$  sobre la superficie <sup>[34]</sup>. Esto retarda la evolución del hidrógeno suficientemente para que el  $TiH_2$  pueda dispersarse profundamente dentro del aluminio líquido, y el metal solidifique, antes de que el proceso de espumado se lleve a cabo. El agente espumante es mezclado con aluminio en polvo en una relación de peso 1:4 antes de la adición, para facilitar el proceso de mezclado. Con el objetivo de estabilizar la espuma líquida aproximadamente 10% en volumen de partículas de SiC se adicionan al metal en una etapa preliminar.

La ventaja de este proceso es que, las etapas de mezclado y espumado son independientes, la porosidad y el tamaño de celda pueden ser cercanamente controlados escogiendo el tiempo y la temperatura apropiados de espumado <sup>[35]</sup>.

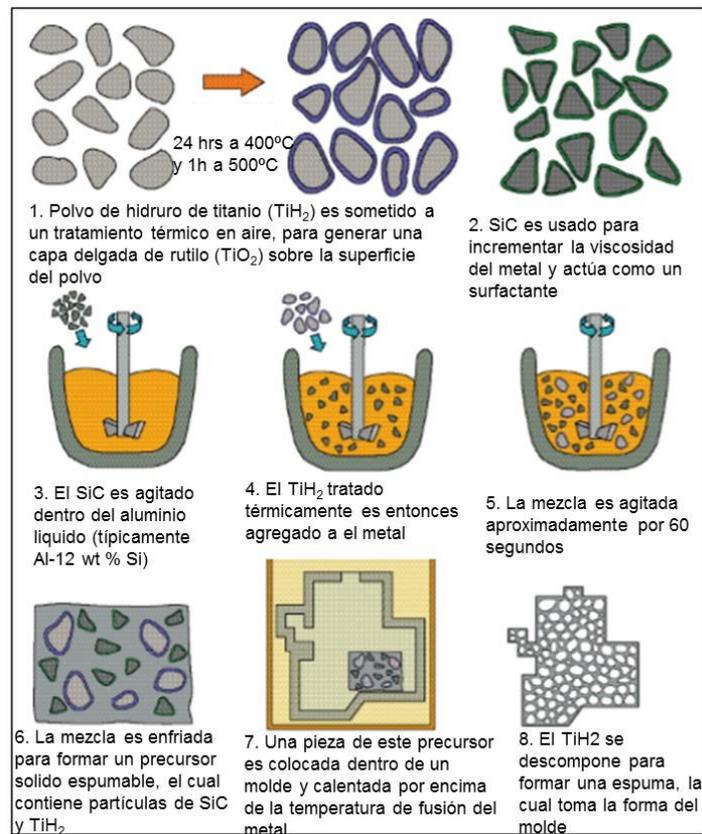
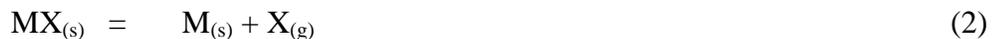


Fig. 12 Esquema del proceso de espumado FORMGRIP.

## 2.4 Agentes generadores de gas

En principio, cualquier material que es estable a temperatura ambiente, pero que libera un componente gaseoso a una elevada temperatura es un potencial agente espumante. Esto incluye químicos inorgánicos hidratados, tales como, cloruro de calcio, sulfato cúprico, yoduro de bario, así como, minerales hidratados, tales como la vermiculita <sup>[20, 21]</sup>. Cuando se eleva la temperatura por encima de la temperatura de descomposición, típicamente entre 400 – 1300°C, estos químicos son des-hidratados y por lo tanto, el vapor de agua puede ser usado para espumar el metal. Los compuestos metálicos incluyen hidruros, óxidos, nitruros, sulfatos y carbonatos. A una temperatura suficientemente, todos ellos se someten a una descomposición química de la forma:



El mayor progreso de trabajos sobre el espumado de metales es dirigido al aluminio, debido principalmente a su baja densidad, relativo bajo punto de fusión y resistencia a la corrosión. El aluminio puro funde a 660°C y las aleaciones aluminio - silicio, aluminio – magnesio, ampliamente usados para producir espumas metálicas, poseen temperaturas de fusión de 575°C aproximadamente [3].

Recientemente las patentes sugieren un intervalo de potencial de agentes espumantes, incluyendo  $\text{CdCO}_3$  y  $\text{MgCO}_3$  [36], largas cadenas orgánicas moleculares [37],  $(\text{NH}_4)_2 \text{CO}_3$ , [38] vermiculita y materiales similares sílices hidratadas y sulfatos metálicos y carbonatos en general [21]. Sin embargo, el hidruro de titanio  $\text{TiH}_2$  y el hidruro de zirconio  $\text{ZrH}_2$  son los únicos agentes espumantes que han sido usados ampliamente, y solo el  $\text{TiH}_2$  es usado comercialmente. Este se descompone de acuerdo a la reacción (2).

El cambio de energía libre de la reacción (2) se grafica en función de la temperatura como se observa en la figura 13.

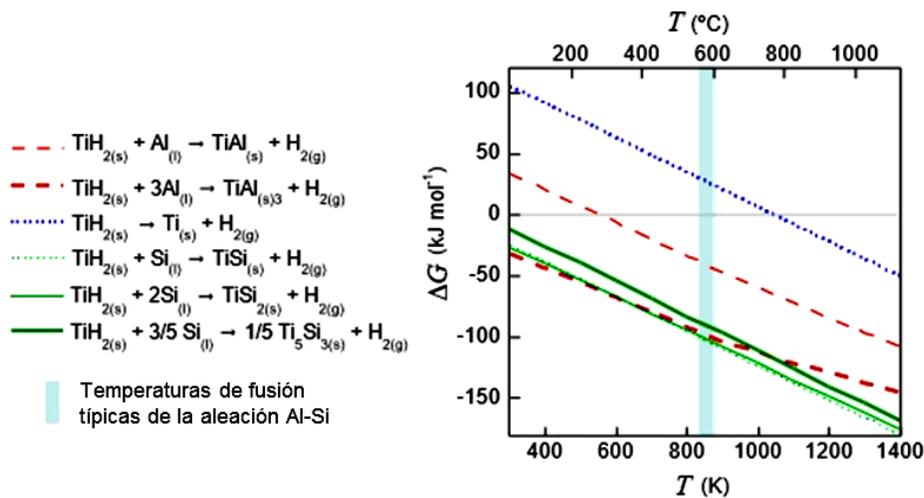


Fig. 13  $\Delta G^\circ$  de la descomposición térmica del  $\text{TiH}_2$  para posibles reacciones del  $\text{TiH}_2$  con una aleación fundida Al-Si. La actividad de los componentes sólidos es la unidad y  $p_{\text{H}_2} = 1 \text{ atm}$

Se considera que todos los elementos, se encuentran en su estado estándar, con los gases producidos a presión atmosférica (una estimación razonable del comportamiento de las celdas en una espuma líquida). La descomposición directa del  $\text{TiH}_2$  en una atmósfera de gas hidrógeno ocurre por lo tanto a  $\sim 750^\circ\text{C}$ . En la práctica el espumado con  $\text{TiH}_2$  se da rápidamente a menor temperatura y los



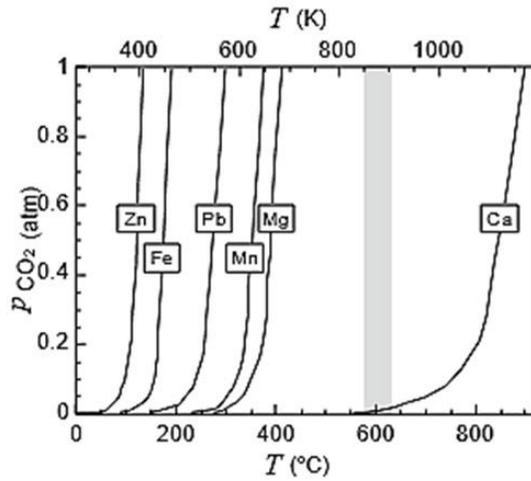


Fig. 15  $p\text{CO}_2$  en equilibrio de carbonatos metálicos. La banda gris marca el intervalo de temperaturas de aleaciones típicas de aluminio Al-Si

Si bien la descomposición térmica en una atmósfera de  $\text{CO}_2$  puro toma lugar por encima de la temperatura de fusión de las aleaciones de aluminio, el paso de reacción es termodinámicamente favorable a la temperatura de fusión con un pequeño cambio en la  $p\text{CO}_2$ , como se observa en la figura 16. Por lo tanto, el  $\text{CaCO}_3$  puede ser usado para espumas de aluminio si la  $p\text{CO}_2$  dentro de las celdas puede ser reducida.

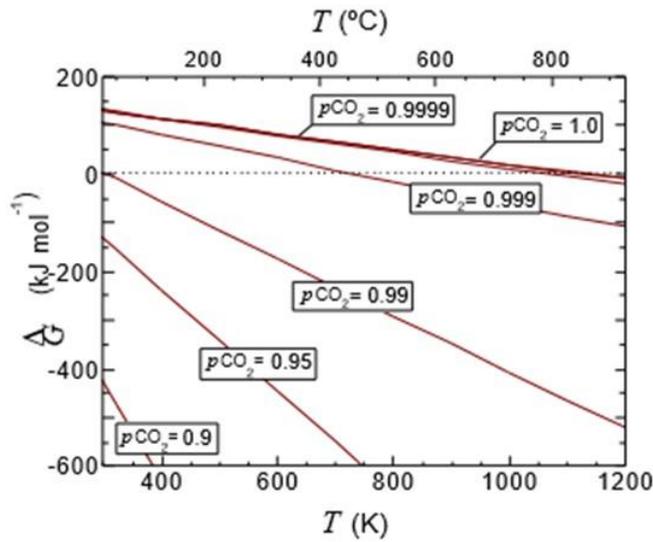


Fig. 16  $\Delta G^\circ$  calculadas para la reacción (3) para varios valores de  $p\text{CO}_2$

El  $\text{CaCO}_3$  existe en dos principales presentaciones: calcita, con una estructura trigonal y aragonita con una simetría ortorrómbica. La descomposición térmica de la calcita ha sido estudiada mediante análisis térmico diferencial (DTA) y análisis termo gravimétrico (TGA), la descomposición de la calcita en una atmosfera inerte da a lugar lentamente a  $T > 500^\circ\text{C}$  y rápidamente a  $\sim 650 - 700^\circ\text{C}$ . Partículas grandes de  $\text{CaCO}_3$ , con muy pequeña área superficial y grande distancia de difusión de gas en las partículas, descomponen muy lentamente. Sin embargo, una alta pureza de carbonatos parece descomponerse ligeramente más lento que un material con impurezas [41, 42].

## 2.5 Evolución de la estructura de la espuma

Las etapas en la evolución de una estructura de espuma consideran el crecimiento de la celda y el drenado y colapso de la misma. La figura 17 muestra las etapas de desarrollo de estructura de celda. La forma de la celda es inicialmente controlada solamente por la tensión superficial, produciendo una dispersión de poros casi esféricos. Con la continua expansión, la forma de los poros comienza a crecer angularmente, el movimiento entre las burbujas comienza a dificultarse y se propicia la formación de una red de tres dimensiones de celdas poliedrales [35, 43, 44].

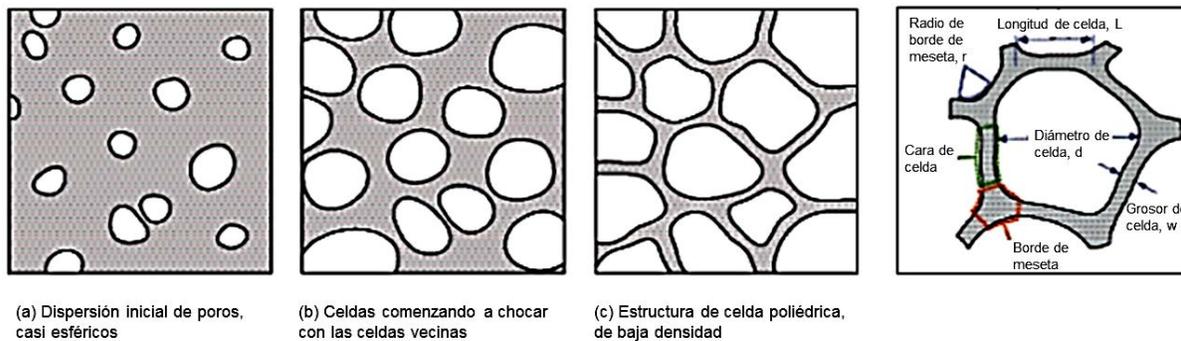


Fig. 17 Evolución esquemática de la estructura de celda,  $\rho^*/\rho_s$  disminuye durante el proceso de espumado debido a la dispersión del agente espumante

El drenado por gravedad es una razón común del colapso de espumas, que propicia el incremento de densidad de gradientes y en casos extremos fracturas locales, como se observa en la figura 18.

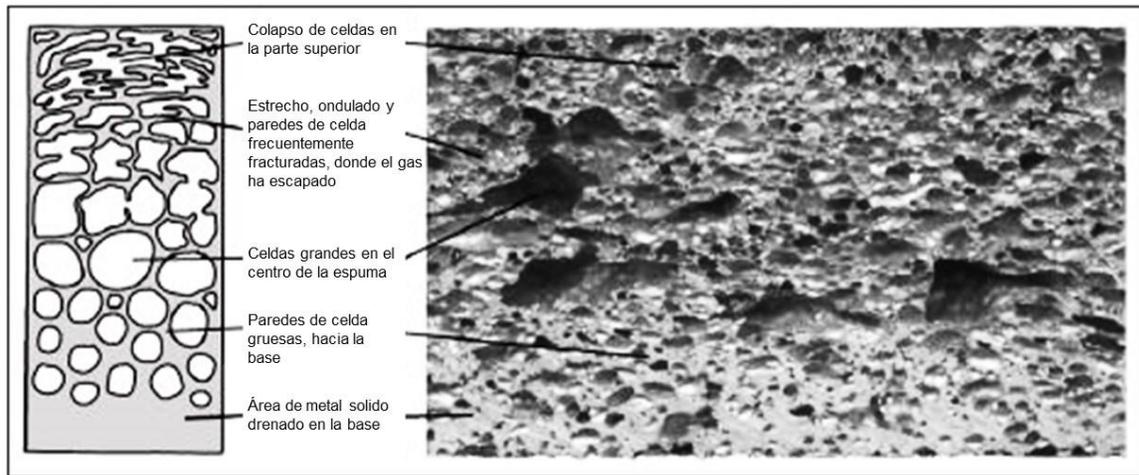


Fig. 18 Sección transversal de una espuma Alcan relacionada con un esquema de las características del drenado de la espuma

## 2.6 Factores que afectan la estabilidad de la estructura de las espumas

Se considera que la difusión de gas y la viscosidad afectan a la estabilidad en el proceso de espumación. En espumas acuosas, la diferencia de presiones entre celdas de diferentes tamaños causa engrosamiento de acuerdo a Ostwald Ripening <sup>[45]</sup>. La presión de gas dentro de la celda debido a la tensión superficial es inversamente relacionada a su radio de curvatura. La diferencia de presiones entre las celdas adyacentes con radio de curvatura principal  $r_1$  y  $r_2$  toma la forma <sup>[8]</sup>:

$$\Delta P \propto T \cdot \left[ \frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right] \quad (1)$$

Ampliando este principio para una burbuja dentro de una estructura, puede ser mostrado que la burbuja de radio  $r$  llegara a crecer a un intervalo <sup>[46]</sup>:

$$\frac{dr}{dt} = C \cdot \left[ \frac{1}{\bar{r}} - \frac{1}{r} \right] \quad (2)$$

Donde  $\bar{r}$  es el radio principal de la burbuja en la espuma. Por lo tanto, burbujas con  $r > \bar{r}$  crecerán a expensas de las burbujas más pequeñas, con una elevada relación área superficial – volumen. En principio siempre existirá potencial para la difusión del gas: inclusive si las burbujas son inicialmente del mismo tamaño, las burbujas en el borde exterior tienen una curvatura en la

superficie exterior y pierden gas en la atmosfera. Sin embargo, la difusión se limita por la difusividad y solubilidad en el metal líquido y la solubilidad de la mayoría de los gases es despreciable, solamente el H<sub>2</sub> tiene una solubilidad importante en el aluminio líquido y como se muestra en la figura 19 la solubilidad es significativamente reducida con la adición de silicio al aluminio [47, 48]. Las caras de celda más gruesas y la tendencia de las superficies de celda a ser cubiertas con partículas sólidas surfactantes limitan la difusión del gas. Como las espumas metálicas son solamente mantenidas en estado líquido por un corto tiempo, parece razonable asumir que los efectos de difusión de gas sobre la estructura de celda son despreciables.

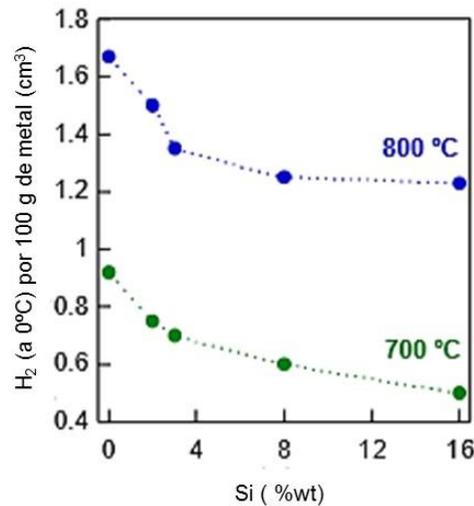


Fig. 19 Solubilidad de H<sub>2</sub> en aleaciones Al-Si [48]

Para crear una distribución uniforme de celdas, las burbujas deben de ser retenidas dentro del metal, hasta que la espuma este solidificada, lo cual generalmente significa reducir la velocidad a la cual las burbujas escapan a la superficie. Una estimación de la influencia del tamaño de burbuja y la viscosidad del metal sobre la velocidad terminal  $v_{terminal}$  de una burbuja de gas en el metal se obtiene mediante un balance de flotabilidad de las burbujas con la viscosidad de arrastre del metal. Para una burbuja de diámetro  $d$ , la fuerza de flotabilidad es igual a la masa del metal desplazado por la burbuja:

$$F_{flotabilidad} = \frac{1}{6} \cdot \pi \cdot d^3 \cdot \rho_{liquido} \cdot g \quad (3)$$

La ley de Stokes proporciona el arrastre en un metal con viscosidad  $\eta$ :

$$F_{drag} = 3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot d \cdot v_{terminal} \quad (4)$$

De las ecuaciones anteriores:

$$v_{terminal} = \frac{1}{18} \cdot \rho_{liquido} \cdot g \cdot \frac{d^2}{\eta} \quad (5)$$

La figura 20 muestra los valores de  $v_{terminal}$  obtenidos:

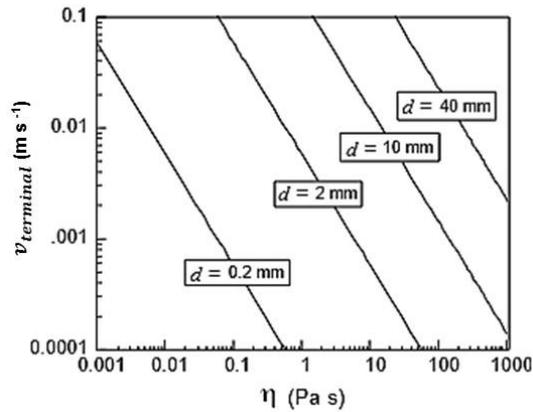


Fig.20  $v_{terminal}$  como una función de  $\eta$  para diversos valores de  $d$

Con el objetivo de estimar la viscosidad del metal requerida para producir una estructura celular estable, se considera que una estructura de espuma será estable si la viscosidad es suficientemente grande para reducir la velocidad terminal de las burbujas dentro de un nivel aceptable. Para un tiempo total de espumado de 10 minutos, se asume que la espuma será inestable y propensa al colapso si las burbujas recorren distancias más largas que su propio radio durante este tiempo. Una burbuja de radio = 2mm podrá por lo tanto requerir una viscosidad del metal de ~7000 Pa s para ser estable<sup>[3]</sup>.

La dependencia de temperatura de la viscosidad del aluminio puro se expresa en la ecuación (6), donde:  $\eta_0 = 0.149$  mPa s y  $Q = 16.5$  kJ mol<sup>-1</sup><sup>[48]</sup>.

$$\eta = \eta_0 \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (6)$$

El comportamiento de la viscosidad en función de la temperatura se observa en la gráfica de la figura 21. La figura 21(a) muestra una débil dependencia de la temperatura con el valor de

viscosidad de 0.0014 Pa s. La figura 21 (b) muestra el efecto de los elementos de aleación de aluminio más comunes sobre la viscosidad. Se observa que el Mg y Si provocan una pequeña reducción en la viscosidad <sup>[49]</sup>. Es claro que la viscosidad de los metales es insuficiente para estabilizar la estructura de la espuma.

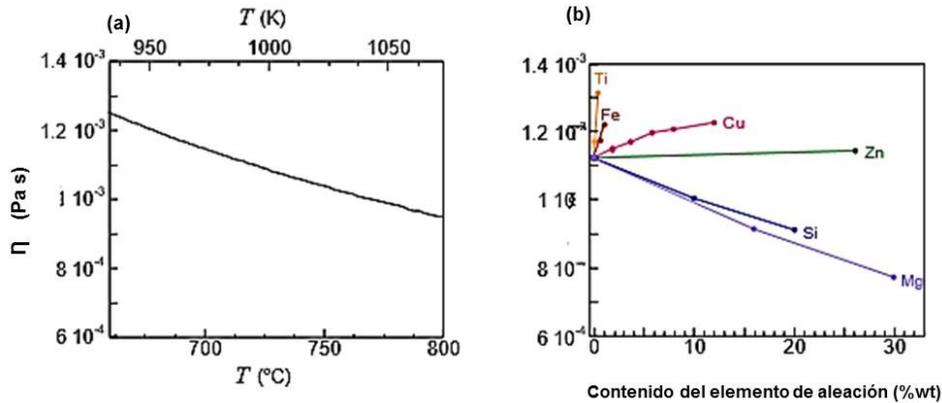


Fig. 21 (a) Efecto de la temperatura sobre la viscosidad del aluminio, (b) Efecto del contenido de elementos aleantes sobre la viscosidad del aluminio líquido

Incorporando o generando una fase sólida dispersa en el metal, puede incrementarse la viscosidad. Una relación empírica para la viscosidad,  $\eta$ , de un líquido de viscosidad intrínseca  $\eta_{(f=0)}$  conteniendo una fracción  $f$  de una fase sólida dispersa fue desarrollada por Thomas <sup>[50]</sup>. Para  $f < 0.25$ , el 97.5% de un intervalo de datos experimentales fue ajustado:

$$\eta / \eta_{(f=0)} = 1 + 2.5 f + 10.5 f^2 \quad (7)$$

Para una mayor fracción sólida se utiliza la siguiente expresión:

$$\eta / \eta_{(f=0)} = 1 + 2.5 f + 10.5 f^2 + 0.00273 \exp(16.6 \cdot f) \quad (8)$$

Es notorio que el tamaño de partícula es de gran importancia. Interacciones coloidales entre pequeñas partículas ( $< 10 \mu\text{m}$ ), incrementan la viscosidad significativamente y esto sugiere que a mayor tamaño de partículas también incrementa la viscosidad debido a la pérdida del momento

angular cuando ellas chocan. Hay evidencia que partículas grandes son más propensas a migrar hacia el centro de los tubos capilares, reduciendo la viscosidad <sup>[50]</sup>.

En la práctica, la viscosidad aparente a bajo  $f$  puede ser marcadamente más alta que la predicha, con 10% vol. de sólidos, incrementando  $\eta$  debido a un factor de dos y varios ordenes de magnitud <sup>[51, 52]</sup>. La forma de la partícula también es importante con una elevada relación superficie-volumen de partículas angulares y fibras, aparentemente tienen un mejor efecto sobre la viscosidad. Observaciones en aleaciones Al-Si con partículas de  $Al_2O_3$  han demostrado una relación lineal entre la fluidez y el área superficial de la fase sólida, sin embargo, existe escaso trabajo sistemático en esta área <sup>[51, 53-55]</sup>.

## 2.7 Métodos para generar un sistema sólido-líquido

Partículas sólidas refractarias pueden ser adicionadas al metal líquido para incrementar su viscosidad <sup>[21]</sup>. Algunos agentes estabilizadores sugeridos en el caso del aluminio incluyen talcos, micas y vermiculitas, algunos otros  $Al_2O_3$  <sup>[56]</sup> y SiC <sup>[57]</sup>, los cuales han sido ampliamente usados. Empíricamente los límites determinados sobre el tamaño y fracción volumen de partículas que pueden ser incorporadas en el sistema Al-SiC<sub>p</sub> se observan en la figura 22.

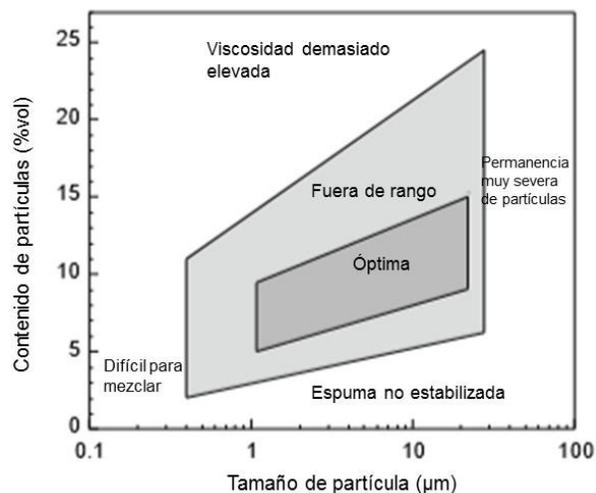


Fig. 22 Límites propuestos para el tamaño y fracción volumen de partículas de SiC las cuales pueden ser agregadas al aluminio líquido para mejorar su viscosidad

Los líquidos acuosos no espuman sin la presencia de alguna especie de surfactante, los cuales disminuyen la tensión superficial y el mismo efecto podría esperarse en los metales líquidos <sup>[58]</sup>. El efecto de la tensión superficial sobre celdas poliédricas permite la redondez progresiva de celdas con más amplio borde de Plateau y paredes de celda más delgadas, como se muestra en la figura 23. Esto es acompañado por el drenado de metal desde las caras de celda a los bordes de Plateau.

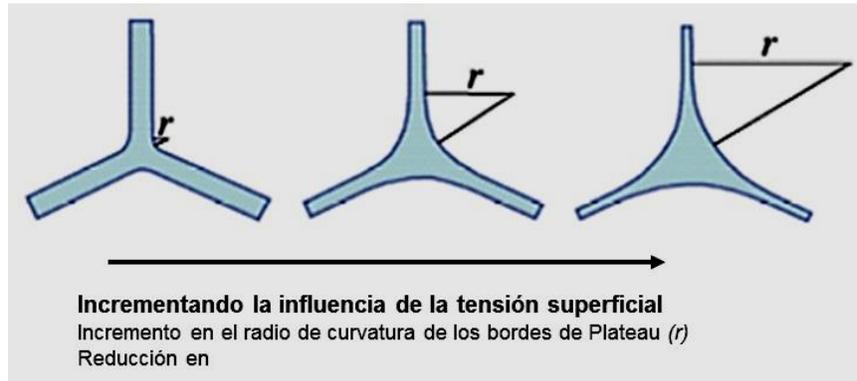


Fig. 23 Efecto de la tensión superficial sobre los bordes de Plateau

Cualquier especie que preferentemente emigre a la interface gas-líquido, para resistir los cambios en el área superficial, disminuirá la energía interfacial en la espuma. Al limitar el efecto de la tensión superficial sobre las burbujas, se reduce la fuerza motriz del flujo del material desde las caras de la celda a los bordes de Plateau y por consiguiente la velocidad de adelgazamiento y colapso de las caras de celda. La cantidad de surfactante es importante: si este es demasiado bajo, hay una insuficiente cantidad de cobertura uniforme; si es demasiado elevada, habrá suficiente surfactante para cubrir la superficie independientemente del movimiento de las caras de celda.

Aleaciones con segregaciones en su superficie afectan la tensión superficial en los metales fundidos, como se muestra en la figura 24. Cambios debido a la adición de Si, Mg pueden ser observados. Los elementos de aleación más comunes, silicio, magnesio y zinc, ejercen un pequeño efecto. La adición de bismuto ha sido investigada en el contexto de espumado de aluminio por Miyoshi y colaboradores <sup>[59]</sup>, mostrando un aparente incremento en la tendencia hacia el colapso. Sin embargo, el efecto de la aleación sobre la tensión superficial no puede ser aislado desde los cambios en el punto de fusión, generando interpretaciones de cada experimento realizado.

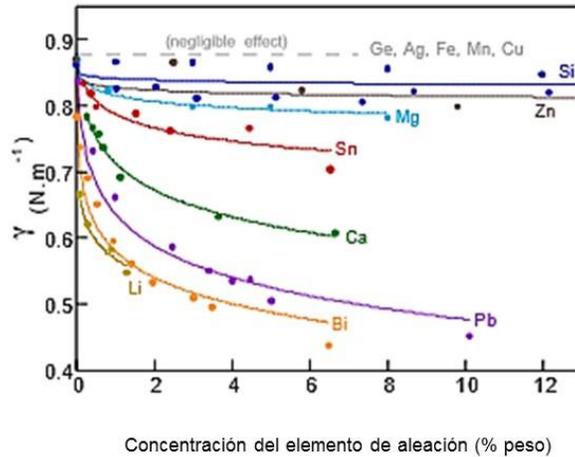


Fig. 24 Mediciones  $\gamma$  de aleaciones de aluminio binarias en sus puntos de fusión <sup>[49, 60]</sup>

Entre los elementos metálicos, el aluminio posee una de las reactividades químicas más elevadas en estado líquido, así que el aluminio líquido reacciona con varios cerámicos. El compuesto líquido Al-SiC es reactivo <sup>[61]</sup>. La formación de carburo de aluminio es perjudicial para las propiedades del compuesto debido a su fragilidad y reactividad con el agua. Este es también indeseable en el proceso de agitación del metal debido a que este incrementa la viscosidad del metal. La formación del carburo de aluminio puede ser prevenida, ajustando la matriz o cubriendo las partículas de SiC con una barrera física ( $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $SiO_2$ , TiC) o una capa de sacrificio (Ni, Cu) <sup>[62]</sup>. Para prevenir la formación de  $Al_4C_3$ , el aluminio debe ser aleado con Si. La cantidad mínima de Si encontrada es de 8.5 % en peso a 610°C y 13% en peso de Si a 825°C, con una regla de interpolación lineal <sup>[63]</sup>. La presencia de una pequeña cantidad de Mg en el Al puro permite la formación de  $Mg_2Si$  y aumenta la formación de carburo de aluminio <sup>[64]</sup>.

Viala y colaboradores determinaron la formación de otros carburos complejos como  $Al_4SiC_4$  y  $Al_8SiC_7$  <sup>[65]</sup>. Si el SiC se ha oxidado, la capa superficial  $SiO_2$  puede reaccionar con el aluminio líquido formando  $Al_2O_3$ ,  $Al_2SiO_5$ ,  $Al_6Si_2O_{13}$  (mulita). En presencia del Mg el producto de reacción es  $MgAl_2O_4$  <sup>[66]</sup>. La alúmina es estable en una matriz de aluminio líquida y será inestable en presencia de Mg y formará el espinel  $Al_2MgO_4$  con contenidos de magnesio de 1% < Mg < 4 % ó formará MgO con contenidos de Mg > 4% <sup>[67]</sup>.

## **2.8 Propiedades de las espumas metálicas**

Las espumas metálicas son sistemas complejos en relación con su marco y microestructura. La microestructura y las propiedades mecánicas locales son gobernadas por la composición de la aleación, condiciones de espumado, enfriamiento y eventualmente post-tratamiento térmico. Algunos rasgos macroscópicos de su morfología, tales como el tamaño de celda o curvatura de las paredes de celda, junto con la densidad específica,  $\rho^*/\rho_s$ , tienen una marcada influencia sobre la respuesta mecánica <sup>[6]</sup>.

### **2.8.1 Densidad**

Una de las ventajas de las espumas de aluminio es su baja densidad, lo que permite fabricar con ellas estructuras ultraligeras con elevada resistencia y rigidez específicas. La densidad de las espumas de aluminio se encuentra en el rango de 0.4 -1.2 g/cm<sup>3</sup>, es decir, los poros ocupan del 65 % al 85 % del volumen total <sup>[68]</sup>. La densidad en estos materiales puede ser determinada por dos métodos. Uno se conoce como el método volumétrico, en el cual se relaciona el peso y la geometría. En el otro, en cambio, los poros de la superficie son llenados por una resina negra que establece el contraste entre los poros y las paredes de los mismos, de manera que, tras un escaneado, la densidad puede ser calculada a lo largo de una determinada longitud sobre los ejes “x y “y”. Este segundo método, al contrario del primero, da información acerca de la distribución de la densidad en la muestra, encontrando que en regiones próximas a la superficie la densidad es notablemente mayor que la densidad de la muestra en conjunto. Los valores típicos de las densidades de las espumas de aluminio están dentro del rango de 0.4-1.22 g cm<sup>-3</sup>

### **2.8.2 Tamaño de poro**

Los poros en las espumas metálicas son esencialmente esféricos y parcialmente cerrados. Estos poros no tienen un diámetro fijo, sin embargo, las muestras pueden ser preparadas con varios valores medios del diámetro, entre 0.5 y 8 mm dependiendo de la composición de la matriz y los parámetros espumantes: temperatura y tiempo.

### 2.8.3 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de las espumas de aluminio dependen fundamentalmente, de su densidad relativa, y la estructura del poro que las forma. Se evalúan los valores del módulo elástico, alargamiento, límite elástico, carga de rotura y absorción de energía de las espumas de aluminio y su conexión con la variación de densidad [5]. Como una regla general, existe una relación bastante cercana entre la densidad y las propiedades mecánicas tales como esfuerzo de compresión, se piensa que estas propiedades caen más rápidamente que la densidad en sí misma.

Posiblemente la propiedad más importante de las espumas metálicas es su habilidad de absorber grandes cantidades de energía en deformación plástica compresiva, mientras transmite una baja y carga aproximadamente constante. La deformación plástica en tensión es cercanamente relacionada con el modo de falla de la espuma, con falla debido a la propagación de grietas o regiones de campo plástico a lo largo de trayectorias débiles en la estructura [69]

Los ensayos a compresión son muy habituales, ya que muchas estructuras se diseñan para trabajar a compresión. La dirección de deformación es importante en los resultados obtenidos y se suele especificar que esta sea paralela a la dirección del crecimiento de la espuma. Los resultados de los ensayos de compresión presentan una curva típica (figura 25).

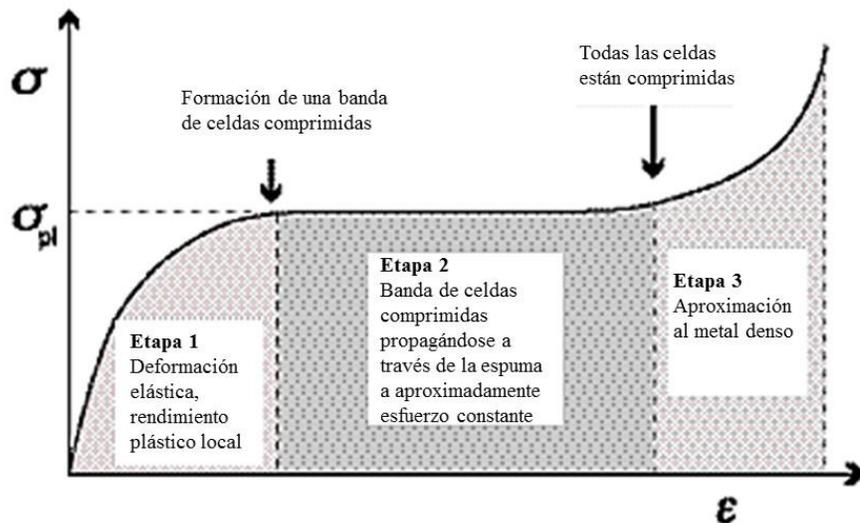


Fig. 25 Tres etapas en las curvas esfuerzo-deformación de una espuma metálica sometida a esfuerzos de compresión.

Se caracterizan tres regiones distintas. (I) Primeramente, y para bajos esfuerzos, el material se deforma casi elásticamente (las paredes de las celdas se doblan), (II) posteriormente, y para una compresión constante, existe un aumento progresivo de la deformación en la que las paredes de las celdas se curvan, ceden o se rompen). (III) A continuación existe una zona en la que el esfuerzo aumenta rápidamente tras producirse el colapsamiento de las celdas.

Las pruebas de compresión pueden presentar un comportamiento dúctil o frágil. El colapso dúctil es caracterizado por una relativa meseta suave en la curva esfuerzo-deformación, a veces con un incremento gradual debido al endurecimiento por deformación o por la densificación progresiva. El colapso frágil es acompañado por una marcada caída en la medición de carga, seguida por marcadas serraciones en las curvas esfuerzo-deformación cuando la espuma es comprimida. Las curvas esfuerzo-deformación que presentan los dos tipos de falla se observan en la figura 26. El endurecimiento por deformación puede dar lugar a un incremento en la curva esfuerzo – deformación. Esto solo se observa en espumas las cuales sufren un colapso dúctil y tienen un bajo contenido de elementos de aleación y presumiblemente reflejan endurecimiento por deformación del metal base <sup>[70-72]</sup>.

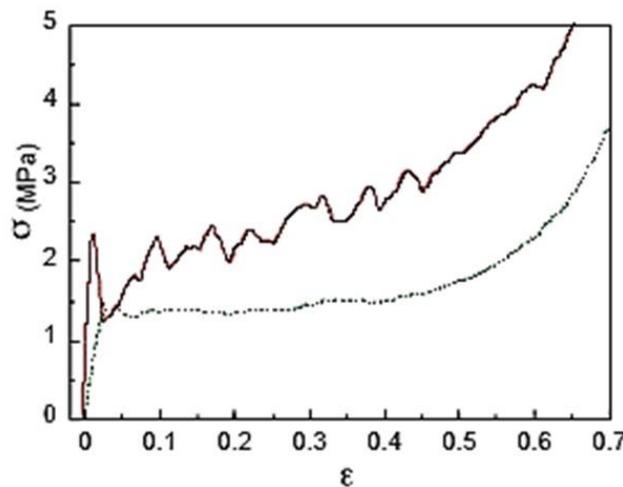


Fig. 26 Curvas esfuerzo-deformación de una espuma dúctil y una espuma frágil

Cuando la deformación plástica comienza, la tensión a la que se produce dicha deformación, puede ser definida como la tensión de colapso plástico. Esta tensión aumenta cuando lo hace la densidad. La forma en que colapsan las espumas metálicas de aluminio depende de la composición de la

aleación y del tratamiento térmico al que se someten durante su formación, de manera que las espumas basadas en aleaciones de aluminio tienden a romper las paredes de sus celdas, mientras que las aleaciones de hierro fundido doblan y curvan dichas paredes. El área por debajo de la curva de esfuerzo-deflexión da información sobre la energía que se necesita para producir la deformación plástica. La energía empleada en la deformación plástica durante la aplicación de un esfuerzo, es un parámetro importante si nos interesa la energía de absorción de impacto del material. También esta energía depende fuertemente de la densidad, ya que lo que nos interesa para poder absorber las energías de impacto son densidades intermedias, ni muy altas ni muy bajas.

Si las espumas se consideran para aplicaciones como materiales absorbentes de energía, dos parámetros se deben considerar: la energía absorbida por unidad de masa durante la compresión y el esfuerzo al cual esta energía es absorbida. La primera se obtiene por el área bajo la curva esfuerzo-deformación multiplicado por la densidad inicial de la espuma. Dependiendo de la aplicación, la forma de la curva antes de que el estrés sobrepase un valor crítico,  $\sigma_c$ , puede ser importante. Como se observa en la figura 27, un aumento en la carga después del vencimiento o el rápido endurecimiento por trabajo, puede ocurrir. En general, esto es indeseable [70, 73]. La meseta de esfuerzo ( $\sigma_{plateau}$ ), puede algunas veces ser adaptada para igualar una carga de compresión crítica ( $\sigma_c$ ), para una aplicación dada, aunque a expensas de una reducida tensión.

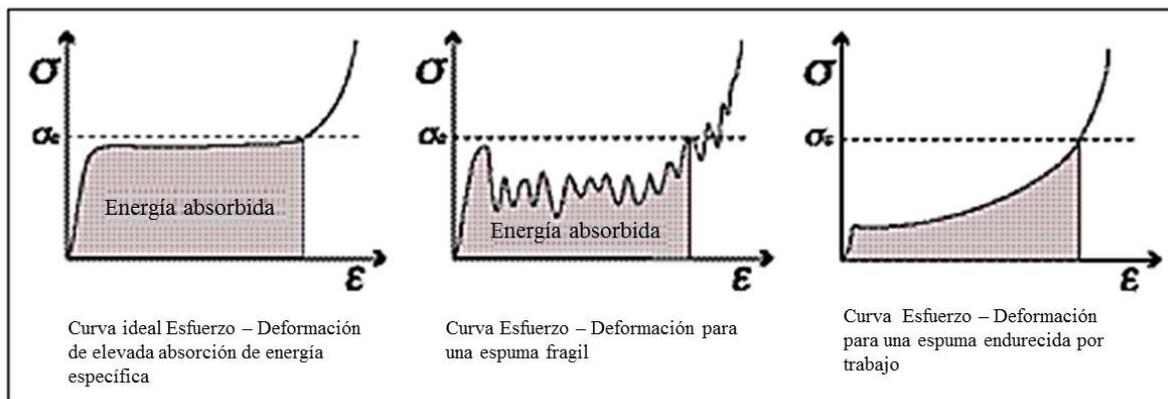


Fig. 27 Curvas esfuerzo-deformación para: (a) una espuma “ideal”, (b) espuma con colapso frágil, (c) una espuma con endurecimiento por trabajo. La región sombreada corresponde a la energía de absorción útil hasta una carga de compresión crítica  $\sigma_c$ .

Las razones por las que las espumas fallan de manera frágil o dúctil, permanecen sin ser aclaradas. Los estudios han observado que las espumas Alcan son marcadamente más frágiles que las espumas Alporas o Alulight, esta observación es atribuida al contenido de silicio (~7% en peso) y partículas de SiC (~15% vol.) contenido en las espumas Alcan. La matriz metálica de las espumas comercialmente disponibles conteniendo partículas de SiC tiene un elevado contenido de Si para prevenir la reacción del SiC con el aluminio y las partículas se encuentran en la región interdendrítica de las microestructuras metálicas y son por lo tanto asociadas con otras fases intermetálicas gruesas.

El modulo elástico presenta variaciones durante la deformación elástica y una alta sensibilidad a los defectos morfológicos en la estructura celular. La capacidad de deformación plástica está directamente asociada a la absorción de energía estática y dinámica. El comportamiento plástico está relacionado con la variación del tamaño de poro, habiéndose observado que el micro mecanismo de deformación en las espumas de poro cerrado, es el colapso colectivo simultáneo de 5 o 6 poros. Al variar el volumen de las muestras estudiadas, no se han observado variaciones escalonadas de propiedades. A bajas densidades el módulo de elasticidad es muy alto y esto provoca una rigidez específica en las espumas.

Las espumas de aluminio presentan una alta resistencia absorbiendo energía dinámica ya que su velocidad de deformación es casi constante para un amplio rango de velocidades de aplicación de la carga. La estructura altamente isotrópica de la espuma hace que la energía mecánica recibida se disperse por igual en todas las direcciones. Durante el impacto los poros se colapsan y actúan como amortiguadores, disipando la energía de choque.

## **2.9 Aplicaciones**

Las espumas metálicas tienen una combinación de propiedades que las hacen atractivas para numerosas aplicaciones ingenieriles. El primer punto en particular, es crucial para cualquier evaluación de aplicaciones de materiales metálicos celulares. Muchas aplicaciones requieren que un medio, ya sea líquido o gaseoso pueda pasar a través del material celular. Aquí puede ser necesario varios grados de “aberturas”, variando de “muy abiertos” para flujos de fluidos de alta rapidez a “completamente cerrados” para soportar cargas en aplicaciones estructurales. La figura 28 muestra

el tipo de porosidad requerida de acuerdo a las diferentes aplicaciones ya sea funcional o estructural [26].

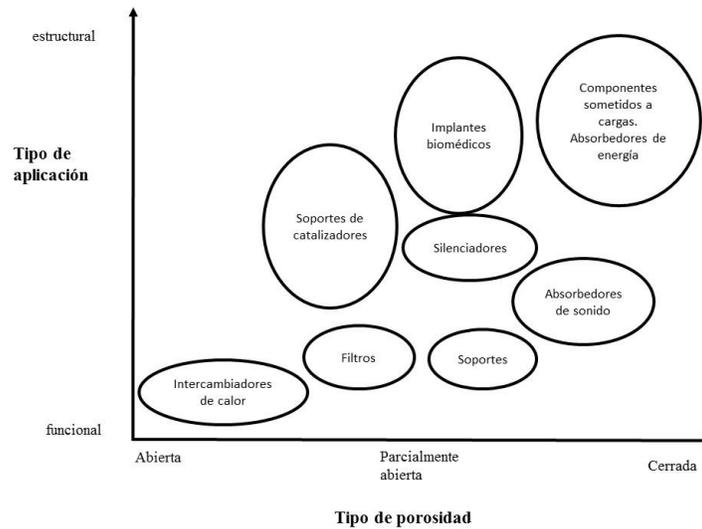


Fig. 28 Aplicaciones de metales celulares agrupados de acuerdo al grado de “abertura” requerida y si la aplicación es más funcional o estructural

El incremento en la demanda de seguridad en automóviles ha provocado que vehículos grandes sean muy pesados en muchos casos. Este conflicto con futuras demandas para disminuir el consumo de combustibles ha provocado la necesidad de medidas adicionales para la reducción del peso en vehículos. Esta reducción, sin embargo, no debería llevarse a cabo a expensas del tamaño del compartimento de pasajeros. Por lo tanto, tratar de introducir nueva ingeniería compacta o reducir otras estructuras que conserven el confort de los pasajeros es el desafío. Esto crea nuevos problemas con la disipación de calor en el compartimento ingenieril, porque todos los componentes están muy cercanos o con la seguridad de choques debido a la reducida longitud de las zonas de impacto. Finalmente, la necesidad para reducir emisiones acústicas de los autos, ha dado pauta a una demanda para nuevos materiales absorbedores de sonido. La figura 29 resume los tres campos de aplicación para espumas metálicas, principalmente espumas de aluminio en la industria automotriz. Una aplicación ideal podría ser una parte la cual sirva como un panel ligero, absorbiendo energía en situaciones de choque, así mismo que funcione como absorbedor de sonido y calor (intersección en los tres círculos de la figura 29) [26].

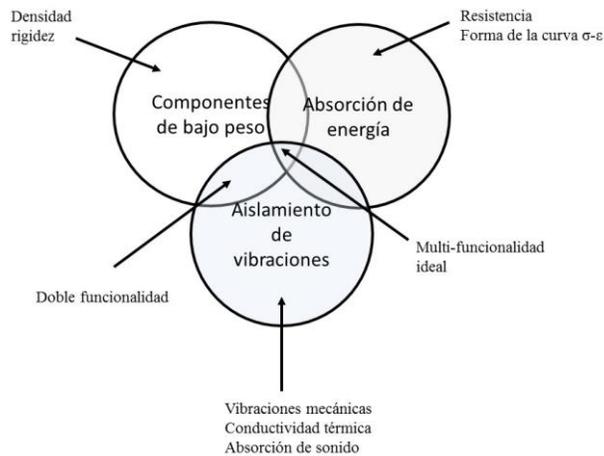


Fig. 29 Principales campos de aplicación en la industria automotriz de espumas metálicas estructurales

Karmann GmbH es un proveedor para la industria automotriz a nivel mundial. Karmann anunció un desarrollo novedoso de espumas de aluminio permitiendo revolucionar la tecnología en componentes automotrices (figura 30). Las espumas de aluminio ofrecen un desarrollo costo-efectivo como partes automotrices estructurales que son hasta diez veces más rígidas y 50% más ligeras que componentes equivalentes producidos con acero.

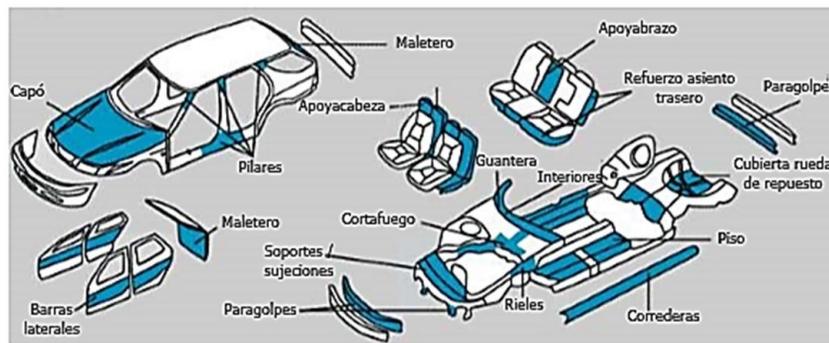


Fig. 30 Uso de espumas metálicas en vehículos

La construcción de bajo peso depende de dos propiedades en las espumas metálicas: ellas exhiben un intervalo casi reversible de deformación cuasi-elástica y su relación rigidez-masa es elevada [26]. Los modernos edificios de oficinas comienzan a decorar sus fachadas con paneles ligeros, rígidos y resistentes al fuego, sujetos a las paredes del edificio mediante soportes de espuma de aluminio. Espumas de poro cerrado están siendo usadas como materiales absorbentes de sonido a lo largo de

las autopistas en Japón para reducir el ruido del tráfico y en algunos túneles de las líneas de ferrocarriles para atenuar las ondas de choque <sup>[74]</sup>.

La combinación de las propiedades de absorción de ruidos con otras características como la resistencia al fuego y a la intemperie, la no generación de gases nocivos en el caso de incendios y la sencilla limpieza de los paneles, hacen de las espumas un material con muchas ventajas. La novedosa estética, junto con la capacidad de reducir y aislar los ruidos, ha conducido a diseñar estructuras de cielo raso hechas con placas de espuma de aluminio como en la cafetería Baluarte en Pamplona, España (figura 31).

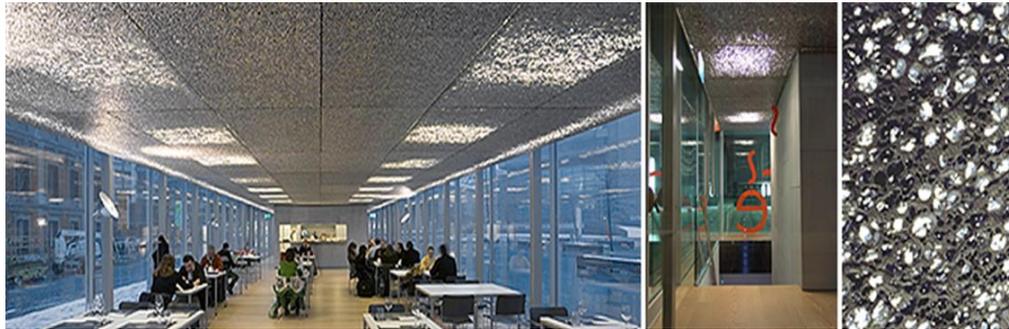


Fig. 31 Cafetería Baluarte, Pamplona España

En aplicaciones aeroespaciales el remplazo de estructuras costosas honeycomb por hojas de espumas de aluminio o paneles sándwich de espuma metálica, puede permitir un elevado desempeño y reducir costos. Una de las ventajas más importantes de las espumas es la isotropía de las propiedades mecánicas de los paneles (con o sin hojas de cara) y la posibilidad de hacer estructuras compuestas sin uniones adhesivas. Futuras aplicaciones incluyen partes estructurales en turbinas donde el aumento de rigidez en conjunto con el incremento en amortiguamiento de vibraciones es substancial <sup>[26]</sup>.

## 2.10 Estado del arte

Las espumas metálicas son materiales muy cambiantes, debido a que su manufactura involucra la aparición simultánea de fases sólida, líquida y gaseosa a diferentes temperaturas y la morfología de la espuma solidificada es bastante compleja.

En el año 2000, Dietmar Lietlmeier y colaboradores en LKR, Austria, investigaron algunos de los procesos directos de espumación desarrollados en USA en los años 1960s y exitosamente desarrollaron espumas de aluminio con una distribución uniforme de tamaño de celda, ahora llamada METCOMB. Una importante clave del éxito es el entendimiento claro científico de la estabilidad de la espuma <sup>[75, 76]</sup>.

La expresión “espumabilidad” significa: cuanta porosidad, que tipo de calidad y que tan estable una espuma puede ser producida. El término es relacionado con evitar la ruptura, el colapso, coagulación y drenado de las paredes de celda. Los primeros tres factores son fenómenos instantáneos, pero el drenado es tiempo consumido. Muchos factores influyen la estabilidad de la espuma incluyendo la geometría de los bordes de Plateau, el grueso de la pared de celda, absorción de la superficie, movilidad de la superficie, viscosidad dilatada y elasticidad. Una espuma puede considerarse como un sistema viscoelástico.

Para espumar un líquido usualmente un agente activador de superficie es requerido, el cual disminuye la tensión superficial de los líquidos y agrega comportamiento elástico para los materiales de la espuma.

N. Babcsan y colaboradores <sup>[77]</sup> produjeron espumas de  $AlSi10Cu3Ni1.5/Al_2O_3/10p$ ,  $AlSi10/SiC/10p$  y  $AlMg1SiCu/Al_2O_3/10p$  por inyección de gas en el metal, en un horno adiabático. Oxígeno, aire y nitrógeno con 3ppm de oxígeno fueron usados como medio espumante. Debido a un inyector especial de gas, la formación de burbujas fue bien controlada. Las burbujas de gas podían flotar hacia la superficie del metal donde la espuma de aluminio líquido era formada. La temperatura fue mantenida alrededor de 700° C. Durante el proceso la presión y la velocidad de flujo del gas soplante fueron controladas. Después de la permanencia isotérmica en el horno adiabático la espuma líquida fue extraída y solidificada en aire o en agua. Diferentes espumas fueron obtenidas para explicar el efecto de las partículas, composición de la aleación matriz y el gas de espumado sobre la estructura y estabilidad de las espumas de aluminio líquido.

Partículas de  $Al_2O_3$  producen paredes de celdas con el mismo tamaño y con la misma cantidad de SiC. Las mismas partículas en fundición y en aleaciones forjadas causan un similar engrosamiento en las paredes de celda. Conglomeraciones locales de partículas de  $Al_2O_3$  en las paredes de celda fueron observadas en las espumas mezcladas de compuestos de matriz metálica (MMC), con

incremento en las paredes de celda. Partículas de SiC, identificadas por EDS fueron observadas en la superficie de las paredes de celda. Los experimentos confirman el efecto de la reducción por incremento en la temperatura de espumado. El Si tiene un pequeño efecto, pero el Mg tiene un efecto notable, reduciendo el grosor de las paredes de celda, mientras el Cu tiene un ligero incremento hasta la influencia del Ni, la cual no ha sido aclarada. Estos resultados parecen demostrar que incrementado el Si o Mg disminuye el efecto sobre el espesor de las paredes de celda.

La aleación matriz y la temperatura de espumado influyen en el espesor de pared de celda: Ligeros incrementos en el espesor de pared de celda con disminución en la temperatura de espumado son posibles, la reducción de pared de celda a veces es causada por adiciones de Si o Mg. La estabilidad de la espuma puede ser incrementada usando  $Al_2O_3$  en lugar de SiC debido al incremento en el grosor de la pared de celda. La presencia de oxígeno es requerida (en gas o en partículas) para incrementar la estabilidad de las burbujas debido a la capa de óxido que se forma sobre las paredes de celda.

Otro aditivo usado para aumentar la viscosidad del metal líquido es el Ca, el cual tiene una elevada afinidad por el oxígeno. En 1987 después de 10 años de desarrollo, la compañía Japonesa Shinko Wire Ltd. registró el primer proceso o marca de espumas de aluminio llamada Alporas. Los inventores S. Akiyama y col. <sup>[78]</sup> simplemente mezclaron aluminio puro con Ca para incrementar la viscosidad y agregaron  $TiH_2$  al metal como agente espumante. En presencia de oxígeno el Ca reacciona y partículas de CaO y  $CaAl_2O_4$  se forman. Como un efecto adicional al aumento de la viscosidad debido a la adición de Ca, se encuentra la disminución del drenado que ocurre en la espuma, mejorando así su estabilidad <sup>[79, 80]</sup>. El proceso resulta costoso con respecto a la inyección de gas, debido al uso de Ca y del  $TiH_2$  y existe la contaminación del Al por la presencia del calcio y del titanio y finalmente el uso de Ca provoca la formación de partículas que pueden ser perjudiciales en el desempeño de las espumas metálicas <sup>[81]</sup>.

El proceso directo vía líquida para obtener espumas metálicas de aluminio, usando Ca como agente espesante y  $TiH_2$  como agente espumante fue utilizado por Si-Yuan He y col., <sup>[82]</sup> fundieron aluminio en un molde cilíndrico de acero a 680°C, adicionaron 1.5% en peso de Ca granular como agente espesante y se agito por 10 minutos. El  $TiH_2$  fue pre-calentado a 300°C a diferentes contenidos 1, 1.4 y 1.8% en peso y fueron adicionados al metal líquido por 1 minuto y agitado a elevada velocidad. El enfriamiento fue llevado a cabo antes de que la espuma se formara

completamente. La espuma fue mantenida en el horno de 0 a 60 s antes del procedimiento de enfriado, el cual fue llevado a cabo mediante aspersión de agua, la intensidad de la aspersión fue mantenida a  $75.76 \text{ l}/(\text{m}^2 \text{ s})$ . Se obtuvo un notable grado de porosidad desde la superficie de enfriamiento a la parte final de la pieza.

C. Yang y colaboradores <sup>[83]</sup> analizaron el mecanismo de estabilización sobre la formación de poros en una aleación Al-Si-Mg, adicionaron 5 % de aluminio en polvo como agente espesante para incrementar la viscosidad del metal líquido agitado a una velocidad de 600 rpm por 120 min. 1% en peso de hidruro de titanio fue agregado como agente espumante con una velocidad de agitación de 1000 rpm. Después de la agitación el metal se mantuvo en el horno a 923 K. El metal con el crisol fue extraído del horno para llevar a cabo una solidificación direccional desde la parte superior del crisol con una placa de enfriamiento para obtener la espuma de aluminio. En este trabajo el incremento en la viscosidad puede llevarse a cabo por la generación de formación de partículas en el metal. Mediante análisis EDX se observa que las partículas en el metal incrementan con el incremento en el tiempo de agitación. Esto debido a la adición de polvo de aluminio y la subsecuente agitación en atmósfera no controlada, facilita la oxidación del aluminio metálico y genera partículas finas de óxido. A mayores tiempos de agitación, mayor cantidad de óxidos se forman, las partículas son identificadas como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La existencia de partículas de alúmina en el metal, son necesarias para la nucleación de burbujas y el incremento en la viscosidad.

T. Fukui y col. <sup>[84]</sup> utilizaron Mg como agente espesante en aleaciones de aluminio Al-Cu-Mg. 50 g de aleación se colocaron en un crisol de acero inoxidable y se fundieron a  $700^\circ\text{C}$  en un horno eléctrico. Se adicionó de 1 a 2% en masa de  $\text{TiH}_2$  como agente a 900 rpm por 100 s. Concluido el tiempo de reacción, se extrajo el crisol del horno y se enfrió con agua. Las espumas Al-Cu-Mg con diferentes condiciones de fabricación fueron evaluadas e investigadas de acuerdo a la influencia de la cantidad de  $\text{TiH}_2$ , tiempo de permanencia y porosidades. Después de que el Mg fue agregado a la aleación Al-Cu, el torque se incrementó. Estos resultados sugieren que el Mg funciona como agente espesante para la aleación Al-Cu. En cuanto a la influencia del tiempo de permanencia sobre la porosidad se observó que la porosidad disminuye después de un tiempo de 250 s, la disminución de la porosidad fue causada por la final descomposición del  $\text{TiH}_2$ , provocando el colapso y drenado de las paredes de celda. Por lo que la porosidad puede ser controlada por cambios en el tiempo de

permanencia. El aumento en la dureza puede ser considerado por los precipitados de Cu y Mg formados en los granos de las paredes de celda.

Babcsan <sup>[15]</sup> en su tesis doctoral trabajó con 5 grupos de materiales, aleaciones puras sin partículas, compuestos de matriz metálica Duralcan (MMC), aleaciones Duralcan MMCs, MMCs producidas por LKR y material de espumas CYMAT. Todo el material de MMC ha sido forjado o la matriz de aluminio fundida ha sido reforzada por  $Al_2O_3$  o SiC con un tamaño de partícula de 10-20  $\mu m$ . La tensión superficial aparente fue medida por un Tensiómetro de máxima presión de burbuja a alta temperatura (HTMBPT) el cual fue construido en la Universidad de Miskolc. Este equipo es aplicable para determinar la tensión superficial aparente de fundidos MMC, pero no fue construido para producción de espumas porque solo una pequeña cantidad de burbujas puede ser producida. La aleación fue fundida en un crisol de arcilla-grafito. La velocidad de burbujeo fue de 30 burbujas/min y la profundidad de la inmersión de la capilaridad fue de 15mm durante los experimentos. Las espumas de aluminio fueron producidas por inyección de gas en el metal líquido en un horno adiabático. Oxígeno, aire y nitrógeno con 3ppm de oxígeno fueron usados como medio espumantes. La temperatura de espumado se mantuvo a 700°C. Se controló la presión y la velocidad de flujo del gas soplante. Las espumas fueron solidificadas en aire o agua (la velocidad de enfriamiento fue de 10 y 100K/s respectivamente). Durante los experimentos se trató de mantener un tamaño de celda de 10 mm de diámetro. Las burbujas fueron generadas en la misma profundidad del metal. Diferentes espumas fueron producidas con el objetivo de aclarar el efecto sobre: partículas y porcentaje volumen, composición de la aleación matriz y temperatura de espumado y finalmente el gas de espumado sobre la estructura y estabilidad de la espuma líquida de aluminio. Determino que, al incrementar la concentración de partículas, el efecto sobre la tensión superficial disminuye mientras que la partícula en el sistema fundido es no mojable o presenta mínima mojabilidad. El tamaño de los brazos dendríticos fue similar al tamaño de partícula en las muestras templadas.

El espumado de aluminio mediante procesos vía líquida ha sido ampliamente estudiado en los últimos años debido a mejores oportunidades que este método ofrece en comparación con la ruta de metalurgia de polvos (velocidad de producción, costos, etc). Entre todas las rutas de vía líquida para espumar aleaciones de aluminio, el uso de carbonatos en un proceso continuo es uno de las pocas técnicas comercializadas exitosamente. El uso del  $CaCO_3$  tiene un efecto dual: la generación de óxidos metálicos estabilizadores y el gas de soplado como lo reportó Currant (2003) <sup>[3]</sup>.

Jaime Lázaro y col. <sup>[85]</sup> espumaron aleaciones de aluminio AA2030 vía líquida usando una mezcla alternativa de carbonatos (polvos de dolomita y magnesita), las espumas fueron obtenidas variando el contenido de esta misma. El contenido estéril fue agregado de 0.7 a 5% en peso y variando el tiempo de mezclado de 1 a 3 minutos, mientras se agito a 600 rpm. La solidificación se realizó en aire. Las espumas producidas muestran que, para elevados contenidos de carbonato, las espumas muestran una excesiva oxidación en la parte superior, afectando la velocidad de expansión y la estabilidad de la espuma (colapso). En las muestras con adición de 1.5% en peso de carbonatos se observó que la velocidad de expansión es muy lenta pero constante, incrementando la eficiencia de expansión. Este lento crecimiento, causado por la progresiva descomposición del agente espumante, demuestra que la alta estabilidad puede ser alcanzada justo con poca cantidad de material en comparación con el hidruro de titanio.

Al incrementar el tiempo de mezclado de 1 a 3 minutos, el metal sufre una oxidación excesiva. La densidad relativa de las muestras obtenidas está entre 0.15 y 0.25. Las espumas producidas parecen bastante estables en estado líquido, inclusive para pequeñas cantidades de la mezcla adicionada y con cortos tiempos de mezclado. Por último, el uso de polvos de carbonatos ofrece un alto potencial para su uso en la industria a bajo costo mostrando resultados exitosos.

El efecto novedoso del carbonato de calcio en comparación con el convencional hidruro de titanio sobre la estructura y la capacidad de absorción de energía en las espumas de aleación de aluminio (Al-5.5Zn-3Mg-0.6Cu-0.5Mn) dopadas por pequeñas cantidades de Sc y Zr fue estudiado por A. Byakova y col. <sup>[86]</sup>. Las espumas fueron producidas siguiendo el proceso Alporas, hidruro de titanio en 1% en masa con un tamaño de partícula de 60µm o 2% en masa de CaCO<sub>3</sub> con un tamaño de partícula de 8 µm, para facilitar la dispersión del CaCO<sub>3</sub> las partículas fueron cubiertas con CaF<sub>2</sub>. Calcio granular en 1 % en masa fue introducido en el Al líquido en un crisol de grafito.

Las espumas producidas presentaron celdas con forma esférica, el tamaño de celda principal de las espumas producidas con CaCO<sub>3</sub> es de  $D \approx 1 - 1.5$  mm, se encontró que estas espumas presentan tamaños de celda más pequeños que las espumas producidas con TiH<sub>2</sub>. Las celdas para ambos tipos de espumas de aluminio consisten en dendritas gruesas Al- $\alpha$ , rodeadas por una red de eutéctico dominante. El análisis EDX muestra que este se compone con Al+Al<sub>4</sub>Ca+Al<sub>3</sub>Ti para espumas con adición de TiH<sub>2</sub> y para espumas con CaCO<sub>3</sub> consiste de Al+Al<sub>4</sub>Ca. Partículas Al-Ca-Ti fueron

encontradas en las paredes de las para la espuma fabricada con adición de Ti y la fracción volumen de compuestos frágiles fue más grande comparada con las espumas con  $\text{CaCO}_3$ .

Las caras de la celda de las espumas con  $\text{TiH}_2$  están cubiertas por una película de cristales oxidados de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , en el cual óxidos cristalinos dispersos de  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$  y  $\text{AlTi}_3$  están embebidos. Las espumas de aluminio puro con adición de  $\text{CaCO}_3$  muestran un comportamiento más dúctil bajo esfuerzos de compresión que las espumas producidas con  $\text{TiH}_2$ . El esfuerzo a la cedencia ( $\sigma_y$ ) es muy similar en ambos casos, la velocidad de endurecimiento es más alta para las espumas con  $\text{CaCO}_3$ , dando como resultado un mayor esfuerzo de plateau  $\sigma_{pi}$ , que con el convencional  $\text{TiH}_2$ . Debido a que la espuma procesada con  $\text{CaCO}_3$  absorbe más energía por encima de la densificación,  $A_{pi}$ , que la espuma con  $\text{TiH}_2$  a la misma porosidad, asegura tolerancia al daño para proteger objetos.

El remplazo del  $\text{TiH}_2$  como agente espumante por el  $\text{CaCO}_3$  (lime) y  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  (dolomita) para espumas de aleación  $\text{AlMg}4.5$  y  $\text{AlSi}9\text{Cu}3$ , fue investigada por M. Heasche y colaboradores <sup>[87]</sup>, considerando la influencia sobre la capacidad de espumado y la estructura celular. Los materiales precursores fueron producidos de aleación en pastilla y mezclas de polvos, principalmente por el proceso de thixocasting. El agente espumante y los polvos estabilizadores fueron pesados y mezclados con 5 % masa de mezclas de la composición de la aleación matriz. Las mezclas de polvos fueron transferidas a una máquina convencional de briqueteado y compactadas a briquetas con 65% de la densidad teórica del aluminio. Como agentes espumantes 3 y 5% de  $\text{CaCO}_3$  (pureza 99%) y dolomita ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ , pureza > 99%) fueron usados. Las briquetas de 1.6 kg se fundieron en un horno convencional con circulación de aire a una temperatura aproximada de 640°C. Basados en las características de los sistemas de aleación estudiados, para la aleación  $\text{AlMg}4.5\text{Mn}$  la temperatura sólidos es de 574°C y la temperatura líquidos es de 638°C y las correspondientes temperaturas para  $\text{AlSi}9\text{Cu}3$  son 490 y 600°C. Después de alcanzar el estado semi-sólido, el precursor fue transferido al equipo de fundición de alta presión y presionado dentro de la cavidad. La temperatura fue variando entre 750 y 825°C con un punto intermedio a 800°C. Las mediciones DSC/TG realizadas revelan un punto de descomposición y un cambio de masa 744°C/43 % para el  $\text{CaCO}_3$  y 706°C/48 % para el  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ , mientras que las descomposiciones terminan a 832 y 846°C respectivamente. Para el  $\text{TiH}_2$  corresponden a 200 K más bajo que en caso del  $\text{CaCO}_3$ . El análisis DSC muestra dos picos para el caso del  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  y  $\text{TiH}_2$  y solo uno para el  $\text{CaCO}_3$ . Se asume que el  $\text{CaCO}_3$  se transforma directamente en  $\text{CaO}$  y gas  $\text{CO}_2$ . En la primera etapa, la descomposición de dolomita, cal

y MgO son formados como productos intermedios los cuales después se descomponen en CaO y CO<sub>2</sub> en la segunda etapa. Cal y dolomita mostraron ser agentes espumantes adecuados para precursores en la aleación AlSi<sub>9</sub>Cu<sub>3</sub>, mientras que para la aleación AlMg<sub>4.5</sub>Mn la expansión fue insuficiente.

V. Gegerly y colaboradores <sup>[88]</sup> muestran que se pueden obtener espumas con celdas muy finas (< 1mm de diámetro) y con una estructura de celda más uniforme que las espumas obtenidas con los materiales y procesos convencionales actualmente disponibles. Una aleación matriz (Al-9wt%Si-0.5 wt % Mg, con un máximo de 0.2 wt % de Cu, Mg y Ti) conteniendo 10% vol. de partículas de SiC, con un tamaño de partícula principal de 13µm. Dos tipos de carbonato de calcio fueron utilizados como agentes generadores de gas: con 99.5% de pureza y limestone granular 99.3% de pureza. El compuesto de matriz metálica (~ 1kg) fue fundido y calentado a aproximadamente 650°C. El polvo fue dispersado y agitado, mientras la temperatura se encontraba en el intervalo de 645°C – 635°C. Después de 10 s de agitación, la mezcla de polvos agente espumante/Al-12Si (relación de masa 1:2) fue introducida al metal y después agitado a 1200 rpm por un tiempo de 40 – 90 s. La cantidad incorporada de carbonato fue de ~ 3.5% en peso de la masa del compuesto. La preparación de las espumas fue llevada a cabo en un horno de aire convencional, precalentado a una temperatura más alta que la requerida. Un cilindro de acero inoxidable conteniendo el precursor fue movido a un horno para realizar un tratamiento térmico a 650°C o 750°C mantenido a esta temperatura por 15 min. Este tratamiento permite la descomposición térmica del agente espumante y la evolución del gas (CO<sub>2</sub>) espumando el metal. Después de un periodo específico, el molde fue extraído del horno y se realizó el enfriamiento en aire.

Previamente se ha establecido que el uso del TiH<sub>2</sub> como agente espumante requiere un pretratamiento de oxidación térmica para prevenir la liberación de gas prematuro, durante la preparación de precursores espumables mediante la vía líquida. Los resultados TGA muestran que la evolución del gas CO<sub>2</sub> para ambos carbonatos de calcio es relativamente más alta que la del hidrogeno del hidruro de titanio. Esto indica que es posible incorporar el CaCO<sub>3</sub> al metal líquido sin necesidad de algún pretratamiento especial para prevenir la liberación prematura de gas. Los estudios de TGA indican que la descomposición del CaCO<sub>3</sub> se encuentra por encima de los 650°C y este comienza rápidamente alrededor de los 750°C. Los óxidos de aluminio y magnesio son formados durante la descomposición del CaCO<sub>3</sub> y la reacción con el metal.

S. Gnyloskurenko y colaboradores <sup>[89]</sup> fabricaron espumas metálicas de Al, Al-7Si y Al-Zn-Mg, mediante el método Alporas usando  $\text{CaCO}_3$  como agente espumante y también el actualmente usado  $\text{TiH}_2$ . Compuestos de  $\text{Al}_3\text{Ti}$  y  $\text{Al}_4\text{Ca}$ ,  $\text{Al}_2\text{CaSi}_2$  fueron encontrados mediante MEB y se midió la dureza de estos compuestos mediante microidentación utilizando un identador trihedral. Las fracturas frágiles en el caso del  $\text{Al}_4\text{Ca}$  y  $\text{Al}_2\text{CaSi}_2$  se formaron en las esquinas del microidentador y en el caso del  $\text{Al}_3\text{Ti}$  la fractura ocurre sobre el área del identador. Se sugiere que la presencia del compuesto intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ti}$  puede perjudicar la resistencia al daño del material de las paredes de celda, facilitando su falla prematura. Estos compuestos intermetálicos son originados por la adición del Ca y los agentes espumantes ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{TiH}_2$ ), estos compuestos son muy similares a cerámicos frágiles y cristales covalentes. Sin embargo, solamente el compuesto  $\text{Al}_3\text{Ti}$  muestra una habilidad marcada para inducir el rompimiento por deformación localizada en bandas de corte. Específicamente el mecanismo de daño mecánico revelado por el compuesto  $\text{Al}_3\text{Ti}$  puede ser la clave para tener un mayor entendimiento de la influencia negativa de los compuestos intermetálicos Al-Ti- cojinete sobre la falla en las paredes de celda de espumas- $\text{TiH}_2$ . Fundamentalmente, el fallo de los otros constituyentes frágiles  $\text{Al}_4\text{Ca}$ ,  $\text{Al}_2\text{CaSi}_2$ , Si parecen jugar un papel secundario en la falla de las paredes de celda.

Jiaan Liu y colaboradores <sup>[90]</sup> evaluaron el desempeño mecánico de las espumas de celda cerrada Al-Si-SiC. Los mecanismos de falla de los compuestos de espuma fueron investigados a diferentes temperaturas. Los materiales para producir la espuma incluyó: aleación de Al (8-9% Si, 0.2 – 0.25% Mg, 0.3 – 0.6% Mn, 0.7 – 0.9% Fe, 0.08% Cu y Al balance), partículas de SiC (98% de pureza) y  $\text{CaCO}_3$  en polvo (99.5% de pureza), usados como estabilizador de viscosidad y agente espumante respectivamente. Las partículas de SiC fueron pre-calentadas a 930°C por 6 horas. Diferentes tiempos de espumado fueron seleccionados para obtener las espumas con diferentes porosidades. Las espumas obtenidas son de estructura de celda cerrada, la porosidad obtenida fue de alrededor de 10% a 30% y el tamaño de celda fue de 2.88 mm. Las curvas de compresión fueron obtenidas a diferentes temperaturas. En este estudio, el compuesto de espuma Al-Si-SiC exhibió un comportamiento frágil bajo compresión, el esfuerzo de fluctuación en la región de meseta disminuye significativamente cuando la temperatura se incrementó de 25°C a 400°C. El estudio fractográfico reveló que las características de fractura fueron cambiadas de una fractura frágil a fractura frágil combinada con fractura dúctil cuando la temperatura se incrementó de 25°C a 400°C. La capacidad de energía de absorción del compuesto de espuma muestra una dependencia sobre la porosidad y la

temperatura. Hay una disminución en la energía de absorción en las pruebas a medio ambiente a temperatura elevada. El presente estudio demostró que existe un fuerte efecto en pruebas con temperatura sobre las pruebas de compresión en las espumas compuestas de Al-Si-SiC. Partículas de Si, dendritas de Si y compuestos de Si provocan que las paredes de celda sean frágiles y que por lo tanto la espuma exhiba un comportamiento frágil bajo compresión.

Dong-Hui Yang y colaboradores <sup>[91]</sup>, desarrollaron espumas de Mg por vía líquida utilizando CaCO<sub>3</sub> como agente espumante con un tamaño de partícula de 4 μm y una pureza de > 99.80 %. En este proceso 2 % de Ca fue introducido en el Mg líquido y agitado a una velocidad de 400 rpm durante 10 minutos, todo esto para incrementar la viscosidad. Después CaCO<sub>3</sub> en polvo (2 %) es dispersado en el metal a una velocidad de 1000 rpm, permitiendo al metal líquido espumar gradualmente, el tiempo de espumado en este trabajo fue de 30 s. Todo el proceso de fabricación se llevó bajo una atmósfera de gas, mezcla de CO<sub>2</sub> y SF<sub>6</sub> (relación de volumen: 6:1) para prevenir la ignición del magnesio.

Los resultados muestran que la muestra preparada a 650°C no espumó completamente y la muestra fabricada a 750°C tiene una estructura de celda gruesa, mientras que las muestras preparadas a 690 y 720°C tienen una estructura de celda fina, por lo que estos resultados permiten entender la importancia de seleccionar condiciones experimentales adecuadas. Los resultados de DRX muestran que el CaO y MgO son dos productos de las reacciones correspondientes a la pérdida de masa de la mezcla, lo cual implica que el gas producido en la reacción es CO. En este trabajo se concluye que debe existir una reacción exotérmica en el intervalo de temperatura de 575°C a 750°C como sigue:



La porosidad aumentó con el incremento de la temperatura de espumado. A 665°C la porosidad fue de 27.2%, a 690°C fue de 59.7%, a 720°C 60.9% y finalmente a 750°C fue de 69.8%. De igual manera el tamaño de poro para las espumas de Mg incrementa con la temperatura de espumado, el cual fue 1.0 mm, 1.3 mm, 1.7 mm y 2.1 mm, respectivamente.

A. Heydari Astaire <sup>[92]</sup> y colaboradores produjeron espumas de celda cerrada de la aleación Al-22Al por vía líquida usando hidruro de titanio como agente espumante. Calcio granulado, 99% y polvo de hidruro de zirconio al 99.7%. La aleación Zn-22Al fue fundida en un crisol de grafito en un horno de resistencia eléctrica y 1% de Ca fue agregado al metal, el metal fue agitado por 10 minutos

a una velocidad de 1200 rpm. El hidruro de zirconio fue agregado y dispersado a 1200 rpm por 30 segundos. El molde con la espuma fue mantenido en el horno sin agitación a 500-550. El molde con la espuma se enfrió con agua con el objetivo de solidificar rápidamente la espuma líquida. Las pruebas de compresión muestran que la resistencia a la compresión de las espumas aumenta con el incremento en la densidad relativa. Como se esperaba, existe una gran dependencia de la resistencia a la compresión sobre la porosidad. Se obtuvo que para una espuma con densidad relativa de 0.092 el esfuerzo de compresión fue de 2.73 MPa y para una de 0.149 fue de 6.01 MPa. El modulo elástico para las espumas de Zn-22Al tiene una fuerte función de la densidad relativa. El modulo elástico es alrededor de 1GPa a una densidad relativa de 0.1 e incrementa alrededor de 2 GPa a una densidad relativa de 0.15. Las curvas esfuerzo-deformación muestran grandes cantidades de fracturas, así como también oscilaciones en la etapa de meseta durante la carga compresiva, indicando que el rompimiento frágil es el principal mecanismo de deformación.

### 3. Experimentación

En este trabajo se fabricaron espumas de aleación de aluminio A356 de poro cerrado mediante la adición de carbonato de calcio como agente espumante y alúmina como agente espesante (Proceso Alporas). Se evaluó la factibilidad de llevar a cabo el proceso de espumación con dos agentes espesantes alternos, estos son la barita ( $\text{BaSO}_4$ ) y wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ). Las espumas obtenidas se compararon con las obtenidas con el proceso convencional. La composición de la aleación matriz fue caracterizada con un espectrómetro de emisión óptica, mientras que la composición de las espumas fue determinada mediante análisis composicional en el microscopio electrónico de barrido (MEB) y difracción de rayos X. Las espumas producidas son caracterizadas mediante Microscopia Óptica y Analizador de Imagen, MEB, para explorar la superficie y aspectos microestructurales. La capacidad de absorción de energía de las espumas fabricadas se determinó mediante pruebas de compresión.

#### 3.1 Materiales y Equipos

Los equipos y materiales usados en el proceso de espumado se observan en la Tabla 1.

Tabla 1. Materiales y Equipo utilizado en este trabajo

Materiales	Equipo
Aleación A356	Horno de gas
Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	Horno eléctrico
Barita ( $\text{BaSO}_4$ )	Espectrómetro de Emisión Atómica (Chispa) Modelo Foundry Master
Wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ )	Microscopio Óptico Axiover 40 Mat Zeiss y Analizador de Imágenes Axio Vision
Calcita ( $\text{CaCO}_3$ )	Calorímetro marca TGA/DSC 1 Mettler Toledo
Crisol SiC	Microscopio Electrónico de Barrido Jeol 6300
Molde de acero inoxidable bipartido	Equipo de Rayos -X Brucker D8 Focus
	Máquina Tensión/Compresión Shimadzu de 100kN/10ft

## 3.2 Desarrollo experimental

### 3.2.1 Materias primas

A partir de metales puros se fabricó la aleación de aluminio A356 en un horno de gas a 750 °C, se utilizó un fundente de cobertura y la aleación se desgasificó adicionando un compuesto sólido clorado. La aleación se vació en una lingotera metálica para obtener lingotes de aproximadamente 200 g cada uno. La composición química en porcentaje masa de la aleación producida se observa en la Tabla 2.

Tabla 2. Composición química de la aleación A356 producida

Elemento	Si	Mg	Cu	Al
Contenido (%)	7.12	0.38	0.2	Balance

La barita y wollastonita se utilizaron como agentes espesantes propuestos, los cuales fueron obtenidos a partir de la producción primaria de minerales. Se debe comentar que México posee importantes depósitos de minerales de barita y wollastonita en el Norte del país exclusivamente en Sonora. Además, se utilizó alúmina grado reactivo como agente espesante. Carbonato de calcio grado reactivo se utilizó como agente espumante para los tres agentes espesantes utilizados. La tabla 3 muestra la composición, el tamaño de partícula y la pureza de los agentes usados en este trabajo.

Tabla 3. Características de los agentes espesantes y espumantes utilizados

Agentes	Pureza (%)	Tamaño de partícula ( $\mu\text{m}$ )
Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	99	0.3
Barita ( $\text{BaSO}_4$ )	96	45
Wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ )	98	12
Calcita ( $\text{CaCO}_3$ )	98.5	14

### 3.2.2 Fabricación de las espumas de aluminio A356

El procedimiento experimental para la obtención de las espumas de aleación de aluminio A356 se observa en la figura 32.

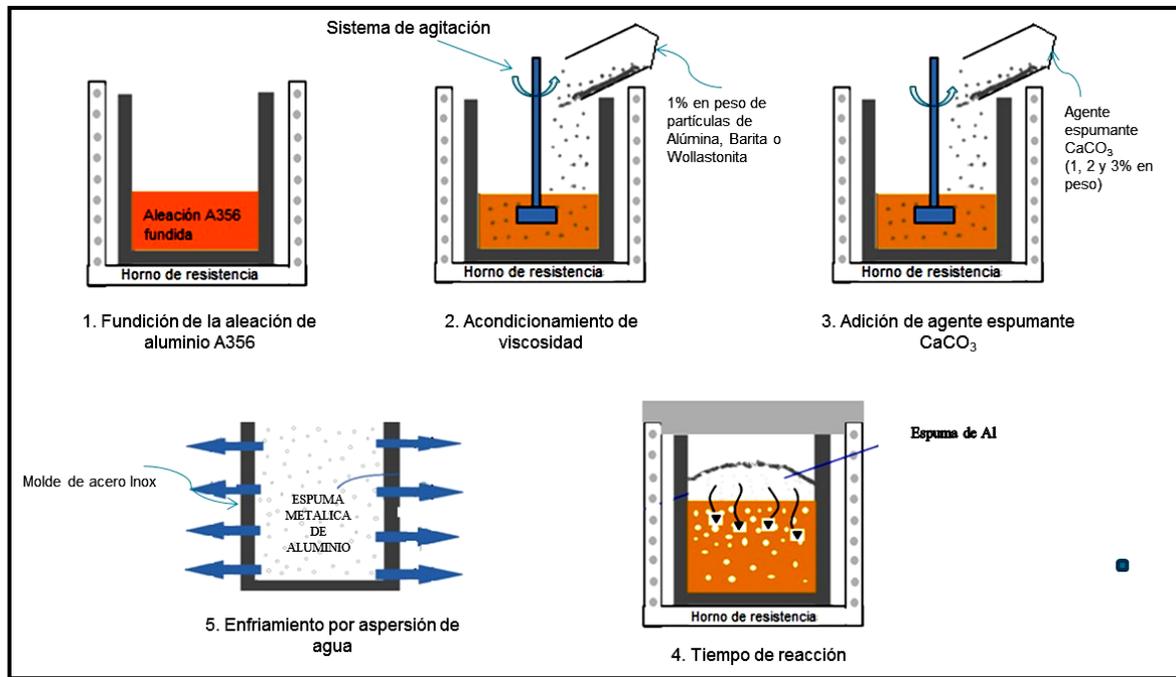


Fig. 32 Proceso de espumación de la aleación A356 por vía líquida

500 gramos de la aleación maestra fueron colocados dentro de un molde de acero bipartido (24.89 cm de diámetro y 38.1 cm de longitud). La aleación de aluminio líquida se fundió y se mantuvo a 700°C en un horno eléctrico de resistencias a presión atmosférica. El sistema de calentamiento consiste en un horno eléctrico que permite el control de la temperatura dentro de  $\pm 5$  C° de los valores establecidos. La temperatura fue medida con un termopar tipo K.

Alúmina, Barita y Wollastonita en 1 % en masa con respecto a la carga, fueron usados como agentes espesantes y adicionados en el metal líquido con el objetivo de incrementar la viscosidad del metal. El metal líquido y las partículas fueron mezclados mediante un sistema de agitación con una propela de acero inoxidable a una velocidad de agitación de 1600 rpm durante dos minutos. Posteriormente,

1, 2 y 3% en masa de  $\text{CaCO}_3$  fue agregado como agente espumante dentro del metal líquido con una velocidad de agitación de 1600 rpm por 100s.

La espuma líquida se mantuvo en el horno a una temperatura de  $700^\circ\text{C}$  por alrededor de 2 minutos para permitir el proceso de expansión de la espuma hasta obtener la formación completa de la espuma. El procedimiento de enfriamiento fue llevado a cabo tan pronto como el proceso de expansión de la espuma finaliza, entonces el crisol que contiene a la espuma líquida se extrajo del horno y se enfrió mediante aspersión de agua.

Se llevaron a cabo pruebas preliminares manteniendo constante el contenido de agente espumante en 1% y se varió el contenido de los agentes espesantes en 0.8, 1.0 y 1.2 % en masa en relación a la carga. De estas pruebas se determinó que la mayor expansión se obtuvo para la adición de 1% de agente espesante para los tres casos. En base a estos resultados se procedió a llevar cabo la serie experimental de la tabla 4, en donde se mantuvo constante el contenido de agente espesante (1 %) y se varió la adición del agente espumante (1, 2, 3%). La tabla 4 muestra las pruebas desarrolladas en este trabajo.

Tabla 4. Pruebas de espumación realizadas variando el contenido de agente espumante

No	Agente espesante	%	Agente espumante	%
1	$\text{Al}_2\text{O}_3$	1.0	$\text{CaCO}_3$	1
2				2
3				3
4	$\text{BaSO}_4$	1.0		1
5				2
6				3
7	$\text{CaSiO}_3$	1.0		1
8				2
9				3

### 3.2.3 Caracterización de las materias primas

Con la finalidad de conocer los componentes principales de los minerales de barita y wollastonita, estos se analizaron en un equipo de difracción de rayos X Focus D8 con radiación monocromática Cu K $\alpha$ , trabajando en configuración  $\theta/2\theta$ . Los datos fueron obtenidos en un intervalo angular de 20 a 70° con un tamaño de paso de 0.02° y un tiempo de conteo de 2° min<sup>-1</sup>.

El comportamiento térmico de los agentes espesantes propuestos en este trabajo (barita y wollastonita) así como del agente espumante (CaCO<sub>3</sub>) se llevó a cabo en calorímetro Mettler Toledo TGA/DSC1. Con un intervalo de calentamiento de 10°C min<sup>-1</sup> en una atmósfera de argón, con una velocidad de flujo de 50 ml min<sup>-1</sup> en crisoles de alúmina. Los datos se obtuvieron en un intervalo de temperatura de 150 a 1600°C.

El tamaño, la morfología y el análisis químico cualitativo de la barita y wollastonita se determinaron en un Microscopio Electrónico de Barrido Jeol 6300 y con análisis EDS. Una película Au-Pd fue depositada sobre la superficie de los polvos para hacerlos conductivos. Las imágenes se obtuvieron con una magnificación de 1500, con electrones retrodispersados con 15 kV y 10 A.

### 3.2.4 Caracterización de las espumas producidas

La morfología, tamaño y distribución de celda en las espumas producidas fue determinada mediante un Microscopio Óptico Axiover 40 Mat Zeiss y un Analizador de Imágenes Axio Vision. Las muestras se tomaron de la parte superior, inferior y central de las espumas, las cuales fueron desbastadas y pulidas con una suspensión de alúmina, hasta que se obtuvo una superficie ópticamente limpia para su posterior observación en el Microscopio. El tamaño de celda se determinó midiendo el diámetro de las celdas con ayuda del Software Carnoy<sup>[93]</sup>.

El análisis microestructural de las espumas y el análisis cualitativo fueron determinados con un Microscopio Electrónico de Barrido Jeol 6300. Se obtuvieron imágenes con electrones retrodispersados para observar la distribución de los componentes y fases. Microanálisis por EDS se llevaron a cabo para analizar partículas adheridas a la pared de la celda formadas durante el proceso de espumación.

Las espumas de aluminio A356 fabricadas fueron cortadas en sección transversal, con el objetivo de obtener muestras para evaluar la densidad, estructura de celda y resistencia a la compresión. Se maquinaron probetas cilíndricas de 19 mm de diámetro y 38 mm en base a la Norma DIN50134 para ensayo de compresión. La densidad de las espumas se determinó usando una técnica simple de peso y volumen de la muestra, midiendo sus dimensiones externas.

Las probetas maquinadas fueron comprimidas de manera uniaxial, usando una maquina Universal (Shimadzu, capacidad de 100 kN/10 ft). Todas las pruebas se realizaron aplicando un control en el desplazamiento con una velocidad constante del cabezal de  $0.5 \text{ mm min}^{-1}$  (con una rapidez de deformación de  $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ). Las curvas esfuerzo-deformación fueron obtenidas con los datos carga-desplazamiento, los cuales fueron registrados y almacenados en una unidad de adquisición de datos y una computadora, respectivamente. Los datos de esfuerzo-deformación se reportaron en términos de esfuerzo contra deformación ingenieril.

## 4. Resultados y Discusión

Los agentes barita y wollastonita utilizados como agentes espesantes en este trabajo fueron obtenidos a partir del procesamiento primario de estos minerales.

La barita es químicamente inerte, de fácil dispersión, baja abrasión y excelente resistencia al calor y a la corrosión y baja absorción en aceite. La wollastonita es un mineral de origen natural, ecológicamente valorado, algunas propiedades son: bajos valores de humedad y absorción en aceite y reducido contenido de materia volátil.

La wollastonita es principalmente usada en la fabricación de productos cerámicos, plásticos, pinturas y en la industria metalúrgica se utiliza en mezclas de fundentes, con el objetivo de prevenir la oxidación en la superficie del acero, lubricar las paredes del molde y absorber inclusiones dañinas. En este trabajo se utilizaron para incrementar la viscosidad de la superficie del baño metálico.

### 4.1 Agentes espesantes

#### 4.1.1 DRX

Los minerales barita y wollastonita propuestos como alternativas de agentes espesantes a la alúmina comercialmente utilizada, se caracterizaron por DRX y los resultados se observan en la Fig. 33. El análisis muestra que el principal componente de la barita ( $\text{BaSO}_4$ ) es el componente Celestine-Barian (JCPD file 00-039-1464), el cual es un mineral que pertenece al grupo de la barita. En este caso la barita ( $\text{BaSO}_4$ ) y la celestina ( $\text{SrSO}_4$ ) forman una solución sólida con la siguiente composición  $\text{Ba}_{0.25}\text{Sr}_{0.75}\text{SO}_4$ , adicionalmente se observa la presencia minoritaria de calcita (Fig. 33a).

El difractograma de la figura 33b muestra que la muestra de wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ) contiene principalmente el componente  $\text{CaSiO}_3$  (JCPD file 00-043-1460) y pequeñas cantidades de compuestos como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  y  $\text{K}_2\text{O}$ .

La adición de partículas en las espumas líquidas es esencial para la obtención de espumas metálicas en los procesos vía líquida. Se ha demostrado <sup>[15]</sup> que los metales sin una fase sólida no son espumables. El efecto de las partículas puede ser caracterizado por su reacción con el metal, su

mojabilidad y su distribución en el metal (formación de redes, clusters y segregación). Aparte de la concentración de las partículas, investigaciones recientes <sup>[77]</sup> muestran que la composición del metal y las partículas también ejercen una influencia en la estabilidad de las espumas.

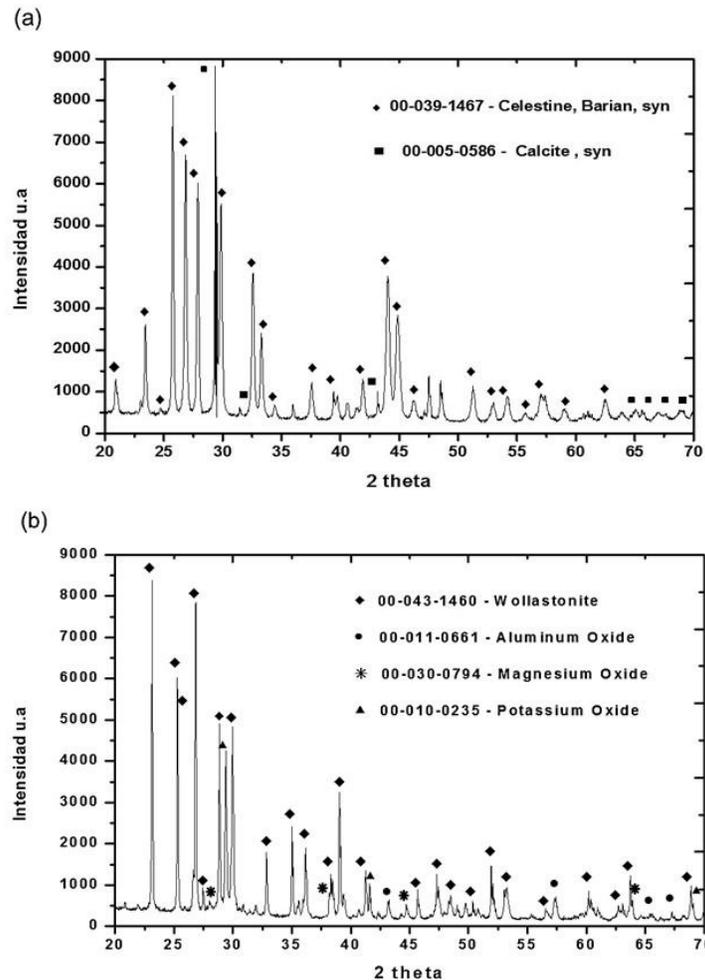


Fig. 33 Patrones DRX de los agentes espesantes usados (a) Barita y (b) Wollastonita

#### 4.1.2 TGA

El análisis termogravimétrico (TGA) de la barita y la wollastonita se observan en la Fig. 34. Las mediciones revelan pérdida de masa para ambos casos a un intervalo de temperaturas similares de 600 a 800°C. La curva TGA para la Barita muestra tres etapas en donde se pierde masa, la primera etapa comienza a 73.5°C y finaliza a 230°C, la segunda comienza a 653°C y termina a 778°C,

mientras que la tercera etapa ocurre a 1359.4°C terminando a 1641°C. Se estima que la pérdida de masa para las tres etapas fue de 6, 8 y 54%, respectivamente. La curva TGA para la wollastonita muestra una pérdida de masa de 6% en el intervalo de temperatura de 692° a 761°C.

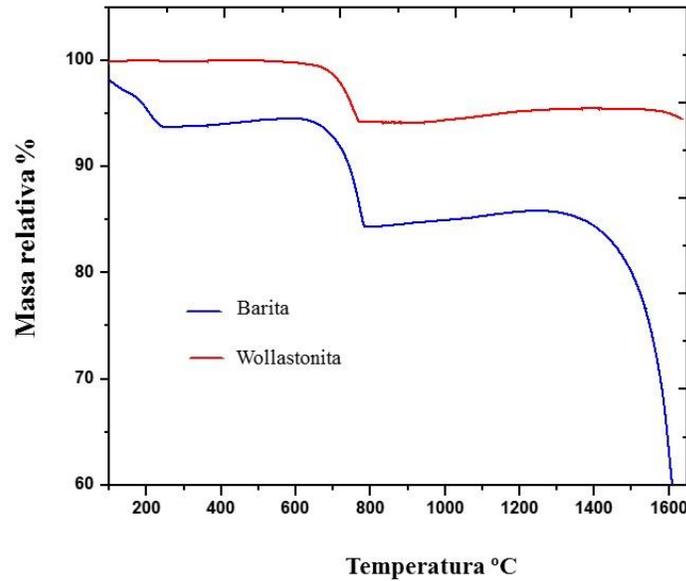
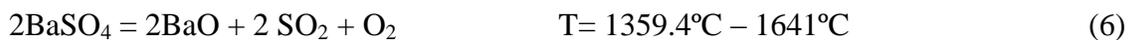


Fig. 34 Curva Termogravimétrica de la Barita y Wollastonita.

Los análisis termogravimétricos de la barita muestran tres etapas, los cuales se deben a pérdidas de masa. La primera etapa se atribuye a posible pérdida de agua, la segunda es atribuida a la descomposición del carbonato de calcio donde el gas CO<sub>2</sub> es liberado como se muestra en la siguiente reacción:



La tercera etapa corresponde a la descomposición térmica de la barita, donde una elevada cantidad de gas SO<sub>2</sub> es liberada basadas en las reacciones 6 y 7:



La curva TGA de la wollastonita muestra una pérdida de masa de 6% en el rango de temperatura de 692°C – 761°C el cual corresponde a la descomposición del  $\text{CaCO}_3$ .

El principal objetivo de los agentes espesantes propuestos fue incrementar la viscosidad de la superficie del metal, sin embargo, de acuerdo a estos resultados se puede esperar que el carbonato de calcio contenido en el agente espesante barita como una impureza puede contribuir al incremento en la espumación del metal, donde la barita muestra la más elevada pérdida de masa debido a las reacciones (6 y 7) que la muestra de wollastonita.

#### 4.1.3 MEB-EDS

La morfología y el mapeo elemental de los elementos presentes en la barita y wollastonita se observan en las figuras 35 y 36, respectivamente. La barita muestra una morfología subhedral y anhedral. El mapeo elemental muestra la presencia de partículas constituidas por Ba, Sr y S y también partículas compuestas por Ca. De acuerdo con los resultados DRX estas partículas pueden corresponder a compuestos como Celestine  $(\text{Ba,Sr})\text{SO}_4$  y calcita  $(\text{CaCO}_3)$

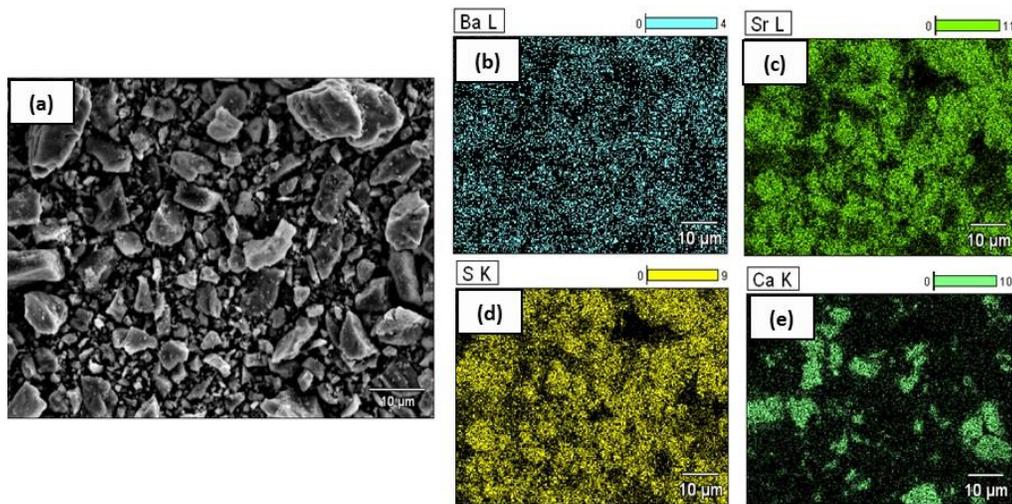


Fig. 35 Imagen MEB de la morfología (a) de la barita y microanálisis elemental de la barita para (b) Bario; (c) Estroncio; (d) Azufre y (e) Calcio.

La figura 36 muestra la morfología y el análisis elemental de las partículas de wollastonita. Las partículas muestran una morfología típica tubular constituida por Si, Ca y O, los cuales están distribuidos homogéneamente en la muestra. Basados en los resultados DRX, los principales componentes en la muestra corresponden a wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ) y Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ). Pequeñas cantidades de magnesio fueron también detectadas como impurezas, las cuales pueden corresponder a magnesia ( $\text{MgO}$ ). El análisis de las muestras de minerales, muestran que la barita y la wollastonita contienen impurezas, las cuales pueden influir en los procesos de espesamiento y espumado.

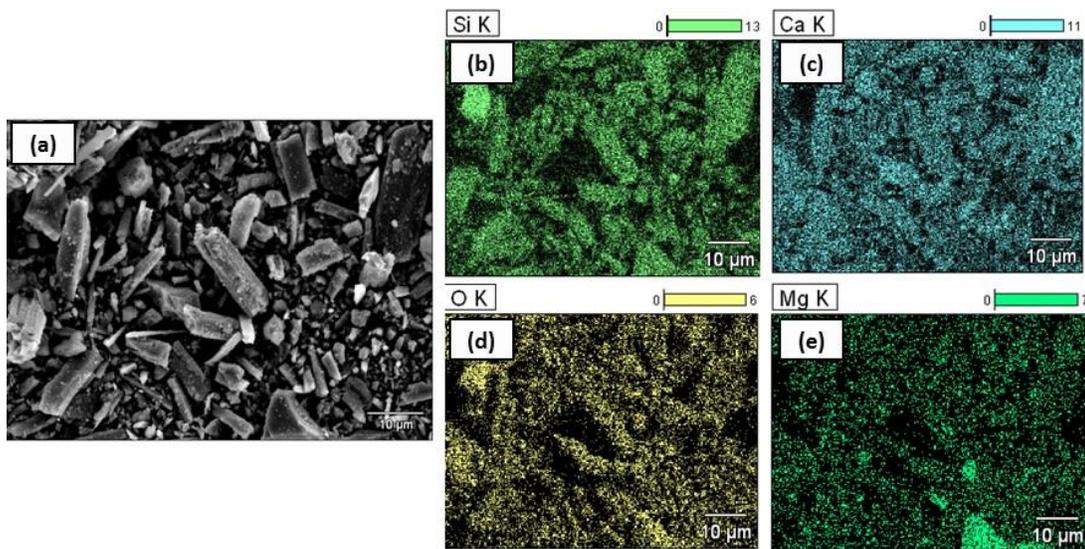


Fig. 36 Imagen MEB de la morfología (a) de la wollastonita y microanálisis elemental de la wollastonita para (b) Silicio; (c) Calcio; (d) Oxígeno y (e) Magnesio.

#### 4.2 Carbonato de calcio como agente espumante

En este trabajo se utilizó carbonato de calcio como agente soplante o espumante para llevar a cabo la expansión de la aleación metálica. Se utilizó un reactivo grado analítico, por lo que solo se determinó su comportamiento térmico para determinar el intervalo de temperatura en el que se descompone térmicamente.

La figura 37 muestra el análisis DSC/TGA para el caso del carbonato de calcio. Se observa una temperatura inicial de descomposición a 744°C, con una pérdida de masa de 41 %. El análisis DSC muestra solo un pico para el CaCO<sub>3</sub> asumiendo que este es directamente transformado a CaO y el gas soplante CO<sub>2</sub>. La figura muestra que el carbonato de calcio alcanza su completa descomposición a 803°C.

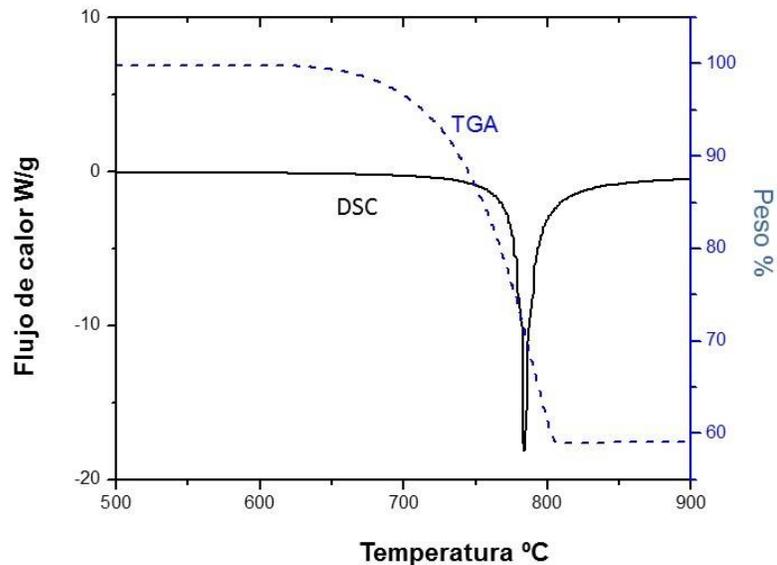


Fig. 37 Análisis DSC/TGA del Carbonato de Calcio (10°C/min, atmósfera de argón)

El análisis TGA/DTA de la calcita (CaCO<sub>3</sub>) muestra que la reacción de descomposición es endotérmica con una pérdida de masa de 41%. La reacción de descomposición térmica del CaCO<sub>3</sub> en el metal se lleva a cabo de acuerdo a la reacción (13). La reacción comienza alrededor de los 695°C y finaliza a aproximadamente 805°C, esto indica que se necesitan mayores temperaturas para que se libere el gas CO<sub>2</sub> dentro del metal líquido comparado con la descomposición del TiH<sub>2</sub>, el cual típicamente se descompone entre 500 y 600°C liberando gas H<sub>2</sub>. En este trabajo el proceso de espumado de la aleación de aluminio A356 se llevó a cabo a 700°C lo que permite que el CaCO<sub>3</sub> comience a descomponerse y libere gas CO<sub>2</sub>.

Partículas grandes de CaCO<sub>3</sub> con una muy pequeña área superficial y una distancia de difusión de gas más grande dentro de las partículas, descompone más lentamente, en este caso se trabajó con un tamaño de partícula de 14 μm. También existe un efecto concerniente a la pureza del polvo, debido

principalmente a la dificultad de separar diferentes purezas de otros factores tales como forma de partícula, área superficial y estructura cristalina. Sin embargo, carbonatos de alta pureza parecen descomponer ligeramente más lento que piedras calizas naturalmente impuras.

Se ha observado que la descomposición de muestras de polvo con alta pureza puede proporcionar sitios de superficie para la nucleación de  $\text{CaO}$  <sup>[94]</sup>. La relativa lenta descomposición del carbonato de calcio da lugar a un proceso de espumación más gradual, mejorando el control sobre el grado de porosidad que puede ser obtenido.

La formación de espumas con carbonato de calcio es por lo tanto solo posible debido al dióxido de carbono producido dentro de las celdas el cual reacciona rápidamente con el aluminio líquido sobre la superficie de las celdas para formar monóxido de carbono y óxidos metálicos sólidos <sup>[3]</sup>.

## **4.3 Espumas producidas**

### **4.3.1 Espumabilidad**

Se fabricaron espumas de celda cerrada de aleación de aluminio A356 variando el contenido del carbonato de calcio (1, 2 y 3%) como agente espumante y utilizando barita (1%) y wollastonita (1%) como agentes espesantes. Estas espumas se compararon con el proceso Alporas utilizando 1% de carbonato de calcio y 1 % de alúmina como agente espesante.

La figura 38 muestra las espumas obtenidas adicionando 1% de los tres agentes espesantes y 1% de carbonato de calcio. Como se observa en la figura 36, los tres agentes espesantes tienen una buena respuesta en la espumabilidad de la aleación aluminio A356. Se observa que las espumas con barita y wollastonita muestran una mayor expansión que la espuma obtenida con la adición de alúmina. El corte transversal de las espumas muestra estructuras porosas de poros cerrados homogéneamente distribuidos en la espuma. La espuma producida con Barita muestra una burbuja grande localizada en la base atribuida al vórtice que se forma debido a la agitación del metal líquido. En general se observa que las espumas producidas con barita y wollastonita presentan una menor zona metálica en la base de la espuma comparada con la obtenida con alúmina, lo que indica una mayor espumación. Se observó una alta oxidación y segregación de partículas de alúmina en la parte superior de las espumas durante su procesamiento.

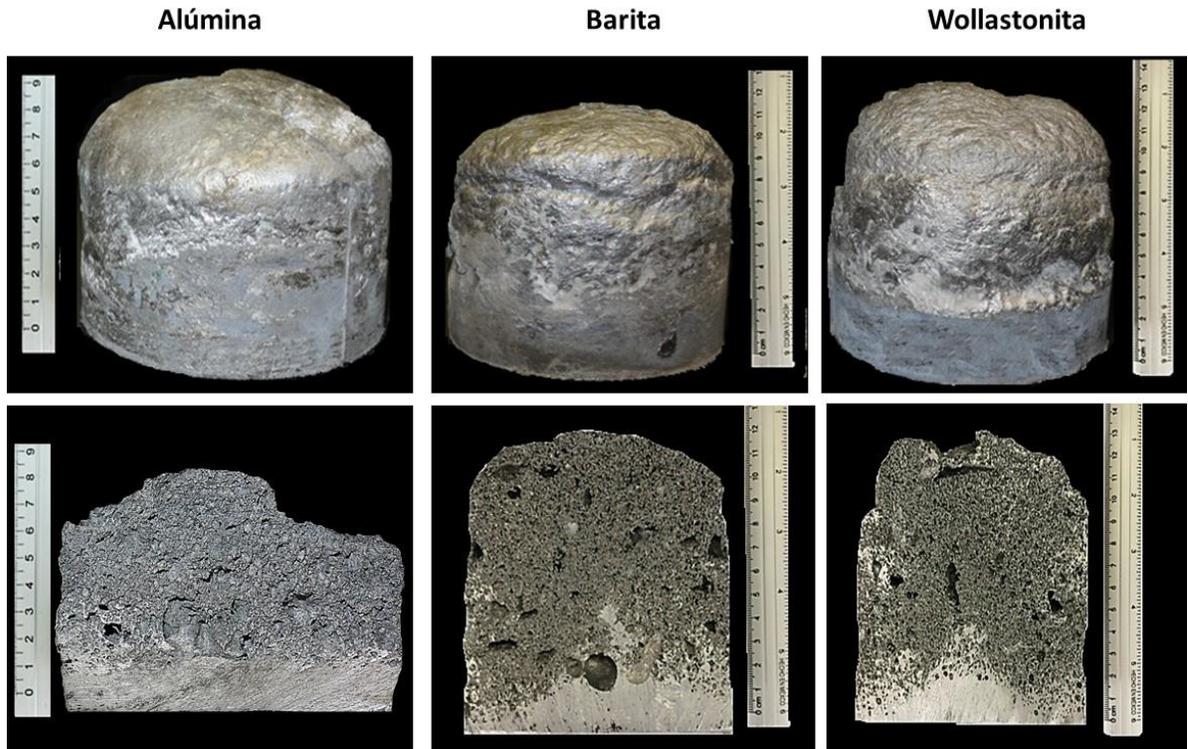


Fig. 38 Estructura de las espumas de aluminio A356 obtenidas adicionando 1% de  $\text{CaCO}_3$  como agente espumante y a) 1% alúmina; b) 1% barita y c) 1 % wollastonita.

#### 4.3.2 Propiedades físicas de las espumas

Para determinar las propiedades físicas de densidad relativa y porosidad de las espumas producidas, se maquinaron probetas cilíndricas de 19 mm de diámetro y 38 mm de altura de acuerdo con la norma DIN 50134, las cuales posteriormente se utilizaron para evaluar las propiedades mecánicas de las espumas mediante pruebas de compresión.

Las densidades de las espumas fueron determinadas por peso y volumen de las espumas y la densidad relativa fue definida por la relación  $\rho/\rho_s$  (donde  $\rho$  y  $\rho_s$  corresponden a la densidad de la espuma y la densidad de la aleación sólida, respectivamente), la porosidad fue obtenida mediante la ecuación (9).

$$\text{Pr}(\%) = 1 - (\rho_{\text{espuma}} / \rho_{\text{aleación A356}}) \times 100 \quad (9)$$

Donde P es la porosidad,  $\rho_{\text{espuma}}$  es la densidad de la espuma y  $\rho_{\text{aleación A356}} = 2.56 \text{ g cm}^{-3}$ . Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5 Densidades experimentales y Porosidad de las espumas de aluminio A356

Agente espesante	% peso de CaCO <sub>3</sub>	Densidad $\rho^*$ (g cm <sup>-3</sup> )	Densidad relativa ( $\rho^*/\rho_{\text{aleación A356}}$ )	% Porosidad
<i>Alúmina</i>	1	0.385	0.151	85
	2	0.391	0.156	84.72
	3	0.452	0.183	82.34
<i>Barita</i>	1	0.415	0.178	83.78
	2	0.455	0.152	82.22
	3	0.548	0.143	78.59
<i>Wollastonita</i>	1	0.335	0.137	86.91
	2	0.352	0.146	86.25
	3	0.359	0.131	85.97

En la tabla 5 se observa que la mayoría de las espumas producidas poseen altas porosidades (mayor a 80%). El más alto valor de porosidad se obtuvo con la adición de wollastonita y 1% de CaCO<sub>3</sub> (86.91%), mientras que el más bajo valor fue con la barita y 3% de CaCO<sub>3</sub> (78.59%). Por otro lado, al aumentar la cantidad de CaCO<sub>3</sub> la porosidad disminuye mientras que las densidades de las espumas aumentan para todos los casos. Las espumas con alúmina muestran valores intermedios de densidades y porosidades entre las espumas con barita y wollastonita.

#### 4.3.3 Morfología, distribución y tamaño de celda

Análisis de Imagen y mediciones micrométricas fueron aplicados para determinar la morfología, distribución y tamaño de celda. Se tomaron 10 fotos por muestra y por cada foto se midieron los diámetros de celda. Las mediciones se realizaron con ayuda del software Carnoy 2.0<sup>[93]</sup>, el diámetro aparente de la celda fue calculado del área de celda, considerando la celda como un círculo. Las

imágenes obtenidas por Microscopía Óptica se muestran en la figura 39 de las cuales se midió el tamaño de celda.

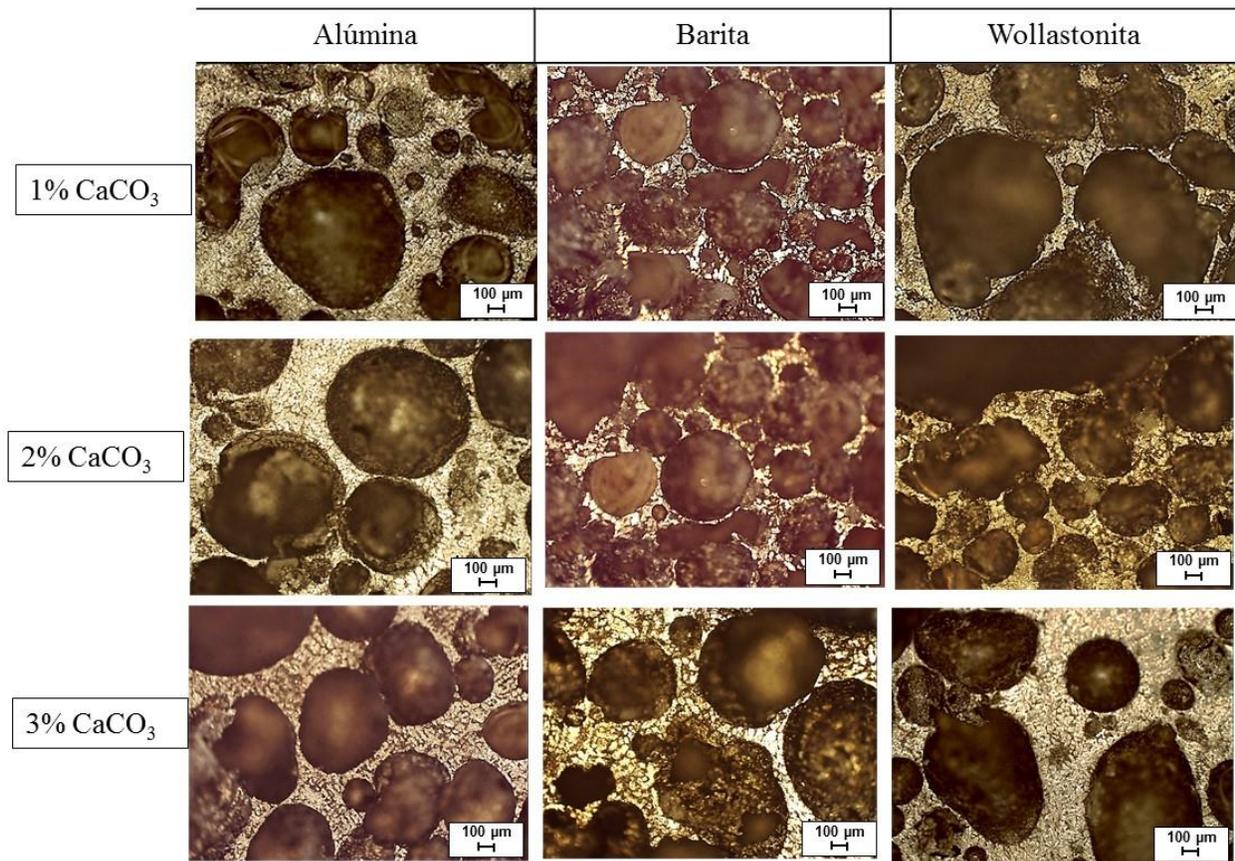


Fig. 39 Micrografías de las espumas de aluminio A356 fabricadas con Alúmina, Barita y Wollastonita y 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub>

La figura 40 muestra las gráficas de distribución de tamaños de celda para cada espuma producida con los diferentes agentes espesante y variando la cantidad del agente espumante CaCO<sub>3</sub>.

De acuerdo a las gráficas de la figura 40 se observa que la adición de los diferentes agentes espesantes ejerce un efecto sobre el tamaño de celda y como se observa en las gráficas con barita y alúmina se obtuvieron tamaños de celda más pequeños comparados con el tamaño de celda de las espumas con wollastonita. El efecto de la adición de CaCO<sub>3</sub> en el caso de las espumas con alúmina se observa que el tamaño de celda disminuye con el incremento de CaCO<sub>3</sub>. Mientras que, en el caso de las espumas con barita y wollastonita, se tiene una mayor variación en el tamaño de celda. En el

caso de las espumas con barita y 2% de  $\text{CaCO}_3$  y wollastonita con 3% de  $\text{CaCO}_3$  se observa un incremento en el tamaño de celda y un amplio intervalo de tamaños de celda.

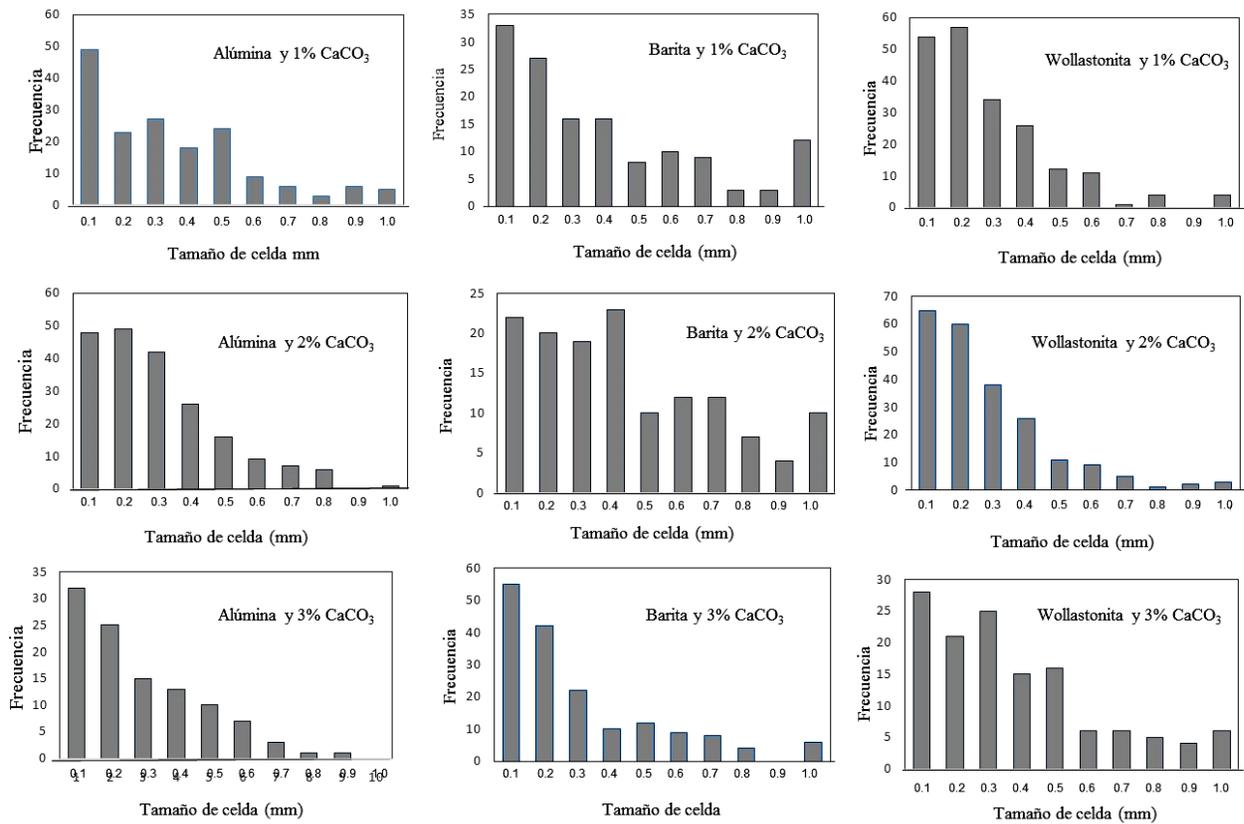


Fig. 40 Distribución de tamaños de celda de las espumas de aluminio A356 obtenidas

El mayor porcentaje de porosidad se obtuvo para las espumas con adiciones de 1% de carbonato de calcio para los tres agentes espesantes utilizados. Estas porosidades fueron de 86.93, 85 y 83.78 % para las adiciones de wollastonita, alúmina y barita, respectivamente. El agente espumante ( $\text{CaCO}_3$ ) también juega un papel muy importante en la porosidad, al incrementar la cantidad de carbonato la porosidad disminuye y la densidad aumenta relativamente en todos los casos.

Este comportamiento sugiere que una mayor cantidad de partículas de  $\text{CaCO}_3$  presentes en la aleación líquida impiden que la reacción de liberación de gas  $\text{CO}_2$  se lleve a cabo libremente, debido a la disminución del área en donde ocurre la nucleación y crecimiento de las burbujas sin que choquen unas con otras provocando el colapso entre ellas antes de que termine la expansión de la

espuma. Este fenómeno se observa en las imágenes de microscopía óptica (Figura 39), en donde se observa una mayor área de celdas colapsadas y una mayor variación en los tamaños de celda.

El tamaño y la morfología de las celdas también es afectada por la adición de los diferentes agentes espesantes (alúmina, barita y wollastonita). Las espumas con adición de barita y 1% de  $\text{CaCO}_3$  muestran el tamaño promedio de celda más pequeño de 0.312 mm, seguidas por las espumas con alúmina de 0.379 mm y las espumas con wollastonita muestran el tamaño de celda más grande de 0.395 mm.

Sin una relación entre el tamaño de partícula y el tamaño de la celda, está claro que el uso de un agente espumante más finamente pulverizado no será necesariamente más eficaz para generar una estructura celular más fina y el tamaño de celda más pequeño en las espumas con adición de carbonato no se puede atribuir solamente a los polvos del agente espumante más finos que puedan usarse.

#### **4.3.4 Microestructura de las espumas de aluminio A356**

Un análisis detallado de la microestructura y composición de las espumas de aluminio A356 se llevó a cabo con microscopía electrónica de barrido con microanálisis. En la figura 41 se muestran las micrografías de las espumas fabricadas con adiciones de alúmina, barita y wollastonita respectivamente y en la Tabla 6 se muestra el análisis cualitativo de cada una de ellas. Se analizó la matriz de las espumas constituida por la aleación y también la presencia de precipitados generalmente localizados en las paredes de la celda de las espumas. De acuerdo a la revisión de la literatura se menciona que existen reacciones entre los componentes de la aleación y de los componentes adicionados como agentes espesantes y espumantes.

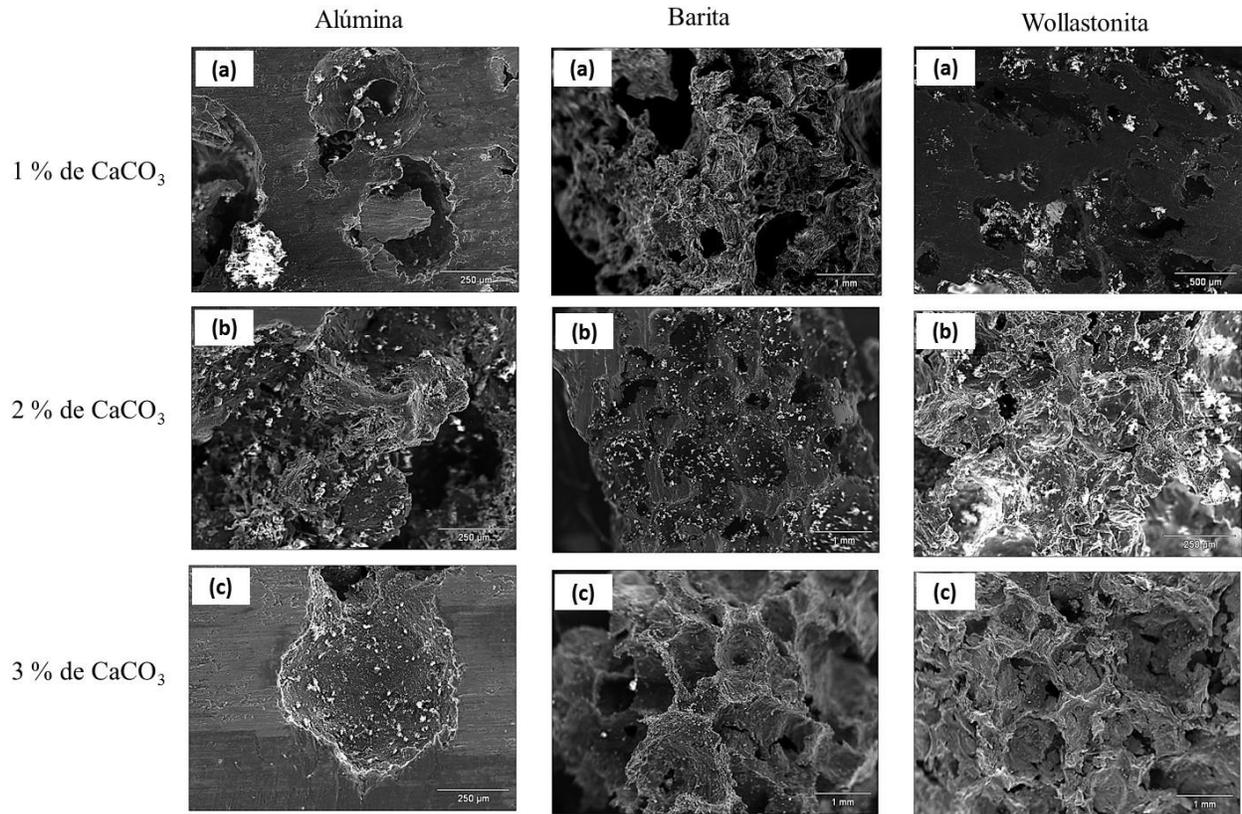


Fig. 41 Microestructura y morfología de las espumas producidas con adición de alúmina, barita y wollastonita como agentes espesantes y 1, 2 y 3% de  $\text{CaCO}_3$  como agente espumante

Tabla 6 Resultados del microanálisis cualitativo mediante MEB

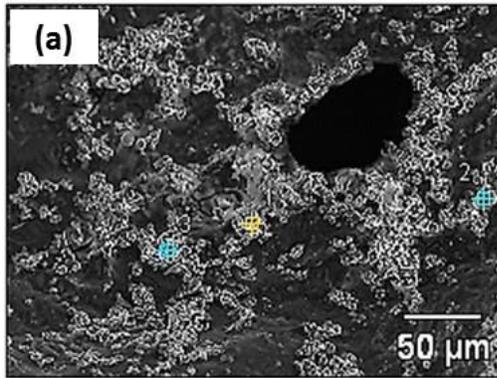
Agente Espesante	Muestra	% Peso					
		Al	Si	Mg	Ca	O	C
Alúmina	1(a)	76.40	6.95	0.28	0.91	5.35	10.11
	2 (b)	86.12	6.20	0.31	1.34	0.67	5.36
	3 (c)	77.96	6.88	0.14	0.88	3.56	10.58
Barita	1 (a)	65.89	7.68	1.79	2.57	15.07	7.0

	2 (b)	75.53	7.18	0.85	4.62	10.32	1.50
	3 (c)	74.42	6.49	0.89	0.35	17.85	
Wollastonita	1 (a)	76.29	8.01	1.15	2.90	11.65	
	2 (b)	68.50	5.44	1.54	2.08	22.44	
	3 (c)	68.78	6.99	2.18	7.10	14.94	

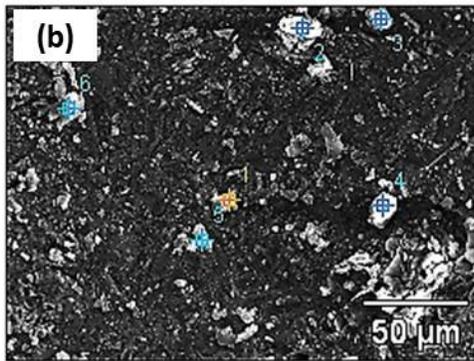
Nota: la designación de las muestras es: número (inciso), el número corresponde al porcentaje de carbonato de calcio adicionado e inciso al tipo de espesante utilizado.

En general se tiene que el análisis químico cualitativo de las espumas analizadas corresponde a la composición química de la aleación de aluminio A356 en cuanto a los contenidos de silicio y magnesio; la evidencia de carbono, oxígeno y calcio corresponde a la presencia del carbonato de calcio, no se descarta la presencia de alúmina y/o la formación de otros componentes.

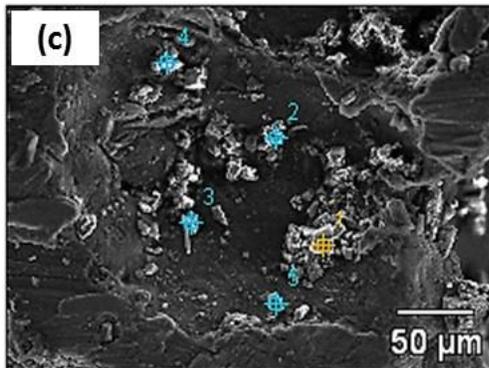
En las muestras partículas y aglomeraciones fueron localizadas y analizadas, las micrografías y los análisis cualitativos de las espumas son mostrados en las figuras 42-44. Las micrografías muestran la presencia de pequeñas partículas y agregados con diferentes distribuciones en la estructura de la espuma, estos resultados sugieren la formación de compuestos entre los diferentes agentes espesantes, el agente espumante ( $\text{CaCO}_3$ ) y la aleación durante el proceso de espumado ya que se observó un incremento de estas partículas o aglomerados al aumentar la cantidad de  $\text{CaCO}_3$ , de igual forma se observó que la presencia de algunos compuestos varía dependiendo del tipo de agente espesante utilizado.



Punto	% Peso					
	Al	O	Ca	C	Si	Cu
1	42.53	35.68	22.74	0.17		
2	53.07	34.56	0.49	10.94	0.46	0.48
3	56.55	41.07	2.38			

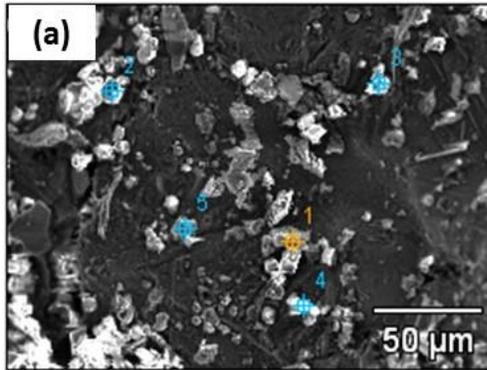


Punto	% Peso						
	Al	O	C	Ca	Mg	Sr	Ba
1	44.84	39.41		14.53	0.91		
2	0.53	43.19	12.68	32.34		8.66	2.60
3	2.87	42.44	11.82	30.25		6.81	5.81
4	1.70	37.20	17.38	33.95		7.80	1.96
5	20.13	50.34	25.67		1.41		
6	23.33	54.96	18.27	1.54	1.26		

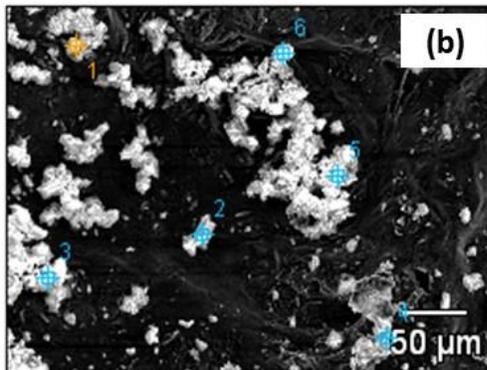


Punto	% Peso				
	Al	O	C	Ca	Si
1	78.37	1.92	19.35		0.36
2	0.66	30.96	15.94	52.44	
3	1.37	32.95	12.7	52.9	0.08
4	0.99	30.55	14.88	53.58	
5	70.96	4.38	23.87	0.08	0.70

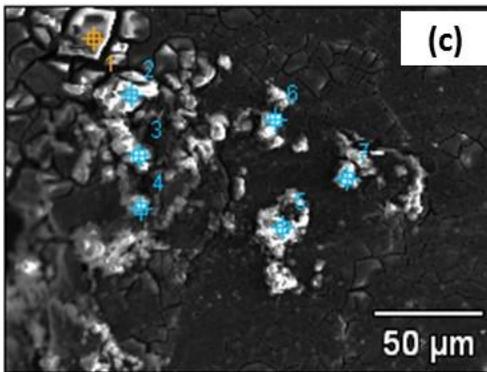
Fig. 42 Imágenes MEB y Análisis Cualitativo de las espumas con adición de Alúmina y (a) 1% en peso de  $\text{CaCO}_3$ , (b) 2% de  $\text{CaCO}_3$  y (c) 3% de  $\text{CaCO}_3$



Punto	% Peso				
	Al	O	C	Ca	Si
1	55.01	2.46	28.22		14.31
2	56.15	37.27	6.48	0.10	
3	0.84	48.46	12.26	37.99	0.45
4	0.69	53.14	1.23	0.13	44.81
5	60.66	33.02	5.82		0.50

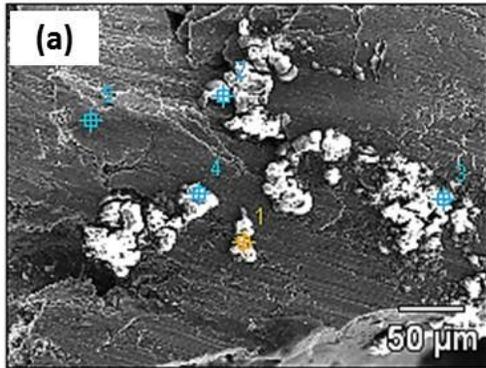


Punto	% Peso				
	Al	O	C	Ca	Si
1	0.54	47.55	12.70	39.11	
2	1.18	48.57	11.77	38.28	0.20
3	1.97	46.46	11.38	40.19	
4	0.81	48.12	12.86	38.21	
5	0.88	49.01	13.0	37.11	

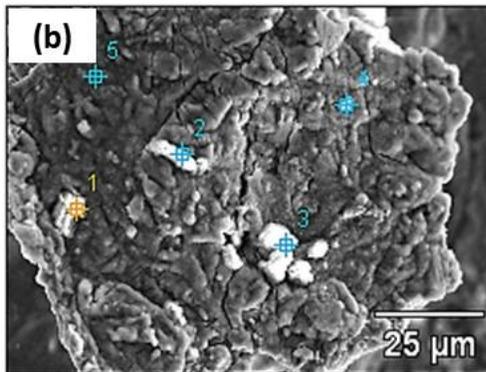


Punto	% Peso				
	Al	O	C	Ca	Si
1	41.19	43.28		15.62	
2	40.16	44.27		15.57	
3	54.31	42.59	0.61	2.07	0.42
4	41.31	43.51		13.35	1.83
5	57.16	33.23	6.26	1.33	2.02
6	57.19	34.30	6.65	0.98	0.88
7	52.87	46.22		0.91	

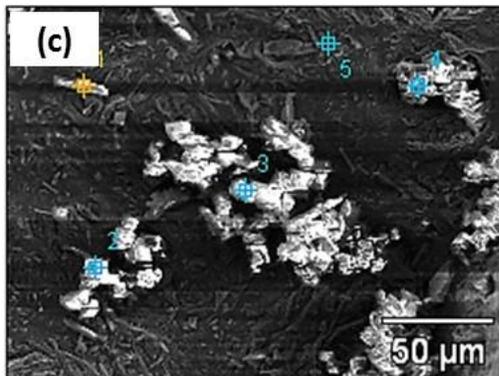
Fig. 43 Imágenes MEB y Análisis Cualitativo de las espumas con adición de barita y (a) 1% en peso de  $\text{CaCO}_3$ , (b) 2% de  $\text{CaCO}_3$  y (c) 3% de  $\text{CaCO}_3$



Punto	Al	O	Mg	Ca	Si
1	0.77	29.99		68.81	0.43
2	50.85	47.03	0.75	0.63	0.74
3	41.74	42.62	0.50	14.38	
4	28.23	58.79	12.18	0.36	0.44
5	53.22	45.76	0.31		0.71



Punto	% Peso				
	Al	O	Ca	C	Si
1	58.62	34.09	0.66	6.62	
2	54.41	35.08		10.50	
3	51.36	47.61		1.03	
4	50.42	46.17		3.41	
5	82.81	7.97		0.51	8.70



Punto	Al	O	Mg	Si	Ca
1	1.32	41.82	0.72	22.65	33.48
2	50.41	47.52	1.45		0.62
3	0.91	30.45	0.56	0.91	67.17
4	1.98	29.04	0.33	0.43	68.21
5	85.51	2.49	1.74	7.09	3.17

Fig. 44 Imágenes MEB y Análisis Cualitativo de las espumas con adición de Wollastonita y (a) 1% en peso de  $\text{CaCO}_3$ , (b) 2% de  $\text{CaCO}_3$  y (c) 3% de  $\text{CaCO}_3$

Los compuestos analizados de las figuras 42-44, se resumen en las Tablas 7, 8 y 9 para las espumas fabricadas con alúmina, barita y wollastonita, respectivamente, los cuales fueron determinados con los datos del porcentaje en peso de cada elemento identificado.

Tabla 7 Compuestos formados en las espumas de aluminio A356 con adición de Alúmina como agente espesante

Muestra	Punto	Composición % Peso	Compuesto
Alúmina 1% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>41.53</sub> O <sub>35.68</sub> Ca <sub>22.62</sub> C <sub>0.17</sub>	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	2	Al <sub>53.07</sub> O <sub>34.57</sub> C <sub>10.94</sub> Si <sub>0.95</sub> Cu <sub>0.48</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	3	Al <sub>56.55</sub> O <sub>41.07</sub> Ca <sub>2.38</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Ca partículas
Alúmina 2% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>0.54</sub> O <sub>39.91</sub> Ca <sub>14.53</sub> Mg <sub>0.41</sub> Fe <sub>0.31</sub>	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	2	Al <sub>0.53</sub> O <sub>43.19</sub> C <sub>12.68</sub> Ca <sub>32.34</sub> Sr <sub>8.66</sub> Ba <sub>2.60</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	3	Al <sub>2.87</sub> O <sub>42.44</sub> C <sub>11.82</sub> Ca <sub>30.25</sub> Sr <sub>6.81</sub> Ba <sub>5.81</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	4	Al <sub>1.70</sub> O <sub>37.20</sub> C <sub>17.38</sub> Ca <sub>33.95</sub> Sr <sub>7.80</sub> Ba <sub>1.96</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	5	Al <sub>58.72</sub> O <sub>32</sub> C <sub>9.28</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	6	Al <sub>61.38</sub> O <sub>32.34</sub> C <sub>6.28</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
Alúmina 3% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>78.37</sub> O <sub>1.92</sub> C <sub>19.35</sub> Si <sub>0.36</sub>	Al <sub>4</sub> C <sub>3</sub>
	2	Al <sub>57.68</sub> O <sub>34.82</sub> C <sub>7.5</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	3	Al <sub>0.66</sub> O <sub>30.96</sub> C <sub>15.94</sub> Ca <sub>52.44</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	4	Al <sub>60.18</sub> O <sub>32.54</sub> C <sub>7.28</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	5	Al <sub>73.97</sub> O <sub>1.38</sub> C <sub>23.87</sub> Si <sub>0.70</sub> Ca <sub>0.08</sub>	Al <sub>4</sub> C <sub>3</sub>

Tabla 8. Compuestos formados en las espumas de aluminio A356 con adición de Barita como agente espesante

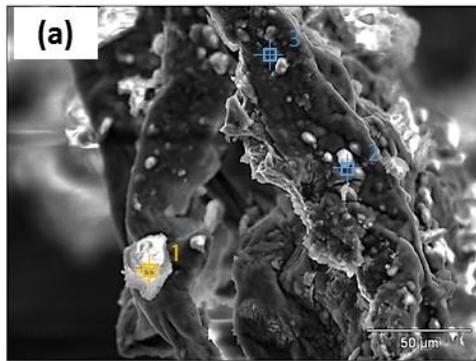
Muestra	Punto	Composición % Peso	Compuesto
Barita 1% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>55.01</sub> O <sub>2.46</sub> C <sub>28.22</sub> Si <sub>14.31</sub>	Al <sub>4</sub> SiC <sub>4</sub>
	2	Al <sub>56.15</sub> O <sub>37.27</sub> C <sub>6.48</sub> Cu <sub>0.10</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	3	Al <sub>0.84</sub> O <sub>48.46</sub> C <sub>12.26</sub> Ca <sub>37.99</sub> Si <sub>0.45</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	4	Al <sub>0.69</sub> O <sub>53.14</sub> C <sub>1.23</sub> Ca <sub>0.13</sub> Si <sub>44.81</sub>	SiO <sub>2</sub>
	5	Al <sub>60.66</sub> O <sub>33.02</sub> C <sub>5.82</sub> Si <sub>0.50</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
Barita 2 % CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>44.84</sub> O <sub>47.55</sub> C <sub>12.70</sub> Ca <sub>39.11</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	2	Al <sub>1.18</sub> O <sub>48.57</sub> C <sub>11.77</sub> Ca <sub>38.28</sub> Si <sub>0.20</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	3	Al <sub>1.97</sub> O <sub>46.46</sub> C <sub>11.38</sub> Ca <sub>40.19</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	4	Al <sub>0.81</sub> O <sub>48.12</sub> C <sub>12.86</sub> Ca <sub>38.21</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	5	Al <sub>0.88</sub> O <sub>49.01</sub> C <sub>13.0</sub> Ca <sub>37.11</sub>	CaCO <sub>3</sub>
Barita 3% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>41.19</sub> O <sub>13.28</sub> Ca <sub>15.62</sub>	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	2	Al <sub>40.16</sub> O <sub>44.27</sub> Ca <sub>15.57</sub>	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	3	Al <sub>54.31</sub> O <sub>42.59</sub> C <sub>0.61</sub> Ca <sub>2.07</sub> Si <sub>0.42</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	4	Al <sub>41.31</sub> O <sub>43.51</sub> Ca <sub>13.35</sub> Si <sub>1.83</sub>	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	5	Al <sub>57.16</sub> O <sub>33.23</sub> C <sub>6.26</sub> Ca <sub>1.33</sub> Si <sub>2.02</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	6	Al <sub>57.19</sub> O <sub>34.30</sub> C <sub>6.65</sub> Ca <sub>0.98</sub> Si <sub>0.88</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	7	Al <sub>52.87</sub> O <sub>46.22</sub> Ca <sub>0.91</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

Tabla 9. Compuestos formados en las espumas de aluminio A356 con adición de Wollastonita como agente espesante

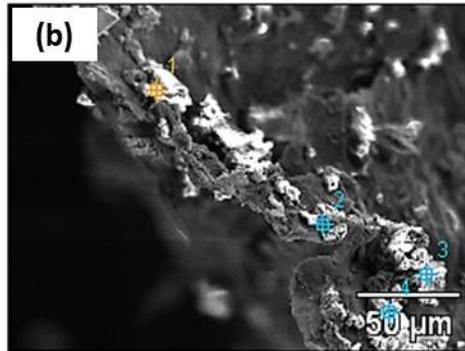
Muestra	Punto	Composición % Peso	Compuesto
Wollastonita 1% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>58.66</sub> O <sub>34.09</sub> Ca <sub>0.66</sub> C <sub>6.62</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	2	Al <sub>54.41</sub> O <sub>35.08</sub> C <sub>10.50</sub>	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
	3	Al <sub>51.36</sub> O <sub>47.61</sub> C <sub>1.03</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	4	Al <sub>50.42</sub> O <sub>46.17</sub> C <sub>3.41</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	5	Al <sub>82.81</sub> O <sub>7.97</sub> C <sub>0.51</sub> Si <sub>8.70</sub>	Al <sub>7</sub> Si
Wollastonita 2 % CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>0.77</sub> O <sub>29.99</sub> Ca <sub>68.81</sub> Si <sub>0.43</sub>	CaO
	2	Al <sub>50.85</sub> O <sub>47.03</sub> Mg <sub>0.75</sub> Ca <sub>0.63</sub> Si <sub>0.74</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	3	Al <sub>41.74</sub> O <sub>42.62</sub> Mg <sub>0.50</sub> Ca <sub>14.38</sub>	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	4	Al <sub>28.23</sub> O <sub>58.79</sub> Mg <sub>12.28</sub> Ca <sub>0.36</sub> Si <sub>0.44</sub>	CaCO <sub>3</sub>
	5	Al <sub>53.22</sub> O <sub>45.76</sub> Mg <sub>0.31</sub> Si <sub>0.71</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Wollastonita 3% CaCO <sub>3</sub>	1	Al <sub>1.32</sub> O <sub>41.82</sub> Mg <sub>0.72</sub> Si <sub>22.65</sub> Ca <sub>33.48</sub>	CaSiO <sub>3</sub>
	2	Al <sub>50.41</sub> O <sub>47.52</sub> Mg <sub>1.45</sub> Ca <sub>0.62</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	3	Al <sub>0.91</sub> O <sub>30.45</sub> Mg <sub>0.56</sub> Si <sub>0.91</sub> Ca <sub>67.17</sub>	CaO
	4	Al <sub>1.98</sub> O <sub>29.04</sub> Mg <sub>0.33</sub> Si <sub>0.43</sub> Ca <sub>68.21</sub>	CaO
	5	Al <sub>85.51</sub> O <sub>2.49</sub> Mg <sub>1.74</sub> Si <sub>7.09</sub> Ca <sub>3.17</sub>	Al <sub>7</sub> Si

La distribución de las partículas y aglomerados depende de la composición de cada compuesto, se pueden observar partículas dispersas aleatoriamente (Fig. 42(b)), formando una red (Fig 42(a)) o en racimos (42(b)).

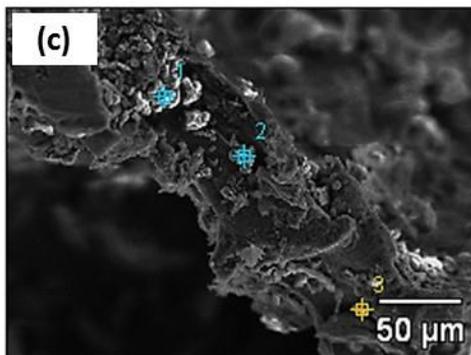
Se llevó a cabo un análisis de la pared de las celdas en donde es visible la presencia de partículas y aglomerados como se observa en la figura 45. Las partículas analizadas corresponden a los siguientes compuestos: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub>, Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>, Al<sub>4</sub>O<sub>4</sub>C y CaAl<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, los cuales permanecen sobre la superficie de las paredes de celda de las espumas producidas de aluminio A356 y pueden afectar el desempeño de las espumas en cuanto a sus propiedades mecánicas.



Punto	% Peso					Compuesto
	Al	Si	O	Ca	Mg	
1	52.86		46.23	0.76	0.15	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
2	53.12		46.66		0.22	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
3	91.19	7.21	0.44	0.88	0.28	Al <sub>7</sub> Si



Punto	Al	Si	O	C	Ca	Compuesto
1	0.31		44.12	12.45	43.12	CaCO <sub>3</sub>
2	55.58	14.22	2.2	28		Al <sub>4</sub> SiC <sub>4</sub>
3			47.00	11.86	41.14	CaCO <sub>3</sub>
4	0.85	0.33	46.98	12.32	39.52	CaCO <sub>3</sub>



Punto	Al	O	C	Ca	Compuesto
1	1.28	47.87	11.10	40.02	CaCO <sub>3</sub>
2	58.62	33.57	6.38	1.43	Al <sub>4</sub> O <sub>4</sub> C
3	42.13	44.01	13.82	0.04	CaAl <sub>4</sub> O <sub>7</sub>

Fig. 45 Examinación mediante MEB de las paredes de celda de las espumas de aluminio A356 producidas, con adición de (a) alúmina, (b) barita y (c) wollastonita

#### 4.3.5 Comportamiento mecánico de las espumas de aluminio A356

Las propiedades mecánicas de las espumas fabricadas con los tres agentes espesantes y carbonato de calcio como agente espumante se determinaron mediante pruebas de compresión. Las probetas cilíndricas maquinadas de acuerdo a la norma DIN 50134 se observan en la figura 46.



Fig. 46 Muestras cilíndricas de 19mm de diámetro y 38 mm de altura maquinadas para pruebas de compresión

Las propiedades mecánicas tales como esfuerzo de cedencia ( $\sigma_y$ ), módulo de Young (E), esfuerzo Promedio en la zona de meseta ( $\sigma_{pl}$ ) y energía de absorción (W) se obtuvieron a partir de las curvas experimentales Esfuerzo-Deformación que se observan en la figura 47. El esfuerzo de cedencia se determinó considerando el criterio de compensación de 0.2% para identificar el comportamiento elástico inicial lineal. El esfuerzo en la zona de meseta fue calculado promediando los valores de esfuerzo obtenidos entre la región elástica y la región de densificación. La capacidad de absorción de energía se determinó calculando el área bajo la región de meseta antes del inicio de la densificación, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$W = \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad (10)$$

Donde  $\sigma$  y  $\epsilon$  son el esfuerzo y la deformación bajo compresión, respectivamente.

La figura 47 muestra la obtención de curvas típicas de esfuerzo-deformación de las espumas A356 de poro cerrado fabricadas. En todos los casos las espumas muestran tres etapas distintas bajo cargas de compresión: (1) una región elástica lineal inicial a muy baja deformación, en la mayoría de los casos sin la presencia de un máximo de esfuerzo, (2) una zona de meseta extensa, a un nivel de esfuerzo relativamente constante donde se incrementa el esfuerzo lentamente conforme las celdas se deforman plásticamente y (3) una región de densificación donde las celdas se colapsan debido a una compactación total.

En la mayoría de los casos se observa que un comportamiento suave en la región de la meseta de las curvas de compresión; sin embargo, se observa claramente que las espumas fabricadas con adición

de alúmina muestran oscilaciones o serraciones en la zona de la meseta, este comportamiento también se observa en la espuma con la adición de Wollastonita y 3% de  $\text{CaCO}_3$

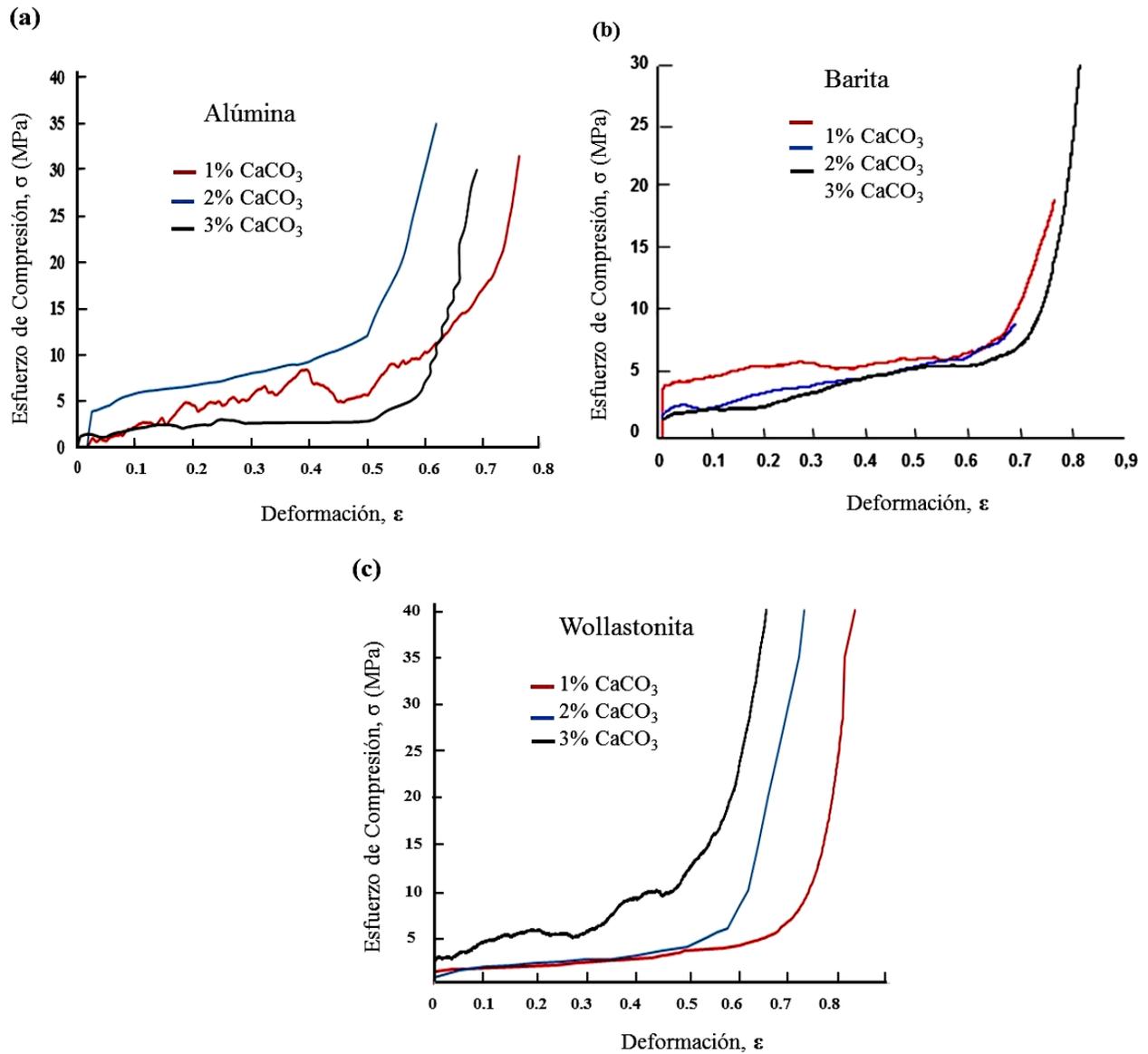


Fig. 47 Curvas de Compresión Esfuerzo-Deformación de las espumas de aluminio A356 con 1, 2 y 3% de  $\text{CaCO}_3$  y (a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (b)  $\text{BaSO}_4$  y (c)  $\text{CaSiO}_3$

Las curvas esfuerzo – deformación de la figura 47 muestran dos mecanismos de deformación para las espumas de aluminio A356 producidas en la zona de meseta; comportamiento dúctil y comportamiento frágil. El comportamiento frágil es caracterizado por la presencia de oscilaciones o serraciones en la zona de meseta, este comportamiento se presenta en las espumas con adición de Alúmina con 1% de  $\text{CaCO}_3$  y Wollastonita con 3% de  $\text{CaCO}_3$ .

Se ha identificado que cada oscilación es debido a la localización de deformación de una banda y un sucesivo aplastamiento de bandas de deformación permitiendo una apariencia no-suave en la zona de meseta. Ligeras oscilaciones o serraciones típicamente son asociadas con fractura frágil de las paredes de celda debido a bajos dominios de un eutéctico dúctil y partículas frágiles foráneas adjuntas a las paredes de celda las cuales se forman debido a la adición de los agentes espesantes y espumantes.

Es deseable en aplicaciones prácticas que las espumas muestren un colapso uniforme con un régimen amplio de meseta. Para estos resultados es evidente que el comportamiento de deformación de las espumas producidas con la adición de barita es más atractivo que el de las espumas obtenidas con adición de alúmina o wollastonita.

Se ha reportado <sup>[86, 88, 89]</sup> que la presencia de partículas y/o aglomeraciones cerámicas propician mecanismos de fractura frágil en las espumas. En este trabajo de acuerdo a los análisis de microscopia óptica de barrido y microanálisis, se detectó la presencia de fases solidas dispersas tales como  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ,  $\text{Al}_4\text{SiC}_4$  y  $\text{SiO}_2$ , en las espumas lo que promueve un comportamiento frágil. También se sugiere que el tamaño de celda puede tener influencia en el modo en que se comportan las espumas bajo cargas de compresión, por ejemplo, para tamaños de celda muy pequeños, se puede esperar un comportamiento más consistente y menos susceptible a fluctuaciones dispersas.

Las propiedades mecánicas obtenidas de las curvas de compresión Esfuerzo-Deformación se resumen en la tabla 10.

Tabla 10. Propiedades Mecánicas y capacidad de absorción de energía de las espumas de aluminio A356 producidas



Esta variación es similar al grado de dispersión en las mediciones reportadas de la rigidez de espumas comerciales disponibles, las cuales sugieren que el intervalo en E es un resultado inevitable de la naturaleza estocástica de las estructuras de celda de las espumas del metal base, en la cual mucho de la deformación elástica inicial está concentrada a el punto más débil de la estructura, por lo tanto se observa que al aumentar la densidad de la espuma el valor de E aumenta debido al metal base de las espumas producidas.

La figura 48 también presenta los valores de modulo elástico de las espumas producidas por Curran y col. [3] y como se observa en el gráfico los valores de E para las espumas producidas en este trabajo son similares a los reportados por Curran, con valores de E entre 0.4 – 1.2 GPa para espumas con densidades de 0.30 y 0.50, respectivamente.

Las mediciones del esfuerzo de cedencia en función de la densidad relativa determinados en este trabajo se observan en la figura 49, se incluyen valores de esfuerzo de cedencia para espumas de aluminio fabricadas comercialmente por los procesos FOAMCARP y FOAMGRIP (espumas con carbonato y espumas con hidruro de titanio, respectivamente).

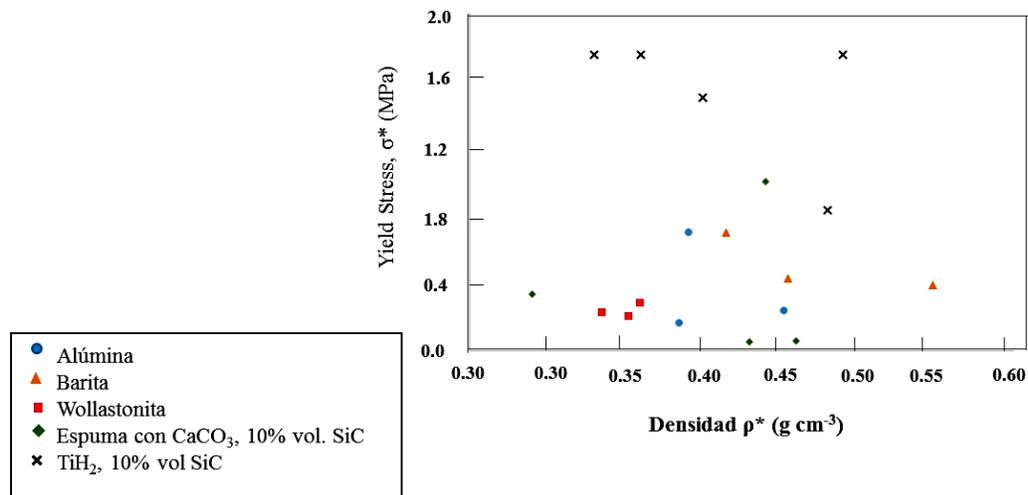


Fig. 49 Mediciones del esfuerzo de cedencia  $\sigma^*$  en compresión uniaxial de las espumas producidas de la aleación de aluminio A356

La inmediata conclusión de la figura 49 es que las espumas con adición de carbonato de calcio presentan un menor valor de esfuerzo de cedencia que las espumas fabricadas con la adición de TiH<sub>2</sub>

en los mismos intervalos de densidad (0.30 – 0.55 g cm<sup>-3</sup>). Es evidente que para las espumas con adición de carbonato de calcio como agente espumante con la densidad relativa más baja (Adición de wollastonita) es probable que presenten una mayor cantidad de concentración de defectos, posiblemente debido al incremento de probabilidad de ruptura de las caras de celda más delgadas debido a la diferencia en la presión del gas entre las celdas adyacentes. La pequeña variación de estos valores se debe a que en algunas ocasiones hubo desprendimiento de pequeños fragmentos de metal durante la prueba de compresión.

La capacidad de absorción de energía se incrementa con el aumento de la deformación para todos los casos de las espumas producidas. Las muestras con adición de barita muestran el más alto valor de energía de absorción (3.81 MJ m<sup>-3</sup>), mientras que las espumas con adición de wollastonita muestran los más bajos (2.16 MJ m<sup>-3</sup>). La diferencia en la capacidad de absorción de energía que presentan las espumas producidas es atribuida a los diferentes espesores de pared de celda obtenidos con los diferentes agentes espesantes y espumantes utilizados. Si se considera una densidad relativa similar de las espumas producidas, entonces un diámetro de celda más grande dará como resultado paredes de celda más gruesas y la capacidad bajo carga por unidad de área será más fuerte, por lo que la energía absorbida será mayor a una determinada deformación.

Debido a que una de las cualidades principales de las espumas de aluminio es su elevada capacidad de absorción de energía, esto significa que mayores deformaciones pueden ser obtenidas a bajos niveles de esfuerzo. Por lo que la capacidad de absorción de energía (W), eficiencia de absorción de energía ideal (I) y la eficiencia de absorción de energía (E) son tres aspectos útiles para evaluar el desempeño de las espumas metálicas. Estos parámetros fueron evaluados de acuerdo a las siguientes ecuaciones:

$$E = \frac{1}{\sigma_m} \int_0^{\epsilon_m} \sigma d\epsilon \quad (11)$$

$$I = \frac{1}{\sigma_m \epsilon_m} \int_0^{\epsilon_m} \sigma d\epsilon \quad (12)$$

Donde E es la eficiencia de absorción de energía, I es la eficiencia de absorción de energía ideal y  $\sigma_m$  es el esfuerzo donde la deformación es  $\epsilon_m$ . Los resultados de eficiencia de absorción de energía ideal para las espumas producidas se muestran en la figura 50.

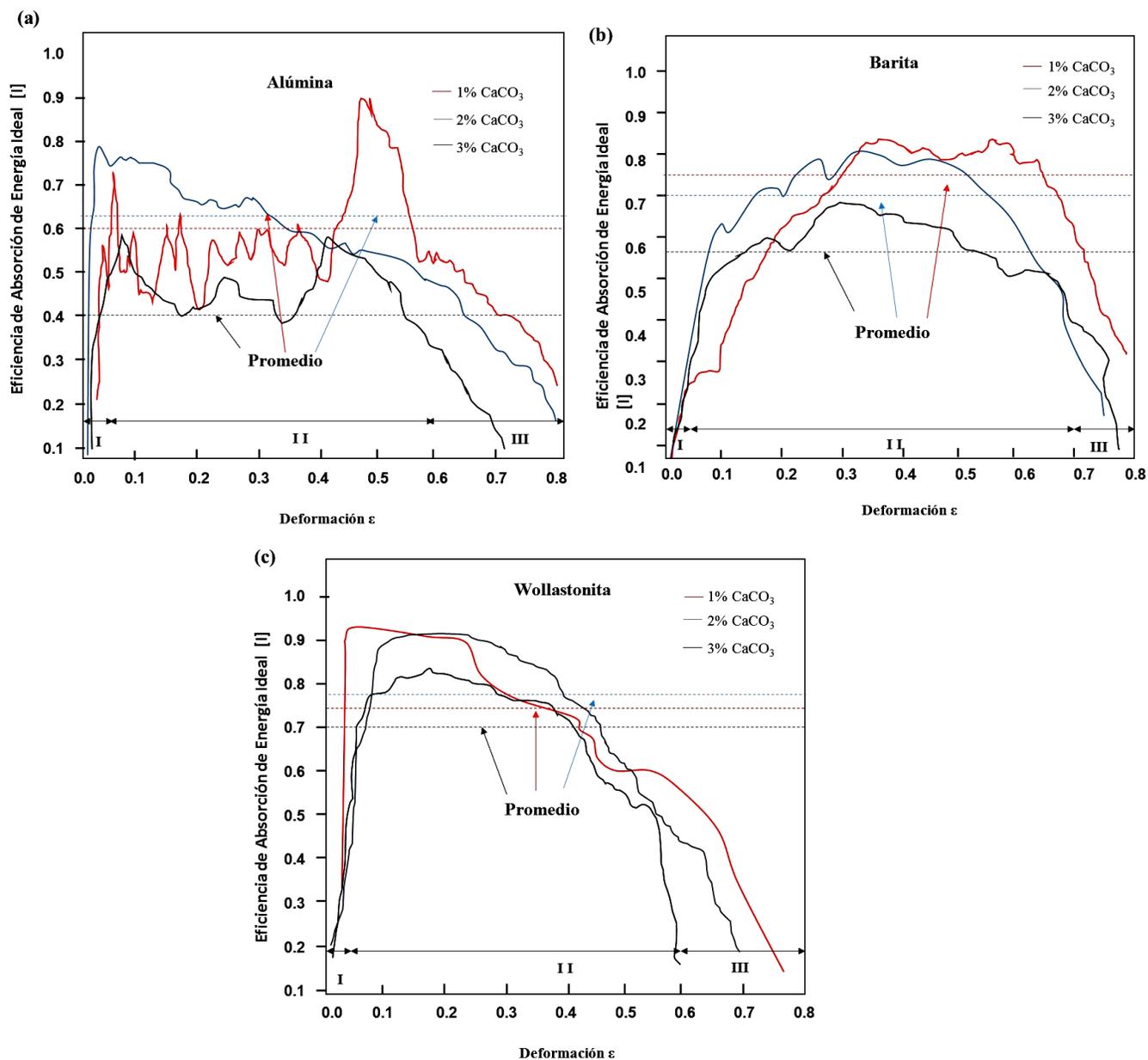


Fig. 50 Eficiencia de absorción de energía Ideal de las espumas fabricadas con adición de (a) Alúmina, (b) Barita y (c) Wollastonita y 1, 2 y 3% de CaCO<sub>3</sub> como agente espumante

Las gráficas de la figura 50 muestran en tres etapas: (I) etapa de incremento rápido, donde la eficiencia de energía de absorción incrementa, hasta el punto de mayor eficiencia junto con el incremento de la deformación. (II) etapa de permanencia, donde la eficiencia de absorción de energía se mantiene, pero algunas fluctuaciones ocurren conforme la deformación avanza y (III)

etapa de disminución, donde la eficiencia de absorción de energía disminuye con el incremento en la deformación.

La grafica en la figura 50 muestra una etapa en la que la eficiencia se mantiene parcialmente estable en un intervalo de deformación, la cual incide el valor de la eficiencia de absorción de energía ideal para cada espuma de aluminio A356 producida. Para el caso de la adición de alúmina, la espuma con adición de 2% de  $\text{CaCO}_3$  muestra el mayor valor de I el cual es de 0.63, en el caso de la adición con barita, el mayor valor de eficiencia de absorción de energía ideal (I) de 0.75 para 1% de  $\text{CaCO}_3$ . En el caso de la wollastonita, el mayor valor de I obtenido fue de 0.78 para una adición de 2% de  $\text{CaCO}_3$ .

Todas las gráficas muestran fluctuaciones las cuales son atribuidas a los procesos inestables de compresión. La muestra con adición de wollastonita muestra el valor más alto de eficiencia y después una breve etapa a un valor de eficiencia constante. Sin embargo, las espumas con adición de barita muestran altos valores de eficiencia de absorción de energía ideal con etapas constantes más estables con menores fluctuaciones. Por lo que, las espumas producidas con barita muestran el mejor comportamiento de eficiencia de absorción de energía ideal, lo cual contribuye como un potencial agente espesante para su empleo en el campo de ingeniería.

La relación entre la eficiencia de absorción de energía y la deformación se observa en la figura 51 para cada espuma de aluminio A356 producida.

La figura 51 muestra para todos los casos que la eficiencia se incrementa junto con la deformación hasta alcanzar el máximo punto de eficiencia, después ésta disminuye. Las espumas con adición de barita muestran las eficiencias más elevadas 0.47, 0.38 y 0.37 para las adiciones de 1, 2 y 3% de  $\text{CaCO}_3$  respectivamente y las espumas con adición de alúmina muestran los valores de eficiencia más bajas (0.45, 0.28 y 0.20).

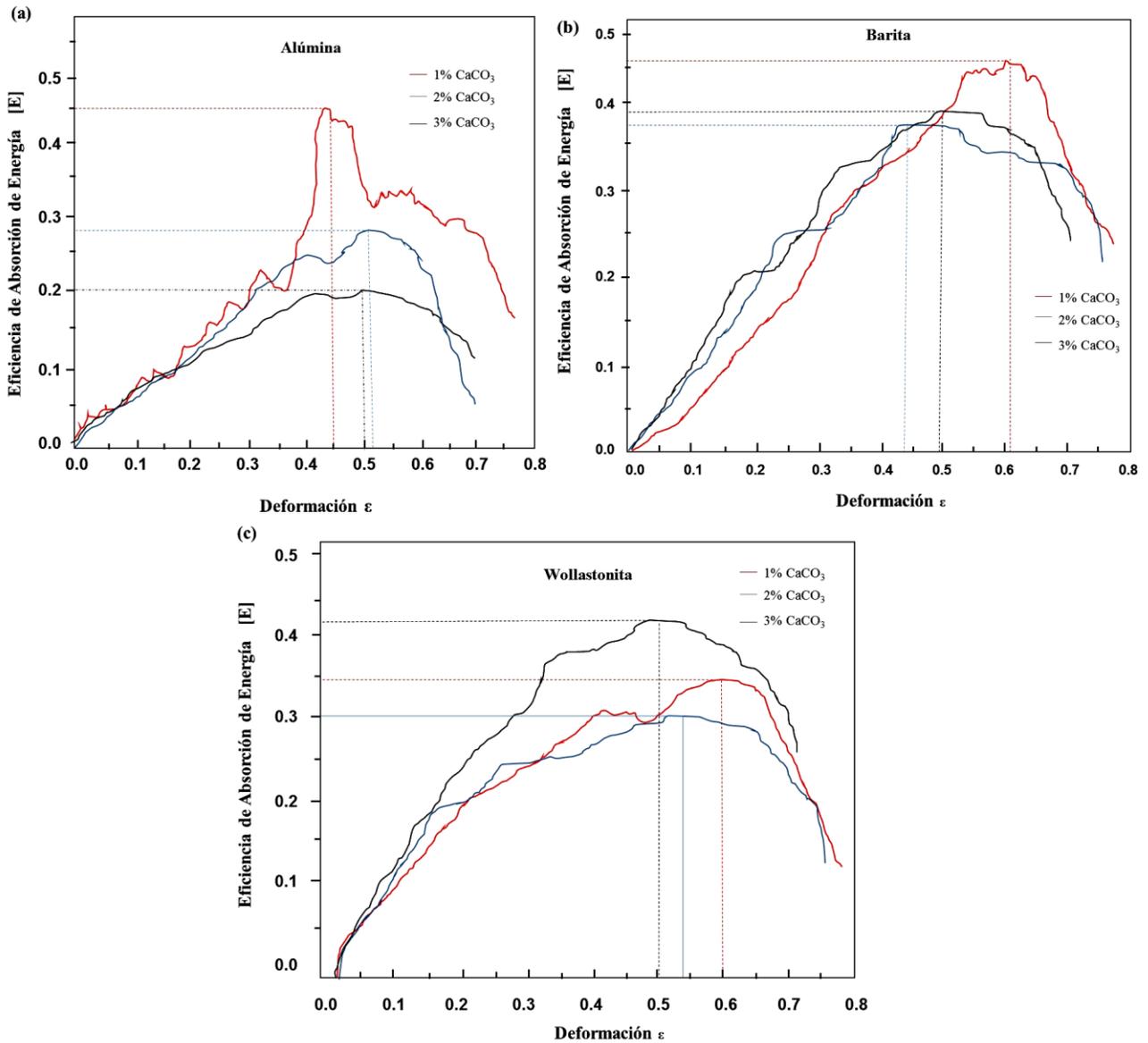


Fig. 51 Eficiencia de absorción de energía de las espumas de aluminio A356 producidas usando (a) Alúmina, (b) Barita y (c) Wollastonita y 1, 2 y 3% CaCO<sub>3</sub>

Los resultados de la figura 51 muestran que el valor más alto de eficiencia de absorción de energía corresponde a la espuma con adición de barita y 1% de CaCO<sub>3</sub>, que es de 0.46 y el valor más bajo (0.2) se obtuvo para la espuma con adición de alúmina y 3% de CaCO<sub>3</sub>. Se concluye que las espumas con adición de barita presentan los valores más altos de eficiencia de absorción de energía y de acuerdo a resultados reportados de sistemas similares <sup>[90, 95]</sup>, generalmente se obtiene una

elevada eficiencia de absorción de energía cuando la región de meseta es horizontal y sin la presencia de picos. En este trabajo se determinó que la eficiencia de absorción de energía se incrementa cuando el tamaño promedio de celda aumenta y la porosidad disminuye.

#### 4.3.6 Análisis del proceso

Los resultados en MEB muestran una microestructura no-homogénea para las espumas producidas de aluminio A356, con la presencia de partículas y/o aglomeraciones en las paredes y en el interior de las celdas. De acuerdo al análisis cualitativo y a los cálculos realizados las partículas corresponden a los compuestos:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ,  $\text{CaSiO}_3$  y  $\text{Al}_4\text{SiC}_4$ . Estas partículas corresponden a compuestos formados debido a las reacciones entre los agentes espesantes, espumantes, la aleación de aluminio y los posibles gases absorbidos por el medio bajo las condiciones de trabajo mencionadas. Las partículas de  $\text{CaCO}_3$  presumiblemente se deben a la dispersión incompleta del agente espumante en el metal líquido debido a la cantidad adicionada y/o a las partículas parcialmente reaccionadas que no pudieron ser retenidas por el metal, por lo que las partículas de carbonato de calcio están presentes en todas las muestras analizadas. La presencia de partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se explica debido a la rápida oxidación del aluminio al estar en contacto con la atmósfera y al contenido de oxígeno que los diferentes agentes usados contienen los cuales reaccionan a elevadas temperaturas, formando el dross de aluminio.

Durante el proceso de obtención de las espumas de aluminio A356 varias reacciones se llevan a cabo debido a la interacción entre los diversos componentes usados y la atmósfera, por lo que el proceso de espumado puede ser explicado con el siguiente mecanismo. La primera reacción que se lleva a cabo es la descomposición térmica del  $\text{CaCO}_3$  en el metal líquido:



El magnesio contenido en la aleación es altamente reactivo y reacciona con el gas  $\text{CO}_2$  liberado de la reacción (8), mediante la siguiente reacción:

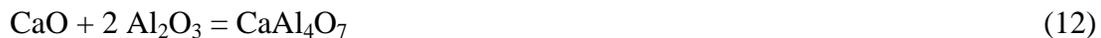


Cochran y col <sup>[96]</sup> reportan para las aleaciones Al-Mg que después de un tiempo de incubación MgO o MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pueden nuclear bajo una película amorfa previamente formada de MgO y la oxidación separada comienza, la cual finaliza solo cuando todo el Mg ha sido oxidado, por lo que la formación del espinel ocurre después de que el MgO ha sido formado.

El MgO y el C formados en la reacción (9) reaccionan con el agente espesante y con el aluminio líquido y forman el espinel MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> y el carburo de aluminio Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> respectivamente, de acuerdo a las reacciones (10) y (11).



La formación del Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> es perjudicial para las propiedades del compuesto debido a su elevada fragilidad, este compuesto solo fue encontrado en las espumas con adición de Alúmina. El óxido de calcio formado en la reacción (8) reacciona con el agente espumante para formar el compuesto CaAl<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, de acuerdo a la siguiente reacción:



Este compuesto está presente en la mayoría de los casos al igual que el compuesto Al<sub>4</sub>O<sub>4</sub>C, el cual se forma en condiciones altamente oxidantes, se obtiene cuando la cantidad de CaCO<sub>3</sub> y la temperatura se incrementan. Por lo tanto, el aluminio líquido reacciona con el carbono formado en la reacción (9) y el oxígeno de la atmosfera o del gas CO<sub>2</sub> liberado por la descomposición térmica del CaCO<sub>3</sub>.



Los compuestos Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub> y SiO<sub>2</sub> solo fueron detectados en las espumas con adición de barita y los compuestos CaO y CaSiO<sub>3</sub> solo estuvieron presentes en las espumas con adición de wollastonita, estos últimos debido a la composición de los agentes espesantes los cuales reaccionaron con el metal en una atmosfera oxidante, formando estos compuestos y en el caso de las partículas de CaSiO<sub>3</sub> se sugiere que es debido a una mala dispersión de las partículas en el metal líquido y que se quedaron sobre la superficie.

Con el fin de corroborar los resultados de microanálisis composicional obtenidos en MEB sobre el tipo de partículas y/o aglomeraciones se llevó a cabo un análisis termodinámico mediante el programa FactSage 7.0 [97]. El módulo Equilib contenido en el programa Factsage se utilizó para determinar la concentración de las diferentes especies químicas una vez que alcanzan el estado de equilibrio químico. El usuario proporciona la cantidad inicial de las especies química, la temperatura y la presión del sistema (1 atm), entonces el programa calcula las especies más estables con el método de minimización de la energía libre de Gibbs. El análisis termodinámico se llevó a cabo usando el siguiente sistema:  $[Al-Mg]_{aleación}-(aAl_2O_3)_{agente\ espesante}-(bCaCO_3)_{agente\ espumante}$ . Donde los valores de a y b se fijaron en el intervalo de 0 a 1 % y 0 a 3 %, respectivamente. La base de datos utilizada no contiene silicio y cobre. Por lo que no se consideraron en el análisis. Se obtuvieron diagramas de estabilidad de este sistema para 973, 1073 y 1173 K a 1 atm.

La figura 52 muestra un diagrama de estabilidad a 973 K. Se observa la formación de dos regiones principales, donde la estabilidad de los componentes  $MgAl_2O_4$  y  $Al_4C_3$  se forman a bajas cantidades de  $CaCO_3$  y  $Al_2O_3$ ; sin embargo, cuando las cantidades de carbonato de calcio y alúmina aumentan, el componente  $CaAl_4O_7$  se forma.

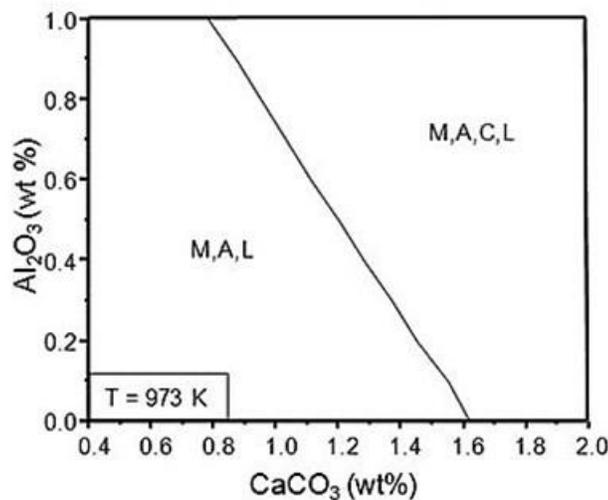


Fig. 52 Diagrama de estabilidad de fase del  $[Al-Mg]_{aleación}-(xAl_2O_3)_{agente\ espesante}-(xCaCO_3)_{agente\ espumante}$  a 973 K. (M)  $MgAl_2O_4$ ; (A)  $Al_4C_3$ ; (C)  $CaAl_4O_7$ ; (L) líquido.

Las figuras 53 y 54 muestran los diagramas de estabilidad de fase a 1073 y 1173 K, respectivamente. Se observó la formación de dos regiones adicionales cuando la temperatura se

incrementó. Los componentes estables son:  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$  and  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ,  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ . Estas dos nuevas regiones incluyen la formación del compuesto  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$  y se incrementan cuando la temperatura aumenta de 1073 a 1173 K. Los tres diagramas de fases obtenidos muestran que los componentes formados están contenidos en una fase líquida constituida por la aleación fundida.

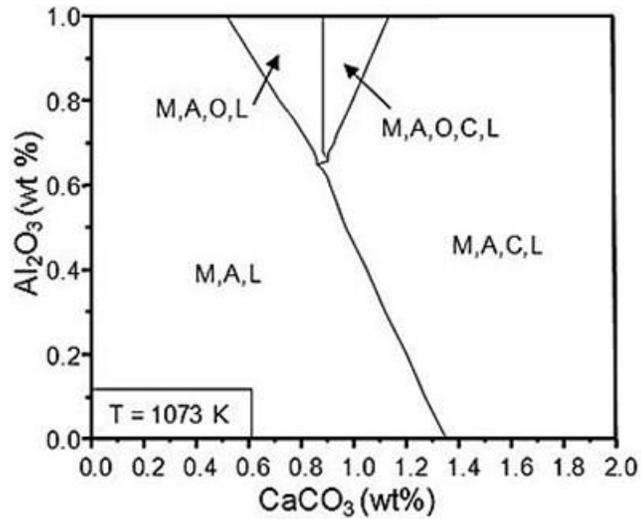


Fig. 53 Diagrama de estabilidad de  $[\text{Al-Mg}]_{\text{aleación}}-(x\text{Al}_2\text{O}_3)_{\text{agente espesante}}-(x\text{CaCO}_3)_{\text{agente espumante}}$  a 1073 K. (M)  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ; (A)  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ; (C)  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ; (O)  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ; (L) líquido

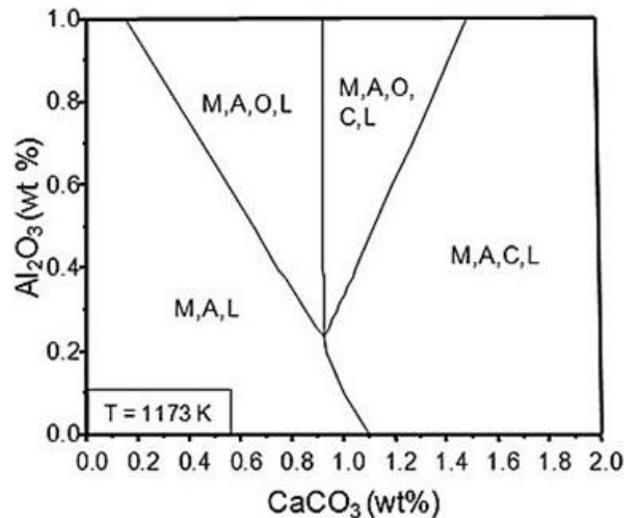


Fig. 54 Diagrama de estabilidad de  $[\text{Al-Mg}]_{\text{alloy}}-(x\text{Al}_2\text{O}_3)_{\text{agente espesante}}-(x\text{CaCO}_3)_{\text{agente espumante}}$  at 1173 K. (M)  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ; (A)  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ; (C)  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ; (O)  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ; (L) líquido

El análisis termodinámico mediante el programa EQUILIB confirma la presencia de los componentes  $Al_4C_3$ ,  $CaAl_4O_7$ ,  $Al_4O_4C$ , las cuales fueron detectadas experimentalmente. Los compuestos determinados en este trabajo son conocidos como cerámicos o materiales refractarios que exhiben propiedades como un elevado punto de fusión, elevada dureza y un comportamiento frágil, el cual es perjudicial en las propiedades mecánicas de las espumas. Con el objetivo de disminuir el comportamiento frágil de las espumas de aluminio A356 de celda cerrada obtenidas, el proceso de espumado requiere de condiciones no-oxidantes, esto es: menores cantidades de  $CaCO_3$ . De los diagramas de estabilidad obtenidos se observa que la formación de especies mineralógicas ocurre con adiciones de carbonato de calcio alrededor del 1%, por lo que adicionar cantidades mayores a 1 % solo propiciaría el incremento de partículas de carbonato de calcio sin reaccionar en las paredes de la celda de las espumas. Se recomienda también disminuir la adición de compuestos en forma de óxidos, al igual que disminuir la formación de óxidos durante el proceso y finalmente disminuir la temperatura del proceso de espumado. Sin embargo, esta última consideración depende de la temperatura de fusión de la aleación y de la descomposición térmica del agente espumante. Para este trabajo la descomposición térmica del  $CaCO_3$  ocurre en un rango de 683 – 809°C donde el gas  $CO_2$  es liberado. En adición el punto de fusión de la aleación de aluminio A356 fue determinado a 615°C. Por lo que la temperatura en el proceso de espumado fue determinada a 700°C, con el objetivo de que se libere el gas  $CO_2$  dentro de la aleación fundida.

## 5. Conclusiones

En este trabajo se fabricaron espumas de celda cerrada de la aleación de aluminio A356 mediante la adición de carbonato de calcio como agente espumante. Se evaluó y demostró la factibilidad de utilizar wollastonita y barita como agentes espesantes alternativos a los actualmente utilizados. Las conclusiones de este trabajo son las siguientes:

1. Se determinó que la barita y wollastonita utilizadas provienen del procesamiento primario de minerales. La barita y wollastonita están constituidas principalmente del mineral celestine barian ( $\text{Ba}_{0.25}\text{Sr}_{0.75}\text{SO}_4$ ) y wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ) con cantidades minoritarias de calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), magnesita ( $\text{MgO}$ ) y óxido de potasio ( $\text{K}_2\text{O}$ ) como principales impurezas.
2. Se determinó que el carbonato de calcio utilizado como agente espumante se descompone térmicamente en el intervalo de 695 a 805°C, por lo que el proceso de espumación se llevó a cabo a 700 °C debido a que la temperatura de fusión de la aleación de aluminio A356 se determinó en 615 °C
3. Para los tres agentes espesantes evaluados, se determinó que la adición de 1 % de carbonato de calcio promueve la mayor espumación de la aleación de aluminio, contenidos mayores promueven el colapsamiento de las celdas por la mayor interacción de las burbujas con las partículas. La adición de wollastonita promueve la mayor expansión seguido de la barita y alúmina.
4. La mayor porosidad se obtuvo para las espumas fabricadas con la adición de wollastonita y 1% de  $\text{CaCO}_3$  (86.91%), mientras que la menor porosidad la obtuvo la espuma fabricada con barita y 3% de  $\text{CaCO}_3$  (78.59%). Se determinó para todos los casos que al aumentar la cantidad de  $\text{CaCO}_3$ , la porosidad disminuye mientras que la densidad relativa aumenta.
5. Se determinó que las espumas fabricadas con la adición de barita presentaron el tamaño promedio de celda más pequeño (~0.312 mm), seguidas por las espumas fabricadas con alúmina (~0.379 mm) y las espumas fabricadas con wollastonita presentaron el tamaño de celda más grande (~0.395 mm).
6. El proceso de fabricación de espumas con la adición de agentes espesantes y espumantes promueve la formación de partículas sólidas adheridas a la estructura de las celdas de las

espumas. La cantidad de partículas sólidas se incrementaron al aumentar el contenido de agente espumante. Se detectaron los compuestos  $\text{CaO}$ ,  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ ,  $\text{Al}_4\text{SiC}_4$  y  $\text{SiO}_2$  por MEB-EDS, los cuales se atribuyen a reacciones que ocurren entre los componentes de la aleación y los agentes espesantes y espumante.

7. Se determinó mediante un análisis termodinámico con el software Factsage y el módulo equilib la formación de los compuestos  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ,  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$  y  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$ , lo cual confirma los resultados obtenidos en microanálisis. Se obtuvieron diagramas de estabilidad del proceso de espumación considerando alúmina y carbonato de calcio como agentes espesante y espumante, respectivamente. Se determinó que, al incrementar la cantidad de agente espumante, se propicia la formación de  $\text{CaAl}_4\text{O}_7$  y  $\text{Al}_4\text{C}_3$ ; mientras que el incremento de la temperatura promueve la formación del compuesto  $\text{Al}_4\text{O}_4\text{C}$ .
8. Las curvas esfuerzo-deformación de las espumas fabricadas presentan un comportamiento típico de las espumas metálicas comerciales, esto es un comportamiento relativamente suave (dúctil) hasta que se alcanza la densificación es alcanzada; sin embargo, las espumas fabricadas con adiciones de alúmina y wollastonita con 3% de  $\text{CaCO}_3$  mostraron oscilaciones y/o serraciones, lo que indica un comportamiento frágil.
9. Módulo de Young (E) y el punto de cedencia (Yield Stress) son resultado inevitable de la naturaleza del metal base y de la estructura de celda de las espumas, por lo que si la densidad de la espuma aumenta, ambos valores incrementan. El valor de esfuerzo promedio en la zona de meseta puede llegar a ser alto como en el caso de la espuma con adición de alúmina, pero a niveles de deformación muy bajos, lo cual indica que la espuma fallara prematuramente. Por otro lado la espuma con barita muestra una zona de meseta más estable a mayores deformaciones y por ultimo las espumas con adición de wollastonita, muestran un valor de esfuerzo promedio muy bajo a deformaciones moderadas.
10. La espuma obtenida con barita y 1% de  $\text{CaCO}_3$  muestra una buena combinación de estructura y propiedades mecánicas tales como tamaño de celda (0.312 mm), porcentaje de porosidad (83.78%) y una capacidad de absorción de energía de  $3.81 \text{ MJm}^{-3}$ , mientras que la espuma producida con wollastonita con 1% de  $\text{CaCO}_3$  muestra la más alta porosidad de 86.91 con un tamaño de celda de 0.438 mm, pero con la capacidad de absorción de energía más baja ( $1.40$

MJm<sup>-3</sup>). Las espumas con adición de alúmina muestran valores intermedios de porosidad y tamaño de celda.

11. En este trabajo se determinó que la eficiencia de absorción de energía se incrementa cuando el tamaño promedio de celda aumenta y la porosidad disminuye. El valor más alto de eficiencia de absorción de energía (0.46) corresponde a la espuma con adición de barita y 1% de CaCO<sub>3</sub>; mientras que el valor más bajo (0.2) se obtuvo para la espuma con adición de alúmina y 3% de CaCO<sub>3</sub>. El uso de la barita muestra un potencial atractivo como agente espesante en el proceso de espumación de aleaciones de aluminio por vía líquida.

## 6. Referencias

- [1] Ashby, M.F.; The Mechanical Properties of Cellular Solids. Metall. Trans. A, 1983. 14A: pp. 1775-1769
- [2] P. Fernández, L. J. Cruz y J. Coletto, Procesos de Fabricación de metales celulares. Parte I: Procesos por vía líquida; Revista Metalúrgica, 44 (6), 2008, pp. 540-555
- [3] David C. Curran, Aluminium Foam using Calcium Carbonate as Foaming Agent, St. John's Collage, PhD Thesis, University of Cambridge, Department of Materials Science of Metallurgy, 2003
- [4] H. P. Degischer and B. Kriszt, Handbook of cellular metals, WILEY VCH, Weinheim (2002)
- [5] J.A. Gutiérrez, J. Oroño, Aluminum Foams. Manufacture, properties and applications, Rev. Metal. 5(44), 2008, pp. 457 – 476
- [6] I. Alejandro Irausquin Castro, Caracterización Mecánica de Espumas Metálicas y su aplicación en sistemas de Absorción de Energía, Universidad Carlos III de Madrid, Tesis Doctoral, Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, 2012
- [7] Ashby, M.F., Evans, A.G., Fleck, N.A., Gibson, L.J., Hutchinson, J.W. and Wadley, H.N.G., Metal Foams: A Design Guide. 2000, Boston: Butterworth-Heinemann
- [8] Gibson, L.J. and Ashby, M.F., Cellular Solids. 2nd ed. 1997, Cambridge: Cambridge University Press. 357
- [9] John Banhart, Journal JOM, Vol. 52, 2000, pp. 22-27
- [10] D. Weaire and S. Hutzler, The physics of foam, Oxford Univ. Press, 1999
- [11] M.F. Ashby, A. G. Evans, J. W. Hutchinson and N. A. Fleck, Metal Foams: a Design Guide, Butterworth-Heinemann, 2000, ISBN 0-7506-7219-6
- [12] V. Gergely, L. Jones and T.W. Clyne, The effect of Capillary-driven Melt Flow and Size of Particles in Cell Faces on Metal Foam Structure Evolution, Trans. JWRI, Vol. 30 (2001) Special Issue, pp. 371-376

- [13] J.A.F. Plateau, Statique Experimentale et Theorique des Liquides Soumis aux Senles Senles Force Moleculaires, Ghent, 1873
- [14] B. Kriszt. U. Martin and U. Mosler, Characterization of cellular and foamed metals, Ch.4.1. in Handbook of cellular metals, 2002, pp. 130-145
- [15] N. Babcsan, Ceramic Particles Stabilized Aluminum Foams, PhD. Dissertation University of Miskolc, 2003
- [16] D. Klemptner and K.C. Frisch, Handbook of polymeric foams and foam technology, Hanser Publishers, 1991
- [17] N. Babcsán, J. Banhart, D. Leitlmeier. Metal Foams – Manufacture and Physics of Foaming, International Conference “Advanced Metallic Materials”, Smolenice, Slovakia, 2003, pp. 5-15
- [18] Jin, I., Kenny, L.D. and Sang, H., Method of Producing Lightweight Foamed Metal, in U.S. Patent 4,973,358. 1990, Alcan International Limited: United States, pp.1-5.
- [19] Sang, H., Kenny, L.D. and Jin, O., Process for Producing Shaped Slabs of Particle Stabilized Foamed Metal. U.S. Patent 5,334,236, 1994.
- [20] Elliott, J.C., Method of Producing Metal Foam, in US Patent 2,751,289. 1956, Elliot, J.C.
- [21] Hardy, P.W. and Peisker, G.W., Method of Producing a Lightweight Foamed Metal, in US Patent 3,300,296. 1967.
- [22] Elliot JC. US Patent 2,983,597, 1961
- [23] Hardy, PW, Peisker GW. US Patent 3,300,296, 1967
- [24] BerryCB. US Patent 3,669,654, 197
- [25] Bjorksten J, Rock EJ. US Patent 3,707,367, 1972
- [26] J. Banhart, Manufacture, Characterization and Application of Cellular Metals and Metal Foams. Progress in Materials Science, 46, 2001 pp. 559 - 632
- [27] Niebylski LM, Jarema CP, Lee TE. US Patent 3,816,952, 1974

- [28] Simancik, F. and Kovacik, J. Porosity in Complex 3D-Parts Prepared from Aluminium Foam. in Metal Foams. 1997. Bremen, Germany: MIT-Verlag Publishing, Bremen.
- [29] Schorghuber, F., Simancik, F. and Hartl, E., Method of Producing Molded Bodies of a Metal Foam, in US Patent 5,865,237. 1999.
- [30] Sosnick, B., Process for Making Foamlike Mass of Metal, in US Patent 2,434,775. 1948
- [31] Sosnick, B., Foamlike Metal, in US Patent 2,553,016. 1951
- [32] Gergely, V. and Clyne, T.W., The FORMGRIP Process: Foaming of Reinforced Metals by Gas Release In Precursors. Adv. Engng. Mater., 2000. 2: pp. 175-178
- [33] Gergely, V., Melt Route Processing for Production of Metallic Foams, in Materials Science and Metallurgy. 2000, University of Cambridge: Cambridge
- [34] Gergely, V. and Clyne, T.W. The Effect of Oxide Layers on Gas-generating Hydride Particles during Production of Aluminium Foams. in Porous and Cellular Materials for Structural Applications. 1998. San Francisco: MRS
- [35] Gergely, V. and Clyne, T.W. A Novel Melt-Based Route to Aluminium Foam Production. in International Conference on Metal Foams and Porous Metal Structures (MetFoam'99). 1999. Bremen, Germany: Verlag MIT
- [36] Pashak, J.F., Cellularized Light Metal, in US Patent 2,935,396. 1960, John F. Pashak
- [37] Goetzel, C.G., Manufacture of Aluminium Alloys, in US Patent 2,155,651. 1939
- [38] Grubel, R.O. and Busch, L.S., Composite Metal-Ceramic Body and Method of Producing the Same, in US Patent 2,671,955. 1954
- [39] Markaki, A.E. and Clyne, T.W., The Effect of Cell Wall Microstructure on the Deformation and Fracture of Aluminium-Based Foams. Acta Mater., 2001. 49(9): pp. 1677-1686
- [40] Frei, J., Gergely, V., Mortensen, A. and Clyne, T.W., The Effect of Prior Deformation on the Foaming Behavior of "FORMGRIP" Precursor Material. Adv. Eng. Mater, 2002. 4(10): pp. 749-752

- [41] Bouineau, V., Pijolat, M. and Soustelle, M., Characterization of the Chemical Reactivity of a CaCO<sub>3</sub> Powder for Its Decomposition. *J. Am. Cer. Soc.*, 1998. 18: pp. 1319-1324
- [42] Zakharov, V.Y., The Study of the Influence of Particle Sizes on the Thermal Decomposition of Minerals Present in Solid Fuel. *Thermochimica Acta*, 1989. 146: pp. 63-73
- [43] Long, X. and Khanna, S.K., Numerical Simulation of Residual Stresses in a Spot Welded Joint. *Trans A.S.M.E.*, 2003. 125: pp. 222-226
- [44] Körner, C., Arnold, M., Thies, M. and Singer, R.F., The Physics of Foaming: Structure Formation and Stability, in *Handbook of Cellular Metals: Production, Processing, Applications*, H.P. Degischer and B. Krizst, Editors. 2002, Wiley-VCH: Weinheim. p. 33-43
- [45] Magrabi, S.A., Dlugogorski, B.Z. and Jameson, G.J. Ostwald Ripening in Aqueous Foams. in *International Workshop on Foams and Films*. 1999. Bremen: MIT Verlag
- [46] Clark, N.O. and Blackman, M., The Degree of Dispersion of the Gas Phase in Foam. *Trans. Faraday Soc.*, 1948. 44: pp. 1-7
- [47] Lin, R.Y. and Hoch, M., The Solubility of Hydrogen in Molten Aluminum Alloys. *Metall. Trans. A*, 1989. 20 A: pp. 1785-1791
- [48] Brandes, E. and Brook, G., eds. *Smithells' Metals Reference Book*. 7th Ed. ed. 1992, Butterworth Heinemann: Oxford
- [49] Hatch, J.E., ed. *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. 1990, American Society for Metals
- [50] Thomas, D.G., Transport Characteristics of Suspension: VIII. A Note on the Viscosity of Newtonian Suspensions of Uniform Spherical Particles. *J. Colloid Sci.*, 1965. 20: pp. 267- 277
- [51] Surappa, M.K. and Rohatgi, P.K., Fluidity of Aluminium-Silicon-Alumina Composites. *Met. Trans. B.*, 1981. 12B: pp. 327-332
- [52] Lloyd, D.J. Factors influencing the Properties of Particulate Reinforced Composites Produced by Molten Metal Mixing. in *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*. 1991. Riso, Denmark: Riso National Laboratory, Denmark

- [53] Flemings, M.C., Riek, R.G. and Young, K.P., Rheocasting. *Mat. Sci. Eng.*, 1976. 25: pp. 103-117
- [54] Rohatgi, P.K., Asthana, R. and Das, S., Solidification, Structures and Properties of Cast Metal-Ceramic Particle Composites. *International Metals Reviews*, 1986. 31(3): pp. 115- 139
- [55] Kirkwood, D.H., Semisolid Metal Processing. *Intern. Mater. Rev.*, 1994. 39: pp. 173-189
- [56] Kenny, L.D., Mechanical Properties of Particle Stabilized Aluminum Foam. *Mater. Sci. Forum*, 1996. 217-222: pp. 1883-1890
- [57] Jin, I., Kenny, L.D. and Sang, H., US Patent 5,112,697: Stabilized Metal Foam Body. 1992
- [58] Masson, B.L. and Cizeron, G., Influence of Kirkendall effect on sintering of copper-nickel powder mixtures. *Powder Metallurgy*, 1991. 34(4): pp. 285-288
- [59] Miyoshi, T., Hara, S., Mukai, T. and Higashi, K., Development of a Closed Cell Aluminium Alloy Foam with Enhancement of the Compressive Strength. *Materials Transactions, JIM*, 2001. 42(10): pp. 2118-2123
- [60] Goicoechea, J., Garcia-Cordovilla, C., Louis, E. and Pamies, A., Surface Tension of Binary and Ternary Aluminum-Alloys of the Systems Al-Si-Mg and Al-Zn-Mg. *Journal of Materials Science*, 1992. 27: pp. 5247-5252
- [61] V.M. Bermudez, Auger and electron energy-loss study of the Al/SiC interface, *Appl. Phys.Lett.*, 42 (1983), pp. 70-72
- [62] S. Vaucher and O. Beffort, Bonding and interface formation in Metal Matrix Composites, MMC-Assess Thematic Network, EMPA Thun, Switzerland, Vol. 9. (2001), <http://mmc-assess.tuwien.ac.at>
- [63] D.J. Lloyd, The solidification and microstructure of particulate reinforced Al/SiC composites, *Compos. Sci. Tech.*, 35 (1989), pp. 159-18064]
- [64] Barin, I., Thermochemical data of pure substances. 1989, Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft.

- [65] J.C. Viala, P. Foretier and J. Bouix, Stable and metastable phase-equilibria in the chemical interaction between aluminum and silicon-carbide, *J. Mater. Sci.*, 25 (1990), pp. 1842-1850
- [66] A. Bardal, Wettability and interfacial reaction products in the AlSiMg surface oxidized SiC system, *Mat. Sci. and Eng.*, A159 (1992), pp. 119-125
- [67] ALCAN: World Patent WO9317139, (1993)
- [68] F. Simancík, J. Jerz, J. Kováčik y P. Minár, Aluminium foam- a new light weight structural material, Institute of Materials and Machine Mechanics, SAS, Bratislava, Slovak Republic, 1997, pp. 265-277
- [69] Motz, C. and Phipps, R., Fracture behaviour and fracture toughness of ductile closed-cell metallic foams. *Acta Materialia*, 2002. 50: pp. 2013-2033.
- [70] Thornton, P.H. and Magee, C.L., The Deformation of Aluminum Foams. *Metall. Trans. A*, 1975. 6A: pp. 1253-1263
- [71] McCullough, K.Y.G., Fleck, N.A. and Ashby, M.F., Uniaxial Stress-Strain Behaviour of Aluminium Alloy Foams. *Acta mater*, 1999. 47(8): pp. 2323-2330
- [72] Fusheng, H., Zhengang, Z. and Junchang, G., Compressive Deformation and Energy Absorbing Characteristic of Foamed Aluminium. *Metall. Trans.*, 1998. A29: pp. 2497- 2502
- [73] Simone, A.E. and Gibson, L.J., Aluminum Foams Produced by Liquid-State Processes. *Acta Mater*, 1998. 46: pp. 3109-3123
- [74] T. J. Lu y C. Chen, *Acta Mater.* 47 (1999), pp. 1.469-1.485
- [75] D. Leitmeier, H.P. Degischer and H.J. Flankl, Development of a foaming process for particulate reinforced aluminum melts, *Adv. Eng. Mat.*, 4, No. 10 (2002), pp. 735-740
- [76] D. Leitmeier and H. Flankl, Development of a New Processing Technique for Netshape Foam Parts based on the Melt Route, In: *Cellular Metals and Metal Foaming Technology* (Ed.: J. Banhart, M.F. Ashby, N.A. Fleck), Verlag MIT, Bremen (2001), pp. 171 – 174

- [77] N. Babcsán, D. Leitmeyer, H.P. Degischer, Foamability of Particle Reinforced Aluminum Melt, *Werkstofftech.* 34, (2003), pp. 22-29
- [78] S. Akiyama, H. Ueno, K. Imagawa, A. Kitahara, K. Morimoto, T. Nishikawa and M. Itoh, US Pat. 4 713 277 (1987)
- [79] B.Y. Hur, S.J. Park, K.H. Song, W.H. Lee, S.H. Park y S.Y. Kim. Proc. Int. Conf. Advanced Metallic Materials, Smolenice, Eslovaquia, 2003, pp. 120-123
- [80] S-H. Park y B-Y Hur, Proc. MetFoam 2003 Cellular Metals: Manufacture, properties, applications, J. Banhart, N.A. Fleck, A. Mortensen (Eds.), MIT Press-Verlag, Berlin, Germany, 2003, pp. 123-128
- [81] T. Miyoshi, M. Itoh, S. Akiyama y A. Kitahara, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 521, Warrendale, Pennsylvania, MRS Symp., D. Schwartz, D. Shih, A. Evans, H. Wadley (Eds.), EE.UU., 1998, pp. 133-137
- [82] Si-Yuan He, Yi Ahang, Ge Dai, Jia-Qiao Jiang, Preparation of density-graded aluminum foam, *Materials Science & Engineering A* 618 2014, pp. 496-499
- [83] C. C Yang, H. Nakae, The effects of viscosity and cooling conditions on the foamability of aluminum alloy, *Journal of Materials Processing Technology* 141, 2003, pp. 202-206
- [84] Takaai Fukui, Yoshihiro Nonaka, Shinsuke Suzuki, Fabrication of Al-Cu-Mg alloy foams using Mg as thickener through melt route and reinforcement of cell walls by heat treatment, *Procedia Materials Science* 4, 2014, pp. 33-37
- [85] Jaime Lázaro, Eusebio Solórzano, Miguel Ángel Rodríguez-Pérez, Alternative carbonates to produce aluminium foams via melt route, *Procedia Materials Science* 4 (2014), pp. 275-280
- [86] Aleksandra V. Byakova, Svyatoslav V. Gnyloskurenko, Alexander I. Sirko, Yuliy V. Milman, Takashi Nakamura, The Role of Foaming Agent in Structure and Mechanical Performance of Al Based Foams, *Materials Transactions*, Vol. 47, No. 9, 2006, pp. 2131-2136

- [87] Marco Haesche, Dirk Lehnhus, Jog Weise, Manfred Wichmann, Irene Cristina Magnabosco Mocellin, Carbonates as Foaming Agent in Chip-based Aluminium Foam Precursor, *J. Mater. Sci. Technol*, 2010, 26(9), pp. 845-850
- [88] V. Gegerly, D.C. Curran, T. W. Clyne, The FOAMCARP process: foaming of aluminium MMCs by chalk-aluminium reaction in precursors, *Composites Science and Technology* 63 2003, pp. 2301-2310
- [89] S.V. Gnyloskurenko, A.V. Byakova, A.I. Sirko, A. O. Dudnyk, Y.V. Milman, Advanced Structure and Deformation Pattern of Al Based Alloys Foamed with Calcium Carbonate Agent
- [90] Jiaan Liu, Qingxiang Qu, Yan Liu, Rongguang Li, Bing Liu, Compressive properties of Al-Si-SiC composite foams at elevated temperatures, *Journal of Alloys and Compounds* 676 2016, pp. 239-244
- [91] Yang Dong Hui, Yang Shang-Run, Wang Hui, Ma Ai-Bin, Jiang Jing-Hua, Chen Jian-Qing, Wang Ding-Lie, Compressive properties of cellular Mg foams fabricated by melt-foaming method, *Materials Science and Engineering A* 527, 2010, pp. 5404-5409
- [92] A. Heydari Astaraie, H.R. Shahverdi, S. H. Elahi, Compressive behavior of Zn-22Al closed-cell foams under uniaxial quasi-static loading, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 24, 2014, pp. 162-169
- [93] Carnoy 2.0: Analysis software for LM, SEM and TEM images. Schools, P.&E. Smets Leuven, <http://www.carnoy.org> (2001).
- [94] Wang, Y. and Thomson, W.J., The Effect of Sample Preparation on the Thermal Decomposition of CaCO<sub>3</sub>. *Thermochimica Acta*, 1995. 255: pp. 383-390
- [95] X.C. Xia, X.W. Chen, Z. Zhang, X. Chen, W.M. Zhao, B. Liao, B. Hur, Effects of porosity and pore size on the compressive properties of closed-cell Mg alloy foam, *Journal of Magnesium and Alloys* 1, 2013, pp. 330-335

[96] Cochran C, Belitskus D, Kinosz D. Oxidation of Al-Mg melts in air, oxygen, flue gas and carbon dioxide. Metallurgical and Materials Transactions B. 1977; pp. 323-332.

[97] Bale CW, Pelton AD, Thompson WT. Facility for the Analysis of Chemical Thermodynamics (Factsage 7.0). User's guide. 2016.

## **7. Productos**

M. González Nava, A. Cruz Ramírez, M. A. Suárez Rosales, V.H. Gutierrez Perez, A. Sánchez Martínez, Fabrication of aluminium alloy foams by using alternative thickening agents via melt route, Journal of Alloys and Compounds 698, 2017, pp. 1009-1017

M. González Nava, A. Cruz Ramírez, M. A. Suárez Rosales, M. A. Hernández Pérez, Thermodynamic analysis of the aluminum alloy foaming process by melt route, Journal of Manufacturing Process, Artículo en revisión

M. González Nava, Metales Celulares Parte 1, Alumina Imedial, No. 29 de Abril 2017, pp. 38-40

XV Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, Tema: Fabricación de espumas metálicas de la aleación A356 mediante el proceso de adición de agente espumante Concepción, Chile, Noviembre 2015

Estancia de Investigación en el Instituto de Fundición (GI) RWTH Aachen University, Germany, Tema: Metallic Sponges by replication process. Periodo: Junio 2016 – Marzo 2017. En proceso de redacción del artículo.