

# Ottimizzazione del contenuto di $TiH_2$ e SiC nelle schiume di Al

G. Costanza, R. Montanari, M. E. Tata

*Mediante il processo sviluppato all'Istituto Fraunhofer di Brema sono state prodotte schiume di alluminio impiegando diverse composizioni di Al, SiC e  $TiH_2$  nella miscela di polveri. I campioni sono stati sezionati ed esaminati mediante analisi d'immagine, sono stati definiti dei criteri di selezione sulla base di distribuzione e morfologia dei pori e si sono identificati gli intervalli di composizione che permettono di ottenere le schiume con migliori caratteristiche. La struttura delle schiume è stata studiata con osservazioni di microscopia elettronica in scansione (SEM) e microanalisi EDS.*

Parole chiave: alluminio e leghe, solidificazione, metallurgia delle polveri, valutazione materiali, produzione

## INTRODUZIONE

Le schiume metalliche presentano un peso ridotto derivante dalla porosità unitamente ad interessanti proprietà meccaniche (rigidità, resistenza meccanica, capacità di assorbimento di suoni, vibrazioni ed energia). Quest'ultimo aspetto di grande interesse tecnologico è bene evidenziato dal particolare andamento della curva  $\sigma$ - $\epsilon$  in test di compressione che mostra dopo il tratto lineare elastico un lungo plateau dove il carico risulta pressoché indipendente dalla deformazione.

Nei settori automobilistico, aeronautico e aerospaziale, dove sono richiesti nuovi materiali per la realizzazione di strutture con un alto rapporto resistenza / peso, di grande interesse risultano essere le schiume di Al e sue leghe [1].

Le schiume metalliche possono essere prodotte mediante differenti procedimenti. Fra i possibili metodi di produzione [2-4] quello a partire da polveri, messo a punto presso l'Istituto Fraunhofer di Brema [4], risulta particolarmente interessante. Esso consiste nel mescolare in opportune proporzioni le polveri del metallo di cui si intende produrre la schiuma con quelle di un agente soffiante e di un composto stabilizzante. Una volta compattata la miscela, il precursore viene scaldato ad una temperatura superiore a quella di fusione del metallo, dove il gas prodotto dalla decomposizione dell'agente soffiante formerà bolle nel fuso. Fig.1 mostra schematicamente le fasi del procedimento nel caso di Al, dove l'agente soffiante è  $TiH_2$  mentre particelle di SiC vengono aggiunte per modificare la viscosità del fuso e stabilizzare la schiuma.

La formazione di una schiuma metallica presenta un complicato scenario dove più processi fisici (nucleazione, crescita, coalescenza e galleggiamento delle bolle, drenaggio e altri movimenti del metallo liquido, dispersione delle particelle nel fuso) sono presenti e strettamente collegati tra loro. Il drenaggio è costituito dal flusso di liquido che per gravità passa attraverso la struttura della schiuma dall'alto verso il basso. Come conseguenza la parte superiore della schiuma tende ad asciugarsi, le pareti delle bolle si assottigliano e si rompono più facilmente dando luogo ad ingrossamento e coalescenza. Benché le schiume metalliche abbiano potenzialmente un gran numero di applicazioni industriali, il loro impiego è oggi notevolmente limitato dal fatto che non si conoscono a sufficienza i processi fisici in gioco per cui non si riesce a controllare il processo, cioè a fissarne i parametri in modo

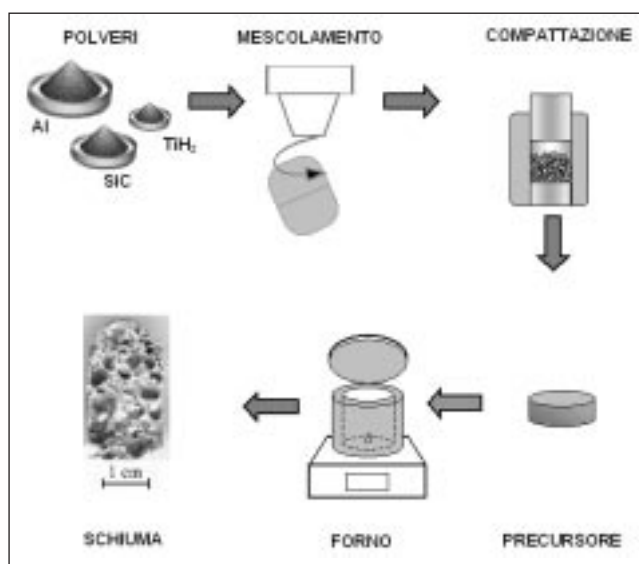


Fig. 1 - Schema del processo di produzione delle schiume di Al.

Fig. 1 - Sketch of the production process of Al foams.

da avere in modo riproducibile un prodotto con le caratteristiche desiderate.

I principali parametri di processo nel caso del metodo messo a punto presso l'Istituto Fraunhofer di Brema sono:

- 1- la composizione della miscela di polveri;
- 2- la dimensione [5-6] e forma [6] delle particelle che la compongono;
- 3- le modalità di mescolamento delle polveri [7];
- 4- la pressione e la temperatura di compattazione della miscela [8-11];
- 5- la temperatura del fuso durante il processo di formazione delle schiume [9];
- 6- la velocità con cui questa temperatura è raggiunta [9];
- 7- il tempo di permanenza alla temperatura di lavoro [9];
- 8- l'atmosfera e la pressione sul fuso;
- 9- la velocità di raffreddamento [12].

In questo lavoro l'attenzione è stata focalizzata sul primo punto. Sulla base di prove preliminari da noi svolte e sulla base di dati di letteratura, si è stabilita una procedura di lavoro, cioè si sono fissati i parametri 2-9 e si sono prodotte schiume di Al variando solo la composizione della miscela. Si sono poi esaminate le caratteristiche delle schiume realizzate, in particolare la loro morfologia, per individuare un intervallo di composizione ottimale ai fini della distribuzione di forma e dimensioni dei pori.

G. Costanza, R. Montanari, M. E. Tata

INFM- Dipartimento di Ingegneria Meccanica - Università di Roma Tor Vergata

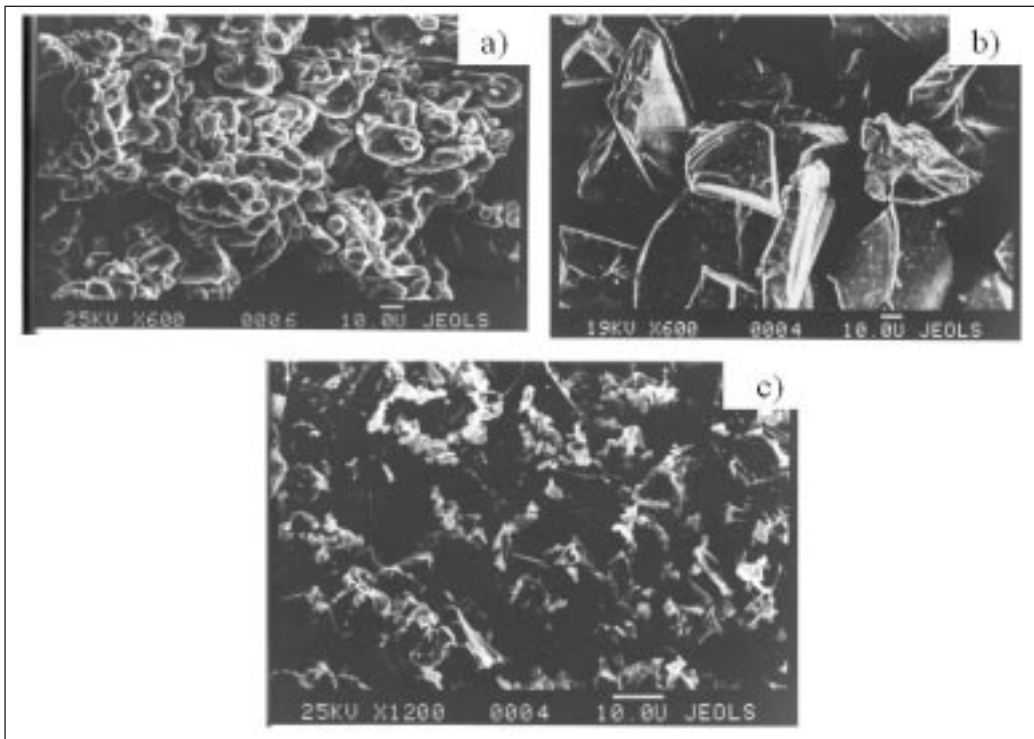


Fig. 2 – a) polveri di Al, b) polveri di SiC, c) polveri di  $TiH_2$ .

Fig. 2 – a) Al powder, b) SiC powder, c)  $TiH_2$  powder.

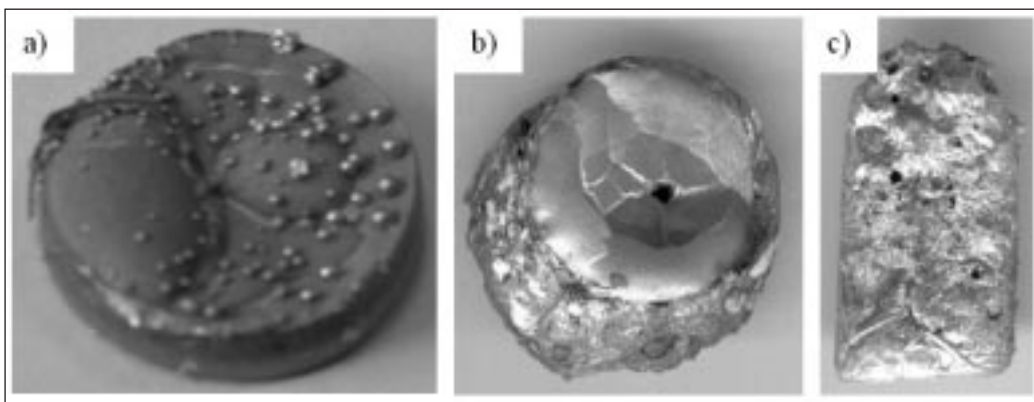


Fig. 3 – Effetto della pressione di compattazione sulla formazione della schiuma: a) 45 MPa, b) 95 MPa, c) 250 MPa.

Fig. 3 – Effect of compacting pressure on foam formation: a) 45 MPa, b) 95 MPa, c) 250 MPa.

#### MATERIALE E TECNICHE SPERIMENTALI

Per la produzione delle schiume si sono usate polveri di Al 99.5 % (diametro medio delle particelle 45  $\mu m$ ),  $TiH_2$  (diametro medio 5  $\mu m$ ) e SiC (diametro medio 37  $\mu m$ ). La morfologia delle polveri di partenza è mostrata in fig. 2.

Sono state considerate diverse composizioni della miscela di polveri variando il contenuto di  $TiH_2$  nell'intervallo 0.1-0.6 (% in peso) e di SiC nell'intervallo 0.8-9 (% in peso) realizzando 16 gruppi di campioni con  $TiH_2$  (0.1%, 0.2%, 0.4% e 0.6%) e SiC (0.8%, 2.8%, 6% e 9%). Alcune prove sono state eseguite usando miscele che non contenevano particelle di SiC.

Le diverse miscele di polveri sono state compattate applicando una pressione uniaassiale di 250 MPa a temperatura ambiente fino ad arrivare a precursori di forma cilindrica con diametro  $\phi = 15$  mm ed altezza  $h \approx 6$  mm. La fase di compattazione deve garantire la rottura del sottile strato d'ossido che ricopre le particelle di alluminio e una densità del precursore tale da trattenere gas sufficiente per la formazione delle bolle. Come mostrato in fig. 3, con valori inferiori di pressione applicata il processo di formazione della schiuma o si arresta in una fase iniziale (45 MPa) o dà luogo a difetti (95 MPa). Per pressioni applicate inferiori a 45 MPa non si riesce ad ottenere un fuso poiché non avviene la rottura dello strato d'ossido.

Per produrre le schiume, i precursori, posti all'interno di un crogiolo cilindrico, sono stati inseriti in un forno mantenuto a 700 °C, temperatura appena superiore a quella (660°C) di fusione di Al. Questa temperatura permette di avere una buona viscosità del fuso limitando così il fenomeno del drenaggio, cioè il flusso di metallo verso il basso per gravità. In fig. 4 si possono osservare i risultati di prove effettuate a 800 e 750 °C, cioè con viscosità inferiori: in entrambi i casi le schiume prodotte presentano bolle disomogenee e di grandi dimensioni.

Eseguito scansioni di calorimetria differenziale (DSC) con diverse velocità di riscaldamento, si è osservato che, indipendentemente dalla rampa di temperatura imposta, a circa 400 °C comincia il processo di decomposizione di  $TiH_2$  con conseguente rilascio di idrogeno. Pertanto, per evitare di avere una dispersione eccessiva di idrogeno nella fase di riscaldamento del precursore, si è operato in modo da raggiungere la temperatura di lavoro in circa 120 s.

La permanenza a 700 °C è stata stabilita in 180 s, sufficienti per far espandere le schiume, poi i campioni venivano estratti dal forno ed immersi in acqua per fissarne la struttura porosa.

Dopo aver misurato la densità dei campioni, al fine di valutarne la morfologia, essi sono stati sezionati parallelamente alla direzione di crescita della schiuma e sottoposti ad analisi di immagine. Si è così determinato distribuzione e valor

medio dei diametri equivalenti delle bolle. Il diametro equivalente  $D_{eq}$  di una figura piana è il diametro del cerchio di area equivalente e si definisce come:

$$D_{eq} = \sqrt{4A / \pi} \quad (1)$$

dove A è nel nostro caso l'area della sezione della bolla. Dal momento che per applicazioni meccaniche è bene che le bolle abbiano forma sferica poiché eventuali intagli agiscono come punti di concentrazione delle tensioni, si è calcolato il parametro di circolarità C, definito come [13]:

$$C = 4\pi A / P^2 \quad (2)$$

dove A e P sono rispettivamente area e perimetro della sezione della bolla.

Sono state inoltre eseguite osservazioni di microscopia elettronica in scansione (SEM) con microanalisi EDS per esaminare in dettaglio la disposizione delle particelle di SiC e di eventuali particelle residue di TiH<sub>2</sub> all'interno della schiuma e di analizzare gli elementi chimici sulla superficie dei pori.

**RISULTATI E DISCUSSIONE**

Micrografie delle schiume ottenute partendo dalle diverse miscele di polveri prese in esame sono mostrate in fig.5. La crescita delle schiume, e quindi la loro densità, è simile per le varie composizioni, tuttavia si può osservare una certa varietà di morfologie delle bolle. In fig. 6 sono riportati i corrispondenti istogrammi di distribuzione delle dimensioni dei pori ( $D_{eq}$ ) determinati mediante analisi di immagine effettuata sulle micrografie di fig. 5. Per ogni composizione sono stati analizzati cinque campioni che hanno mostrato risultati analoghi.

Tabella 1 riassume per le varie composizioni esaminate la densità della schiuma  $\rho$ , la densità relativa  $\rho/\rho_0$  dove  $\rho_0$  è quella dell'alluminio, il valor medio  $D_{eq}$  delle bolle ed il valor medio della circolarità C.

L'analisi d'immagine evidenzia che  $D_{eq}$  medio dei pori è compreso tra 2 e 3 mm per tutte le schiume ad eccezione di quelle con 0.1% di TiH<sub>2</sub> dove è minore, compreso tra 1.2 e 1.7 mm (Tabella 1).

Fig. 5 – Sezioni di schiume di Al ottenute con diverse quantità di SiC e TiH<sub>2</sub>.

Fig. 5 – Cross-sections of Al foams obtained with different amounts of SiC and TiH<sub>2</sub>.

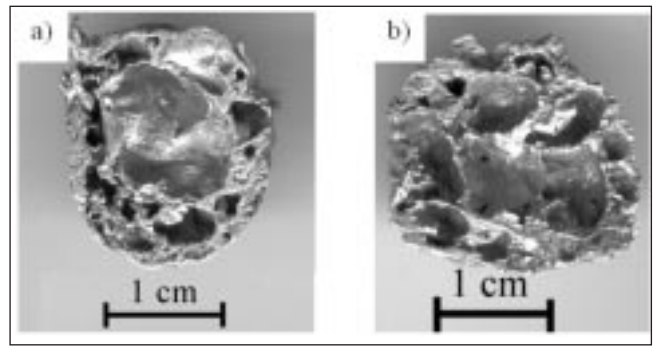
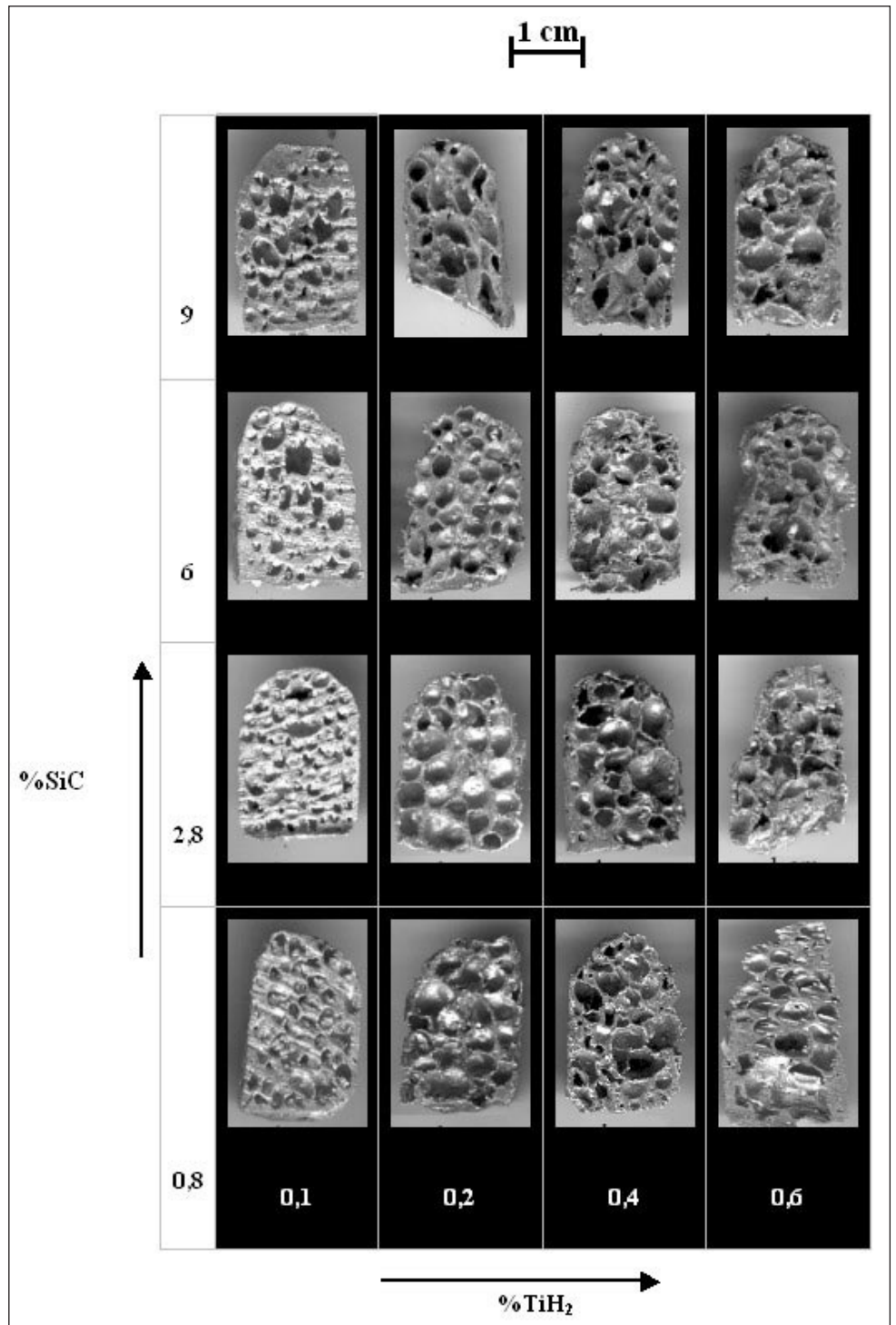


Fig. 4 – Effetto della temperatura del fuso sulla formazione delle schiume di Al: a) 800 °C, b) 750 °C.

Fig. 4 – Effect of melt temperature on Al foams formation: a) 800 °C, b) 750 °C.



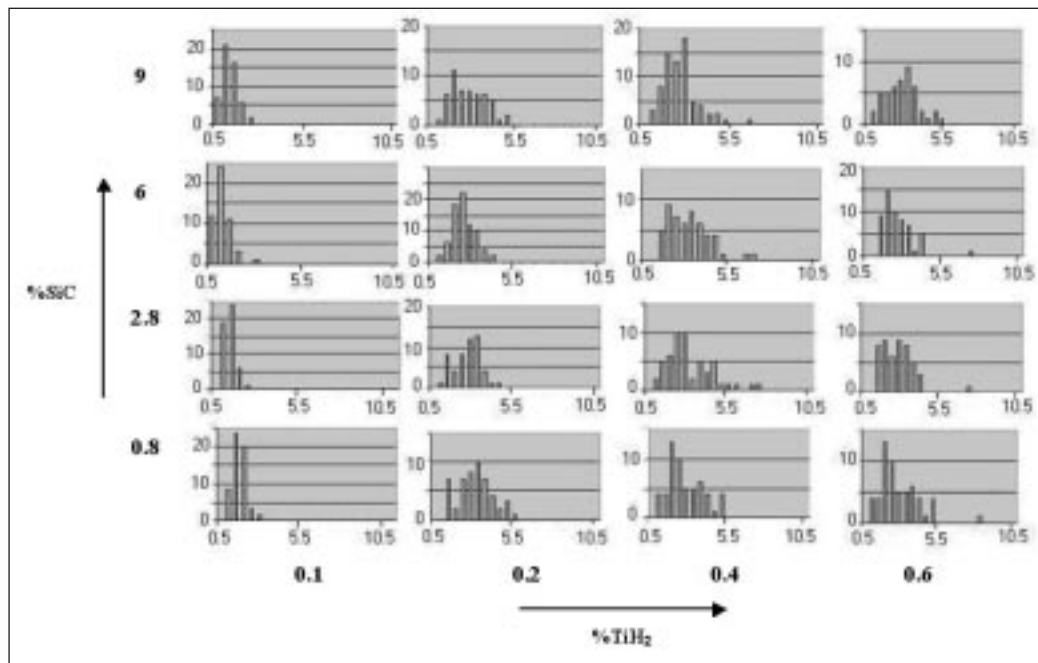


Fig. 6 – Distribuzione del diametro equivalente dei pori delle schiume mostrate in fig. 5.

Fig. 6 – Pore equivalent diameter distribution of the foams shown in fig. 5.

SiC (%)	TiH <sub>2</sub> (%)	Densità relativa $\rho/\rho_0$	Densità (g/cm <sup>3</sup> )	D <sub>eq</sub> medio (mm)	Circolarità C
0.8	0.1	0.246	0.664	1.71	0.75
2.8	0.1	0.252	0.674	1.40	0.64
6	0.1	0.284	0.766	1.19	0.85
9	0.1	0.275	0.743	1.22	0.66
0.8	0.2	0.250	0.684	3.10	0.61
2.8	0.2	0.227	0.621	2.59	0.80
6	0.2	0.277	0.759	2.40	0.80
9	0.2	0.323	0.882	2.73	0.66
0.8	0.4	0.200	0.547	2.59	0.63
2.8	0.4	0.238	0.651	3.04	0.76
6	0.4	0.200	0.547	3.05	0.59
9	0.4	0.233	0.636	2.45	0.61
0.8	0.6	0.223	0.604	2.03	0.52
2.8	0.6	0.263	0.719	2.52	0.49
6	0.6	0.250	0.684	2.45	0.59
9	0.6	0.233	0.636	2.85	0.59

Tabella 1 – Caratteristiche delle schiume ottenute con varie quantità di TiH<sub>2</sub> e SiC.

Table 1 – Characteristics of the foams produced with different amounts of TiH<sub>2</sub> and SiC.

Essendo le caratteristiche meccaniche delle schiume tanto migliori quanto più le bolle sono di forma sferica, piccole ed uniformemente distribuite, si è cercato di elaborare alcuni criteri per valutarne la qualità sulla base della struttura. Gli istogrammi di fig. 6 descrivono la distribuzione di porosità nella schiuma e quindi rappresentano la base per elaborare un primo criterio di selezione. La presenza di una sola bolla di dimensioni molto maggiori di quella media, rappresenta un difetto critico che può comportare proprietà meccaniche insoddisfacenti. A tal proposito si è deciso di definire un diametro critico D<sub>max</sub> pari a due volte il diametro medio. Per le schiume prodotte in questa sperimentazione D<sub>max</sub> = 6 mm poichè il valore massimo osservato del diametro equivalente medio è ≈ 3 mm.

L'applicazione di questo criterio permette di operare una prima distinzione tra le schiume prodotte: quelle che non



Fig. 7 – Schiuma di Al prodotta senza particelle di SiC nella miscela di partenza.

Fig. 7 – Al foam produced without SiC particles in the powder mixture.

presentano pori maggiori di D<sub>max</sub> risultano essere tutte quelle realizzate con 0.1% TiH<sub>2</sub>, quelle con 0.2% TiH<sub>2</sub> + 2.8% SiC, 6% SiC e 9% SiC, quella con 0.4% TiH<sub>2</sub> + 0.8% SiC. Come si può osservare in fig. 5, queste schiume che hanno distribuzione più omogenea dei pori presentano però importanti differenze per quanto riguarda la forma dei pori stessi. In generale, a parità di contenuto di TiH<sub>2</sub>, al crescere della percentuale di SiC le bolle tendono ad assumere una forma poliedrica. Per esempio, da un confronto tra i campioni otte-

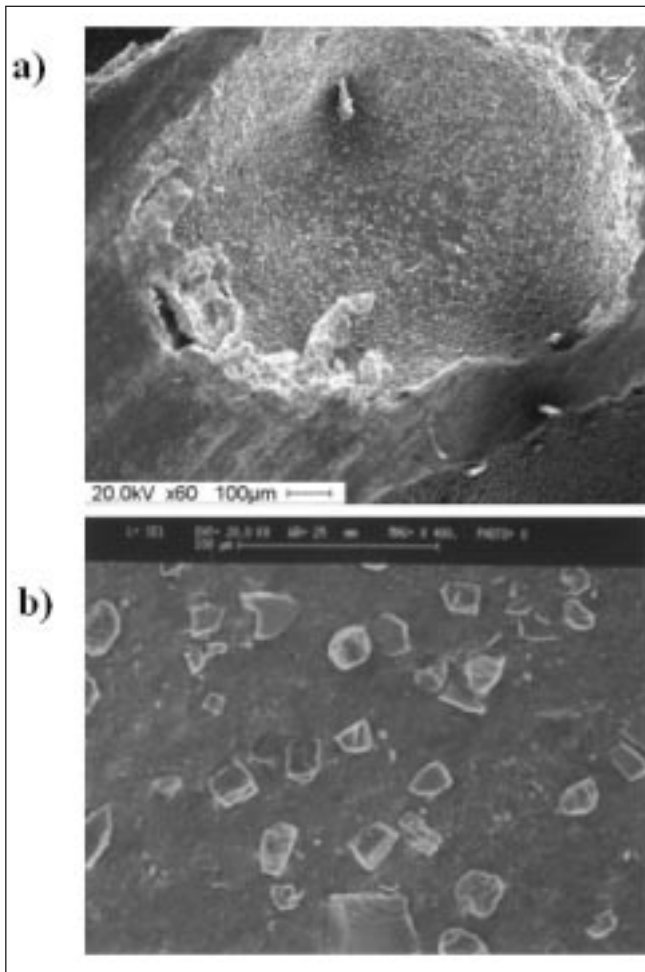


Fig. 8 – La parete interna di una bolla è ricoperta di particelle di SiC (a); a maggior ingrandimento oltre alle particelle di SiC si possono osservare altre particelle più piccole con forma rotondeggiante (b).

Fig. 8 – The bubble internal wall is covered by SiC particles (a); at higher magnification, in addition to SiC particles, other smaller particles with rounded shape can be observed (b).

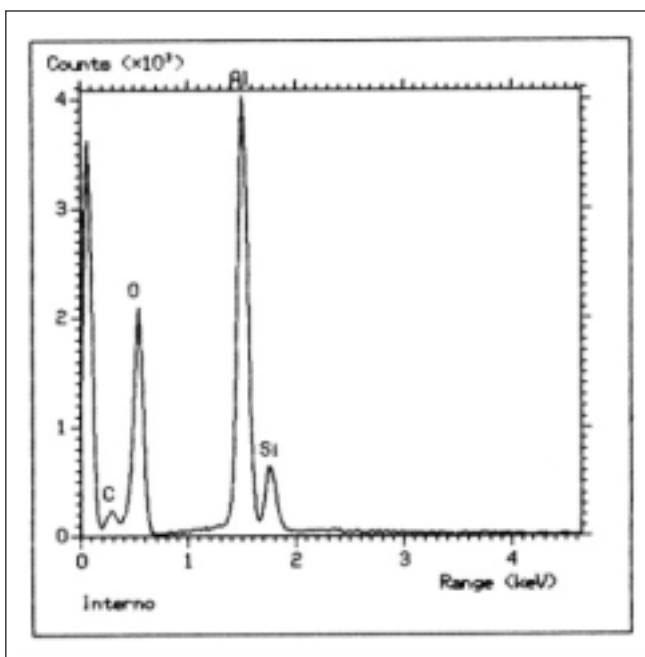


Fig. 9 – Spettro EDS registrato sulla superficie di un poro.

Fig. 9 – EDS spectrum recorded on the surface of a pore.

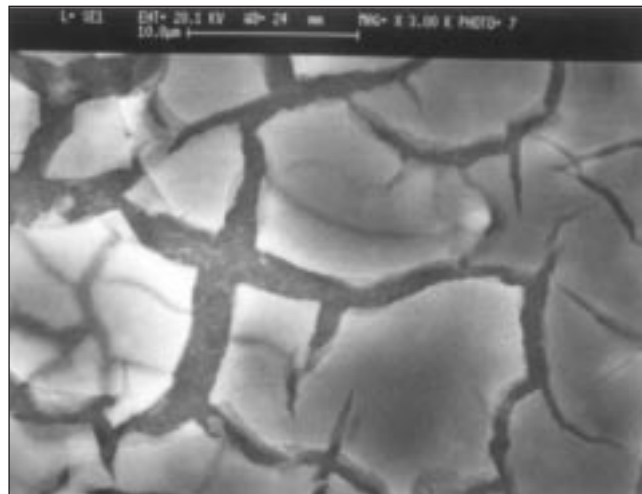


Fig. 10 – Film di ossido sulla superficie di un poro.

Fig. 10 – Oxide film on the surface of a pore.

nuti con 0.2% di  $TiH_2$  si vede chiaramente che quello con 2.8% di SiC presenta bolle di forma più rotonda e regolare di quello con 9% di SiC. Sulla base di queste osservazioni si è ritenuto opportuno introdurre un secondo criterio di selezione basato sulla forma delle bolle e quindi sul parametro di circolarità C.

Tra le schiume selezionate con il primo criterio quelle contenenti 0.2%  $TiH_2$  + 2.8% SiC e 6% SiC, 0.1%  $TiH_2$  + 6% SiC presentano i valori di circolarità più alti ( $\geq 0.8$ ). Pertanto questo intervallo di composizione garantisce la miglior morfologia dei pori.

Alcune prove sono state eseguite con miscele contenenti solo Al e  $TiH_2$  senza particelle di SiC. I risultati ottenuti mostrano che anche in questo caso si forma la schiuma (fig. 7) anche se sono presenti poche bolle di grandi dimensioni e forme abbastanza irregolari.

La micrografia SEM in fig. 8 a) mostra la grande quantità di particelle di SiC presenti sulla parete di una bolla. Nel dettaglio di fig. 8 b) si può osservare, oltre alle particelle di SiC, qualche altra particella di dimensione più piccola e forma rotondeggiante che non è stato ancora possibile identificare, probabilmente particelle di alluminio ossidate che non si sono fuse.

Fig. 9 mostra un tipico spettro EDS registrato all'interno di un poro. Si può notare come, insieme con i picchi di alluminio, silicio e carbonio, sia presente con grande intensità anche il picco dell'ossigeno a dimostrazione dei processi di ossidazione che interessano il metallo liquido. Si può arrivare talvolta fino alla formazione di uno spesso film di ossido come quello mostrato in fig.10.

Un punto di grande importanza che emerge da questa sperimentazione è la conferma dell'azione stabilizzatrice della schiuma svolta dalle particelle di SiC. Nei campioni senza SiC si osservano poche bolle di grosse dimensioni mentre dove il SiC è presente le bolle sono più piccole e ben distribuite in tutto il materiale. Le micrografie SEM di fig.8 mostrano come sulle pareti delle bolle siano presenti numerose particelle omogeneamente distribuite.

Oltre a stabilizzare la schiuma, le particelle di SiC comportano anche un incremento della viscosità del metallo liquido. Yang & Nakae [12] hanno trovato che le condizioni ottimali per la formazione di schiume di alluminio si hanno quando la viscosità del fuso è  $\approx 1.7$  volte quella dell'alluminio liquido alla stessa temperatura. Questo lavoro mostra come nell'intervallo 2.8-6% di SiC si registrino i risultati migliori mentre per quantità superiori si producono forme poliedriche delle bolle, infatti le schiume con 9% di SiC hanno al massimo valori di C pari a 0.66.

Per quanto riguarda il contenuto di agente soffiante, Tab.1 mostra come il parametro C sia sempre inferiore a 0.59 nei campioni con 0.6% di  $TiH_2$ . Mediante radioscopia con luce di sincrotrone [14] è stato dimostrato che la formazione dei primi pori avviene già allo stato solido ed è dovuta al gas rilasciato da  $TiH_2$ , prima della fusione dell'alluminio. Nei primi momenti della formazione della schiuma di Al le immagini radioscopiche mostrano vuoti allungati, simili a cricche perpendicolari alla direzione di compattazione, che solo in seguito con l'espansione della schiuma diventano equiassici. Una quantità eccessiva di  $TiH_2$  accentua questo fenomeno di anisotropia e porta ad una espansione delle bolle troppo rapida con conseguente collasso delle pareti più sottili. Alla luce di questi risultati e anche di lavori precedenti come p.e.[9], una quantità di  $TiH_2$  pari a 0.6%, che normalmente viene usata in molti processi industriali, risulta essere eccessiva con conseguenze negative sia economiche, per l'alto costo dell'idruro, che per la qualità del prodotto.

Inoltre, i risultati ottenuti inducono alcune riflessioni riguardo la nucleazione delle bolle. Per ragioni termodinamiche, analogamente a quanto succede nella nucleazione di una fase solida da un liquido, anche la nucleazione di una fase gassosa ha luogo in modo eterogeneo. Pertanto le bolle tendono a nucleare sulle particelle presenti nel fuso. Tuttavia, si è constatato che la formazione di schiuma può aver luogo anche senza la presenza di particelle di SiC nella miscela di partenza e questo indica che esistono altri possibili centri di nucleazione. Come evidenziato anche da Banhart et al. [15] mediante misure di ultra SANS (small-angle neutron scattering), le particelle di agente soffiante possono svolgere questo ruolo. Nel caso delle schiume di Al, si può tuttavia supporre che un ruolo importante nella nucleazione delle bolle sia svolto anche dall'ossido di alluminio che sempre riveste le particelle. Questo strato sottilissimo (pochi nanometri di spessore) si frantuma al momento della compattazione ed i frammenti costituiscono di fatto un gran numero di possibili centri per la nucleazione omogeneamente distribuiti in tutto il volume del metallo.

### CONCLUSIONI

In questo lavoro è stato esaminato l'effetto della composizione della miscela di polveri di partenza sulla formazione di schiume di alluminio, prodotte col metodo sviluppato all'Istituto Fraunhofer di Brema.

Variando la quantità di SiC (stabilizzante delle porosità) nell'intervallo 0.8-9 (% in peso) e di  $TiH_2$  (agente schiumante) nell'intervallo 0.1-0.6 (% in peso) e tenendo fissi tutti gli altri parametri di processo, si sono prodotte schiume che sono simili per quanto riguarda la densità e la dimensione media dei pori ma che differiscono nella distribuzione della dimensione dei pori e nella loro morfologia.

Mediante l'analisi d'immagine eseguita su sezioni delle schiume prodotte è stato possibile identificare un intervallo di composizione ottimale (0.2%  $TiH_2$  + 2.8% SiC e 6% SiC, 0.1%  $TiH_2$  + 6% SiC) al fine di una distribuzione omogenea dei pori e di una loro forma circolare, caratteristiche fondamentali per le proprietà meccaniche.

Il lavoro conferma l'importanza del SiC per stabilizzare la porosità anche se quantità superiori a 6% portano a forme poliedriche delle bolle. Si è dimostrato che una percentuale di 0.6% di  $TiH_2$  usata spesso nei processi industriali di produzione di schiume di alluminio è eccessiva.

Si è inoltre osservato che è possibile produrre schiume anche senza particelle di SiC nella miscela di partenza. Questo risultato induce a pensare che il sottile strato d'ossido, sempre presente sulle particelle di alluminio, frantumandosi nella fase di compattazione giochi un ruolo importante insieme alle particelle di agente soffiante nel processo di nucleazione delle bolle nel fuso.

### RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano i Sigg. Piero Plini e Benedetto Iacovone per l'assistenza fornita nell'attività sperimentale.

### BIBLIOGRAFIA

- [1] G. COSTANZA, G. GUSMANO, R. MONTANARI, M.E. TATA, *La Metallurgia Italiana*, 2 (2003), p.31.
- [2] J. BANHART, Proc. of Fraunhofer USA Metal Foam Symposium, Stanton Delaware (1997), p.3.
- [3] J. BANHART, *Progress in Materials Science*, 46 (2001), p.559.
- [4] J. BANHART, J. BAUMEISTER, M. WEBER, Proc. of the European Conference on Advanced PM Materials, Birmingham (1995), p.201.
- [5] T. W\_BBEN, H. STANZICK, J. BANHART, S. ODENBACH, "Stability of metallic foams studied under microgravity", *Journal of Physics - Condensed Matter*, 15 (2003), p.427.
- [6] W. DEQING, S. ZIHUAN, "Effect of ceramic particles on cell size and wall thickness of aluminium foam", *Material Science and Engineering*, A361 (2003), p.45.
- [7] C. PARK, S. R. NUTT. "Effects of process parameters on steel foam formation", *Material Science and Engineering*, A297 (2001), p.62.
- [8] S. GUARINO, F. QUADRINI, V. TAGLIAFERRI, "Prediction of thermal and mechanical properties of sintered metal powder", *Atti del 6° Convegno A.I.Te.M.*, Gaeta (2003).
- [9] I. DUARTE and J. BANHART. "A study of aluminium foam formation - Kinetics and microstructure", *Acta Materialia*, 48 (2000), p.2349.
- [10] H. STANZICK, M. WICHMANN, J. WEISE, L. HELFEN, T. BAUMBACH and J. BANHART. "Process control in aluminium foam production using real time X-ray radioscopia", *Advanced Engineering Materials*, 4-N.10 (2002), p. 814.
- [11] S. ELBIR, S. YILMAZ, A. K. TOKSOY, M. GUDEN, "SiC particulate aluminium composite foams produced by powder compacts: foaming and compression behaviour", *Journal of Materials Science*, 38 (2003), p. 4745.
- [12] C.C. YANG, H. NAKAE, "The effects of viscosity and cooling conditions on the foamability of aluminium alloy", *Journal of Material Processing Technology*, 141 (2003), p.202.
- [13] A. GALLO, "La metallografia quantitativa. Stereologia applicata all'analisi microscopica", CUEN - NAPOLI (1994), p.89.
- [14] J. BANHART, H. STANZICK, L. HELFEN, T. BAUMBACH, "Metal foam evolution studied by synchrotron radioscopia", *Applied Physics Letters*, 78-N.8 (2001), p.1152.
- [15] J. BANHART, D. BELLMAN, H. CLEMENS, "Investigation on metal foam formation by microscopy and ultra small-angle neutron scattering", *Acta Materialia*, 49 (2001), p. 3409.

OPTIMISATION OF TiH<sub>2</sub> AND SiC CONTENT IN AL FOAMS

KEYWORDS:

Aluminum and alloy, solidification, powder metallurgy, material testing, production

Owing to their specific characteristics, metallic foams are of great interest for many industrial applications [1]. Metal foams can be produced by several routes [2-4]. The method developed at Fraunhofer Institute of Bremen consists of mixing in suitable composition metal powder with particles of a blowing agent and ceramic particles apt to modify the melt viscosity and to stabilise the foam. The mixture is pressed to form a compact precursor, which is then heated to a temperature above the melting point of metal. The gas released by the blowing agent forms bubbles in the melt which then grow producing the foam whose porous structure remains frozen by fast cooling to room temperature. Fig.1 schematically shows the process stages in the case of Al foam (TiH<sub>2</sub> is the blowing agent and SiC is the foam stabiliser). The main parameters affecting foaming are:

1- composition of powder mixture; 2- size [5-6] and shape [6] of particles in the mixture; 3- conditions of powder mixing [7]; 4- pressure and temperature of precursor compacting [8-11]; 5- melt temperature during foaming [9]; 6- heating rate to foaming temperature [9]; 7- foaming time [9]; 8- atmosphere and pressure on the melt; 9- cooling rate [12].

In this paper the attention has been focused on the effect of powder mixture composition.

Powder of Al 99.5 % (mean particle diameter 45 μm), TiH<sub>2</sub> (5 μm) and SiC (37 μm) have been employed. Fig.2 shows their morphology. 16 groups of samples have been prepared by varying the amount of blowing agent and stabiliser: TiH<sub>2</sub> (0.1, 0.2, 0.4 and 0.6 wt %) and SiC (0.8, 2.8, 6 and 9 wt %). Some tests have been performed using mixtures without SiC. Mixtures have been compacted by uni-axial pressure of 250 MPa at room temperature to get cylindrical precursors with diameter φ = 15 mm and height h ≈ 6 mm. As shown in fig.3, when lower pressures are applied foaming process stops at the beginning (45 MPa) or gives rise to evident defects (95 MPa). The foaming temperature was 700 °C, not much higher than Al melting point. Fig. 4 shows foams obtained at 800 and 750 °C: in both the cases bubbles of large and not homogeneous size form because melt viscosity is too low.

Since TiH<sub>2</sub> begins to release hydrogen at ≈ 400°C, the heating rate of precursors was chosen to reach 700°C in about 120 s avoiding an excessive dispersion of gas before the foaming onset. Samples remained at 700 °C for 180 s, a time sufficient to have complete foam expansion, then they were water cooled. The samples were cut and submitted to image analysis. The foams obtained with different amounts of TiH<sub>2</sub> and SiC are shown in fig.5. Density and mean equivalent pore diameter D<sub>eq</sub> are similar for all the compositions, however, foams differ for pore size distribution (see fig.6) and pore morphology, described by means of the parameter

of circularity C [13]. Table 1 summarizes the results of the analysis.

Small bubbles with uniform size and spherical shape guarantee better mechanical properties, thus the analysis of the structure permits to evaluate the foam quality. In particular, the presence of a single pore with size much larger than the average one and with irregular contour represents a critical defect involving unsatisfactory properties. Therefore, the first criterion used to evaluate the foams shown in fig.5 is based on the pore size homogeneity, which can be described by a critical diameter D<sub>max</sub> (twice the maximum value of D<sub>eq</sub>). For the foams examined here, D<sub>max</sub> = 6 mm because the maximum value of D<sub>eq</sub> is ≈ 3 mm. From the distributions in fig.6, the foams with pores not larger than D<sub>max</sub> result to be all those produced by mixtures with 0.1% of TiH<sub>2</sub>, those with 0.2% TiH<sub>2</sub> + 2.8% SiC, 6% SiC, 9% SiC, those with 0.4% TiH<sub>2</sub> + 0.8% SiC.

However, as shown in fig.5, these foams with more homogeneous pore size distribution show different pore morphology. In general, foams produced with the same quantity of TiH<sub>2</sub> tend to form polyhedral bubbles as SiC content increases. On these grounds, it is convenient to use the parameter of circularity C as a further criterion of quality evaluation. Among all the foams selected by the first criterion, those containing 0.2% TiH<sub>2</sub> + 2.8% SiC and 6% SiC, 0.1% TiH<sub>2</sub> + 6% SiC exhibit the highest C values (≥ 0.8). Therefore, these compositions guarantee the better pore morphology.

Tests showed that it is possible to produce Al foams also by using mixtures without SiC particles (see fig.7) even if the characteristics are not good because the bubbles are large.

Electron microscopy (SEM) observations with EDS microanalysis have been carried out to investigate the chemical composition and the particles present on the internal surface of pores. SEM (fig.8 a) shows a lot of SiC particles on the internal walls of pores. At higher magnification (fig.8 b) other smaller round particles (not yet identified) can be observed.

In EDS spectra recorded on the surface inside the pores (see fig.9) an intense oxygen peak is present in addition to those of aluminum, silicon and carbon. Oxidation of liquid metal can give rise to the formation of thick oxide layers on the bubble surface as that shown in fig.10.

The present investigation confirms that SiC particles play an important role of foam stabilisation; the optimal content ranges between 2.8 and 6 wt% whereas for higher amounts of SiC bubbles tend to become polyhedral (with 9% C ≤ 0.66).

Tab.1 shows that C ≤ 0.59 for samples containing 0.6 wt% of TiH<sub>2</sub> thus this amount, which is often used in industrial production processes, is excessive with the consequence of low foam quality and higher costs.

We observed that it is possible to produce foams without SiC particles in the powder mixture even if bubbles are of large and not homogeneous size. The result suggests that oxide covering Al particles may play a role in bubble nucleation together with TiH<sub>2</sub> particles.