

## Product copper foam using the space holder method and investigating the effect of removing space holder particles during the sintering process on its mechanical properties

\*Armin Radmehr<sup>1</sup>, Ramin Ebrahimi<sup>2</sup>, Mohammad Hossein Paydar<sup>3</sup>

1- M.Sc., Department of Materials Science and Engineering, Shiraz university, Shiraz, iran.

2- Professor, Department of Materials Science and Engineering, Shiraz university, Shiraz, iran.

3- Professor, Department of Materials Science and Engineering, Shiraz university, Shiraz, iran.

**Citation:** Radmehr A, Ebrahimi R, Paydar M.H. Product copper foam using the space holder method and investigating the effect of removing space holder particles during the sintering process on its mechanical properties. Metallurgical Engineering 2025; 28(1): 30-36 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2024.2034872.1407>

 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2024.2034872.1407>

### **ABSTRACT**

In the present research, the compression method of copper powder and space holder was used to product copper foams using NaCl space holder. Copper foams were product with 60, 70 and 80 volume percentages of space holder. A comparison of the energy absorption of copper foams after the dissolution of space-forming particles and after the initial sintering process and after the final sintering process was done. The results showed that the energy absorption of foam in the method of removing the space holder after initial sintering has a significant difference compared to the method of removing the space holder after the final sintering process, so that for foam with 60% space holder by volume of 15.58 has decreased to 11.94 mega joules per cubic meter. Also, scanning electron microscope (SEM) images were used to investigate the effect of space holder dissolution on porosity and it was shown that if there is NaCl in the stage of the final sintering process and then its dissolution, it causes damage to the walls cellular.

**Keywords:** Powder Metallurgy, Floating Die, NaCl, Sintering, Foam, Space Holder.

Received: July 12, 2024

Accepted: July 22, 2024

■ ..... ■

\* *Corresponding Author:*

Armin Radmehr, M.Sc.

Address: Department of Materials Science and Engineering, Shiraz university, Shiraz, iran.

Tel: +98 (9196182148)

E-mail: metallurg1376@gmail.com

## ساخت فوم مس با روش فضا‌ساز و بررسی اثر حذف ذرات فضا‌ساز در طول فرآیند تفجوشی بر خواص مکانیکی آن

\*آرمین رادمهر<sup>۱</sup>، رامین ابراهیمی<sup>۲</sup>، محمد حسین پایدار<sup>۳</sup>

۱- کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران.

۲- استاد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران.

۳- استاد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران.

### چکیده

در تحقیق حاضر، از روش فشرده‌سازی پودر مس و فضا‌ساز برای ساخت فوم‌های مس با استفاده از فضا‌ساز NaCl استفاده شد. فوم‌های مس با درصد حجمی فضا‌ساز ۶۰، ۷۰ و ۸۰ ساخته شدند. مقایسه جذب انرژی فوم‌های مس پس از انحلال ذرات فضا‌ساز و بعد از فرآیند تفجوشی اولیه و بعد از فرآیند تفجوشی نهایی انجام شد. نتایج نشان داد که جذب انرژی فوم در روش انجام عملیات حذف فضا‌ساز پس از تفجوشی اولیه تفاوت معناداری نسبت به روش حذف فضا‌ساز پس از فرآیند تفجوشی نهایی دارد، به طوری که برای فوم با ۶۰ درصد حجمی فضا‌ساز از ۱۵/۵۸ به ۱۱/۹۴ مگاژول بر متر مکعب کاهش داشته است. همچنین از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) برای بررسی اثر انحلال فضا‌ساز بر تخلخل‌ها استفاده شد و نشان داده شد که در صورت وجود نمک در مرحله انجام فرآیند تفجوشی نهایی و سپس انحلال آن، باعث آسیب دیدن دیواره‌های سلولی می‌شوند.

واژه‌های کلیدی: متالورژی پودر، قالب شناور، NaCl، تفجوشی، فوم، فضا‌ساز.

دریافت: ۱۴۰۳/۰۴/۲۲ | پذیرش: ۱۴۰۳/۰۵/۰۱

### ۱. مقدمه

امیدوارکننده است زیرا پارامترهای ساختار منافذ (یعنی تخلخل، اندازه تخلخل و مورفولوژی تخلخل‌ها) را می‌توان با تنظیم نسبت فلز/ پودرهای فضا‌ساز و انتخاب پودر فضا‌ساز با ذرات یک شکل مناسب به راحتی و با دقت کنترل کرد. همچنین پودر فضا‌ساز در مخلوط تفجوشی شده را می‌توان به سادگی با قرار دادن آن در آب حذف کرد، یعنی SDP یک فرآیند ساده است و اساساً برای حذف ذرات فضا‌ساز نیازی به منبع حرارتی ندارد. خصوصاً استفاده از ذرات NaCl به عنوان ذرات فضا‌ساز دارای مزایای دیگری مانند هزینه کم، در دسترس، عدم سمیت و انحلال سریع در آب است. تا کنون، بیشتر فوم‌های فلزی ساخته شده از طریق SDP با استفاده از NaCl به عنوان فضا‌ساز به فوم آلومینیوم محدود شده‌اند [۸-۱۴]. دلیل آن می‌تواند رابطه بین نقاط ذوب فلز و NaCl باشد. یعنی نقطه ذوب آلومینیوم (۶۶۰ °C) کمتر از NaCl (۸۰۱ °C) است. بنابراین NaCl در طی تفجوشی ذرات آلومینیوم ذوب نمی‌شود و تقریباً شکل اولیه خود را حفظ می‌کند. اخیراً فوم مس سلول باز و فوم Ti که دارای

فوم‌های فلزی سلول باز در زمینه‌های مختلفی توجه محققین را به خود جلب کرده‌اند و انتظار می‌رود به عنوان مواد مهندسی که در آن تبادل حرارت، جذب صدا و فیلتراسیون مورد نیاز است استفاده شود [۱-۳]. فوم‌های مسی اخیراً نامزد بالقوه‌ای برای استفاده در باتری‌های لیتیوم یونی [۴]، ابر خازن‌ها [۵]، کاتالیزورها [۶] و گرماگیرها [۷] در نظر گرفته شده‌اند. در سال ۲۰۰۱ یک فرآیند تفجوشی و انحلال جدید (SDP) برای ساخت فوم فلزی سلول باز بر اساس متالورژی پودر توسط ژائو و سان [۸] معرفی شد. در این فرآیند، مخلوطی متشکل از یک پودر فلزی و یک پودر قابل حل به عنوان نگهدارنده فضا، مانند کلرید سدیم (NaCl)، با اعمال فشار و حرارت مناسب با استفاده از کوره الکتریکی یا با تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای فشرده و تفجوشی می‌شود. سپس مخلوط تفجوشی شده را در آب قرار می‌دهند تا ذرات فضا‌ساز از بین بروند و فوم فلزی سلول باز به دست آید. SDP برای ساخت فوم‌های فلزی سلول باز

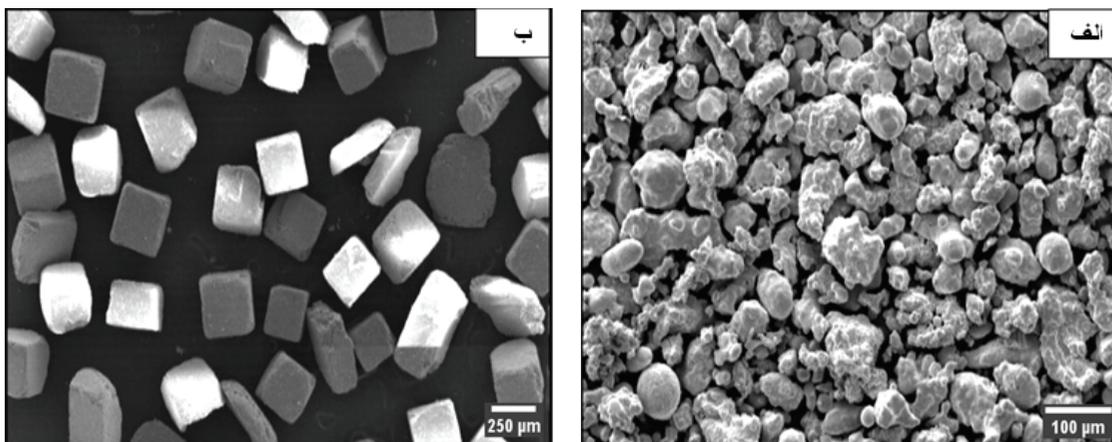
\* نویسنده مسئول:

مهندس آرمین رادمهر

نشانی: شیراز، دانشگاه شیراز، دانشکده مهندسی و علم مواد.

تلفن: (۰۹۱۹۶۱۸۲۱۴۸) ۹۸+

پست الکترونیکی: metallurg1376@gmail.com



شکل ۱. تصاویر SEM پودرهای مورد استفاده (الف) مس (ب) نمک

فرآیند تفجوشی از کوره تیوبی ساخت شرکت آترا تحت اتمسفر گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹ استفاده شد.

قطعات خام به دو صورت تفجوشی شدند: (۱) به مدت ۲ ساعت در دمای ۷۹۰ درجه سانتی گراد قرار گرفتند و بعد از سرد شدن در کوره تا رسیدن به دمای محیط، توسط فرآیند انحلال عامل فضا ساز حذف شد و بعد از خشک شدن نمونه‌ها به مدت ۱۲ ساعت در محیط، جهت تکمیل فرآیند تفجوشی به مدت ۳ ساعت در دمای ۹۸۰ درجه سانتی گراد قرار گرفتند، برای راحتی کار نام این نمونه‌ها (bs<sup>۱</sup>) در نظر گرفته شد. (۲) به مدت ۲ ساعت در دمای ۷۹۰ درجه سانتی گراد و سپس قرارگیری در دمای ۹۸۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳ ساعت جهت تکمیل فرآیند تفجوشی حرارت دهی و خنک شدن تا رسیدن به دمای محیط درون کوره و سپس عملیات حذف فضا ساز انجام شد، نام این نمونه‌ها (as<sup>۲</sup>) در نظر گرفته شد. نرخ افزایش دمای کوره ۶/۵ درجه سانتی گراد در دقیقه بود و نمونه‌ها از ابتدا تا رسیدن به دمای مورد نظر در کوره قرار گرفتند. فرآیند انحلال فضا ساز در ۳ سیکل ۱۵ دقیقه‌ای در آب مقطر با دمای ۸۰ درجه سانتی گراد در هر دو فرآیند تفجوشی انجام شد. برای انجام آزمون فشار از دستگاه کشش و فشار ستام مدل STM-150 با سرعت حرکت فک ۲ میلی متر در دقیقه مطابق با استاندارد ISO 13314 و برای بررسی میکروسکوپی از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل (Leica Cambridge S-360) در دانشگاه شیراز و برای آزمایش پراش اشعه X از دستگاه Asenware و مدل AW-DX300 استفاده شد.

### ۳. نتایج و بحث

تصاویر فوم‌های تولیدی با ۶۰ درصد حجمی فضا ساز در شکل ۲ نشان داده شده است. تخلخل نهایی (p) نمونه تولید شده با استفاده از رابطه (۱) [۲] محاسبه شد که در جدول ۱ مقادیر آن ذکر شده است.

$$\rho = (1 - (\rho_f \div \rho_{Cu})) * 100 \quad (1)$$

1. Before sintering

2. After sintering

نقطه ذوب بالاتری نسبت به NaCl هستند، توسط SDP با استفاده از NaCl به عنوان نگهدارنده فضا ساخته شده است [۱۵-۱۷]. با این حال، حرارت دهی به بالاتر از نقطه ذوب NaCl برای تفجوشی ماتریس‌های Cu و Ti به طور همزمان با و یا پس از حذف NaCl ضروری است [۱۸].

در این پژوهش فوم مس سلول باز با استفاده از روش SDP با ذرات فضا ساز NaCl و فشرده سازی با استفاده از قالب شناور ساخته شد و ذرات فضا ساز قبل و بعد از اتمام فرآیند تفجوشی حذف شدند. ساختار منافذ فوم مس ساخته شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مشاهده شد تا تایید شود که فوم تولید شده سلول باز است. همچنین از طریق آزمون فشار و رسم منحنی تنش- کرنش میزان جذب انرژی فوم‌ها مورد بررسی قرار گرفت.

### ۲. مواد و روش تحقیق

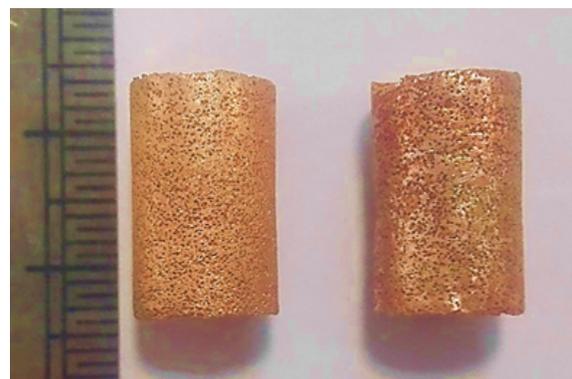
همانطور که در مقدمه ذکر شد از روش SDP برای تولید فوم‌های مسی سلول باز استفاده خواهد شد. در این روش ذرات NaCl نقش فضا ساز را ایفا می کنند که توسط انحلال در آب قبل و بعد از اتمام فرآیند تفجوشی حذف می شوند. بنابراین درصد حجمی NaCl و اندازه ذرات آن را می توان به عنوان پارامترهای کنترلی برای تنظیم درصد تخلخل و اندازه منافذ فوم نهایی استفاده کرد. پودر مس با میانگین اندازه ذرات ۴۰ میکرون و چگالی ظاهری ۳/۷۲ گرم بر سانتی متر مکعب از شرکت متالورژی پودر آذر تهیه شد. نمک طعام موجود در بازار تهیه و توسط آنالیز الک با استفاده از اندازه مش ۶۰+۸۰- به اندازه مورد نظر جداسازی شد. تصویر SEM پودرهای مورد استفاده، در شکل ۱ نشان داده شده است.

فوم‌ها به صورت استوانه‌ای به قطر ۱۰ و ارتفاع ۱۵ میلی متر تولید شدند و جرم مورد نیاز پودر مس و فضا ساز از طریق حجم استوانه برای تولید تخلخل‌های ۷۰، ۶۰ و ۸۰ درصد محاسبه شدند. برای فشرده سازی مخلوط پودری از قالب شناور طراحی و ساخته شده توسط همایون و همکاران [۱] استفاده شد و فشار اعمالی برای متراکم کردن پودرها ۲۷۵ مگاپاسکال انتخاب شد. جهت انجام

است در روی دیواره‌ها و پایه‌های فوم مسی که ذرات مس به یکدیگر متصل شده‌اند این نواحی مسطح نبوده و سطح زبر همراه با خلل و فرج در آن مشاهده می‌شود و می‌تواند بر استحکام دیواره‌ها اثر گذارد. در حالی که در تصویر SEM فوم با همان درصد حجمی فضا ساز و حذف عامل فضا ساز بعد از پیش‌تفجوشی در دمای ۷۹۰ درجه سانتیگراد سطحی کاملاً صاف و بدون خلل و فرج دیده می‌شود که تصویر آن در شکل ۴ نشان داده شده است.

نمودار تنش- کرنش مهندسی نمونه‌های مربوط به فرآیند bs و as به ترتیب در شکل ۵ الف و ب آورده شده است. همانطور که مشخص است نمونه‌های مربوط به فرآیند bs نسبت به فرآیند as دارای محدوده‌ی تنش بالاتری است و برای نمونه با تخلخل یکسان نمودار منحنی تنش- کرنش مربوط به فرآیند bs بالاتر از فرآیند as قرار می‌گیرد. این موضوع در شکل ۶ برای نمونه با ۶۰ درصد حجمی فضا ساز نشان داده شده است. بنابراین سطح زیر منحنی تنش- کرنش مربوط به فرآیند bs بیشتر از سطح زیر منحنی فرآیند as است و جذب انرژی بالاتری دارند. بنابراین طبق شکل ۳ و نمودارهای تنش- کرنش مربوط به این فرآیندها، می‌توان نتیجه گرفت که خلل و فرج ایجاد شده باعث کاهش استحکام و جذب انرژی فوم‌های مربوط به فرآیند as می‌شود. انرژی جذب شده در واحد حجم (ظرفیت جذب انرژی E) که یکی از مهمترین مشخصه‌های فوم‌های مس است، از ناحیه زیر نمودارهای تنش- کرنش تا کرنش ۵۰ درصد به صورت رابطه ۲ تعیین شد [۳]:

$$E = \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad (2)$$



شکل ۲. تصویر فوم با ۶۰ درصد حجمی فضا ساز پس از تفجوشی، سمت راست) فرآیند as سمت چپ) فرآیند bs

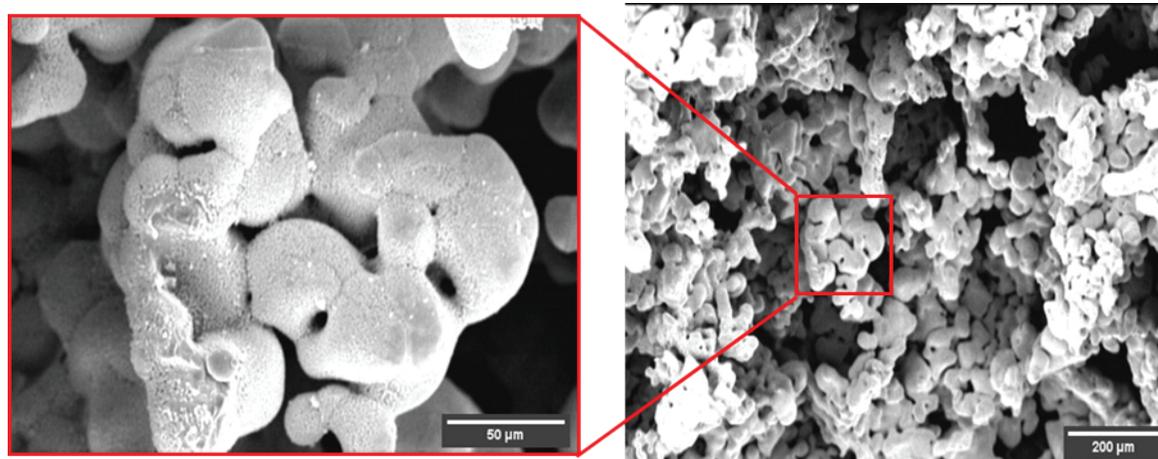
که  $\rho_f$  و  $\rho_{Cu}$  به ترتیب برابر با چگالی فوم تولید شده و چگالی تئوری مس هستند و حاصل تقسیم این دو چگالی برابر با چگالی نسبی است.  $\rho_f$  از تقسیم وزن نمونه تولیدی بعد از تفجوشی بر حجم ظاهری نمونه بدست می‌آید.

همانطور که در جدول ۱ مشخص است با افزایش مقدار NaCl درصد تخلخل هم افزایش می‌یابد. همچنین تخلخل‌های به دست آمده بیشتر از تخلخل محاسبه شده بدست آمد که دلیل آن وجود میکرو و ماکرو تخلخل‌ها در دیواره سلول‌ها است که در شکل ۳ این تخلخل‌ها دیده می‌شوند.

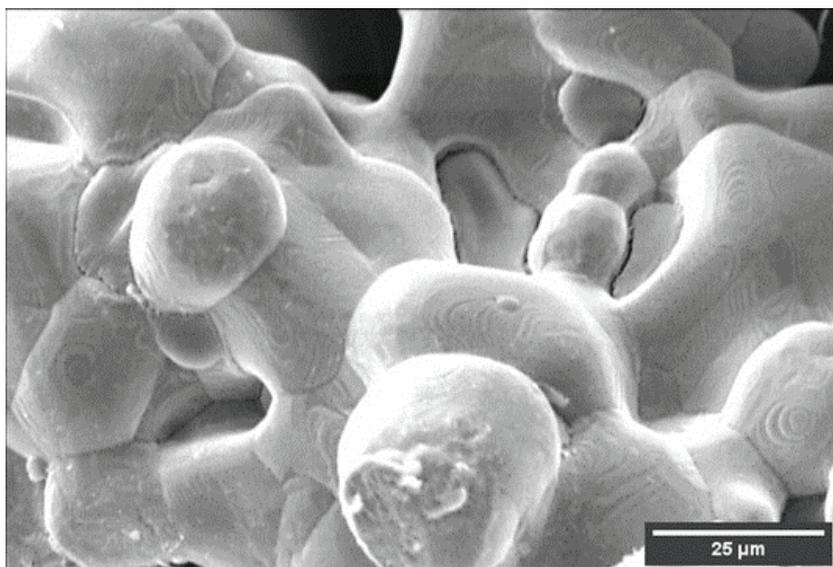
از شکل ۳ که مربوط به تصویر SEM فوم با ۸۰ درصد حجمی فضا ساز و حذف عامل فضا ساز پس از تکمیل فرآیند تفجوشی

جدول ۱. میزان تخلخل فوم‌های تولید شده

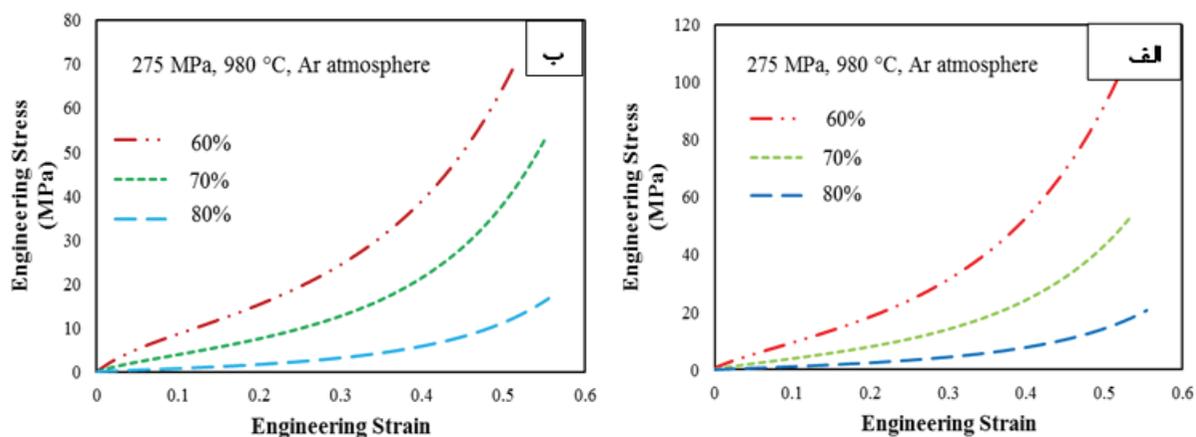
درصد حجمی فضا ساز	تخلخل نمونه as (%)	تخلخل نمونه bs (%)
۶۰	۶۴/۵	۶۳/۵
۷۰	۷۲/۷	۷۱/۷
۸۰	۸۱/۲	۸۰/۸



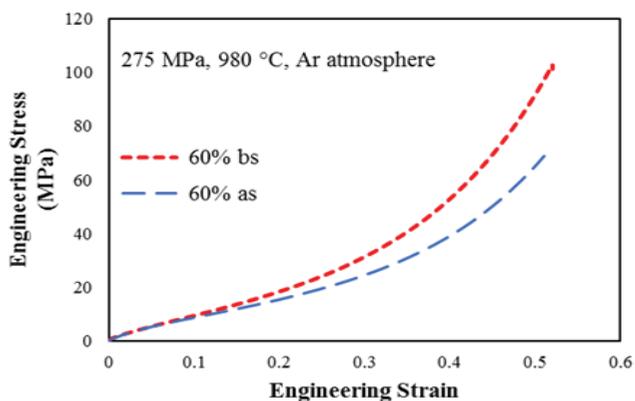
شکل ۳. تصویر SEM فوم ۸۰ درصد فضا ساز و حذف عامل فضا ساز پس از تکمیل فرآیند تفجوشی



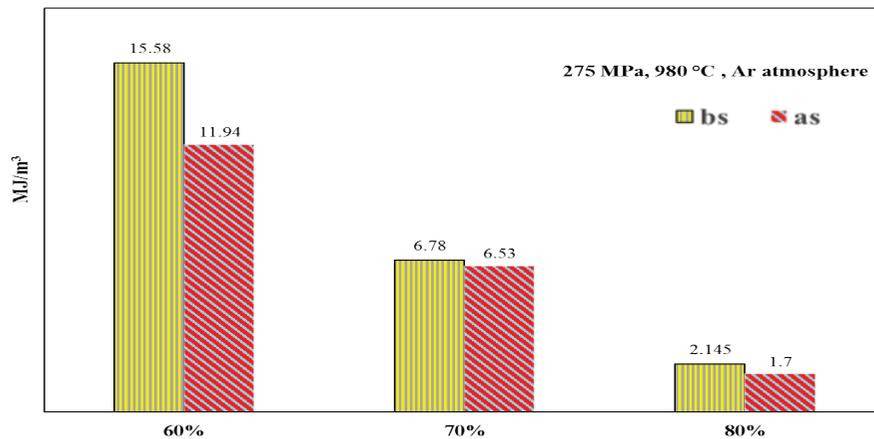
شکل ۴. تصویر SEM دیواره سلولی فوم با ۸۰ درصد حجمی فضا‌ساز و حذف آن بعد از پیش تف‌جوشی



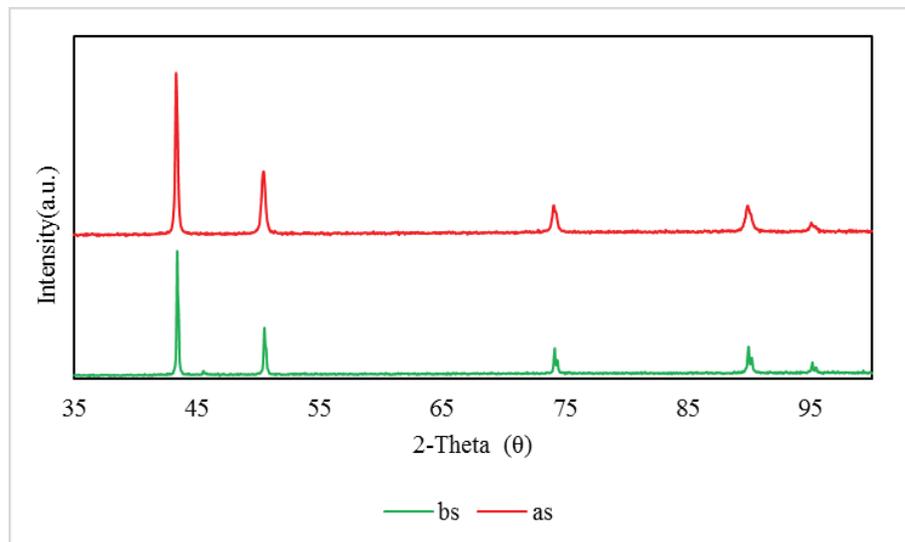
شکل ۵. نمودار تنش- کرنش نمونه های مربوط به فرآیند الف (ب) as



شکل ۶. مقایسه منحنی تنش-کرنش فوم با تخلخل ۶۰ درصد حجمی در فرآیند as و bs



شکل ۷. میزان جذب انرژی فوم با تخلخل‌های مختلف برای هر دو فرآیند انحلال



شکل ۸. الگوی پراش اشعه X برای فرآیندهای bs و as

همچنین می‌توان نتیجه گرفت که تعداد سیکل و مدت زمان لازم برای حذف ذرات نمک کافی بوده است زیرا اثری از نمک در نتایج دیده نمی‌شود.

#### ۴. نتیجه‌گیری

در این مقاله فوم‌های مس با تخلخل‌های ۶۳/۵ تا ۸۱/۲ به روش فشرده سازی در قالب شناور و با استفاده از فضا ساز نمک ساخته شدند. مشاهده شد که منحنی تنش- کرنش فوم مس با حذف عامل فضا ساز بعد از انجام تف‌جوشی اولیه دارای مقادیر بالاتری نسبت به حذف عامل فضا ساز بعد اتمام فرآیند تف‌جوشی برای فوم با همان درصد حجمی نمک را دارد. همچنین میزان جذب انرژی فوم‌ها با حذف فضا ساز بعد از تکمیل فرآیند تف‌جوشی نسبت به حذف فضا

مقایسه جذب انرژی دو فرآیند در شکل ۷ انجام شده است. می‌توان از این شکل نتیجه گرفت که میزان جذب انرژی فوم با تخلخل‌های متفاوت در فرآیند bs همواره بالاتر از فرآیند as است. همچنین مقایسه رفتار جذب انرژی فوم مس ساخته شده به روش FPC<sup>۳</sup> با تخلخل‌های ۶۳/۳ و ۷۲/۸ و ۷۹/۶ درصد توسط هانیا و همکاران [۴] روند کاهشی جذب انرژی با افزایش درصد تخلخل و همچنین برابر نبودن درصد تخلخل نهایی با درصد حجمی فضا ساز را اثبات کرد.

نتایج حاصل از آزمون پراش اشعه X در شکل ۸ نشان داده شده است. همانطور که مشخص است پیک‌های حاصل از هر دو فرآیند bs و as مربوط به پیک‌های مس است و نمونه‌های مربوط به این فرآیندها نه تنها با نمک واکنش نداده‌اند بلکه اکسید نیز نشده‌اند.

3. Friction powder compaction

- [11] A. Hassani, A. Habibolahzadeh, and H. Bafti, "Production of graded aluminum foams via powder space holder technique", *Materials & Design*, 2012, 40, 510-515.
- [12] D.X. Sun and Y.Y. Zhao, "Static and dynamic energy absorption of Al foams produced by the sintering and dissolution process", *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2003, 34(1), 69-74.
- [13] R. Surace, et al., "Influence of processing parameters on aluminium foam produced by space holder technique", *Materials & Design*, 2009, 30(6), 1878-1885.
- [14] C.E. Wen, et al., "Processing of fine-grained aluminum foam by spark plasma sintering", *Journal of Materials Science Letters*, 2003, 22(20), 1407-1409.
- [15] Y. Torres, J.J. Pavón, and J.A. Rodríguez, "Processing and characterization of porous titanium for implants by using NaCl as space holder", *Journal of Materials Processing Technology*, 2012, 212(5), 1061-1069.
- [16] Q.Z. Wang, et al., "Open-celled porous Cu prepared by replication of NaCl space-holders", *Materials Science and Engineering: A*, 2010, 527(4), 1275-1278.
- [17] Q.Z. Wang, et al., "Compressive behaviors and energy-absorption properties of an open-celled porous Cu fabricated by replication of NaCl space-holders", *Journal of Materials Processing Technology*, 2011, 211(3), 363-367.
- [18] Y. Hangai, et al., "Friction powder compaction process for fabricating open-celled Cu foam by sintering-dissolution process route using NaCl space holder", *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 585, 468-474.
- [19] H. Homayoun, M. Shahbaz, and R. Ebrahimi, "Investigation of Floating and Single-Action Dies in Producing Dense Compacts with High Aspect Ratio", *Iranian Journal of Science and Technology, Transactions of Mechanical Engineering*, 2020, 44(4), 1005-1011.
- [20] Y. Zhao, F. Han, and T. Fung, "Optimisation of compaction and liquid-state sintering in sintering and dissolution process for manufacturing Al foams", *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 364(1-2), 117-125.
- [21] J. Committee and H. JIS, "7902 Method for Compressive Test of Porous Metals", *Japanese Standards Association, Tokyo*, 2008.

ساز بعد از تفجوشی اولیه کاهش می‌یابد. نتایج حاصل از پراش اشعه X نشان داد که حذف عامل فضا ساز در قبل یا بعد از تکمیل فرآیند تفجوشی منجر به واکنش دادن آن با فوم مس نمی‌شود. با بررسی تصاویر SEM مشخص شد که دیواره‌های سلول‌های فوم تولیدی در شرایط حذف فضا ساز بعد از تکمیل فرآیند تفجوشی دارای خلل و فرج بیشتری است و همین امر باعث کاهش استحکام فوم می‌شود.

## References

- [1] J. Banhart, "Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams", *Progress in materials science*, 2001, 46(6), 559-632.
- [2] J. Banhart, "Light-Metal Foams—History of Innovation and Technological Challenges", *Advanced Engineering Materials*, 2013, 15(3), 82-111.
- [3] L. Gibson, "Mechanical behavior of metallic foams", *Annual Review of Materials Research*, 2000, 30, 191.
- [4] H. Park, et al., "Hierarchical micro-lamella-structured 3D porous copper current collector coated with tin for advanced lithium-ion batteries", *Applied Surface Science*, 2017, 399, 132-138.
- [5] Y. Li, et al., "Nanostructured CuO directly grown on copper foam and their supercapacitance performance", *Electrochimica Acta*, 2012, 85, 393-398.
- [6] P. Chladek, et al., "Characterization of Copper Foam as Catalytic Material in Ethanol Dehydrogenation", *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2007, 85(6), 917-924.
- [7] C.H.-O.T.-N.H.-I. Teruyuki, "Heat Transfer Capacity of Lotus-Type Porous Copper Heat Sink", *JSME International Journal. Series B. Fluids and Thermal Engineering*, 2004 47(3), 516-521.
- [8] Y.Y. Zhao and D.X. Sun, "A novel sintering-dissolution process for manufacturing Al foams", *Scripta Materialia*, 2001, 44(1), 105-110.
- [9] M. Hakamada, et al., "Monotonic and cyclic compressive properties of porous aluminum fabricated by spacer method", *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 459(1), 286-293.
- [10] M. Hakamada, et al., "Fabrication of Porous Aluminum by Spacer Method Consisting of Spark Plasma Sintering and Sodium Chloride Dissolution", *MATERIALS TRANSACTIONS*, 2005, 46(12), 2624-2628.