

# AlSi12 合金泡沫的真空发泡制备工艺

杨 皓, 左孝青, 王 俊, 陆建生, 周 芸

(昆明理工大学, 云南 昆明 650093)

**摘 要:** 为克服现有熔体发泡制备泡沫铝工艺中发泡剂  $TiH_2$  含量高所带来的成本高、分散性差、与发泡工艺匹配难、降低材料性能等负面影响, 采用新型真空发泡法制备 AlSi12 合金泡沫, 并对其中的初始气孔及真空发泡 AlSi12 合金泡沫孔结构的形成及控制工艺进行研究。结果表明: AlSi12 合金在  $620\text{ }^\circ\text{C}$  熔化保温 1 h、添加 1%SiC 和 2%Ca 以 2000 r/min 的速度搅拌 10 min 增粘、添加微量 (0.02%, 质量分数)  $TiH_2$  以 2000 r/min 的速度搅拌 6 min 的条件下可获得均匀细小的初始气孔; 在真空度为 5 Pa 下发泡 10 s, 真空下冷却 6 min 的条件下, 获得了平均孔径 2.4 mm, 孔隙率 83.7%, 孔结构均匀的 AlSi12 合金泡沫; 初始气孔以 SiC、 $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$  等第二相为气泡非均质形核的核心。

**关键词:** AlSi12 合金泡沫; 初始气孔; 真空发泡; 工艺

中图分类号: TG146.2+1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)11-2992-07

泡沫铝由于其独特的孔结构, 具有高比强度、吸收冲击能、吸声、电磁屏蔽等性能, 在航天航空、交通、环保、建筑等领域具有广泛的应用前景<sup>[1-4]</sup>。

目前, 闭孔泡沫铝的制备方法有熔体发泡法、粉末冶金法等<sup>[5]</sup>, 前者是制备泡沫铝的主流方法, 但该方法存在: (1) 发泡剂在实验过程中使用量大, 使得泡沫铝的制造成本较高; (2) 发泡剂在熔体中的均匀分散性难以提高, 导致泡沫铝的孔结构均匀性控制困难<sup>[6]</sup>; (3) 发泡剂与发泡工艺的匹配问题<sup>[7]</sup>; (4) 大量的发泡剂分解物残留在材料内形成杂质, 对材料性能产生不利影响。

为此, 本研究采用含初始气孔的增粘铝合金熔体的真空发泡法制备 AlSi12 合金泡沫, 对初始气孔的控制及真空发泡工艺进行研究, 为泡沫铝真空发泡制备技术的发展提供有益参考。

## 1 实 验

材料制备工艺见图 1。采用 AlSi12 合金为原料, 合金熔化后将增粘剂 (Ca 和 SiC) 加入熔体内搅拌增粘; 加入 0.02% 的微量  $TiH_2$  进行搅拌,  $TiH_2$  在熔体中的分解气体在搅拌作用下产生初始气孔; 将含初始气孔的增粘铝合金熔体移至真空罐中抽真空, 熔体中的初始气孔膨胀使铝合金熔体发泡, 熔体泡沫在真空下冷却后得到 AlSi12 合金泡沫。

将增粘的金属熔体中微量发泡剂分解产生的气体

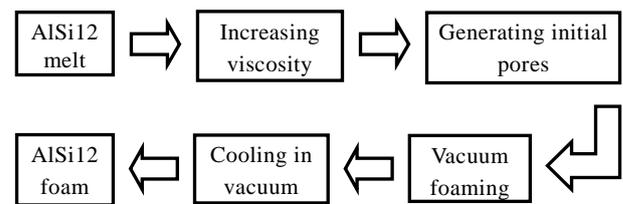


图 1 工艺流程图

Fig.1 Processing flow chart

在搅拌作用下获得的细微气孔称为初始气孔。初始气孔的大小和均匀性, 是影响真空发泡泡沫铝孔结构的重要因素。对初始气孔及其形成工艺进行了研究, 并考察了真空条件对泡沫铝孔结构的影响。表 1 是初始气孔及泡沫铝真空发泡制备工艺参数的取值范围。当某个参数变化时, 其他参数取值为表中的基本参数。初始气孔及泡沫铝的孔结构用自行编制的 BWJScan 分析软件<sup>[8]</sup>进行表征; 加入增粘剂后生成的第二相用 XRD(Bruker D8 Advance)进行分析; 初始气孔周围元素组成及分布用 SEM 及 EDX(Philips XL30)进行元素面扫描分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 工艺参数对初始气孔的影响

#### 2.1.1 熔化及保温温度对初始气孔的影响

收稿日期: 2015-11-10

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51164019); 云南省应用基础研究重点项目 (2010CC004)

作者简介: 杨 皓, 男, 1989 年生, 硕士生, 昆明理工大学材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093, 电话: 0871-65109952, E-mail: gavin1989yang@foxmail.com

图 2 为不同熔化及保温温度下获得的初始气孔实物照片  
表 1 AlSi12 合金泡沫制备工艺参数

**Table 1 Preparation parameters of Al alloy foam**

Process	Process parameters	Experimental value	Basis value
Melting and holding	Temperature/°C	610, 620, 630	620
	Holding time/h	1	1
Increasing viscosity	SiC content, ω/%	0.5, 1, 1.5	1
	Ca content, ω/%	1.5, 2, 2.5	2
	Mixing time/min	5, 10, 15	10
	Stirring speed/ r min <sup>-1</sup>	1500, 2000, 2500	2000
Generating initial pore	TiH <sub>2</sub> content, ω/%	0.02	0.02
	Stirring speed/ r min <sup>-1</sup>	1500, 2000, 2500	1500
	Mixing time/min	5, 6, 7	6
Foaming and cooling	Vacuum degree/Pa	1, 5, 10, 20	5
	Foaming time/s	5, 10, 15, 20	10
	Cooling time/min	2, 4, 6, 8	6

物照片。由图可见, 随温度的升高, 初始气孔分布趋于均匀, 孔径范围减小, 当温度过高时积液层较厚。这是由于温度较低时, 熔体粘度较大, 初始气孔容易保存, 但不利于初始气孔的分散; 随着温度的升高, 熔体粘度适中, 有利于初始气孔保留及分散; 温度过高时使得熔体粘度大幅度下降, 初始气孔的上浮与合并现象严重, 下部积液层变厚。合金熔化及保温温度为 620 °C 时初始气孔的情况较为理想。

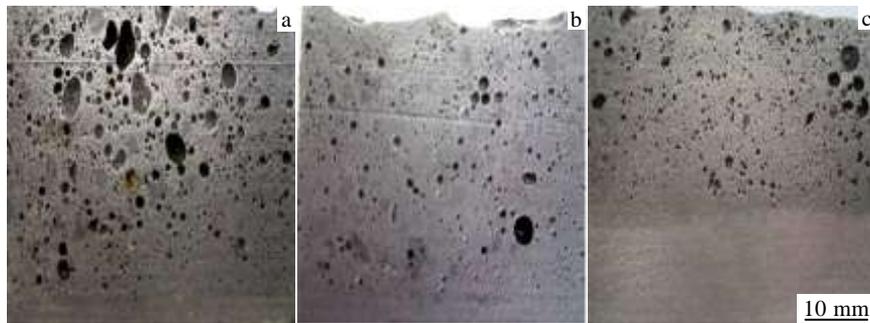


图 2 不同熔化及保温温度获得的 AlSi12 合金内初始气孔照片

Fig.2 Images of initial pores in AlSi12 melt via different melt and holding temperatures: (a) 610 °C, (b) 620 °C, and (c) 630 °C

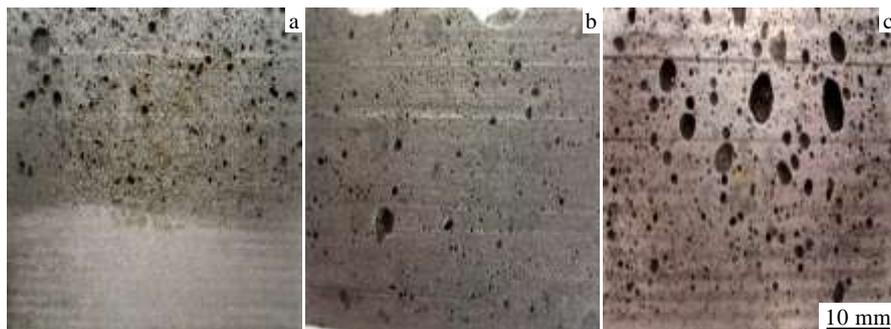


图 3 不同 Ca 和 SiC 含量获得的泡沫铝合金初始气孔照片

### 2.1.2 增粘剂含量对初始气孔的影响

Ca 和 SiC 的加入, 一是提高了熔体粘度<sup>[9,10]</sup>, 进而提高了熔体泡沫的稳定性; 二是为初始气孔的非均匀形核创造条件。图 3 为不同 Ca 和 SiC 含量对初始气孔的影响实物照片。Ca 和 SiC 含量较少时, 熔体中产生的第二相较少不能有效提高熔体的粘度, 熔体泡沫稳定性差, 初始气孔上浮而集中到熔体上部, 下部积液层较厚; 随着 Ca 和 SiC 含量的增多, 熔体粘度增大, 初始气孔在非均匀形核剂 SiC 等第二相处产生且能稳定保留, 使得初始气孔分布均匀, 下部积液层减小; 但过多的 Ca 和 SiC 会使熔体粘度过大, 作为非均匀形核剂的 SiC 等第二相化合物分布不均, 导致初始气孔分布不均匀、孔径相差变大。最佳的 Ca 和 SiC 含量分别为 2% 和 1%。

### 2.1.3 增粘搅拌时间及速度对初始气孔的影响

图 4 是不同搅拌时间和搅拌速度下获得的初始气孔照片。搅拌时间短(少于 10 min)且搅拌速度慢(小于 2000 r/min)时, 初始气孔主要集中在熔体上部, 其团聚严重, 下部积液层很厚(图 4a); 当搅拌时间较长(大于 10 min)且搅拌速度较快(大于 2000 r/min)时, 虽然初始气孔分布较均匀、孔径较小且大小相近, 但下部积液层较厚(图 4c)。

Fig.3 Images of initial pores in AlSi12 melt via different contents of Ca and SiC: (a) 1%, 0.5%; (b) 2%, 1%; (c) 3%, 1.5%

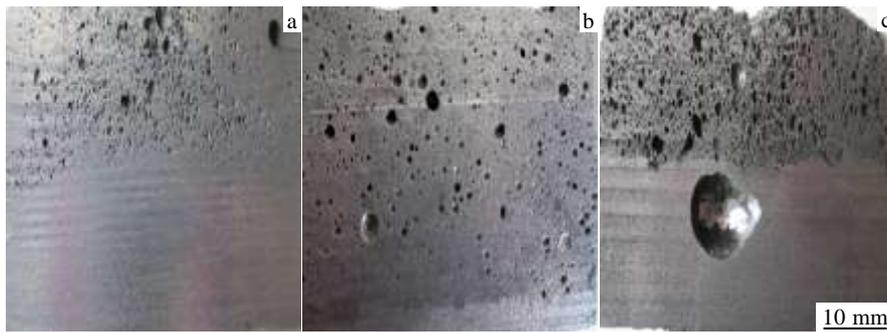


图 4 不同搅拌时间和搅拌速度获得的泡沫铝合金初始气孔照片

Fig.4 Images of initial pores in AlSi12 melt via different stirring time and speeds: (a) 5 min, 1500 r/min; (b) 10 min, 2000 r/min; (c) 15 min, 2500 r/min

搅拌时间过短、搅拌速度过慢，增粘剂未能在熔体中均匀分布，主要集中在熔体的上部，下部 SiC 等第二相含量少，不利于下部初始气孔的产生，同时熔体下部粘度较低，不利于初始气孔在下部区域的存留；当搅拌时间和搅拌速度都增加时，高速下长时间搅拌有利于增粘剂的分散，但熔体粘度会大幅度提高，高粘度使后续加入的微量 TiH<sub>2</sub> 颗粒的分散性大大降低并集中于熔体上部，最终导致上部较高的孔隙率和底部的积液层及集中气孔。适当的搅拌时间和搅拌速度使得增粘剂分布均匀，熔体粘度适中，初始气孔的分布均匀、孔径大小相近，下部积液层很少。最佳的搅拌时间为 10 min、搅拌速度为 2000 r/min。

### 2.1.4 TiH<sub>2</sub> 搅拌速度和时间对初始气孔的影响

图 5 是不同搅拌速度获得的初始气孔实物照片。可见，搅拌速度较慢时不能将 TiH<sub>2</sub> 颗粒分散到熔体下部，TiH<sub>2</sub> 颗粒主要集中在熔体上部，分解的气体也滞留在熔体上部（图 5a）；搅拌速度过快时，形成大的旋涡力，在熔体中产生了大量的大气孔（图 5c）；最佳的搅拌速度为 2000 r/min。

图 6 是不同搅拌时间获得的初始气孔样品照片。搅拌时间较短，TiH<sub>2</sub> 颗粒及分解<sup>[11-13]</sup>的气体未能分散到熔体的下部，同时分解的气体未得到充分的分裂、

细化，致使初始气孔孔径大、分布不均且下部积液层较厚（图 6a）；但搅拌时间较长时，气体上浮严重，在上浮的过程中出现气泡合并，导致初始气孔孔径大、分布不均且下部积液层明显增加（图 6c）。最佳的搅拌时间为 6 min。

### 2.2 初始气孔的形成

初始气孔形成的临界压力  $P$  可表达为：

$$P = P_1 + \rho gh + 2\sigma/r \tag{1}$$

式中， $P_1$  为大气压力，常数； $\rho$  为密度，温度的函数； $g$  为重力加速度； $h$  为气泡上方压坯的高度； $\sigma$  为液-气表面能； $r$  为气泡半径。初始气孔形核所需的临界压力与形核气孔在基体中的位置、熔体密度、液-气表面能等有关。

气泡的形成经历形核和长大过程<sup>[14]</sup>，气泡的形成与压力有着密切的关系。只有气泡的压力  $P$  大于外部总压力（临界压力）时，才可能形成气泡，即：

$$P > P_{\text{外}} = P_1 + \rho gh + 2\sigma/r \tag{2}$$

对于式（2），若  $r \rightarrow 0$ ， $(2\sigma/r) \rightarrow \infty$ ， $P_{\text{外}} \rightarrow \infty$ ，因此气泡的形成只有通过非均质方式进行。

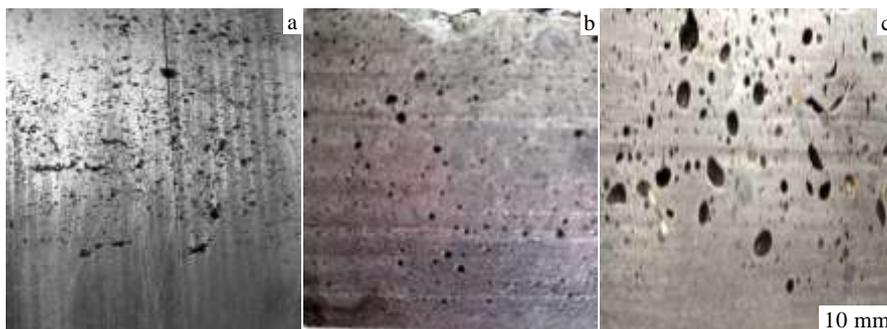


图 5 不同搅拌速度获得的泡沫铝合金初始气孔实物照片

Fig.5 Images of initial pores in AlSi12 melt via different stirring speeds: (a) 1500 r/min, (b) 2000 r/min, and (c) 2500 r/min

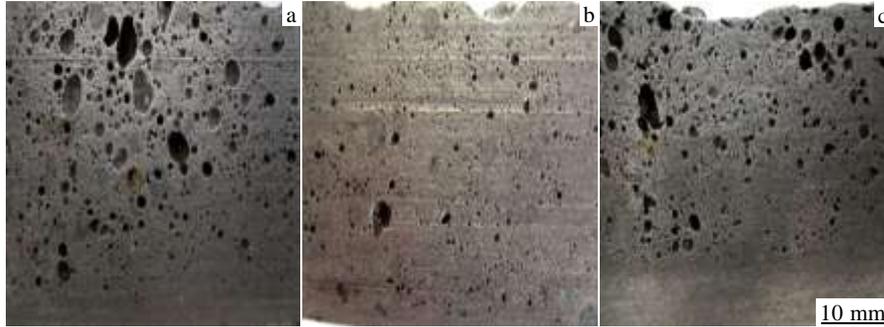


图 6 不同搅拌时间获得的泡沫铝合金初始气孔实物照片

Fig.6 Images of initial pores in AlSi12 melt via different stirring time: (a) 5 min, (b) 6 min, and (c) 7 min

图 7 为含初始气孔样品的 XRD 图谱。由图可知, 熔体中 Ca 的加入, 在其中生成了 CaAlSi、CaAl<sub>2</sub>Si<sub>1.5</sub>、Al<sub>4</sub>Si<sub>3</sub>C<sub>6</sub>、Al<sub>8</sub>Si<sub>7</sub> 等化合物。

图 8 是以 Ca 和 SiC 共同作为增粘剂得到的初始气孔样品初始气孔及其附近区域的元素面扫描及 SEM 照片。由图 8a、8b 和 8c 可知, 元素 C、O、Ca 主要聚集在气孔边缘处, 而其他实体区域含量很少, 结合工艺过程和图 7 可知, 气孔边缘富集了 SiC、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaAlSi、CaAl<sub>2</sub>Si<sub>1.5</sub>、Al<sub>4</sub>Si<sub>3</sub>C<sub>6</sub>、Al<sub>8</sub>Si<sub>7</sub> 等第二相颗粒, 这些第二相作为增粘剂的同时, 还为初始气孔的非均匀形核提供了形核的核心。

### 2.3 真空发泡工艺对 AlSi12 合金泡沫孔结构的影响

#### 2.3.1 真空度对孔结构的影响

图 9 为真空度分别为 1、5、10、20 Pa 的样品照片。

图 10、图 11 分别为真空度对平均孔径、孔隙率的影响。由图可知, 随真空度的降低, AlSi12 合金泡沫的平均孔径与孔隙率都呈下降趋势。这是由于初始气孔在熔体中随着发泡真空度的提高而膨胀长大, 真空度较低时, 初始气孔长大不充分, 平均孔径较小、孔隙率较低; 而发泡真空度较高时, 初始气孔长大充分, 气孔间易于合并, 平均孔径较大, 孔隙率增大<sup>[4,15]</sup>。

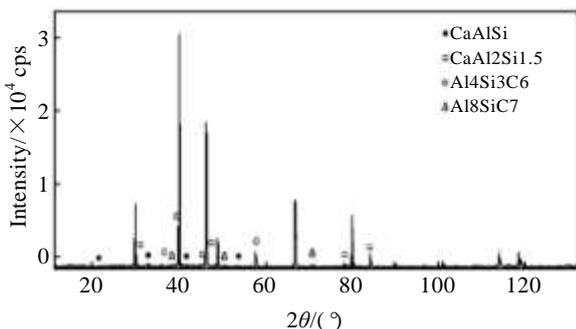


图 7 含初始气孔样品的 XRD 图谱

Fig.7 XRD pattern of sample with initial pore

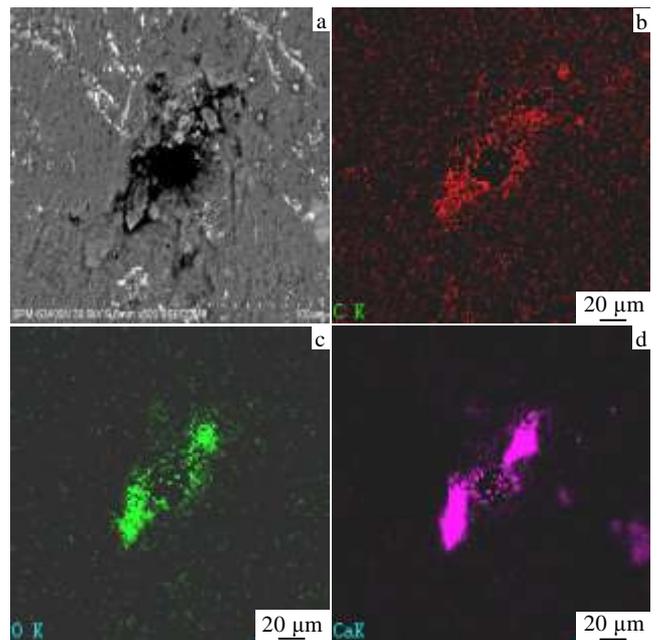


图 8 初始气孔样品 SEM 像及 EDS 元素面扫描照片

Fig.8 SEM surface image (a) of initial pore sample and EDS element C (b), O (c), Ca (d) map scanning

总体上随着发泡真空度的提高, 初始气孔长大越充分, 平均孔径和孔隙率都将增大。分析得知最佳的真空度为 5 Pa。

#### 2.3.2 真空发泡时间对孔结构的影响

图 12 为真空发泡时间分别为 5、10、15、20 s 时获得的样品照片。

图 13、图 14 分别为不同真空发泡时间对平均孔径、孔隙率的影响图。结合图 12 得知，短时间真空发

泡时，初始气孔长大还不充分，得到了孔径较小、分布均匀、下部积液层少的 AlSi12 合金泡沫；随着发泡时间的延长，初始气孔长大充分，孔径大，气孔分布均匀（如图 12a，12b）。但较长时间真空发泡会使

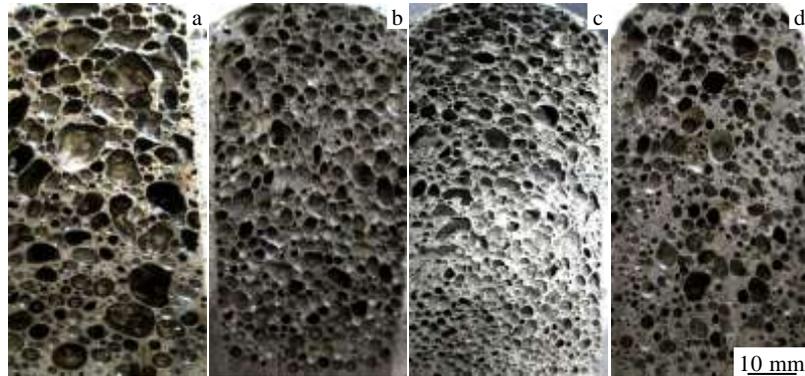


图 9 不同真空度获得的 AlSi12 合金泡沫照片

Fig.9 Images of AlSi12 foams via different foaming vacuum degrees: (a) 1 Pa, (b) 5 Pa, (c) 10 Pa, and (d) 20 Pa

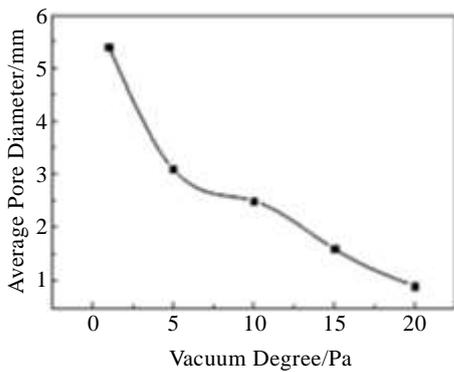


图 10 真空度对平均孔径的影响

Fig.10 Vacuum degree versus average pore diameter

初始气孔过分长大，气孔合并严重甚至孔结构破坏，加剧了排液，下部积液层明显增加（如图 12c，12d）。最佳的真空发泡时间为 5~10 s。

### 2.3.3 真空下冷却时间对孔结构的影响

图 15 为不同真空冷却时间条件下获得的 AlSi12 合金泡沫实物照片（取真空发泡时间为 10 s）。由图可

以看出当冷却时间较短时，泡沫熔体未能完全凝固，在大气压下，熔体会发生坍塌，使样品中间位置产生大量缺陷；随着真空下冷却时间的延长，泡沫熔体在真空状态下完全凝固，熔体坍塌现象消失，孔结构保持完好且冷却时间进一步延长对孔结构的影响不明显。最佳的真空下冷却时间为 6 min，在最佳的组合工艺条件下成功制备出了孔隙率为 83.7%，平均孔径 2.4 mm，气孔分布均匀的 AlSi12 合金泡沫。

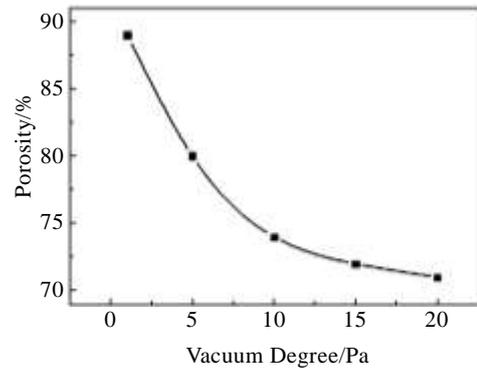


图 11 真空度对孔隙率的影响

Fig.11 Vacuum degree versus porosity

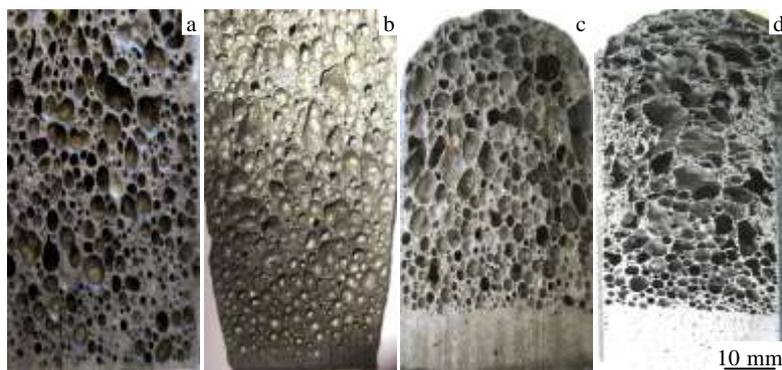


图 12 不同真空发泡时间获得的 AlSi12 合金泡沫照片

Fig.12 Pictures of AlSi12 foams via different vacuum foaming time: (a) 5 s, (b) 10 s, (c) 15 s, and (d) 20 s

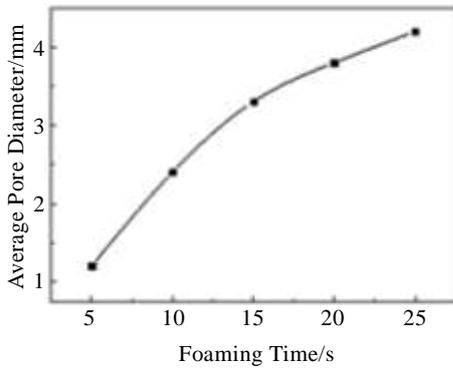


图 13 真空发泡时间对平均孔径的影响

Fig.13 Vacuum foaming time versus average pore diameter

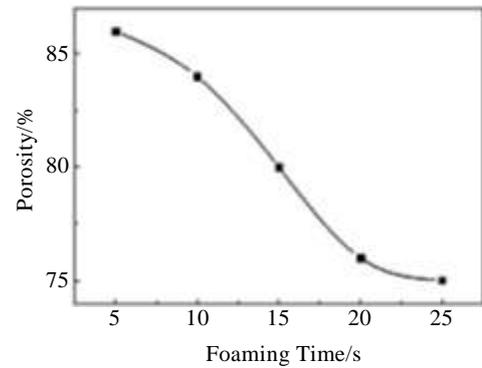


图 14 真空发泡时间对孔隙率的影响

Fig.14 Vacuum foaming time versus porosity

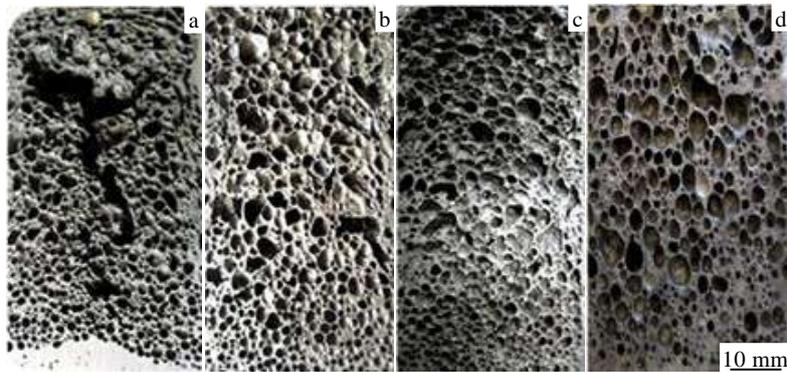


图 15 真空条件下不同冷却时间获得的 AlSi12 合金泡沫照片

Fig.15 Images of AlSi12 foams via different cooling time under vacuum condition: (a) 2 min, (b) 4 min, (c) 6 min, and (d) 8 min

### 3 结 论

1) AlSi12 合金在 620 °C 熔化保温时间 1 h, 添加 1%SiC 和 2%Ca 以 2000 r/min 的速度搅拌 10 min 增粘, 添加微量 (0.02%) TiH<sub>2</sub> 以 2000 r/min 的速度搅拌 6 min, 可获得含均匀细小初始气孔的 AlSi12 合金熔体。

2) 初始气孔以非均质方式形核, SiC、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub> 等第二相为气泡非均匀形核的核心。

3) 含初始气孔的增粘 AlSi12 合金熔体, 在真空度 5 Pa 下发泡 10 s, 真空下冷却 6 min, 成功制备出了孔隙率 83.7%、平均孔径 2.4 mm、孔结构均匀的 AlSi12 合金泡沫。

#### 参考文献 References

[1] Zang Chunyong(臧纯勇), Tang Huiping(汤慧萍), Wang Jianyong(王建永). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金

属材料与工程)[J], 2009, 38(S1): 437

[2] Yu Yinghua, Tan Hainan, Yang Kun *et al. Advanced Materials Research*[J], 2013, 2140(619): 168

[3] Xia Dehong, Guo Shanshan, Ren Ling. *Journal of Thermal Science*[J], 2012, 21(1): 77

[4] Marco Haesche, Dirk Lehmus, Jörg Weise *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2010, 26(9): 845

[5] Wang Xiaoyu(王晓宇), Ren Hui(任慧). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(S1): 18

[6] Cambronero L E G, Ruiz-Romana J M, Corpas F A *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2009, 209(4): 1803

[7] Hou Wei(侯伟). *Preparing Aluminum Foam Using Melt Foaming Method and Process Study*(熔体发泡法制备泡沫铝及其工艺研究)[D]. Yanshan: Yanshan University, 2012

[8] Zuo Xiaoqing(左孝青), Liao Mingshun(廖明顺), Pan Xiao-

- liang(潘晓亮). *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2006, 31(S1): 98
- [9] Cheng Shentao(程申涛), Zhou Xing(周星), Ye Xiaosu(叶晓苏) *et al. Journal of Functional Materials*(功能材料)[J], 2007, 38(A10): 3836
- [10] Dong Hanwei(董汉伟). *Preparation of Aluminum Foam and Its Compressive Properties Research*(泡沫铝制备工艺及其压缩性能研究)[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2010
- [11] Zhang Yuehong, Su Yanqing, Ye Xicong *et al. China Foundry* [J], 2010, 7(2): 109
- [12] Guo Zhiqiang, Shi Shangliu, Yuan Xiaoguang *et al. Proceedings of the 69th World Foundry Congress*[C]. Hangzhou: World Foundry Congress, 2010
- [13] Ali Rasooli, Mehdi Divandari, Hamid Reza Shahverdi *et al. International Journal of Minerals Metallurgy and Materials* [J], 2012, 19(2): 165
- [14] Zuo Xiaoqing(左孝青), Zhang Jinya(张金娅), Wang Ming(王茗). *Journal of Kunming University of Science and Technology* (昆明理工大学学报)[J], 2003, 28(5): 45
- [15] Zuo Xiaoqing(左孝青), Keenedy A R, Bi Yeshun(毕业顺). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2009, 19(4): 682

## Vacuum Foaming Fabricating Processing of AlSi12 Alloy Foam

Yang Hao, Zuo Xiaoqing, Wang Jun, Lu Jiansheng, Zhou Yun  
(Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

**Abstract:** Now aluminum foam fabrication demands too much  $TiH_2$  as a foaming agent, which causes high cost, poor dispersion, difficulty to match the foaming process and the performance degradation of the material. Therefore, in the present paper, a new vacuum foaming processing was employed to prepare AlSi12 alloy foams to overcome these shortcomings. The initial pores, the cell structure and the processing of the vacuum foamed AlSi12 were studied. The results show that initial fine pores of well-distribution are obtained by the processing as follows: melting AlSi12 alloy at 620 °C for 1 h, adding 1% SiC and 2% Ca into the melt and stirring the melt for 10 min at the stirring speed 2000 r/min to increase the melt viscosity, and then adding a few  $TiH_2$  (0.02%) into the melt and stirring the melt for 6 min with stirring speed 2000 r/min. AlSi12 alloy foams with uniform cell structure, average pore diameter 2.4 mm and porosity 83.7% are obtained by the vacuum foaming processing as follows: foaming the melt for 10 s with vacuum degree of 5 Pa, and cooling the melt foams for 6 min in vacuum surroundings. The bubble nucleation of the initial pores in the AlSi12 alloy melt is heterogeneous nucleation, and these phases such as SiC,  $Al_2O_3$  and  $SiO_2$ , act as the nuclei of the heterogeneous nucleation.

**Key words:** AlSi12 foam; initial pore; vacuum foaming; processing

---

Corresponding author: Zuo Xiaoqing, Professor, School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, P. R. China, Tel: 0086-871-65109952, E-mail: zxqdzhhm@hotmail.com