发泡工艺参数对 6061 泡沫铝孔结构和 压缩性能的影响

王 卫,冯展豪,黄 鹏,祖国胤

(东北大学材料科学与工程学院,辽宁沈阳 110819)

摘要: 以6061铝合金为原料、TiH₂为发泡剂,通过熔体发泡法制备闭孔泡沫铝。采用正交试验探究Ca添加量、TiH₂添加量与添加温度,以及发泡保温时间对泡孔结构的影响。采用XRD 检测泡壁物相组成,SEM观察微观组织形态,并对6061泡沫铝的压缩性能进行研究。结果表明:泡沫铝孔壁由α-Al基体、Al₄Ca和Al₂₀CaTi₂组成。确定6061泡沫铝最佳制备工艺为:Ca添加量2%,TiH₂添加量0.4%,TiH₂添加温度650℃,发泡保温时间5min,该工艺下屈服应力为2.38 MPa,吸能量为1.62 MJ/m³。

关键词: 熔体发泡法; 泡沫铝; 泡孔结构; 屈服应力

泡沫铝是一种应用前景广阔的结构功能一体化的多孔金属材料,其重量轻、密度小、耐高温,在能量吸收、减振降噪、电磁屏蔽、隔热防火等方面具有独特优势^[1-4], 在航空航天、轨道交通和汽车制造领域受到广泛关注^[5-7]。

泡沫铝的制备方法主要包括熔体发泡法、粉末冶金法和渗流铸造法⁸⁹等。其中, 熔体发泡法制备工艺简单,可实现批量化生产。泡沫铝的泡孔结构受多种因素控 制,不均匀的泡孔形状和结构是影响泡沫铝变形模式的主要因素^[9],单因素试验 不足以找出泡沫铝泡孔结构的影响因素。正交试验设计是安排多因素试验、寻求 最优水平组合的一种高效率试验设计方法,是减少实验工作量和提高效率的有效 手段^[10-11]。

在熔体发泡法中基体材料的选择会引起熔体液相线温度、表面张力及粘度等物 性参数的变化,这些参数会对泡沫稳定性产生深远影响,从而决定泡沫铝最终的泡 孔结构。李敬民等^[12]以ZL101为基体材料,利用熔体发泡法制备泡沫铝,通过控制 增粘温度、增粘物质和发泡物质的加入方式、发泡温度等关键参数制备出结构均匀 的泡沫铝。王斌等^[13]研究了泡沫纯铝和泡沫AlSi₇Mg_{0.45}的凝固方式及其对孔结构的影 响,并讨论了熔体泡沫在凝固过程中的体积变化和孔隙率变化。目前关于6061泡沫 铝的制备和泡壁微观组织结构的报道较少^[14-15]。熔体发泡法的制造过程中生成了复杂 物相,多相的泡壁微观组织结构与其力学行为密切相关。V. K. Jeenager等^[16]证实了 铸造过程中粗大的枝晶结构和时效过程中析出的层状Al₂Cu相对材料力学性能有不 利影响;Fan等^[17]用注气法制备泡沫铝,解决了Al₂O₃颗粒分布不均匀的问题,获得 了不同泡孔尺寸和泡壁厚度的泡沫铝,分析了泡沫铝典型的塑性变形特征。综上可 知,泡孔形态、孔径尺寸及泡壁的微观组织结构对材料的压缩等力学性能具有显著 影响。

已有研究表明,6061铝合金适于制备泡沫铝材料,这是由于合金中Mg元素为 0.6%~1.0%可以有效降低熔体的表面张力,并能够降低发泡后形成的空隙与熔体之间 的界面能,从而减小孔径^[18]。本文通过熔体发泡法制备了6061泡沫铝,应用正交试 验探究了Ca添加量、TiH₂添加温度和添加量,以及加入TiH₂搅拌后的保温时间等因素 对泡孔结构的影响,并分析了6061泡沫铝的微观结构和压缩性能。

作者简介: 王卫(1996-),男,硕士, 主要研究泡沫铝的工艺性 能。E-mail: 1259117179@ qq.com 通讯作者: 祖国胤,男,教授,博士生 导师。E-mail: zugy@smm. neu.edu.cn

中图分类号:TG441.8 文献标识码:A 文章编号:1001-4977(2023) 01-0053-08

基金项目:

国家自然科学基金 (52071069); "兴辽英 才计划"创新领军人才项 目(XLYC1902097)。 收稿日期: 2022-04-05 收到初稿, 2022-06-07 收到修订稿。

1 试验过程

1.1 试验步骤

所用基材为6061铝合金,成分如表1所示,根据成 分含量在J-Matpro中计算得到铝合金熔点约为650 °C, 金属钙(增稠剂,平均粒径3~4 mm,纯度99.7%), TiH₂粉末(发泡剂,平均粒度<48 μ m,纯度99.4%)。 TiH₂粉末在470 °C下预处理90 min,以延缓在发泡过程 中的分解^[19]。

表1 6061铝合金成分表 Table 1 Composition of the 6061 aluminum alloy w_B/%

Si	Mg	Fe	Mn	Zn	Cr	Ti	Al	
0.65	1.03	0.22	0.08	0.18	0.14	0.04	余量	

采用熔体发泡法制备泡沫铝,其工艺过程包括: ①熔化:将6061铝合金原料在720℃的电阻炉中熔化; ②增稠:在720℃的温度下将一定量的钙颗粒加入熔体 中,机械搅拌10 min;③发泡:将熔体降至一定温度加 入TiH₂,搅拌约3 min;④保温:熔体在炉内保温一定 时间;⑤冷却:将泡沫铝从炉中取出空冷冷却。

1.2 试验方法

选取四因素三水平进行L9(3⁴)正交试验,各因 素及水平设计见表2。通过极差分析得到各因素的最佳 组合。极差由每个组别的最大平均值和最小平均值之 间的差值计算得出,极差大说明该因素对可测量变量 的影响较大。孔隙率、孔径和均匀度是表征泡沫铝泡 孔结构的可测量变量。

泡沫的孔隙率 θ 由式(1)计算得出,其中 ρ ,为泡沫铝相对密度, ρ *为泡沫铝表观密度, ρ ,为相应致密材料密度,即纯铝的密度2.7 g/cm³, *M*为泡沫体质量,*V*为泡沫体体积。孔径通过Image Pro Plus 6.0软件计算。

表2 正交试验的因素水平表 Table 2 Factor-level table of the orthogonal experimental design

ᆉᅏ	试验因素					
小十	А	В	С	D		
	Ca添加量/%	TiH₂添加温度/℃	TiH ₂ 添加量/%	保温时间/min		
1	2.0	650	0.4	5		
2	2.5	660	0.6	6		
3	1.5	670	0.8	7		

孔径累积分数曲线的斜率值代表了孔径的均匀度。具体方法为:选取一定区间内孔径累积分数进行线性拟合,为获得均匀小孔径结构,取2~6 mm之间的点计算。拟合曲线的斜率为累积分数曲线的斜率,高斜率值意味着孔径均匀性较好。

$$\theta = (1 - \rho_r) \times 100\% = \left(1 - \frac{\rho^*}{\rho_s}\right) \times 100\% = \left(1 - \frac{M}{\nu \rho_s}\right) \quad (1)$$

使用Smartlab型X射线衍射仪及SSX-550扫描电子 显微镜对样品孔壁物相组成及分布进行分析。在AG-XPLUS电子万能试验机上进行准静态压缩实验,参考 国家标准《金属材料 延性实验 多孔状和蜂窝状金属压 缩试验方法》(GB/T 31930-2015),样品尺寸为 Φ30 mm × 30 mm,压缩速率为1 mm/min。

2 结果与讨论

2.1 正交试验分析

表3为L。(3⁴)正交阵列的9组试验,通过计算得到 了泡沫铝的孔隙率、平均孔径以及均匀度。图1为泡沫 铝的二值化截面图,可以清晰地观察到6061泡沫铝的 泡孔结构。

通过计算可测量值列出极差分析表如表4所示。孔 隙率极差排列为R_c>R_A>R_B>R_D,说明孔隙率受TiH₂添加

表3 L₉(3⁴)正交阵列 Table 3 L₉(3⁴) orthogonal array

	试验因素与可测量变量						
编号	А	В	С	D	θ	d	U
	Ca添加量/%	TiH₂添加温度/℃	TiH ₂ 添加量/%	保温时间/min	孔隙率/%	平均孔径/mm	均匀度
$1 - A_1 B_1 C_1 D_1$	1	1	1	1	86.8	3.3	45
$2\text{-}A_1B_2C_2D_2$	1	2	2	2	92.2	4.1	39
$3-A_1B_3C_3D_3$	1	3	3	3	91.5	4.9	23
$4 - A_2 B_1 C_2 D_3$	2	1	2	3	92.6	4.2	25
$5 - A_2 B_2 C_3 D_1$	2	2	3	1	93.0	4.5	35
$6 - A_2 B_3 C_1 D_2$	2	3	1	2	89.4	3.8	38
$7 - A_3 B_1 C_3 D_2$	3	1	3	2	87.7	4.1	34
$8\text{-}A_3B_2C_1D_3$	3	2	1	3	85.8	3.7	45
$9-A_{3}B_{3}C_{2}D_{1}$	3	3	2	1	90.9	4.1	38

(a) $1-A_1B_1C_1D_1$; (b) $2-A_1B_2C_2D_2$; (c) $3-A_1B_3C_3D_3$; (d) $4-A_2B_1C_2D_3$; (e) $5-A_2B_2C_3D_1$; (f) $6-A_2B_3C_1D_2$; (g) $7-A_3B_1C_3D_2$; (h) $8-A_3B_2C_1D_3$; (i) $9-A_3B_3C_2D_1$ 图1 泡沫铝横向截面图

Fig. 1 Transverse sections of the aluminum foams

表4	极差分析表
Table 4	Range analysis

	Lr	
-	ᆈ	I 1
- 2	-14	י נ

可测量因素	孔隙率θ/%	孔径d/mm	均匀度U	J
	R _A =3.6	$R_{\rm A} = 0.2$	R _A =6	-
极差	$R_{\rm B} = 1.5$	$R_{\rm B} = 0.4$	$R_{\rm B} = 10$	-
$\max(\overline{K}) - \min(\overline{K})$	$R_{\rm C} = 4.4$	$R_{\rm C} = 0.8$	$R_{\rm C}=7$	Ē
$\max(\mathbf{m}_1) = \min(\mathbf{m}_1)$	$R_{\rm D} = 0.5$	$R_{\rm D} = 0.3$	$R_{\rm D}$ =8	

量的影响最大,其次为Ca的添加量、TiH₂添加温度、 TiH₂搅拌后保温时间。获得最大孔隙率的最佳参数组合 是5-A₂B₂C₃D₁,即在720℃下加入2.5%Ca,在660℃下 添加0.8%TiH₂,在炉中保持发泡5min后冷却。

R=

孔径极差排列为 $R_c > R_A > R_B > R_D$,说明孔径尺寸受 TiH₂添加量的影响最大,其次是Ca的添加量、TiH₂添加 温度、TiH₂搅拌后保温时间。获得最小孔径的最佳参数 组合是1-A₁B₁C₁D₁,即在720 ℃加入2%Ca,在650 ℃添 加0.4%TiH₂,在炉中保持发泡5 min后冷却。

均匀度极差排列为 $R_{\rm B}$ > $R_{\rm D}$ > $R_{\rm C}$ > $R_{\rm A}$,说明泡孔的均 匀性受TiH₂添加温度影响最大,其次是TiH₂搅拌后保温 时间、TiH₂添加量、Ca添加量。获得最大均匀度的最 佳参数组合是8-A₃B₂C₁D₃,即在720℃下加入1.5%Ca, 在660℃下添加0.4%TiH₂,在炉中保持发泡7 min后冷 图2为不同泡孔尺寸的直径频数和数量百分比, 反映了泡孔尺寸的分布情况。泡孔直径频数代表在某 一孔径范围内泡孔的数量占总数量的百分比,泡孔数 量百分比代表该范围内泡孔数量占总数量的百分比之 和。

每个因素与可测量变量之间的对应关系十分明 显。如图3a所示,随着Ca添加量的增加,孔隙率和 孔径先增大后减小,泡沫结构的均匀度则相反。添加 1.5%Ca时,增粘效果较弱,较低的熔体粘度使得发泡 剂反应分解的氢气不易留存在熔体中,因此泡沫的孔 隙率和孔径较小。添加2.5%Ca时,钙与熔体充分混 合,增粘效果良好,使熔体流动性降低,此时发泡剂 被集中耗散,剩余的TiH₂较少,泡沫孔隙率和孔径较 小。添加2%Ca时,粘稠度较适宜,泡沫孔隙率高,孔 径大,孔的均匀性相对较差。

如图3b所示,随着TiH₂添加温度的升高,H₂释放 越来越剧烈,孔径值随之增大,泡孔壁厚减小,孔隙 率基本不变。由于此时温度高,H₂释放过快,气体 在泡沫铝中部集中长大,但同时四周的泡沫仍为小孔 径,导致泡沫铝均匀度急剧下降,孔隙率不会有明显 变化。 56 有估 FOUNDRY 有色合金



从图3c可以看出,随着TiH₂添加量的增加,释放的H₂增多,孔径值不断增大,泡孔壁厚减小。TiH₂过多会使一部分H₂迅速集中,当达到一定程度时会形成逸出,导致孔隙率先上升后不变。均匀度随着孔径的增大而降低。

由图3d可以看出,随着TiH₂搅拌后保温时间的增加,孔径值先不变,后增加,均匀度先不变后降低, 孔隙率基本不变。在发泡过程中,泡沫依次经历快速 膨胀阶段、缓慢膨胀阶段、稳定阶段和收缩阶段。最 合适的保温时间是在泡沫膨胀到最高水平之前停止保



温。当保温时间为5 min时,TiH₂释放出的H₂充分扩 散,泡孔可以长时间长大。这种情况会制得均匀性 好的小孔径泡沫铝。随着保温时间的延长,泡孔会开 裂,产生局部大孔,均匀度随之下降。

2.2 泡壁物相成分分析

对表观泡孔均匀细小的1-A₁B₁C₁D₁进行物相检测, 其XRD图谱如图4所示,可以发现,主要物相是A1。 在AI标准峰附近伴随有衍射峰的出现,这是由于6061 泡沫铝中极少量的Si元素、Mg元素进入部分AI的晶格 之中,破坏原有平衡,引起晶格畸变,使AI的衍射角 稍稍偏移。同时,晶格畸变引起了材料的内能增高, 使材料的强度提高。Si、Mg元素固溶在AI基体中,并 未形成含Si、Mg的物相。6061泡沫铝主要物相为α-AI 基体、Al₄Ca和Al₂₀CaTi₂相,这与大多数泡沫铝物相相 似。



图4 6061泡沫铝XRD图谱 Fig. 4 XRD analysis of the 6061 aluminum foam

对6061原料、重熔6061原料、加入2%Ca的6061 合金和6061泡沫铝进行微观分析。6061原料是经过加 热、冷却、挤压等工艺形成的,其组织均匀,如图5a 所示。Fe元素在6061合金中以杂质存在,富Fe相主要 呈亮白色针状结构。重熔后的6061原料如图5b所示, Si元素主要以铝硅共晶组织的形式呈鱼骨状在晶界析 出,富Fe相呈亮白色的针状。加入2%Ca后形成灰色网 状的Al₄Ca相,富Fe相由针状转变为细小的短棒状,如 图5c所示。6061泡沫铝主要以灰色网状Al₄Ca为主,如 图5d所示,加入TiH₂后,Ti元素一部分以单质形式存 在,如图6a所示,一部分生成Al₂₀CaTi₂相如图6b所示。

2.3 发泡工艺对泡沫铝压缩性能的影响

1-A1B1C1D1的压缩变形过程如图7所示。当 ε =0.02时,变形进入塑性阶段,仍有部分孔棱弯曲, 部分平行于压缩方向的孔棱产生微屈曲,孔棱在垂直 于载荷方向上产生塑性屈曲。在弹性阶段,试样应整 体变形,但由于部分缺陷的存在,使得缺陷处出现应 力集中,缺陷部分首先发生塑性变形;当 ε =0.20时, 孔棱在图中标示缺陷处先发生变形,部分孔棱断裂, 孔壁被撕裂,局部孔层坍塌出现变形带;当 ε =0.40 时,被标出的变形带基本被压实,变形带边缘孔棱开 始坍塌,孔壁开始撕裂,未变形的孔棱屈曲,产生变 形的孔继续坍塌;当 ε =0.60时,大部分泡孔被压实, 压缩进入密实化阶段,此时仍有少数未变形或只产生 弹性变形的孔,且基本呈圆形或椭圆形。 58 有世 FOUNDRY 有色合金



 $\varepsilon = 0.02$

图7 6061泡沫铝压缩变形过程 Fig. 7 Compression deformation process of the 6061 aluminum foam

图8为九组试验的应力-应变曲线,从图中可以明显看出, $1-A_1B_1C_1D_1$ 、 $6-A_2B_3C_1D_2$ 、 $8-A_3B_2C_1D_3$ 的屈服应力、平台应力、吸能量要高于同组其他试样,且三组试样所添加TiH_2的量均为0.4wt.%,由上述极差分析得出,TiH_2的添加量是影响孔径的最主要因素,说明TiH_2的添加量为0.4wt.%时,泡沫铝的孔径小、密度高、压缩性能好。



准静态压缩测试是获得泡沫铝材料基本力学性能 简单有效的方法。屈服强度对应压缩时的弹性极限, 反映材料在弹性变形阶段的最大应力。泡沫铝在压缩 过程可吸收一定的能量,吸收能量计算公式为:

$$W = \int_{0}^{\varepsilon_{d}} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon \qquad (2)$$

根据GB/T31930—2015及泡沫铝高孔隙率的特点, ε_{a} 取值为0.6。表5为九组实验6061泡沫的屈服应力和 吸能量。由表5可知,1-A1B1C1D1工艺下制备的6061 泡沫铝屈服应力最大为2.38 MPa,吸能量最多为 1.62 MJ/m³,故该工艺下制备的6061泡沫铝压缩性能最佳。

	表5	6061泡沫铝的密度、	屈服应力和吸能量	
Table 5 Density,	yield	stress and energy ab	sorption of the 6061	aluminum foam

编号	表观密度/ (g·cm ⁻³)	屈服应力/MPa	吸能量/(MJ・m ⁻³)
$1-A_1B_1C_1D_1$	0.37	2.38	1.62
$2-A_1B_2C_2D_2$	0.21	1.22	0.65
$3-A_1B_3C_3D_3$	0.23	0.99	0.71
$4 - A_2 B_1 C_2 D_3$	0.20	0.65	0.52
$5 - A_2 B_2 C_3 D_1$	0.19	0.28	0.61
$6-A_2B_3C_1D_2$	0.33	2.20	1.41
$7-A_{3}B_{1}C_{3}D_{2}$	0.29	1.64	1.19
$8 - A_3 B_2 C_1 D_3$	0.38	1.72	1.52
$9-A_{3}B_{3}C_{2}D_{1}$	0.25	1.80	1.17

3 结论

(1)泡沫铝的孔隙率和孔径尺寸受TiH₂添加量的 影响最大,泡沫铝的泡孔均匀性受TiH₂添加温度的影响 最大。

(2) 在熔体温度为720 ℃时添加2%Ca, 待熔体 温度降至650 ℃时添加0.4%TiH₂, 保温5 min后取出空 冷,可获得孔径均匀细小的6061泡沫铝,平均孔径为 3.3 mm,且该工艺下的6061泡沫铝压缩性能最佳。

(3) 6061泡沫铝泡壁由 α -Al基体、Al₄Ca和 Al₂₀CaTi₂组成,发泡剂中Ti元素一部分以单质形式存在 于泡壁中,一部分形成Al₂₀CaTi₂相。

参考文献:

[1] 王录才,吕猛,王芳,等. 基于挤出成形无约束条件下泡沫铝的发泡行为及气孔结构的演变 [J]. 铸造,2015,64(10): 945–949.

[2] LUO H, LIN H, ZHANG J. Al-Si alloy foam prepared by two step foaming method [J]. Materials Science Forum, 2015, 817: 42-47.

[3] 龚成龙,吴序鹏,钟云强,等. Mg及TiH₂添加量对熔体发泡法制备泡沫铝性能的影响 [J]. 有色金属工程,2018,8(1): 36–41.

[4] 王倩,徐方明,许庆彦,等. 熔体吹气发泡法制备泡沫铝研究 [J]. 铸造, 2007, 56 (8): 814-818.

[5] 杨旭东,谢明睿,邹田春,等.氢化钛预氧化处理和发泡温度对AlSi₇闭孔泡沫铝泡孔结构的影响 [J]. 材料工程,2021,49(8): 111-119.

60 有齿 FOUNDRY 有色合金

- [6] 魏莉,唐骥,姚广春.粉末冶金法制备泡沫铝时增粘过程的基础研究 [J]. 铸造, 2005, 54 (3): 229-232.
- [7] 祖国胤,孙溪,黄鹏,等.泡沫铝夹芯板粉末冶金发泡机理的SR-CT研究[J].稀有金属材料与工程,2017,46(10):3141-3145.
- [8] 王全柱,张迎元.熔体发泡法泡沫铝的力学性能研究[J].材料开发与应用,2014,29(6):38-43.
- [9] MUY, YAOG, LIANGL, et al. Deformation mechanisms of closed-cell aluminum foam in compression [J]. Scripta Materialia, 2010, 63 (6): 629–632.
- [10] YANG D H, HUR B Y, HE D P, et al. Effect of decomposition properties of titanium hydride on the foaming process and pore structures of Al alloy melt foam [J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, A445/446 (1-2): 415–426.
- [11] GERAMIPOUR T, OVEISI H. Effects of foaming parameters on microstructure and compressive properties of aluminum foams produced by powder metallurgy method [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2017, 27 (7): 1569–1579.
- [12] 李敬民,周丹晨,刘建辉,等.ZL101泡沫铝合金制备技术研究 [J]. 热加工工艺,2011,40(20):31-33.
- [13] 王斌,王健,耿晓燕,等. 泡沫铝合金在凝固过程中熔体的孔隙率变化 [J]. 东南大学学报(自然科学版), 2000(6): 57-61.
- [14] ZHOU Xu, LI Yanxiang, CHEN Xiang, et al. Development of AlMg₃₅-TiH₂ composite foaming agent and fabrication of small pore size aluminium foams [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2020, 283: 342–346.
- [15] 李兵,曹卓坤,王永,等. 熔体发泡法制备泡沫铝过程中无泡层的形成与控制 [J]. 中国有色金属学报,2008,18(7):1268-1273.
- [16] JEENAGER V K, PANCHOLI V. Influence of cell wall microstructure on the energy absorption capability of aluminium foam [J]. Materials & Design, 2014, 56: 454–459.
- [17] SHI T, CHEN X, CHENG Y, et al. Microstructure and compressive oroperties of aluminum foams made by 6063 aluminum alloy and pure aluminum [J]. Materials Transactions, 2018, 59 (4): 625–633.
- [18] 王磊,姚广春,罗红杰,等. Mg粉添加量对泡沫铝发泡行为的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(7): 1339–1345.
- [19] 韩楠丁,张晓光,孙溪,等.发泡工艺对泡沫铝夹芯板孔结构及压缩性能的影响 [J]. 材料与冶金学报,2021,20(4):268-274+289.

Effect of Foaming Process Parameters on Cell Structure and Compression Properties of A6061 Aluminum Foam

WANG Wei, FENG Zhan-hao, HUANG Peng, ZU Guo-yin

(School of Material science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, Liaoning, China)

Abstract:

In this paper, 6061 aluminum alloy was used as raw materials, TiH₂ as foaming agent, and closed-cell aluminum foam was prepared by melt foaming method. Orthogonal experiments were used to investigate the influences of Ca addition, TiH₂ addition, TiH₂ addition temperature and foaming holding time on cell structure. The phase composition of the cell wall was detected by XRD, the microstructure was observed by SEM, and the compressive properties of 6061 aluminum foam were studied. The results showed that the cell walls of the aluminum foam were composed of α -Al matrix, Al₄Ca and Al₂₀CaTi₂. The optimum preparation process of the 6061 aluminum foams was determined as follows: Ca content 2%, TiH₂ content 0.4%, TiH₂ addition temperature 650 °C , foam holding time 5 min, obtaining yield stress of 2.38 MPa and energy absorption of 1.62 MJ/m³.

Key words: melt foaming method; aluminum foam; cell structure; yield stress