

文章编号: 1001-4888(2014)04-433-08

陶瓷和金属微波烧结在线实验及微观机理分析^{*}

王春萌, 许峰, 胡小方, 刘文超, 康丹, 李永存, 牛玉

(中国科学技术大学近代力学系 中国科学院材料力学行为和 Design 重点实验室, 合肥 230026)

摘要: 为研究陶瓷和金属微波烧结时的微观演化机理, 从而为优化不同材料的烧结过程提供依据, 本文采用同步辐射技术对陶瓷(SiC)和金属(Al)的微波烧结微结构演化过程进行实时、无损的观测, 并结合有限元模拟分析两者的微结构演化特征及微观机理。通过滤波反投影等数字图像处理技术得到烧结过程中样品内部的二维、三维重建图像, 清晰地观察到 SiC 和 Al 在颗粒表面和界面演化上存在差异。定量地统计了陶瓷和金属烧结颈相对尺寸与时间的双对数关系, 并与陶瓷和金属双球模型的微波烧结模拟结果进行了对比。运用模拟分别对实验中的烧结颈和微观形貌演化进行分析, 得出结论: 陶瓷和金属微波烧结时的加热机制不同, 分别为整体介质损耗加热和表面涡流损耗加热。陶瓷的整体加热将会在材料内部特别是界面产生较高的温度, 而金属的表面加热使颗粒表面温度高于界面。由相应的加热机制产生的温度分布差异, 将会对材料的物质扩散过程产生不同程度的影响, 进而产生不同的微结构。

关键词: 微波烧结; 同步辐射计算机断层扫描(SR-CT)技术; 微结构演化; 陶瓷; 金属

中图分类号: O432

文献标识码: A

DOI: 10.7520/1001-4888-13-067

0 引言

微波烧结是一种新型烧结技术, 由于其具有快速高效、能有效改善材料微观结构和宏观性能、安全无污染等诸多优点, 而被广泛应用于陶瓷、金属材料等的制备过程中^[1-3]。然而陶瓷和金属在微波烧结过程中会出现不同的微观结构形态, 如 SiC 和 ZnO 样品大颗粒的接触处、粗糙的表面等位置演化明显, 迅速从弯曲趋于平滑^[2,4], 而 W-Ni-Fe 金属颗粒表面均较平滑^[5]; $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ 铁氧体中存在少量大气孔^[6], 而 Cu 粉压坯中存在大量小气孔^[7]。材料的微观结构形态极大地影响着其宏观整体韧性、强度、硬度等力学性能。因此研究微波烧结时陶瓷和金属不同微结构产生的原因及演化机理对于调控材料显微结构、优化微波烧结过程、改善材料性能具有重要指导作用。

微波烧结过程是多场(电磁场、温度场)耦合、多种物质传输机制(表面扩散、晶界扩散等)综合作用的结果, 涉及的参量众多(如微波输入功率、材料介电性能、磁性能、物质扩散激活能等), 且参量之间的相互耦合存在复杂的非线性关系, 仅通过理论分析不能预测陶瓷和金属的微结构演化差异。寻找有效的实验手段对陶瓷和金属的微波烧结过程进行实时无损地观测, 能够得到其二维、三维微结构演化图像, 并通过提取相关的微观特征参数, 能直观地观测并研究陶瓷和金属不同的微结构演化行为。CT 技术(计算机 X 射线断层成像技术)是一种实时、无损地检测物体微观组织的方法, 目前已在生物医学和工业探伤等领域得到广泛应用, 然而由于常规实验室光源的低通量、光源大小及单色性等限制了其分辨

^{*} 收稿日期: 2013-05-08; 修订日期: 2013-07-04

基金项目: 国家自然科学基金项目(11272305, 11172290, 10902108, 10872190)、973 项目(No. 2012CB937504)、中央高校基本科研业务费专项基金(WK2090050012)共同资助

通讯作者: 许峰, 男, 副教授。主要研究领域: 基于同步辐射 CT 技术的实验固体力学。E-mail: xufeng3@ustc.edu.cn

率(通常在 0.5mm 左右),利用常规 CT 技术不能实现细微材料的微结构演化观测。

同步辐射光作为新兴的光源具有高亮度、高光子通量、高准直性等突出优点,配合高分辨率的 X 射线探测器,观测分辨率可达 $10\mu\text{m}$ 以下。同时由于同步辐射光的高相干性及较强的穿透能力,利用同步辐射 CT 技术能够实现复杂外场(压力场、温度场等)作用下对材料内部微结构的实时、无损观测。然而由于利用同步辐射研究烧结过程的技术要求较高,且微波烧结处于高温、电磁辐射等极端环境,目前仅有少数学者利用此项技术对材料的常规烧结过程进行研究,如 Luis Olmos^[11] 等对松散堆积混合金属粉末烧结过程的观测,而关于微波烧结的同步辐射观测还鲜有报道。本课题组克服了实验条件的限制,在陶瓷和金属材料的常规烧结以及微波烧结微结构演化观测方面进行了初步的探索^[8-10]。用同步辐射技术能够观测微波烧结陶瓷和金属的微结构演化差异,为了进一步研究两者产生微结构差异的原因及微观机理,需要采用数值模拟的方法研究参量的变化对微结构演化的影响,并与实验进行对比分析。

本文采用同步辐射技术对 SiC 和 Al 的微波烧结过程进行实时、无损的观测,利用滤波反投影重建算法和数字图像处理技术分别得到不同烧结时刻样品微结构的二维、三维重建图像,清晰地观测到 SiC 和 Al 在颗粒表面和界面演化上存在差异。并分别统计 SiC 和 Al 烧结颈与时间双对数关系,进一步研究两者烧结颈生长情况以及导致微结构演化的主导扩散机制。通过对陶瓷和金属产生微结构差异的原因进行分析,建立数学模型用有限元法模拟 SiC 和 Al 的形貌演化,通过模拟和实验结果的对比分析研究陶瓷和金属微波烧结时微结构演化差异以及微观机理,这些结果为生产过程中调控陶瓷和金属的微结构从而优化烧结过程提供了一定支持。

1 SiC 和 Al 微波烧结 SR-CT 实验

1.1 实验装置与实验方法

本次实验是在上海同步辐射光源 BL13W1 线站进行,X 射线有效能量范围 $8\sim 72\text{keV}$,根据 SiC 和 Al 的吸收系数选取 X 射线能量为 20keV 。实验装置如图 1 所示。

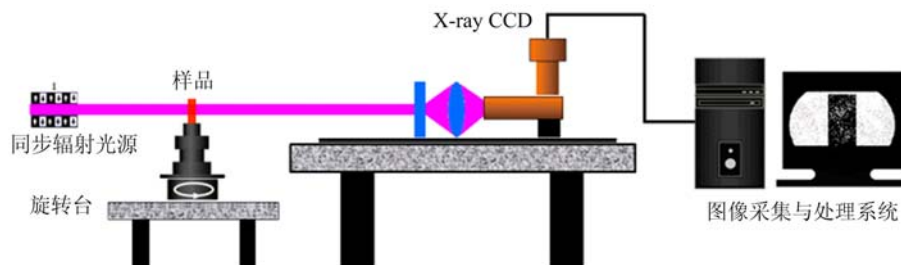


图 1 微波烧结 SR-CT 实验装置图

Fig. 1 Microwave sintering SR-CT experiment device

如图 1 所示,样品及旋转台放置于专用的微波烧结炉中。实验分别选用平均直径为 $120\mu\text{m}$ 、纯度为 99.9% 的 SiC 颗粒和 $120\mu\text{m}$ 、纯度为 96% 的 Al 颗粒,将两组样品分别放入直径 2.5mm,高度为 30mm 的石英管,并分别垂直放置于微波烧结平台上。样品烧结平台由刚玉管、联轴器、传动杆与旋转台连接,旋转台角分辨率为 0.00125° ,重复定位精度 $<0.005^\circ$,步进角为 0.000156° 。微波烧结装置中,微波源采用频率为 2.45GHz,输出功率为 $0\sim 3\text{kW}$ 的微波发生器。两组样品实验过程中,微波源的输出功率相同。在微波炉的后侧面设置小孔,放置红外测温仪,测温范围为 $500\sim 2000^\circ\text{C}$,误差为 $\pm 1.4^\circ\text{C}$ 。烧结过程中,同步辐射 X 射线经通光孔穿过样品并利用 X 射线 CCD 在通孔的另一侧采集投影图像。在不同的时刻对样品在 180° 范围内采集投影像,投影间隔为 1° 。CCD 像素为 4000×2500 ,分辨率为 $7\mu\text{m}$,灰度分辨率为 12 位。SR-CT 技术采用的重建算法主要有滤波反投影算法和迭代算法,考虑到重建运算的时间,本文采用滤波反投影算法进行重建运算。

1.2 实验结果

为了研究陶瓷和金属的微结构演化差异,本文通过重建算法得到了样品不同烧结时刻的二维、三维微观形貌。采用滤波反投影算法将 SiC 和 Al 样品投影图像进行重建,得到样品各断层的二维形貌演化

图,其中某一断层的演化如图2所示。进一步结合数字图像处理技术得到样品不同时刻的三维重建图,图3为样品三维图的一部分。在数据处理的过程中SiC和Al的重建过程完全相同。

由SiC和Al的演化图可以看出,随着烧结时间的进行,样品颗粒粘结,烧结颈形成并长大,气孔球化,颗粒间中心距收缩,整体致密化。然而两者的致密化及烧结颈生长情况不同,在颗粒表面和界面演化上也存在差别。SiC颗粒界面演化较明显,特别是大颗粒的接触颈部演化明显,如图2(a)中标红的颗粒及图3(a)所示的1、2、3颗粒和4、5、6颗粒,颗粒间粘结现象明显,最终融为一体。而Al颗粒的表面与界面相比演化明显,在短时间内迅速由弯曲趋于平滑,如图2(b)中绿色的颗粒和图3(b)所示的1、2、3颗粒。

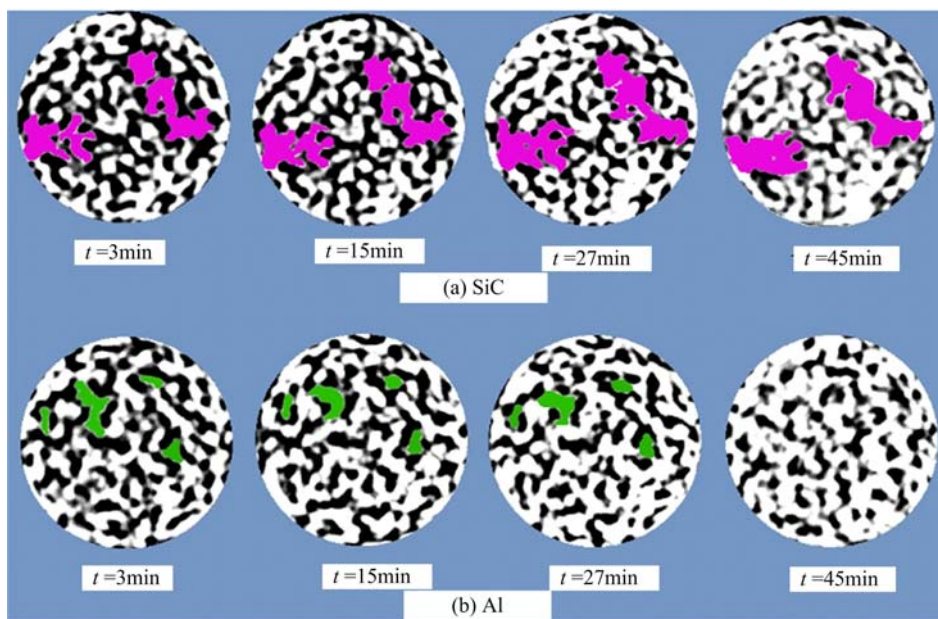


图2 不同时刻SiC和Al的断层形貌演化图(彩色图可在编辑部网站查询)

Fig. 2 Fault morphology evolution of SiC and Al during different sintering time

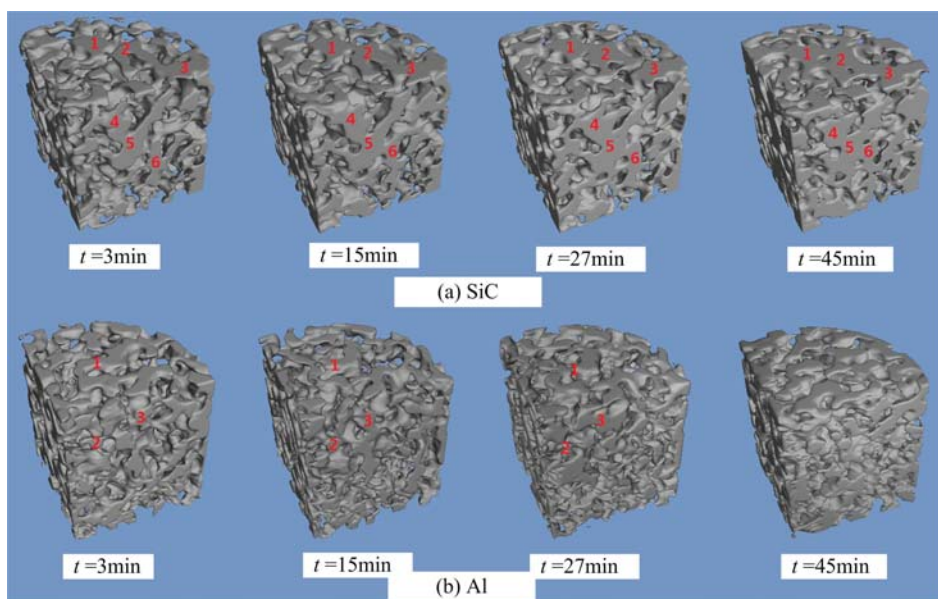


图3 不同烧结时刻SiC及Al样品部分区域三维重建图

Fig. 3 Parts of 3-D reconstructions of SiC and Al sample at different sintering time

图4为SiC和Al的平均烧结颈相对尺寸与时间的双对数关系,其中烧结颈提取采用分水岭算

法^[12]。对所得结果进行拟合,从双对数曲线上看,陶瓷比金属烧结颈生长更快。

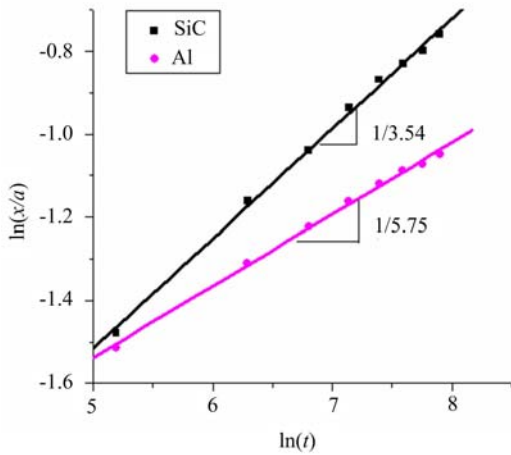


图 4 平均烧结颈相对尺寸与时间双对数关系

Fig. 4 Double logarithmic relationship of average sintering neck relative size and sintering time

如上所述, SiC 和 Al 烧结演化过程存在差异。陶瓷和金属微波烧结时具有不同的微观结构,原因可能是作为两种介电性能差异明显的材料,两者分别与微波电磁场的耦合加热机制不同。然而如引言所述物质与微波的耦合作用复杂,用数值模拟的方法对微波场作用下的微结构演化进行模拟,能够分析参量的变化对微结构演化的影响。进一步将数值模拟及实验结果进行对比分析,能够预判陶瓷和金属与微波的耦合加热机制,并分析相应的加热机制对材料微结构演化的影响。

2 微结构演化模型

有限元模型中表面扩散、晶界扩散、晶界迁移机制下微结构演化朝着使能量函数 Π (如式(1))最小的方向进行^[13],即求解公式(2)能得到模型各

节点处的演化速度及扩散通量等。

$$\Pi^* = \int_{\Gamma_{gb}} \frac{1}{2M_{gb}} j_{gb}^2 d\Gamma + \int_{\Gamma_s} \frac{1}{M_s} j_s^2 d\Gamma + \int_{\Gamma_{gb}} \frac{1}{2M_m} v_m^2 d\Gamma + \frac{dE}{dt} + \sum \lambda (\sum j) \quad (1)$$

$$\delta \Pi^* = 0 \quad (2)$$

其中 j_{gb} 、 j_s 分别为晶界扩散通量、表面扩散通量; M_{gb} 、 M_s 分别为晶界扩散迁移率、表面扩散迁移率。

将表面和晶界离散成若干个线性单元,则公式(1)是针对所有单元的累计求和。由(2)得有限元模型的控制方程:

$$[A][U] = -[F] \quad (3)$$

其中 $[U]$ 为未知矩阵,包括各节点的演化速度,单元中点的扩散通量等,由节点的演化速度能够实时跟踪模型形貌演化。 $[A]$ 、 $[F]$ 由各单元刚度矩阵、单元等效力矩阵集合而来。各单元的刚度矩阵与扩散迁移率 M_{gb} 、 M_s 密切相关, M_{gb} 、 M_s 是物质扩散能力的表征,物质扩散迁移率越大,扩散通量越大,微结构演化越明显。

常规有限元模拟针对的是恒温稳态扩散,其扩散迁移率 M_{gb} 、 M_s 为定值,且往往是根据经验取值。微波烧结情况下,可能会产生不同的温度分布,本文基于温度分布与扩散迁移率之间的关系研究微波烧结时的微结构演化。扩散迁移率 M 与扩散系数 D 满足^[14]:

$$M = \frac{D}{kT} \quad (4)$$

而 $D = D_0 \exp(-\Delta G/kT)$, D_0 为与物质晶体结构有关的常数,通常称为指前因子; k 为波尔曼常数(当物质用 mol 表示时乘以气体常数 R , 值为 8.3); ΔG 为扩散激活能(单位 kJ/mol)。忽略 D_0 及 ΔG 随温度的变化,表面和晶界扩散迁移率与温度的关系为:

$$M_s = \frac{D_0 \exp\left\{\frac{-\Delta G}{kT_s}\right\}}{kT_s} = \frac{A}{T_s} \exp\left\{\frac{-B}{T_s}\right\} \quad (5)$$

$$M_{gb} = \frac{D_0 \exp\left\{\frac{-\Delta G}{kT_{gb}}\right\}}{kT_{gb}} = \frac{A}{T_{gb}} \exp\left\{\frac{-B}{T_{gb}}\right\}$$

其中 $A = \frac{D_0}{k}$; $B = \frac{\Delta G}{k}$; T_s 、 T_{gb} 为表面和界面上的温度。将扩散迁移率对温度求导得:

$$M' = \frac{A}{T^2} \left[\frac{B}{T} - 1 \right] \exp \left[\frac{-B}{T} \right] \quad (6)$$

当 $B > T$, 即 $\Delta G > kT$ 时, $M' > 0$, 则温度越高扩散迁移率越大。表面和界面上的温度分布不同将直接影响扩散迁移率比重。为了研究微波作用下的温度分布, 本文采用不同的表面和晶界扩散迁移率比值进行模拟, 将模型烧结颈生长情况与实际的烧结实验结果进行对比, 分析陶瓷和金属烧结时的主导扩散机制和温度分布情况, 下面给出一组模拟结果(图5), 可见与实验结果吻合较好。

图5为SiC和Al双球模型的微结构演化情况。随着模拟进行, 烧结颈形成并长大。然而两者的烧结颈生长情况存在差异, 陶瓷比金属烧结颈生长更快。为了能给定性分析, 进一步统计了烧结颈与模拟时间的双对数关系, 如图6所示。模拟和实验所得的烧结颈双对数曲线斜率基本吻合。

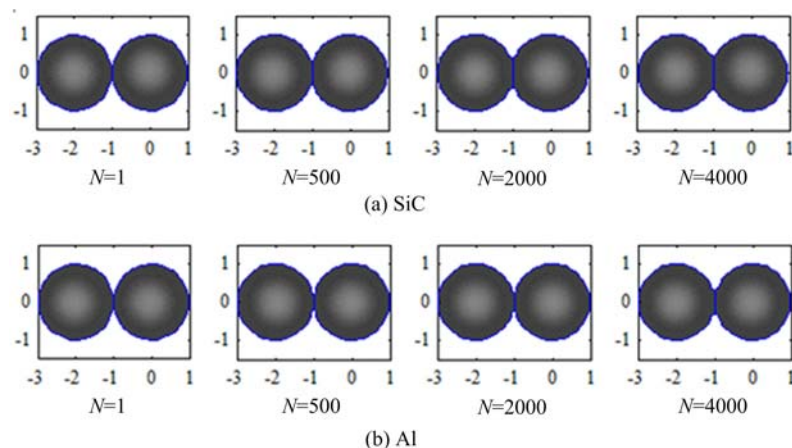


图5 SiC和Al双球模型形貌演化(N为模拟步长)

Fig. 5 The double ball model evolution of silicon carbide and aluminum

3 基于模型的实验结果分析

如图2和图3所示, SiC和Al在烧结过程中均出现颗粒粘结, 烧结颈形成并长大, 气孔球化, 颗粒间中心距收缩, 整体致密化等现象。由模型分析结果显示, 在自由能降低的驱动力作用下, 物质沿表面和界面向颈部扩散, 促使颗粒表面演化、气孔球化、烧结颈生长、颗粒间中心距收缩等现象。然而如实验结果部分所述, SiC和Al存在不同的演化特征, 以下从烧结颈和微观形貌演化两个方面进行分析。

3.1 烧结颈

传统烧结理论中, 在烧结的前、中期烧结颈与时间的关系为^[2]:

$$\left(\frac{x}{a}\right)^n = \frac{F}{a^m} t \quad (7)$$

其中 x 和 a 分别为平均烧结颈尺寸和晶粒半径; F 是与温度有关的函数; n, m 对应于不同的动力学机制, 可见烧结颈相对尺寸与时间成双对数线性关系, 拟合直线斜率为 $1/n$ 。实验和模拟过程中烧结颈与时间的关系如图4和图6所示, 拟合直线斜率也在图中标出。

在实验过程中, SiC和Al烧结颈生长速率不同, SiC烧结颈生长较快, 生长指数 $n=3.54$, 小于Al的烧结颈生长指数 $n=5.75$ 。通过模拟过程的分析表明: 出现这种现象的原因可能是两者扩散迁移率的比重 M_s/M_{gb} 不同, SiC的晶界扩散比重较大, 而Al的表面扩散比重较大。由扩散迁移率分析可知,

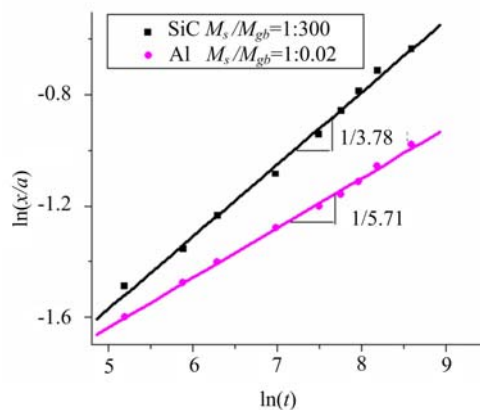


图6 SiC和Al模型烧结颈与时间的双对数关系

Fig. 6 Double logarithmic relationship of average sintering neck relative size and time of SiC and Al

陶瓷和金属不同的扩散迁移率比重,是因为其内部温度分布不同。

陶瓷和金属作为介电性能差异明显的材料,在微波电磁场下可能有不同的加热行为,将会产生不同的温度分布,从而使烧结颈生长存在差异。陶瓷材料是介质材料,在微波电磁场作用下,内部存在电场,其耦合加热机制是内部电场产生的整体介质损耗,电场越大吸收能量越多,温度越高。有研究表明:陶瓷单位体积吸收的能量为^[15]:

$$P = \epsilon_0 \epsilon'' \omega |E|^2 / 2 \quad (8)$$

其中 ϵ_0 、 ϵ'' 、 ω 、 E 分别为真空介电常数、材料相对介电常数虚部、微波角频率和材料内部电场。内部电场不断反射、折射,可能会在区域较小的颗粒颈部产生汇聚。颗粒颈部区域的电场是整体平均电场的 10 倍左右^[16],该区域内吸收的能量较高从而使颗粒界面达到较高的温度,加速晶界扩散,促进烧结颈生长。金属导体能够屏蔽电场,在磁场作用下在表面感应出涡电流从而引起欧姆损耗。因此金属粉末在微波场下能够实现烧结,其加热机制可能是颗粒表面产生的涡流损耗。在一定频率微波场作用下,均匀球形金属颗粒单位体积吸收的能量即能量密度为^[17]:

$$P = \frac{6R_s |E_0|^2}{\eta_p^2 r} \quad (9)$$

其中 R_s 为颗粒表面电阻; E_0 为表面电场强度; η_p 为真空阻抗(377Ω); r 为颗粒半径。颗粒表面吸收能量较多,表面温度相对较高,界面温度较低,烧结颈生长较缓慢。陶瓷和金属不同的加热机制导致的温度分布不同对物质扩散迁移率产生不同影响,从而使烧结颈生长情况存在差异。

3.2 微观形貌演化

物质的微观形貌演化是内部微观粒子发生扩散迁移,从某段表面或界面沉积或移除,使构型发生变化的过程。因此其形貌演化程度可以用物质扩散通量表示,即单位时间内流过单位面积的物质的量。在表面和界面扩散驱动力(化学势梯度)的作用下,扩散通量表示为^[13]:

$$j_s = M_s F_s, \quad j_{gb} = M_{gb} F_{gb} \quad (10)$$

其中扩散迁移率

$$M_s = \frac{A}{T_s} \exp\left(\frac{-B}{T_s}\right), \quad M_{gb} = \frac{A}{T_{gb}} \exp\left(\frac{-B}{T_{gb}}\right) \quad (11)$$

与温度密切相关。

陶瓷和金属在微观形貌演化上存在差异,原因可能是内部温度分布不同。SiC 颗粒界面演化较明显,特别是对于图 2(a)中标红和图 3(a)中带有标号的大颗粒 1~6,颗粒间粘结现象明显,烧结颈长大,颗粒融为一体,且与其他较小颗粒相比烧结现象明显。这是因为陶瓷的加热方式为整体加热,大颗粒及其颈部区域吸收电场能较多,产生更高的温度。而 Al 颗粒的表面演化明显,在短时间内迅速由弯曲趋于平滑,如图 2(b)中绿色颗粒和图 3(b)中的 1、2、3 颗粒。金属的加热方式为表面涡流损耗加热,颗粒表面与界面相比具有较高的温度。SiC 表面和界面较高的温度增大了沿表面和界面的物质扩散通量,从而促使表面和界面的演化,而金属颗粒表面较高的温度加快了沿表面的扩散,促使表面形貌演化。

综上所述,通过对 SiC 和 Al 烧结颈生长和微观形貌演化特征的分析表明:陶瓷和金属微波烧结时产生不同微结构的原因是加热机制不同,分别为整体损耗加热以及表面涡流损耗加热。陶瓷的整体加热将会在材料内部特别是界面产生较高的温度,而金属表面涡流损耗加热使颗粒表面温度高于界面。由不同加热机制产生的温度分布差异,将会对材料的物质扩散过程产生不同程度的影响,从而使两者的扩散迁移率比重不同,进而产生不同的微结构。

4 结论

通过实验,利用同步辐射 CT 技术得到了 SiC 和 Al 微波烧结过程中的微观形貌演化图,并分别统计了烧结颈与时间的双对数关系曲线,结合有限元模拟对实验现象进行分析,结果表明:陶瓷和金属微波烧结实验中产生表面和界面演化、烧结颈生长等差异的原因是微波加热机制不同;陶瓷的加热机制为整体损耗加热而金属是表面涡流损耗加热。由不同加热机制引起的材料内部温度分布差异,将会对物

质扩散过程产生不同程度的影响,进而产生不同的微观结构。了解陶瓷和金属微波烧结时的微观演化机理对于调控材料显微结构、优化微波烧结过程、改善材料性能具有重要指导作用。

致谢: 本文是在国家自然科学基金项目(11272305, 11172290, 10902108, 10872190)、973项目(No. 2012CB937504)、中央高校基本科研业务费专项基金(WK2090050012)的共同资助下完成的,在此表示感谢。

参考文献:

- [1] Feng Xu, Yongcun Li, Xiaofang Hu, et al. Insitu investigation of metal's microwave sintering [J]. Materials Letters, 2012, 67:162—164.
- [2] Yongcun Li, Feng Xu, Xiaofang Hu, et al. In situ investigation of SiC powder's microwave sintering by SR-CT technique [J]. Technological Sciences, 2011, 54(6):1382—1388.
- [3] 牛玉, 许峰, 胡小方 等. 铝素坯烧结过程微结构演化的实时观测[J]. 实验力学, 2012, 27(2):140—147(NIU Yu, XU Feng, HU Xiaofang, et al. The real-time observation of microstructure evolution of aluminum element during sintering process [J]. Journal of Experimental Mechanics, 2012, 27(2):140—147(in Chinese))
- [4] Gengfu Xu, et al. Microwave sintering of ZnO at ultra high heating rates [J]. J. Mater. Res, 2001, 16(10):2850—2858.
- [5] Morteza O, Omid M, et al. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 494:175—189.
- [6] Purushotham Y, Ramesh P, et al. Microwave sintering of Ni /Zn ferrites: comparison with conventional sintering [J]. Materials Science and Engineering, 2003, B98:269—278.
- [7] 朱凤霞, 易健宏 等. 微波烧结对粉末冶金铜材显微组织与性能的影响[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2007, 12(6):364—368 (ZHU Fengxia, YI Jianhong, et al. The influence of microwave sintering on the powder metallurgy copper's microstructure and performance[J]. Powder Metallurgy Materials Science and Engineering, 2007, 12(6):364—368 (in Chinese))
- [8] Feng Xu, Xiaofang Hu, Hong Miao, et al. In situ investigation of ceramic sintering by synchrotron radiation X-ray computed tomography [J]. Optics and Lasers in Engineering, 2010, 48:1082—1088.
- [9] 胡小方, 景晓宁, 赵建华 等. 应用 SR-CT 技术研究陶瓷材料的孔隙结构及密度分布[J]. 实验力学, 2003, 18(4):485—489 (HU Xiaofang, JING Xiaoning, ZHAO Jianhua, et al. The study of the pore structure and the density of ceramic materials by SR-CT technology[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2003, 17(4):485—489 (in Chinese))
- [10] 江帆, 胡小方, 许峰 等. 陶瓷粉末烧结演化的同步辐射 CT 观测[J]. 实验力学, 2007, 22(5):477—482 (JIANG fan, HU Xiaofang, XU Feng. The observation of the ceramic powder's microstructure evolution during sintering process by synchrotron radiation CT technology[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2007, 22(5):477—482 (in Chinese))
- [11] Luis O, Tetsu T, et al. Analyzing the sintering of heterogeneous powder structures by in situ microtomography [J]. Philosophical Magazine, 2009, 89(32):2949—2965.
- [12] Yu Niu, Feng Xu, Xiaofang Hu. In Situ Investigation of the Silicon Carbide Particles Sintering [J]. Journal of Nanomaterials, 2011, 10:1151.
- [13] Pan J, Cocks A C F. Finite element formulation of coupled grain-boundary and surface diffusion with grain-boundary migration [J]. Proc. R. Soc. Lond. A, 1997(453): 2161—2184.
- [14] Pan J. Solid-state diffusion under a large driving force and the sintering of nanosized particles [J]. Philosophical Magazine Letters, 2004, 84(5):303—310.
- [15] 王存龙, 李波, 刘勇. 微波技术在陶瓷与粉末冶金烧结中的应用[J]. 兵器材料科学与工程, 2010, 11(6):97—102 (Wang Cunlong, Li Bo, Liu Yong. The application of microwave technology in sintering of ceramics and powder metallurgy[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2010, 11(6):97—102 (in Chinese))
- [16] Birnboim A, Calame J P, Carmel Y. Microfocusing and polarization effects in spherical neck ceramic

microstructures during microwave processing[J]. Journal of Applied Physics, 1999, S0021-8979:08101-3.

- [17] Mondal A, Shukla A. Effect of Porosity and Particle Size on Microwave Heating of Copper [J]. Science of Sintering, 2010, 42:169—182.

Online Experiment and Microscopic Mechanism Analysis of Ceramic and Metal Microwave Sintering

WANG Chun-meng, XU Feng, HU Xiao-fang, LIU Wen-chao, KANG Dan, LI Yong-cun, NIU Yu
(Department of Modern Mechanics, University of Science and Technology of China, Chinese Academy Sciences Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Materials, Hefei 230027, China)

Abstract: In order to study ceramic and metal microstructure evolution mechanism during microwave sintering process, so as to provide the basis for optimizing different materials' sintering process, real-time and non-destructive observation of ceramic (SiC) and metal (aluminum) microstructure evolution during microwave sintering process was realized by synchrotron radiation X-ray computerized tomography technique. Finite element method was combined to analyze the microstructure evolution and microscopic mechanism simultaneously. 2-D and 3-D reconstructed images of samples during the whole sintering process were obtained based on filtered back projection algorithm and digital image processing technology. The difference of surface and interface evolution in particles of silicon carbide and aluminum was clearly observed. The double logarithmic relationship between sintering neck relative size and time of ceramic and metal were obtained and compared with two-sphere model simulation results. The sintering neck and morphology evolution during sintering process were analyzed based on simulation. Results show that the heating mechanism of ceramic and metal during microwave sintering is different, namely the whole dielectric loss and surface eddy current loss, respectively. The overall heating mode of ceramic generates high temperature inside the material particularly at the interface, while the surface heating mode of metal causes the temperature of metal particle higher than interface. Different temperature distribution inside materials caused by corresponding heating mechanism will produce different effect on material diffusion process, thereby will generate different microstructures.

Keywords: microwave sintering; synchrotron radiation computerized tomography (SR-CT) technology; microstructure evolution; ceramics; metal