

文章编号:1001-4888(2012)02-0140-08

# 铝素坯烧结过程微结构演化的实时观测<sup>\*</sup>

牛玉, 许峰, 胡小方, 李永存, 缪泓, 赵建华

(中国科学技术大学 中国科学院材料力学行为和设计重点实验室, 合肥 230026)

**摘要:** 为实现对金属粉末压坯烧结过程的实时观测, 从而验证现有的相关理论, 本文利用同步辐射 CT (SR-CT) 技术, 对铝压制陶瓷坯体的固相烧结过程进行实时投影成像; 应用滤波反投影算法和数字图像处理技术, 得到了陶瓷坯体在整个固相烧结过程中内部微结构演化的三维重建图像, 实现了对铝压制陶瓷坯体整个固相烧结过程的无损原位观测, 得到了样品由烧结中期进入烧结后期的完整的演化过程图像。通过重建图像, 清晰观测了样品的固相烧结过程: 在烧结前、中期(烧结时间  $t < 180\text{min}$ 、温度  $T < 600^\circ\text{C}$ ), 烧结颈形成并随烧结时间生长; 由烧结中期开始进入后期时(烧结时间  $t \geq 180\text{min}$ 、温度  $T \geq 600^\circ\text{C}$ ), 样品内部结构演化加剧, 气孔由相互连通演化为相互孤立并球化。进一步在实验图像的基础上分析了二面角等烧结特征的变化情况, 得到烧结颈尺寸与时间对数有较好的线性关系, 并可根据曲线分辨中期、后期。统计了样品在不同烧结时间的孔隙率, 得到了孔隙率随烧结时间和烧结时间对数的变化曲线; 分析了样品在不同烧结阶段的致密化特点, 得到了烧结中期孔隙率和时间对数的线性关系。实验结果验证了现有的烧结理论, 并为进一步完善烧结理论以及建立扩散和本构模型提供了高质量的实验数据。

**关键词:** 陶瓷; 固相烧结; 同步辐射 CT; 微结构演化

中图分类号: O432

文献标识码: A

## 0 引言

陶瓷材料<sup>[1-3]</sup>具有耐磨、耐高温、耐腐蚀、耐烧蚀、抗氧化、高温下蠕变小等优异性能, 可以承受金属材料、高分子材料难以胜任的严酷工作环境, 而广泛用于航空航天、冶金、机械、电子等领域。然而陶瓷材料的微观结构形态极大地影响材料宏观整体韧性、强度、硬度等力学性能。固相烧结过程是获得所期待的功能陶瓷材料的工艺中最后、也是最重要的一个环节, 对陶瓷制品的性能起决定性作用。对陶瓷固相烧结过程微观结构演化进行无损、实时的观测和分析, 将为改进烧结参数(如初始颗粒气孔大小、初始气孔尺寸分布、升温控制等)、优化烧结过程, 从而控制材料的显微结构、提高陶瓷材料性能提供有力的实验支持。

由于对陶瓷烧结过程进行原位观测难度大, 传统的烧结实验是针对不同时刻的烧结样品, 用光学或电子显微技术观察烧结过程中的微结构。特别是扫描电镜显微(SEM)技术可以提供较高分辨率的图像, 但是这种观察方法也有如下缺点: 1) 它只能提供样品外层表面或由切割而显示的某个内截面的二维微观结构信息, 而且在样品观察之前还因要对其表面进行抛光或块体切割而使微结构形态可能被破坏。2) 由于传统实验需要中断烧结过程, 取出样品进行切割、抛光等工作, 所以无法实现对同一样品的

\* 收稿日期: 2010-09-03; 修回日期: 2010-12-06

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(10902108, 10732080, 10872190)、中央高校基本科研业务费专项资金、北京同步辐射实验室(BSRF)基金共同资助

通讯作者: 许峰, 男, 副教授。研究方向: 同步辐射 CT 技术的材料检测实验方法。E-mail: xufeng3@ustc.edu.cn

整个固相烧结过程的实时观测。同步辐射 CT 技术<sup>[4-6]</sup>是近几年发展起来的一种无损检测技术,可以实现外场(压力场、温度场等)作用下,对材料内部微结构演化的实时、无损观测<sup>[7]</sup>。由于利用同步辐射 CT 技术研究固相烧结过程的实验技术要求比较高,目前仅有少数学者对其进行研究:Luis Olmos 等人<sup>[8]</sup>对混合金属粉末松散堆积烧结过程进行了观察,得到其二维断层图像。本课题组也在应用 SR-CT 技术研究烧结演化方面进行了初步的探索<sup>[9-10]</sup>。

本文改进了样品制备技术,解决了颗粒表层氧化膜阻碍烧结进程的问题<sup>[10]</sup>,采用同步辐射 CT 技术对铝压制陶瓷坯体的整个固相烧结过程进行了实时、无损的观测,利用滤波反投影重建算法和体重建算法得到在不同烧结时刻同一样品的内部的三维微结构形貌。选取典型烧结颈进行分析,统计了烧结颈尺寸—时间对数关系曲线,通过晶界生长特点分析出样品所处的不同烧结阶段。通过数字图像分析方法对不同烧结时刻的样品孔隙率进行了统计,得到了样品孔隙率随烧结时间和烧结时间对数的变化规律,并结合现有烧结理论进行了初步的分析,验证了固相烧结中期孔隙率与烧结时间对数的线性关系。从样品微观结构演化和整体致密化过程两个不同角度进行分析,确定了样品由烧结中期进入烧结后期的时间节点。为进一步研究和完善烧结理论及烧结工艺提供了很好的实验支持。

## 1 铝素坯烧结的 SR-CT 实验

### 1.1 实验装置和实验方法

本次实验是在北京同步辐射实验室 X 射线形貌学实验站 4W1A 束线上进行的,X 射线有效能量范围为 3keV~24keV,实验装置如图 1 所示。

实验选用尺寸为 75μm 的铝粉颗粒,为控制样品初始孔隙率,掺杂与铝粉相同颗粒尺寸的活性炭粉末,体积比为 7:3,研磨均匀并置入直径为 3mm 的模具中,以 1MPa 的压力压制成圆柱形块状坯体。

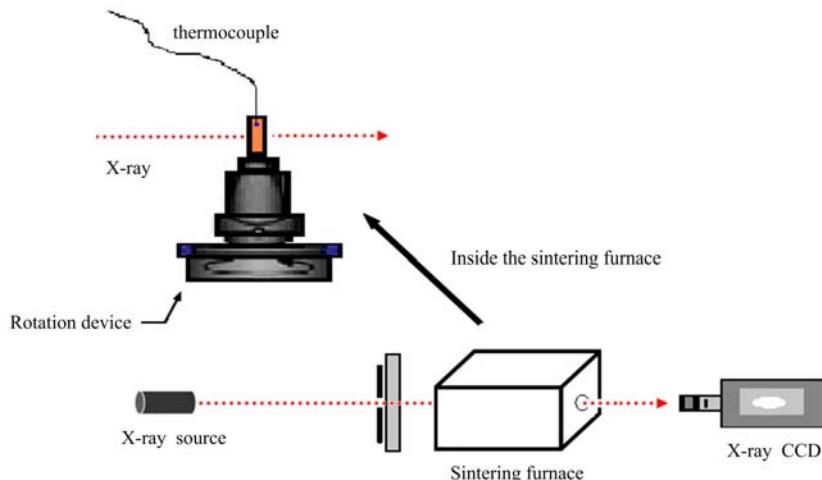


图 1 同步辐射 CT 烧结实验装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of SR-CT projection imaging facility

若对未经压制、松散堆积的铝粉末进行烧结,样品颗粒表面在烧结过程中会形成氧化膜,对烧结过程产生较大影响,严重阻碍烧结中后期的致密化进程<sup>[10]</sup>(氧化铝烧结温度远高于金属铝)。为了减少烧结过程中颗粒表面的氧化,本实验中样品经压制成型,样品内部空气含量低。活性炭粉末在烧结中消耗样品内部的氧气,降低了颗粒表面被氧化的可能性,因此能很好地观察到烧结后期样品内部微观结构的演化情况。

考虑到铝的同步辐射 X 射线吸收系数,本次实验选用的 X 射线能量为 20keV。为进行同步辐射 CT 实验,自研制了一台同步辐射高温烧结炉,将旋转装置置于烧结炉恒温区,从而实现烧结过程中试件内部微结构重建。该烧结炉温控范围为室温~1600℃,均匀温度区:2cm<sup>3</sup>,温控误差为±2℃,温升速率可调,最高为 250℃/h,炉壁开有 Φ=1cm 通光孔,样品竖直放置在位于烧结炉恒温区的旋转烧结平台之上。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;样品

烧结平台(烧舟)由刚玉管、联轴器、传动杆与 MRS102 旋转台连接,旋转台角分辨率为  $0.00125^\circ$ ,重复定位精度 $<0.005^\circ$ ,步进角为  $0.000156^\circ$ 。利用同步辐射专用烧结炉对样品加温,样品烧结过程为无压空气氛围烧结。加温速率为每小时  $240^\circ\text{C}$ ,烧结过程温度曲线如图 2 所示,分别在  $20^\circ\text{C}$ 、 $400^\circ\text{C}$ 、 $500^\circ\text{C}$ 、 $600^\circ\text{C}$ 、 $600^\circ\text{C}$  保温 30 分钟后、 $650^\circ\text{C}$  六个温度点采集投影像。在不同温度点上对样品在  $180^\circ$  范围内采集投影像,投影间隔  $\Delta\phi=1^\circ$ ,投影数  $N_\phi=180$ 。投影像采用 X 射线 CCD 进行采集,像素为  $1300\times1030$ ,其像素分辨率为  $10.9\mu\text{m}$ ,灰度分辨率为 8bits。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<sup>[11]</sup>,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。

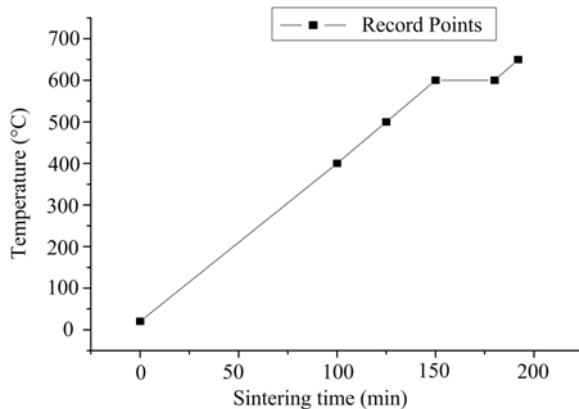


图 2 烧结温度曲线和采图点

Fig. 2 Heating process and capture point

## 1.2 重建结果

采用滤波反投影算法对采集的投影图进行重建,并利用体生成算法对重建图像进行计算,即可得到不同温度状态下的一系列三维立体图像。三维重建结果如图 3 所示。

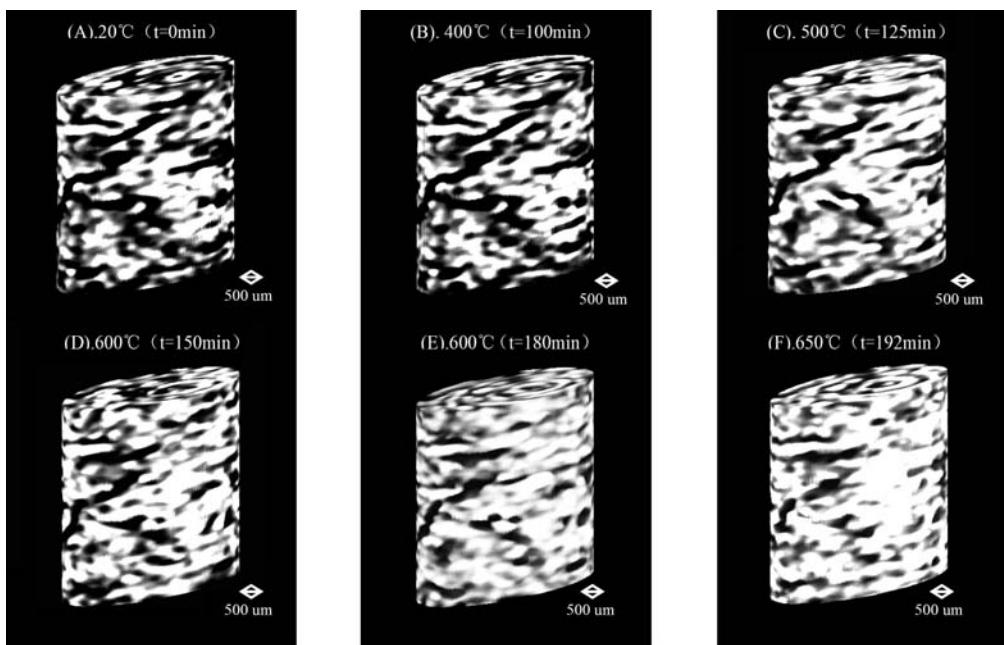


图 3 样品在不同烧结时刻微结构的三维重建图像

Fig. 3 Three-dimensional reconstructed images of the sample at different sintering time

## 2 讨论

根据现有烧结理论<sup>[12-16]</sup>,固相烧结过程可以按照其不同阶段的微观结构演化特征和致密化规律而分为烧结初期、烧结中期和烧结后期三个阶段。

从材料微观结构演化角度而言,在烧结前期颗粒间相互粘接并形成烧结颈;在烧结中期颗粒间晶界明显生长,烧结颈随烧结时间的增加而长大,颗粒间二面角增大,此时气孔仍保持连通状态;当烧结开始进入后期,材料微观结构变化加剧,晶界开始形成连续网络,气孔孤立并球化。

从宏观上来看,固相烧结是多晶材料的致密化过程。烧结前的固态素坯中往往含有大量气孔,气孔率约为25%~60%。样品在烧结前期,孔隙率仍然较高(一般认为不高于总致密化程度的8%);进入烧结中期后,致密化速率明显提高,且孔隙率和烧结时间对数呈线性关系;在烧结后期,材料致密化速率明显降低,材料已基本致密(一般认为孔隙率小于10%),素坯最终演化成为致密的多晶体。

## 2.1 晶界生长

直接观察三维图像(图3),可以看出:

当烧结温度低于400℃(烧结时间 $t<100\text{min}$ )时,如图3(A)-3(B)所示,颗粒逐渐形成接触,烧结颈初步形成,可视为烧结的初期;

当烧结温度高于400℃低于600℃(烧结时间 $100\text{min}< t < 180\text{min}$ )时,如图3(B)-3(E)所示颗粒随烧结颈的长大而长大,小颗粒被大颗粒吞噬,样品明显收缩,相对密度明显增大,可视为烧结的中期;

当烧结温度高于600℃(烧结时间 $t>180\text{min}$ )时,如图3(E)-3(F)所示,烧结颈明显成为连通的网络,气孔已经明显球化,微观结构演化加剧,可视为烧结的后期。

为了更好地观察烧结过程中样品内部微观结构的演化情况,我们选取了某一截面(并放大),对具体形貌演化过程做了分析,如图4所示。

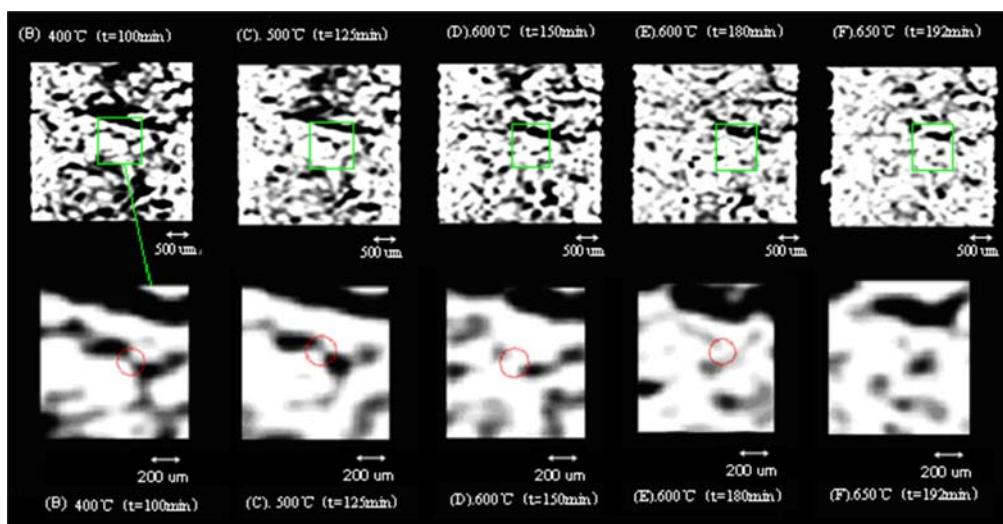


图4 烧结进程中的形貌演化过程

Fig. 4 Morphology evolution during sintering

由图可以观测到两颗粒间烧结颈的演化情况:从前期的互相粘接,如图4(B),到中期烧结颈的形成和长大,如图4(B)-4(C)-4(D)。

在以往对烧结过程的实验中,一般都是通过测量烧结前后的体积变化,通过体收缩率来反推烧结颈的生长情况,而不能直接对烧结颈的生长过程进行实时观测。这样的实验结果不能对烧结颈生长的相关理论作出直接支持,只是一种间接的验证。

通过SR-CT实验技术,我们实现了对烧结过程中烧结颈生长的原位观测,并可以针对所选取的某一特定烧结颈,统计其具体尺寸随时间的变化规律,从而提供直接证据,来对烧结颈生长的相关理论作出验证。

在传统烧结理论中,烧结前、中期烧结颈随烧结时间的生长情况应为<sup>[16]</sup>:

$$\frac{X}{D} = \left( \frac{B \cdot t}{D^m} \right)^n$$

其中,X和D分别是烧结颈和颗粒平均直径;B和m是对应于一定烧结条件的常数,n为生长指数。那

么烧结颈尺寸应该与时间的对数成线性关系。

根据实验得到的实时演化图像,统计出了图4(B)-(E)中所标示的烧结颈随时间的生长情况,如图5所示。

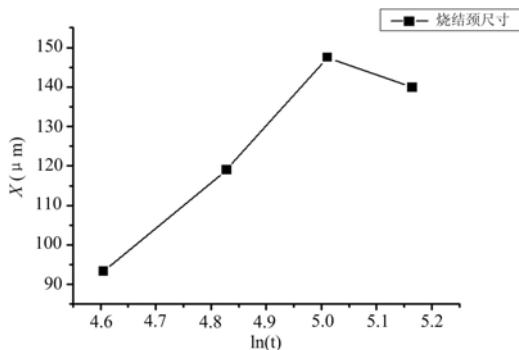


图5 烧结颈尺寸与时间对数的关系

Fig. 5 Change of sintering neck with sintering time logarithm increasing

需要说明的是,由于实验分辨率等限制,图5仅为对从图4中选取的一个较为有代表性的烧结颈的测量结果。

烧结时间  $t \leq 100\text{min}$  时,颗粒间互相粘接,烧结颈初步形成,如图4(B);在烧结时间  $100\text{min} < t < 180\text{min}$  时,烧结颈随烧结时间的增加而长大,如图4(C)-(D)。在这两个阶段中,图5中烧结颈尺寸与时间对数较好的满足线性关系,与相应的烧结颈生长理论相符合,可以将其视为烧结过程的前、中期。在烧结时间  $t \geq 180\text{min}$ ,烧结温度为  $600^\circ\text{C}$  时,图5中烧结颈生长情况在此时与前、中期的烧结理论相偏离,样品内部结构发生剧烈变化。

由于颗粒间相互牵引、颗粒的刚体位移、晶粒重排等作用,烧结颈被拉扯向一侧如图4(E)。因此,该时刻应是由烧结中期进入烧结后期的转折点。

施剑林<sup>[14]</sup>等学者经理论分析,指出在烧结前、中期,颗粒间二面角会由初始值逐渐增加,在我们的实验中很好地观察到了这一现象,如图4(B)-4(C),通过实时的实验观测支持了其理论结果。

在图4(E)中,样品由烧结中期向烧结后期过渡,图4(F)中气孔已经明显球化,图4(E)-4(F)即为传统烧结理论中指出的较为复杂的“气孔由连通相转变为不连通相的过渡过程”<sup>[15]</sup>。由于此过程演化剧烈而复杂,又缺少对同一样品的连续观测手段,很多经典烧结理论的提出者(如 Coble 等)都没对这一过程进行详细分析。本文实验结果为进一步建立理论模型,定量讨论这一过程提供了很好的分析依据。

## 2.2 致密化过程

对陶瓷材料来说,固相烧结最重要的目的是使材料致密化。在图3和图4中可以看到气孔被排出并在后期发生球化,样品在烧结过程中逐渐致密化。孔隙率是反映烧结过程中致密化程度的重要参数,为定量讨论烧结过程,对不同温度点的孔隙率数据进行了统计。利用重建部分的各横截面孔隙率进行累计平均可以得到样品的平均体孔隙率。表1所示的是不同烧结时间和温度对应的体孔隙率大小,图4所示的是体孔隙率随烧结时间的演化规律,图6所示的是体孔隙率随烧结时间对数的演化规律。

根据 Coble 在文[12]提出 的传统烧结理论,在陶瓷固相烧结的中期,孔隙率随时间对数线性变化,在文[13]又进一步给出了关系式:

$$P|_{P_0} = \frac{-Ba_0^3}{AkT} \ln t \Big|_{t_0}^t$$

式中  $P_0$  为初始时间  $t_0$  时刻的孔隙率;  $B$  与扩散系数、表面能等烧结参数有关; 在一般情况下,认为  $A$  是一常量,与材料性质有关;  $a_0$  为单个原子空位的半径。

本文实验中,分析铝粉压坯在烧结中期孔隙率随烧结时间对数的变化规律时,以进入烧结中期的时间  $t_1$ (当温度为  $400^\circ\text{C}$  时)作为初始时间。

表1 不同烧结时间和温度对应的体孔隙率大小

Tab. 1 The porosity of the samples at different sintering times and temperatures

烧结时间(min)	0	100	125	150	180	192
温度(°C)	20	400	500	600	600	650
体孔隙率(%)	34.75	33.82	28.59	19.90	10.81	10.17

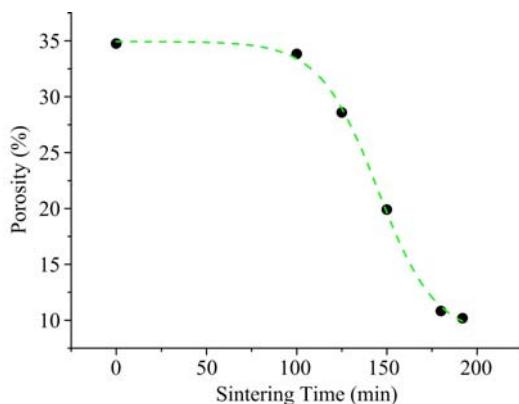


图 6 样品孔隙率随烧结时间的演化规律

Fig. 6 Changes of porosity with the sintering time increasing

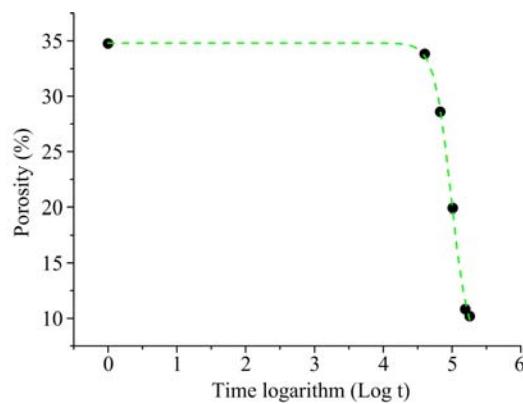


图 7 样品孔隙率和烧结时间对数的关系

Fig. 7 Changes of porosity with the sintering time logarithm increasing

通过对图 4、图 6 和图 7 的观察,结合现有烧结理论得出:

1) 当烧结时间  $t < 100\text{min}$ (烧结温度低于  $400^\circ\text{C}$ )时,样品中气孔数量多、尺寸较大,如图 4(B)所示,孔隙率减小但速率缓慢,说明此阶段样品发生致密化但致密化速率较低,且此阶段样品孔隙率减小仅有  $0.93\%$ (仅占样品总孔隙率减小的  $3.8\%$ ),把这个阶段看作烧结的初期阶段。

2) 当烧结时间  $100\text{min} < t < 180\text{min}$ (烧结温度高于  $400^\circ\text{C}$  低于  $600^\circ\text{C}$ )时,气孔数量和尺寸明显减少,如图 4(C)-(E)所示,样品孔隙率变化加剧,样品迅速致密,可视为烧结的中期。此阶段孔隙率和烧结时间对数曲线良好的线性关系(如图 7 中  $t=100\text{min} \sim 180\text{min}$  所示)很好的吻合了现有的烧结理论。

3) 当烧结时间  $t > 180\text{min}$ (烧结温度高于  $600^\circ\text{C}$ )时,从图 4(F)中可以看到,样品中大部分气孔已被排出,剩余气孔球化,样品致密化程度已经明显提高。从图 7 可以看出,孔隙率随时间对数的变化曲线斜率减少,样品致密化速率减缓,样品已经基本完成致密化过程,认为此时烧结已经进入了后期。

至此,运用 SR-CT 技术并通过改进实验手段,对铝压制陶瓷坯体进行了全程的跟踪,通过样品微观结构演化规律、晶界生长曲线和致密化曲线均可以清晰分辨烧结三个阶段:在烧结初期(烧结时间  $t < 100\text{min}$ )烧结颈开始形成,样品致密化速率缓慢;在烧结中期(烧结时间  $100\text{min} < t < 180\text{min}$ )烧结颈开始长大,晶界尺寸与时间对数满足线性关系,样品致密化速率加快,孔隙率和时间对数成良好的线性关系;在烧结后期(烧结时间  $t > 180\text{min}$ )样品微观结构演化加剧,样品致密化速率明显下降。烧结时间  $t = 180\text{min}$ 、温度为  $600^\circ\text{C}$  时,烧结颈尺寸变化情况与前、中期烧结理论相偏离;样品孔隙率下降速率在同一时间明显减缓;观察实验图像,气孔也在此时开始由连通变为封闭。以上分析均证明了实验结果的可信性。

### 3 结论

通过实验,利用同步辐射 CT 技术得到了铝压制坯体在烧结过程中内部微观结构演化的三维图像。初步解决了以往对铝粉烧结进行同步辐射 CT 实验中,氧化膜阻碍烧结进程的问题,实现了对烧结全程——前、中、后期的实时观测。通过重建图像清晰地观测到二面角的增大、颗粒生长、气孔球化等诸多烧结现象。统计得到了晶界尺寸随烧结时间的变化关系,从微观结构演化角度对样品的不同烧结阶段进行了划分,并对照现有烧结理论,分析了烧结的三个阶段微观结构变化的特点,实现了对样品整个烧结过程微观结构演化实时、无损的观测。通过统计样品在不同烧结时刻的孔隙率,得到了样品孔隙率随烧结时间和烧结时间对数的变化曲线;通过对孔隙率—烧结时间对数曲线的分析,得到了孔隙率—烧结时间对数在烧结中期的线性关系,很好地和现有烧结理论相吻合。通过从不同角度的分析和对比,确定了烧结进程由中期进入后期的时间。

本文验证了利用同步辐射 CT 技术研究烧结过程的可行性,并为不同烧结阶段的相应理论模型的

改进提供了实验依据,为完善烧结工艺提供了实验支持。

**致谢:**本文是在国家自然科学基金重点项目(10902108、10732080、10872190)、中央高校基本科研业务费专项资金和北京同步辐射实验室(BSRF)基金共同资助下完成的,在实验过程中,得到了BSRF形貌站朱佩平、黄万霞的帮助和支持,在此表示感谢。

### 参考文献:

- [1] 徐松林,张侃,郑文等.高孔隙率Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微孔陶瓷冲击性能实验研究[J].实验力学,2008,23(6):525—532(XU Song-lin, ZHANG Kan, ZHENG Wen. Experimental Study of Impact Performance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Microvoid Ceramics with High Porosity[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2008,23(6):525—532(in Chinese))
- [2] 张先锋,李永池,于少娟.氧化锆增韧陶瓷抗射流侵彻实验研究[J].实验力学,2007,22(6):631—636 (ZHANG Xian-feng, LI Yong-chi, Yu Shao-juan. An Experimental Study on Anti-Penetration Process of Zirconia Toughened Alumina Ceramic Target to Shaped Charge Jet[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2007,22(6):631—636 (in Chinese))
- [3] 石志勇,汤文辉,张若棋等.准一维应变下Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>陶瓷动态压缩失效的实验研究[J].实验力学,2007,22(5):535—538(SHI Zhi-yong, TANG Wen-hui, ZHANG Rou-qi, et al. Experimental Study of Dynamic Compressive Failure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramic under Quasi-one-dimension Strain[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2007,22(5): 535—538 (in Chinese))
- [4] Xide Li, Xiaofang Hu, et al. Synchrotron radiation tomography for reconstruction of layer structures and internal damage of composite material [J]. Chinese Journal of Lasers B, 1999, B8(6): 503—508.
- [5] 汪敏,胡小方.基于SR-CT技术的残缺投影数据的研究[J].光学技术,2006,32(6):926—928(WANG Min, HU Xiao-fang. Research on the incomplete projection data based on synchrotron radiation computed-tomography technology[J]. Optical Technique, 2006, 32(6):926—928(in Chinese))
- [6] 庞彦伟,王召巴.大型试件的X射线CT检测方法探讨[J].光学技术,2002,28(2):99—101(Pang Yan-wei, Wang Zhaoba. Research of detecting methods of large objects by X-CT[J]. Optical Technique, 2002,28(2):99—101 (in Chinese))
- [7] Min Wang, Xiaofang Hu, Xiaoping Wu. Internal microstructure evolution of aluminum foams under compression [J]. Materials Research Bulletin, 2006,41(10):1949—1958.
- [8] Luis Olmos, Tetsu Takahashi, et al. Analyzing the sintering of heterogeneous powder structures by in situ micro tomography [J]. Philosophical Magazine, 2009,89(32):2949—2965.
- [9] Olmos L, Bouvard D, et al. Coupling of in-situ X-ray Micro tomography Observations with Discrete Element Simulations-Application to Powder Sintering [C]. Powders and Grains 2009, International Conference on Micromechanics of Granular Media, 2009.
- [10] 许峰,胡小方,赵建华等.铝粉固相烧结过程中的微结构演化[J].材料研究学报,2008,22 (5):473—478(XU Feng, HU Xiaofang, ZHAO Jianhua, et al. Microstructure Evolution Of Aluminum Powder During Sintering[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2008,22 (5):473—478 (in Chinese))
- [11] 庄天戈. CT原理与算法[M].上海:上海交通大学出版社,1992.
- [12] Coble R L. Sintering Crystalline Solids. I. Intermediate and Final State Diffusion Models [J]. Journal of Applied Physics, 1961, 32 (5):787—792.
- [13] Coble R L. Sintering Crystalline Solids. II. Experimental Test of Diffusion Models in Powder Compacts [J]. Journal of Applied Physics, 1961, 32 (5):793—799.
- [14] 施剑林.固相烧结I—气孔显微结构模型及其热力学稳定性,致密化方程[J].硅酸盐学报,1997, 25(5):499—513(SHI Jianlin. Solid state sintering (I)—pore microstructural model and thermodynamic stability, densification equation[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 1997, 25(5):499—513(in Chinese))
- [15] 施剑林.固相烧结II—粗化与致密化关系及物质传输途径[J].硅酸盐学报,1997,25(6):657—668(SHI Jianlin. Solid state sintering (II)—relation between coarsening and densification and mass transport path[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 1997, 25(6):657—668(in Chinese))
- [16] Coble R L. Initial Sintering of Alumina and Hematite [J]. Journal of American Ceramic Society, 1958, 41(2):55—62.

## Microstructure Evolution Real-Time Observation of Compacted Aluminum Bulk Ceramics during Sintering Process

NIU Yu, XU Feng, HU Xiao-fang, LI Yong-cun, MIAO Hong, ZHAO Jian-hua

(Chinese Academy Sciences Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Materials, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China)

**Abstract:** In order to realize real-time observation of the sintering process for compacted metal powder bulk and accordingly verify existing theories, real-time and non-destructive observation of compacted aluminum bulk ceramics in sintering process was realized by synchrotron radiation x-ray computerized tomography (SR-CT) technique. 3-D reconstructed images describing ceramic body interior microstructure evolution during the whole sintering process were obtained based on filtered back projection algorithm and digital image processing technology. Microstructure evolution of the specimen during solid-state sintering process is as follows: in the early and middle stages (Sintering time  $t < 180$  min, Temperature  $T < 600^\circ\text{C}$ ) the sintering neck is formed and growing with sintering time; when from middle stage into later stage (Sintering time  $t \geq 180$  min, Temperature  $T \geq 600^\circ\text{C}$ ), the sample's internal structure evolution increased, the former interconnected pores become isolated. There is a linear relationship between sintering neck size and time logarithm. Middle stage and later stage can be recognized based on the curve characteristics. Densification characteristics of the sample in different sintering stages were analyzed, and linear relationship between porosity and time logarithm in the middle stage of sintering was obtained. Results verify the existing sintering theory, and provide high quality experimental data for further improving the sintering theory and establishing diffusion and constitution model.

**Keywords:** ceramics; solid state sintering; synchrotron radiation x-ray computedized tomography; Microstructure evolution