
Micro-FAST 成形过程中电流大小对颗粒变形的影响

Effect of electric current magnitude on particles' deformation during the densification process of Micro-FAST

黄坤兰¹, 杨屹¹, 尹德强¹, 杨先芝¹, Yi Qin²

(1 四川大学 制造科学与工程学院, 四川 成都 610065)

(2 英国 Strathclyde 大学 设计制造工程管理学系, 英国 格拉斯哥 G1 1XQ)

Huang Kunlan¹, Yang Yi¹, Yin Deqiang¹, Yang Xianzhi¹, Yi Qin²

1. School of Manufacturing Sci. and Eng., Sichuan Univ., Chengdu 610065, China)

2. Department of Design, Manufacture, and Engineering Management, Univ. of Strathclyde, Glasgow G1 1XQ, UK)

摘要: 创新性地采用多物理场活化烧结微成形技术(简称 Micro-FAST)制备了 316L 不锈钢和纯 Cu 微型齿轮。探讨了电流大小对 316L 不锈钢和纯 Cu 粉末体系在烧结过程中颗粒变形的影响。结果表明, 在电场、力场和温度场的耦合作用下, 升温过程是粉末体系实现致密化的主要过程。由于电塑性效应的影响, 粉末体系在致密化过程中表现出的显著特征之一是颗粒的塑性变形。电流越大, 颗粒的变形量越大, 粉末体系的轴向尺寸减小量越多, 最终微型烧结体的相对密度也越大。

关键词: Micro-FAST; 粉末微成形; 电场; 颗粒变形

Abstract: In this paper, a novel micro multi-physic fields coupling method (“Micro-FAST” for short) is developed for the fabrication of micro gear with 316L stainless steel powders and pure copper powders. The effect of electric current magnitude on the particle deformation in sintering process of 316L stainless steel and pure copper systems was studied respectively. It was shown that the calefactive period which plays a key role for densification of powder system. A notable feature of the densification process is plastic deformation of particles which is due to electroplastic effect. With the increasing of electric current, the deformation amount of particles is bigger which result in the increase of axial reduction, and concequently improving the densification of samples.

Keywords: Micro-FAST; Powders micro forming; Electric field; Particle deformation

当今世界，随着 MEMS 的进程加快，微型零件的需求量加大，呈现井喷趋势。研发制备性能优、精度高、满足使用要求的微型零件的成形技术成为当今国际国内科研热点^[1,2]。针对微铸造成形^[3]、微塑性成形^[4]和微注塑成型^[5]等微成形方法和 SPS^[6-8]等场辅助烧结方法的优点和缺点，本课题组创新性地将多物理场耦合烧结这一新颖的场活化烧结技术与微成形技术进行有效结合，率先将多物理场耦合烧结技术应用于微型零件的制备中，提出了一种烧结温度更低、成形效率更高、制备周期更短的微型零件近净成形与快速制造的新技术——多物理场活化烧结微成形技术（Micro-forming Fields Activated Sintering Technology，简称 Micro-FAST）。该技术是采用大电流（数万安培）、低电压（10 伏左右）的交流电通过粉末/模具体系，利用焦耳热效应等快速升温，并通过外加力场的共同作用，在低温下实现粉末材料烧结致密化和微型零件超快速成形的一种新方法。该微成形技术的优势还在于原始烧结粉末体系中无需添加任何添加剂即可烧结成形。本论文中采用 Micro-FAST 成功制备了 316L 不锈钢微型齿轮和微型 Cu 齿轮^[9]。研究结果发现，金属粉末体系在电场、热场和力场的耦合作用下，大幅度降低了烧结温度，并且在数十秒的烧结过程中完成致密化，较传统粉末冶金方法粉末体系依靠烧结颈形成与颈长实现致密化的成形机理^[10]不同，Micro-FAST 技术的致密化过程主要包括颗粒的塑性变形和颗粒间界面的熔合。其中，粉末颗粒在多物理场耦合作用下的变形行为是粉末体系实现致密化的前提条件和关键因素，对致密化有着重要影响。本文就电流大小对 316L 不锈钢粉末和纯 Cu 粉末颗粒变形的影响进行探讨。

1 实验

采用纯度 99.9% 的 316L 不锈钢粉末和纯度 99.0% 的还原纯铜粉两种粉末，分别制备齿顶圆直径为 1.6 mm，齿数为 6，高度为 3 mm 的渐开线微型 316L 不锈钢齿轮和齿顶圆直径为 1.6 mm，齿数为 8，高度为 3 mm 的渐开线微型铜齿轮。

实验用设备为 Gleeble-1500D 热模拟机，由加热系统、加力系统以及计算机控制系统 3 大部分组成，图 1 为加热系统示意图，同时也是 Micro-FAST 技术的成形原理图。

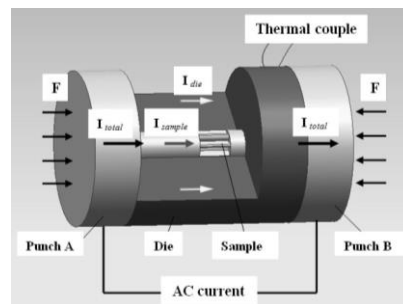


图 1 Micro-FAST 技术的成形原理图

Fig.1 Schematic of Gleeble-1500D apparatus and principles of Micro-FAST

实验时，首先将混合均匀的金属粉末称量后装填于模具中，然后在预设升温速度、烧结真空度 $\geq 10^{-2}$ Pa 的条件下对装有金属粉末的模具直接通电进行急速加热，同时在模具两端施以相应的作用力，当加热到 200 °C 时对粉末体系进行保温，然后在电场和力场的持续作用下以同一升温速度加热至预设温度，对 316L 粉末进行保温 4 min，对纯铜粉末进行瞬间电热冲击，最后断电空冷至室温。具体工艺参数如表 1 所示。

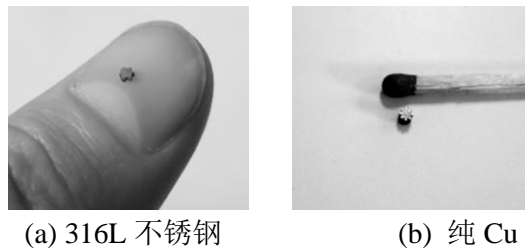
采用电子分析天平，利用阿基米德排水法测量微型试样的密度，进而计算出相对密度；同时采用扫描电镜（SEM）观察其显微组织结构。

表 1 实验所采用的工艺参数
Table1 Processing parameters of the experiment

Material/ Sample	Heating Rate (°C/s)	Sintering Temperature (°C)	Pressure (MPa)	Holding Time at 200°C (min)	Holding Time at the End (min)	Number of the heating cycle*
316L-1#	50	900	250	2	4	—
316L-2#	100	900	250	2	4	—
Cu-1#	50	600	100	0.5	—	3
Cu-2#	100	600	100	0.5	—	3

* A heating cycle is defined as a cycle during which the temperature rises to the maximum value and then drops to about 400 °C

2 结果与讨论



(a) 316L 不锈钢 (b) 纯 Cu
图 2 实验所制备的微型齿轮
Fig.2 Fabricated 316L and copper micro-gears

在本实验条件下成功制备出微型 316L 不锈钢齿轮和微型铜齿轮，其形貌如图 2 所示，充分证明该微成形方法的可行性。

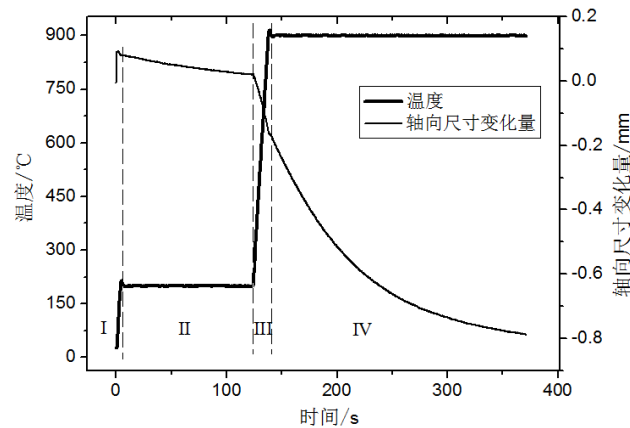
2.1 微型齿轮的致密化特征

在本实验条件下，分别选取了 316L 不锈钢的 1#试样和纯 Cu 的 2#试样为例，对各试样烧结过程的温度、轴向尺寸变化量与时间的曲线进行分析。从图 3 可以看出，随着温度的升高，粉末体系的轴向尺寸减小量增大，同时两种粉末烧结体表现出较为相似的轴向尺寸变化特征，所以将烧结过程大致分为 4 个阶段：颗粒弹性变形阶段(I)、中间保温阶段(II)、颗粒塑性变形和颗粒间界面熔合阶段(III)、高温蠕变阶段(IV)。

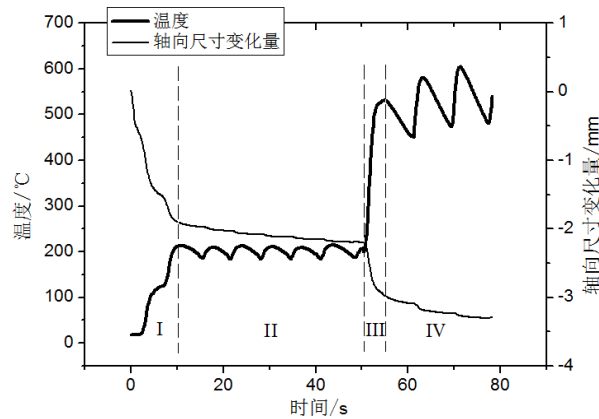
(I) 在烧结初期（从室温~200 °C左右），由于松装在模具中的粉末在外力的作用下被瞬间压实，所以轴向尺寸减小量迅速增大，此阶段为预烧结阶段。

(II) 由于在烧结初期，粉末颗粒间的孔隙和模具中残留有部分气体，导致热模拟机的真空度有所下降，所以在升温到 200 °C时对粉末体系采取中间保温一定时间的工艺措施，以便使残留气体能充分溢出。因为残余气体会对颗粒间的接触电阻造成影响，所以保温阶段 Cu-1#（如图 3（b）所示）试样的温度曲线有一定的波动。同样受残余气体的影响，在该中间保温阶段，粉末体的轴向尺寸减小量略微增多。

(III) 随着加热过程的继续进行，在电场和持续外力的作用下粉末颗粒首先发生弹性变形，随着升温的进行，粉末体系的能量来自于两方面，一方面是粉末颗粒由于自身电阻产生的焦耳热；另一方面是粉末颗粒间的接触电阻产生的焦耳热。随着变形量的增大，颗粒间的接触电阻变大，从而在颗粒间界面处形成局部高温，此时外力的作用下，粉末颗粒发生了塑性变形。当颗粒间的局部温度超过金属粉末的熔点时便有液相的生成，局部液相使得颗粒间的界面被熔解，从而使粉末体系变成连续体。所以在颗粒塑性变形和颗粒间界面熔解的阶段，粉末体系的轴向尺寸变化量曲线发生了二次突变，尺寸减小量明显增大。



(a) 316L-1



(b) Cu-2#

图 3 试样烧结过程中的温度和轴向尺寸变化量与时间的曲线

Fig.3 The temperature and axial reduction of the micro gear as a function of time

(IV) 当温度达到预设温度时，对 316L 粉末烧结体进行 4 min 的保温，如图 3 (a) 所示，在该保温阶段，由于外力的持续作用促使颗粒间生成的液相向四周蠕动，以填充颗粒间的残余孔洞，所以在该阶段粉末体的轴向尺寸减小量继续增大，最后趋于平缓。对 Cu 粉末烧结体在后续阶段则进行的是电热冲击，如图 3 (b) 所示，电热冲击工艺措施可以对粉末体系进行多次大电流加热，促进液相的蠕动充分填充颗粒间的残余孔洞，由于 Cu 粉末颗粒的塑性较好，在升温阶段颗粒的塑性变形量较大，粉末烧结体中的残余孔洞较少，所以在后续的热冲击阶段粉末体系的轴向尺寸减小量较小，最后趋于平缓。

从以上数据特征可以看出，Micro-FAST 的升温过程是粉末体系实现致密化的主要过程，在数十秒的升温过程中粉末体系表现出的显著特征是颗粒的塑性变形和颗粒的物态转变（颗粒间

液相的生成)。颗粒间局部液相的生成是粉末体系实现连续体的重要途径,而颗粒的塑性变形是颗粒物态转变的前提条件和关键阶段,所以颗粒的变形行为将对粉末体系的致密化本质产生直接影响。

2.2 电流大小对颗粒变形的影响

Gleeble-1500D热模拟机利用计算机控制系统根据所预设的升温速度来自动实时调节通过粉末体系的电流大小,并配合调节输出电压,所以电流大小既服务于升温速度和烧结温度又反过来被调节和控制,电流大小和温度之间存在着强烈的耦合作用。由焦耳-楞次定律,电流通过试样时产生的热量 $Q^{[11]}$:

$$Q = I^2 R t \quad (1)$$

式中: Q -电流通过试样产生的热量; I -通过试样的电流大小; R -试样的电阻值; t -通电时间。则(1)式表示通过试样的热流密度 q :

$$q = \frac{Q}{At} = \rho C L \frac{dT}{dt} \quad (2)$$

即 $q \propto dT/dt$ 。

其中: A -试样横截面积; ρ -试样的密度; C -试样的比热容; L -试样长度; dT/dt -试样的预设升温速度。

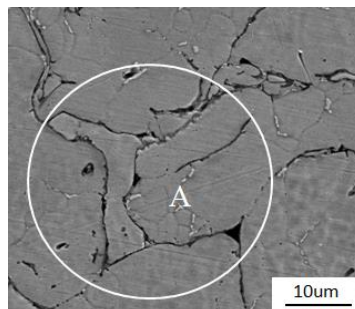
由式(2)可知,升温速度越大,粉末体系获得的热流密度越大。

又因为Gleeble-1500D热-力学模拟机输出的电流大小是根据预设升温速度来控制的,且满足下式:

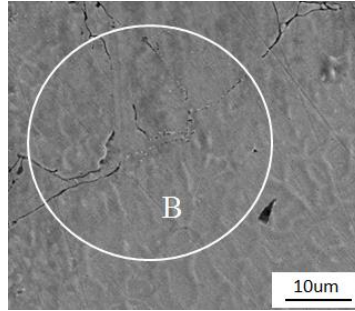
$$\frac{I}{A} = \sqrt{\frac{\rho C}{\sigma} \cdot \frac{dT}{dt}} \quad (3)$$

因此,随着试样预设升温速度的升高,通过压坯的电流增大。

316L不锈钢微型齿轮试样的显微组织照片如图4所示,从图中明显看出,烧结体的致密度总体优良,316L粉末颗粒在三场的耦合作用下发生了塑性变形,颗粒与颗粒之间结合紧密,颗粒间界面发生了一定程度的熔解。同时不难看出,随着升温速度的提高,即通过粉末体系的电流越大,颗粒发生塑性变形量越大,颗粒与颗粒之间契合度越好,如图4(b)中的B处颗粒间的孔隙明显比图4(a)中的A处孔隙小,从而得出大电流能促进粉末颗粒的塑性变形,提高变形量。因此粉末颗粒间接触面积越大,通过颗粒间的电流密度越大,当局部温度超过金属颗粒的熔点时,颗粒与颗粒的界面出现液相,致使界面部分熔解,使独立的粉末颗粒形成连续体,从图4可以看出,大电流下的316L-2#试样颗粒间界面的熔解度比316L-1#试样的高,从而进一步证实颗粒变形量的大小对粉末体系实现致密化影响显著,大电流下的烧结更能提高颗粒的变形量。



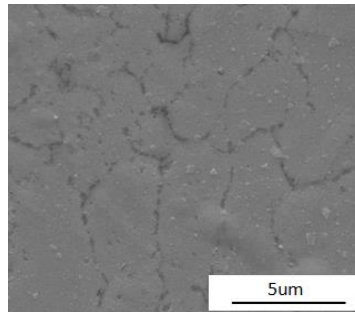
(a) 升温速度为 50°C/s



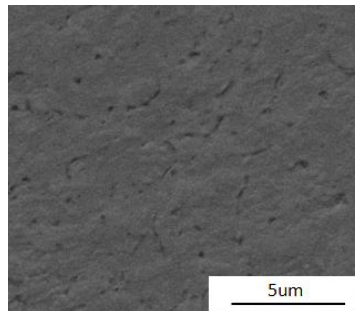
(b) 升温速度为 100°C/s

图 4 316L 不锈钢微型齿轮试样的 SEM 照片

Fig.4 SEM micrographs of the formed micro 316L samples



(a) 升温速度为 50°C/s

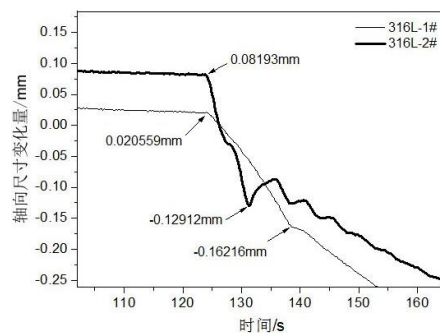


(b) 升温速度为 100°C/s

图 5 微型 Cu 齿轮试样的 SEM 照片

Fig.5 SEM micrographs of the formed micro copper samples

从图 5 微型 Cu 齿轮试样的显微组织照片可以看到与 316L 不锈钢烧结同样的规律：当电流越大，Cu 颗粒的变形量更大，孔隙度越小，颗粒间形成的液相量也越多，导致颗粒间界面的熔解度也越大。



(a) 316L

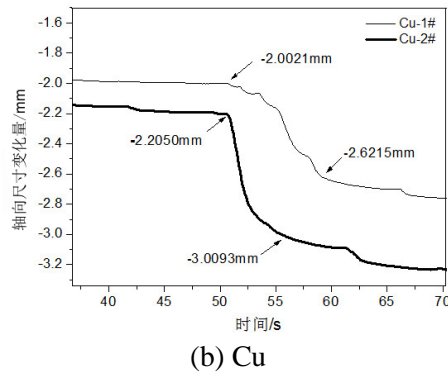


图 6 试样升温过程的轴向尺寸变化量与时间的曲线

Fig.6 The axial reduction of the micro sample as a function of time during heating process

事实上,从图 6 试样升温过程的轴向尺寸变化量与时间的曲线可以看出,整个升温过程中,316L-1#试样的尺寸减小量约为 0.183 mm,316L-2#试样的尺寸减小量约为 0.211 mm;Cu-1#试样的尺寸减小量约为 0.619 mm,Cu-2#试样的尺寸减小量约为 0.804 mm。尽管粉末颗粒的种类不同,颗粒本身的塑性不同,但是从实验结果来看,大电流下粉末体系的轴向尺寸减小量均大于小电流,从而进一步验证了电流大小对颗粒塑性变形影响显著,大电流更能促使金属颗粒的塑性变形。

表 2 试样的相对密度

Table 2 Relative density of samples

Material-Sample	Relative density %
316L-1#	91.50
316L-2#	95.80
Cu-1#	95.20
Cu-2#	96.30

从表 2 各试样的相对密度可以看出,大电流下,粉末颗粒变形量越大,最终试样的相对密度较高,即颗粒变形量直接影响着试样的质量。

2.3 电流对颗粒变形的机理性分析

在实验数据和理论分析的基础上建立了颗粒变形的几何模型,如图 9 所示。图中清楚地显示了电场、温度场和力场对粉末颗粒发生塑性变形的作用机理,尤其是电场对颗粒变形的贡献。在烧结的过程中,颗粒由于自身的电阻产生焦耳热,致使颗粒表面温度升高,同时在外力的作用下,颗粒间的接触状态从点接触到线接触,由于颗粒间接触电阻产生的焦耳热致使局部高温,最后颗粒发生塑性变形后即面接触。这是因为受电塑性效应的影响,粉末颗粒在运动电子(尤其是交流电)作用下,变形抗力急剧下降,塑性能得到明显的提高。同时 Hans Conrad 等人^[12-14]经研究发现,在室温下,当电场强度达到 1 kV/cm 及以上时能显著减少金属的断裂应力,提高塑性流动能力;此外,在一定温度下,电场还能大幅度减少流动应力,降低脆性向韧性转变的温度,进而提高金属的断裂延伸率。

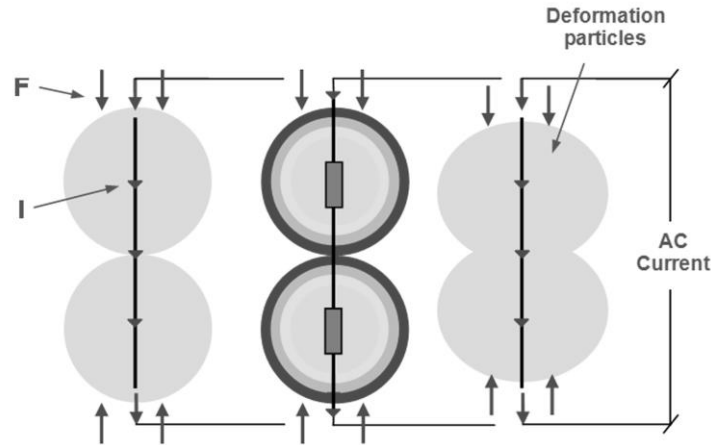


图9 多物理场耦合作用下颗粒变形的几何模型

Fig.9 The theoretical principle of particles deformation under the action of the coupled multi-physical fields

所以，本实验在较低的温度条件下，力场和电场的相互耦合作用能在数秒内使金属颗粒发生塑性变形，并且使颗粒与颗粒的界面实现紧密契合，对粉末体系最终实现致密化的贡献量巨大。

3 结论

1) 采用多物理场耦合粉末微成型的方法制备微型零件具有可行性。本实验条件下，成功制备了 316L 不锈钢和纯 Cu 微型齿轮，试样质量优良。该微成型方法具有快速、高效、节能环保等特点。

2) 该微成型方法的升温过程是粉末体系实现致密化的主要过程，在数十秒的升温过程中粉末体系表现出的显著特征是颗粒的塑性变形和颗粒的物态转变（颗粒间液相的生成），而颗粒的塑性变形是颗粒物态转变的前提条件和关键阶段。

3) 电流大小对颗粒的塑性变形影响显著，即随电流增大，升温过程中粉末体系的轴向尺寸减小量越大，316L 微试样在小电流下尺寸减小量约为 0.183 mm，大电流下约为 0.211 mm；Cu 微试样在小电流下尺寸减小量约为 0.619 mm，大电流下约为 0.804 mm。

4) 随电流增大，颗粒的变形量越大，体系更易实现致密化，316L 微齿轮在小电流下相对密度为 91.50%，大电流下为 95.80%；Cu 微齿轮在小电流下相对密度为 95.20%，大电流下为 96.30%。

Refereneces

- [1] Vollertsen F, Niehoff H S, Hu Z. International Journal of Machine Tools & Manufacture, 2006, 46: 1172
- [2] Yuan Jianguo, Zhong Qiang, Zhou Zhaoying, et al. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(10): 1864
- [3] Chung S, Park S, Lee L et al. Microsystem Technologies, 2005, 11: 424
- [4] Guo Xiaolin, Ma Mingzhen, Shan Debin, et al. Rare Metal Materials and Engineering, 2008, 37(4): 769
- [5] Liu L, Loh N H, Tay B Y et al. Powder Technology, 2010, 206: 246

- [6] Jiao Zehui, Song Xiping. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2012, 41(2): 330
- [7] Omori M. *Materials Science and Engineering A*, 2000, 287:183
- [8] Xiao Shulong, Xu Lijuan, Yu Hongbao, et al. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2013, 42(1): 0023
- [9] Lu D, Yang Y, Qin Y et al. *Journal of Materials Research*, 2012, 27(20): 2579
- [10] Wang Jun, Liu Ying, Zhang Ping, et al. *Journal of Sichuan University Engineering Science Edition*, 2008, 40(1): 101
- [11] Lian Shanshan, Feng Keqin, Yang Yi, et al. *Electronic Components and Material*, 2008, 27(7): 41
- [12] Yang D, Conrad H. *Scripta Materialia*, 1997, 36(12): 1431
- [13] Fais A. *Journal of Materials Processing Technology*, 2010, 210: 2223
- [14] Conrad H. *Materials Science and Engineering A*, 2000, 287: 276