

金属粉末压坯烧结过程的内耗研究

郝刚领 许巧平 李先雨 王伟国

Internal friction characteristics of compacted billet of metal powder in sintering process

Hao Gang-Ling Xu Qiao-Ping Li Xian-Yu Wang Wei-Guo

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 68, 126101 (2019) DOI: 10.7498/aps.68.20190031

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190031>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

利用Pr70Cu30晶界扩散改善烧结钕铁硼废料矫顽力的研究

Coercivity enhancement of waste Nd–Fe–B magnets by Pr70Cu30 grain boundary diffusion process

物理学报. 2018, 67(6): 067502 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172551>

高压烧结法制备Bi2Te3纳米晶块体热电性能的研究

Thermoelectric properties of the Bi2Te3 nanocrystalline bulk alloy pressed by the high–pressure sintering

物理学报. 2015, 64(4): 047201 <https://doi.org/10.7498/aps.64.047201>

喷射成形粉末高温合金FGH4095M的制备及组织特征

Fabrication and microstructure of spray formed powder metallurgy superalloy FGH4095M

物理学报. 2015, 64(10): 106103 <https://doi.org/10.7498/aps.64.106103>

采用快速升温烧结方法生长Tl–1223超导薄膜的研究

Growth of Tl–1223 superconducting thin films by rapidly heating–up sintering technology

物理学报. 2018, 67(13): 137401 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172753>

烧结β型Ti–Nb合金中由间隙原子引起的Snoek弛豫

Snoek–type relaxation caused by interstitial atoms in sintered β–type Ti–Nb alloy

物理学报. 2019, 68(8): 086201 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20182120>

金属粉末压坯烧结过程的内耗研究*

郝刚领[†] 许巧平 李先雨 王伟国

(延安大学物理与电子信息学院, 延安 716000)

(2019年1月6日收到; 2019年2月27日收到修改稿)

烧结在粉末冶金过程中对最终产品质量起着关键性作用, 理解和探索烧结过程中粉末压坯结构和缺陷的演变, 明确烧结的起始温度、结晶温度等, 可为烧结工艺的确定提供确切的信息. 本文采用内耗技术系统研究了单元系纯 Al, Mg, Cu, Fe 粉末压坯烧结过程的内耗行为. 在第一个循环的升降温过程中各发现了一个内耗峰、升温峰和降温峰. 降温峰是一个稳定的弛豫型内耗峰, 激活能和峰温表明, 该峰起源于晶界的黏滞性滑移. 升温峰的出现伴随着相对动力学模量和电阻的下降, 材料性能发生显著变化, 相应峰温可考虑作为单元系粉末烧结的起始温度. 升温峰具有明显的压坯颗粒粒径和成型压力依赖性, 随颗粒粒径或压制压力的减小而升高, 这与颗粒间弱结合界面数量和微滑移可动性的增大有关. 在升温测量时, 主要通过弱结合界面微滑移耗能, 内耗增加直至峰温所在位置, 弱结合界面转化为颗粒间晶界, 内耗迅速下降, 形成了非稳定升温峰. 升温峰的出现表明了粉末压坯烧结过程中颗粒间晶界的形成, 相应峰温亦可作为粉末压坯的结晶温度.

关键词: 内耗, 金属粉末压坯, 烧结, 晶界**PACS:** 61.72.Hh, 81.10.Jt, 81.20.Ev, 61.72.Mm**DOI:** 10.7498/aps.68.20190031

1 引言

烧结是粉末或粉末压坯, 在适当的温度和气氛条件下加热所发生的现象或过程, 是粉末冶金生产过程中的最后一道工序, 对最终产品的性能起着决定性作用. 探索和理解烧结过程, 才能更好地选择烧结工序. 粉末烧结尤其是单元系粉末烧结存在最低的起始烧结温度, 即烧结体的某种物理或化学性质出现明显的变化. 许提以发生显著致密化的最低塔曼温度指数 α (烧结的绝对温度与材料熔点之比) 代表烧结起始温度, 但以另外的性能作为标准, 则烧结的起始温度改变^[1]. 金斯通-许提测定了金属压坯在不同温度下烧结后的性能, 发现在密度基本不增加的范围内, 抗拉强度、特别是电导率有明显的变化^[2]. 电导率反映颗粒间的接触在低温烧结

阶段十分敏感, 是判断烧结温度和起始温度的标志. 用热膨胀仪来研究和测定烧结体的收缩也是一种有效的方法. 达维尔用测定金属钨对金属丝在不同温度时的咬入性来判断烧结的起始温度, 但比金属的再结晶温度稍高一些^[3]. 显然, 采用不同的性能标准难以获得一致的烧结起始温度.

为了研究金属粉末压坯烧结过程中结构组织的演变, 各种技术手段不断被提出和采纳. Krause 等^[4] 采用正电子湮灭来研究金属粉末铜和镍的烧结过程. Hübner 等^[5] 采用透射电子显微镜观测研究了铜粉无压烧结过程中的结构变化. Wakai 和 Nikolic^[6] 通过考察金属压坯烧结过程中晶界对剪切黏性与黏性泊松比的影响来探索材料结构的变化. 这些技术手段首先通过对金属粉末压坯或者松散的金属粉体进行热处理, 然后再对材料进行静态的观察或性能测试. 这些方法在一定程度

* 国家自然科学基金 (批准号: 51661032, 51301150)、陕西省青年科技新星计划 (批准号: 2013KJXX-11) 和陕西省延安市工业攻关计划 (批准号: 2016KG-02) 资助的课题.

[†] 通信作者. E-mail: glhao@issp.ac.cn

上可提供金属粉末压坯或粉末颗粒烧结过程中材料微观组织结构的变化和缺陷演变规律的静态信息,但难以获得烧结过程中金属粉末压坯微结构变化过程的信息,特别是弛豫过程的动力学参数.谱学技术,如内耗谱是非常行之有效的方法^[7-11].

内耗技术是研究固体缺陷和力学性质的一种重要实验技术,它可以很灵敏地提供固体中的缺陷、位错、界面的存在及其演变运动变化和交互作用规律,可以从原子尺度上获得材料中各种微观过程的定性或定量信息.在探索大变形金属材料微观结构和缺陷发展演变规律方面,前人采用内耗技术已做了大量工作. Hao 等^[12]采用内耗力学谱研究了等通道转角挤压 (ECAP) 处理后的 Fe-Cr 合金和钨的微结构变化规律; Golovin 等^[13,14]采用内耗技术研究了 Al-Mg 合金和纯 Cu 经历 ECAP 或大变形之后的晶界弛豫和再结晶; Fan 等^[15]通过内耗测量系统研究了 ECAP 变形之后的纯 Mg 的内耗行为.实验发现,金属样品经历大变形后,在第一个内耗升温测量过程中,均出现了一个非稳定内耗峰,初步分析了该峰的产生与金属的再结晶过程有关.在我们的前期工作中,采用内耗测量获得了纯铝粉末压坯的内耗-温度谱,在升降温过程中各发现了一个内耗峰,初步探讨了内耗峰产生原因^[16],但峰的产生过程、影响因素尚不明确,此外,铝粉末压坯中出现的内耗现象在其他金属粉末压坯中是否具有共性还需进一步研究.本文采用内耗技术系统研究单元系纯 Al, Mg, Cu, Fe 粉末压坯烧结过程的内耗行为,探索粉末压坯烧结过程中微观组织结构的变化,明确材料结构演变动力学过程,确立金属粉末压坯的起始烧结温度、结晶温度等,以期对烧结工艺的优化、产品质量的提升提供各种有用的信息.

2 实验

实验选用的 Al 粉纯度为 99.95% 的球形颗粒,平均颗粒尺寸 20 μm ,由 Aladdin 公司提供; Mg 粉纯度为 99.99%,平均颗粒尺寸 50 μm ,由天津市化学研究所提供; Cu 粉纯度为 99.9%,平均颗粒尺寸为 45 μm ,由 Macklin 公司提供; Fe 粉纯度为 98%,平均颗粒尺寸为 25 μm ,由 Macklin 公司提供.不同尺寸的粉末颗粒由分样筛通过筛分得到,金属粉末压坯通过天津市思创精实科技发展有

限公司生产的单轴压片机压制而成,粉末压坯内耗测量中采用的内耗条尺寸为 65 mm \times 5 mm \times 2 mm.粉末压坯退火在真空管式炉中进行,真空度 10^{-6} Pa,退火温度 50—300 $^{\circ}\text{C}$,获得缺陷密度不同的样品.

通过高温多功能内耗仪 (MFIF-I) 考察金属粉末压坯的内耗 (Q^{-1}) 和相对动力学模量 (RDM).测量方式为强迫振动,频率选用 0.2, 0.5, 1.0, 2.0 和 4.0 Hz,应变振幅 20×10^{-6} .升温速率 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,测量在真空状态下进行,真空度 10^{-2} Pa.采用日本 HIOKI 电阻表 (RM3545) 四探针法测试粉末压坯的电阻-温度谱,样品尺寸 30 mm \times 5 mm \times 2 mm,测试环境为真空,真空度 10^{-5} Pa.

3 结果与讨论

图 1 给出了纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 粉末压坯在第一个循环升温过程中内耗随温度的变化.四种金属粉末压坯的内耗-温度谱中均出现了一个典型的升温内耗峰 (P_1 峰),对应纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 粉末压坯, P_1 峰分别出现在 310 $^{\circ}\text{C}$, 155 $^{\circ}\text{C}$, 214 $^{\circ}\text{C}$ 和 536 $^{\circ}\text{C}$ 附近.峰的低温侧内耗随温度的升高而增加,高温侧随温度升高迅速下降. P_1 峰均具有明显的测量频率依赖性,峰高随测量频率的增加而降低,但峰温与测量频率之间无明显依赖关系. P_1 峰的频率依赖性与相变内耗峰是一致的,而一般认为,相变峰的产生和新相与母相之间的界面或者新相产生过程中围绕基体与新相界面附近发生的弛豫现象有关^[17].

随后的降温测量中,内耗与温度之间的依赖关系如图 2 所示.图中最明显的特征是四种金属粉末压坯的内耗-温度中均出现了一个降温内耗峰 (P_2 峰),但 P_1 峰消失.在测量频率 1 Hz 条件下,对应纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 粉末压坯, P_2 峰温分别出现在 240 $^{\circ}\text{C}$, 127 $^{\circ}\text{C}$, 187 $^{\circ}\text{C}$ 和 427 $^{\circ}\text{C}$ 附近,与相应金属的晶界弛豫内耗峰峰温基本一致^[18]. P_2 峰是个典型的热激活弛豫型内耗峰,峰温随测量频率的增大向高温方向移动,扣除高温背景内耗后,峰高几乎不变,无明显频率依赖性. P_1 峰的消失,也反映了升温过程中材料微观结构发生了变化.

在第一个循环升降温循环测量过程中,粉末压坯的 RDM 与温度之间的依赖关系如图 3 所示.可以发现,升温过程中,对应 P_1 峰所在位置, RDM

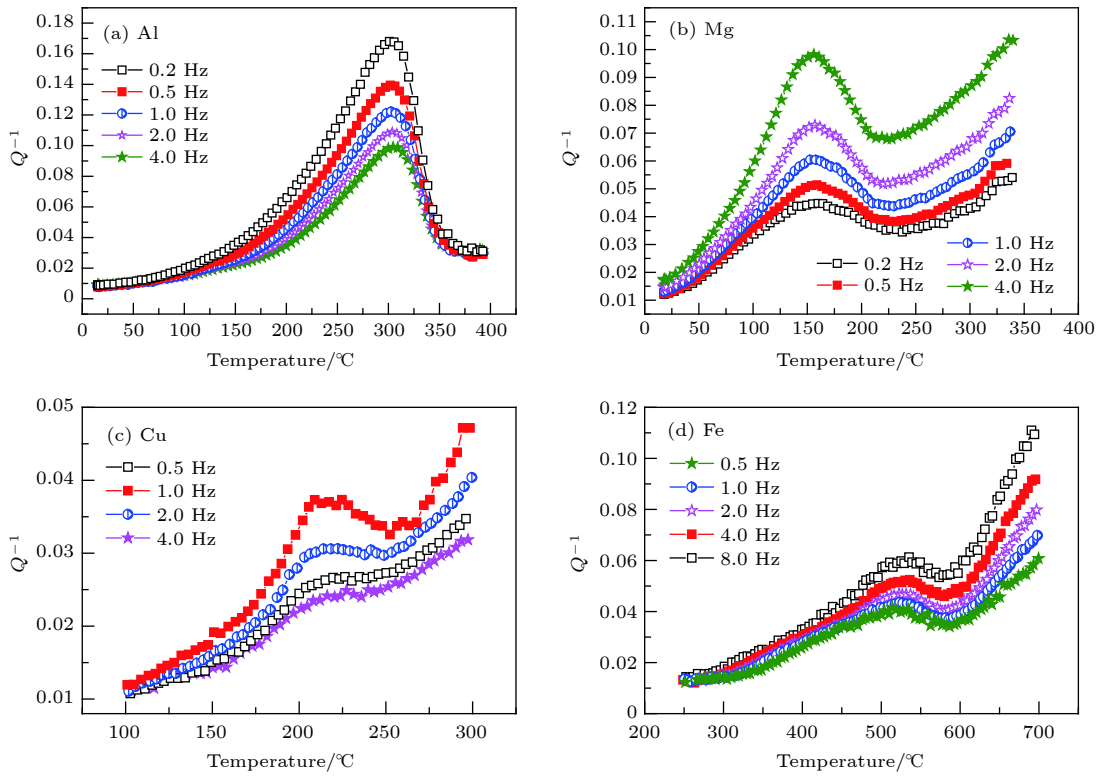


图 1 升温测量过程中内耗-温度谱 (a) Al; (b) Mg; (c) Cu; (d) Fe

Fig. 1. Dependence of internal friction on temperature during heating process for (a) Al, (b) Mg, (c) Cu, (d) Fe.

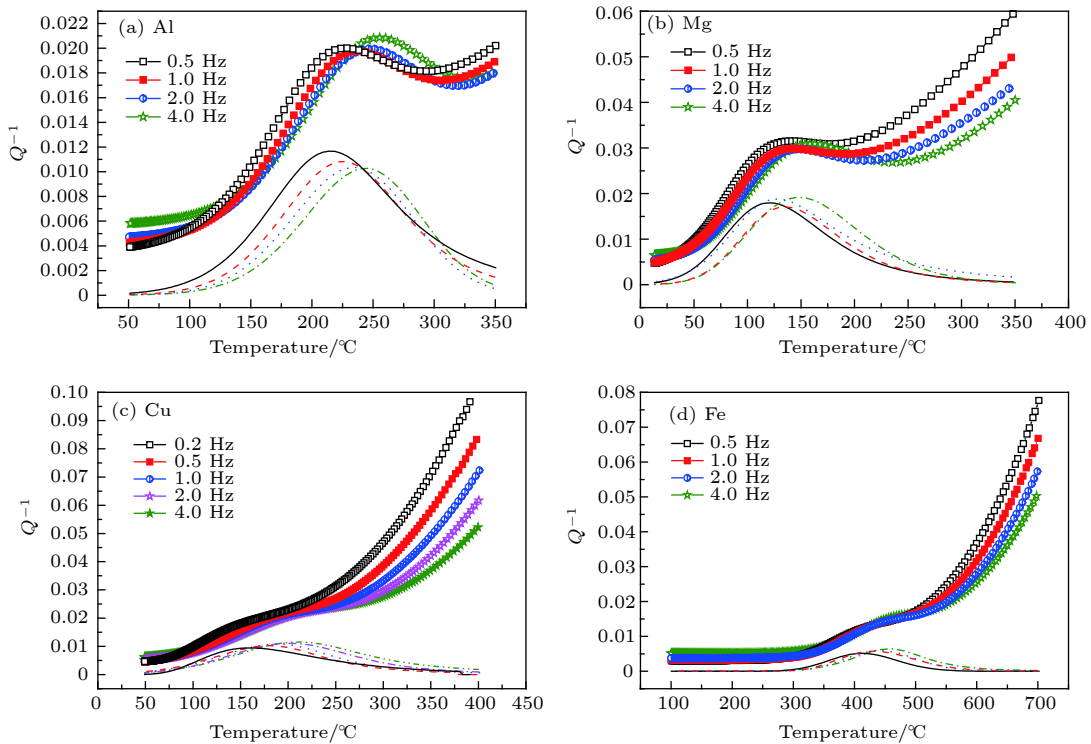


图 2 降温测量过程中内耗-温度谱 (a) Al; (b) Mg; (c) Cu; (d) Fe

Fig. 2. Dependence of internal friction on temperature during cooling process for (a) Al, (b) Mg, (c) Cu, (d) Fe.

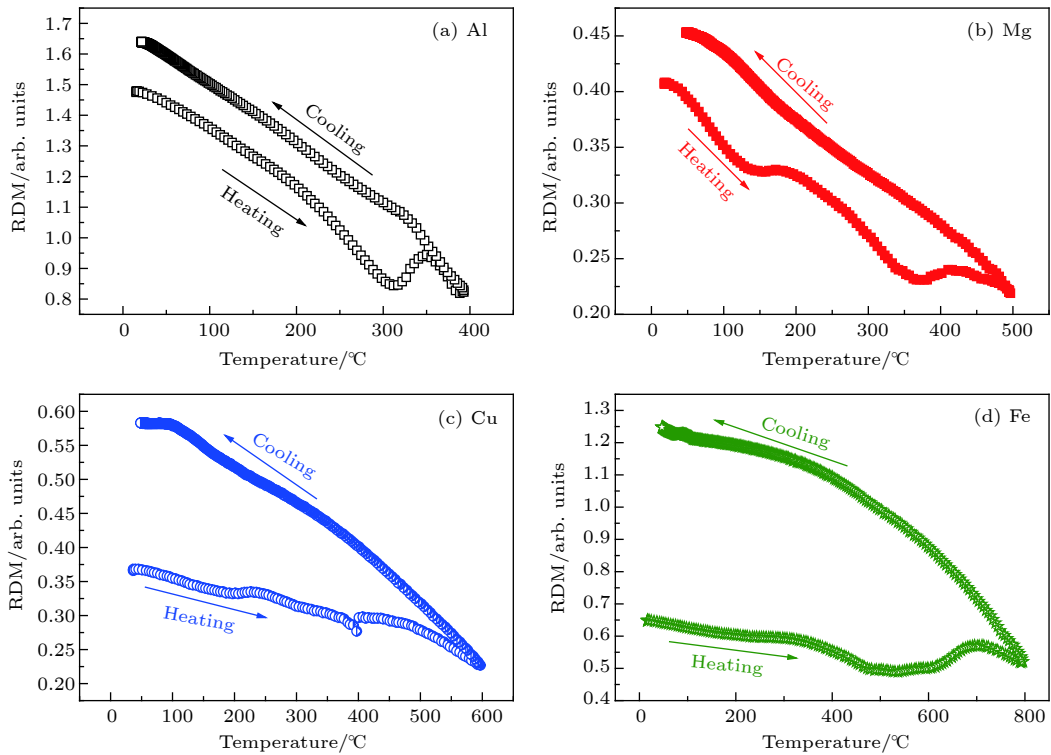


图 3 升降温过程中 RDM-温度谱 (a) Al; (b) Mg; (c) Cu; (d) Fe

Fig. 3. Dependence of internal friction on temperature during heating and subsequent cooling process for (a) Al, (b) Mg, (c) Cu, (d) Fe.

被分为左右两个区域, P_1 峰温左侧, RDM 随温度的升高而降低, P_1 峰温右侧, RDM 随温度升高迅速增加, 表明材料在 P_1 峰所在温度, 材料结构发生了变化, 力学性能得到提高. 降温测量中, RDM 随温度的降低单调升高, 符合材料 RDM 随温度变化的一般规律, 表明了降温过程中材料结构的稳定性.

为了进一步考察材料升降温过程中材料结构变化规律, 考察了 Cu 和 Fe 粉末压坯在第一个升降温过程中电阻随温度的变化规律, 结果如图 4 所示. 其中 R 表示实测电阻, R_{\max} 代表最大电阻. 可以发现, 在升温内耗峰 P_1 峰出现的温度附近, 电阻均有明显的下降. Cu 粉末压坯, 在内耗峰 P_1 峰温 214 °C 处, R/R_{\max} 为 0.95, 但 Cu 经历大形变后, 随温度的升高一般还会经历二次再结晶, 甚至三次再结晶^[19], 导致电阻进一步降低, 直至结晶完成. Fe 粉末压坯, 内耗峰出现在 536 °C, 对应的 R/R_{\max} 为 10^{-4} . 这些表明升温内耗峰 P_1 峰出现的温度附近, 材料结构发生了变化. 在单元系粉末烧结过程中, 存在最低的起始烧结温度, 即烧结体的某种物理或力学性质出现明显变化的温度, 结合图 3 和图 4, 可以考虑采用 P_1 峰的峰温来表征单

元系粉末压坯烧结的起始温度.

图 5 给出了循环次数对 Al 粉末压坯 P_1 峰和 P_2 峰的影响. 从图 5 可以发现, P_1 峰只出现在第一个循环的升温测量中, 降温测量以及后续的循环测量中 P_1 峰消失, 表明该峰是个不稳定内耗峰, 材料结构的转变是不可逆的. P_2 峰出现在第一个循环降温测量和后续的循环测量过程中, 表明了该峰是个稳定内耗峰以及升温测量后材料结构的稳定性.

纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 四种金属粉末压坯, 在第一个循环内耗测量中, 具有相似的内耗现象, 即升温过程中出现了 P_1 峰, 降温过程中出现了 P_2 峰, P_1 峰消失, 充分反映了 P_1 峰的出现伴随的材料结构转变是 P_2 峰产生的原因, P_1 峰和 P_2 峰具有不同的频率依赖性, 也表明两个内耗峰具有不同的物理机制.

粉末压坯在压制成型过程中, 通过颗粒之间的位移和变形而相互楔住和钩连, 形成颗粒之间的机械啮合, 颗粒之间形成机械结合界面. 但相对于颗粒之间冶金结合之间的原子引力, 机械啮合力远小于原子力, 颗粒之间的界面处于弱结合状态, 属于弱结合界面. 粉末颗粒粒径越小, 弱结合界面面积

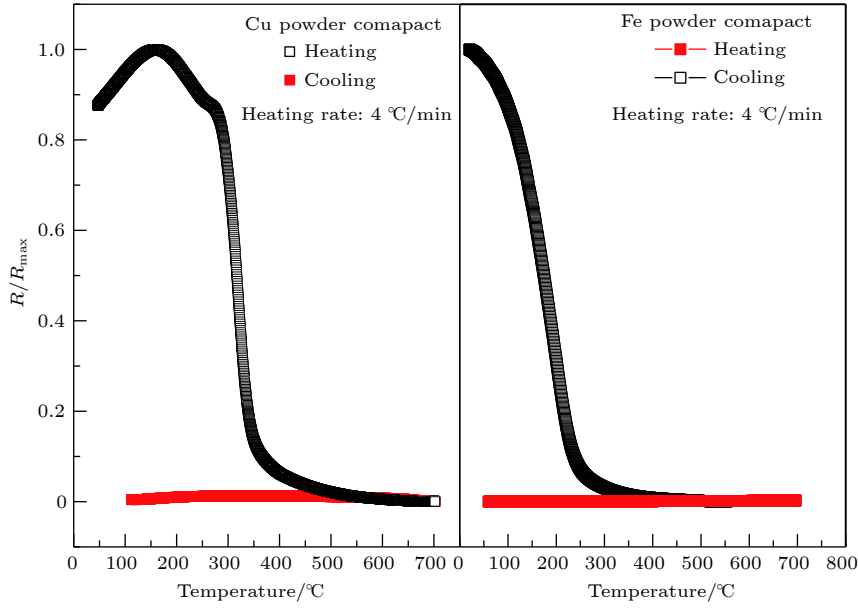


图 4 Cu 和 Fe 粉末压坯的归一化电阻-温度谱

Fig. 4. Dependence of normalized resistance on temperature for the Cu and Fe powder compact.

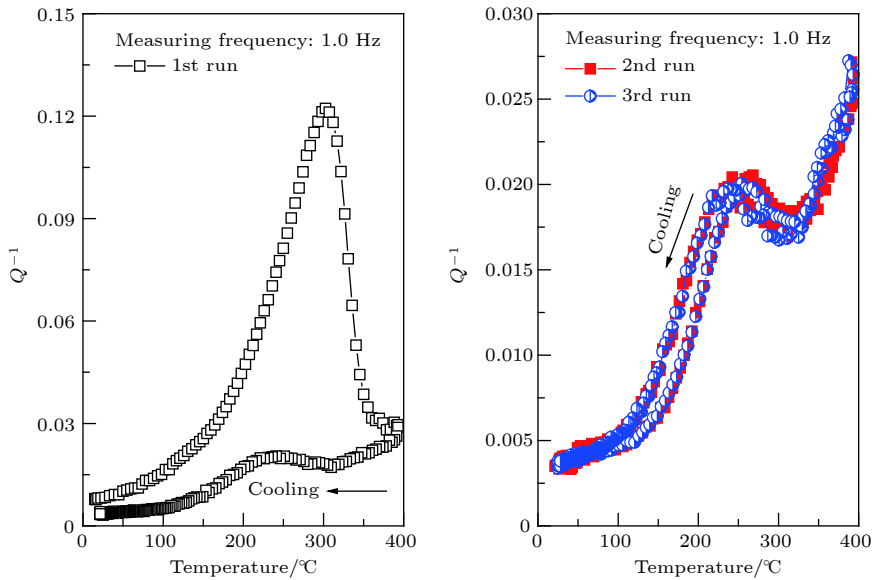


图 5 循环测量对 Al 粉末压坯 P₁ 峰的影响

Fig. 5. Influence of cycle times on P₁ peak for the Al powder compact.

越大, 滑移过程中, 能量耗散越大, 内耗增高. 这与图 6(a) 给出的颗粒粒径对 Al 粉末压坯 P₁ 峰的影响是一致的, 图 6(b) 给出了成型压力对 Al 粉末压坯 P₁ 峰的影响. 可以发现, 随压制压力的增大 P₁ 峰降低. 粉末压坯压制压力越大, 界面结合强度增大, 弱结合界面之间的滑移变得困难, 有效滑移距离变小, 通过摩擦耗能产生的内耗降低. 内耗升温测量过程中, 随温度的升高, 一方面背景内耗逐渐增加, 另一方面, 弱结合界面黏滞系数变小, 颗

粒间的微滑移变得容易, 可动性增加, 滑移距离增大, 内耗逐渐增加, 直至 P₁ 峰所在位置, 材料发生结构性转变, 内耗迅速减低. 所以, 颗粒间弱结合界面的面积和微滑移的可动性是影响升温峰 P₁ 峰的主要因素.

既然 P₂ 峰是个热激活弛豫型内耗峰, 它的激活能可作为判定其物理机制的重要依据. 根据 Arrhenius 方程^[20]

$$\tau = \tau_0 \exp(H/k_B T), \quad (1)$$

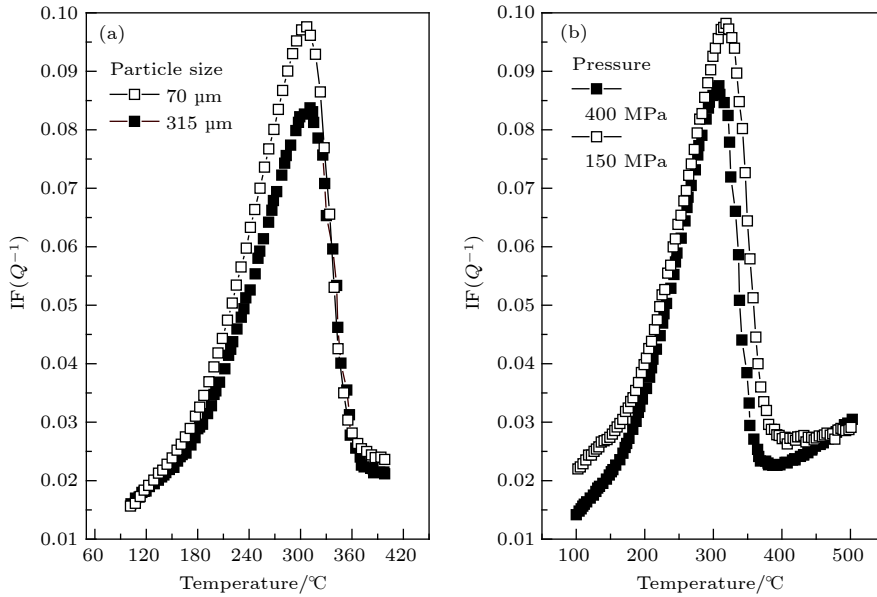


图 6 颗粒粒径和压制压力对铝粉末压坯 P₁ 峰的影响 (a) 粒径; (b) 压力

Fig. 6. Dependence of particle size and compressing pressure on internal friction for the Al powder compact: (a) Particle size; (b) pressure.

其中 τ 表示弛豫时间, τ_0 代表指数前因子, H 代表弛豫过程的激活能, k_B 为玻尔兹曼常数. 在峰温位置, 满足 $\omega\tau = 1$, ω 为角频率且 $\omega = 2\pi f$. 依据频率与峰温的依赖关系, 可得出 $\ln(\omega)$ 与 $1000/T_p$ 之间关系曲线, 如图 7 所示. P₂ 峰的激活能可通过直线的斜率给出, 对应纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 粉末压坯, 激活能分别是 1.73, 1.25, 1.28 和 2.04 eV. 该激活能与纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 的晶界弛豫激活能基本一致 [18], 同时 P₂ 峰的位置与四种金属的晶界内耗峰位置也基本一致, 可以判定 P₂ 峰属于晶界弛豫内耗峰. 内耗升温测量过程中, 颗粒表面自由能逐渐降低, 原子振动的振幅加大, 发生扩散, 弱结合界面上有更多的原子进入原子作用力的范围, 使原来的颗粒界面形成晶界面, 粉末颗粒合金化, 颗粒间的机械结合转化为冶金结合, 相比表面能, 晶界具有更低的能量. 所以, 降温过程中 P₁ 峰的产生, 也标志着单元系粉末压坯结晶化过程中晶界的形成.

金属粉末压坯在压制成型过程中, 颗粒发生了剧烈形变, 粉末压坯处于大变形状态, 具有较高的空位、位错等缺陷密度, 高密度缺陷可一定程度上增加升温过程中的背景内耗. Hao 等 [12] 在 ECAP 变形处理后的 T9 钢和 Fe-18Cr 合金中也发现了

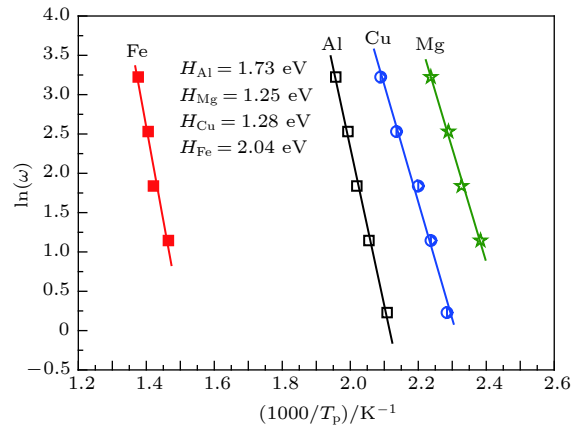


图 7 P₂ 峰的 Arrhenius 关系

Fig. 7. Arrhenius relation corresponding to P₂ peak.

与 P₁ 峰相似的内耗现象, 并把该峰的物理机制归结为两个物理过程, 峰的低温侧与位错的回复有关, 高温侧与再结晶过程有关. Fan 等 [15,21] 在 ECAP 变形处理后的纯 Mg 中也发现了类似 P₁ 峰的内耗峰, 分析认为, 该峰与再结晶过程中不可逆的结构转变有关, 结构转变伴随着大量晶体缺陷的运动, 如位错密度的降低和晶粒的生长, 并把该峰称之为“贗峰”. Golovin 等 [13,14,22] 在大变形的 Al-Mg 合金以及 ECAP 变形处理的纯铜中均发现了与 P₁ 峰类似的内耗峰, 并描述了该峰产生的过程. 大变形或 ECAP 处理后的材料, 相比退火态, 具有更高的位错密度, 在低温测量过程中, 具有更高的背景内耗, 所以内耗随温度上升, 上升到一临界温

度,再结晶过程发生,内耗开始下降,并随晶粒体积分数的增大和位错密度的降低进一步降低.该峰出现的温度反映了一个不可逆转变过程的开始,材料结构发生变化,由于该峰是个不稳定的内耗峰,明显区别于传统稳定的内耗峰,也把该峰称为“赝峰”.

区别于大型变形 ECAP 金属,金属粉末压坯内除存在高密度空位和位错外,还存在大量的弱结合界面,为了评估两种缺陷对 P_1 峰的影响,对 Al 粉末压坯进行了退火处理,并保温 2 h,以获得缺陷密度不同的样品.图 8 给出了第一个循环升温测量中,退火温度对 P_1 峰的影响.从图 8 可以发现,低温退火阶段,室温至 250 °C, P_1 峰无明显变化,高温退火阶段,退火温度 280—300 °C, P_1 峰显著降低,尤其在退火温度为 300 °C 时,甚至同时出现了 P_1 峰和 P_2 峰.这些内耗现象表明,低温退火尽管可改变位错等缺陷密度,但对 P_1 峰无显著影响,只有在 P_1 峰温度附近退火,由于结晶化的开始,弱结合界面逐渐转化为晶界,才对 P_1 峰有显著影响,迅速降低或者消失.所以,弱结合界面的微滑移对 P_1 峰低温侧内耗的贡献是主要的.

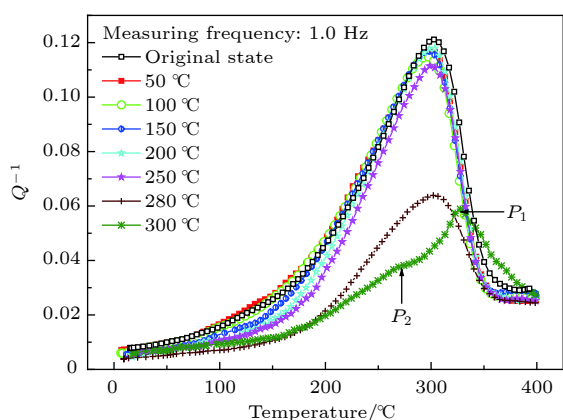


图 8 退火温度对铝粉末压坯 P_1 峰的影响

Fig. 8. Influence of annealing temperature on P_1 peak for the Al powder compact.

4 结 论

采用内耗技术及分析测试原理,系统研究了纯 Al、纯 Mg、纯 Cu 和纯 Fe 粉末压坯在烧结过程中的内耗行为.在第一个循环升降温内耗测试中各发现了一个内耗峰.降温峰是个典型的热激活弛豫型稳定内耗峰,与晶界的黏滞性滑移有关.升温峰是一个非稳定内耗峰,仅出现在第一个循环的升温

测量过程中.在升温峰出现的温度附近,相对动力学模量和电阻均有明显下降,表明了粉末压坯在峰温附近发生了微观结构的转变,相应峰温可考虑作为单元系粉末烧结的起始温度.升温峰具有明显的颗粒粒径和成型压力依赖性,升温峰低温侧与粉末压坯颗粒间弱结合界面的微滑移有关,随颗粒间弱结合界面面积和可动性的增大,内耗随温度逐渐增加,直到峰温所在的临界温度,颗粒间弱结合界面转化为晶界,滑移变得困难,内耗迅速降低,导致升温峰高温侧内耗迅速下降.升温峰的出现亦可作为粉末颗粒合金化和晶界形成的标志.因此,内耗谱可获得金属粉末压坯烧结过程中结构变化的动态信息,为烧结工艺的准确选择提供依据.

参考文献

- [1] Goetzel C G 1949 *Treatise on Powder Metallurgy* (New York: Interscience Publishing) p156
- [2] Kingston W E 1951 *The Physics of Powder Metallurgy* (New York: McGraw-Hill Book Co., Inc.) p21
- [3] Huang P Y 2011 *Powder Metallurgy Principle* (Beijing: Metallurgical Industry Press) p288 (in Chinese) [黄培云 2011 粉末冶金原理 (北京:冶金工业出版社) 第288页]
- [4] Krause R, Schatt W, Vetter B, Polity A 1990 *Cryst. Res. Technol.* **25** 819
- [5] Hübner C G, Staab T, Leipner H S 1995 *Status Solidi A* **150** 653
- [6] Wakai F, Nikolic Z S 2011 *Acta Mater.* **59** 774
- [7] Fang Q F, Jin X J 2014 *Basic Principle and Application of Internal Friction and Mechanical Spectrum* (Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press) p1 (in Chinese) [方前锋, 金学军 2014 内耗与力学谱基本原理及其应用 (上海:上海交通大学出版社) 第1页]
- [8] Wang Q Z, Lu D M, Cui C X, Han F S 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 7083 (in Chinese) [王清周, 陆冬梅, 崔春翔, 韩福生 2008 物理学报 **57** 7083]
- [9] Wu X Y, Xiong X M, Zhang J X 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 014601 (in Chinese) [吴筱毅, 熊小敏, 张进修 2012 物理学报 **61** 014601]
- [10] He Q, Yang C L, Wu X S, Chen Z J, Chen C S, Liu W 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 7979 (in Chinese) [何庆, 杨春利, 吴修胜, 陈志军, 陈初升, 刘卫 2010 物理学报 **59** 7979]
- [11] Xia Y, Wang X P, Gao Y X, Hu J, Zhuang Z, Guo L J, Fang Q F, Liu C S 2014 *Chin. Phys. Lett.* **31** 016201
- [12] Hao T, Tang H Y, Jiang W B, Wang X P, Fang Q F 2015 *Arch. Metall. Mater.* **60** 2101
- [13] Golovin I S, Mikhailovskaya A V, Ryazantseva M A, Geptin A, Solonin A N 2011 *Phys. Met. Metallog.* **112** 622
- [14] Golovin I S 2010 *Phys. Met. Metallog.* **110** 405
- [15] Fan G D, Zheng M Y, Hu X S, Xu C, Wu K, Golovin I S 2012 *Mat. Sci. Eng. A* **556** 588
- [16] Hao G L, Wang X F, Li X Y 2015 *Chin. Phys. Lett.* **32** 026103
- [17] Feng D 1999 *Metal Physics* (Vol. 3) (Beijing: Science Press) (in Chinese) [冯端 1999 金属物理学 (第三卷) (北京:科学出版社) 第94页]

- [18] Kè T S 2000 *Theoretical Basis of Solid Internal Friction* pp103, 104 (Beijing: Science Press) (in Chinese) [葛庭燧 2000 固体内耗理论基础 (北京: 科学出版社) 第103, 104页]
- [19] Hao T, Tang H Y, Jiang W B, Fang Q F 2015 *Collection in 11th National Symposium on Solid Internal Friction and Mechanical Spectrum and Its Application* Yan'an, China, August 2015 pp16–19 (in Chinese) [郝汀, 唐海银, 蒋卫斌, 方前锋 2015 第十一届全国内耗与力学谱及其应用学术会议, 延安, 中国 2015年8月 第16—19页]
- [20] Nowick A S, Berry B S 1972 *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids* (New York and London: Academic Press) p58
- [21] Fan G D, Zheng M Y, Hu X S, Xu C, Wu K, Golovin I S 2013 *J. Alloy. Compd.* **549** 38
- [22] Gunderov D V, Polyakov A V, Sitdikov V D, Churakova A A, Golovin I S 2013 *Phys. Met. Metallog.* **114** 1078

Internal friction characteristics of compacted billet of metal powder in sintering process*

Hao Gang-Ling[†] Xu Qiao-Ping Li Xian-Yu Wang Wei-Guo

(College of Physics and Electronic Information, Yan'an University, Yan'an 716000)

(Received 6 January 2019; revised manuscript received 27 February 2019)

Abstract

Sintering plays a decisive role to determine final product quality in the powder metallurgy process. Understanding the law of structure and defects as well as determining the initial sintering temperature and crystallization temperature will prove clear information to determine favorable sintering technology for the powder compacted billet. In this paper, the internal friction characteristics in the sintering process for powder compact billet, pure Al, Mg, Cu, Fe are systematically studied in terms of internal friction technology. Two internal friction peaks, named heating peak and cooling peak are respectively found in the first run. The cooling peak is a stable relaxational internal friction peak. It is concluded that the peak is associated with the viscous sliding of grain boundary based on the activation energy and peak temperature location. The heating peak is an unstable internal friction peak corresponding to the decline of resistance and relative dynamic modulus, the peak temperature being considered as an initial sintering temperature due to the great change of material performance. Furthermore, the heating peak is dependent on powder particle size and compressing pressure, which increases with the decrease of particle size or compressing pressure. The dependence can be understood according to the increase of weak bonding interface and activated slipping distance between powder particles. The internal friction of the powder compacted billet in the heating process gradually increases with the temperature increasing, which is mainly due to the micro sliding of the weak bonding interface, but the enhancing trend stops and internal friction rapidly declines when the temperature approaches to the peak location due to the transition of weak bonding interface to grain boundary, as a result, leading to the formation of the heating peak. The occurrence of therising temperature peak indicates the formation of grain boundary between powder particles in the sintering process of powder compacted billet. Correspondingly, the peak temperature can be used as a crystallization temperature.

Keywords: internal friction, metal powder compact, sintering, grain boundary

PACS: 61.72.Hh, 81.10.Jt, 81.20.Ev, 61.72.Mm

DOI: 10.7498/aps.68.20190031

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51661032, 51301150), the Special Program of Youth New-star of Science and Technology of Shaanxi Province, China (Grant No. 2013KJXX-11), and the Industrial Research Program of Yan'an Science and Technology Department, China (Grant No. 2016KG-02).

[†] Corresponding author. E-mail: glhao@issp.ac.cn