(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106238732 A
(43)申请公布日 2016.12.21

(21)申请号 201610749155.4

(22)申请日 2016.08.30

(71)申请人 浙江晨华科技有限公司
地址 313000 浙江省湖州市吴兴区八里店家田路66号

(72)发明人 孙矿 徐炜

(74)专利代理机构 重庆中之信知识产权代理事务所(普通合伙) 50213
代理人 林祖锋

(51)Int.Cl.
B22F 3/14(2006.01)
B22F 3/105(2006.01)

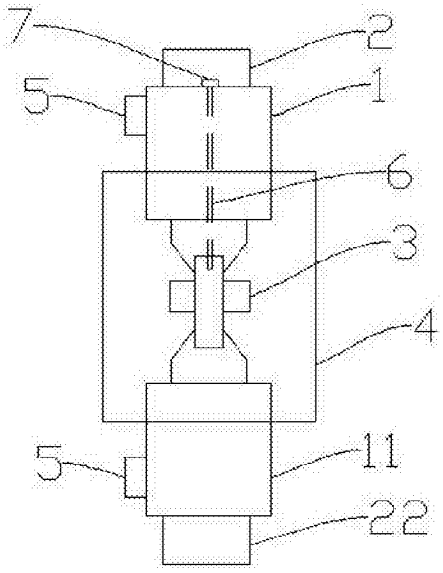
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种放电等离子烧结系统

(57)摘要

本发明公开了一种放电等离子烧结系统，包括烧结炉和与之相连接的控制系统，所述控制系统包括位移/压力控制系统、气氛控制系统、真空控制系统和温度控制系统，所述烧结炉包括加压装置和脉冲电流发生器，所述加压装置包括对应设置的上压头与下压头、分别设置在上压头与下压头的上下两侧的上电极与下电极、设置在上压头与下压头之间的烧结模具、以及设置在烧结模具外侧的水冷真空室，所述脉冲电流发生器与上电极和下电极相连接。本发明成型效果好，成型过程调控精准，产品质量大大提高。



CN 106238732 A

1.一种放电等离子烧结系统，包括烧结炉和与之相连接的控制系统，其特征在于：

所述控制系统包括位移/压力控制系统、气氛控制系统、真空控制系统和温度控制系统；

所述烧结炉包括加压装置和脉冲电流发生器，所述加压装置包括对应设置的上压头与下压头、分别设置在上压头与下压头的上下两侧的上电极与下电极、设置在上压头与下压头之间的烧结模具、以及设置在烧结模具外侧的水冷真空室，所述脉冲电流发生器与上电极和下电极相连接。

2.根据权利要求1所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述加压装置上设置有脉冲压力控制器。

3.根据权利要求2所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述脉冲压力控制器发出的脉冲压力大小为0～200kN，频率为0～100Hz，所述脉冲压力控制器与驱动上压头或者下压头的驱动元件相连接。

4.根据权利要求2所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述脉冲压力控制器发出的脉冲电流大小为0～10000A，频率为0～500Hz，所述脉冲压力控制器与驱动上压头和下压头的驱动元件相连接。

5.根据权利要求1所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述位移控制系统包括依次相连接的传感器、采集卡、上位机、PLC控制系统和伺服阀，所述伺服阀用以控制上压头和下压头。

6.根据权利要求2所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述温度控制系统包括依次连接的温度传感器、PLC控制系统和脉冲电流发生器。

7.根据权利要求2所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述上压头端部设置有一个通孔，所述通孔的开口处设置有温度传感器，所述通孔延伸至烧结模具内部。

8.根据权利要求5所述一种放电等离子烧结系统，其特征在于，所述传感器包括力传感器与位移传感器，所述力传感器设置在下压头处，所述位移传感器设置在上压头处。

9.一种采用上述放电等离子烧结系统的烧结方法，其特征在于，包括以下步骤：

(1)将粉末体置入烧结模具中，对腔体抽真空至5Pa，对模具施加压力，压力大小为6～10kN，稳压1min，施加脉电流，电流大小为600～1000A，产生等离子体，对颗粒表面进行活化，温度稳定在1100～1300℃；

(2)继续施加压力，采用脉冲式的加压方式，压力在10～20kN，频率控制在10Hz，施加脉电流，电流大小为1000～1500A，加热温度至1300～1800℃；

(3)继续施加压力，采用加压方式，压力在20～25kN，频率控制在30Hz，施加脉电流，电流大小为1500～3000A，加热温度至1800～2200℃；

(4)保持温度在1800～2200℃之间，保持时间在5～10min，同时停止施加脉冲电流与压力，待模具降至室温后取出。

10.一种适用于上述放电等离子烧结系统的气氛控制系统，其特征在于，包括进气控制系统和排气控制系统；

所述进气控制系统包括一条快充气线路和一条慢充气线路，所述快充气线路包括快充阀和流量计，所述慢充气线路包括慢充阀和流量计，所述快充气线路的流速在3～30L/mim，所述慢充气线路的流速在1～10L/min；

所述排气控制系统包括依次连接的气氛压力传感器、真空计、排气阀、手动放气阀和调节阀，所述调节阀可以改变阀口的大小，控制电流范围在4～20mA之间，所述调节阀后连接有过滤器和旋片式直连泵。

一种放电等离子烧结系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种放电等离子烧结系统。

背景技术

[0002] 放电等离子烧结(Spark Plasma Sintering,简称SPS)工艺是将金属等粉末装入石墨等材质制成的模具内,利用上、下模冲及通电电极将特定烧结电源和压制压力施加于烧结粉末,经放电活化、热塑变形和冷却完成制取高性能材料的一种新的粉末冶金烧结技术,放电等离子烧结具有在加压过程中烧结的特点,脉冲电流产生的等离子体及烧结过程中的加压有利于降低粉末的烧结温度,放电等离子烧结法(SP法)通过在压粉坯粉粒间隙送入脉冲电能,将火花放电瞬时发生的高温等离子(放电等离子) 的高热能有效地应用于热扩散和电场扩散等,在由低温升温到 2000℃以上的超高温下,保温大约在5至20min左右的短时间内即可完成“烧结”或“烧结接合”,是新材料合成加工的新技术,这一新技术不同于传统的“放电烧结法”,所适用的材料种类非常多而且广泛,可用来合成包括纤维/颗粒复合材料、梯度功能材料、异种材料接合在内的复合材料,以及包括非晶态合金、磁性材料、金属间化合物、硬质合金在内的金属材料,也可能用于多孔材料的结构控制,应用前景十分广泛。

[0003] 国内开展SPS技术的研究较晚,最近几年才开展了SPS技术的研究工作,主要通过引进较为先进的SPS设备来进行烧结实验,以此对SPS技术进行了解和改进,因此需要利用SPS进行生产的厂家只能购置进口的设备或者较为落后的设备进行生产,产品质量受限同时成本过高。

[0004] 同时国内现有的SPS技术较为简陋,通常为施加固定压力,然后利用脉冲电流加温至指定温度,然后保温一段时间,随炉冷却后完成烧结,例如在专利名称为一种利用放电等离子烧结制备钛铌锆锡生物医用钛合金的方法,专利号为CN201110293139.6的发明专利中,提到了“将混好的金属粉末装入柱形石墨模具中,再置入放电等离子烧结炉中,并通过石墨模具两端的冲头施加10 ～ 40 MPa 的轴向压力,系统抽真空至2～6Pa后进行烧结,以50 ～ 100℃ /min的升温速度,加热至 950 ～ 1100℃的烧结温度,保温 5 ～ 10 min,然后随炉自然冷却至室温,退模即得到钛铌锆锡生物医用钛合金材料。”

以及,在专利名称为高热导率、高强度氮化硅陶瓷制造方法,专利号CN200410037963.5的发明专利中,公开了“具体工艺是:在氮化硅粉体中添加2～10wt%的稀土化合物和0～6wt%低温烧结助剂,经过球磨、烘干、粉碎、过筛工序,得到混合均匀的复合粉体后,将该混合粉体装填入放电等离子烧结装置的石墨模具之中,抽真空后进行放电等离子烧结,加热速度为1～10K/s,加热温度为1500～1800℃,保温时间为2～10分钟,获得致密的氮化硅陶瓷,然后,再将该陶瓷在氮气气氛加热到1500～2000℃,保温时间为30分钟至5小时进行高温加热处理,获得高热导率、高强度氮化硅陶瓷。”

上述产品的制造方法中,都采用了SPS技术进行烧结制造,但是采用的SPS系统十分简单,在生产过程中,由于采用恒压的压模,粉末颗粒在加热过程中产热膨胀,恒压的过程难

以保证成型的质量，产品在内部容易出现松散、甚至出现裂纹的现象，产品质量难以满足现有市场的要求。

[0005] 在SPS烧结炉中，温度的测量和调控是其中至关重要的一环，温度的测量要求准确，误差需要控制在一定范围内，现有的烧结炉均采用侧部测温的方式，但是侧部测温的阻隔较大，侧部零件较厚，使得温度的传导存在延迟，温度滞后严重，难以及时做出反应导致控温效果较差，且产品一致性难以得到有效控制。

发明内容

[0006] 在上述背景的基础下，本发明提供了一种产品质量好，生产过程精密，成型效果好的放电等离子烧结系统。

[0007] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的：

一种放电等离子烧结系统，包括烧结炉和与之相连接的控制系统，所述控制系统包括位移/压力控制系统、气氛控制系统、真空控制系统和温度控制系统；所述烧结炉包括加压装置和脉冲电流发生器，所述加压装置包括对应设置的上压头与下压头、分别设置在上压头与下压头的上下两侧的上电极与下电极、设置在上压头与下压头之间的烧结模具、以及设置在烧结模具外侧的水冷真空室，所述脉冲电流发生器与上电极和下电极相连接。

[0008] 优选地，所述加压装置上设置有脉冲压力控制器。

[0009] 优选地，所述脉冲压力控制器发出的脉冲压力大小为0～200kN，频率为0～100Hz，所述脉冲压力控制器与驱动上压头或者下压头的驱动元件相连接。

[0010] 优选地，所述脉冲压力控制器发出的脉冲电流大小为0～10000A，频率为0～500Hz，所述脉冲压力控制器与驱动上压头或下压头的驱动元件相连接。

[0011] 优选地，所述位移控制系统包括依次相连接的传感器、采集卡、上位机、PLC控制系统和伺服阀，所述伺服阀用以控制上压头和下压头。

[0012] 优选地，所述传感器包括力传感器与位移传感器，所述力传感器设置在下压头处，所述位移传感器设置在上压头处。

[0013] 优选地，所述温度控制系统包括依次连接的温度传感器、PLC控制系统和脉冲电流发生器。

[0014] 优选地，所述上压头端部设置有一个通孔，所述通孔的开口处设置有温度传感器，所述通孔延伸至烧结模具内部。

[0015] 本发明还提供了一种采用上述放电等离子烧结系统的烧结方法，包括以下步骤：

(1)将粉末体置入烧结模具中，对腔体抽真空至5Pa，对模具施加压力，压力大小为6～10kN，稳压1min，施加脉电流，电流大小为600～1000A，产生等离子体，对颗粒表面进行活化，温度稳定在1100～1300℃；

(2)继续施加压力，采用脉冲式的加压方式，压力在10～20kN，频率控制在10Hz，施加脉电流，电流大小为1000～1500A，加热温度至1300～1800℃；

(3)继续施加压力，采用加压方式，压力在20～25kN，频率控制在30Hz，施加脉电流，电流大小为1500～3000A，加热温度至1800～2200℃；

(4)保持温度在1800～2200℃之间，保持时间在5～10min，同时停止施加脉冲电流与压力，待模具降至室温后取出。

[0016] 本发明还提供了一种适用于上述放电等离子烧结系统的气氛控制系统，所述气氛控制系统包括进气控制系统和排气控制系统；

所述进气控制系统包括一条快充气线路和一条慢充气线路，所述快充气线路包括快充阀和流量计，所述慢充气线路包括慢充阀和流量计，所述快充气线路的流速在3~30L/mim，所述慢充气线路的流速在1~10L/min。

[0017] 所述排气控制系统包括依次连接的气氛压力传感器、真空计、排气阀、手动放气阀和调节阀，所述调节阀可以改变阀口的大小，调控电流范围在4～20mA之间，所述调节阀后连接有过滤器和直连泵。

[0018] 本发明与现有技术相比，具有如下优点：

本发明提供的放电等离子烧结系统，通过多年的研究和不断的调整，设计出了一个成型效果好、成型效率高、测量和控制精度高的烧结系统，利用脉冲能、放电脉冲压力和焦耳热产生的瞬时高温场来实现烧结过程，对于制备优质高效、低耗低成本的材料具有重要意义，在纳米材料、功能材料、复合材料等的制备中显示了极大的优越性，适用于硬质金属、特种陶瓷、纳米 材料、非晶块材、复合材料、功能梯度材料等一系列新型材料的制备，在烧结过程中，当烧结料处于粉末状态时，其表面能大，结构缺陷多，处于活性状态的原子也多，它们力图把本身的能量降低，当压坯被加热到高温时，为粉末原子所贮存的能量释放创造了有利条件，由此引起粉末物质的迁移，使粉末体的接触面积增大，导致孔隙减小，密度增高，强度增加，形成烧结体，烧结过程可分为烧结初期、烧结中期和烧结后期。烧结初期指的是颗粒之间形成接触和烧结颈长大阶段；烧结中期包括了连通孔洞闭合、孔洞圆滑、孔洞收缩和致密化阶段；烧结后期是指孔洞粗化和晶粒长大阶段，由于放电等离子烧结技术在承压导电模具上加上可控脉冲电流，使粉体能够快速通过低温区直接进入高温区，使烧结过程中的每个阶段在很短的时间内完成，实现粉体的快速烧结。

[0019] 同时该烧结系统包括加压系统和控制系统，该加压系统与现有的加压系统存在较大的不同，在加压装置上增加了脉冲压力控制器，利用脉冲压力控制器控制与加压装置相连接的驱动装置如液压缸等，实现加压装置的反复的间断式加压，利用位移控制系统，配合模具内粉体的膨胀过程，反复调整加压的压力和距离，以此来实现粉体更好的成型效果，内部结构更为细密和紧实，产品组织更为细小均匀，极大地降低了次品率。

[0020] 另外，该烧结系统中的温度检测由侧部测温改进为顶部测温，在加压装置的顶部开有通孔，在通孔顶部设置红外温度传感器，通孔一直延伸至烧结模具的内部，测温直接深入烧结处，准确度大大提高，利于系统做出较为准确的控制。

[0021] 本发明还提供了一种采用该放电等离子烧结系统的烧结方法，将单一的烧结过程改进为主要包括四个步骤的烧结过程，成型效果更好，内部结构更为细密，适用范围较广，适用于多种产品的生产成型。

[0022] 本发明还提供了一种适用于该放电等离子烧结系统的气氛控制系统，包括排气控制系统和进气控制系统，排气控制系统包括依次连接的气氛压力传感器、真空计、排气阀、手动放气阀和调节阀，所述调节阀可以改变阀口的大小，保证排气的正常进行，同时进气控制系统中包括慢充气通道和快充气通道，根据具体的需求可以选用不同充气速度的通道，保证充气过程的稳定，以及与排气过程的配合。

附图说明

[0023] 图1是本发明中加压装置的示意图。

具体实施方式

[0024] 下面结合附图对本发明实施例中的技术方案进行说明：

参考附图1，一种放电等离子烧结系统，包括烧结炉和与之相连接的控制系统，所述控制系统包括压力/位移控制系统、气氛控制系统、真空控制系统和温度控制系统；所述烧结炉包括加压装置和脉冲电流发生器，所述加压装置包括对应设置的上压头1与下压头11、分别设置在上压头1与下压头11的上下两侧的上电极2与下电极22、设置在上压头1与下压头11之间的烧结模具3、以及设置在烧结模具3外侧的水冷真空室4，所述脉冲电流发生器与上电极2和下电极22相连接，上电极2与上压头1相连接，下电极22与下压头11相连接，利用由压头流出的直流脉冲电流分成几个流向，经过烧结模具的电流，产生大量焦耳热，再经过烧结模具内粉体的电流，诱发粉末颗粒间产生放电，激发等离子体，随着等离子体密度不断增大，高速反向运动的粒子流对颗粒表面产生较大冲击力，使其吸附的气体逸散或氧化膜破碎，从而使表面得到净化和活化，有利于烧结。同时放电也会瞬时产生高达几千度至几万度的局部高温，在晶粒表面引起蒸发和熔化，并在晶粒的接触点形成“烧结颈”，由于是局部发热，热量立即从发热中心传递到晶粒表面和向四周扩散，因此所形成的烧结颈快速冷却，使得颈部的蒸气压低于其它部位，气相物质凝聚在颈部而达成物质的蒸发—凝固传递。通过重复施加开关电压，放电点(局部高温)在压实颗粒间移动而布满整个样品，使得样品均匀地发热和节约能源，在SPS过程中，晶粒受脉冲电流加热和压力的作用，体扩散、晶界扩散都得到加强，加速了烧结致密化的过程。

[0025] 特别的，在所述加压装置上设置有脉冲压力控制器5，脉冲压力控制器发出的脉冲压力大小为0～200kN，频率为0～100Hz，所述脉冲压力控制器发出的脉冲电流大小为0～10000A，频率为0～500Hz，所述脉冲压力控制器5与驱动上压头1或者下压头11的驱动元件相连接，或者，该脉冲压力控制器5可以与上压头1和下压头11都相连接，该驱动元件可以为液压缸或者气缸或者其他机械传动方式，以此来实现单侧压头的脉冲式压合或者双侧压头的脉冲式压合，其中多选用单侧压头的脉冲式压合方式，带来的压合效果更好，稳定性更高。

[0026] 进一步的，所述位移控制系统包括依次相连接的传感器、采集卡、上位机、PLC控制系统和伺服阀，所述伺服阀用以控制上压头和下压头，所述传感器包括力传感器与位移传感器，所述力传感器设置在下压头处，所述位移传感器设置在上压头处，上压头与下压头同步工作，因此一侧检测位移，一侧检测压力，就相当于检测两侧的数据，精度较高，同时布局较为合理，由于本系统数据量较为庞大，采用普通的PLC控制系统自带的采集模块无法完成采集，因此PLC配合采集卡、上位机进行数据的采集和分析，同时采集卡采用10KHz的规格，保证数据的正常采集。

[0027] 所述温度控制系统包括依次连接的温度传感器、PLC控制系统和脉冲电流发生器，边检测温度，边调整脉冲电流发生器发出的脉冲电流的大小。

[0028] 特别的，在上压头端部设置有一个通孔6，所述通孔6的开口处设置有温度传感器

7，所述通孔6延伸至烧结模具3内部，在日常的侧部测温过程中，发现侧部测温并不够准确，测试过程中存在延迟和误差，使得PLC控制命令发出存在一定的错误，一定程度上影响了产品的正常生产，经过多次的实验和尝试，本发明提供了一种新型的检测温度的方式，即在压头处开孔，该孔道一直延伸至烧结模具的内部，利用该通道作为红外温度传感器的检测通道，检测对象直接深入至烧结内部，数据直接且准确，方便系统的控制。

[0029] 另外，本发明还提供了一种采用上述放电等离子烧结系统的烧结方法，包括以下步骤：

(1)将粉末体置入烧结模具(下面参数以直径为25mm的为例)中，对腔体抽真空至5Pa，对模具施加压力，压力大小为8kN，稳压1min，施加脉电流，电流大小为800A，产生等离子体，对颗粒表面进行活化，温度稳定在1200℃；

(2)继续施加压力，采用脉冲式的加压方式，压力在15kN，频率控制在10Hz，施加脉电流，电流大小为1200A，加热温度至1500℃；

(3)继续施加压力，采用加压方式，压力在20kN，频率控制在30Hz，施加脉电流，电流大小为1800A，加热温度至2000℃；

(4)保持温度在2000℃，保持时间在10min，同时停止施加脉冲电流与压力，待模具降至室温后取出。

[0030] 最后，本发明还提供了一种适用于上述放电等离子烧结系统的气氛控制系统包括进气控制系统和排气控制系统；所述进气控制系统包括一条快充气线路和一条慢充气线路，所述快充气线路包括快充阀和流量计，所述慢充气线路包括慢充阀和流量计，所述快充气线路的流速在 L/mim，所述慢充气线路的流速在 L/min。所述排气控制系统包括依次连接的压力传感器、真空计、自动放气阀、手动放气阀和调节阀，所述调节阀可以改变阀口的大小，调控电流范围在4～20mA之间，所述调节阀后连接有过滤器和直连泵。

[0031] 以上所述，仅为本发明较佳的具体实施方式，但本发明的保护范围并不局限于此，任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明披露的技术范围内，可轻易想到的变化或替换，都应涵盖在本发明的保护范围之内。

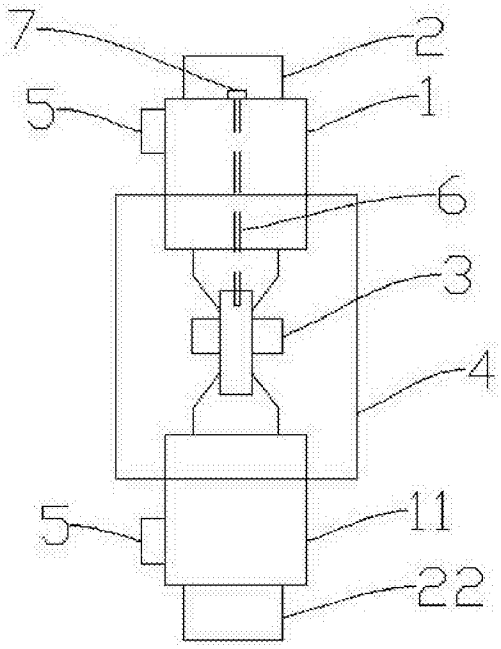


图1