



Modelowanie jako narzędzie do zrozumienia i udoskonalenia techniki iskrowego spiekania plazmowego

Modeling as a tool for understanding and improvement of Spark Plasma Sintering technique

Alexander Laptev

Forschungszentrum Jülich GmbH, Institute of Energy and Climate Research, IEK-1, 52425 Jülich, Germany

Informacje o artykule

Data przyjęcia: 3.07.2016

Data recenzji: 25.07.2016

Data akceptacji: 30.09.2016

Streszczenie

Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS) jest nowoczesną metodą prasowania na gorąco bazującą na szybkim nagrzewaniu oporowym. Aktualnie SPS znajduje się w fazie przejściowej pomiędzy pracami badawczo-rozwojowymi a produkcją masową części z proszków metalicznych i ceramicznych. Kluczowym elementem tej metody jest zrozumienie i kontrolowanie rozkładu temperatury wewnątrz narzędzi, w szczególności w wyprasce. Zagadnienie to jest szczególnie ważne przy spiekaniu części wielkogabarytowych, części o złożonej geometrii oraz przy spiekaniu materiałów gradientowych i ogniotrwałych. Wiedza w zakresie pola termicznego pozwala na opracowanie konstrukcji matryc oraz przebiegu procesu spiekania, umożliwiając jednorodny, zdefiniowany rozkład temperatury zależny od aplikacji. W rezultacie, jednorodna lub gradientowa struktura i właściwości mogą zostać osiągnięte. Temperatura nie może być mierzona bezpośrednio wewnątrz wypraski. Dlatego zastosowano metodę elementów skończonych (MES) do numerycznego modelowania rozkładu temperatury. W niniejszym artykule przedstawiono szczegółowo teoretyczne podstawy modelowania. Podkreślono wzajemne oddziaływanie pola elektrycznego, cieplnego i mechanicznego podczas SPS. Przedyskutowano metodologię rozwiązania tego złożonego problemu multifizycznego oraz jego ewentualnego wdrożenia poprzez komercyjne kody MES. Przedstawiono przykład modelowania. Sformułowano perspektywę dla dalszego modelowania. Szczególnie, pole magnetyczne musi być poza tym rozważane podczas modelowania SPS z nagrzewaniem hybrydowym np. z dodatkowym zewnętrznym nagrzewaniem indukcyjnym (nowa hybrydowa koncepcja nagrzewania).

Słowa kluczowe: iskrowe spiekanie plazmowe, spiekanie aktywowane polem elektrycznym, multifizyka, modelowanie metodami elementów skończonych, rozkład temperatury

Article info

Received: 3.07.2016

Reviewed: 25.07.2016

Accepted: 30.09.2016

Abstract

Spark Plasma Sintering (SPS) is a new hot pressing technique based on the rapid resistive heating. Currently, SPS is in a transition from the R&D phase to the mass production of metallic and ceramic powder parts. The critical point of this technique is understanding and control of temperature field inside the tool and especially in the powder preform. This issue is particularly important at sintering of large-sized parts, parts with a complex geometry and at sintering of functionally graded and refractory materials. The knowledge of temperature field allows the elaboration of die design and sintering cycle profile enabling homogeneous or predefined temperature distribution depending on application. As a result, homogeneous or functionally graded structure and properties can be achieved. The temperature cannot be directly measured inside the powder preform. Therefore, the Finite Element Method (FEM) is used for numerical modeling of the temperature field. In the present paper the theoretical background of modeling is presented in detail. The interaction of electrical, thermal and mechanical fields during SPS is highlighted. The solu-

* Autor do korespondencji. Tel.: +49 2461 612248; e-mail a.laptev@fz-juelich.de

* Corresponding author. Tel.: +49 2461 612248; e-mail: a.laptev@fz-juelich.de

tion methodology for this complex problem of Multiphysics and its possible implementation by commercial FEM codes are discussed. An example on sintering modeling of tungsten-based powder composite is presented. The outlook for further modeling is formulated. Particularly, magnetic field has to be besides considered during the modeling SPS with the hybrid heating i.e. with an additional external inductive heating (new hybrid heating concept).

Keywords: *spark plasma sintering, field assisted sintering, multiphysics, finite element modeling, temperature distribution*

1. WPROWADZENIE

Metoda iskrowego spiekania plazmowego (SPS) (*ang. Spark Plasma Sintering*) znana także jako spiekanie wspomagane polem elektrycznym (FAST) (*ang. Field Assisted Sintering Technique*) przyciąga dziś uwagę zarówno środowiska naukowego, jak i przemysłu. Metoda ta służy do szybkiego spiekania ceramiki technicznej, metali, kompozytów i funkcjonalnych materiałów gradientowych (FGM) [1]. W przeciwieństwie do tradycyjnego spiekania, temperatura podczas FAST/SPS jest uzyskiwana dzięki oporowemu nagrzewaniu ciepłem Joule'a (bezpośrednie ogrzewanie) wynikającemu z przepływu prądu elektrycznego przez materiał spiekany i/lub poprzez narzędzia przewodzące prąd elektryczny. Spiekanie jest dodatkowo wspierane przez ciśnienie zewnętrzne, zwykle prowadzące do pełnego zagęszczenia proszku.

Prasowanie izostatyczne na gorąco (HIP) oraz prasowanie na gorąco (HP) stanowią inne dobrze znane techniki spiekania części proszkowych o pełnym zagęszczeniu. Jednakże, wymagają one znacznie dłuższego czasu spiekania w porównaniu z FAST/SPS z powodu powolnego przenoszenia ciepła poprzez promieniowanie i konwekcję z elementów grzewczych do powierzchni części spiekanej (ogrzewanie pośrednie). Gwałtowne ogrzewanie w trakcie FAST/SPS wpływa na skrócenie czasu trwania procesu, zmniejszenie rozrostu ziarn i potencjalnie lepsze właściwości, pomimo dużych gradientów termicznych występujących w zestawie narzędzi wraz z wypraską. Największe gradienty termiczne powstają podczas nagrzewania i pozostają wysokie podczas wygrzewania w temperaturze spiekania. Powodem tego jest skomplikowane, wzajemne oddziaływanie zjawisk elek-

1. INTRODUCTION

Spark Plasma Sintering technique (SPS) also known as Field Assisted Sintering Technique (FAST) attracts today the attention of both scientific community and industry. This technique is used for rapid sintering of technical ceramics, metals, composites and functionally graded materials (FGM) [1]. In contrast to the conventional sintering, the working temperature during FAST/SPS is achieved due to resistive Joule heating (direct heating) resulting from electrical current flow through the sintered material and/or through the electrically conductive tool. The sintering is additionally supported by an external pressure usually leading to full densification of starting powder.

Hot Isostatic Pressing (HIP) and Hot Pressing (HP) are other well established techniques for sintering of fully dense powder parts. However, they need much longer sintering time comparing to FAST/SPS due to the slow heat transfer by radiation and/or by convection from heating elements to surface of sintered part (indirect heating). The rapid heating during FAST/SPS results in short processing time, reduced grain growth and potentially better properties, but, besides, in the large thermal gradients inside whole setup including powder preform. The largest thermal gradients arise during the heating, but they are still essentially high during the following dwell. The reason for that is the complex interaction of electrical, thermal and mechanical phenomena, which will be discussed in detail later. The thermal gradients grow with increase in size and shape complexity

trycznych, termicznych i mechanicznych, które zostaną omówione szczegółowo w dalszej części. Gradienty cieplne wzrastają wraz ze zwiększeniem złożoności kształtu spiekanych części, co stanowi główny trend współczesnych badań nad technologią FAST/SPS [2–4].

Gradienty temperatury prowadzą do niejednorodności w zagęszczeniu, mikrostrukturze i właściwościach. Mogą one nawet uniemożliwić spiekanie wewnętrznej części dużych wyprasek. Z drugiej strony, gradienty termiczne mogą być wykorzystane do wytwarzania materiałów gradientowych o wstępnie określonej strukturze, właściwościach, rozkładzie porowatości lub do spiekania materiałów o różnych temperaturach spiekania [5–7]. Zrozumienie i kontrola rozkładu temperatury wewnątrz narzędzia oraz wypraski ma znaczenie krytyczne dla produkcji wysokiej jakości materiałów proszkowych w technologii FAST/SPS. Rozkład temperatury nie może być zmierzony bezpośrednio wewnątrz wypraski. Do tego celu stosuje się modelowanie stanowiące jeden ze sposobów wyznaczenia rozkładu temperatury podczas procesu FAST/SPS. Wyniki modelowania można wykorzystać do osiągnięcia pożądanego rozkładu temperatury (w tym rozkładu jednorodnego) poprzez optymalizację materiału narzędzi, geometrii, pozycji elementów narzędzi oraz cyklu spiekania.

Celem niniejszego artykułu jest wyjaśnienie podstaw modelowania, przegląd stosowanych modeli matematycznych, dyskusja własnych obliczeń numerycznych oraz zilustrowanie modelowania na podstawie praktycznego przykładu. Na zakończenie przedstawiono perspektywy zastosowania modelowania FAST/SPS.

2. MULTIFIZYKA FAST/SPS

2.1. Pole termiczne

Dla zrozumienia modelu FAST/SPS, niezbędne jest przeanalizowanie konstrukcji zestawu narzędzi. Typowe narzędzia FAST/SPS przedstawiono schematycznie na rys 1. Narzędzia generalnie składają się z dwóch stempli, dwóch stożkowych elementów zabezpieczających

of sintered parts, which is the main trend of the modern development of FAST/SPS technology [2–4].

The temperature gradients lead to inhomogeneity in densification, microstructure and properties. They can even prevent the sintering of internal part of large powder preforms. On the other hand, thermal gradients can be used for production of functionally graded materials with prescribed structure, properties or porosity distribution or for co-sintering materials with different sintering temperatures [5–7]. Thus, the understanding and the control of temperature distribution inside tool and preform is critically important for manufacturing of high-quality powder products by FAST/SPS. The temperature distribution cannot be directly measured inside the powder preform. Therefore, the modeling is the only way for determination of temperature field during FAST/SPS cycle. The modeling results can be used for achievement of desirable temperature distribution (including homogeneous) by optimization of tool material, geometry, tool elements position and sintering cycle.

The aim of the present paper is to explain the background of the modeling, to overview the used mathematical model, to discuss its numerical realization and to illustrate the modeling by a practical example. At the end, the outlook for the future of FAST/SPS modeling is presented.

2. FAST/SPS MULTIPHYSICS

2.1. Thermal field

For understanding of FAST/SPS model the design of tool setup must be firstly considered. The typical FAST/SPS tool is presented schematically in Fig 1. The tool generally consists of two punches, two conical protection plates and the die.

oraz matrycy. Elementy te są zwykle wytwarzane z izostatycznie prasowanych bloków grafitowych. Mogą one być również wytwarzane ze stali do pracy na gorąco, węglików spiekanych, stopów na bazie molibdenu i ceramiki przewodzącej [1].

Prąd stały (w wielu przypadkach impulsowy) przepływa od górnej chłodzonej wodą elektrody poprzez górny element zabezpieczający, górny stempel, matrycę, a następnie przez dolny stempel, dolny element zabezpieczający do dolnej elektrody chłodzonej wodą.

Materiał proszkowy może być elektrycznie przewodzący, nieprzewodzący lub półprzewodzący. W pierwszym przypadku, część prądu przepływa przez proszek, podczas gdy w drugim przypadku prąd nie jest przewodzony. Oporność elektryczna proszku półprzewodzącego może ulec drastycznemu obniżeniu w podwyższonej temperaturze od bardzo wysokiej do umiarkowanej lub nawet niskiej wartości, skutkującej odpowiednią zmianą ścieżki prądowej.

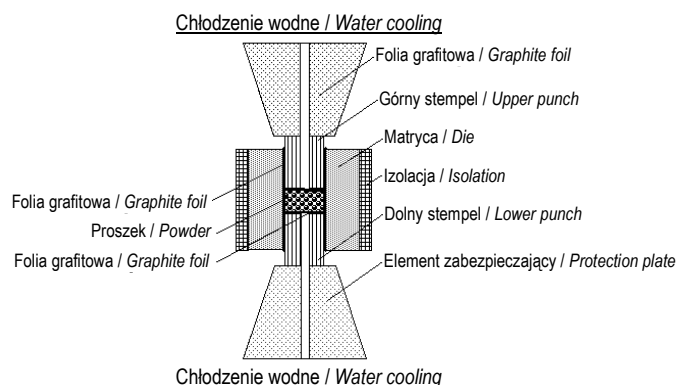
Folie (głównie folie grafitowe) są umieszczone pomiędzy stemplami oraz proszkiem (pozycja pozioma) oraz pomiędzy matrycą, stemplami i proszkiem (pozycja pionowa) w celu zmniejszenia oporów w miejscu ich wzajemnego połączenia oraz zapobieżenia przywieraniu stempli do spieczonego materiału. Zewnętrzna ścianka matrycy jest zwykle izolowana filcem grafitowym w celu obniżenia strat ciepła z powodu promieniowania z powierzchni gorącej matrycy.

These elements are usually fabricated from isostatically pressed graphite blocs, but can be manufactured from hot-working steel, cemented carbide, molybdenum based alloys and conductive ceramics [1].

The DC current (in many cases pulsed) flows from the upper water-cooled electrode through the upper protection plate, upper punch, die and then through the lower punch, lower protection plate to the lower water-cooled electrode.

The material of powder preform can be electrically conductive, non-conductive or semi-conductive. In the first case, part of the current flows through the powder, while in the second case does not. The electrical resistance of semi-conductive powder can be drastically reduced at elevated temperature from the very high to the moderate or even to the low magnitude resulting in corresponding change of the current path.

The foils (mostly graphite foils) are placed between punches and powder (horizontal position) and between die, punches and powder (vertical position) to reduce contact resistances and to prevent sticking of punches and sintered material. The outer die wall is usually insulated by the graphite felt to diminish the heat loss due to radiation from the hot die surface.



Rys. 1. Schemat prezentujący konfigurację narzędzi FAST/SPS

Fig. 1. Schematic presentation of FAST/SPS tool setup

Ciepło jest generowane wewnątrz wszystkich elektrycznie przewodzących narzędzi wskutek

The heat is generated inside all electrically conductive components of setup due to the Joule

generowania ciepła Joule'a. Folia grafitowa ma większą oporność niż oporność narzędzia z grafitu. Dlatego wraz z oporami występującymi w miejscu ich połączenia, odgrywają one rolę dodatkowych lokalnych źródeł ciepła, które stanowią jeden z powodów niejednorodności temperaturowej. Przenoszenie ciepła wskutek przewodnictwa cieplnego wpływa na ujednorodnienie temperatury. Tym niemniej, przewodnictwo cieplne folii jest znacznie mniejsze niż przewodnictwo narzędzia z grafitu. Wraz z opornościami występującymi w miejscu ich połączenia mogą występować duże, lokalne gradienty temperatury. Innymi powodami pojawiania się gradientów termicznych są intensywne przepływy ciepła w kierunku elektrod chłodzonych wodą oraz promieniowanie ze swobodnych powierzchni narzędzia do otoczenia. Ogólne równanie bilansu energetycznego dla jednostkowej objętości V otoczonej powierzchnią S opisano następująco [8]:

$$\int_V \rho \cdot c \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \cdot dV = \int_V \nabla(\lambda \cdot \nabla T) \cdot dV + \int_V \dot{q}_e \cdot dV + \int_S (\dot{q}_c + \dot{q}_{conv} + \dot{q}_r + \dot{q}_{ec}) \cdot dS \quad (1)$$

gdzie ρ , c , λ to gęstość, ciepło właściwe i przewodnictwo cieplne; T oraz t to temperatura i czas; \dot{q}_e to moc właściwa źródła ciepła Joule'a w materiale proszkowym; \dot{q}_c to strumień cieplny spowodowany przewodzeniem z sąsiadujących objętości; \dot{q}_{conv} , \dot{q}_r , \dot{q}_{ec} to strumienie cieplne odpowiadające przenoszeniu ciepła przez konwekcję, promieniowanie i efekty nagrzewania kontaktowego. Większość zjawisk opisanych równaniem (1) są wyrażone ilościowo przez równania termofizyki. Przenoszenie ciepła poprzez przewodzenie w materiale proszkowym jest określone przez prawo Fouriera.

$$\rho(T) \cdot c(\rho_{rel}, T) \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda(\rho_{rel}, T) \cdot \nabla^2 T + \dot{q}_e \quad (2)$$

Należy zauważyć, że gęstość, ciepło właściwe oraz przewodnictwo cieplne są zależne od gęstości względnej ρ_{rel} i temperatury T . Zależność właściwości od gęstości względnej jest szczególnie istotna dla wyprasek, ponieważ ich gęstość względna zmienia się podczas spiekania. Strumień cieplny wynikający z promieniowania jest opisany prawem Stefana-Boltzmann.

heating. The graphite foils have much larger resistivity than the resistivity of the bulk graphite. Therefore, together with contact resistances they play the role of additional local heat sources which are one of the reasons of temperature inhomogeneity. Heat transfer due to the thermal conductivity contributes to temperature homogenization. However, thermal conductivity of foils is much lower than conductivity of the bulk graphite. Together with contact resistances they can cause the large local gradients of temperature. Other reasons for appearance of thermal gradients are intensive heat transfer towards the water-cooled electrodes and radiation from free tool surfaces to the ambient medium. The general energy balance equation for the elemental volume V surrounded by the surface S is described as follows [8]:

$$\int_V \rho \cdot c \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \cdot dV = \int_V \nabla(\lambda \cdot \nabla T) \cdot dV + \int_V \dot{q}_e \cdot dV + \int_S (\dot{q}_c + \dot{q}_{conv} + \dot{q}_r + \dot{q}_{ec}) \cdot dS \quad (1)$$

Here ρ , c , λ are the density, the specific heat and the thermal conductivity; T and t are the temperature and the time; \dot{q}_e is the specific power of Joule's heat source in the bulk material; \dot{q}_c is the heat flux due to conduction from the neighboring volumes; \dot{q}_{conv} , \dot{q}_r , \dot{q}_{ec} are heat fluxes corresponding to the heat transfer by convection, by radiation and contact heating effects. Most of the phenomena described by Eq. (1) are quantified by equations of thermal physics. The heat transfer due to conduction in the bulk material is determined by the Fourier's law.

$$\rho(T) \cdot c(\rho_{rel}, T) \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda(\rho_{rel}, T) \cdot \nabla^2 T + \dot{q}_e \quad (2)$$

It is worthy of note, that density, specific heat and thermal conductivity are relative density ρ_{rel} and/or temperature T dependent. The dependence of properties on relative density is particularly important for powder preform, because its relative density varies during sintering. The heat flux resulted from radiation is described by the Stefan-Boltzmann law.

$$\dot{q}_r = \sigma_s \cdot \varepsilon(T) \cdot (T_e^4 - T_a^4) \quad (3)$$

Tutaj σ_s jest stałą Stefana-Boltzmann; $\varepsilon(T)$ to emisyjność, która jest zależna od temperatury; T_e to temperatura powierzchni emitującej promieniowanie oraz T_a to temperatura powierzchni pochłaniającej lub temperatura otoczenia. Oddziaływanie wzajemne elementu zabezpieczającego z elektrodą chłodzoną wodą jest często opisywane przez związek przenikania ciepła konwekcyjnego:

$$\dot{q}_{conv} = h(T) \cdot (T_p - T_w) \quad (4)$$

gdzie $h(T)$ to współczynnik konwekcji zależny od temperatury; T_p i T_w to odpowiednio temperatura elementów zabezpieczających w pobliżu powierzchni styku oraz temperatura wody chłodzącej.

2.2. Pole elektryczne

Pole elektryczne podczas spiekania FAST/SPS również silnie oddziałuje na rozkład temperatury. W szczególności ścieżka przepływu prądu elektrycznego jest wyznaczana przez przekrój oraz przewodnictwo elektryczne zestawu narzędzi FAST/SPS oraz wypraski. Rozkład gęstości prądu jest wyznaczony z prawa Oma:

$$\vec{j} = \sigma(\rho_{rel}, T) \cdot \vec{E} \quad (5)$$

gdzie \vec{j} to gęstość prądu; \vec{E} to pole elektryczne; $\sigma(\rho_{rel}, T)$ to przewodnictwo elektryczne, które jest uzależnione od temperatury oraz gęstości względnej. Przepływ prądu skutkuje generowaniem ciepła zgodnie z prawem Joule'a:

$$\dot{q}_e = \vec{j} \cdot \vec{E} = \sigma(\rho_{rel}, T) \cdot \vec{E}^2 \quad (6)$$

Odpowiednio do rozkładu gęstości prądu, moc właściwa źródła Joule'a \dot{q}_e zmienia się wewnątrz instalacji, prowadząc do gradientów temperatury.

2.3. Pole mechaniczne

Mechanika FAST/SPS obejmuje ruch narzędzi (stemple i elementy zabezpieczające), ich odkształcenia sprężyste oraz odkształcenia plastyczne proszku wewnątrz matrycy. Geometria zestawu zmienia się wraz z ruchem stempli. Powoduje to redystrybucję gęstości prądu i źródeł generowania ciepła. Odkształcenie plastyczne nie wpływa znacząco na rozkład temperatury, ale zwykle musi być brane pod uwagę, gdy obliczane

$$\dot{q}_r = \sigma_s \cdot \varepsilon(T) \cdot (T_e^4 - T_a^4) \quad (3)$$

Here σ_s is the Stefan-Boltzmann constant; $\varepsilon(T)$ is the emissivity, which is temperature-dependent; T_e is the temperature of emitting surface and T_a is the temperature of absorbing surface or ambient temperature. The interaction of protection plate with water-cooled electrode is frequently described by the convection heat transfer relationship:

$$\dot{q}_{conv} = h(T) \cdot (T_p - T_w) \quad (4)$$

Here $h(T)$ is the temperature-dependent convection coefficient; T_p and T_w are the temperature of the protection plates near the contact surfaces and the temperature of the cooling water, respectively.

2.2. Electrical field

Electrical field applied during FAST/SPS sintering also strongly affects the temperature distribution. Particularly, electrical current path is determined by cross-section and electrical conductivity of FAST/SPS setup elements including powder preform. The current density distribution is determined by the Ohm's law:

$$\vec{j} = \sigma(\rho_{rel}, T) \cdot \vec{E} \quad (5)$$

Here \vec{j} is the current density; \vec{E} is the electric field; $\sigma(\rho_{rel}, T)$ is the electrical conductivity, which depends on temperature and relative density. The current flow results in the heat generation in accordance with the Joule's law:

$$\dot{q}_e = \vec{j} \cdot \vec{E} = \sigma(\rho_{rel}, T) \cdot \vec{E}^2 \quad (6)$$

Corresponding to the distribution of current density, the specific power of Joule's source \dot{q}_e varies inside of setup leading to temperature gradients.

2.3. Mechanical field

FAST/SPS mechanics includes motion of setup elements (punches and protection plates), their elastic deformation and plastic deformation of powder inside the die. The setup geometry changes with the motion of punches. This results in redistribution of current density and heat generation sources. The elastic deformation does not influence remarkable the temperature field, but usually must be taken into account when plastic

jest odkształcenie plastyczne wypraski. Do modelowania odkształcenia sprężystego stosowane jest prawo Hooke'a. Odpowiadający związek w postaci tensorowej może być zapisany następująco:

$$T_{\varepsilon}^e = \frac{1}{3K \cdot (\rho_{rel}, T)} \cdot T_{\sigma_0} + \frac{1}{2G \cdot (\rho_{rel}, T)} \cdot D_{\sigma} \quad (7)$$

gdzie T_{ε}^e jest to tensor odkształcenia sprężystego; T_{σ_0} , D_{σ} to tensor naprężenia hydrostatycznego oraz dewiatorowy tensor naprężeń; $K(\rho_{rel}, T)$, $G(\rho_{rel}, T)$ to moduły sprężystości objętościowej i ścinania. Obydwa moduły stanowią funkcję temperatury i gęstości względnej. Modelowanie odkształceń niesprężystych podczas spiekania proszków jest najbardziej skomplikowaną i najbardziej kontrowersyjną częścią modelu mechanicznego. Model lepkosprężysty może względnie opisywać odkształcenie i zagęszczenie proszku podczas FAST/SPS z najlepszą dokładnością. Równanie konstytutywne oparte na modelu lepkosprężystym ma następującą ogólną postać:

$$T_{\dot{\varepsilon}}^v = f(T_{\sigma}, \rho_{rel}, T) \quad (8)$$

gdzie $T_{\dot{\varepsilon}}^v$ to tensor prędkości odkształcenia lepkosprężystego. Należy również zastosować prawo potęgowe wiążące rzeczywistą prędkość odkształcenia $\dot{\varepsilon}_{eff}$ oraz rzeczywiste naprężenie σ_{eff} dla materiału proszkowego. W przypadku idealnym, wpływ wielkości ziarn d na przepływ lepki należy włączyć w sposób jak pokazano na przykład w artykule [9]:

$$\dot{\varepsilon}_{eff} = A_0 \cdot \frac{\sigma_{eff}^n}{d^p} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (9)$$

Tutaj n i p to wykładniki potęgowe naprężenia i wielkości ziarn, Q to energia aktywacji pełzania, R to stała gazowa, natomiast A_0 to stała materiałowa. Głównym wyzwaniem przy modelowaniu zagęszczenia proszków to zdefiniowanie równania konstytutywnego (8) i jego włączenie w komercyjne kody elementów skończonych. W tym kierunku prowadzono jedynie kilka badań. A. Zavaliangos oraz B. Mc. Williams zintegrowali swobodny model spiekania D. Bouvard w kodzie elementów skończonych wykorzystywanym w oprogramowaniu ABAQUS FEM poprzez podprocedurę użytkownika dla pełzania [10, 11]. W dalszej kolejności uwzględniono oddziaływania ciśnienia i rozrostu ziarn poprzez

deformację proszku preformy jest obliczona. Do modelowania odkształcenia sprężystego używane jest prawo Hooke'a. Odpowiadający związek w postaci tensorowej może być zapisany następująco:

$$T_{\varepsilon}^e = \frac{1}{3K \cdot (\rho_{rel}, T)} \cdot T_{\sigma_0} + \frac{1}{2G \cdot (\rho_{rel}, T)} \cdot D_{\sigma} \quad (7)$$

Here T_{ε}^e is the elastic strain tensor; T_{σ_0} , D_{σ} are the hydrostatic stress tensor and the deviatoric stress tensor; $K(\rho_{rel}, T)$, $G(\rho_{rel}, T)$ are the bulk and the shear modulus. Both moduli are function of temperature and relative density. The modeling of inelastic deformation during powder sintering is the most complicated and the most controversial part of the mechanical model. The model of viscoplasticity can apparently describe deformation and densification of powder during FAST/SPS with the best accuracy. The constitutive equation based on the model of viscoplasticity has following general form:

$$T_{\dot{\varepsilon}}^v = f(T_{\sigma}, \rho_{rel}, T) \quad (8)$$

Here $T_{\dot{\varepsilon}}^v$ is the viscosity strain rate tensor. The power law relating effective strain rate $\dot{\varepsilon}_{eff}$ and effective stress σ_{eff} for powder material must be additionally used. In ideal case the influence of the grain size d on viscous flow should be incorporated as presented, for instance, in the paper [9]:

$$\dot{\varepsilon}_{eff} = A_0 \cdot \frac{\sigma_{eff}^n}{d^p} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (9)$$

Here n and p are stress and grain size exponents, Q is the creep activation energy, R is the gas constant and A_0 is a material constant. The main challenge in modeling of powder densification is definition of the constitutive equation (8) and its incorporation into commercial Finite Element code. Only few studies were conducted in this direction. A. Zavaliangos and B. Mc. Williams integrated the free sintering model of D. Bouvard in the ABAQUS FEM code by the creep user subroutine [10, 11]. Influences of pressure and grain growth were further taken into account by using M. Abouaf's model of viscous flow of compressible porous media by P. Mondalek, L. Silva

wykorzystanie modelu M. Abouafa lepkiego przepływu ściśliwego porowatego medium wg P. Mondalek, L. Silva i M. Bellet [14, 15]. Do zrealizowania tego modelowania wykorzystano specjalistyczne oprogramowanie CimLib. C. Manière wraz ze współpracownikami zastosował teorię „continuum” spiekania opracowaną przez E. Olevsky’ego do modelowania zagęszczania elementu o złożonym kształcie podczas FAST/SPS [16, 17]. Obliczenia wykonano, wykorzystując komercyjny pakiet COMSOL FEM. Alternatywnym sposobem uwzględnienia zachowania mechanicznego proszku w modelu FAST/SPS jest wyznaczenie zagęszczenia z bezpośredniego eksperymentu we wstępnie ustalonym procesie FAST/SPS. Metoda ta ma zastosowanie do części spiekanych o prostym kształcie takich, jak tarcze, gdzie rozkład gęstości jest sprawą mniej istotną. Części o takiej geometrii są w większości wytwarzane z wykorzystaniem FAST/SPS. Takie podejście nie wymaga absorbujących czasowo eksperymentów dla wyznaczenia właściwości mechanicznych. Jednocześnie, do modelowania FAST/SPS może być wykorzystane najczęściej używane w praktyce inżynierskiej oprogramowanie ANSYS i ABAQUS.

2.4. Fizyka kontaktu

Jak stwierdzono powyżej, folie oddzielające narzędzia od wypraski, jak również związane z tym połączenia mają zasadniczy wpływ zarówno na pole elektryczne, jak i cieplne. Trudnym jest rozdzielenie oporności folii i związanych z tym połączeń. Dlatego są one zwykle dyskutowane, jako jedno połączenie. Strumień prądu elektrycznego przez odpowiednią powierzchnię połączenia j_c opisano wzorem:

$$j_c = \sigma_c(T, F) \cdot (U_1 - U_2) \quad (10)$$

gdzie $U_1 - U_2$ to spadek napięcia na powierzchni styku; σ_c to konduktancja elektryczna jednostkowej powierzchni styku. Indeksy 1 i 2 oznaczają dwie części w styku. Strumień cieplny przez powierzchnię styku \dot{q}_{ec} wyrażono podobną zależnością:

$$\dot{q}_{ec} = \lambda_c(T, F) \cdot (T_1 - T_2) \quad (11)$$

gdzie λ_c to przewodnictwo cieplne szczeliny jednostkowej powierzchni, natomiast $T_1 - T_2$ to spadek temperatury na powierzchni styku. Obie

and M. Bellet [14, 15]. The special software CimLib was used to realize this modeling. C. Manière and co-workers applied continuum theory of sintering developed by E. Olevsky to model densification of complex-shaped part during FAST/SPS [16, 17]. The calculation was performed by commercial COMSOL FEM package. The alternative way to include mechanical behavior of powder into FAST/SPS model is determination of its densification from direct experiment at predetermined FAST/SPS cycle. This method is applicable for sintered parts of a simple shape such as disc, when the density distribution is the matter of a minor importance. The parts of such geometries compose the majority of products manufactured by the FAST/SPS. This approach does not require time-consuming experiments for determination of mechanical properties. At the same time, the most used in engineering practice ANSYS and ABAQUS software can be directly applied for the FAST/SPS modeling.

2.4. Contact physics

As stated above, the foils dividing tool elements and powder preform as well as related contacts have an essential influence on both electric and thermal field. It is difficult to separate resistance of foil and associated contacts. Therefore, they both usually discussed as a single contact. The electrical current flux through the corresponding contact area j_c is described by formula:

$$j_c = \sigma_c(T, F) \cdot (U_1 - U_2) \quad (10)$$

Here $U_1 - U_2$ is voltage drop over contact surface; σ_c is the electrical conductance of unit contact area. The subscripts 1 and 2 denote the two parts in contact. The thermal flux across a contact surface \dot{q}_{ec} is expressed by similar relationship:

$$\dot{q}_{ec} = \lambda_c(T, F) \cdot (T_1 - T_2) \quad (11)$$

Here λ_c is the gap thermal conductance of a unit area and $T_1 - T_2$ is temperature drop over contact surface. Both electrical and thermal contact con-

konduktancje styku elektrycznego i termicznego są zależne od temperatury i przyłożonego ciśnienia F [18, 19]. Ciepło generowane na jednostkę pola styku \dot{q}_{ec} wyznaczone jest następującym wzorem:

$$\dot{q}_{ec} = \sigma_c(T) \cdot (U_1 - U_2)^2 \quad (12)$$

Interakcja mechaniczna pomiędzy łączącymi się powierzchniami jest opisana równaniem tarcia Kulomba:

$$\tau_f = \mu \cdot \sigma_n \quad (13)$$

gdzie τ_f to naprężenie tarcia; σ_n to naprężenie normalne na powierzchni styku; μ to współczynnik tarcia.

2.5. Interakcja pól

Jak pokazano powyżej, trzy zjawiska fizyczne wpływają na cały proces FAST/SPS, a zwłaszcza powstające gradienty temperatury. Dlatego modelowanie procesu FAST/SPS może być rozpatrywane, jako problem multifizyczny. Pola elektryczne, termiczne i mechaniczne oddziałują ze sobą, jak pokazano schematycznie na rys. 2. Przepływający prąd elektryczny wytwarza ciepło, które jest proporcjonalne do oporu właściwego materiału, z którego wykonane są narzędzia oraz materiału proszkowego. Rosnąca temperatura wpływa odwrotnie na oporność elektryczną tych materiałów. Właściwości mechaniczne wypraski zmieniają się wraz ze wzrostem temperatury. Efektem tego jest ruch stempli i zagęszczanie wypraski. Zmiana geometrii inicjuje redystrybucję gęstości prądu i temperatury wewnątrz zestawu narzędzi. Poza tym, zagęszczanie silnie wpływa na właściwości cieplne i elektryczne wypraski i wynikowo pole cieplne i elektryczne. Z kolei pole elektryczne wpływa na pole mechaniczne poprzez intensyfikację przenikania i plastyczne odkształcenia na skutek zjawiska elektroplastyczności i elektromigracji [20]. Tak więc trzy główne pola fizyczne są całkowicie sprzężone ze sobą, w skutek czego odpowiedni problem staje się trudny do rozwiązania.

ductances depend on temperature and applied pressure F [18, 19]. The heat generation per unit of contact area \dot{q}_{ec} is determined by formula:

$$\dot{q}_{ec} = \sigma_c(T) \cdot (U_1 - U_2)^2 \quad (12)$$

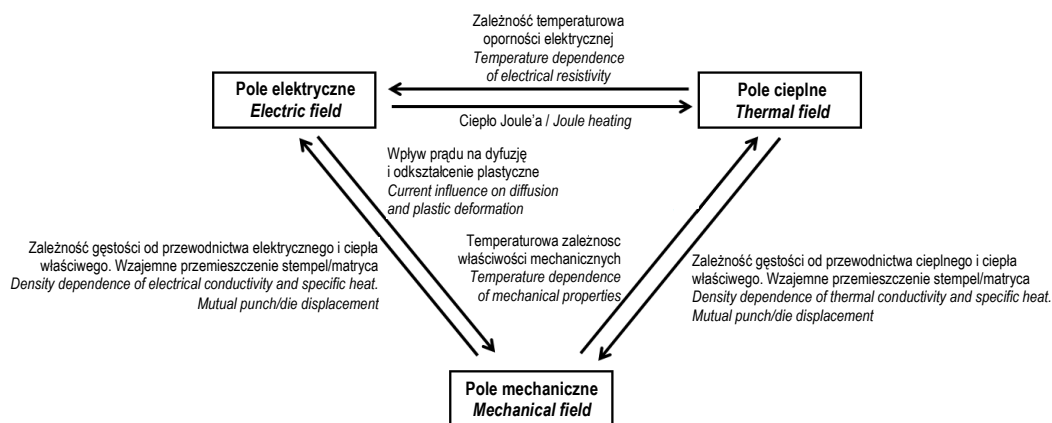
Mechanical interaction between contacting surfaces is described by Coulomb's friction law:

$$\tau_f = \mu \cdot \sigma_n \quad (13)$$

Here τ_f is friction stress; σ_n is normal stress on the contact surface; μ is the coefficient of friction.

2.5. Interaction of fields

As shown above, three physical phenomena effect the whole FAST/SPS process and particularly arising temperature gradients. Therefore, modeling of FAST/SPS process can be discussed as a Multiphysics problem. Electric, thermal and mechanical fields interact with each other as schematically shown in Fig. 2. The flowing electric current produces heat, which is proportional to resistivity of the tool and powder materials. The arising temperature inverse influences the electrical resistivity of these materials. Mechanical properties of powder preform are varied with the rise in temperature. This results in motion of punches and in densification of the powder preform. The transformation in geometry initiates the redistribution of current density and temperature within setup. Besides, densification strongly affects thermal and electrical properties of powder preform and as a result thermal and electric field. In turn, the electric field influences the mechanical field by intensification of diffusion and plastic deformation due to electromigration and electroplasticity phenomena [20]. Thus, three main physical fields are fully coupled with each other making the corresponding problem difficult to solve.



Rys. 2. Interakcja pól fizycznych podczas procesu FAST/SPS

Fig. 2. Interaction of physical fields during FAST/SPS process

3. MODELOWANIE Z WYKORZYSTANIEM ELEMENTÓW SKOŃCZONYCH

3.1. Dane wyjściowe

Wiarygodne dane wejściowe są bardzo ważne dla prawidłowego modelowania FAST/SPS. Są to właściwości materiałów, właściwości połączenia, warunki brzegowe i warunki początkowe. Zbiór danych materiałowych do wykorzystania na FAST/SPS modelowania przedstawiono w tab. 1.

3. FINITE ELEMENT MODELING

3.1. Input data

The reliable input data are very important for the adequate modeling of FAST/SPS. They include materials properties, contact properties, boundary conditions and initial conditions. The set of material data to be used at FAST/SPS modeling is presented in the Tab. 1.

Tab. 1. Właściwości wymagane dla modelowania FAST/SPS

Tab. 1. Properties required for FAST/SPS modeling

Właściwość Property	Narzędzie Tool	Część proszkowa Powder part	Połączenie Contact	Izolacja Insulation
Przewodnictwo elektryczne, σ Electrical conductivity, σ	+	+	+	+
Przewodnictwo cieplne, λ Thermal conductivity, λ	+	+	+	+
Właściwa pojemność cieplna, c Specific heat capacity, c	+	+	-	+
Współczynnik promieniowania, ϵ Radiation coefficient, ϵ	+	-	-	+
Współczynnik rozszerzalności cieplnej, α Thermal expansion coefficient, α	+	+	-	-
Moduł sprężystości objętościowy, K Bulk elastic modulus, K	+	+	-	-
Moduł sprężystości ścinania, G Shear elastic modulus, G	+	+	-	-
Stała materiałowa, A_0 Material constant, A_0	-	+	-	-
Wykładnik naprężenia, n Stress exponent, n	-	+	-	-

Właściwość <i>Property</i>	Narzędzie <i>Tool</i>	Część proszkowa <i>Powder part</i>	Połączenie <i>Contact</i>	Izolacja <i>Insulation</i>
Energia aktywacji, Q <i>Activation energy, Q</i>	-	+	-	-
Wykładnik wielkości ziarna, p <i>Grain size exponent, p</i>	-	+	-	-
Współczynnik tarcia, μ <i>Friction coefficient, μ</i>	+	+	-	-
+ – wymagany; – niewymagany do modelowania + – required; – not required for modeling				

Większość właściwości powinno być określone w zależności od temperatury. Niektóre właściwości części proszkowej powinny zostać wyznaczone dodatkowo w funkcji gęstości względnej lub porowatości (patrz odpowiednie równania powyżej). Właściwości materiału narzędzia (na przykład grafit), właściwości połączenia i grafitowego filcu izolacyjnego mogą być stosowane w różnych przypadkach badania. Zbiór właściwości grafitu i połączeń przedstawiono w jednym z naszych poprzednich artykułów [21, 22]. Dla wielu powszechnie stosowanych materiałów proszkowych właściwości można znaleźć w literaturze. W tym samym czasie, realizowano wiele badań nad znanymi lub nowymi materiałami spiekany metodą FAST/SPS. Określenie właściwości dla takich materiałów wymaga czasochłonnnych doświadczeń. Szczególny przypadek stanowią kompozyty proszkowe. Ich właściwości można określić doświadczalnie lub za pomocą obliczeń. W szczególności, do oceny ich przewodności elektrycznej i termicznej może być stosowana reguła mieszaniny przesączania Polder-Van Santen [23, 24]. Wpływ porowatości (gęstość względna) na właściwości można również określić z doświadczeń lub teoretycznie. Należy tu wymienić prace C. Argento i D. Bouvard, jak również J. M. Montes i współpracowników [25, 26]. Temperatura początkowa zestawu narzędzi FAST/SPS jest zwykle tylko jednym warunkiem początkowym. Współczynnik konwekcji reprezentuje warunki brzegowe. Znajomość tego współczynnika jest bardzo ważna dla modelowania rozkładu temperatury i optymalizacji konstrukcji narzędzi FAST/SPS. Współczynnik konwekcji zależy od mocy układu chłodzenia i jest indywidualny dla każdego urządzenia FAST / SPS.

The most of the properties should be determined in dependence on temperature. Some properties of powder part should be established additionally as function of relative density or porosity (see corresponding equations above). The properties of the tool material (for instance graphite), properties of contacts and insulating graphite felt can be used in various cases of study. The collection of graphite and contact properties is presented in our previous papers [21, 22]. For many widely used powder materials the properties can be found in literature. At the same time, a number of materials sintered by FAST/SPS are hardly studied or newly developed. The determination of properties for such materials needs time-consuming experiments. The special case comprises powder composites. Their properties can be determined experimentally or by calculation. Particularly, for estimation of their electrical and thermal conductivities the Polder-Van Santen percolation mixture rule can be used [23, 24]. The influence of porosity (relative density) on properties also can be determined from experiments or theoretically. Here works of C. Argento and D. Bouvard as well as J. M. Montes and co-workers should be mentioned [25, 26]. The starting temperature of FAST/SPS setup is usually only one initial condition. The convection coefficient represents boundary conditions. The knowledge of this coefficient is very important for modeling of temperature distribution and optimization of FAST/SPS tool design. The convection coefficient depends on power of the cooling system and is individual for each FAST/SPS machine.

3.2. Oprogramowanie

Do modelowania rozkładu temperatury podczas FAST/SPS wykorzystano kilka komercyjnych kodów MES. Najczęściej stosowano kody ANSYS, ABAQUS i COMSOL. Ostatnie wersje ANSYS i ABAQUS obejmują skończone elementy ze stopniami swobody elektrycznymi, cieplnymi i strukturalnymi. To otwiera możliwości do pełnego, sprzężonego modelowania FAST/SPS. Jednocześnie, kody te nie zapewniają modelu w pełni odzwierciedlającego złożone zachowanie proszków metalowych i ceramicznych podczas spiekania. Z pewnymi ograniczeniami, do tego celu można stosować modele geomechaniczne, takie jak rozszerzony model pełzania Drucker-Prager [27, 28]. Jednak kalibracja tego modelu wymaga badania zachowania proszku pod obciążeniem izostatycznym w różnych temperaturach. Doświadczenia te są czasochłonne i zakładają stosowanie specjalnych urządzeń, takich jak prasy do prasowania izostatycznego na gorące, wyposażone w dylatometr [29]. Alternatywnie, eksperymenty te mogą być zastąpione przez modelowanie zagęszczenia oparte na teorii spiekania E. Olevsky'ego lub teorii M. Abouafa opracowanej dla prasowania izostatycznego na gorąco [14, 16]. Przy czym należy przyjąć identyczny wpływ porowatości (lub gęstości względnej) na szybkość zagęszczania różnych materiałów. Jednakże, nasze wcześniejsze doświadczenia wykazały, że funkcje porowatości są indywidualne dla każdego materiału proszkowego [29]. Ponadto, takie podejście nie bierze pod uwagę rozrostu ziarn podczas FAST/SPS, co może drastycznie zmniejszyć szybkość pełzania i zagęszczania podczas spiekania [9]. W tym celu, konieczne jest opracowanie modelu materiału definiowanego przez użytkownika oraz dodatkowe doświadczenia dotyczące rozwoju wielkości ziarn podczas spiekania. Jak wskazano powyżej, innym sposobem włączenia mechanicznego zachowania proszku w model FAST/SPS jest określenie jego zagęszczania bezpośrednio z eksperymentu we wstępnie określonym procesie FAST/SPS. Komercyjne kody MES ANSYS i ABAQUS mogą być wówczas bezpośrednio zastosowane do modelowania FAST/SPS z pomocą uzyskanych danych.

3.2. Software

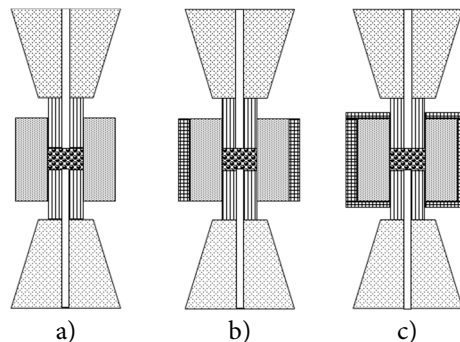
Several commercial FEM codes have been used for modeling of temperature distribution during FAST/SPS. The most often applied codes are ANSYS, ABAQUS and COMSOL. The last versions of ANSYS and ABAQUS include finite elements with electrical, thermal and structural degrees of freedom. This opens the possibility of fully-coupled FAST/SPS modeling. At the same time, these codes do not provide a model fully reflecting a complex behavior of metallic and ceramic powders during sintering. With some restriction geomechanics models such as the extended Drucker-Prager cap creep model can be used for this goal [27, 28]. However, the calibration of this model requires the investigation of powder behavior under isostatic loading at various temperatures. These experiments are time-consuming and suppose the application of special facilities such as a hot isostatic press equipped with dilatometer [29]. Alternatively, these experiments can be replaced by the densification modeling based on E. Olevsky's sintering theory or M. Abouaf's theory developed for hot isostatic pressing [14, 16]. Thereat, the identical influence of porosity (or relative density) on densification rate of different materials must be assumed. However, our previous experiments have shown that porosity functions are individual for each powder material [29]. In addition, this approach does not take into account the grain growth during FAST/SPS, which can drastically reduce creep and densification rate during sintering [9]. To do that the development of user-defined material model and additional experiments on grain size development during sintering are required. As stated above, other way to include mechanical behavior of powder into FAST/SPS model is determination of its densification direct from experiment at predetermined FAST/SPS cycle. The commercial FEM codes ANSYS and ABAQUS can be then directly applied for the FAST/SPS modeling by using obtained data.

3.3. Przykład

Przykładem z naszej praktyki modelowania MES jest optymalizacja projektu narzędzi FAST/SPS do spiekania kompozytu proszkowego W-5%Y₂O₃, który może być potencjalnie zastosowany jako materiał mający kontakt z plazmą w reaktorze syntezy jądrowej. Jednorodność drobnoziarnistej mikrostruktury jest dla tego zastosowania ważna. Można ją osiągnąć przy równomiernym rozkładzie temperatury. Wewnętrzna średnica matrycy 150 mm przyjęta została dla każdego przypadku modelowania. Badano wpływ grubości ścian i izolacji na gradient temperatury. Modelowano rozkład temperatury w matrycach o grubości ścianki 90 i 30 mm. Przyjęto dwa rodzaje izolacji matrycy: pionowa izolacja z filcu grafitowego o grubości 20 mm i izolacja pozioma o grubości 10 mm. Więcej szczegółów o modelowanych konfiguracji przedstawiono na rys. 3 i w tab. 2. Temperatura spiekania wynosiła zawsze 1700°C.

3.3. Example

An example from our FEM modeling practice is optimization of FAST/SPS tool design used for sintering of W-5%Y₂O₃ powder composite for potential application as a plasma-facing material in the nuclear fusion reactor. The homogeneity of the fine-grained microstructure is important for this application. This can be achieved at uniform temperature distribution. The internal die diameter of 150 mm was fixed in all cases of modeling. The influence of wall thickness and insulation on temperature gradient was investigated. The temperature distribution in the dies with the wall thickness of 90 and 30 mm were modeled. Two type of the die insulation were considered: vertical graphite felt insulation with the thickness of 20 mm and horizontal insulation with the thickness of 10 mm. More details of modeled setups are presented in Fig. 3 and in Tab. 2. The sintering temperature was always 1700°C.



Rys. 3. Schemat przedstawiający analizowane konfiguracje

Fig. 3. Schematic presentation of analyzed setups

Modelowanie wykazało, że zmniejszenie grubości ścianki matrycy od 90 mm do 30 mm wpływa na zmniejszanie spadku temperatury pomiędzy środkiem, a krawędzią wypraski od 334°C do 263°C dla matrycy nieizolowanej (rys. 3a). Przy zastosowaniu pionowej izolacji matrycy, spadek obniżono z 327°C do 200°C (rys. 3b). Interesującym odkryciem było dalsze zmniejszenie spadku temperatury do 50°C, po zastosowaniu dodatkowej izolacji poziomej (rys. 3c). Zatem zoptymalizowana konstrukcja narzędzi FAST/SPS została teoretycznie zaplanowana.

The modeling has shown that decrease in the die wall thickness from 90 mm to 30 mm results in diminishing of temperature drop between the center and the edge of the powder compact from 334°C till 263°C for non-insulating die (Fig. 3a). If the vertical die insulation was used, the drop was reduced from 327°C to 200°C (Fig. 3b). Interesting finding was the further decrease of temperature drop to 50°C when additional horizontal insulation was applied (Fig. 3c). Thus the optimized design of FAST/SPS tool was theoretically found.

Tab. 2. Wpływ grubości ścianki i izolacji matrycy na gradient temperatury (środek–krawędź) podczas wygrzewania przy spiekaniu FAST/SPS kompozytu proszkowego W-5%Y₂O₃

Tab. 2. Influence of die wall thickness and insulation on temperature gradient (center–edge) during dwell at FAST/SPS sintering of W-5%Y₂O₃ powder composite

Ścianka matrycy Die wall [mm]	Izolacja pionowa Vertical insulation [mm]	Izolacja pozioma Horizontal insulation [mm]	Temperatura spiekania Sintering temperature [°C]	Różnica temperatury Temperature difference [°C]
90	-	—	1700	334
90	20	—	1700	327
30	-	—	1700	263
30	20	—	1700	200
30	20	10	1700	53

Kształtowanie się różnicy temperatury pomiędzy środkiem a krawędzią próbki W-5%Y₂O₃ podczas całego cyklu spiekania w zoptymalizowanej matrycy pokazano na rys. 4. Gradient temperatury wzrasta podczas nagrzewania (szybkość nagrzewania wynosi około 100°C/min) i zmniejsza się do wartości ustalonej w czasie wygrzewania. Podobne zmiany temperatury zaobserwowano przy modelowaniu innych konfiguracji FAST/SPS.

The development of temperature difference between the center and the edge of W-5%Y₂O₃ sample during whole sintering cycle in the optimized die is shown in Fig. 4. The temperature gradient grows during the heating stage (heating rate of ca. 100°C/min) and reduces to the steady value during the dwell time. Similar temperature change was observed at modeling of other FAST/SPS setups.

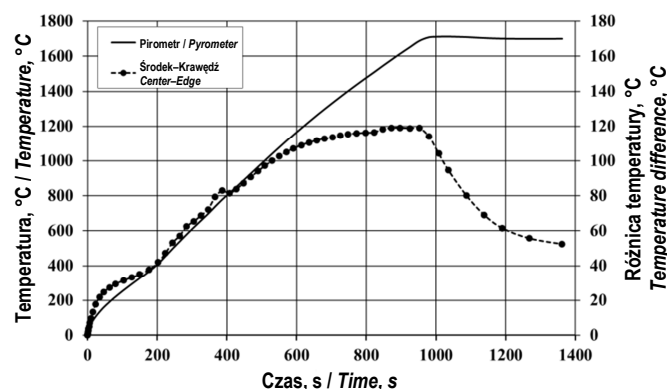


Fig. 4. Kształtowanie się różnicy temperatury pomiędzy środkiem, a krawędzią próbki W-5%Y₂O₃ podczas spiekania FAST/SPS w zoptymalizowanej matrycy

Fig. 4. Development of temperature difference between the center and the edge of W-5%Y₂O₃ sample during FAST/SPS sintering in the optimized die

3.4. Perspektywy

Wynik modelowania podkreśla efektywność odpowiedniej izolacji cieplnej dla zmniejszenia gradientów cieplnych powstających w wyniku promieniowania. W produkcji na dużą skalę i w produkcji wielkogabarytowych elementów bardziej skuteczne jest zastosowanie dodatkowego zewnętrznego nagrzewania indukcyjnego matrycy FAST/SPS. Ten typ nagrzewa-

3.4. Outlook

The modeling result in the previous section highlights the efficiency of an appropriate thermal insulation for reduction of thermal gradients arising due to radiation. In the large-scale production and in manufacturing of large-sized parts even more effective is application of an additional external inductive heating of the FAST/SPS die. This type of heating is known in

nia jest znany jako nagrzewanie hybrydowe. Odpowiednie wyposażenie zostało opracowane i wprowadzone na rynek [30]. Modelowanie rozkładu temperatury podczas nagrzewania hybrydowego jest trudnym zadaniem. W takim przypadku w modelu FAST/SPS dodatkowo należy uwzględnić pole magnetyczne. Innym trendem w opracowywaniu technologii FAST/SPS jest stosowanie wielu narzędzi do spiekania kilku części w jednym procesie [30]. Ewidentnie, rozkład temperatury w takiej konfiguracji jest silnie niejednorodny i musi być modelowany. Wpływ konstrukcji matrycy na rozkład temperatury oraz jej optymalizacja to kolejny ciekawy temat do modelowania. Do chwili obecnej opublikowano tylko kilka prac w tej ważnej dziedzinie [31].

4. PODSUMOWANIE

FAST/SPS jest techniką szybkiego spiekania z bezpośrednim nagrzewaniem narzędzi i przewodzących wyprasek. Rozkład temperatury podczas procesu FAST/SPS jest w wielu przypadkach niejednorodny. To prowadzi do niejednorodnej mikrostruktury i właściwości, zwłaszcza w wielkogabarytowych częściach spiekanych o skomplikowanych kształcie. Z drugiej strony, kontrolowane gradienty temperatury można stosować przy wytwarzaniu materiałów gradientowych. Dlatego zrozumienie i kontrola rozkładu temperatury w czasie FAST/SPS jest ważnym zadaniem inżynierii. Temperatura nie może być mierzona bezpośrednio wewnątrz wypraski. Alternatywnym sposobem określania rozkładu temperatury jest modelowanie oparte na MES. Modelowanie wymaga rozwiązania złożonego problemu multifizycznego przy wzajemnie oddziałujących polach elektrycznym, termicznym i mechanicznym. Dodatkowo potrzebne są liczne dane wejściowe. Możliwe jest wykorzystanie nowoczesnych kodów MES do całkowicie sprzężonego rozwiązania elektryczno-termiczno-mechanicznego problemu właściwego dla FAST/SPS. Głównym problemem jest wdrożenie kompleksowego, reologicznego zachowania proszku do kodu MES. Tutaj można stosować do pewnego stopnia modele geotech-

FAST/SPS community as the hybrid heating. The corresponding equipment was developed and brought to market [30]. The modeling of the temperature distribution during hybrid heating is a challenging task. In that case the magnetic field should be additionally considered in the FAST/SPS model. Another trend in development of FAST/SPS technology is application of multiple tools for sintering of several parts in a single cycle [30]. Evidently, that temperature distribution in such multiple setup is strongly inhomogeneous and has to be modeled. Influence of the die design on temperature field and its optimization is another interesting topic of modeling. Until present, only a few papers were published in this important area [31].

4. SUMMARY

FAST/SPS is the rapid sintering technique with the direct resistive heating of tool and conductive powder preform. The temperature field during FAST/SPS is in many cases inhomogeneous. This leads to heterogeneous microstructure and properties distribution especially in the large-sized and complex-shaped sintered parts. On the other hand, the controlled temperature gradients can be used at production of functionally graded materials. Therefore, understanding and control of temperature distribution during FAST/SPS is important engineering task. The temperature cannot be directly measured inside the powder compact. The alternative way for determination of temperature distribution is the FEM-based modeling. This modeling requires solution of a complex Multiphysics problem with interacting electrical, thermal and mechanical fields. Additionally, numerous input data are needed. The modern FEM codes can be used for fully-coupled solution of electric-thermal-mechanical problem inherent FAST/SPS. The main problem is the implementation of complex rheological behavior of powder into FEM code. Here to some extent the geotechnical models can be used. Alternatively, the densification behavior

niczne. Alternatywnie, zachowanie proszku przy zagęszczaniu można określić bezpośrednio z eksperymentów FAST/SPS, a następnie wykorzystywać do modelowania. Podejście to zostało wykorzystane w naszej pracy nad modelowaniem spiekania kompozytu na bazie wolframu. W przypadku braku izolacji cieplnej stwierdzono duże gradienty termiczne. Konstrukcja matrycy i izolacji termicznej zostały zoptymalizowane. Osiągnięto zmniejszenie gradientu temperatury od 334°C do 50°C.

PODZIĘKOWANIA

Autor dziękuje dr Ianie Tkachenko (Donbass State Engineering Academy, Ukraina) za jej pomoc przy modelowaniu FAST/SPS kompozytów proszkowych W-5%Y₂O₃ oraz dr Kim Vanmeensel (KU Leuven, Belgia) za dostarczenie danych wejściowych.

LITERATURA

- [1] Orru R., R. Licheri, A.M. Locci, A. Cincotti, G. Cao. 2009. „Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering”. *Materials Science and Engineering R* 63 (4–6): 127–287.
- [2] Guillon O., J. Gonzalez-Julian, B. Dargatz, T. Kessel, G. Schierning, J. Räthel, M. Herrmann. 2014. „Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: mechanisms, materials, and technology developments”. *Advanced Engineering Materials* 16 (7): 830–849.
- [3] Voisin T., J.-P. Monchoux, L. Durand, N. Karnatak, M. Thomas, A. Couret. 2015. „An innovative way to produce γ -TiAl blades: Spark Plasma Sintering”. *Advanced Engineering Materials* 17 (10): 1408–1413.
- [4] Voisin T., L. Durand, N. Karnatak, S. Le Gallet, M. Thomas, Y. Le Berre, J.-F. Castagné, A. Couret. 2013. „Temperature control during Spark Plasma Sintering and application to up-scaling and complex shaping”. *Journal of Materials Processing Technology* 2013 (2): 269–278.
- [5] Belmonte M., J. Gonzalez-Julian, P. Miranzo, M.I. Osendi. 2009. „Continuous in situ functionally graded silicon nitride materials”. *Acta Materialia* 57 (2009): 2607–2612.
- [6] Jajarmi E., L. Desogus, R. Orrù, S.A. Sajjadi, G. Cao. 2016. „On the fabrication of functional graded 3Y-PSZ/316L materials by SPS: Process optimization and characterization of the obtained products”. *Ceramics International* 42 (7): 8351–8359.

can be determined directly from FAST/SPS experiments and then used in modeling. This approach was used in our work for sintering modeling of the tungsten based composite. The large thermal gradients were found in the absence of thermal insulation. The design of die and thermal insulation was optimized. The reduction of temperature gradient from 334°C till 50°C was achieved.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author thanks PhD Iana Tkachenko (Donbass State Engineering Academy, Ukraine) for her help with modeling of FAST/SPS of W-5%Y₂O₃ powder composites and PhD Kim Vanmeensel (KU Leuven, Belgium) for providing the input data.

REFERENCES

- [1] Orru R., R. Licheri, A.M. Locci, A. Cincotti, G. Cao. 2009. “Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering”. *Materials Science and Engineering R* 63 (4–6): 127–287.
- [2] Guillon O., J. Gonzalez-Julian, B. Dargatz, T. Kessel, G. Schierning, J. Räthel, M. Herrmann. 2014. “Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: mechanisms, materials, and technology developments”. *Advanced Engineering Materials* 16 (7): 830–849.
- [3] Voisin T., J.-P. Monchoux, L. Durand, N. Karnatak, M. Thomas, A. Couret. 2015. “An innovative way to produce γ -TiAl blades: Spark Plasma Sintering”. *Advanced Engineering Materials* 17 (10): 1408–1413.
- [4] Voisin T., L. Durand, N. Karnatak, S. Le Gallet, M. Thomas, Y. Le Berre, J.-F. Castagné, A. Couret. 2013. “Temperature control during Spark Plasma Sintering and application to up-scaling and complex shaping”. *Journal of Materials Processing Technology* 2013 (2): 269–278.
- [5] Belmonte M., J. Gonzalez-Julian, P. Miranzo, M.I. Osendi. 2009. “Continuous in situ functionally graded silicon nitride materials”. *Acta Materialia* 57 (2009): 2607–2612.
- [6] Jajarmi E., L. Desogus, R. Orrù, S.A. Sajjadi, G. Cao. 2016. „On the fabrication of functional graded 3Y-PSZ/316L materials by SPS: Process optimization and characterization of the obtained products”. *Ceramics International* 42 (7): 8351–8359.

- [7] Suk M., S. Choi, J. Kim, Y. Kim, Y. Kwon. 2003. „Fabrication of a porous material with a porosity gradient by a pulsed electric current sintering process”. *Metals and Materials International* 9 (6): 599–603.
- [8] Zavaliangos A., J. Zhang, M. Krammer, J.R. Groza. 2004. „Temperature evolution during field activated sintering”. *Materials Science and Engineering A* 379 (1–2): 218–228.
- [9] Morita K., K. Hiraga. 2002. „Critical assessment of high-temperature deformation and deformed microstructure in high-purity tetragonal zirconia containing 3 mol.% yttria”. *Acta Materialia* 50 (5): 1075–1085.
- [10] Gillia O., D. Bouvard. 2000. „Phenomenological analysis of densification kinetics during sintering: application to WC-Co mixture”. *Materials Science and Engineering A* 279 (1–2): 185–191.
- [11] Mc.Williams B., A. Zavaliangos. 2008. „Multi-phenomena simulation of electric field assisted sintering”. *Journal of Materials Science* 43 (14): 5031–5035.
- [12] Kim H., O. Gillia, D. Bouvard. 2003. „A phenomenological constitutive model for the sintering of alumina powder”. *Journal of the European Ceramic Society* 23 (10): 1675–1685.
- [13] Mc.Williams B., J. Yu, A. Zavaliangos. 2015. „Fully coupled thermal–electric-sintering simulation of electric field assisted sintering of net-shape compacts”. *Journal of Materials Science* 50 (2): 519–530.
- [14] Besson J., M. Abouaf. 1992. „Rheology of porous alumina and simulation of hot isostatic pressing”. *Journal of the American Ceramic Society* 75 (8): 2165–2172.
- [15] Mondalek P., L. Silva, M. Bellet. 2011. „A numerical model for powder densification by SPS technique”. *Advanced Engineering Materials* 13 (7): 587–593.
- [16] Olevsky E.A.: „Theory of sintering: from discrete to continuum”. *Materials Science and Engineering R* 23 (2): 41–100.
- [17] Manière C., L. Durand, A. Weibel, C. Estournès. 2016. „Spark-plasma-sintering and finite element method: From the identification of the sintering parameters of a submicronic α -alumina powder to the development of complex shapes”. *Acta Materialia* 102: 169–175.
- [18] Manière C., A. Pavia, L. Durand, G. Chevallier, V. Bleyb, K. Afanga, A. Peigney, C. Estournès. 2015. „Pulse analysis and electric contact measurements in spark plasma sintering”. *Electric Power Systems Research* 127: 307–313.
- [19] Wei X., D. Giuntini, A.L. Maximenko, C.D. Haines, E.A. Olevsky. 2015. „Experimental investigation of electric contact resistance in spark plasma sintering tooling setup”. *Journal of the American Ceramic Society* 98 (11): 3553–3560.
- [7] Suk M., S. Choi, J. Kim, Y. Kim, Y. Kwon. 2003. “Fabrication of a porous material with a porosity gradient by a pulsed electric current sintering process”. *Metals and Materials International* 9 (6): 599–603.
- [8] Zavaliangos A., J. Zhang, M. Krammer, J.R. Groza. 2004. “Temperature evolution during field activated sintering”. *Materials Science and Engineering A* 379 (1–2): 218–228.
- [9] Morita K., K. Hiraga. 2002. “Critical assessment of high-temperature deformation and deformed microstructure in high-purity tetragonal zirconia containing 3 mol.% yttria”. *Acta Materialia* 50 (5): 1075–1085.
- [10] Gillia O., D. Bouvard. 2000. “Phenomenological analysis of densification kinetics during sintering: application to WC-Co mixture”. *Materials Science and Engineering A* 279 (1–2): 185–191.
- [11] Mc.Williams B., A. Zavaliangos. 2008. “Multi-phenomena simulation of electric field assisted sintering”. *Journal of Materials Science* 43 (14): 5031–5035.
- [12] Kim H., O. Gillia, D. Bouvard. 2003. “A phenomenological constitutive model for the sintering of alumina powder”. *Journal of the European Ceramic Society* 23 (10): 1675–1685.
- [13] Mc.Williams B., J. Yu, A. Zavaliangos. 2015. “Fully coupled thermal–electric-sintering simulation of electric field assisted sintering of net-shape compacts”. *Journal of Materials Science* 50 (2): 519–530.
- [14] Besson J., M. Abouaf. 1992. “Rheology of porous alumina and simulation of hot isostatic pressing”. *Journal of the American Ceramic Society* 75 (8): 2165–2172.
- [15] Mondalek P., L. Silva, M. Bellet. 2011. “A numerical model for powder densification by SPS technique”. *Advanced Engineering Materials* 13 (7): 587–593.
- [16] Olevsky E.A.: “Theory of sintering: from discrete to continuum”. *Materials Science and Engineering R* 23 (2): 41–100.
- [17] Manière C., L. Durand, A. Weibel, C. Estournès. 2016. “Spark-plasma-sintering and finite element method: From the identification of the sintering parameters of a submicronic α -alumina powder to the development of complex shapes”. *Acta Materialia* 102: 169–175.
- [18] Manière C., A. Pavia, L. Durand, G. Chevallier, V. Bleyb, K. Afanga, A. Peigney, C. Estournès. 2015. “Pulse analysis and electric contact measurements in spark plasma sintering”. *Electric Power Systems Research* 127: 307–313.
- [19] Wei X., D. Giuntini, A.L. Maximenko, C.D. Haines, E.A. Olevsky. 2015. „Experimental investigation of electric contact resistance in spark plasma sintering tooling setup”. *Journal of the American Ceramic Society* 98 (11): 3553–3560.

- [20] Olevsky E., S. Kandukuri, L. Froyen. 2008. „Analysis of mechanisms of spark-plasma sintering”. *Key Engineering Materials* 368-372: 1580–1584.
- [21] Vanmeensel K., A. Laptev, J. Hennicke, J. Vleugels, O. Van der Biest. 2005. „Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering”. *Acta Materialia* 53 (16): 4379–4388.
- [22] Vanmeensel K., A. Laptev, H. Sheng, I. Tkachenko, O. Van der Biest, J. Vleugels. 2013. „Experimental study and simulation of plastic deformation of zirconia-based ceramics in a pulsed electric current apparatus”. *Acta Materialia* 61 (7): 2376–2389.
- [23] Polder D., J.H. Van Santen. 1946. „The effective permeability of mixtures of solids”. *Physica* 12 (5): 257–271.
- [24] Vanmeensel K., A. Laptev, J. Hennicke, O. Van der Biest, J. Vleugels. 2007. „The influence of percolation during pulsed electric current sintering of ZrO₂-TiN powder compacts with varying TiN content”. *Acta Materialia* 55 (5): 1801–1811.
- [25] Argento C., D. Bouvard. 1996. „Modeling the effective thermal conductivity of random packing of spheres through densification”. *International Journal of Heat Mass Transfer* 39 (15): 1343–1350.
- [26] Montes J.M., F.G. Cuevas, J. Cintas. 2008. „Porosity effect on the electrical conductivity of sintered powder compacts”. *Applied Physics A. Materials Science and Processing* 92 (2): 375–380.
- [27] ABAQUS[®] Documentation, Release 6.14, Theory guide. Dassault Systèmes, Providence 2014.
- [28] ANSYS Academic Research, Release 15.0, Help System, Theory reference. 2014. Canonsburg: ANSYS Inc.
- [29] Laptev A.M., H.P. Buchkremer, R. Vaßen. 2001. „Investigation of input data for compaction modelling of hot isostatic pressing”. W: *Recent development in computer modelling of powder metallurgy processes*. Zavaliangos A., Laptev A. (eds.), Amsterdam: IOS Press. 151–159.
- [30] Hennicke J., H.U. Kessel, T. Kessel. 2010. „Kurzzeitsintern als Produktionsverfahren für die Pulvermetallurgie. Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis“. Band 26: 181–200.
- [31] Giuntini D., J. Räthel, M. Herrmann, A. Michaelis, E.A. Olevsky. 2015. „Advancement of tooling for Spark Plasma Sintering”. *Journal of the American Ceramic Society* 98 (11): 3529–3537.
- [20] Olevsky E., S. Kandukuri, L. Froyen. 2008. “Analysis of mechanisms of spark-plasma sintering”. *Key Engineering Materials* 368-372: 1580–1584.
- [21] Vanmeensel K., A. Laptev, J. Hennicke, J. Vleugels, O. Van der Biest. 2005. “Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering”. *Acta Materialia* 53 (16): 4379–4388.
- [22] Vanmeensel K., A. Laptev, H. Sheng, I. Tkachenko, O. Van der Biest, J. Vleugels. 2013. “Experimental study and simulation of plastic deformation of zirconia-based ceramics in a pulsed electric current apparatus”. *Acta Materialia* 61 (7): 2376–2389.
- [23] Polder D., J.H. Van Santen. 1946. “The effective permeability of mixtures of solids”. *Physica* 12 (5): 257–271.
- [24] Vanmeensel K., A. Laptev, J. Hennicke, O. Van der Biest, J. Vleugels. 2007. “The influence of percolation during pulsed electric current sintering of ZrO₂-TiN powder compacts with varying TiN content”. *Acta Materialia* 55 (5): 1801–1811.
- [25] Argento C., D. Bouvard. 1996. “Modeling the effective thermal conductivity of random packing of spheres through densification”. *International Journal of Heat Mass Transfer* 39 (15): 1343–1350.
- [26] Montes J.M., F.G. Cuevas, J. Cintas. 2008. “Porosity effect on the electrical conductivity of sintered powder compacts”. *Applied Physics A. Materials Science and Processing* 92 (2): 375–380.
- [27] ABAQUS[®] Documentation, Release 6.14, Theory guide. Dassault Systèmes, Providence 2014.
- [28] ANSYS Academic Research, Release 15.0, Help System, Theory reference. 2014. Canonsburg: ANSYS Inc.
- [29] Laptev A.M., H.P. Buchkremer, R. Vaßen. 2001. “Investigation of input data for compaction modelling of hot isostatic pressing”. In: *Recent development in computer modelling of powder metallurgy processes*. Zavaliangos A., Laptev A. (eds.), Amsterdam: IOS Press. 151–159.
- [30] Hennicke J., H.U. Kessel, T. Kessel. 2010. “Kurzzeitsintern als Produktionsverfahren für die Pulvermetallurgie. Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis“. Band 26: 181–200.
- [31] Giuntini D., J. Räthel, M. Herrmann, A. Michaelis, E.A. Olevsky. 2015. “Advancement of tooling for Spark Plasma Sintering”. *Journal of the American Ceramic Society* 98 (11): 3529–3537.