

شبیه‌سازی تغییر شکل‌های پیروپلاستیک بدنه‌های سرامیکی در هنگام فرایند زینتر حالت مایع به کمک آنالیز اجزای محدود

حامد یعقوبی^۱، اسمعیل صلاحی^{۲*}، فاطمه طاعتی اصیل^۳

^۱ دانشجوی دکتری مهندسی مواد، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده سرامیک، دانشگاه علم و صنعت، تهران، ایران
^۲ استادیار، پژوهشگاه مواد و انرژی، پژوهشکده نیمه‌هادی‌ها

* e-salahi@merc.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۱ فروردین ۱۳۹۶
پذیرش: ۲۲ مرداد ۱۳۹۶

کلید واژه:

تغییر شکل پیروپلاستیک، آنالیز اجزای محدود، ضریب گرانشی، دینامیک، پرسلان سخت، زینتر حالت مایع

چکیده:

هر گونه تغییر شکل ناخواسته و برگشت‌ناپذیر در بدنه‌های سرامیکی در هنگام فرایند زینتر حالت مایع که ناشی از اثر هم‌زمان تنش‌های مکانیکی و حرارتی است، به تغییر شکل‌های پیروپلاستیک مشهور هستند. این تغییر شکل‌ها به صورت‌های مختلفی مانند کاهش دقت ابعادی، اعوجاج، ترک و یا انهدام قطعه سرامیکی، خود را نشان می‌دهند. اصلاح این تغییر شکل‌ها پس از زینتر بدنه‌های سرامیکی با فرایندهای گران‌قیمتی مانند تراشکاری و پرداخت کاری در بعضی موارد امکان‌پذیر خواهد بود؛ در غیر این صورت، فرایند تولید بدنه سرامیکی باید از ابتدا به گونه‌ای تکرار شود تا از ایجاد مجدد این تغییر شکل‌ها جلوگیری شود. بنابراین، پیش‌بینی و شبیه‌سازی مقدار و محل این تغییر شکل‌ها همواره از اهمیت بسیار زیادی در بین محققان و تولیدکنندگان بدنه‌های سرامیکی برخوردار بوده است. تغییر خواص فیزیکی و مکانیکی با دما برای بدنه‌های سرامیکی در هنگام زینتر حالت مایع نقش اساسی در پیش‌بینی این تغییر شکل‌های پیروپلاستیک و در نهایت دقت ابعادی بدنه نهایی دارد. در این تحقیق، نخست بر اساس آزمون انحراف‌سنجی روی نمونه‌های سرامیکی، یک مدل ریاضی برای معادله میزان تغییر شکل پیروپلاستیک با زمان زینتر و سپس، مدل ریاضی دیگری برای معادله ضریب گرانشی دینامیک با دمای زینتر، به کمک روش AIC انتخاب شد. مدل‌های انتخاب‌شده در معادلات بنیادی فرایند زینتر حالت مایع، جایگزین و با روش آنالیز اجزای محدود به کمک زیر برنامه خزش در نرم افزار آباکوس، حل شدند. تطابق قابل قبول بین نتایج فرایند شبیه‌سازی و آزمون انحراف‌سنجی، حاکی از انتخاب صحیح مدل ریاضی انتخاب‌شده در این تحقیق است. تکرارپذیری، صحت و دقت‌سنجی مدل ریاضی انتخاب‌شده با دو آزمون تجربی دیگر شامل آزمون زینتر خمشی و زینتر حالت آزاد، انجام شد. پس از تأیید تکرارپذیری، صحت و دقت فرایند شبیه‌سازی، به پیش‌بینی و مقایسه با شواهد تجربی برای چندین خاصیت مهم فیزیکی و مکانیکی بدنه سرامیکی در هنگام زینتر حالت مایع پرداخته شد. از این خواص مهم، می‌توان به انقباض جهت‌دار، چگالی نسبی و توزیع آن، ضریب موثر برشی گرانشی، ضریب موثر حجمی گرانشی، تنش موثر زینتر و تنش هیدرواستاتیک اشاره نمود. نتایج حاکی از توزیع غیریکنواخت چگالی در نمونه‌های آزمون انحراف‌سنجی و زینتر خمشی است؛ رفتار جهت‌دار انقباض برای نمونه‌های سرامیکی ساخته‌شده به روش ریخته‌گری نیز مشاهده گردید؛ تنش موثر زینتر همواره از تنش هیدرواستاتیک بزرگ‌تر است، که منجر به ادامه و تکامل فرایند زینتر می‌شود. تغییرات ضریب موثر حجمی گرانشی با زمان زینتر، توقف در شیب نزولی انقباض حجمی در مراحل پایانی فرایند زینتر را نشان می‌دهد؛ که این رفتار نیز با آزمون دیلاتومتری ثابت شد.



۱- مقدمه

فرایند زینتر حالت مایع^۱ یک مرحله اصلی و حساس در تولید بدنه‌های سرامیکی است. تاثیر هم‌زمان تنش مکانیکی ناشی از وزن بدنه سرامیکی و تنش حرارتی ناشی از عدم یکنواختی در دما، منجر به تغییر شکل‌های ناخواسته و برگشت‌ناپذیر در بدنه سرامیکی پس از زینتر خواهد شد. این تغییر شکل‌ها که گاهی منجر به عدم کارایی لازم بدنه، کاهش دقت ابعادی، ترک و یا شکست آن می‌شود، به تغییر شکل‌های پیروپلاستیک^۲ معروف هستند. به عبارت دیگر، مقدار کمتر تغییر شکل پیروپلاستیک به مفهوم ثبات و دقت ابعادی بیشتر بدنه سرامیکی پس از فرایند زینتر است. این تغییر شکل و اعوجاج‌ها^۳ ناشی از جریان گرانشی فاز مذاب^۴ در بدنه و تاثیر هم‌زمان نیروی جاذبه و دما در هنگام فرایند زینتر حالت مایع است [۵-۱].

اصلاح تغییر شکل‌های پیروپلاستیک برای بدنه سرامیکی پس از زینتر، یک فرایند پیچیده و نیازمند صرف زمان و هزینه‌های زیاد پرداخت کاری^۵ و ماشین‌کاری است [۷-۳]؛ بنابراین همواره یافتن روش‌هایی برای پیش‌بینی و اصلاح این تغییر شکل‌ها قبل از فرایند زینتر از اهداف اصلی محققان در این زمینه بوده است. یکی از مهم‌ترین این روش‌ها، سعی و خطا^۶ است. این روش علاوه بر هزینه‌های زیاد ساخت مدل، قالب و نمونه‌های متعدد، نیاز به زمان زیاد

نیز دارد. علاوه بر این، با تغییر اندکی در مواد اولیه، شرایط ساخت و یا زینتر بدنه، تغییر شکل‌های پیروپلاستیک بدنه نهایی، ممکن است به شدت تغییر نماید. در نتیجه، چرخه فرایند سعی و خطا تکرار خواهد شد تا تغییر شکل‌های پیروپلاستیک، قابلیت کنترل و پیش‌بینی پیدا نمایند [۱۰-۴]. یکی دیگر از روش‌ها برای پیش‌بینی و اصلاح تغییر شکل‌های پیروپلاستیک، شبیه‌سازی و مدل‌سازی است. در این روش، شبیه‌سازی شکل نهایی بدنه سرامیکی پس از زینتر انجام و طراحی قسمت‌هایی از بدنه که دچار تغییر شکل پیروپلاستیک می‌شوند، اصلاح خواهند شد. اصلاح طراحی بدنه سرامیکی باید به گونه‌ای انجام شود تا این تغییر شکل‌ها به حداقل مقدار خود برسد. برای اجرای این نوع شبیه‌سازی‌ها نیاز به یک مدل جهت توصیف هرچه بهتر فرایند زینتر است. به منظور افزایش دقت این مدل‌ها برای شبیه‌سازی زینتر حالت مایع، باید عوامل تاثیرگذار در ریزساختار مانند نیروهای موینگی^۷ ناشی از حضور فاز مذاب درون تخلخل‌ها، شیوه آرایش^۸ ذرات جامد، پدیده رشد دانه‌ها، جوانه‌زنی و رشد فازهای جدید، رفتار چگالش^۹ و انقباض حجمی^{۱۰} و ... در نظر گرفته شود. نیروی جاذبه، نیروی اصطکاک و مقدار تماس بین بدنه سرامیکی و نسوزهای نگهدارنده در کوره‌های پخت، جهت‌گیری ترجیحی صفحات کائولن در هنگام شکل‌دهی بدنه‌های سرامیکی، چگالی ناهمسان و ... نیز به عنوان دیگر عوامل تاثیرگذار باید در نظر گرفته شود [۱۳-۷].

¹ Liquid phase sintering process

² Pyroplastic deformation

³ Distortion

⁴ Viscose flow deformation

⁵ Finishing

⁶ Trial and error

⁷ Capillary force

⁸ Arrangement

⁹ Densification

¹⁰ Shrinkage



محیط‌های پیوسته توسط محققانی مانند اولوسکی، شیمایا، شیناگوا و ... ارائه شده است [۲۶-۱۵]. این رابطه براساس معادلات ترمودینامیک فرایندهای برگشت‌ناپذیر برای مواد گرانبه و متخلخل است. یک بدنه متخلخل سرامیکی در حالت خام به‌عنوان یک ماده دو فازی شامل فاز ماده (اسکلت بدنه متخلخل) و فاز تخلخل‌ها در نظر گرفته می‌شود. معادله بنیادی فرایند زینتر به صورت رابطه (۱) است [۲۶-۲۰].

$$\dot{\epsilon}_{ij}^{in} = \frac{\sigma'_{ij}}{2G_p} + \frac{(\sigma_m - \sigma_s)}{3K_p} \delta_{ij} \quad (1)$$

در رابطه (۱) تنش انحرافی^۸ σ'_{ij} ، ضریب موثر برشی گرانبه^۹ G_p نشانگر مقاومت ماده در برابر تغییر شکل، ضریب موثر حجمی گرانبه^{۱۰} K_p نشانگر مقاومت ماده در برابر تغییرات حجمی (انقباض حجمی)، نرخ کرنش غیرالاستیک^{۱۱} $\dot{\epsilon}_{ij}^{in}$ ، تنش زینتر^{۱۱} یا تنش لاپلاس σ_s ، تنش هیدرواستاتیک σ_m و دلتای کرونگر δ_{ij} است. ضرایب موثر برشی و حجمی گرانبه مطابق با رابطه (۲) و (۳) وابسته به مقدار تخلخل نسبی بدنه سرامیکی θ و ضریب گرانبه^{۱۲} آن η است [۲۶].

$$G_p = (1 - \theta)^2 \eta \quad (2)$$

$$K_p = \frac{4(1 - \theta)^2}{3\theta} \eta \quad (3)$$

ضریب گرانبه^{۱۲} دینامیک بدنه η به دما وابسته است، که برای محاسبه آن باید از روش‌های تجربی استفاده شود. این

راج^۱ و همکارانش [۱۵-۱۰] تاثیر متغیرهای شکل‌دهی بر ناهمسانگردی انقباض بدنه‌های آلومینایی شکل داده شده به روش ریخته‌گری نواری^۲ در هنگام زینتر بررسی نمودند. اولوسکی^۳ و همکارانش [۱۸-۱۶] با در نظر گرفتن معادلات بنیادی تغییر شکل خزش، برپایه مکانیک محیط‌های پیوسته یکی از بهترین مدل‌ها را برای توصیف فرایند زینتر حالت مایع ارائه داده‌اند. شیناگوا^۴ و همکارانش [۲۰-۱۹] منشا انقباض و چگالی ناهمسانگرد^۵ بدنه‌های آلومینایی شکل داده شده به روش پرس تک‌جهته پس از فرایند زینتر را مطالعه نمودند. در این بین بعضی از محققین به تغییر شکل‌های پودرهای فلزی در هنگام زینتر پرداخته‌اند اما به دلیل تشکیل فاز مذاب کم‌تر و هزینه‌های کم‌تر تراش‌کاری و پرداخت‌کاری این بدنه‌ها، از حساسیت کمتری نسبت به زینتر حالت مایع پودرهای سرامیکی برخوردار است. محققان دیگر به بررسی تغییر شکل‌های پیروپلاستیک بدنه‌های چینی بهداشتی و پرسلان‌های نرم نیز پرداخته‌اند [۲۰-۱۵]؛ از ویژگی مهم این بدنه‌ها دمای زینتر حدود ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد و مقدار فاز مذاب کم (کمتر از ۶۰ درصد وزنی) است. پرسلان سخت به‌عنوان یکی از مهمترین بدنه‌های مهندسی و صنعتی در سرامیک‌ها به دلیل تشکیل فاز مذاب زیاد (بیش از ۶۰ درصد وزنی) و دمای زینتر بالا (حدود ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد) همواره از اهمیت زیادی در بین محققین برخوردار است [۱۸-۱۰]. معادله بنیادی^۶ فرایند زینتر با ترکیب علم مواد و مکانیک

⁷ Shima

⁸ Deviatoric stress

⁹ Effective shear viscosity

¹⁰ Effective bulk viscosity

¹¹ Sintering stress

¹² Dynamic viscosity

¹ Raj

² Tape casting

³ Olevesky

⁴ Shinagawa

⁵ Anisotropic

⁶ Constitutive equation



سعی و خطا، و در نهایت قیمت تمام شده قطعه سرامیکی است.

۲- فعالیت‌های تجربی

نمونه‌های پرس‌لان سخت^۲ با ترکیب شیمیایی نشان داده شده در جدول ۱، درون جارمیل به مدت ۴۸ ساعت آسیاب تا دوغاب تهیه شده پس از عبور از الک مش ۴۵ میکرون و آهنربای ۵ هزار گاوس به منظور حذف ناخالصی‌های آهن، درون قالب‌های گچی ریخته‌گری شود. پس از ۱۵ دقیقه، نمونه‌ها از درون قالب خارج و درون خشک‌کن با دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت قرار گرفتند. ابعاد نمونه‌ها پس از خشک شدن کامل معادل ۵/۸×۳۶×۲۶۰ میلی‌متر است. تصویر این نمونه‌های ریخته‌گری شده در شکل ۱- (الف) نشان داده شده است.

جدول ۱- آنالیز XRF بدنه پرس‌لان سخت ساخته شده

نام ماده	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Li ₂ O
مقدار (درصد)	۶۳/۵	۲۵/۷	۰/۳۲	۰/۰۵	۰/۳۳	۱/۷۷	۰/۶۷	۰/۱۵	۷/۲

همچنین با دوغاب سرامیکی ساخته شده پس از افزودن ۱ درصد چسب پلی وینیل الکل، به کمک خشک‌افشان^۳، گرانول ساخته شد. تصویر میکروسکوپ نوری این گرانول‌ها در شکل ۱- (ب) نشان داده شده است. گرانول‌های تولید شده در یک قالب فولادی و صلب به کمک پرس تک‌جهته با فشاری معادل ۴۰ بار، با طول و عرض ثابت ۲۲×۱۰۳ میلی‌متر پرس شدند. ضخامت این نمونه‌ها متغیر و معادل ۱۶/۵، ۹/۵ و ۷

ضریب با رابطه (۴) و از طریق آزمون انحراف‌سنجی^۱ که در ادامه به شرح آن پرداخته شده است، محاسبه خواهد شد [۱۸-۲۶].

$$\delta = \frac{5\rho g L^4}{32\eta h^2} \quad (4)$$

در رابطه (۴) مقدار نرخ انحراف نمونه در آزمون انحراف‌سنجی δ ، فاصله بین دو تکیه‌گاه L ، شتاب گرانش زمین g ، چگالی توده نمونه ρ و ضخامت نمونه h است. منظور از نرخ انحراف نمونه در رابطه (۴)، مشتق انحراف نمونه نسبت به زمان است.

تنش‌زینتر به دلیل نیروهای موینگی ناشی از حضور فاز مذاب درون تخلخل‌ها است که با رابطه (۵) محاسبه خواهد شد [۱۵-۲۶].

$$\sigma_s = \frac{3\gamma}{2r_0}(1-\theta)^2 \quad (5)$$

در رابطه (۵) مقدار کشش سطحی فاز مذاب γ و شعاع متوسط ذرات r_0 است.

همان‌طور که پیش‌تر اشاره شد در روش سعی و خطا، فرایند طراحی، ساخت قالب و فرایندهای ساخت بدنه سرامیکی به طور متناوب در حال تکرار شدن است تا قطعه نهایی پس از زینتر به شکل مطلوب خود برسد. تعداد دفعات تکرار چرخه سعی و خطا وابسته به صحت و دقت فرایندهای طراحی و ساخت بدنه است. شناخت کامل رفتار پیروپلاستیک یک بدنه سرامیکی به کمک آزمون‌های ساده، ارزان قیمت و تکرارپذیر مهمترین و ضروری‌ترین ورودی فرایند شبیه‌سازی به منظور کاهش تعداد دفعات چرخه

² Hard porcelain

³ Spray drier

¹ Fleximetry



نمونه‌های خام، مطابق با برنامه حرارتی^۲ نشان داده شده در شکل ۳ داخل کوره الکتریکی با حجم ۲۰ لیتر پخت شدند. آزمون انحراف سنجی یا انحراف از وسط^۳ نمونه‌ها به منظور محاسبه تابع میزان انحراف با زمان زینتر، مشتق آن نسبت به زمان و در نهایت محاسبه ضریب گرانیروی دینامیک مورد استفاده قرار می‌گیرد. شیوه قرارگیری نمونه‌ها روی پایه نسوز در این آزمون که در شکل ۴- (الف) نشان داده شده است، منجر به کمینه‌شدن اثر نیروی اصطکاک و بیشینه تاثیر نیروی جاذبه خواهد شد. در این آزمون، نمونه خام در هنگام زینتر علاوه بر انقباض حجمی، به دلیل اثر نیروی وزن، دچار خمش از وسط نیز می‌شود. اندازه‌گیری میزان این خمش با زمان زینتر، تابع جابه‌جایی با زمان را مشخص خواهد کرد. برای اندازه‌گیری میزان صحت^۴، دقت^۵ و تکرارپذیری^۶ مدل ارائه شده و فرایند شبیه‌سازی در این تحقیق، دو آزمون تجربی زیر نیز طرح‌ریزی شدند. نمونه‌ها در این دو آزمون، هنگام زینتر بر روی پایه‌های نسوز به صورت شکل ۴- (ب) و (ج) قرار داده می‌شوند. قرارگیری نمونه روی یک صفحه نسوز مانند شکل ۴- (ب) که به آزمون زینتر حالت آزاد^۷ معروف است، باعث صفر شدن اثر نیروی جاذبه و بیشینه شدن اثر نیروی اصطکاک در هنگام زینتر خواهد شد. قرارگیری نمونه روی پایه‌نسوز مانند شکل ۴- (ج) که به آزمون زینتر خمشی^۸ معروف است، منجر به اثر هم‌زمان نیروی جاذبه و اصطکاک خواهد شد.

² Firing curve

³ Midpoint deflection test

⁴ Precision

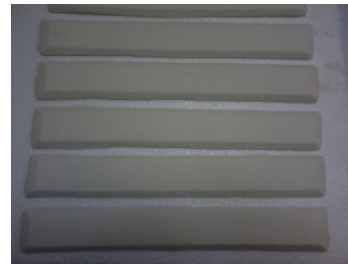
⁵ Accuracy

⁶ Reproduce ability

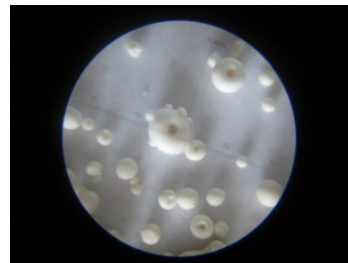
⁷ Free sintering test

⁸ Sinter bending test

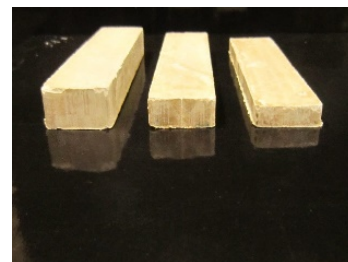
میلیمتر است. تصاویر این نمونه‌های پرس شده در شکل ۱- (ج) نشان داده شده است. نمونه شماره ۱ دارای بیشترین ضخامت و نمونه شماره ۳ دارای کمترین ضخامت است.



الف



ب

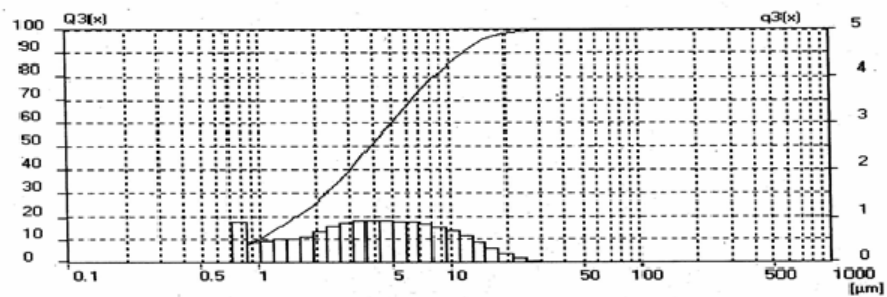
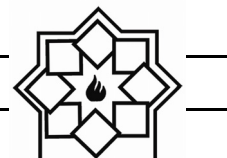


ج

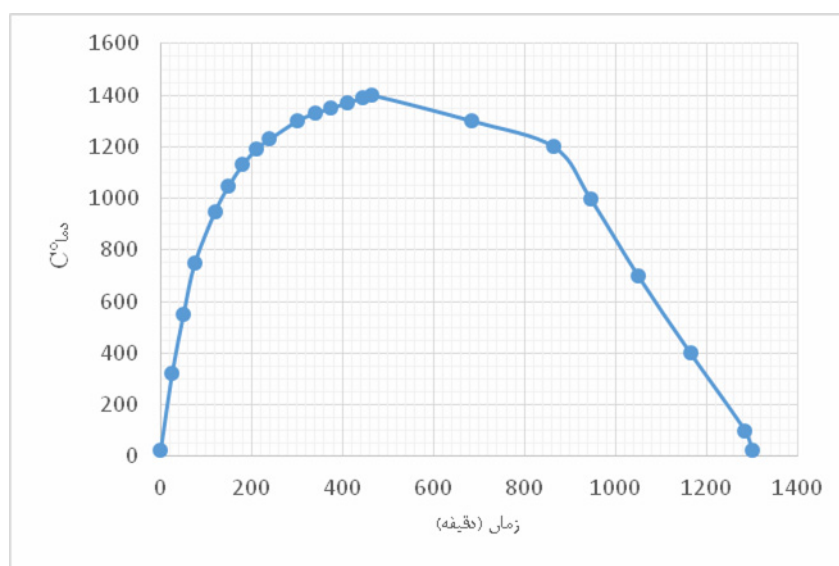
شکل ۱- (الف) تصویر نمونه‌های ساخته شده به روش ریخته‌گری (ب) تصویر میکروسکوپ نوری از گرانول‌های ساخته شده (بزرگنمایی ۱۰۰) (ج) تصویر نمونه‌های پرس شده با ضخامت‌های مختلف

به منظور یافتن ثابت T_0 در رابطه (۵)، آزمون اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات^۱ به کمک لیزر با دستگاه Fritsch analysette 22 در محدوده طول موج ۰/۷۲ تا ۱۰۵/۵۲ میکرومتر انجام شد. نتیجه این آزمون در شکل ۲ نشان می‌دهد که علاوه بر توزیع نرمال ذرات، اندازه متوسط ذرات یا $D_{50}=3.89$ است.

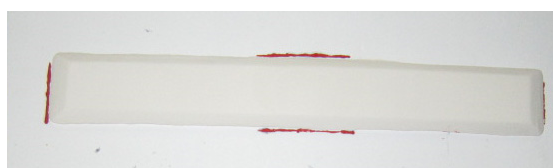
¹ Laser particle size distribution



شکل ۲- نتیجه آزمون توزیع اندازه ذرات به کمک لیزر برای نمونه دوغاب سرامیکی ساخته شده



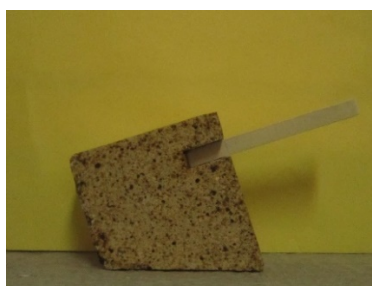
شکل ۳- برنامه حرارتی زینتر نمونه‌ها تا بیشینه دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد



ب



الف



ج

شکل ۴- شیوه قرارگیری نمونه‌های خام روی پایه‌های نسوز طراحی شده



در رابطه (۷) مقدار واقعی جابه‌جایی اندازه‌گیری شده در آزمون انحراف‌سنجی δ_i و مقدار محاسبه شده به کمک مدل پیشنهادی $f(t_i, \theta)$ است [۲۸-۲۳].

جدول ۲- محاسبه مقادیر مجموع مربعات باقیمانده در

مدل‌های پیشنهادی

مدل‌ها	$f(t, \theta)$	K	RSS
مدل ۱	$-1.40 \times 10^{-4} + 5.26 \times 10^{-7}t + 5.13 \times 10^{-11}t^2$	۳	$4/0.6 \times 10^{-5}$
مدل ۲	$2.13 \times 10^{-2} + 7.11 \times 10^{-11}t^2$	۲	$2/98 \times 10^{-5}$
مدل ۳	$5.05 \times 10^{-7}t + 5.19 \times 10^{-11}t^2$	۲	$5/60 \times 10^{-5}$
مدل ۴	$7.66 \times 10^{-11}t^2$	۱	$2/11 \times 10^{-5}$
مدل ۵	$1.02 \times 10^{-2} - 5.34 \times 10^{-7}t + 1.69 \times 10^{-10}t^2 - 3.22 \times 10^{-15}t^2$	۴	$13/80 \times 10^{-5}$

در نهایت مدل چهارم که دارای حداقل مقدار RSS است، انتخاب شد. رابطه (۸) این مدل را نشان می‌دهد. ارتباط بین مدل انتخاب شده و داده‌های تجربی در شکل ۵ نشان داده شده است.

$$\delta(t) = 7.65654 \times 10^{-11} t^2 \quad (8)$$

حال اگر از معادله جابه‌جایی (رابطه ۸) نسبت به زمان مشتق گرفته شود، معادله نرخ جابه‌جایی یا همان سرعت انحراف^۷ حاصل خواهد شد (رابطه ۹).

$$\dot{\delta} = \frac{d\delta}{dt} \left(\frac{m}{sec} \right) = 1.53131 \times 10^{-10} t \quad (9)$$

پس از کامل شدن برنامه حرارتی، آزمون‌های اندازه‌گیری تخلخل و چگالی نسبی، تغییرات ابعادی دایمی (PLC)^۱، بررسی‌های ریزساختاری و ریخت‌شناسی^۲ به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۳ مجهز به تفرق‌سنجی پراکنش انرژی (EDS)^۴ انجام شد. نتایج این فعالیت‌های تجربی برای مقایسه با فرایند شبیه‌سازی در ادامه ارائه خواهد شد.

۳- نتایج و بحث

مقدار انحراف δ نمونه‌های سرامیکی با زمان زینتر در آزمون انحراف‌سنجی اندازه‌گیری و در شکل ۵ به‌عنوان نتیجه آزمون تجربی نشان داده شده است. برای یافتن بهترین مدلی که تغییرات مقدار انحراف با زمان زینتر یا تابع جابه‌جایی با زمان را بیان نماید، از معیار (AIC)^۵ رابطه (۶) استفاده شد.

$$AIC = n \log(RSS) + 2K \quad (6)$$

مقدار n تعداد نمونه‌ها و K تعداد متغیرها در هر مدل پیشنهادی است. مقادیر مجموع مربعات باقیمانده (RSS)^۶ برای ۵ مدل پیشنهادی به کمک رابطه (۷) محاسبه و نتایج در جدول شماره ۲ نشان داده شده است.

$$RSS = \sum_{i=1}^n (\delta_i - f(t_i, \theta))^2 \quad (7)$$

¹ Permanent linear change

² Morphology

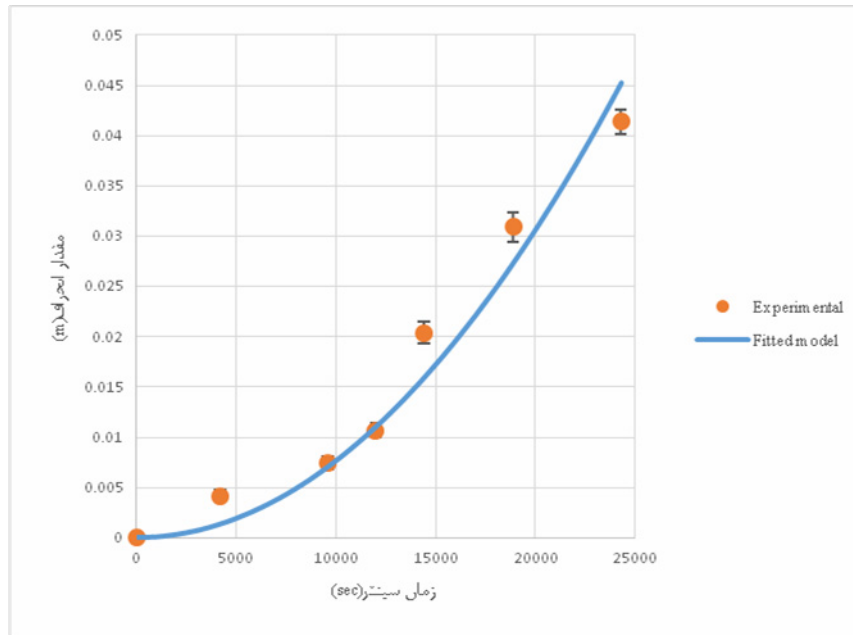
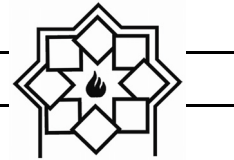
³ Scanning electron microscopy

⁴ Energy dispersive spectroscopy

⁵ Akaike information criterion

⁶ Residual sum of squares

⁷ Deflection rate



شکل ۵- تطابق بین داده‌های تجربی و بهترین منحنی پیشنهادی برای میزان انحراف بدنه سرامیکی با دما در آزمون انحراف سنجی

نشان داده شده است. جدول ۳ مقادیر RSS را برای مدل ۵ پیشنهادی به منظور یافتن بهترین معادله گرانشی دینامیک نشان می‌دهد.

مقادیر گرانشی دینامیک نمونه‌ها در دماهای متفاوت هنگام فرایند زینتر، با وارد کردن مقادیر سرعت انحراف (رابطه ۹)، چگالی توده و ضخامت نمونه‌ها در رابطه (۴) محاسبه خواهد شد. این مقادیر در شکل ۶ به عنوان نتایج آزمون تجربی

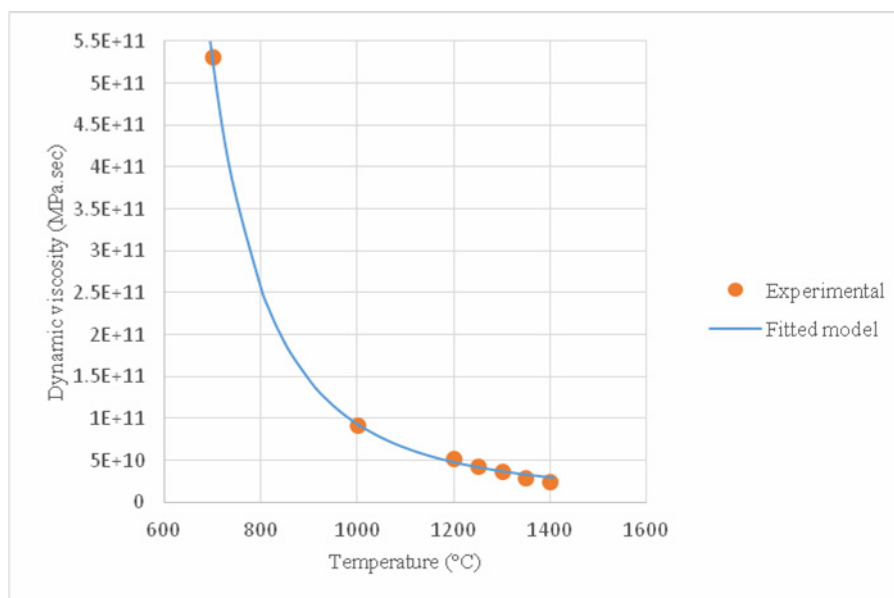
جدول ۳- محاسبه مقادیر مجموع مربعات باقیمانده در مدل‌های پیشنهادی

مدل‌ها	$f(t, \theta)$	K	RSS
مدل ۱	$2.16 \times 10^{12} - 3.95 \times 10^9 T + 1.55 \times 10^6 T^2$	۳	۱۵۶/۸۶
مدل ۲	$5.58 \times 10^{11} - 31.33 T^2$	۳	۱۶۲/۹۷
مدل ۳	$4.35 \times 10^{11} - 179.48 T^2$	۳	۱۶۳/۷۷
مدل ۴	$5.88 \times 10^{12} - 1.42 \times 10^{10} T + 1.15 \times 10^7 T^2 - 3108.82 T^3$	۴	۱۴۷/۰۶
مدل ۵	$1.62 \times 10^9 \exp\left(\frac{405511}{T}\right)$	۲	۱۴۰/۵۴



$$\eta(\text{pa}\cdot\text{sec}) = 1.6195 \times 10^9 \exp\left(\frac{4055.11}{T}\right) \quad (10)$$

با معیار AIC بهترین مدل برای گرانیوی دینامیک این بدنه سرامیک، مدل شماره ۵ که دارای حداقل مقدار RSS است، انتخاب شد. این مدل در رابطه (۱۰) نشان داده شده است.



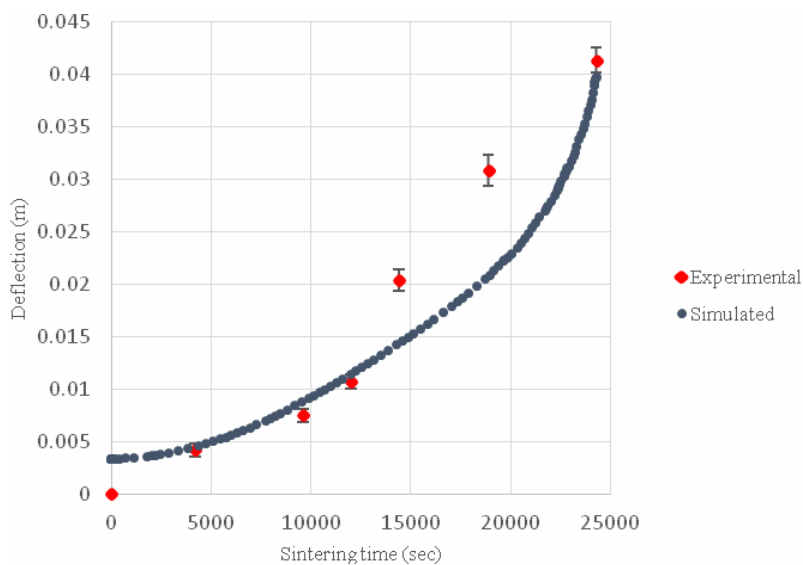
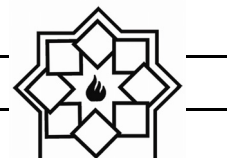
شکل ۶- تطابق بین داده‌های تجربی و بهترین منحنی پیشنهادی برای گرانیوی دینامیک بدنه سرامیک

نمونه از کوره بازیابی شده و توانایی اندازه‌گیری آن به صورت تجربی وجود ندارد. در سایر زمان‌های زینتر تطابق قابل قبولی بین داده‌های تجربی و شبیه‌سازی وجود دارد. تفاوت اندک در زمان حدود ۲۰۰۰۰ ثانیه احتمالاً مربوط به خطاهای دستگاهی یا اندازه‌گیری است. شکل ۸ مقایسه نتایج آزمون انحراف‌سنجی و شبیه‌سازی را نشان می‌دهد. شکل ۹ آنالیز حساسیت به مش بندی را نیز نشان می‌دهد. زمانی که تغییرات مقدار بیشینه انحراف در مرکز نمونه با تغییرات دانسیته مش به حداقل برسد، حساسیت به مش بندی نیز کاهش یافته است. کاهش حساسیت به مش بندی به مفهوم انتخاب صحیح و مناسب تعداد و اندازه مش‌ها است. منظور از دانسیته مش در این آنالیز، تعداد مش در واحد سطح است.

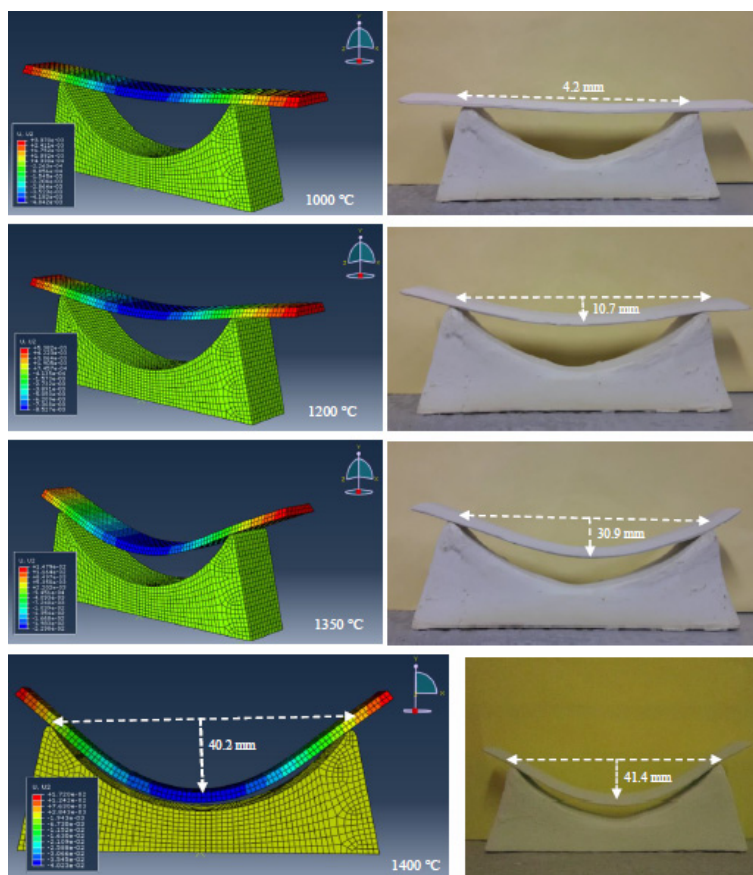
با جایگزینی مدل انتخاب‌شده برای گرانیوی دینامیک در رابطه (۲) و (۳) و با در نظر گرفتن برنامه حرارتی در شکل ۳، آنالیز اجزای محدود در نرم‌افزار آباکوس با استفاده از المان C3D8I، روش iterative برای حل‌کننده معادله و روش انتگرال‌گیری explicit/implicit به کمک زیربرنامه^۱ خزش اجرا شد. اولین نتیجه شبیه‌سازی مربوط به مقایسه مقدار انحراف پیروپلاستیک با مقدار تجربی است. این مقایسه در شکل ۷ نشان داده شده است.

در شکل ۷ در زمان صفر، مقدار انحراف کمتر از ۳ میلی‌متر به کمک شبیه‌سازی محاسبه شده است. این مقدار انحراف، مربوط به کرنش الاستیک است، که بلافاصله با خروج

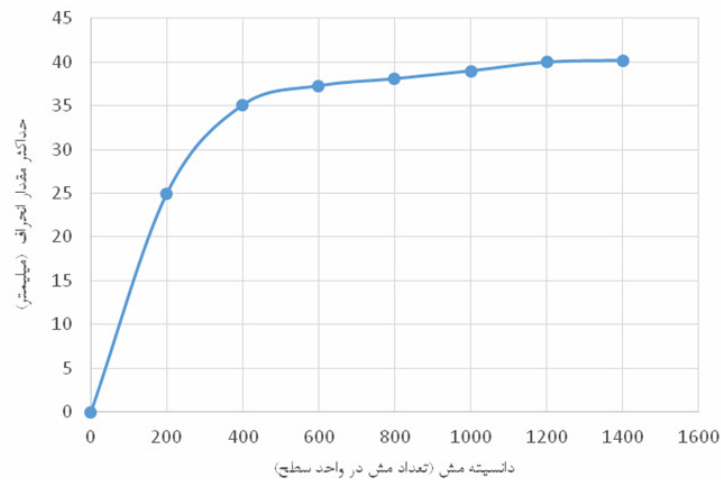
^۱ Subroutine



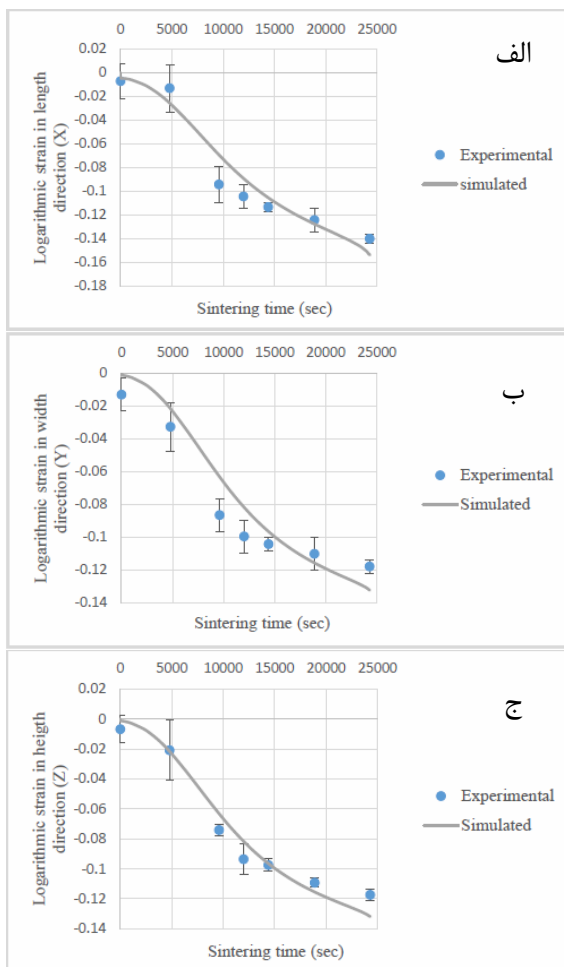
شکل ۷- مقایسه مقدار انحراف در فرایند شبیه‌سازی و فعالیت تجربی



شکل ۸- مقایسه انحراف نمونه‌های واقعی و شبیه‌سازی شده در آزمون انحراف سنجی برای نمونه‌های سرامیکی



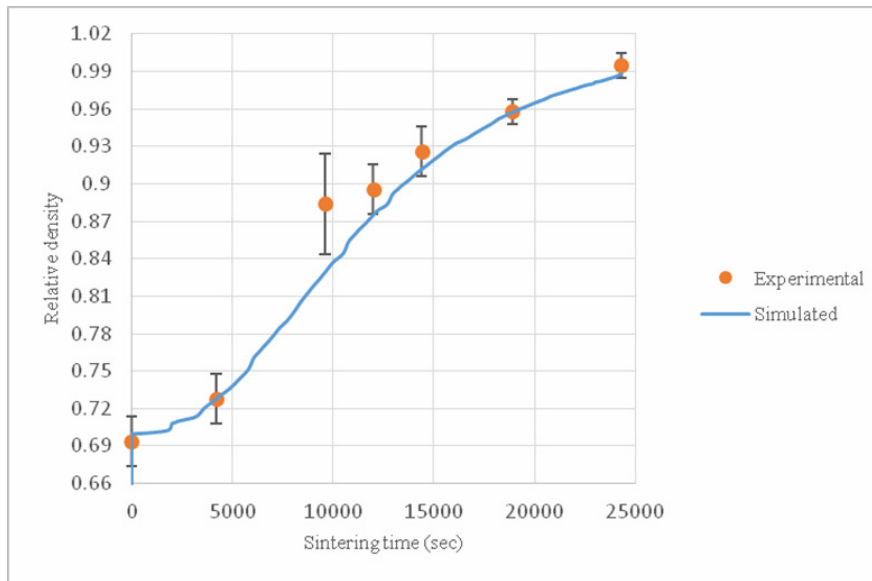
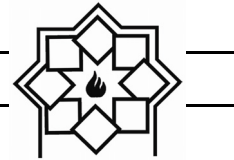
شکل ۹- نمودار آنالیز حساسیت به مش بندی



شکل ۱۰- مقایسه مقدار انقباض شبیه سازی شده و تجربی در (الف) جهت (X)، (ب) جهت (Y)، (ج) جهت (Z)

شکل ۱۰ مقایسه مقادیر انقباض شبیه سازی شده با مقادیر واقعی اندازه گیری شده در سه جهت اصلی شامل طول، عرض و ارتفاع برای نمونه ها در آزمون انحراف سنجی را نشان می دهد. مقدار انقباض در جهت عمود بر محور ریخته گری (جهت X) حدود ۱/۱۵ برابر بزرگتر از انقباض در جهت ریخته گری (جهت Y) است. این رفتار ناشی از جهت گیری ترجیحی^۱ صفحات کائولن است. ذرات کائولن در یک دوغاب روان شده پرسیلان، زمانی که درون قالب گچی ریخته می شود به سمت قالب گچی نفوذ و لایه بدنه خام را تشکیل می دهد. جهت نفوذ آب موازی با جهت لوله های مویین در قالب گچی است و صفحات کائولن موازی با آن جهت گیری خواهند کرد [۲۷-۳۲].

¹ Preferential orientation



شکل ۱۱ - مقایسه چگالی نسبی اندازه‌گیری شده به روش تجربی و شبیه‌سازی شده

پرس‌تک‌جهته در آزمون زینتر خمشی مورد بررسی قرار گرفتند. لازم به ذکر است که ترکیب شیمیایی نمونه‌های سرامیکی و منحنی پخت ثابت در نظر گرفته شد. مقایسه مقدار انحراف شبیه‌سازی شده و نمونه‌های واقعی در شکل ۱۲ نشان داده شده است.

مقدار جابه‌جایی جزئی^۴ در راستای محور Y که نشان‌دهنده مقدار انحراف در آزمون زینتر خمشی است، در شکل ۱۳ حاکی از تطابق قابل قبول با خطای کمتر از ۳ درصد بین نتایج حاصل از آزمون تجربی و شبیه‌سازی است.

پس از اطمینان از فرایند شبیه‌سازی و مدل انتخاب شده در این تحقیق، چندین خاصیت مهم فیزیکی و مکانیکی که اندازه‌گیری آنها به روش‌های تجربی بسیار دشوار و هزینه‌بر است، برای این بدنه سرامیکی پیش‌بینی و با شواهد تجربی مقایسه شد. یکی از مهمترین خواص فیزیکی قابل پیش‌بینی، توزیع غیریکنواخت چگالی بعد از اتمام فرایند زینتر است.

نتایج شبیه‌سازی و آزمون‌های تجربی برای چگالی نسبی^۱ در شکل ۱۱ نشان می‌دهد که فرایند چگالش^۲ تا قبل از زمان ۵۰۰۰ ثانیه به صورت آهسته در حال پیشروی است و بعد از آن در فاصله زمانی ۵۰۰۰ تا ۲۰۰۰۰ ثانیه با شیب سریع‌تری رشد می‌کند و در نهایت پس از زمان ۲۰۰۰۰ ثانیه سرعت رشد آن دوباره کم خواهد شد. این تغییرات در فرایند چگالش در هنگام زینتر حالت مایع بیانگر افزایش مقدار فاز مذاب در فاصله زمانی ۵۰۰۰ تا ۲۰۰۰۰ ثانیه است. این افزایش در مقدار فاز مذاب در هنگام زینتر به همراه کاهش گرانیوی آن منجر به افزایش چگالی نسبی و پرشدن^۳ تخلخل‌ها خواهد شد. این موضوع نیز در سایر مطالعات نشان داده شده است [۲۹-۳۲].

به منظور تایید صحت و دقت مدل انتخاب شده و فرایند شبیه‌سازی؛ نمونه‌های سرامیکی ساخته شده به روش

¹ Relative density

² Densification

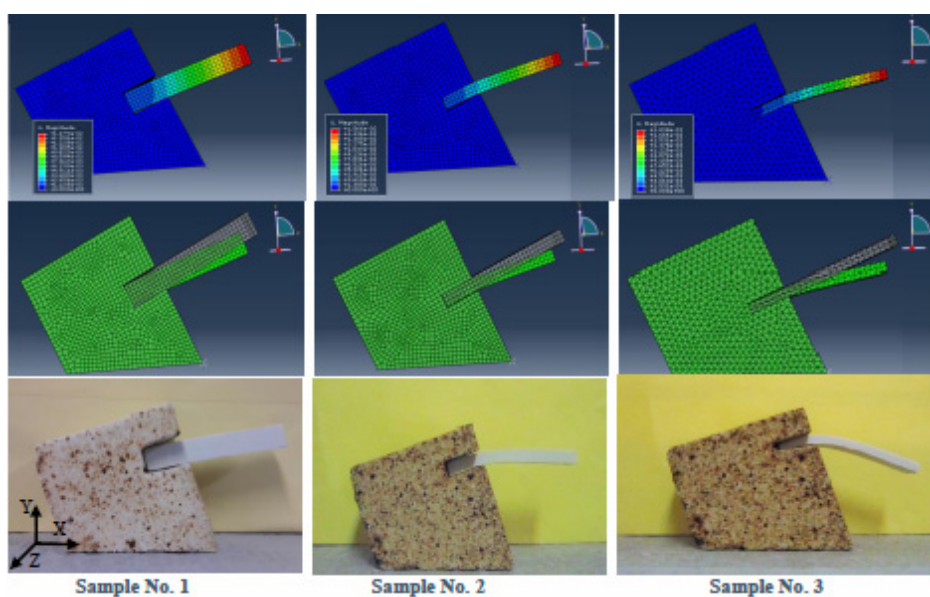
³ Fill out

⁴ Spatial displacement

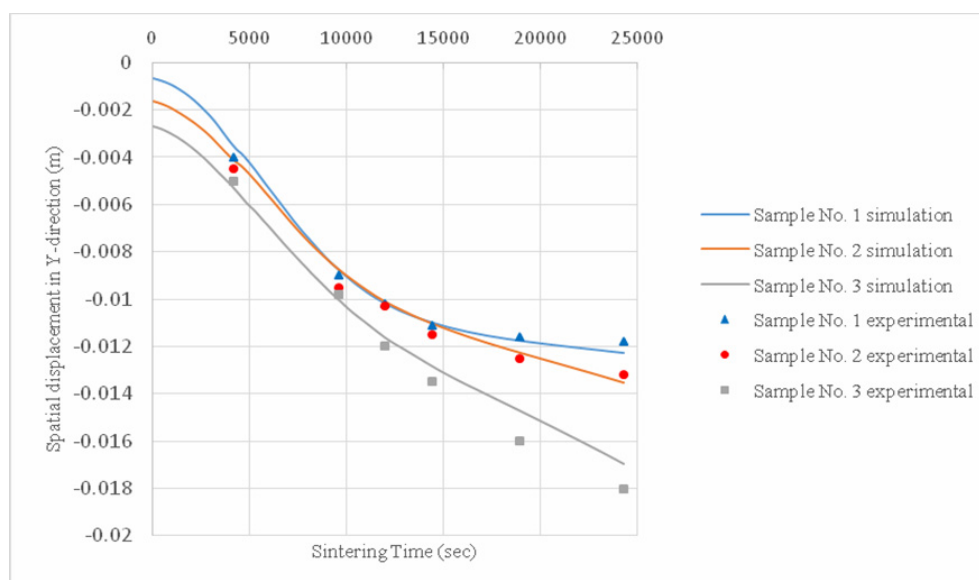


نمونه در آزمون انحراف سنجی معادل $0/990$ و در سطح پایینی معادل $0/983$ است. تنش فشاری در سطوح بالایی نمونه باعث تشویق فرایند چگالش نسبت به سطوح پایینی که در معرض تنش کششی است، می شود [۳۰-۳۲].

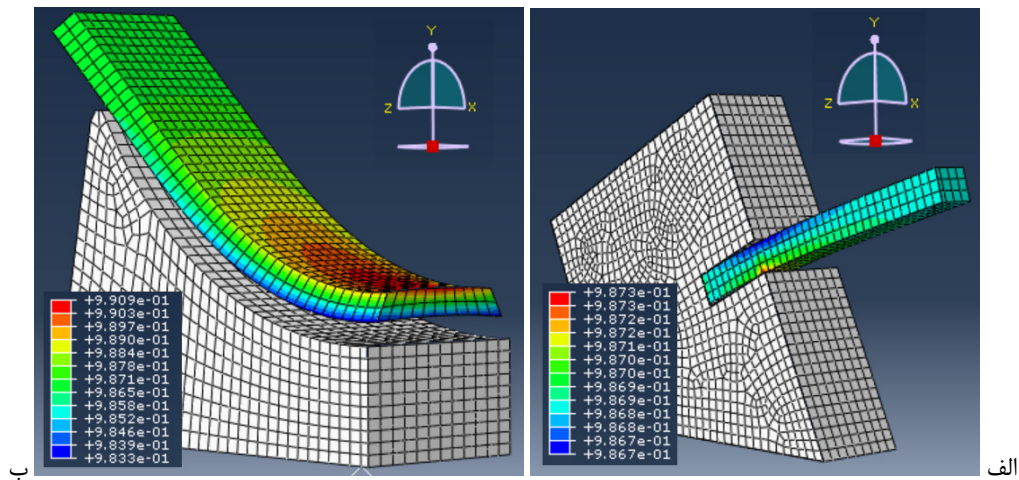
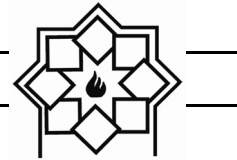
همان طور که از شکل ۱۴- (الف) مشخص است، نمونه در آزمون زینتر خمشی، در محل تکیه گاه دارای توزیع غیریکنواخت چگالی نسبی است؛ این موضوع ناشی از تاثیر گشتاور نیروی وزن نمونه در محل تکیه گاه است. شکل ۱۴- (ب) نشان می دهد که، چگالی نسبی در سطح بالایی



شکل ۱۲- مقایسه مقدار انحراف شبیه سازی شده با نمونه های واقعی در آزمون زینتر خمشی



شکل ۱۳- مقایسه مقدار انحراف در جهت Y در آزمون زینتر خمشی بین نتایج شبیه سازی و فعالیت تجربی



شکل ۱۴- توزیع غیریکنواخت چگالی نسبی بعد از پایان فرایند زینتر در نمونه آزمون (الف) زینتر خمشی و (ب) انحراف سنجی

سرعت سقوط این دو ضریب خواهد شد. رشد فاز مولایت ثانویه سوزنی شکل با سازوکار درهم قفل شدن مکانیکی^۴ باعث افزایش مقاومت بدنه در برابر تغییر شکل پیروپلاستیک و در نتیجه، ضریب موثر گرانرو برشی تقریباً ثابت خواهد شد. در همین محدوده زمانی، به دلیل رشد زیاد فاز مولایت ثانویه در بدنه، ضریب موثر گرانرو حجمی افزایش می‌یابد. افزایش ضریب موثر گرانرو حجمی در این محدوده زمانی به مفهوم افزایش مقاومت بدنه در برابر انقباض حجمی است. این محدوده دمایی که حجم عظیمی از فاز مولایت تشکیل می‌شود در اصطلاح فلات مولایت^۵ گفته می‌شود؛ به عبارت دقیق‌تر، محدوده دمایی که شیب کاهش انقباض حجمی متوقف می‌شود، محدوده فلات تشکیل مولایت گفته می‌شود [۲۸-۳۲]. این موضوع نیز از آزمون دیلاتومتری قابل اثبات است. شکل ۱۶ آزمون دیلاتومتری را برای نمونه پرسیلان سخت در این تحقیق نشان می‌دهد.

یکی از مهمترین خواص مکانیکی قابل پیش‌بینی با مدل انتخاب شده در این تحقیق، ضریب موثر گرانرو برشی^۱ و ضریب موثر گرانرو حجمی^۲ است. ضریب موثر گرانرو برشی عامل اصلی در رفتار تغییر شکل گرانرو و تغییر شکل پیروپلاستیک بدنه سرامیک است؛ در حالی که ضریب موثر گرانرو حجمی یک عامل کلیدی در رفتار انقباض حجمی بدنه در هنگام زینتر است. شکل ۱۵ نتیجه پیش‌بینی برای این ضرایب را نشان می‌دهد.

کاهش ناگهانی ضریب موثر گرانرو برشی و حجمی ناشی از اثر هم‌زمان افزایش مقدار فاز مذاب و کاهش گرانروی آن در محدوده زمانی صفر تا ۱۵۰۰۰ ثانیه است. با کاهش ضریب موثر گرانرو برشی، در این محدوده زمانی، نمونه سرامیکی توانایی مقاومت در برابر تغییر شکل را ندارد و در برابر سازوکار تغییر شکل گرانرو تسلیم خواهد شد. تقابل دو سازوکار رشد فاز مولایت ثانویه^۳ و کاهش گرانروی فاز مذاب، منجر به کاهش

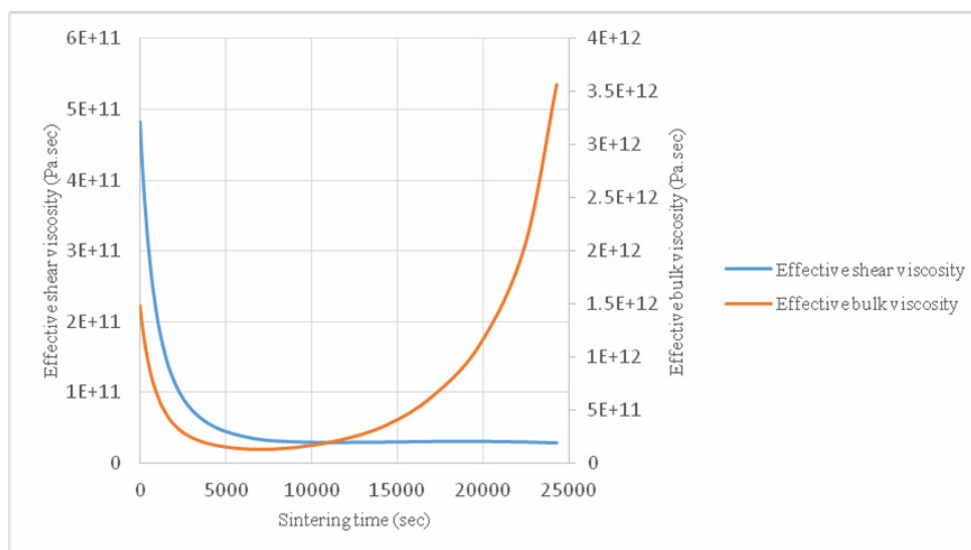
⁴ Mechanical interlocking mechanism

⁵ Mullitisation plateau

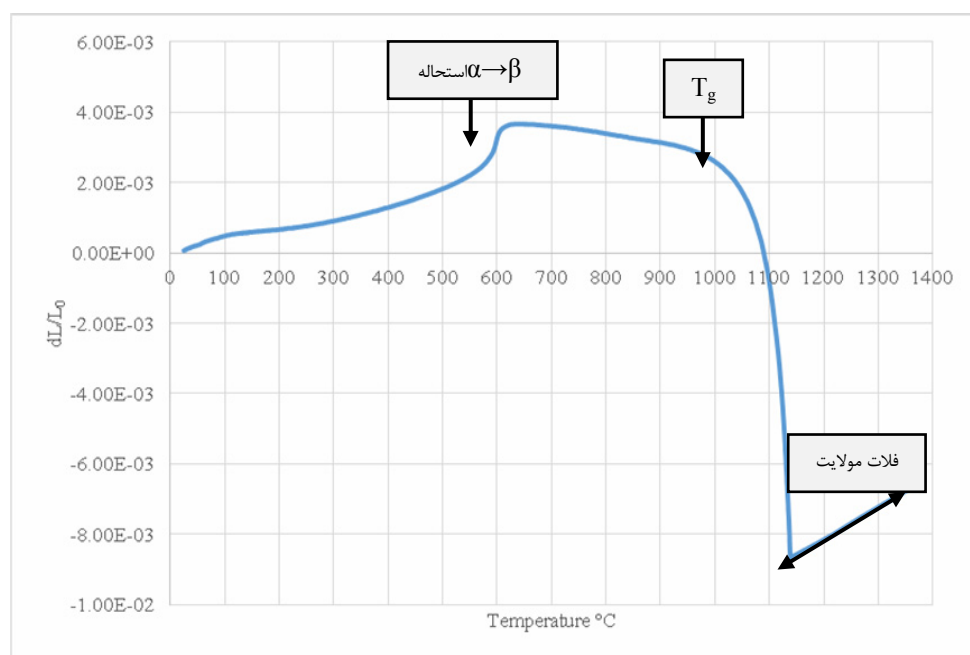
¹ Effective shear viscosity

² Effective bulk viscosity

³ Secondary mullite



شکل ۱۵- تغییرات ضریب گراند و برشی و حجمی با زمان زینتر برای بدنه پرسلان سخت



شکل ۱۶- آزمون دیلاتومتري برای بدنه پرسلان سخت در هنگام زینتر

شیشه T_g^2 ، و نیز رفتار انبساطی در مراحل پایانی زینتر که نشان دهنده فلات تشکیل مولایت است، به صورت کامل مشخص است [۳۰-۳۱].

در آزمون دیلاتومتري، استحاله یا دگرگونی فاز $\alpha \rightarrow \beta$ برای کوارتز در دمای ۵۷۳ درجه سانتیگراد، انقباض ناگهانی بدنه از دمای حدود ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد یا دمای انتقال

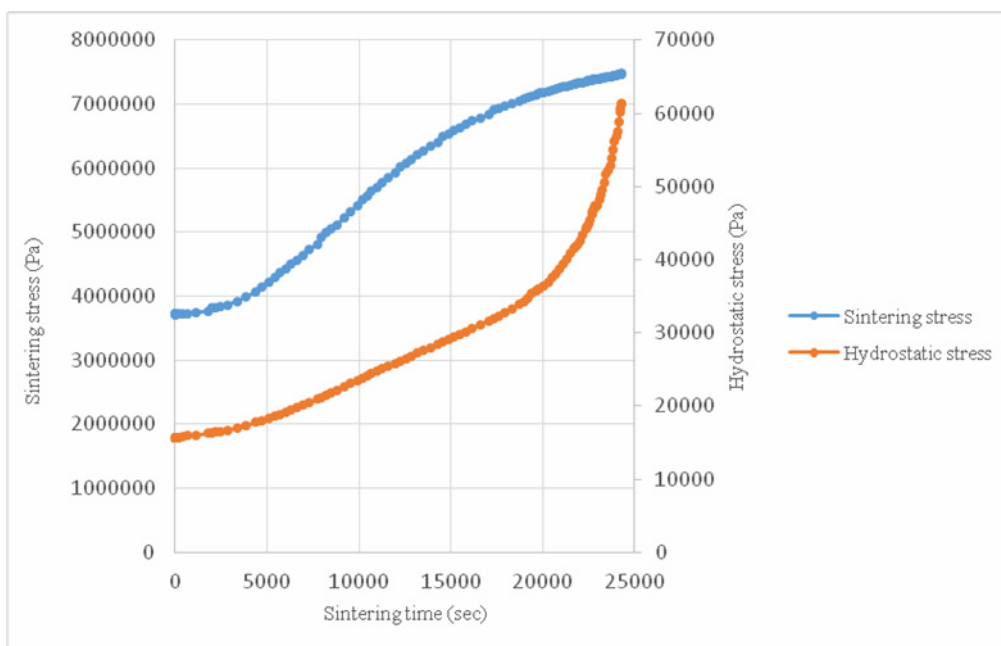
² Glass transition temperature

¹ Phase transformation



حالی که تنش هیدرواستاتیک از ادامه فرایند زینتر جلوگیری می‌نماید. در نتیجه، باید همواره تنش زینتر از تنش هیدرواستاتیک بزرگتر باشد تا فرایند زینتر ادامه یابد. شکل ۱۷ نتیجه پیش‌بینی مدل انتخاب شده در این تحقیق برای تغییرات این دو تنش با زمان زینتر را نشان می‌دهد. همانطور که مشخص است، همواره در کل زمان فرایند زینتر، تنش زینتر بزرگتر از تنش هیدرواستاتیک است.

از دیگر خواص مهم مکانیکی، می‌توان به تنش زینتر و تنش هیدرواستاتیک اشاره نمود. این تنش‌ها همان‌طور که در رابطه (۱) نشان داده شده است؛ در تقابل با یکدیگر هستند. تنش زینتر (رابطه ۵) ناشی از حضور فاز مذاب درون تخلخل‌ها و ایجاد نیروی موینگی است. تنش هیدرواستاتیک ناشی از گازهای محبوس شده درون تخلخل‌ها و کوچکتر شدن اندازه آنها است. تنش زینتر همواره به فرایند زینتر کمک می‌کند در



شکل ۱۷- تغییرات تنش زینتر و تنش هیدرواستاتیک با زمان زینتر

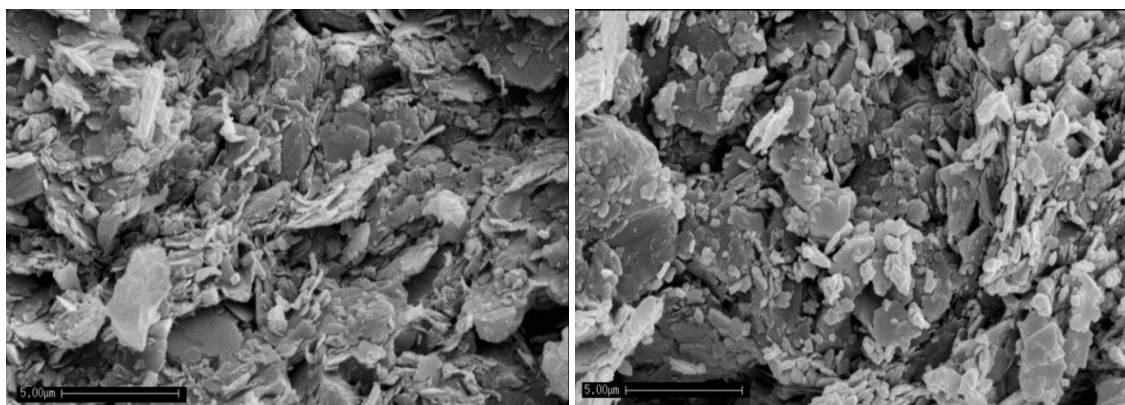
این ساختار غیرهمگن را نشان می‌دهد. شکل ۱۹ تصویر SEM نمونه زینتر شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد را قبل از اچ‌شیمیایی^۳ نشان می‌دهد. همگن و یکپارچه شدن ریزساختار، بسته شدن تخلخل‌ها با شکل تقریباً کروی و اتصال کامل ذرات در اثر تشکیل مقادیر قابل توجهی فاز مذاب مشهود است.

بررسی‌های ریزساختاری نشان می‌دهد که نمونه پرس‌لان‌سخت پس از خشک شدن در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد، یک ساختار کاملاً غیرهمگن و غیریکنواخت دارد. این ساختار شامل تجمع^۱ صفحات شکسته شش‌وجهی^۲ کائولن با گوشه و زوایای تیز، تخلخل‌های غیرگرد با شکل‌های هندسی نامنظم می‌شود. شکل ۱۸ به‌طور کامل

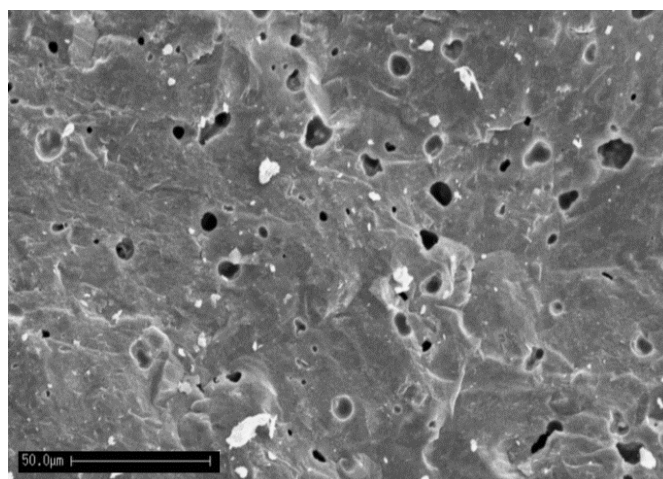
³ Chemical etch

¹ Agglomeration

² Hexagonal



شکل ۱۸- تصویر SEM از نمونه پس از فرایند خشک کردن، صفحات شش وجهی کائولن و تخلخل‌های با شکل‌های نامنظم
الف
ب
هندسی

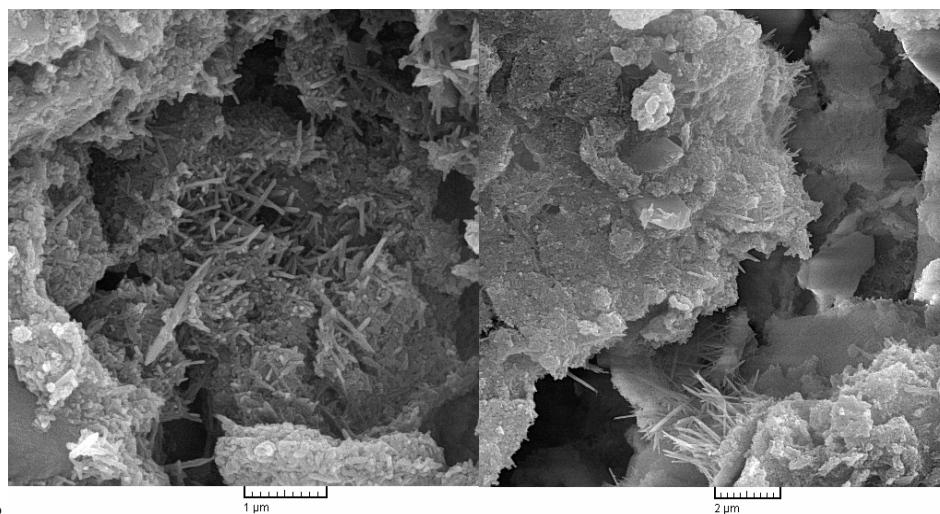
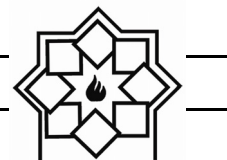


شکل ۱۹- تصویر SEM از نمونه پس از زینتر در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد، اتصال کامل بین ذرات در اثر تشکیل مقادیر
قابل توجهی فاز مذاب، افزایش درجه همگنی ریزساختار، تخلخل‌های بسته با شکل هندسی گرد قبل از اچ شیمیایی

شکل ۲۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مولایت‌های ثانویه کاملاً رشد یافته را در نمونه پرس‌لان سخت پس از زینتر در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد نشان می‌دهد. بلورهای رشد کرده مولایت، سازوکار درهم قفل شدن مکانیکی که منجر به توقف تغییر شکل پیروپلاستیک می‌شود، به‌طور کامل در این تصاویر مشخص است.

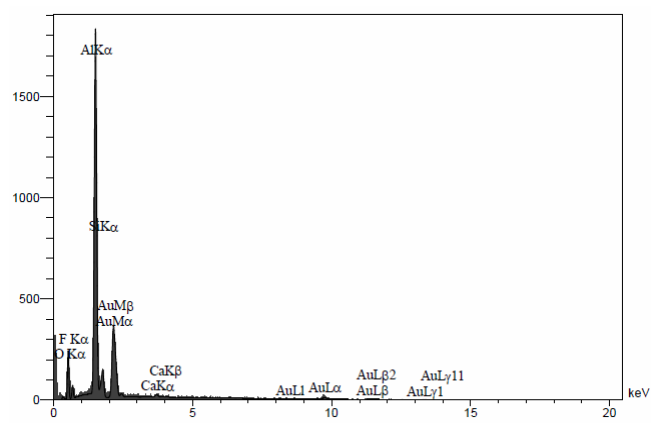
ریزساختار نمونه زینتر شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد پس از اچ شیمیایی توسط اسید هیدروفلوریک ۵ درصد، نیز بررسی شد. نتایج حاکی از آغاز جوانه‌زنی و رشد کم فاز مولایت سوزنی شکل^۱ است. شکل ۲۰ ریزساختار این نمونه به همراه نتیجه EDX برای فاز مولایت سوزنی شکل را نشان می‌دهد.

^۱ Acicular shape



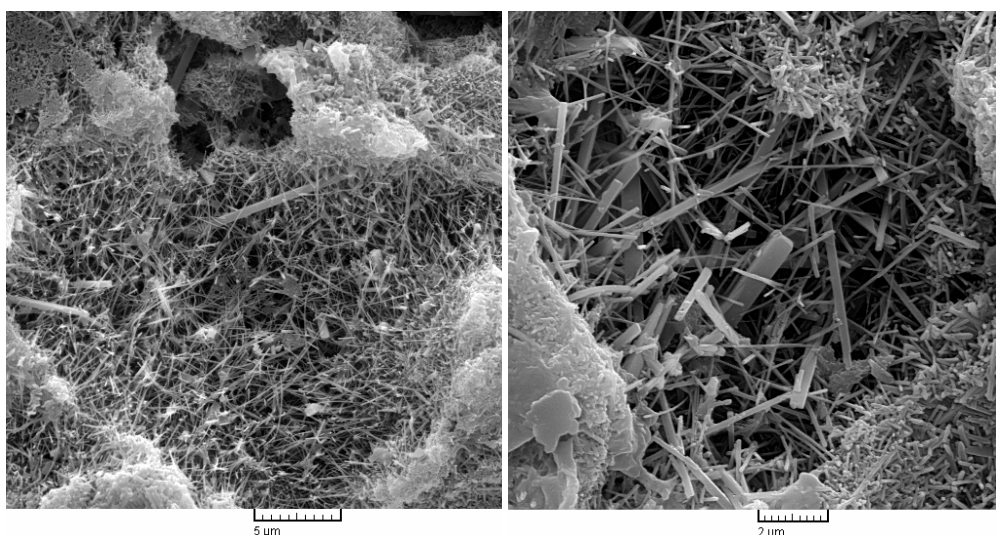
ب

الف



ج

شکل ۲۰- (الف) و (ب) جوانه‌های فاز مولایت سوزنی شکل و رشد کم آنها، (ج) نتیجه EDX فاز مولایت سوزنی شکل



ب

الف

شکل ۲۱- بلورهای درهم قفل شده از فاز مولایت سوزنی شکل در نمونه زینتر شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد



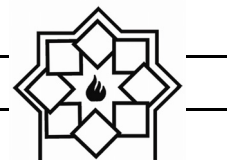
۴- نتیجه گیری

موثر گرانو برشی با دو متغیر چگالی نسبی و ضریب گرانو روی دینامیک است. در نهایت، انتخاب صحیح یک مدل ریاضی برای معادله جابه‌جایی با زمان زینتر، و نیز معادله ضریب گرانو روی دینامیک با دمای زینتر نقش بسیار مهم و کلیدی در صحت و دقت فرایند شبیه‌سازی زینتر حالت مایع دارد.

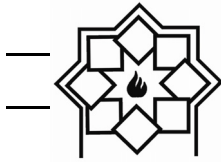
در این تحقیق، چندین مدل برای میزان انحراف و ضریب گرانو روی دینامیک نمونه‌های سرامیکی در آزمون انحراف‌سنجی ارائه و سپس به کمک روش AIC بهترین مدل انتخاب شد. حل عددی مدل انتخاب‌شده به روش اجزای محدود، توانایی پیش‌بینی تغییر شکل‌های پیروپلاستیک نمونه‌ها را در هنگام زینتر حالت مایع به صورت موفقیت‌آمیزی دارد. به منظور بررسی تکرارپذیری، دقت و صحت‌سنجی مدل انتخاب‌شده، فرایند شبیه‌سازی برای دو آزمون زینتر خمشی و زینتر حالت آزاد انجام و با نتایج آزمون‌های تجربی مقایسه شد. پس از صحت‌گذاری فرایند شبیه‌سازی، تغییرات خواص فیزیکی و مکانیکی با زمان زینتر پیش‌بینی و با شواهد تجربی مقایسه شد. چگالی نسبی و توزیع غیریکنواخت آن، رفتار جهت‌دار انقباض، تنش زینتر، تنش هیدرواستاتیک، ضرایب موثر گرانو برشی و حجمی از مهمترین این خواص هستند. توزیع غیریکنواخت چگالی در قسمت‌هایی از نمونه که در معرض تنش‌های کششی و فشاری هستند، رفتار جهت‌دار انقباض برای نمونه‌های سرامیکی ساخته‌شده به روش ریخته‌گری و بزرگتر بودن تنش زینتر از تنش هیدرواستاتیک در کل زمان فرایند زینتر حالت مایع، از نتایج شبیه‌سازی در این تحقیق است. تعریف مناسب ضریب موثر گرانو و حجمی با دو متغیر چگالی نسبی و ضریب گرانو دینامیک، منجر به پیش‌بینی صحیح انقباض حجمی در فرایند شبیه‌سازی و تطابق آن با نتایج آزمون‌های تجربی شد. علاوه بر این، تطابق نتایج شبیه‌سازی و آزمون‌های تجربی در پیش‌بینی تغییر شکل‌های پیروپلاستیک ناشی از تعریف یک ارتباط صحیح بین ضریب

مراجع

- [1] Deborah C. Blaine, Randall M. German, Seong-Jin Park, "Computer modeling of distortion and densification during LPS of high-performance materials", Proceedings of the International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, pp. 129-37, 2005.
- [2] Michael Gasik, baosheng Zhang, "A constitutive model and FE simulation for the sintering process of powder compacts", Computational Material Science, Vol 18, pp. 93-101, 2000.
- [3] Tesfaye Tadesse Molla, Rasmus Bjqrk, Eugene Olevsky, "Multi-scale modeling of shape distortion during sintering of bi-layers", Computational Materials Science, Vol 88, pp. 28-36, 2014.
- [4] Pasquale Bene, Danilo Bardaro, "Numerical-experimental method to study the viscous behavior of ceramic materials", Journal of the European Ceramic Society. Vol 34, pp. 2617-2622, 2014.
- [5] Bahram Sarbandi, "Finite element simulation of ceramic deformation during sintering", Ph.D. thesis, Paris Institute of Technology, Mechanics of materials, pp. 4-10, 2014.
- [6] D. Blaine, S.H. Chung, S.J. Park. P. Suri and R.M. German, "Finite Element Simulation of Sintering Shrinkage and Distortion in Large PIM Parts", PM



- Materials Science and Engineering, R23, pp. 41-100, 1998.
- [17] J. G. Arguello, V. Tikare, T. J. Garino, M. V. Braginsky, "Three-Dimensional simulation of sintering using a continuum modeling approach", Sandia National Laboratories, Chapter 5, 2003.
- [18] E. A. Olevsky and R. M. German, "Effect of gravity on dimensional change during sintering –part two. Shape distortion", *Acta mater.* Vol 48, pp. 1167-1180, 2000.
- [19] K. Shinagawa, Y. Hirashima, "A Constitutive Model for Sintering of Central Powder Compacts with Internal Structure due to Granules", *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, Vol. 64, No. 617, pp. 155-161, 1998.
- [20] K. Shinagawa, "Internal Stress Diagrams of Sintering Stress versus Viscosity for Graded Multilayers", *JSME International Journal, Series A*, Vol. 46, No. 3, 2003.
- [21] A. Mohanram, S. Lee, G. Messing, D. Green, "A novel use of constrained sintering to determine the viscous Poisson's ratio of densifying materials", *Acta Materialia* 53, pp. 2413-2418, 2005.
- [22] R. M. German, S-H. Chung and D. Blaine, "Distortion and Densification Control during Liquid Phase Sintering of High-Performance Materials", *Proceedings of 8th International Conference on Numerical Methods in Industrial Forming Processes*, Columbus, OH, 2004.
- [23] R. Zuo, E. Aulbach, J. Rodel, "Experimental determination of sintering stresses and sintering viscosities", *Acta Materialia*, Vol 51, pp. 4563-4574, 2003.
- [24] Claire Theron, "Determination of sintering parameters for liquid phase sintering of silicon nitride", Ph.D. thesis, State University of New Jersey, 2008.
- [25] G. Tomandl, P. Varkoly, "Three-dimensional computer modeling of grain growth and pore shrinkage during sintering", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 67, pp. 12-16, 2001.
- Science and Technology Briefs, Vol.6., No.2. pp. 13-18. 2004.
- [7] Deborah C. Blaine, Randall M. German, "Sintering simulation of PIM stainless steel", *International Conference on the Powder Injection Molding of Metals, Ceramics, and Carbides*, San Diego, CA, 2002.
- [8] Evan Mitsoulis, "Flows of Viscoplastic Materials: Modeling and Computations", *Rheology reviews*, pp.135-178, 2007.
- [9] D. V. Andreev, A. I. Zakharov, "Ceramic Item Deformation during Firing: Effects of Composition and Microstructure", *Refractory and Industrial Ceramics*, Vol. 50, No. 4, pp. 45-52, 2009.
- [10] Derya Yesim Tuncel, Emel ozel, "Evaluation of pyroplastic deformation in sanitary ware porcelain bodies", *Ceramics International*. Vol 38, pp. 1399-1407, 2012.
- [11] Adriano Michael Bernardin, Darleri Souza de Medeiros, Humberto Gracher Riella, "Pyroplasticity in porcelain tiles", *Material Science and Engineering A*. Vol 427, pp. 316-319, 2006.
- [12] A. Dellert, A. Heunisch, A. Roosen, "The origin of anisotropic shrinkage in tape-cast green tapes", *International Journal of Applied Ceramic Technology*, Vol 8, pp. 1312-1319. 2011.
- [13] Davide Sighinolfi, "Experimental study of deformations and state of tension in traditional ceramic materials", *Ceramic Materials*. Vol 63, pp. 226-232, 2011.
- [14] S. Martina, M. Guessasma, J. Lechella, F. Adenota, "Simulation of sintering using a non-smooth discrete element method. Application to the study of rearrangement", *Computational Materials Science*, Vol 84, pp. 31-39, 2014.
- [15] D. C. Blaine, R. Bollina, R. M. German, "Critical use of video-imaging to rationalize computer sintering simulation models", *Computer in Industry*. Vol 56, pp. 867-875, 2005.
- [16] Eugene A. Olevsky, "Theory of Sintering: from Discrete to Continuum",



- [26] S. Shima, M. Oyane, "Plasticity theory for porous metals", *Int. J. Mechanical Science*, Vol. 18, pp. 285-291, 1976.
- [27] Lutgard C. De Jonghe, Mohamed N. Rahman, "Sintering of ceramic", *Handbook of Advanced Ceramics*, Chapter 4, 2003.
- [28] D. C. Blaine, R. Bollina, R. M. German, "In situ characterization of apparent viscosity for continuum modeling of supersolidus liquid phase sintering", *Proceedings of the 4th International Conference on Science, Technology and Applications of Sintering*, Institute National Polytechnique de Grenoble, Grenoble, France, pp. 307-310, 2005.
- [29] S. Lee, G. Messing, D. Green, "Bending creep test to measure the viscosity of porous materials during sintering", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 86, pp. 877-882, 2003.
- [30] F. Porte, R. Brydson, B. Rand, "Creep Viscosity of Vitreous China", *Journal of American Ceramic Society*, Vol 87, pp. 923-928, 2004.
- [31] C. Zanelli, G. Guarini, M. Raimondo, M. Dondi, "The vitreous phase of porcelain stoneware: composition, evolution during sintering and physical properties", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol 357, pp. 3251-3260, 2011.
- [32] Bingqing Cheng, Alfonso H.W. Ngan, "The sintering and densification behavior of many copper nanoparticles: A molecular dynamics study", *Computational Materials Science*, Vol 74, pp. 1-11, 2013.