

dr hab. inż. JERZY ROJEK¹, KATARZYNA PIETRZAK^{1,2}, MARCIN CHMIELEWSKI²,
DARIUSZ KALIŃSKI²

¹Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5B, 02-106 Warszawa,
jrojek@ippt.gov.pl

²Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa,
katarzyna.pietrzak@itme.edu.pl

Modelowanie spiekania proszków metalicznych metodą elementów dyskretnych

Discrete element modelling of sintering of metallic powders

Streszczenie

W artykule przedstawiono badania doświadczalne oraz modelowanie numeryczne procesu spiekania proszków metalicznych. W części eksperymentalnej pracy badano ewolucję mikrostruktury oraz gęstości spieku w trakcie procesu spiekania. Jako metodę modelowania wybrano metodę elementów dyskretnych, w której zakłada się, że materiał jest reprezentowany przez liczny zbiór elementów dyskretnych (cząstek) o kształcie sferycznym oddziałujących między sobą. Modelowanie spiekania wymaga wprowadzenia oddziaływania kohezyjnego między cząstkami reprezentującego naprężenia powstające między ziarnami w trakcie spiekania. W artykule przedstawiono wstępne wyniki numeryczne pokazujące ewolucję naprężenia w trakcie spiekania między dwoma ziarnami spiekane proszku.

Abstract

This paper presents experimental studies and numerical modelling of sintering of metallic powders. In the laboratory tests evolution of microstructure and density during sintering have been studied. The numerical model introduced in this work employs the discrete element method which assumes that material can be modelled by a large assembly of discrete elements (particles) of spherical shape interacting among one another. Modelling of sintering requires introduction of the cohesive interaction among particles representing inter-particle sintering forces. The paper presents preliminary results of numerical modelling showing the evolution of the sintering force between two grains during sintering.

Słowa klucze: spiekanie, metalurgia proszków, związki międzymetaliczne, modelowanie, metoda elementów dyskretnych.

Key words: *sintering, powder metallurgy, intermetallics, modelling, discrete element method.*

Wstęp

Celem przedstawianej pracy badawczej jest opracowanie numerycznego modelu procesu spiekania proszków metalicznych. Spiekanie jest procesem wiązania cząstek (ziarn) w temperaturze poniżej temperatury topnienia (spiekanie w fazie stałej) lub nieznacznie wyższej od temperatury topnienia (spiekanie z obecnością fazy ciekłej). W metalurgii proszków stosuje się spiekanie do wytwarzania różnych części z metali trudno topliwych. Spiekane materiały charakteryzują się odmiennymi własnościami od materiałów wytwarzanych innymi technologiami. Modelowanie procesu spiekania da możliwość badania zmian zachodzących w trakcie procesu, jak również pozwoli określić stan i własności materiału otrzymanego w wyniku spiekania.

Spiekanie jest skomplikowanym procesem, tym samym modelowanie spiekania jest bardzo trudnym zadaniem. Ogólnie modele stosowane do modelowania procesu spiekania można zaklasyfikować do następujących grup:

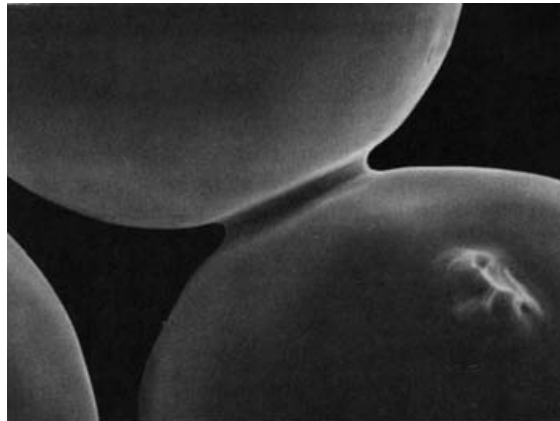
- modele atomistyczne;
- modele mikromechaniczne
 - dyskretne modele materiału granularnego,
 - modele badające ewolucję struktury topologicznej;
- modele ciągłe
 - modele fenomenologiczne,
 - modele oparte na przesłankach mikromechanicznych;
- modele wieloskalowe.

W niniejszej pracy przedstawiono model opracowany w ramach metody elementów dyskretnych. Model ten należy do grupy modeli mikromechanicznych wykorzystujących dyskretny model materiału granularnego. Celem przedstawionego modelu mikromechanicznego jest określenie oddziaływań między spiekanymi ziarnami i wywołanej tymi oddziaływaniami zmiany wzajemnego położenia ziarn, co makroskopowo objawia się zmianami geometrii spiekanej kształtki.

Mechanizmy procesu spiekania w fazie stałej

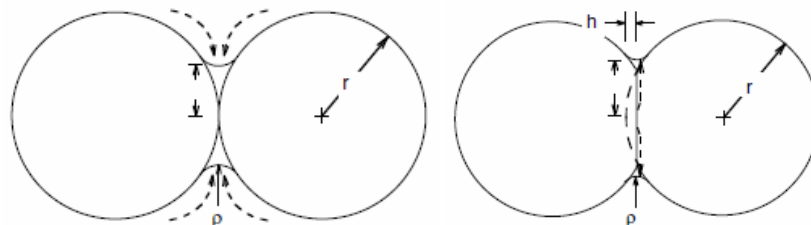
W trakcie spiekania następuje przemiana materiału proszkowego w ciało polikrystaliczne. W początkowej fazie spiekania ziarna ulegają zaokrągleniu oraz formują się kohezyjne połączenia między ziarnami o charakterystycznym kształcie szyjki (rys. 1). W dalszej fazie

spiekania połączenia te wzrastają na skutek transportu masy głównie poprzez dyfuzję powierzchniową (rys. 2a), dyfuzję po granicy ziarn (rys. 2b) oraz dyfuzję objętościową. Na skutek dążenia układu do minimalizacji energii powierzchniowej w szyjce wytwarzają się naprężenia powodujące skurcz całego układu, czemu towarzyszy wzrost gęstości upakowania ziaren oraz wzrost ilości kontaktów między poszczególnymi ziarnami. W trakcie spiekania następuje również stopniowy rozrost ziaren. Opisane procesy powodują stopniowe zmniejszenie i eliminację porowatości.



Rys. 1. Wiązanie dwóch ziaren w postaci szyjki [1]

Fig. 1. Neck formed between two grains [1]



Rys. 2. Mechanizmy spiekania: a) dyfuzja powierzchniowa, b) dyfuzja po granicy ziarn [2]

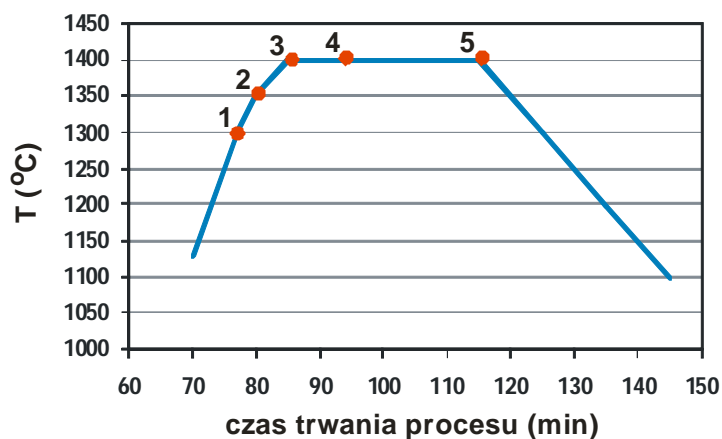
Fig. 2. Sintering mechanisms: a) surface diffusion, b) boundary diffusion [2]

Badanie doświadczalne procesu spiekania

Model numeryczny zostanie zweryfikowany w oparciu o wyniki badań doświadczalnych spiekania. W Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych (ITME) wykonano wstępne badania doświadczalne obejmujące spiekanie proszku NiAl dla różnych czasów spiekania. Proces spiekania prowadzono na urządzeniu do spiekania pod ciśnieniem (prasa ASTRO firmy Thermal Technology Inc.), stosując stałe ciśnienie 30 MPa. Rysunek 3 przedstawia przebieg cyklu termicznego spiekania. Zaznaczono na nim punkty, w których przerywano proces spiekania w celu przeprowadzenia pomiarów dla wyznaczenia parametrów

charakteryzujących ewolucję procesu spiekania. Celem badań było określenie kinetyki procesu spiekania oraz badania zmian mikrostruktury w trakcie spiekania.

Kinetykę procesu spiekania można charakteryzować poprzez określenie stopnia zagęszczenia materiału w funkcji czasu w danej temperaturze. Wyniki pomiarów gęstości spieków na poszczególnych etapach przedstawiono w tabelicy 1. Wyniki pokazują wzrost gęstości materiału w trakcie spiekania.



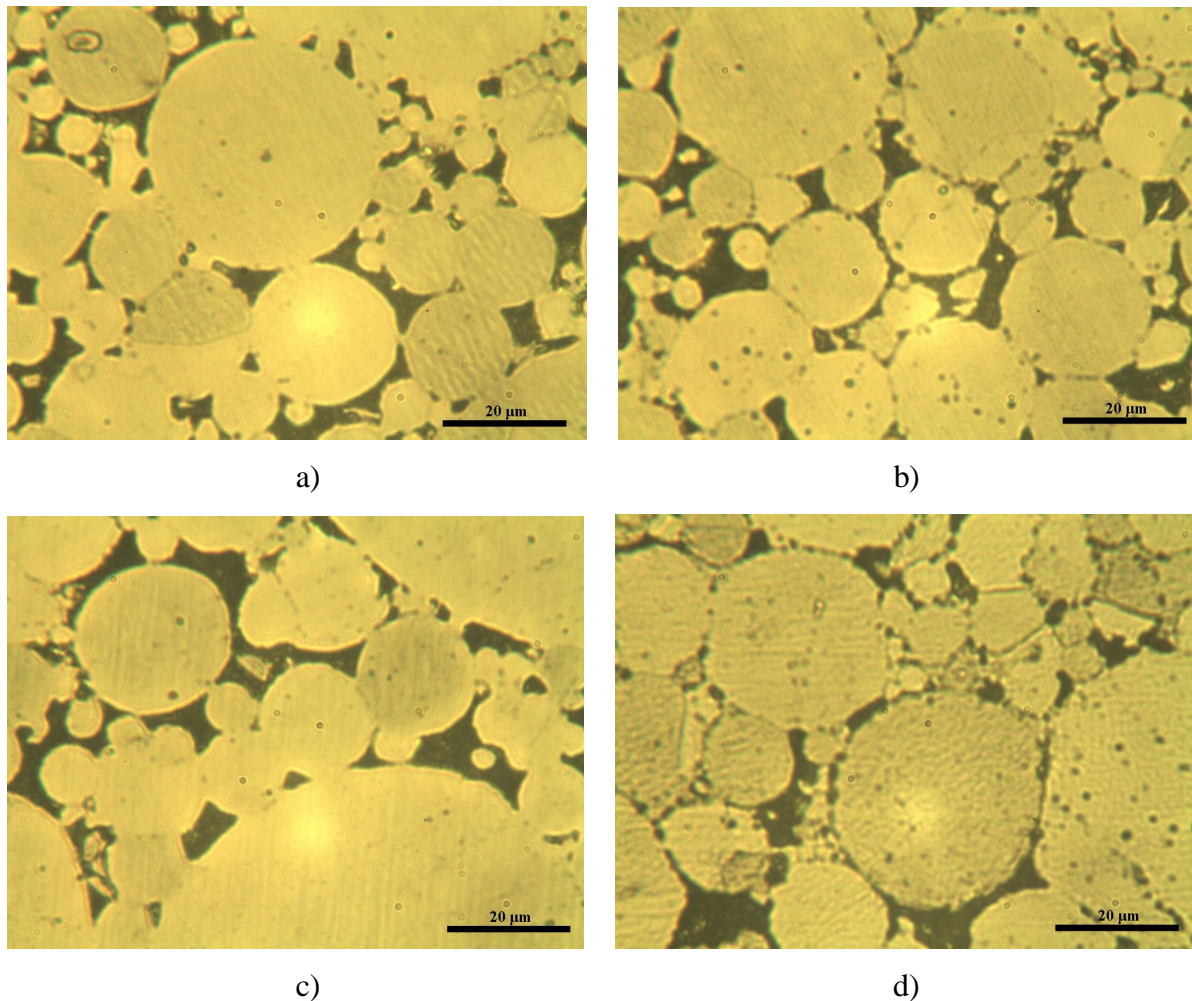
Rys. 3. Przebieg cyklu termicznego spiekania proszku NiAl wraz z punktami pomiarowymi
 Fig. 3. Temperature variation during the sintering of NiAl with measurement points

Tablica 1. Ewolucja gęstości spieków NiAl w trakcie spiekania.
 Table 1. Density evolution of NiAl during sintering.

| Nr punktu pomiarowego | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|------------------------------|------|------|------|------|------|
| Gęstość (g/cm ³) | 5,25 | 5,35 | 5,42 | 5,78 | 5,86 |
| Gęstość względna* (%) | 88,8 | 90,5 | 91,7 | 97,8 | 99,1 |

* gęstość teoretyczna NiAl $\rho_T=5,91 \text{ g/cm}^3$

Zmianę struktury w trakcie spiekania pokazuje rys. 4. Wyniki badań mikroskopowych pokazują łączenie się ziarn w początkowej fazie spiekania połączenia, rozrost tych połączeń, wzrost gęstości upakowania ziaren, wzrost ilości kontaktów między poszczególnymi ziarnami, stopniowy rozrost ziaren oraz stopniowe zmniejszenie i eliminacja porowatości.



Rys. 4. Ewolucja mikrostruktury spieku NiAl: a) temperatura 1300°C (punkt pomiarowy 1 na rys. 3); b) temperatura 1350°C (punkt pomiarowy 2); c) temperatura 1400°C (punkt pomiarowy 3);. d) temperatura 1400°C (punkt pomiarowy 5).

Fig. 4. Mikrostructure evolution during sintering of NiAl: a) temperature 1300°C (measuring point 1 in Fig. 3); b) temperature 1350°C (measuring point 2); c) temperature 1400°C (measuring point 3); d) temperature 1400°C (measuring point 5).

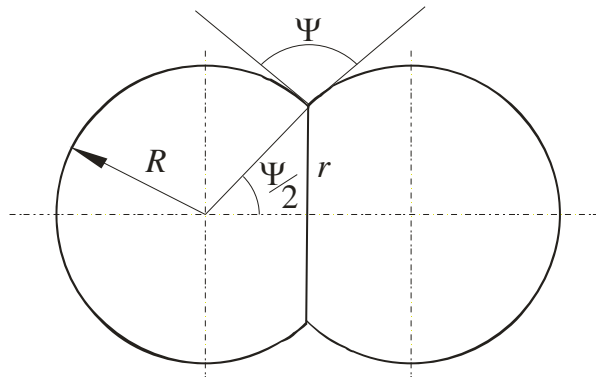
Model numeryczny spiekania

Model numeryczny procesu spiekania wykorzystuje metodę elementów dyskretnych, w której zakłada się, że materiał jest reprezentowany przez liczny zbiór cząstek o kształcie kulistym oddziałujących między sobą [3]. Zastosowanie metody elementów dyskretnych do modelowania materiału poddanego spiekaniu wymaga wprowadzenia dodatkowych wiązań kohezyjnych między cząstkami modelującymi tworzenie się i rozrost wiązań w postaci szyjki.

Model spiekania wykorzystuje sformułowania teoretyczne przedstawione w pracach [4, 5]. Siła oddziaływania w kierunku normalnym między ziarnami F_n dana jest następującym równaniem

$$F_n = \frac{\pi r^4}{8D_b} V_n - \pi \gamma_s \left[4R \left(1 - \cos \frac{\Psi}{2} \right) + r \sin \frac{\Psi}{2} \right] \quad (1)$$

Parametry geometryczne występujące w tym wyrażeniu są zdefiniowane na rys. 5, V_n jest prędkością względną w kierunku normalnym w punkcie styku ziaren, D_b jest efektywnym współczynnikiem dyfuzji powierzchniowej, γ_s jest właściwą energią powierzchniową (na jednostkę powierzchni). Pierwszy człon prawej strony równania reprezentuje zachowanie lepkie spiekanej pary cząstek, zaś przyciągające oddziaływanie między spiekanymi jest opisane drugim członem.



Rys. 5. Model oddziaływania dwóch cząstek – definicja parametrów modelu.

Fig. 5. Two particle interaction model – model parameters definition.

Efektywny współczynnik dyfuzji powierzchniowej D_b wyznaczany jest z następującej zależności [5]:

$$D_b = \frac{\Omega}{kT} \delta_b D_g \quad (2)$$

gdzie: Ω – objętość atomowa, T – temperatura, k – stała Boltzmanna, δ_b – grubość warstwy, w której zachodzi dyfuzja, D_g - współczynnik zależny od temperatury.

Wzrost promienia szyjki r zgodnie z geometrycznym modelem spiekania dany jest następującym równaniem [5]:

$$\dot{r} = \frac{RV_n}{r} \quad (3)$$

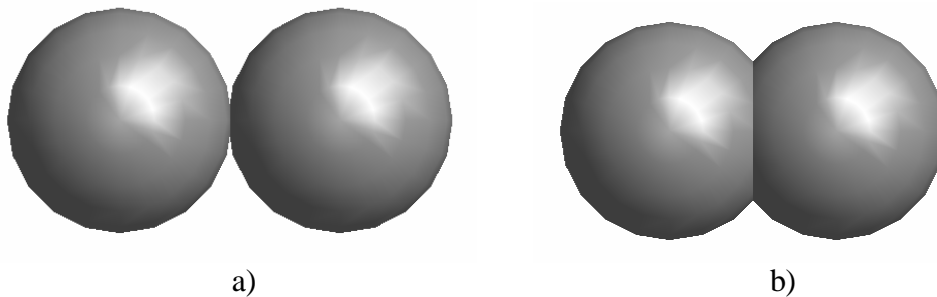
Koniec spiekania w przedstawianym modelu mikromechanicznym określony jest przez graniczną wartość promienia szyjki r_{\max} :

$$r_{\max} = R \sin \frac{\psi_{\max}}{2} \quad (4)$$

zależną od granicznego kąta ψ_{\max} .

Przykład numeryczny

Główną częścią modelu numerycznego jest procedura wyznaczająca oddziaływanie między ziarnami w trakcie spiekania. Testy polegały na badaniu oddziaływania między dwoma cząsteczkami poddanymi spiekaniu. Rysunek 6a przedstawia dwie cząstki na początku procesu spiekania. Zakładamy, że cząstki znajdują się w równowadze pod wpływem działającego na nie obciążenia zewnętrznego np. wywołanego prasowaniem. Dalsza zmiana odległości między cząstkami zachodzi na skutek sił kohezji pojawiających się w trakcie spiekania. Zbliżeniu cząstek przeciwdziała oddziaływanie o charakterze lepkim. Zakładamy, że spiekanie odbywa się w ustalonej temperaturze. Rysunek 6b przedstawia cząstki w stanie równowagi po upływie 36 min, co odpowiada czasowi spiekania w próbie doświadczalnej. Można dostrzec podobieństwo porównując połączone cząstki w modelu numerycznym (rys. 6) z cząstkami na przekroju spieków na rys. 4d.



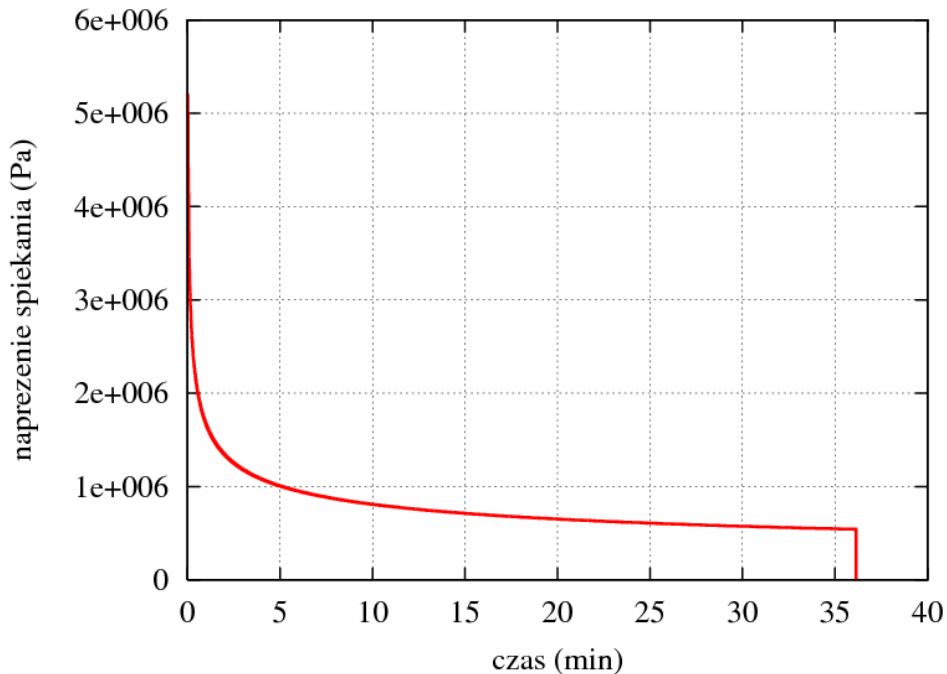
Rys. 6. Analiza spiekania dwóch cząstek: a) cząstki na początku procesu spiekania, b) cząstki w równowadze na końcu procesu spiekania

Fig. 6. Simulation of sintering of two particles: a) at the beginning of the sintering, b) at the end of the sintering

Test ten pozwolił skalibrować model mikromechaniczny spiekania, by uzyskać kinetykę procesu zgodną z badaniami doświadczalnymi. W modelu mikromechanicznym kinetykę procesu określamy na podstawie zmian siły oddziaływania między cząstkami i prędkości względnej cząstek. Ewolucja naprężenia spiekania w trakcie procesu jest pokazana na rys. 7, a prędkość względną cząstek pokazano na rys. 8. Zakończenie procesu przyjęto na podstawie warunku (4). Dane modelu obliczeniowego dobrano na podstawie danych literaturowych modyfikując je nieznacznie tak, by uzyskać czas spiekania zgodny z doświadczeniem.

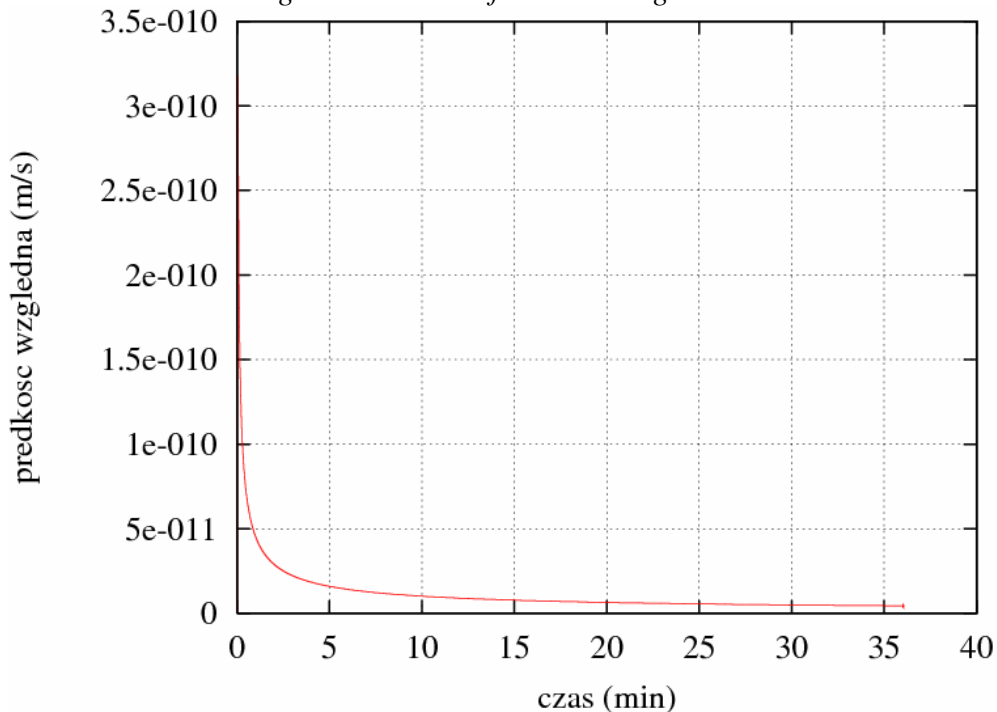
Przedstawione wyniki uzyskano dla następujących danych: $R = 22.5 \cdot 10^{-6} \text{ m}$, $\rho = 3000 \text{ kg/m}^3$, $\gamma_s = 1.72 \text{ J/m}^2$, $\Omega = 1.18 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$, $T = 1673^\circ \text{ K}$, $\delta_b D_g = 3.832 \cdot 10^{-19} \text{ m}^3/\text{s}$, $\psi_{\max} = 146^\circ$.

W chwili obecnej implementacja numeryczna modelu nie uwzględnia rozrostu ziarna w trakcie spiekania. W dalszych pracach planowane jest uwzględnienie rozrostu ziarn oraz zastosowanie przedstawionego sformułowania w modelu złożonym z wielu cząstek.



Rys. 7. Ewolucja naprężenia spiekania w trakcie procesu

Fig. 7. Evolution of the sintering stress



Rys. 8. Prędkość względna cząstek w trakcie spiekania

Fig. 8. Relative particle velocity during sintering

Wnioski końcowe

Badania laboratoryjne spiekania pokazują wzrost gęstości spiekanego materiału na skutek zmniejszania się objętości porów, co potwierdzone jest w analizie mikrostruktury. Równanie opisujące oddziaływanie między ziarnami pozwala wyznaczyć naprężenia powstające w spiekany materiał. Artykuł przedstawia wyniki uzyskane we wstępnym etapie prac badawczych. Przewidziane jest prowadzenie dalszych badań eksperymentalnych oraz numerycznych.

Podziękowania

Autorzy dziękują p. prof. Andrzejowi Olszynie oraz p. dr. Markowi Kosteckiemu z Wydziału Inżynierii Materiałowej z Politechniki Warszawskiej za pomoc w analizie mikrostruktury spieków.

Literatura

- [1] *Powder Metallurgy Science*, Metal Powder Industries Federation, 1984
- [2] Hosford W.F., *Material Science*, Cambridge University Press, 2006.
- [3] Rojek J., *Modelowanie i symulacja komputerowa złożonych zagadnień mechaniki nieliniowej metodami elementów skończonych i dyskretnych*, Prace IPPT 4/2007 (praca habilitacyjna).
- [4] Parhami F., McMeeking R.M., A network model for initial stage sintering, *Mechanics of Materials*, 27, 1998, s. 111–124.
- [5] Martin C.L., Schneider L.C.R., Olmos L. and Bouvard D., Discrete element modeling of metallic powder sintering, *Scripta Materialia* 55, 2006, s. 425–428.

**Uwaga końcowa: Praca naukowa finansowana ze środków Programu Operacyjnego:
Innowacyjna Gospodarka 2007-2013 w ramach projektu badawczego KomCerMet:
„Kompozyty i nanokompozyty ceramiczno-metalowe dla przemysłu lotniczego
i samochodowego”.**